

République algérienne démocratique et populaire  
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique  
Université a. Mira de Bejaia



Faculté de Technologie  
Département de Génie des procédés  
Laboratoire de Génie de l'Environnement

# Mémoire

## EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE Master

Domaine : Science et Technologie Filière : Génie des Procédés  
Spécialité : Génie Chimique

Présenté par

Mouloudj Ouiza  
Harcheche Chahinez

*Thème*

**Contribution à l'étude expérimentale de l'hydrodynamique  
d'un microréacteur à lit fluidisé solide-liquide**

Soutenue le 14/07/2022

Devant le jury composé de :

| Nom et Prénom                | Grade |                      |               |
|------------------------------|-------|----------------------|---------------|
| Mme HAMAIDI- MAOUCHE Nassima | MCA   | Université de Bejaia | Présidente    |
| Mme BELAID Taous             | MCA   | Université de Bejaia | Examinatrice  |
| Mme KECHROUD Nassima         | MCA   | Université de Bejaia | Encadrante    |
| M TIGHZERT Hamid             | MCA   | Université de Bejaia | Co- Encadrant |

Année Universitaire : 2021/2022



## **Remerciements**

*Tout d'abord, louange à 'Allah' qui nous a guidées sur le droit chemin tout au long du travail et nous a inspiré les bon pas et les justes reflexes. Sans sa miséricorde, ce travail n'aura pas abouti ;*

*Nous tenons à remercier très chaleureusement notre promotrice Mme KECHROUD.N, pour la confiance, la patience, ses précieux conseils et son aide durant toute la période du travail ;*

*Nous tenons également à remercier vivement Mr TIGHZERT.H pour son aide et ses très précieux conseils, toujours à disposition pour répondre aux questions de manière très cordiale ;*

*Nos vifs remerciements vont également aux membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à notre recherche en acceptant d'examiner notre travail et de l'enrichir par leurs propositions ;*

*Enfin, nous tenons également à remercier toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

## Sommaire

|                     |   |
|---------------------|---|
| Nomenclature        |   |
| Liste des Figures   |   |
| Listes des tableaux |   |
| Introduction .....  | 1 |

### Chapitre I : Synthèse bibliographique

|                                                              |    |
|--------------------------------------------------------------|----|
| I.1 Les microréacteurs .....                                 | 3  |
| I.1.1 Définition .....                                       | 3  |
| I.1.2 Bref historique de la micro-fluidisation .....         | 3  |
| I.1.3 Conception et fabrication des microréacteurs .....     | 4  |
| I.1.4 Avantages des microréacteurs .....                     | 5  |
| I.1.5 Inconvénients des microréacteurs .....                 | 5  |
| I.1.6 Les applications des microréacteurs .....              | 6  |
| I.2.1 Ecoulements dans les réacteurs .....                   | 9  |
| I.2.2 Notion de distribution de temps de séjours (DTS) ..... | 10 |
| I.2.2.1 Les moments de La DTS .....                          | 12 |
| I.2.2.2 Choix de traceurs .....                              | 12 |
| I.2.2.3 Les types d'injection du traceur .....               | 13 |
| I.2.3 Modélisation des écoulements non idéaux par DTS .....  | 14 |
| I.2.3.1 Le modèle piston avec dispersion axiale .....        | 14 |
| I.2.3.2 Le modèle des n cuves agitées .....                  | 16 |

### Chapitre II : Dispositif expérimental et techniques de mesures

|                                                                          |    |
|--------------------------------------------------------------------------|----|
| II.1 Présentation générale de l'installation .....                       | 18 |
| II.2 Propriétés du fluide et des particules fluidisées .....             | 19 |
| II.4 Techniques de mesures .....                                         | 20 |
| II.4.1 Mesure de débits .....                                            | 20 |
| II.4.2 Mesure de pression .....                                          | 21 |
| II.4.3 Mesure de la porosité .....                                       | 21 |
| II.4.4 Mesure de la température .....                                    | 21 |
| II.4.5 Détermination de la distribution des temps de séjours (DTS) ..... | 21 |

|                                                                  |    |
|------------------------------------------------------------------|----|
| II.4.5.1 Procédure expérimentale .....                           | 21 |
| II.4.5.2 Détermination de la DTS et essais de répétabilité ..... | 22 |

### **Chapitre III : Résultats expérimentaux**

|                                                                                         |    |
|-----------------------------------------------------------------------------------------|----|
| III.1 Expansion et porosité du lit fluidisé .....                                       | 25 |
| III.2 Détermination du minimum de fluidisation à partir des courbes de l'expansion..... | 26 |
| III.2.1 Comparaison aux travaux antérieurs .....                                        | 27 |
| III.2.2 Comparaison à l'équation d'Ergun .....                                          | 30 |
| III.3 Détermination de la DTS.....                                                      | 31 |
| III.3.2 Evolution de la DTS en fonction de la porosité .....                            | 31 |
| III.3.3 Comparaison aux modèles d'écoulement élémentaires.....                          | 32 |
| III.3.3.1 Modèle des n cuves agitées.....                                               | 32 |
| III.3.3.2 Modèle piston- dispersion axiale .....                                        | 36 |
| Conclusion.....                                                                         | 41 |
| Références bibliographiques .....                                                       | 42 |

## Listes des Figures

### Chapitre I

|                                                                      |    |
|----------------------------------------------------------------------|----|
| Figure I. 1 : Réacteur parfaitement agité.....                       | 9  |
| Figure I. 2 : Réacteur piston.....                                   | 9  |
| Figure I.3 : Phénomènes perturbant les conditions d'écoulement ..... | 10 |
| Figure I.4 : DTS des réacteurs idéaux.....                           | 11 |
| Figure I.5: Impulsion de Dirac et réponse.....                       | 13 |
| Figure I.6 : Impulsion Echelon et réponse .....                      | 14 |
| Figure I.7 : Système ouvert à la dispersion.....                     | 15 |
| Figure I.8: Système fermé à la dispersion.....                       | 15 |
| Figure I.9 : système semi ouvert à la dispersion .....               | 15 |
| Figure I.10 : Représentation du modèle n cuves agitées.....          | 17 |

### Chapitre II

|                                                               |    |
|---------------------------------------------------------------|----|
| Figure II.1 : Schéma général du dispositif expérimental ..... | 19 |
| Figure II.2 : Etalonnage du grand débitmètre .....            | 20 |
| Figure II.3 : Etalonnage du petit débitmètre .....            | 20 |
| Figure II.4 : Courbe d'étalonnage de NaCl .....               | 22 |
| Figure II.5 : Evolution de la DTS en fonction du temps .....  | 24 |

### Chapitre III

|                                                                                                                                          |    |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figure III.1 : Evolution de la porosité en fonction de la vitesse de fluidisation.....                                                   | 25 |
| Figure III.2 : Expansion et extrapolation de $U_{mf}$<br>H : hauteur d'expansion à une vitesse U ; $H_0$ : Hauteur statique du lit ..... | 26 |
| Figure III.3 : Extrapolation de $U_{mf}$ à partir des données expérimentales<br>de Azzeradj (1996) .....                                 | 28 |
| Figure III.4 : Extrapolation de $U_{mf}$ à partir des données expérimentales<br>de Berraza & Bouyahia (2016) .....                       | 28 |
| Figure III.5 : Extrapolation de $U_{mf}$ à partir des données expérimentales                                                             |    |

|                                                                                                                                                        |    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| de Chemache & Messouaf (2017) .....                                                                                                                    | 29 |
| Figure III.6 : Evolution de la DTS en fonction de la porosité du lit fluidisé .....                                                                    | 32 |
| Figure III.7 : L'évolution de la DTS en fonction de $\theta$ et comparaison au modèle n cuves agitées $U= 4,66$ cm/s ; $\epsilon= 0,49$ .....          | 33 |
| Figure III.8 : L'évolution de la DTS en fonction de $\theta$ et comparaison au modèle n cuves agitées $U= 5,72$ cm/s ; $\epsilon= 0,55$ .....          | 34 |
| Figure III.9 : L'évolution de la DTS en fonction de $\theta$ et comparaison au modèle n cuves agitées $U= 8,18$ cm/s ; $\epsilon= 0,63$ .....          | 34 |
| Figure III.10 : L'évolution de la DTS en fonction de $\theta$ et comparaison au modèle n cuves agitées $U= 9,77$ cm/s ; $\epsilon= 0,74$ .....         | 35 |
| Figure III.11 : L'évolution de la DTS en fonction de $\theta$ et comparaison au modèle n cuves agitées $U= 9,77$ cm/s ; $\epsilon= 0,84$ .....         | 35 |
| Figure III.12 : Evolution de la DTS réduite en fonction de $\theta$ et comparaison au modèle piston-dispersion $U=4.66$ cm/s ; $\epsilon= 0,49$ .....  | 37 |
| Figure III.13 : Evolution de la DTS réduite en fonction de $\theta$ et comparaison au modèle piston-dispersion $U=5,72$ cm/s ; $\epsilon= 0,55$ .....  | 37 |
| Figure III.14: Evolution de la DTS réduite en fonction de $\theta$ et comparaison au modèle piston-dispersion $U= 8,18$ cm/s ; $\epsilon= 0,63$ .....  | 38 |
| Figure III.15: Evolution de la DTS réduite en fonction de $\theta$ et comparaison au modèle piston-dispersion $U= 9,77$ cm/s ; $\epsilon= 0,74$ .....  | 38 |
| Figure III.16: Evolution de la DTS réduite en fonction de $\theta$ et comparaison au modèle piston-dispersion $U= 11,35$ cm/s ; $\epsilon= 0,84$ ..... | 39 |

## Liste des tableaux

### Chapitre I

|                                                                                             |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Tableau I. 2.1: Expressions des moments d'ordre 1 et 2 pour chaque condition aux limites... | 16 |
|---------------------------------------------------------------------------------------------|----|

### Chapitre II

|                                                                                                                                |    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Tableau II.1: Propriétés du liquide (eau) et celles des particules solides (billes de verre) .....                             | 19 |
| Tableau II.2 : Valeurs expérimentales de $\bar{\tau}_{exp}$ et $\sigma_{exp}$ et écarts type moyens des différents essais..... | 23 |

### Chapitre III

|                                                                                                                                                        |    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Tableau III.1 : Dimensions des colonnes de fluidisation utilisées par les auteurs cités ci-dessus et valeurs de $U_{mf}$ expérimentales obtenues ..... | 27 |
| Tableau III.2 : Ecart enregistrés entre les deux méthodes de calcul de $U_{mf}$ pour les travaux antérieurs. ....                                      | 29 |
| Tableau III.3: Ecart relatifs entre la vitesse minimale de fluidisation expérimentale et celle prédite par l'équation d'Ergun.....                     | 30 |
| Tableau III.4 : Paramètres d'écoulement de la présente étude .....                                                                                     | 31 |
| Tableau III.5 : Valeurs expérimentales de N pour chaque condition opératoire .....                                                                     | 33 |
| Tableau III.6 : Valeurs expérimentales de Pe .....                                                                                                     | 36 |
| Tableau III.7 : Valeurs de la RMSE pour tous les modèles.....                                                                                          | 40 |



**Lettres latines**

|                                                                   |                                    |
|-------------------------------------------------------------------|------------------------------------|
| A : section de la colonne                                         | [m <sup>2</sup> ]                  |
| C(t) : concentration de l'espèce mesurée à l'instant « t »        | [mol.m <sup>-3</sup> ]             |
| <i>Dax</i> : Coefficient de dispersion axiale de la phase liquide | [m <sup>2</sup> .s <sup>-1</sup> ] |
| Dc : le diamètre de la colonne                                    | [m]                                |
| DTS : distribution des Temps de Séjour                            | [s <sup>-1</sup> ]                 |
| d <sub>p</sub> : diamètre des particules                          | [m]                                |
| E(t) : fonction de distribution des temps de séjour               | [s <sup>-1</sup> ]                 |
| g : accélération gravitationnelle                                 | [m.s <sup>-2</sup> ]               |
| H : Hauteur du lit                                                | [m]                                |
| H <sub>c</sub> : la hauteur de la colonne                         | [m]                                |
| H <sub>0</sub> : Hauteur statique                                 | [m]                                |
| m <sub>p</sub> : Masse d'une particule                            | [kg]                               |
| N : nombre de cuves agitées en série                              |                                    |
| Pe : nombre de Peclet                                             |                                    |
| RMSE : racine de la moyenne de la somme des carrés des erreurs    |                                    |
| $\bar{t}_s$ : Temps de séjour moyen                               | [s]                                |
| t <sub>s</sub> : Temps de séjour                                  | [s]                                |
| U : Vitesse débitante de fluidisation                             | [m.s <sup>-1</sup> ]               |
| U <sub>mf</sub> : Vitesse minimale de fluidisation                | [m.s <sup>-1</sup> ]               |
| U <sub>z</sub> : Vitesse axiale moyenne                           | [m.s <sup>-1</sup> ]               |
| Z : Coordonnée spatiale dans le sens de l'écoulement              | [m]                                |

**Lettre grecques**

|                                                       |                       |
|-------------------------------------------------------|-----------------------|
| ΔP : Perte de charge                                  | [N.m <sup>-2</sup> ]  |
| τ : Temps de passage                                  | [s]                   |
| μ : Viscosité dynamique                               | [Pa.s]                |
| ρ : Masse volumique du fluide                         | [kg.m <sup>-3</sup> ] |
| ρ <sub>p</sub> : Masse volumique des particules       | [Kg.m <sup>-3</sup> ] |
| ε <sub>mf</sub> : Porosité au minimum de fluidisation |                       |

$\varepsilon$  : Porosité du lit

$\varphi$ : Facteur de sphéricité

$\theta$  : Variable adimensionnelle

$\sigma_t^2$ : Variance de la DTS [s<sup>2</sup>]

$\sigma_\theta^2$  : variance adimensionnelle



---

## *Introduction*

---

Dans le domaine de la recherche et en industrie chimique, les temps et coûts de développement sont élevés, notamment en raison de la mise en place des installations pilotes et de la consommation de produits. Le recyclage des produits, en particulier les solvants dans lesquels sont dilués les réactifs, n'est pas toujours possible. Les conditions opératoires lentes peuvent engendrer des réactions secondaires qui diminuent la sélectivité et, de manière générale, la productivité doit constamment être améliorée afin de répondre à des soucis de rentabilité [Sarazin, 2006]. Dans tous ces cas, la miniaturisation des réacteurs apporte des réponses et rend les opérations chimiques plus sûres, plus rentables et plus respectueuses de l'environnement. Les microréacteurs présentent donc un intérêt considérable pour le domaine scientifique y compris le domaine du génie chimique.

Les micro-lits fluidisés constituent particulièrement une voie pertinente d'intensification des procédés, car grâce à leur petite taille qui conduit à un grand rapport surface sur volume, ils permettent d'améliorer de manière significative le mixing, donc le transfert de masse et de chaleur, nécessaires dans de nombreuses opérations de transformation de la matière. Une recherche bibliographique montre que les travaux sur la fluidisation dans les mini ou micro-lits fluidisés sont encore limités (Zhang et al., 2021).

L'objectif principal du présent travail est de contribuer à l'étude hydrodynamique de la fluidisation solide-liquide dans un réacteur miniaturisé (14 cm de hauteur et 18 mm de diamètre interne). Nous allons étudier les caractéristiques d'expansion du lit (c'est-à-dire la relation entre la vitesse superficielle du liquide ( $U$ ) et la porosité du lit ( $\epsilon$ ), car la porosité du lit influence de manière significative sur les caractéristiques de mélange (mixing), de transfert de chaleur et de masse des lits fluidisés. L'autre caractéristique hydrodynamique qui sera étudiée dans ce travail est la distribution du temps de séjours (DTS). Cet outil largement utilisé pour décrire de manière quantitative le comportement d'un système en écoulement, à l'aide d'une expérience simple à réaliser (Dankwerts, 1979), permet de déterminer le temps de séjour au sein du réacteur. Par rapprochement avec des modèles hydrodynamiques, les distributions des temps de séjour permettent de quantifier l'importance d'éventuelles zones mortes (ou stagnantes), de cheminements préférentiels, etc...

Ce manuscrit comporte trois chapitres, le premier est consacré à l'étude bibliographique. Cette étude est constituée de deux parties, la première partie présente quelques généralités sur les microréacteurs tels que la définition, l'historique, les avantages et inconvénients, ainsi que les applications. La deuxième partie concerne les caractéristiques de l'écoulement basées sur la mesure de la DTS.

Le deuxième chapitre est consacré à la description de l'installation et des techniques de mesures utilisées, ainsi que la présentation des résultats préliminaires.

Le dernier chapitre présente les différents résultats expérimentaux obtenus, et leur confrontation. Nous terminons ce travail par une conclusion qui résume l'ensemble des résultats auxquels nous avons abouti.

---

*Chapitre I*  
*Synthèse bibliographique*

---

## I.1 Les microréacteurs

### I.1.1 Définition

Un microréacteur est un réacteur miniature dans lequel se déroule une réaction chimique, à ces microsystèmes (de dimensions caractéristiques qui s'étendent du submicromètre à quelques millimètres.), allant de nanoréacteurs aux milli-miniréacteurs, on donne le nom de microréacteurs (Roumani. M, 2005).

### I.1.2 Bref historique de la micro-fluidisation

L'étude des lits micro-fluidisés (LMF) remonte au début des années 80, lorsque Scott. D.S et al. (1982 ; 1984) ont utilisé un réacteur à lit fluidisé de 2 cm de diamètre interne pour étudier la pyrolyse éclair du charbon et des échantillons de bois. Bien que ces auteurs aient construit ce lit fluidisé et lancé la recherche en 1982, Funazukuri et al. (1986) l'ont explicitement appelé "lit micro-fluidisé" lorsqu'ils ont utilisé le même réacteur à lit fluidisé pour la pyrolyse de la cellulose en 1986. Par la suite, les travaux sur les lits micro-fluidisés ont été suspendus. Depuis le début de ce siècle, la taille des lits fluidisés s'est encore réduite. Effendi. A et al. (2002 ; 2003) ont caractérisé les dépôts de carbone dans une colonne fluidisée de quartz de diamètre interne inférieur à 10 mm. Ensuite, Potic. B et al. (2005) ont réintroduit le concept des LMF avec un diamètre interne de seulement quelques millimètres (soit 1 à 3 mm), Xu. G et al. (2008) ont ensuite étudié les effets des parois et l'opérabilité des LMF. Cette fois, les recherches sur les LMF ont été soutenues par un intérêt de recherche co-actuel en microfluidique. Cela peut être considéré comme le point de départ de la recherche sur la micro-fluidisation et en effet les travaux de Potic. B et al.,(2008 ; 2019) sont considérés comme les premiers travaux dans le domaine bien que des rapports sur les LMF par le groupe de Xu. G et al (2008) soient faits après Potic. B et al.,(2005). Xu.G et al.(2008) ont en effet lancé le domaine en caractérisant non seulement les paramètres hydrodynamiques (c'est-à-dire la taille des particules, la taille de la colonne, les vitesses de fluidisation) mais aussi en élargissant les applications des LMF gaz-solide dans des domaines tels que la gazéification, la pyrolyse et la combustion. Il est à noter que les travaux ont commencé en 2005 mais que les premiers rapports sont arrivés un peu plus tard. De plus, Zivkovic.V et al. (2012) et Liu.M et al. (2017) ont favorisé le développement des LMF basés sur la microfluidisation liquide solide et liquide-solide-gaz. Pendant ce temps, Pereiro et al.(2017) ont proposé un lit microfluidisé magnétique pour l'extraction des bactéries et l'analyse de l'ADN , élargissant ainsi l'utilisation des systèmes à lit micro-fluidisé dans le domaine biologique (Zhang. Y et al. , 2021).



### I.1.3 Conception et fabrication des microréacteurs

Actuellement, de nombreux réacteurs miniaturisés (miniréacteurs et microréacteurs) de différentes formes : tubes, canaux... sont conçus pour des applications en réactions chimiques. Ils sont fabriqués en verre, silicium, poly-diméthylsiloxane (PDMS), acier inoxydable, céramique ou résine « photoresist » à base d'époxyde (SU8). Grâce à sa robustesse chimique et en température ( $> 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), à sa transparence et sa chimie de surface bien contrôlée, le verre est souvent considéré comme un matériau de choix pour développer des microsystèmes dédiés aux applications chimiques (Hassan.A, 2010). Le silicium a aussi beaucoup à offrir grâce à ses propriétés électriques et sa compatibilité avec une multitude de procédés de fabrication, y compris l'intégration de circuits électriques. Pour des applications à température ambiante ou jusqu'à  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ , des microréacteurs à base de polymère (PDMS) peuvent être utilisés, sauf si des solvants organiques sont nécessaires, comme dans le cas de l'extraction liquide-liquide où le verre est de nouveau préféré.

Les colonnes de lit rectangulaires ou cylindriques avec différents diamètres hydrauliques affectent fortement les performances de la fluidisation, il est donc essentiel d'étudier les caractéristiques hydrodynamiques du MLF pour la conception et l'optimisation du lit, qui pourraient être difficiles à concevoir et à fabriquer avec des outils mécaniques conventionnels, mais l'effet de la rugosité de surface des pièces imprimées peut altérer les performances de fluidisation. Les capillaires en quartz de différents diamètres internes sont plus couramment utilisés comme colonne de lit, car la paroi de lit transparente permet l'analyse de visualisation. Cependant, les LMF mentionnés ci-dessus peuvent ne pas supporter de réactions chimiques impliquant une température élevée. Au lieu de cela, les lits fluidisés construits en acier inoxydable ont été proposés par d'autres chercheurs. Pour répondre aux exigences des réactions gaz-solide complexes, Xu et al.(2010) ont proposé un analyseur de réaction à lit micro-fluidisé (MFBRA) qui permet une alimentation pulsée en ligne et une réaction rapide dans des conditions de haute température, conduisant au développement d'un lit microfluidisé multifonctionnel avec surveillance en ligne et capacités de traitement. Par exemple, ce MFBRA a été rapporté pour préparer des catalyseurs Ni / AC, qui ont été caractérisés en ligne par la spectroscopie d'émission atomique plasma (ICP AES), le microscope électronique à transmission (TEM), la désorption programmée en température (TPD), la

spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier ( FT-IR) et la spectroscopie photoélectronique à rayons X (XPS). (Zhang. Y et al, 2021).

#### I.1.4 Avantages des microréacteurs

- Les faibles dimensions des microréacteurs permettent d'avoir un transfert de masse et de chaleur très rapide. Ce qui conduit à un équilibre presque instantané de la température et de la concentration au sein du système ( Saber. M, 2009).
- L'évacuation de la chaleur est plus efficace que dans un réacteur conventionnel et la manipulation de faibles quantités de fluide dans des canaux de petits diamètres permet un temps de mélange très court, malgré le caractère laminaire de l'écoulement.
- Pour ces deux dernières raisons, la formation des sous-produits et les réactions secondaires limitant la sélectivité de la réaction chimique sont limitées dans les microréacteurs (Roumanie. M, 2005).
- Grace à toutes ces propriétés, le rendement total des réactions dans les micro systèmes est meilleur que celui obtenu dans les réacteurs classiques (Roumanie. M, 2005).
- En matière de sécurité, la quantité des produits utilisés étant faible, les risques liés à la manipulation des produits dangereux et les fuites sont limités (Roumanie. M, 2005).
- La miniaturisation des réacteurs présente aussi un intérêt économique, car dans le cas des réactions rares et coûteuses, les réactifs sont consommés très lentement et en faible quantités (Roumanie. M, 2005).
- Le temps de séjour de ces microsystemes est court (de quelques millisecondes à quelques secondes), ce qui permet d'effectuer plusieurs expériences par jour sous différentes conditions de température et de pression (Roumanie. M, 2005).

#### I.1.5 Inconvénients des microréacteurs

- Dans le cas des réactions très lentes, où le temps de séjour est élevé, la mise en place d'une alimentation en faibles débits conduit à une production chimique faible. Dans ce cas, pour fabriquer une grande quantité de produits, on doit utiliser un réacteur classique ou une série de ces microréacteurs placés en parallèle (Roumanie. M, 2005).
- Les problèmes de bouchage et de nettoyage sont des points auxquels les microréacteurs sont très sensibles.
- Ajoutons à ces difficultés, le fait que les études menées jusqu'à présent sur les microréacteurs ne permettent pas de confirmer que ces microsystemes peuvent produire comme dans un réacteur classique, même étant placés en parallèles (Zhang. Y et al., 2021).

- la réduction des dimensions caractéristiques d'un réacteur entraîne inévitablement une augmentation des pertes de charges par frottement pour véhiculer des liquides.
- La miniaturisation se heurte également aux problèmes liés à l'étanchéité du microsysteme, si les dimensions des micro canaux sont trop petites, il sera d'autant plus difficile de les lier entre eux, dans ce cas on se heurte aux limites techniques.
- Pour une utilisation continue des microréacteurs, adaptés à la production industrielle, le passage de réactifs organiques et la formation de résidus chimiques d'une réaction entraînera un encrassement progressif des micro canaux. Ils auront donc une durée de fonctionnement limitée qui peut varier selon les produits organiques utilisés, d'où la nécessité d'instaurer un cycle de remplacement des microréacteurs (Ladeveze. F, 2005).

### **I.1.6 Les applications des microréacteurs**

L'adoption des techniques basées sur l'intensification des procédés (IP) a conduit à des progrès rapides avec l'application des réacteurs à LMF, dans le traitement chimique conventionnel, ainsi que dans des domaines tels que les questions environnementales et l'industrie biologique. Dans cette section, les techniques de lits fluidisés miniaturisés sont discutées du point de vue de l'IP.

#### **➤ Criblage par granulation**

Afin de minimiser la situation de défluidisation et d'améliorer la qualité de la fluidisation, de nombreuses méthodes ont été proposées pour optimiser le traitement granulaire dans les LMF. Zhong.Y et al.(2012) ont étudié le comportement de défluidisation des poudres de fer avec différents gaz de fluidisation (Ar, N<sub>2</sub>, CO, H<sub>2</sub>) dans le lit fluidisé bouillonnant de 25 mm de diamètre interne. Ils ont conclu que la tendance à la défluidisation diminuait avec l'augmentation de la viscosité et de la densité des gaz. De même, le concept de réactions en plusieurs étapes dans les LMF a également été appliqué pour réduire les oxydes métalliques, la granulation des nanoparticules WS<sub>2</sub> et Mg<sub>2</sub>Si. En résumé, la technique LMF peut être utilisée dans le processus de granulation. En ce qui concerne l'IP, il améliore également les performances de traitement et la qualité du produit (Zhang. Y et al, 2021).

#### **➤ Encapsulation des particules**

L'encapsulation des particules pour produire des pilules, des granulés et des comprimés est largement utilisée dans les industries alimentaires et pharmaceutiques. Le processus d'encapsulation à l'intérieur d'un lit fluidisé est réalisé en pulvérisant une solution de

revêtement dans les solides fluidisés, qui contient plusieurs cycles de processus de mouillage-séchage pour former un revêtement uniforme sur la surface des particules. Simultanément, l'air chaud est pompé dans le lit pour fluidifier le lit de particules et sécher la surface humide (Zhang. Y et al, 2021).

A ce jour, les principaux inconvénients de l'encapsulation des particules sont l'agglomération, la rupture et les faibles rendements, le développement de nouvelles techniques devraient améliorer l'encapsulation des particules dans les LMF.

#### ➤ Séparation des particules

Pour la ségrégation solide dans un lit fluidisé, bien que la forme des particules, la chute de pression, la conception du distributeur, l'épaisseur du lit et la hauteur aient été signalées comme influençant la séparation des particules, les principales préoccupations sont la densité et la taille des particules. Il a été rapporté que les lits fluidisés stabilisés magnétiquement étaient capables de séparer la phase solide, en particulier pour l'extraction de solides métalliques (par exemple, le minerai de fer). Une raison pourrait être que les solides industriels (c'est-à-dire les métaux et les charbons) contiennent de plus grandes tailles et nécessitent un lit fluidisé à l'échelle conventionnelle pour la séparation.

#### ➤ Traitement des eaux usées

La combinaison de LMF avec la technologie d'immobilisation cellulaire est largement appliquée pour le traitement des eaux usées. Par exemple, Chowdhury.N et al.(2009) ont comparé la capacité d'élimination des nutriments biologiques à l'aide d'un nouveau bioréacteur à lit fluidisé circulant liquide-solide (LFLSC) avec et sans recirculation de particules (les particules de roche de lave attachées à la biomasse). Le système sans particules a été capable d'éliminer respectivement 94, 80 et 65 % des matières organiques (demande chimique en oxygène, DCO), de l'azote (N) et du phosphore (P). Kuyukina.M.S et al.(2009) ont testé différents biocatalyseurs immobilisés sur les supports hydrophobes tels que la sciure de bois, le cryogel de poly (alcool vinylique) (cryoPVA) [polymère obtenu par hydrolyse alcaline de l'acétate de polyvinyle] et le cryogel de poly (acrylamide) (cryoPAAG) [polymère formé à partir d'acrylamide].

Kuyukina.G et al. (2017) ont découvert que leur approche pouvait atteindre une efficacité de biodégradation de 70 % pour les alcanes et les HAP (Les hydrocarbures aromatiques polycycliques) en deux semaines par rapport aux 24 et 37 correspondants.

Pour démontrer l'efficacité du LMF dans le traitement des eaux usées, Qiu.L et al.(2014) ont comparé la biodégradation du formaldéhyde par *Methylobacterium* sp immobilisé [Genre de plantes de la famille des Hyphomicrobiales].

### I.2.1 Écoulements dans les réacteurs

L'écoulement réel d'un fluide ne correspond pas toujours à l'écoulement type 'mélange parfait' et l'écoulement à travers les appareils tubulaires qui rappelle 'un écoulement piston'. Dans le cas de l'écoulement avec mélange parfait, la composition du fluide est uniforme dans tout l'appareil et elle est égale à la composition de sortie (figure I.1). L'écoulement piston est caractérisé par l'indépendance des éléments de fluide, c'est à dire que le fluide avance en bloc sans se mélanger (voir figure I.2).

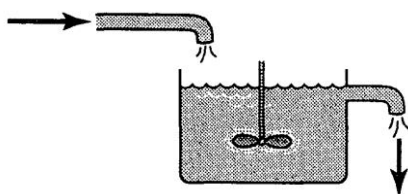


Figure I.1 : Réacteur parfaitement agité



Figure I.2: Réacteur piston

Dans ces réacteurs dits 'idéaux', le temps de passage est constant et définit par l'expression suivante :

$$\tau = \frac{\text{volume du réacteur}}{\text{débit de l'écoulement}} \quad (\text{I. 1})$$

Dans les réacteurs réels ou industriels, il existe un certain nombre de phénomènes nuisibles qui perturbent les conditions d'écoulement piston, provoquent une homogénéisation de la concentration et réduisent le processus d'échange. Les phénomènes les plus souvent rencontrés sont : les passages préférentiels, les recyclages et les zones stagnantes.

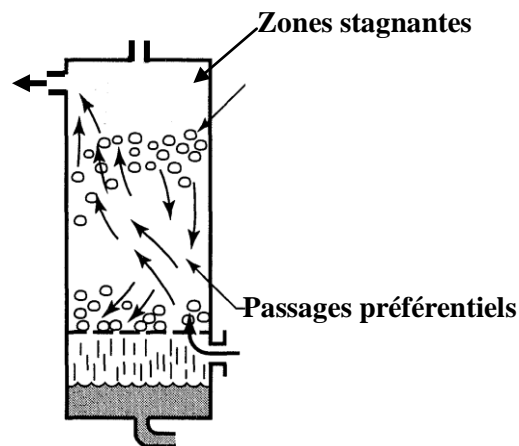
➤ Les passages préférentiels (Channeling) :

Des fractions importantes du fluide traversent l'appareil à une vitesse supérieure à la vitesse moyenne. Ce phénomène est plus aigu dans les systèmes ayant une faible quantité de garnissage, une mauvaise distribution ou bien un faible rapport longueur/diamètre.

➤ Le recyclage (Backflow, Eddying) : La même définition que pour les passages préférentiels s'applique sauf qu'une fraction de fluide s'écoule en sens opposé à l'écoulement principal.

➤ Les zones stagnantes (Dead regions)

Des fractions du fluide s'écoulent lentement et d'un point de vue pratique peuvent être considérées comme immobiles. Ces zones peuvent avoir des échanges de matière ou énergie avec le reste du fluide.



**Figure I.3 : Phénomènes perturbant les conditions d'écoulement**

### I.2.2 Notion de distribution de temps de séjours (DTS)

La distribution de temps de séjour (DTS) est un outil classique simple et très utilisé dans la caractérisation hydrodynamique globale des installations traversées par un fluide en circulation dans un réacteur, (Bennadjah. M, 2007). Cette notion a été introduite en 1953 par Danckwerts qui a proposé une approche systématique pour décrire le comportement des fluides dans les réacteurs réels.

Aujourd'hui, le concept de DTS est très largement utilisé dans le domaine du génie chimique, comme, par exemple, pour le dimensionnement des réacteurs, mais aussi dans de nombreux autres domaines comme l'hydrologie, la physiologie ou le génie climatique (Bellil. A, 2014).

Dans le cas d'un réacteur idéal de type piston, la quantité de traceur injectée ressort de celui-ci au temps  $t_s = \tau$  ( $\tau$  correspond au temps de passage dans le réacteur). Pour un réacteur idéal piston, ce temps de passage est identique pour toutes les molécules. Dans le cas d'un réacteur réel, les mêmes molécules de traceur injectées au temps  $t_0$  ont chacune un temps de séjour différent dans le réacteur, la DTS représente la répartition statistique de ces temps de séjour autour d'un temps de séjour moyen (figure I.4).

La géométrie du réacteur et les conditions hydrodynamiques peuvent entraîner des chemins préférentiels, des courts-circuits, des volumes stagnants appelés aussi des volumes morts (Danckwerts.P.V, 1953).

Tous ces phénomènes sont responsables de la dispersion axiale des molécules en sortie du réacteur et donc, de l'écart à l'idéalité. La DTS permet donc l'obtention d'informations globales sur l'écoulement dans le réacteur étudié.

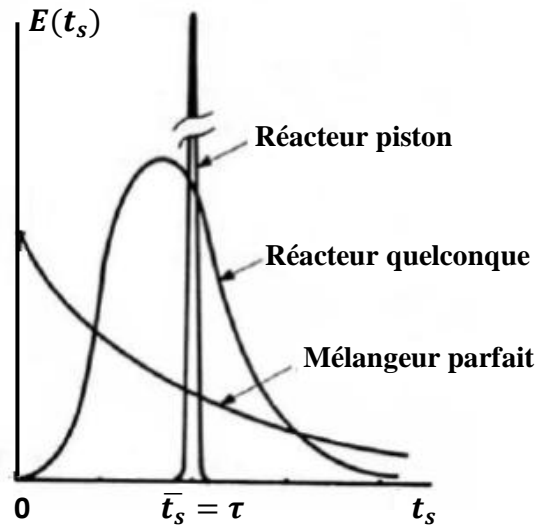


Figure I.4 : DTS des réacteurs idéaux

La fonction de distribution  $E(t)$  est une fonction normalisée de la concentration d'une espèce mesurable.

$$E(t) = \frac{C(t)}{\int_0^{\infty} C(t) dt} = \frac{C_i}{\sum C_i \Delta t_i} \quad (I.2)$$

$C(t)$  est la concentration de l'espèce mesurée à l'instant  $t$  en  $\text{mol/m}^3$ .

A partir de cette fonction, il est possible d'obtenir des informations importantes sur l'hydrodynamique qui, couplées aux modèles cinétiques chimiques, donnent accès aux profils de concentrations des composés dans le réacteur et permettent donc de prédire des rendements et des sélectivités de réactions.

Très souvent, le caractère idéal piston d'un réacteur est favorable à l'obtention de bons rendements et à une sélectivité accrue (Nagy. K.D, et al., 2012). Dans le cas d'un réacteur à écoulement piston, la concentration en composé est homogène dans toute la section droite du réacteur. Si le réacteur ne se comporte pas comme tel, on peut alors quantifier son écart au comportement idéal, à travers le calcul des premiers moments de la DTS.



### I.2.2.1 Les moments de La DTS

La fonction de distribution des temps de séjour  $E(t)$  possède les propriétés usuelles des distributions. En particulier on peut définir les moments de cette distribution (Debacq. M, 2019)

- **Le temps de séjour moyen  $\bar{t}_s$**

Le moment d'ordre 1 est appelé moyenne ou temps de séjours moyen, son expression est :

$$\bar{t}_s = \frac{\int_0^{\infty} tC(t)dt}{\int_0^{\infty} C(t)dt} = \frac{\sum t_i C_i \Delta t_i}{\sum C_i \Delta t_i} = \sum t_i E(t_i) \Delta t_i \quad (\text{I.3})$$

- **La Variance  $\sigma_t^2$**

Le moment centré d'ordre 2 est appelé variance, il représente l'étalement autour du temps de séjour moyen, son expression est :

$$\sigma_t^2 = \frac{\int_0^{\infty} (t - \bar{t}_s)^2 C(t)dt}{\int_0^{\infty} C(t)dt} = \sum (t_i - \bar{t}_s)^2 E(t_i) \Delta t_i \quad (\text{I.4})$$

### I.2.2.2 Choix de traceurs

La méthode des traceurs consiste à "marquer" des molécules entrant dans le système, et à les dénombrer dans le courant de sortie en fonction du temps. Ainsi on applique, à l'aide d'un traceur, un certain signal à l'entrée du système et on examine sa réponse en sortie, pour en déduire des renseignements sur le comportement interne du fluide sous la forme d'une fonction de transfert ; c'est donc une méthode systémique.

Le traçage de la phase liquide peut être réalisé par différentes méthodes, nous pouvons citer : la conductimétrie, la mesure de radioactivité, la thermométrie et la spectrophotométrie. Les traceurs radioactifs sont rarement utilisés car ils sont peu pratiques et dangereux, le traçage thermique est une méthode intrusive puisqu'elle exige de placer des sondes dans le réacteur étudié et peut donc engendrer des perturbations de l'écoulement et conduire à des mesures erronées. Par contre, les méthodes couramment utilisées sont basées sur l'analyse conductimétrique ou spectrophotométrique. Les temps de réponse caractéristiques des conductimètres sont généralement supérieurs à ceux des spectrophotomètres. Ainsi, la spectrophotométrie est une méthode particulièrement adaptée aux réacteurs-échangeurs étudiés, caractérisés par des temps de passage courts.

Le traceur doit posséder des propriétés similaires à celles du fluide étudié (densité, viscosité, etc.), il ne doit pas perturber l'écoulement et ne doit pas être adsorbable sur les parois ni susceptible de décomposition par réaction chimique.

Dans le cas de l'analyse conductimétrique, les mesures de DTS en phase liquide sont réalisées par des traçages salins. La mesure de conductivité d'un traceur, beaucoup plus conducteur que la phase liquide étudiée, est très simple et permet une bonne précision de mesures avec un simple conductimètre. De nombreux auteurs ont choisi cette technique de traçage salin pour la réalisation des mesures de la DTS dans différents réacteurs (Brakchi. L, 2015).

### I.2.2.3 Les types d'injection du traceur

Deux types d'injection du traceur sont possibles : l'injection impulsion et l'injection échelon (Debacq. M, 2019).

- **L'injection impulsion**

Cette méthode d'injection consiste à introduire tout le traceur sur un intervalle très court à l'entrée du réacteur de manière à s'approcher de la fonction de Dirac. Dans la pratique la durée de l'injection doit être petite en comparaison du temps de séjour moyen. Souvent pratiqué à l'aide d'une seringue. La réponse associée prend la forme représentée sur la Figure I.5

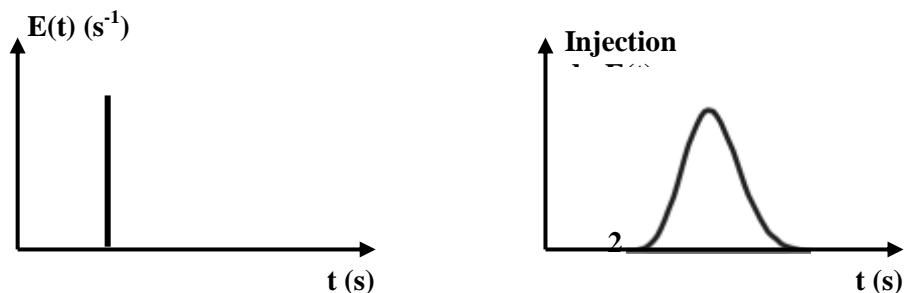


Figure I.5: Impulsion de Dirac et réponse

- **L'injection-échelon**

On est amené à réaliser une injection-échelon de traceur en faisant passer brusquement la concentration de ce dernier d'une valeur initiale  $C_i$  à une valeur finale  $C_f$ . En pratique, il faut un léger temps de réponse du système pour que la concentration atteigne son palier. Expérimentalement, ce type d'injection est réalisé en basculant l'alimentation du réacteur du bac initial d'alimentation à un bac chargé de solution de traceur à la concentration désirée. La réponse associée est généralement de la forme représentée sur la Figure I.6

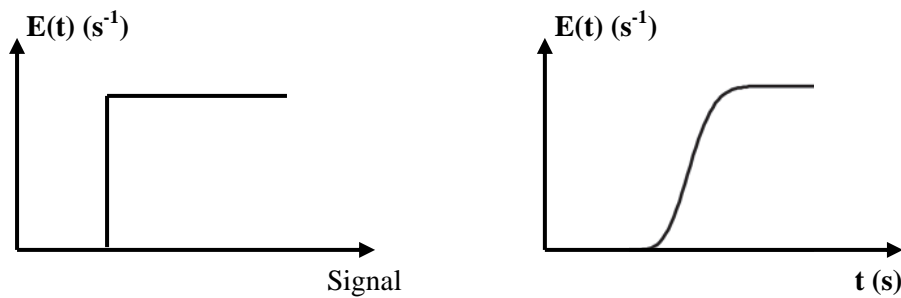


Figure I.6 : Impulsion Echelon et réponse

### I.2.3 Modélisation des écoulements non idéaux par DTS

#### I.2.3.1 Le modèle piston avec dispersion axiale

Ce modèle repose sur la superposition d'un écoulement piston convectif de vitesse  $u$  et d'une dispersion axiale obéissant formellement à la loi de Fick (Bennajah. M, 2007).

Le flux unitaire axial est donné par :

$$F = U_z C_A - D_z \frac{\delta C_A}{\delta Z} \quad (\text{I. 5})$$

Avec :

$D_z$  ( $\text{m}^2/\text{s}$ ) : coefficient de dispersion axiale ou longitudinale dépendant des conditions d'écoulement

$U_z$  ( $\text{m/s}$ ) : Vitesse axiale moyenne

$C_A$  ( $\text{mol}/\text{m}^3$ ) : concentration du traceur

$Z$  ( $\text{m}$ ) : coordonnée spatiale dans le sens de l'écoulement

Pour un écoulement dans un tube vide, il existe plusieurs causes de dispersion :

- Le profil radial de vitesse, surtout en régime laminaire.
- La diffusion moléculaire, en général négligeable, même en régime laminaire.
- La diffusion turbulente en régime turbulent.

En géométrie complexe la dispersion axiale est générée par les divers obstacles et recirculations locales. Les variations de la concentration du traceur en fonction du temps sont décrites par l'équation du bilan de matière suivante :

$$\frac{\partial C_A}{\partial t} = D_z \frac{\partial^2 C_A}{\partial z^2} - \bar{U}_z \frac{\partial C_A}{\partial z} \quad (\text{I. 6})$$

La résolution de cette équation dépend des conditions aux limites au point d'injection  $Z = 0$  et au point de mesure  $Z = L$ .

Dans le cas d'un réacteur ouvert à la dispersion, Villermaux (1993) propose la solution exacte :

$$E(t) = 0.5 \left( \frac{Pe}{\pi \cdot t \cdot \bar{t}_s} \right)^{0,5} \exp \left[ - \frac{Pe(\bar{t} - t)^2}{4 \cdot t \cdot \bar{t}_s} \right] \quad (I.7)$$

- **Ecoulement dit ouvert à la dispersion**

Le phénomène de dispersion axiale dans ce cas s'étend aux zones situées respectivement avant le détecteur d'entrée et après le détecteur de sortie. En d'autres termes, il n'y a aucune discontinuité du flux de dispersion à l'entrée et à la sortie (Figure I.7).

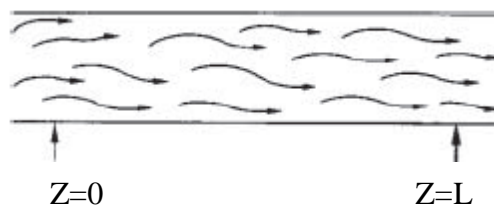


Figure I.7 : Système ouvert à la dispersion

- **Ecoulement dit fermé à la dispersion**

La dispersion axiale est limitée à la région située entre les deux détecteurs. Le fluide dans ce cas n'est transporté que par convection pure.

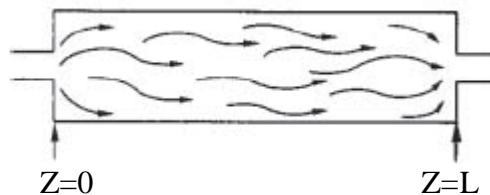


Figure I.8: Système fermé à la dispersion

- **Ecoulement dit semi-ouvert**

Le réacteur est semi-ouvert à la dispersion soit vers l'amont, soit vers l'aval (voir Figure I.9)

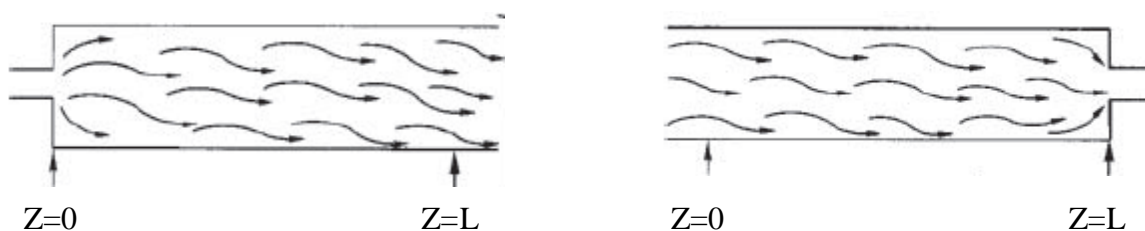


Figure I.9: Système semi-ouvert à la dispersion

L'équation de la DTS sous forme adimensionnée est :

$$E(\theta) = \bar{t}_s E(t) = \frac{0.5}{\theta} \left( \frac{Pe}{\pi \cdot \theta} \right)^{0.5} \exp \left[ -\frac{Pe(1-\theta)^2}{4 \cdot \theta} \right] \quad (I.11)$$

Avec Pe, le nombre de Pecklet défini par l'expression suivante :

$$Pe = \frac{Udp}{D_L} \quad (I.12)$$

Le tableau suivant regroupe les expressions du temps de séjours moyen ainsi que les relations qui relient le temps de séjour moyen et la variance pour chaque condition aux limites

**Tableau I. 1: Expressions des moments d'ordre 1 et 2 pour chaque condition aux limites**

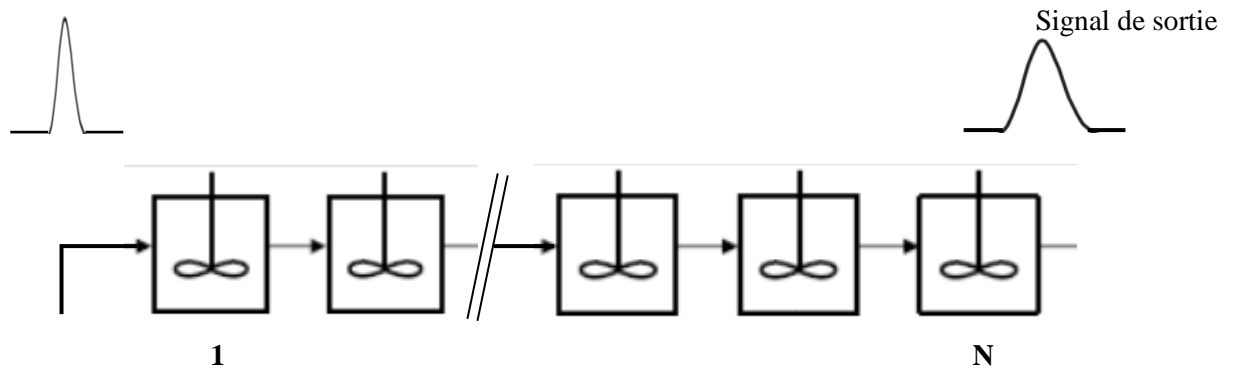
| Système                            | Moment d'ordre2                                                              | Moment d'ordre1                                            |                                   |
|------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------|-----------------------------------|
|                                    |                                                                              | $\bar{t}$                                                  | $\theta$                          |
| ouvert/ouvert                      | $\frac{\sigma_{exp}^2}{\bar{t}_s^2} = \frac{2}{Pe} + \frac{8}{Pe^2}$         | $\bar{t}_{oo} = \bar{t}_s \left( 1 + \frac{2}{Pe} \right)$ | $\theta = \frac{t}{\bar{t}_{oo}}$ |
| fermé/fermé                        | $\frac{\sigma^2}{\bar{t}_s^2} = \frac{2}{Pe} - \frac{2}{Pe^2} (1 - e^{-Pe})$ | $\bar{t}_{ff} = \bar{t}_s$                                 | $\theta = \frac{t}{\bar{t}_{ff}}$ |
| fermé/ouvert<br>ou<br>ouvert/fermé | $\frac{\sigma_{exp}^2}{\bar{t}_s^2} = \frac{2}{Pe} + \frac{3}{Pe^2}$         | $\bar{t}_{fo} = \bar{t}_s \left( 1 + \frac{1}{Pe} \right)$ | $\theta = \frac{t}{\bar{t}_{fo}}$ |

### I.2.3.2 Le modèle des N cuves agitées

L'écoulement d'un fluide dans un réacteur réel de volume Vr peut être assimilé à celui d'une cascade de N réacteurs identiques parfaitement agités. Ce modèle présente une solution unique car il n'y a pas de multiplicité des conditions aux limites. (Bennajah. M, 2007).

La distribution des temps de séjour de cet ensemble de N bacs agités en série s'écrit:

$$E(t) = \left( \frac{N}{\bar{t}_s} \right)^N \frac{t^{N-1}}{(N-1)!} \exp \left( -\frac{Nt}{\bar{t}_s} \right) \quad (I.8)$$



**Figure I.10 : Représentation du modèle N cuves agitées**

La variance de cette distribution est fonction du paramètre N de ce modèle :

$$\sigma_t^2 = \frac{\bar{t}_s^2}{N} \quad \text{ou} \quad \sigma_\theta^2 = \frac{1}{N} \quad (\text{I. 9})$$

$\theta$  est la variable adimensionnelle, son expression est donnée par l'équation suivante

$$\theta = \frac{t}{\bar{t}_s} \quad (\text{I. 10})$$

---

***Chapitre II***  
***Dispositif expérimental et techniques de***  
***mesures***

---

L'objet du présent travail, est rappelons le, de contribuer à l'étude expérimentale de la fluidisation liquide-solide dans un microréacteur, ce qui nécessite l'élaboration d'un montage expérimental répondant aux exigences suivantes :

- Visualisation aisée du phénomène à savoir la circulation des particules, le commencement de la fluidisation et l'expansion du lit.
- Possibilité de charge et décharge facile du lit (partie démontable).
- Mesures des paramètres hydrodynamiques tels que: débit du liquide, expansion et pertes de charge.
- Le choix des débitmètres qui couvrent toute la plage des vitesses prévues (pour cela des calculs préalables ont été effectués).

A cet effet, nous avons conçu, réalisé et mis au point une installation expérimentale au niveau du laboratoire d'hydrodynamique.

### **II.1 Présentation générale de l'installation**

Le dispositif expérimental schématisé sur la figure II.1, est composé principalement d'une cellule de mesure (1), qui repose sur un système d'entrée conique (2), séparés par une grille de distribution du liquide (3).

La cellule de mesure (ou colonne de fluidisation) de forme cylindrique est en verre, de hauteur 14 cm et de diamètre intérieur 1,8 cm. Une pompe centrifuge (4) fait circuler l'eau à partir d'un réservoir d'alimentation d'une capacité de 14 litres (5), dans lequel plonge un thermostat réglé à une température de  $20 \pm 2$  °C. Le débit du liquide est mesuré à l'aide de deux débitmètres à flotteurs (6) placés en parallèle.

En sortie de la colonne, le liquide est évacué ou redirigé vers le bac de stockage (5), constituant ainsi un circuit fermé. A ce niveau, un filtre est prévu pour empêcher l'échappement des particules.



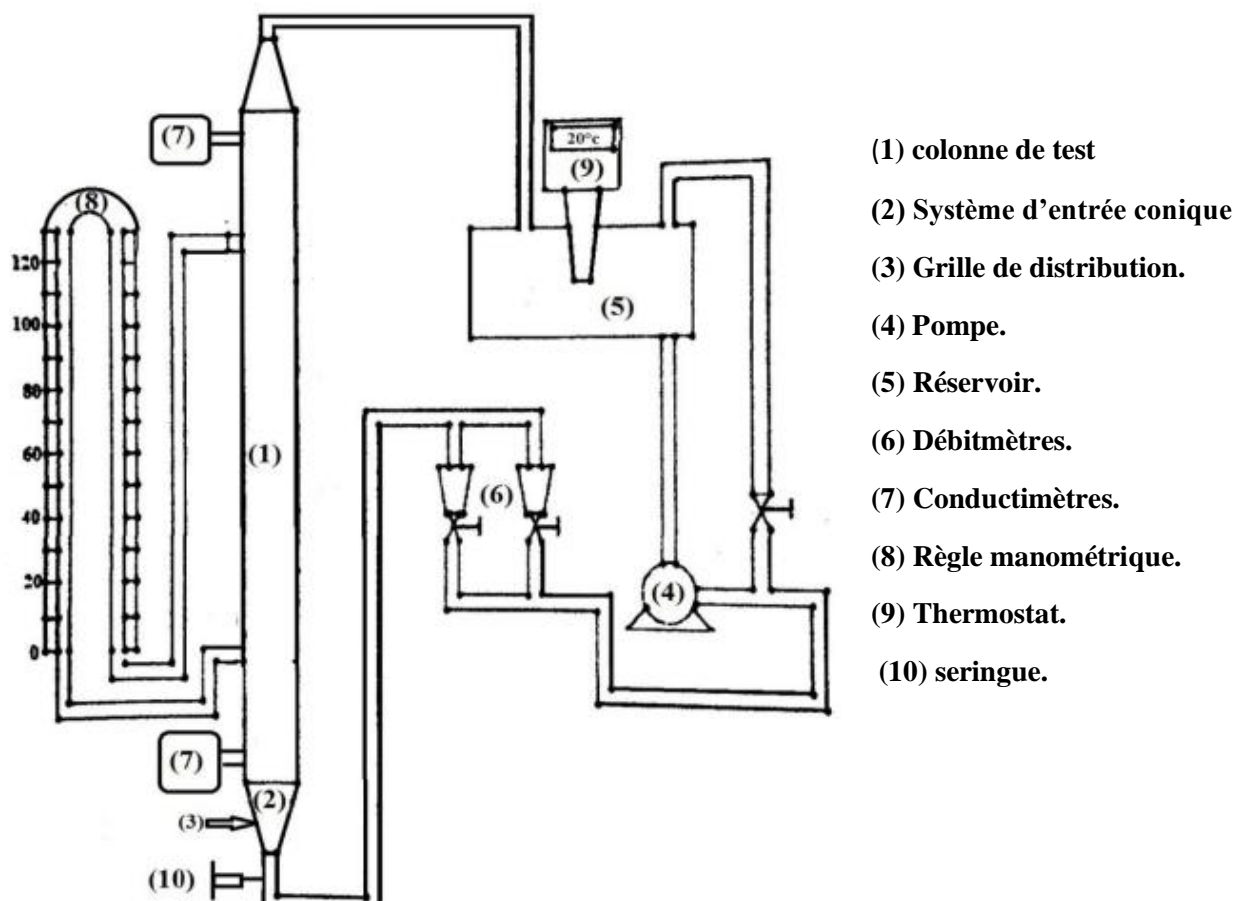


Figure II.1 : Schéma général du dispositif expérimental

### II.2 Propriétés du fluide et des particules fluidisées

Le fluide utilisé est de l'eau dont la température opératoire est fixée à  $20 \pm 2^\circ\text{C}$  et les particules fluidisées sont des sphères de verre dont les caractéristiques sont résumées dans le tableau suivant :

Tableau II.1: Propriétés du liquide (eau) et celles des particules solides (billes de verre)

| Propriétés du liquide           |                                  | Propriétés des particules |      |
|---------------------------------|----------------------------------|---------------------------|------|
| $\mu(\text{Pa.s})$<br>$10^{-3}$ | $\rho (\text{kg/m}^3)$<br>$10^3$ | $d_p$ (mm)                | 2    |
|                                 |                                  | $\rho_p(\text{kg/m}^3)$   | 2554 |
|                                 |                                  | $m_p$ (g)                 | 3,73 |
|                                 |                                  | Hauteur au repos (cm)     | 2    |

## II.4 Techniques de mesures

### II.4.1 Mesure de débits

Pour mesurer le débit d'eau (vitesse superficielle ou vitesse de fluidisation), deux débitmètres sont utilisés, l'un pour les grands débits et l'autre pour les petits débits. Nous avons étalonné ces deux débitmètres, les courbes d'étalonnage obtenues sont présentées ci-dessous.

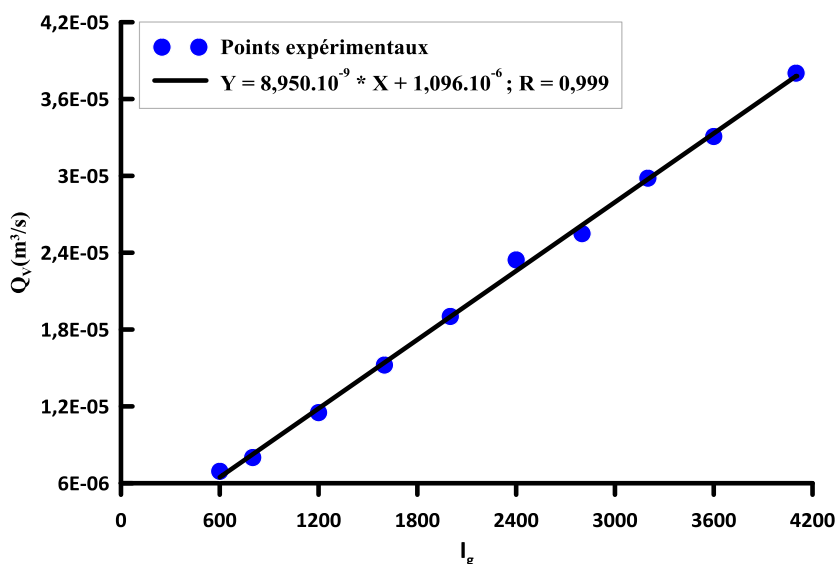


Figure II.2 : Etalonnage du grand débitmètre

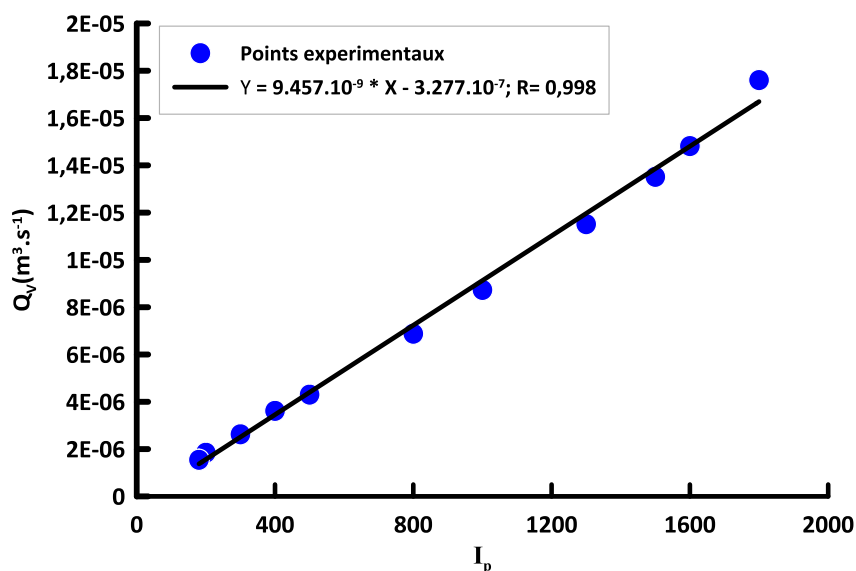


Figure II.3 : Etalonnage du petit débitmètre

### II.4.2 Mesure de pression

Pour mesurer la variation de la pression entre l'entrée et la sortie de la colonne, nous avons utilisé un manomètre à eau, formé de deux tubes connectés aux deux extrémités de la colonne par deux prises de pression.

### II.4.3 Mesure de la porosité

Nous avons évalué expérimentalement la porosité de la couche fluidisée, pour un débit fixé, nous avons enregistré la hauteur  $H$  du lit en expansion (pour les grands débits, les couches étant fortement expansées, la hauteur retenue est la moyenne des deux expansions minimale et maximale).

La porosité moyenne  $\varepsilon$  du milieu est alors déduite de la hauteur enregistrée  $H$  à partir de l'expression suivante :

$$\varepsilon = 1 - \frac{m_p}{\rho_p H S} \quad (II.1)$$

$m_p$  : masse des particules en (kg) ;  $H$  : hauteur de la couche fluidisée en (m) et  $S$  : section de la colonne en ( $m^2$ ) ;  $\rho_p$  ( $kg/m^3$ ) : masse volumique des particules solides.

### II.4.4 Mesure de la température

La température étant un paramètre influant sur les propriétés physiques du fluide (masse volumique, viscosité), elle est fixée à l'aide d'un thermoplongeur introduit dans le réservoir d'alimentation, un thermomètre est utilisé en parallèle pour vérifier la fiabilité du thermoplongeur.

### II.4.5 Détermination de la distribution des temps de séjours (DTS)

#### II.4.5.1 Procédure expérimentale

Pour déterminer la distribution des temps de séjours (DTS) de la phase liquide, nous avons utilisé la technique de traçage. Celle-ci consiste à injecter en bas de la colonne (injection type impulsion) 5 ml d'une solution de chlorure de sodium (NaCl) de concentration 100 g/l, et à suivre la conductivité à la sortie de la colonne par mesure conductimétrique. Nous avons choisi NaCl comme traceur, en raison de sa simplicité d'emploi et sa facilité de détection à l'aide d'une simple sonde conductimétrique.

La procédure suivie pour déterminer la DTS est la suivante :

- Pour un débit fixé, nous avons suivi par enregistrement vidéo, l'évolution de la conductivité en fonction du temps. L'acquisition des données ainsi obtenues se fait avec un pas de temps de 2s.

- Les courbes d'étalonnage (conductivité-concentration de NaCl) qui permettent d'obtenir la concentration de la solution de NaCl à partir de la conductivité mesurée, ont été établies à partir de plusieurs solutions étalons préparées avec l'eau de robinet (Chemache & Messouaf, 2017). La courbe d'étalonnage obtenue est présentée sur la figure II.4.

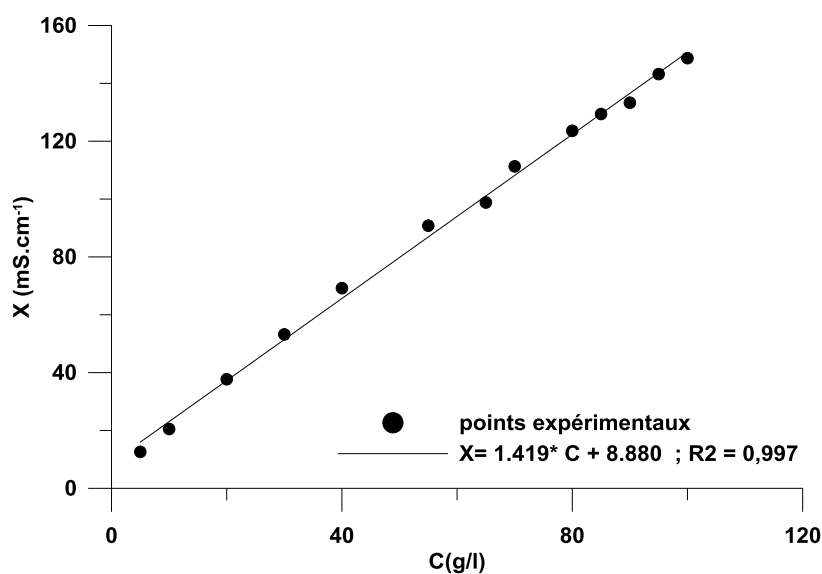


Figure II.4 : Courbe d'étalonnage de NaCl

#### II.4.5.2 Détermination de la DTS et essais de répétabilité

A partir de la concentration de la solution de chlorure de sodium, nous avons déterminé la DTS de la phase liquide, son expression est donnée par l'équation I.2 (voir chapitre I).

Pour vérifier la répétabilité des mesures expérimentales, nous avons effectué pour chaque débit d'écoulement (ou chaque porosité du lit fluidisé), trois séries de mesure.

Nous avons par la suite calculé le temps de séjours moyen ( $\bar{t}_s$ ) et la variance ( $\sigma_t^2$ ) pour chaque essai effectué, en utilisant les équations I.3 et I.4 (voir chapitre I).

Les valeurs ainsi obtenues et l'écart type moyen des essais effectués pour chaque porosité sont regroupés dans le tableau suivant.

Tableau II.2 : Valeurs expérimentales de  $\bar{t}_s$  et  $\sigma_t^2$  et écarts type moyens des différents essais.

| Essai                | $\bar{t}_s$ | $\sigma_t^2$ | $\frac{\sigma_t^2}{(\bar{t}_s)^2}$ | Ecart type<br>( % ) |
|----------------------|-------------|--------------|------------------------------------|---------------------|
| $\varepsilon = 0,49$ |             |              |                                    |                     |
| 1                    | 26,2705     | 261,8984     | 0,379                              | 6,5                 |
| 2                    | 26,1884     | 296,3607     | 0,432                              |                     |
| 3                    | 27,1490     | 222,9153     | 0,302                              |                     |
| $\varepsilon = 0,55$ |             |              |                                    |                     |
| 1                    | 25,5316     | 277,6233     | 0,426                              | 1,9                 |
| 2                    | 27,3049     | 290,1843     | 0,389                              |                     |
| 3                    | 24,6045     | 253,9805     | 0,419                              |                     |
| $\varepsilon = 0,63$ |             |              |                                    |                     |
| 1                    | 22,1887     | 229,6349     | 0,466                              | 2,7                 |
| 2                    | 21,9186     | 201,9149     | 0,420                              |                     |
| 3                    | 21,4414     | 214,8150     | 0,467                              |                     |
| $\varepsilon = 0,74$ |             |              |                                    |                     |
| 1                    | 21,2326     | 226,9723     | 0,503                              | 4,10                |
| 2                    | 19,5079     | 207,1143     | 0,544                              |                     |
| 3                    | 21,5615     | 214,8438     | 0,462                              |                     |
| $\varepsilon = 0,84$ |             |              |                                    |                     |
| 1                    | 36,4923     | 500,3147     | 0,376                              | 10,9                |
| 2                    | 34,5315     | 465,3919     | 0,390                              |                     |
| 3                    | 36,1561     | 746,1876     | 0,571                              |                     |

Au vu de ces résultats, nous pouvons dire que les essais sont répétitifs, puisque l'écart type moyen calculé pour chaque porosité varie de 1,9 % correspondant à une porosité de 0,55 (figure II.5.a) à 10,9% correspondant à une porosité de 0,84 (figure II.5.b).

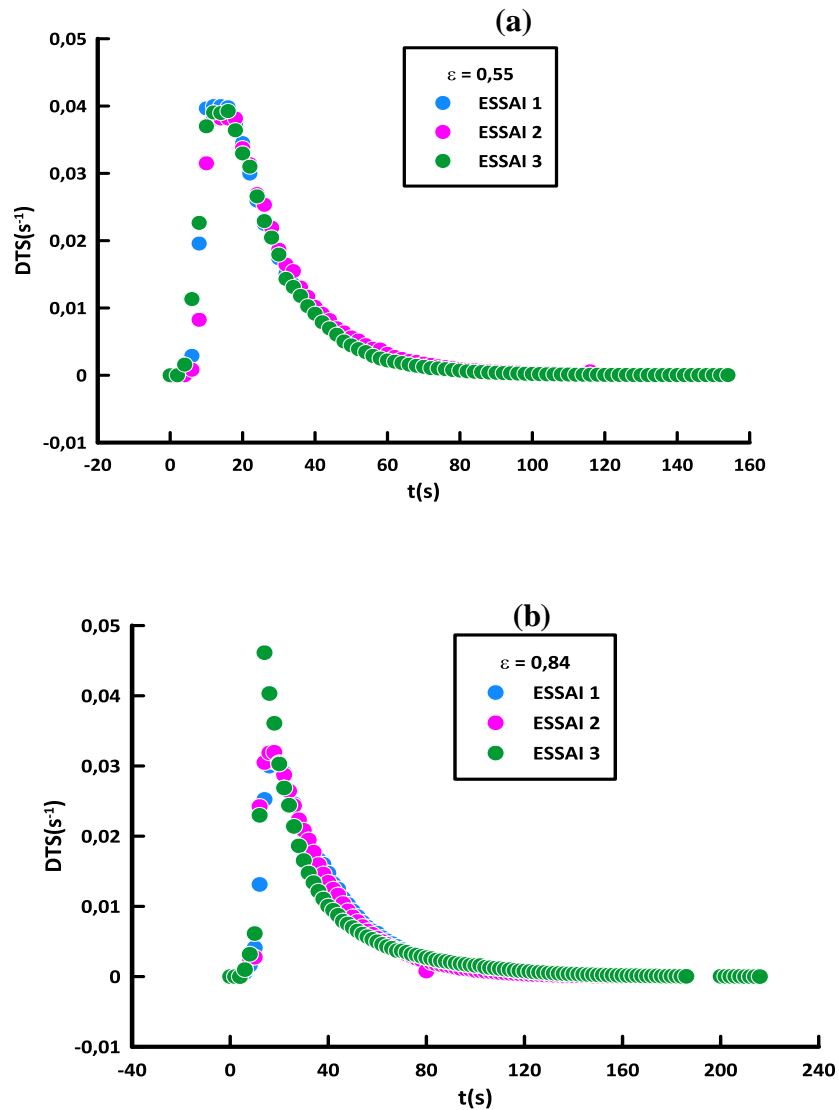


Figure II.5 : Evolution de la DTS en fonction du temps

---

*Chapitre III*  
*Résultats expérimentaux*

---

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats expérimentaux de la présente étude, qui rappelle le, concerne l'analyse de l'hydrodynamique d'un microréacteur à lit fluidisé solide-liquide. Le système étudié étant composé d'une couche de particules sphériques de verre de 2 mm de diamètre fluidisée par de l'eau de robinet dans un tube cylindrique en verre de 14 cm de hauteur et 18 mm de diamètre interne. Ces résultats sont présentés dans ce qui suit.

### III.1 Expansion et porosité du lit fluidisé

L'expansion du lit commence à partir de la vitesse minimale de fluidisation et évolue au fur et à mesure que la vitesse approche celle de chute des particules (vitesse terminale de fluidisation). L'expansion est caractérisée par la porosité appelée aussi taux de vide ( $\varepsilon$ ) dont l'expression est :

$$\varepsilon = 1 - \frac{m_p}{\rho_p H S} \quad (III.1)$$

$m_p$  : masse des particules en (kg) ; H : hauteur de la couche fluidisée en (m),  $\rho_p$  : masse volumique des particules en ( $\text{kg}/\text{m}^3$ ) et S : section de la colonne en ( $\text{m}^2$ ).

Pour déterminer l'évolution de la porosité en fonction de la vitesse de fluidisation, nous avons suivi la variation de la hauteur d'expansion avec la vitesse de fluidisation. Les tests ont été répétés deux fois en procédant aux mesures à débit croissant puis à débit décroissant. Les résultats obtenus sont présentés sur la figure III.1

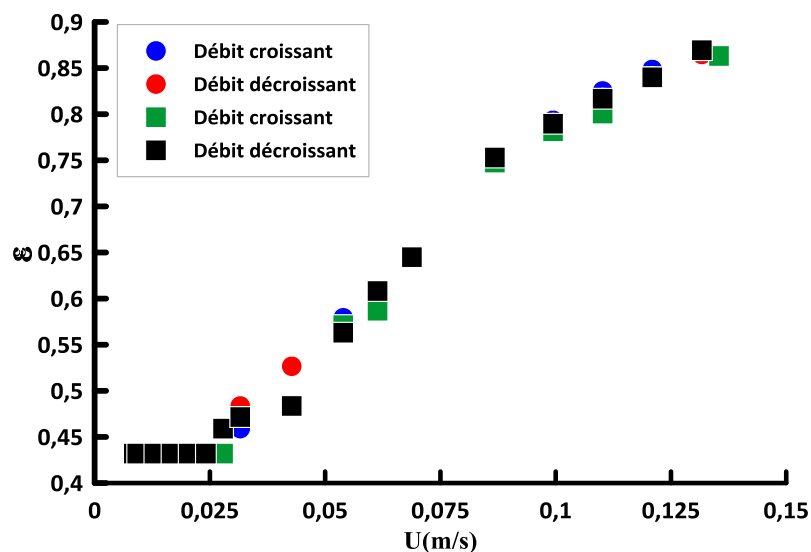


Figure III.1 : Evolution de la porosité en fonction de la vitesse de fluidisation



Globalement, la porosité reste relativement constante jusqu'au seuil de mise en fluidisation ( $U_{mf}$ ), au-delà de cette valeur, la porosité augmente avec la vitesse d'écoulement, ce qui entraîne une augmentation de la hauteur du lit, c'est le phénomène d'expansion. On remarque également que les courbes obtenues sont qualitativement reproductibles, puisque la différence entre les valeurs de la porosité obtenues à débit croissant et à débit décroissant est non discernable. Nous avons par ailleurs évalué les écarts relatifs entre les deux séries de mesure et les résultats obtenus montrent que les valeurs expérimentales de la porosité sont reproductibles avec un écart qui ne dépasse pas 7%.

### III.2 Détermination du minimum de fluidisation à partir des courbes de l'expansion

Potic et al. (2005) ; Zivkovic et al (2013) et Zhang et al (2001) ont déterminé le minimum de fluidisation des micro lits fluidisés à partir de la variation du rapport d'expansion du lit  $\left(\frac{H-H_0}{H_0}\right)$  en fonction de la vitesse de fluidisation ( $U$ ). Etant donné que l'expansion des micro-lits fluidisés est homogène au début de la fluidisation, la valeur de la vitesse minimale de fluidisation peut être extrapolée à  $\left(\frac{H-H_0}{H_0}\right) = 0$ .

Sur la figure III.2, nous avons présenté l'évolution du rapport d'expansion du lit  $\left(\frac{H-H_0}{H_0}\right)$  en fonction de la vitesse de fluidisation ( $U$ ). Notons que les données d'expansion utilisées pour tracer cette courbe correspondent à la moyenne des deux tests de mesure effectués. Dans ce cas, la valeur de la vitesse minimale de fluidisation correspondant à une valeur nulle du rapport d'expansion est de 4,46 cm/s.

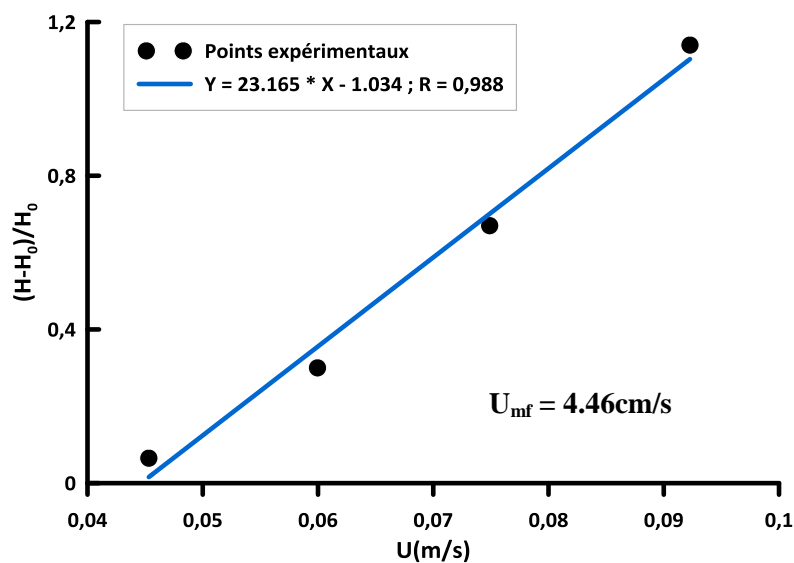


Figure III.2 : Expansion et extrapolation de  $U_{mf}$

$H$  : hauteur d'expansion à une vitesse  $U$  ;  $H_0$  : Hauteur statique du lit

### III.2.1 Comparaison aux travaux antérieurs

Les premiers travaux concernant la vitesse minimale de fluidisation au sein du laboratoire d'hydrodynamique de l'université de Bejaia, sont ceux réalisés par Azzeradj (1996) dans le cadre de la préparation d'une thèse de Magister. D'autres travaux concernant cette même caractéristique ont été ensuite réalisés au sein du même laboratoire, dans le cadre de la préparation des mémoires de Master par Berraza & Bouyahia (2016) et Chemache & Messouaf (2017).

Les auteurs cités ci-dessus ont déterminé la vitesse minimale de fluidisation d'une couche de particules de verre de 2 mm de diamètre fluidisées par l'eau. Les dimensions des colonnes toutes de forme cylindrique utilisées par ces auteurs ainsi que les valeurs expérimentales de  $U_{mf}$  obtenues à partir de la courbe de variation des pertes de charge ( $\Delta P$ ) en fonction de la vitesse de fluidisation (ou  $Re_p$ ) sont regroupées dans le tableau suivant.

**Tableau III.1 : Dimensions des colonnes de fluidisation utilisées par les auteurs cités ci-dessus et valeurs de  $U_{mf}$  expérimentales obtenues**

|                            | $H_c$ (cm) | $D_c$ (cm) | $D_c / H_c$ | $U_{mf}$ | $Re_p$ |
|----------------------------|------------|------------|-------------|----------|--------|
| Azzeradj (1996)            | 200        | 9,3        | 0,046       | 2,45     | 49     |
| Chemache & Messouaf (2017) | 96         | 2          | 0,021       | 2,79     | 56     |
| Berraza & Bouyahia (2016)  | 150        | 2          | 0,013       | 3        | 60     |

A partir des données expérimentales de ces auteurs, nous avons utilisé la méthode de l'évolution du rapport d'expansion du lit en fonction de  $U$  pour déterminer  $U_{mf}$ . Les courbes tracées et les valeurs ainsi obtenues sont présentées dans ce qui suit :

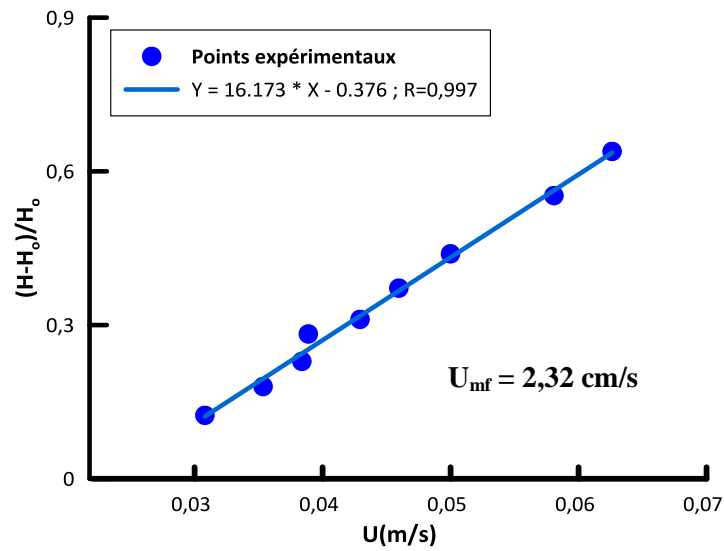


Figure III.3 : Extrapolation de  $U_{mf}$  à partir des données expérimentales de Azzeradj (1996)

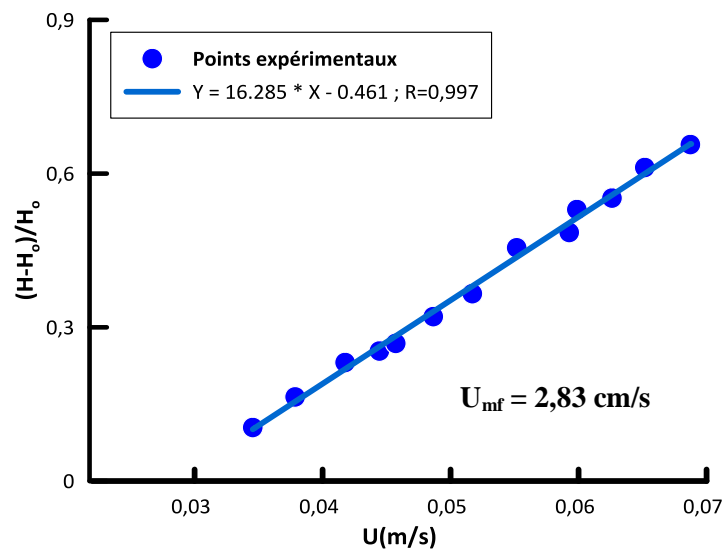
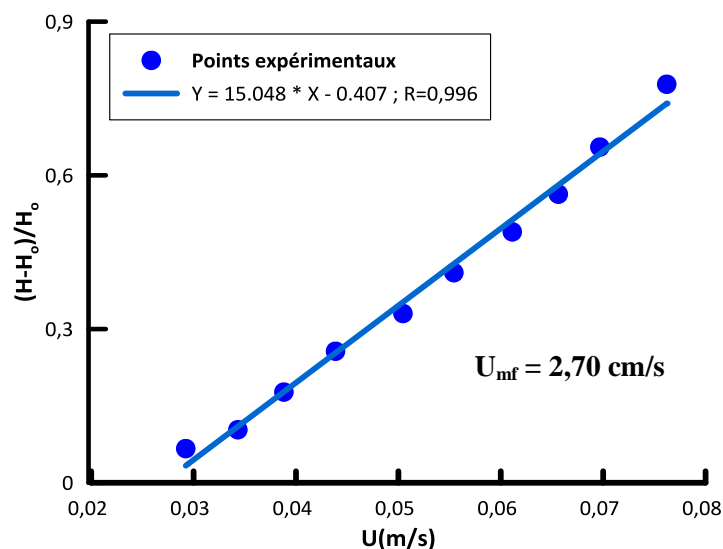


Figure III.4 : Extrapolation de  $U_{mf}$  à partir des données expérimentales de Berraza & Bouyahia (2016)



**Figure III.5 : Extrapolation de  $U_{mf}$  à partir des données expérimentales de Chemache & Messouaf (2017)**

Dans le tableau suivant, nous avons présenté les valeurs de l'écart relatif moyen entre les valeurs de  $U_{mf}$  calculées par la méthode des pertes de charge (déterminées par les auteurs cités) et celles que nous avons obtenues par la méthode de l'évolution du rapport d'expansion à partir de leurs données expérimentales. La formule utilisée pour calculer cet écart est :

$$E (\%) = \frac{U_{max} - U_{min}}{U_{max}} \times 100$$

**Tableau III.2 : Ecarts enregistrés entre les deux méthodes de calcul de  $U_{mf}$  pour les travaux antérieurs.**

|                            | $D_c / H_c$ | $U_{mfexp}$                  |                                    | E(%) |
|----------------------------|-------------|------------------------------|------------------------------------|------|
|                            |             | Méthode des pertes de charge | Méthode d'évolution de l'expansion |      |
| Présente étude             | 0,129       | /                            | 4.46                               |      |
| Berraza & Bouyahia (2016)  | 0,013       | 3                            | 2,83                               | 6    |
| Chemache & Messouaf (2017) | 0,021       | 2,8                          | 2,70                               | 4    |
| Azzeradj (1996)            | 0,046       | 2,45                         | 2,32                               | 5    |

Au vu des résultats, nous constatons que les deux méthodes de calcul de  $U_{mf}$  donnent des valeurs très proches, l'écart enregistré étant inférieur ou égale à 6%.

### III.2.2 Comparaison à l'équation d'Ergun

L'équation d'Ergun (1952) est l'une des équations la plus souvent utilisée pour estimer la vitesse minimale de fluidisation :

$$\frac{\Delta P}{H} = 150 \frac{(1-\varepsilon_{mf})^2}{\varepsilon_{mf}^3} \frac{\mu U_{mf}}{\varphi d_p^2} + 1,75 \frac{(1-\varepsilon_{mf})}{\varepsilon_{mf}^3} \frac{\rho U_{mf}^2}{\varphi d_p} \quad (III.2)$$

où : H est la hauteur de lit (m) ;  $\Delta P$  est la perte de charge totale du liquide mesurée entre l'entrée et la sortie de la colonne (Pa) ;  $U_{mf}$  est la vitesse minimale de fluidisation (m/s) ;  $\varepsilon_{mf}$  est la porosité du lit au minimum de fluidisation ;  $\varphi$  est le facteur de sphéricité ;  $\mu$  est la viscosité dynamique du fluide (Pa.s) ;  $\rho$  est la masse volumique du fluide ( $kg/m^3$ ) ;  $\rho_p$  ;  $d_p$  est le diamètre des particules (m) et g est l'accélération de la pesanteur ( $m/s^2$ ).

La température opératoire de la présente étude et des travaux cités ci-dessus étant fixée à  $20 \pm 2$  °C, nous pouvons remplacer la masse volumique ( $\rho = 10^3 \text{ kg/m}^3$ ) et la viscosité ( $\mu = 10^{-3} \text{ Pa.s}$ ) par leurs valeurs dans l'équation III.2. Notons également que les particules de verre utilisées dans ces différents travaux sont sphériques, donc le facteur de sphéricité est égal à 1.

**Tableau III.3: Ecart relatifs entre la vitesse minimale de fluidisation expérimentale et celle prédite par l'équation d'Ergun**

|                            | $D_c/H_c$ | $\frac{\Delta P}{H}$ (Pa/m) | $\varepsilon_{mf}$ | $U_{mf}$ calculé | $U_{mf}$ exp | E(%) |
|----------------------------|-----------|-----------------------------|--------------------|------------------|--------------|------|
| Présente étude             | 0,129     | 27700                       | 0,43               | 5.4              | 4.66         | 17   |
| Azzeradj (1996)            | 0,046     | 7500                        | 0,41               | 2.69             | 2,45         | 9    |
| Chemache & Messouaf (2017) | 0,021     | 6560                        | 0,42               | 2,61             | 2,79         | 6    |
| Berraza & Bouyahia (2016)  | 0,013     | 8407                        | 0,4                | 2,73             | 3            | 9    |

D'après les résultats obtenus, on constate que dans le cas des travaux de Azzeradj (1996) ; Chemache & Messouaf (2017) et Berraza & Bouyahia (2016), les deux méthodes permettent d'estimer  $U_{mf}$  avec un écart relatif qui ne dépasse pas 9%. Dans le cas de la présente étude, l'écart enregistré est de 17%, ce qui est probablement du aux effets du rapport d'expansion de surface par volume.

### III.3 Détermination de la DTS

Pour un débit fixé, nous avons suivi l'évolution de la conductivité d'une solution de chlorure de sodium, injectée comme traceur à l'entrée de la colonne de fluidisation. Rappelons que des particules de verres de 2 mm de diamètres sont fluidisées par l'eau dans une colonne en verre de 14 cm de hauteur et 18 mm de diamètre interne. Les propriétés physico-chimiques des phases mises en jeu sont présentées dans le tableau III.4. Nous avons également présenté dans ce tableau les valeurs de la vitesse de fluidisation et de la porosité correspondante.

**Tableau III.4 : Paramètres d'écoulement de la présente étude**

| dp<br>(mm) | $\rho_p$<br>(kg/m <sup>3</sup> ) | $\rho$<br>(kg/m <sup>3</sup> ) | $\mu$<br>(Pa.s) | U<br>(cm/s) | $Rep = \frac{\rho U d_p}{\mu}$ | $\varepsilon$ |
|------------|----------------------------------|--------------------------------|-----------------|-------------|--------------------------------|---------------|
| 2          | 1554                             | 1000                           | 0,001           | 4,66        | 93,2                           | 0,49          |
|            |                                  |                                |                 | 5,72        | 114,4                          | 0,55          |
|            |                                  |                                |                 | 8,18        | 163,6                          | 0,63          |
|            |                                  |                                |                 | 9,77        | 195,4                          | 0,74          |
|            |                                  |                                |                 | 11,35       | 227                            | 0,84          |

U (cm/s) est la vitesse débitante de fluidisation,  $\rho_p$  (kg/m<sup>3</sup>) et  $\rho$  (kg/m<sup>3</sup>) sont respectivement la masse volumique de la phase solide et la phase fluide,  $\mu$  (Pa.s) est la viscosité dynamique du fluide, dp (mm) est le diamètre des particules solides et  $\varepsilon$  est la porosité du lit. Rep est le nombre de Reynolds particulaire, ce nombre adimensionnel est le rapport entre les forces d'inertie et les forces visqueuses.

Après transformation de la conductivité en concentration, il a été possible de déterminer la fonction de distribution de séjours (DTS) à partir de l'équation (I.2) (voir chapitre I).

Le temps de séjour moyen expérimental  $\bar{t}_s$  et la variance  $\sigma_t^2$  sont alors calculés par les équations (I.3) et (I.4) (voir aussi chapitre I).

#### III.3.2 Evolution de la DTS en fonction de la porosité

Sur la figure III.6, nous avons présenté l'évolution de la DTS expérimentale en fonction de la vitesse d'écoulement du liquide (ou de la porosité du lit fluidisé).

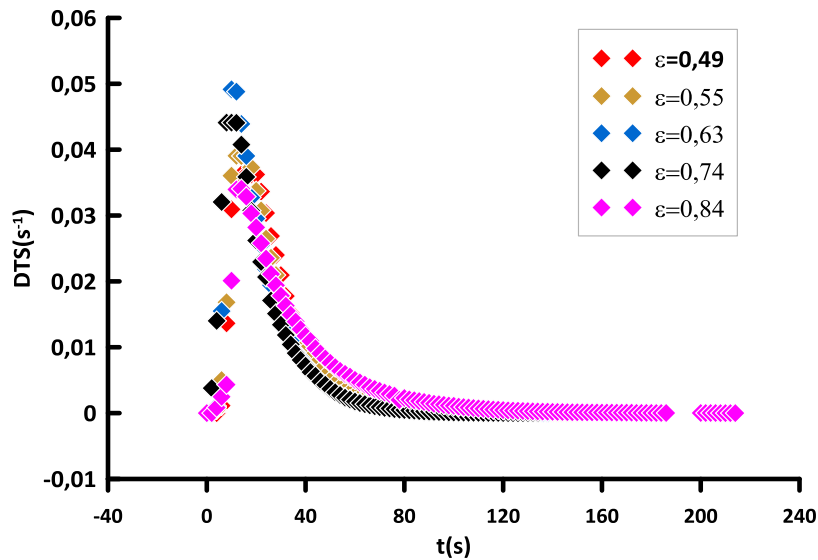


Figure III.6 : Evolution de la DTS en fonction de la porosité du lit fluidisé

D’une manière générale, les courbes expérimentales de DTS présentent un pic de concentration en traceur à un temps qui varie de 8 secondes à 14 secondes. Le pic est suivi d’une décroissance exponentielle de cette concentration. La hauteur de ce pic augmente avec l’augmentation de la porosité, jusqu’à une valeur de 0,63. Au delà de cette porosité, la hauteur du pic a tendance à diminuer.

### III.3.3 Comparaison modèles d’écoulements élémentaires

#### III.3.3.1 Modèle des n cuves agitées

Dans ce cas l’écoulement du fluide dans le réacteur à lit fluidisé peut être assimilé à une cascade de N réacteurs identiques parfaitement agités. Ce modèle présente une solution unique car il n’y a pas de multiplicité des conditions aux limites. La distribution des temps de séjour de cet ensemble de N cuves agitées en série s’écrit : voir l’équation (I. 8)

Sous forme adimensionnelle la DTS dépend du seul paramètre N :

$$E(\theta) = \bar{t}_s * E(t) = N \frac{(N\theta)^{N-1} e^{-N\theta}}{(N-1)!} \tag{III.5}$$

La variance de cette distribution est fonction du paramètre N de ce modèle ( voir l’équation (I.9)).

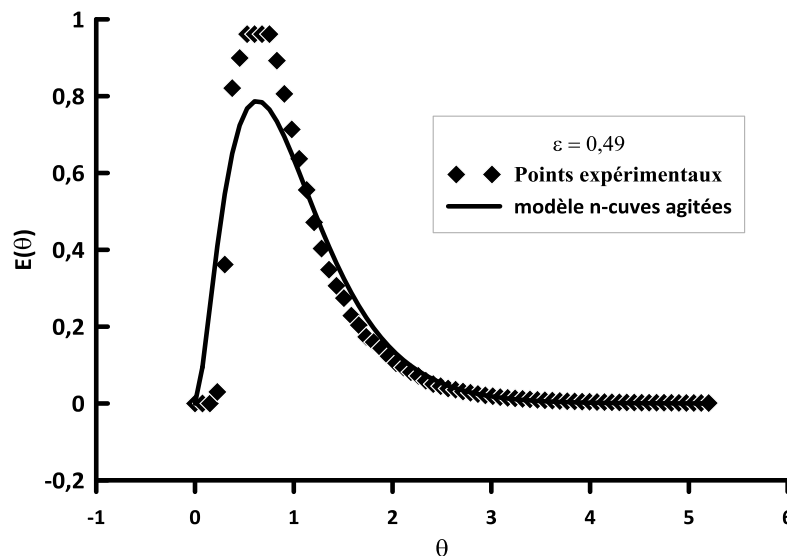
Le tableau suivant regroupe les valeurs du nombre de cuves agitées obtenues pour chaque condition opératoire.

**Tableau III.5 : Valeurs expérimentales de N pour chaque condition opératoire**

| $\varepsilon$ | $\sigma_\theta^2$ | N     |
|---------------|-------------------|-------|
| 0,49          | 0,369             | 2,704 |
| 0,55          | 0,411             | 2,432 |
| 0,63          | 0,451             | 2,216 |
| 0,74          | 0,501             | 1,994 |
| 0,84          | 0,447             | 2,237 |

Les valeurs de N suggèrent que notre microréacteur à lit fluidisé peut être assimilé en moyenne à une cascade de deux microréacteurs ouverts parfaitement agités de volumes identiques.

Nous avons confrontés sur les figures III.7 à III.11 les valeurs expérimentales de la DTS et celles prédites par le modèle n cuves agitées, respectivement pour les porosités du lit allant de 0,49 à 0,84.



**Figure III.7 : L'évolution de la DTS en fonction de  $\theta$  et comparaison au modèle n cuves agitées  $U = 4,66$  cm/s ;  $\varepsilon = 0,49$**



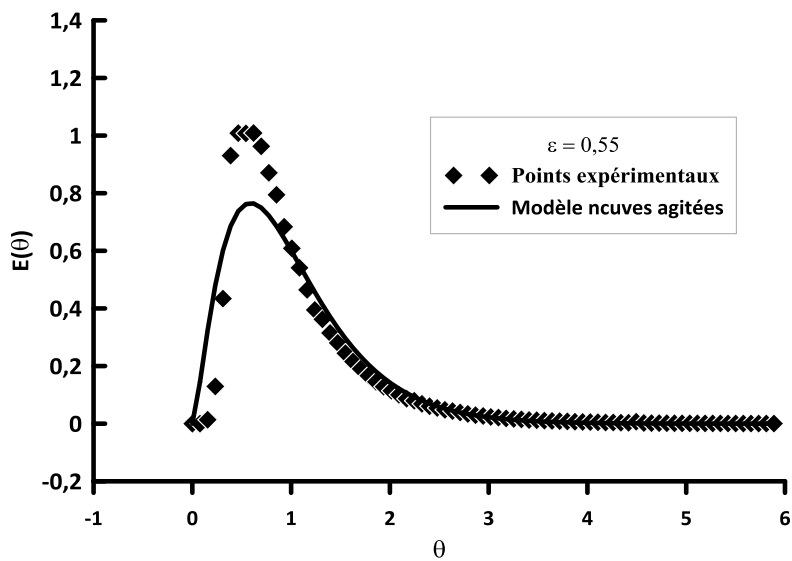


Figure III.8 : L'évolution de la DTS en fonction de  $\theta$  et comparaison au modèle n cuves agitées  $U = 5,72$  cm/s ;  $\epsilon = 0,55$ .

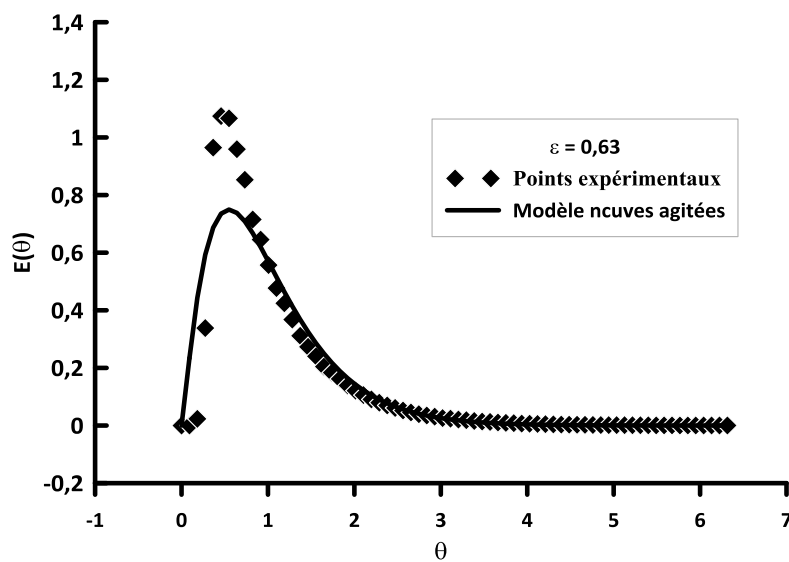


Figure III.9 : L'évolution de la DTS en fonction de  $\theta$  et comparaison au modèle n cuves agitées  $U = 8,18$  cm/s ;  $\epsilon = 0,63$

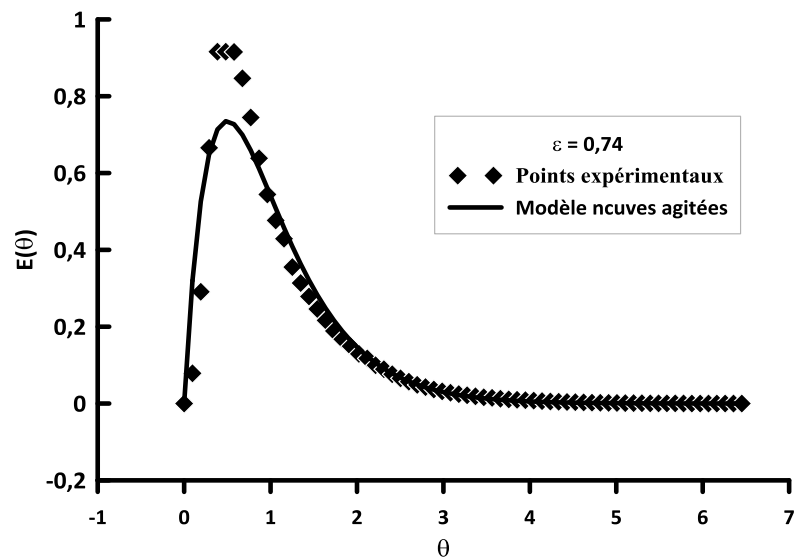


Figure III.10 : L'évolution de la DTS en fonction de  $\theta$  et comparaison au modèle n cuves agitées  $U= 9,77$  cm/s ;  $\varepsilon= 0,74$

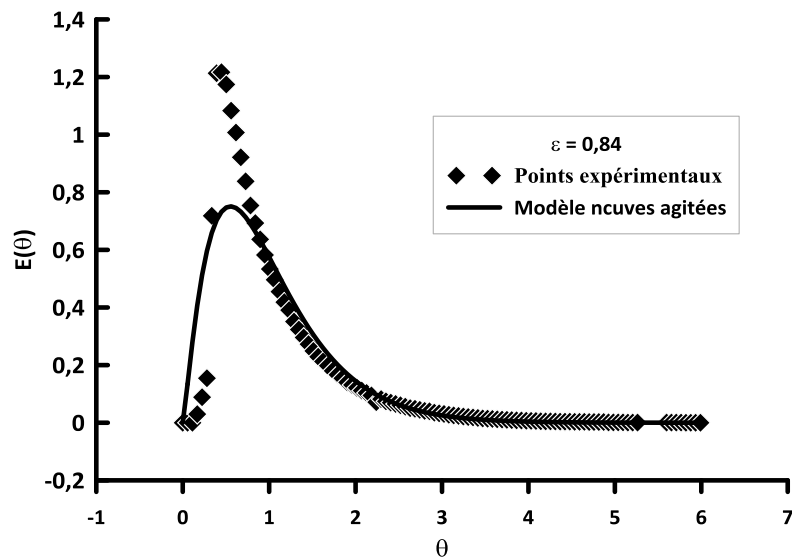


Figure III.11 : L'évolution de la DTS en fonction de  $\theta$  et comparaison au modèle n cuves agitées  $U= 9,77$  cm/s ;  $\varepsilon= 0,84$

Les courbes obtenues montrent clairement que ce modèle n'est pas représentatif des valeurs expérimentales.

### III.3.3.2 Modèle piston- dispersion axiale

Dans le cas des conditions aux limites ouvert/ouvert, il existe une solution analytique à l'équation de transport et la fonction DTS s'écrit : voir l'équation(I. 7). Dans les autres cas, il n'y a pas de solution analytique, cependant, les moments de la fonction DTS peuvent être calculés à l'aide des valeurs de la DTS expérimentale. Notre réacteur est proche des systèmes dits 'semi-fermés' à la dispersion. A partir de la variance adimensionnelle, on peut donc déduire le nombre de Peclet axial (Pe) en utilisant l'équation suivante :

$$\sigma_{\theta}^2 = \frac{2}{Pe} + \frac{3}{Pe^2} \quad (III. 6)$$

Dans le cas de faibles étendues de dispersion, la DTS du système sous forme adimensionnelle s'écrit :

$$E(\theta) = \bar{t}_s E(t) = \frac{0.5}{\theta} \left( \frac{Pe}{\pi \cdot \theta} \right)^{0.5} \exp \left[ -\frac{Pe(1-\theta)^2}{4 \cdot \theta} \right] \quad (III. 7)$$

$\theta$  étant la variable adimensionnelle donnée par l'équation suivante :

$$\theta = \frac{t}{\bar{t}_{fo}} \quad (III. 8)$$

$$\bar{t}_{fo} = \bar{t}_s \left( 1 + \frac{1}{Pe} \right) \quad (III. 9)$$

Connaissant les valeurs expérimentales des moments d'ordre 1 et d'ordre 2 pour chaque condition opératoire, nous avons calculé le nombre adimensionnel de Peclet (Pe) en utilisant Solveur. Les valeurs ainsi trouvées sont regroupées dans le tableau III.6.

**Tableau III.6 : Valeurs expérimentales de Pe**

| $\varepsilon$ | $\bar{t}_s$ (s) | $\sigma_t^2$ | $\sigma_{\theta}^2$ | Pe    |
|---------------|-----------------|--------------|---------------------|-------|
| 0,49          | 26,536          | 260,391      | 0,369               | 6,312 |
| 0,55          | 25,814          | 273,929      | 0,411               | 6,068 |
| 0,63          | 21,849          | 215,455      | 0,451               | 5,615 |
| 0,74          | 20,767          | 216,310      | 0,501               | 5,149 |
| 0,84          | 35,727          | 570,631      | 0,447               | 5,659 |

Sur les figures III.12 à III.16, sont présentés les résultats de la comparaison des différentes mesures de DTS expérimentale à celles obtenues en système fermé-ouvert.

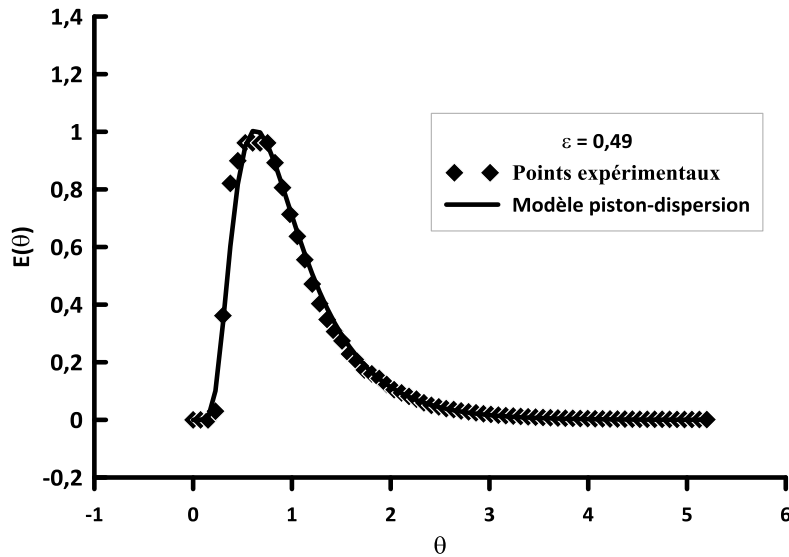


Figure III.12 : Evolution de la DTS réduite en fonction de  $\theta$  et comparaison au modèle piston-dispersion  $U=4,66$  cm/s ;  $\varepsilon= 0,49$

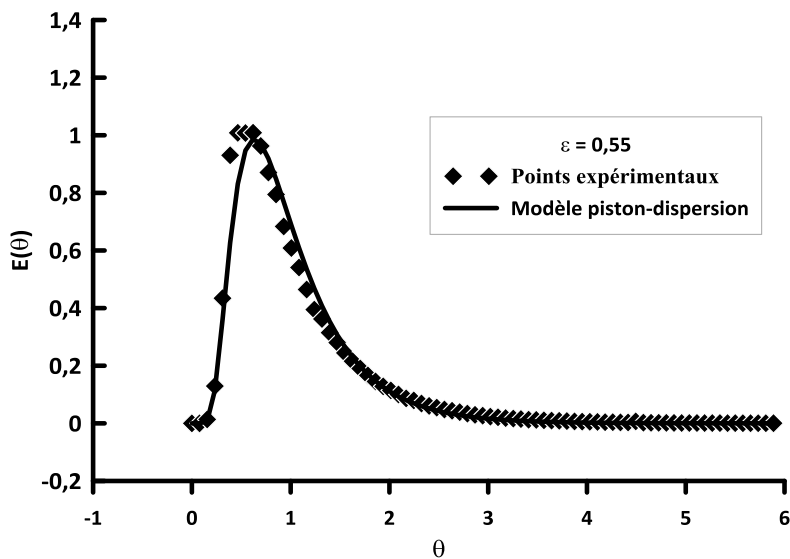


Figure III.13 : Evolution de la DTS réduite en fonction de  $\theta$  et comparaison au modèle piston-dispersion  $U=5,72$  cm/s ;  $\varepsilon= 0,55$

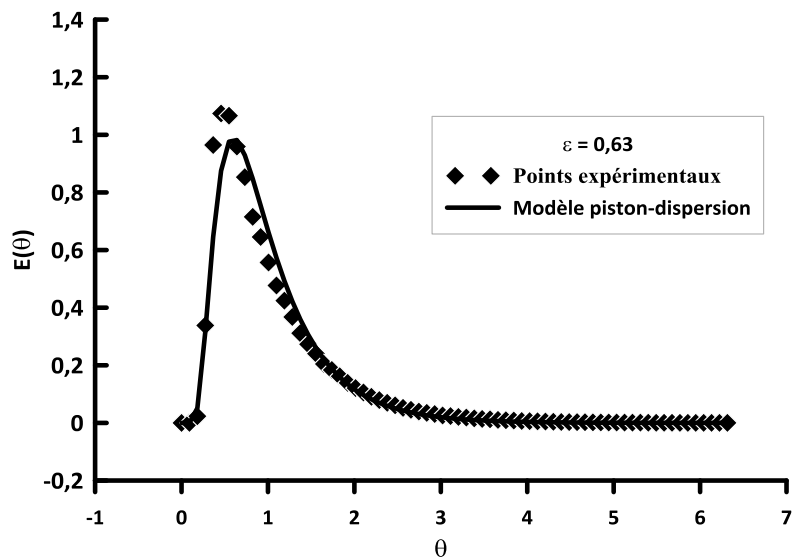


Figure III.14: Evolution de la DTS réduite en fonction de  $\theta$  et comparaison au modèle piston-dispersion  $U = 8,18 \text{ cm/s}$  ;  $\varepsilon = 0,63$

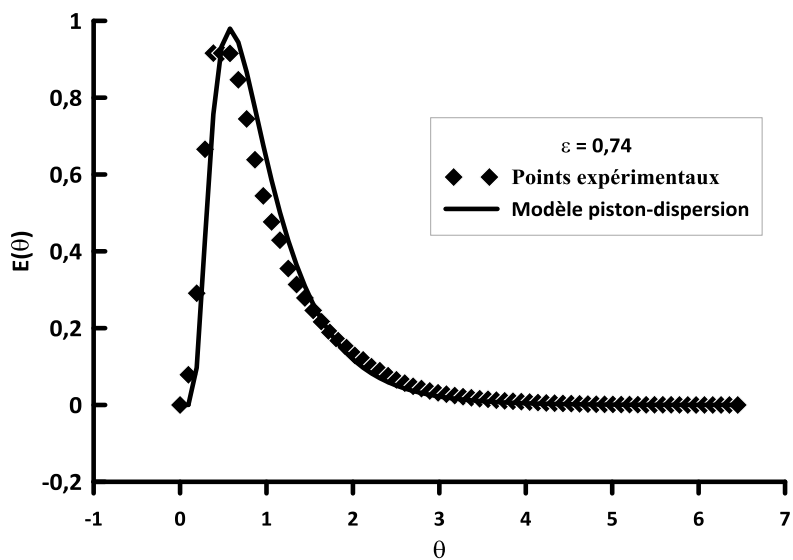
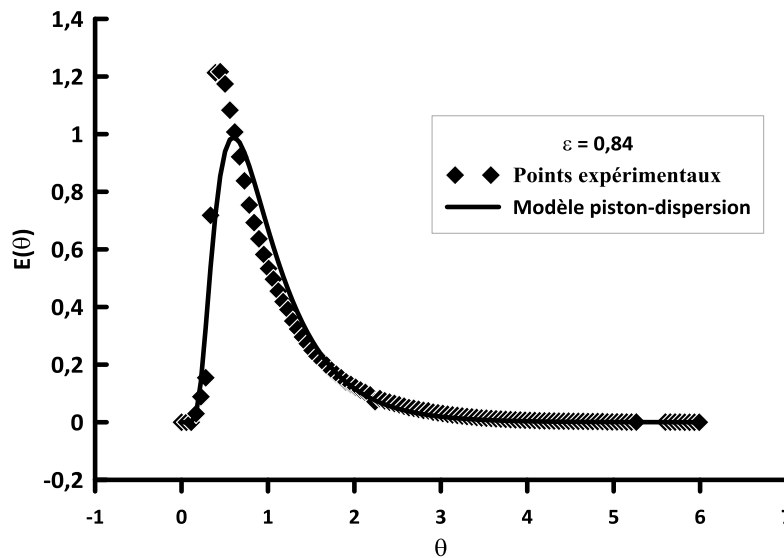


Figure III.15: Evolution de la DTS réduite en fonction de  $\theta$  et comparaison au modèle piston-dispersion  $U = 9,77 \text{ cm/s}$  ;  $\varepsilon = 0,74$



**Figure III.16: Evolution de la DTS réduite en fonction de  $\theta$  et comparaison au modèle piston-dispersion  $U= 11,35$  cm/s ;  $\varepsilon= 0,84$**

Les courbes obtenues montrent que ce modèle est représentatif des données expérimentales de la DTS de manière très satisfaisante pour les porosités du lit allant de 0,49 à 0,74. Ce qui semble ne pas être le cas pour la dernière porosité étudiée (0,84).

Pour définir de manière quantitative, le modèle le mieux adéquat, nous avons calculé la racine carrée de l'erreur quadratique moyenne RMSE (Root Mean Square Error) (Kiadehi, 2019) définie comme suit:

$$\text{RMSE} = \left( \sum_{i=1}^N \left( \frac{(E(\theta)_{\text{exp}} - E(\theta)_{\text{mod}})^2}{N} \right) \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{III. 10})$$

Dans cette équation  $E(\theta)_{\text{exp}}$  est la DTS expérimentale et  $E(\theta)_{\text{mod}}$  est la DTS du modèle testé. Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau suivant.

Tableau III.7 : Valeurs de la RMSE pour tous les modèles testés

| $\varepsilon$ | RMSE                     |                        |
|---------------|--------------------------|------------------------|
|               | Modèle piston-dispersion | Modèle n cuves agitées |
| 0.49          | 0.032                    | 0.086                  |
| 0.55          | 0.047                    | 0.090                  |
| 0.63          | 0.056                    | 0.099                  |
| 0.74          | 0.056                    | 0.063                  |
| 0.84          | 0.080                    | 0.123                  |

Les valeurs des erreurs RMSE sont plus faibles pour le modèle piston-dispersion, on peut donc dire que le modèle piston-dispersion est le plus adéquat pour prédire les valeurs de la DTS pour les porosités étudiées.

---

## *Conclusion*

---



Ce travail, s'inscrit dans le cadre d'une contribution à l'étude de l'hydrodynamique d'un micro lit fluidisé liquide-solide et constitue une suite des travaux développés sur l'hydrodynamique des lits fluidisés au sein du laboratoire d'hydrodynamique de l'université A.Mira de Bejaia.

A cet effet, un réacteur miniaturisé (14 cm de hauteur et 18 mm de diamètre interne) a été conçu et réalisé au niveau du laboratoire d'hydrodynamique. Pour une couche de particules sphériques en verre de 2 mm diamètre, fluidisée par l'eau à une température de  $20\pm 2^\circ\text{C}$ , nous avons étudié les caractéristiques d'expansion et l'évolution de la fonction de distribution des temps de séjours en fonction de la porosité du lit.

Les résultats obtenus au cours de cette étude sont résumés dans ce qui suit :

- Les valeurs de  $U_{mf}$  déterminées par la méthode des pertes de charge et celle du rapport d'expansion du lit  $\left(\frac{H-H_0}{H_0}\right)$  sont très proches, avec un écart relatif qui ne dépasse pas 9%.
- L'équation d'Ergun permet de prédire la vitesse minimale de fluidisation dans le microréacteur avec un écart relatif de 17% entre les valeurs théorique et expérimentale.
- Les valeurs de la DTS expérimentales sont répétitives avec un écart type qui ne dépasse pas 6%, à l'exception de celles obtenues pour une porosité de 0,84 où l'écart type atteint 11%.
- les courbes expérimentales de la DTS présentent un pic de concentration en traceur à un temps qui varie de 8 secondes à 14 secondes. Ce pic est suivi d'une décroissance exponentielle de cette concentration. La hauteur de ce pic augmente avec l'augmentation de la porosité, jusqu'à une valeur de 0,64. Au delà de cette porosité, la hauteur du pic a tendance à diminuer.
- La Comparaison des résultats expérimentaux aux modèles d'écoulement montre que les valeurs de la DTS peuvent être prédites de manière satisfaisante par le modèle piston-dispersion.

---

## *Références bibliographiques*

---

**B**

**Bellil. A, 2014.** ‘Méthodologie spécifique globale de caractérisation des écoulements gaz/solides pour l’optimisation d’enceintes thermiques’. Thèse de doctorat.

**Bennajah.M, 2007** ‘Traitement des rejets industriels liquide électrocoagulation/électroflotation en réacteur airlift’. Thèse de doctorat de l’Institut National Polytechnique de Toulouse.

**Boudjema.L et A.Issaiden, 2021,** ‘ Modélisation de l’hydrodynamique de la phase liquide dans un réacteur a lit fluidisé’. Mémoire de fin de cycle de l’Université A. Mira (Bejaia).

**Bouguerra. N, 2011,** ‘Etude de quelques caractéristiques hydrodynamiques globales de la fluidisation de particules sous l’effet de la variation de la viscosité du fluide’». Mémoire de magistère de l’Université A-Mira de Bejaia.

**Brakchi. L, 2015,** ‘ Conception et Réalisation d’un bioréacteur en lit fluidisé’». Mémoire de magistère de l’Université Houari Boumediène.

**Bruce. A.E.R, Sai. P.S.T and Krishnaiah.K 2003 ,** ‘Liquid phase mixing in turbulent bed Contactor’». Chem. Eng. Sci., 58, 3453-3463.

**C**

**Chemache. K et Messouaf.R, 2017.** ‘ Etude expérimentale de la dispersion axiale d’un liquide dans un réacteur à lit fluidisé’». Mémoire de magistère de l’Université A. Mira (Bejaia).

**Chowdhury.N, Zhu.J, Nakhla.G, Patel.A et Islam. M.J.C.E, 2009.** ‘engineering-biotechnology, a novel liquid-solid circulating fluidized-bed bioreactor for biological nutrient removal from municipal wastewater’, 32 364–372.

**D**

**Dankwerts. P.V, 1953,** ‘Continuous flow systems, Distribution of residence time’, chemical Engineering Science.

**Debacq.M, 2019.** ‘ Génie de la Réaction Chimique : réacteurs homogènes’. Cnam Paris, France. 2016. Cel- 01487790v2.

**E**

**Effendi.A, Hellgardt.K, Zhang.ZG, Yoshida.T, 2003,** ‘Characterisation of carbon deposits on Ni/SiO<sub>2</sub> in the reforming of CH<sub>4</sub>-CO<sub>2</sub> using fixed- and fluidised-bed reactors’, Catal. Commun. 4 (2003) 203–207.

**Effendi.A, Zhang.ZG, Hellgardt.K, Honda.K, Yoshida.T, 2002**, ‘Steam reforming of a clean model biogas over Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in fluidized- and fixed-bed reactors’, *Catal. Today* 77 (2002) 181–189.

**Epstein.N, 2000**, « Fluidisation liquide-solide », Chapitre 26. *Manuel de fluidisation et systèmes fluide-particules* ». Marcel Deker. New York. 705– 764.

*F*

**Fogler 2006**. ‘Éléments de génie de la réaction chimique’. 4th édition, prentice-hall Inc, new jersey.

*G*

**Geldart.G 1973**, ‘ Type of gaz fluidization’, *Powder Tech.*, 7,5, 285-292, 1973.

*H*

**Hassan A.A. ; Sandre. O ; Cabuild. V (2010)** ‘Microfluidique en chimie inorganique’. *Angewandte Chemie International Edition*, 49(36), 6268-6286.

*J*

**Jähnisch.K. ; Baerns.M. ; Hessel.V ; Ehrfeld.W ; Haverkamp. V ;Lowe.H ; and Guber.A, 2000**. ‘Direct fluorination of toluene using elemental fluorine in gas/liquid microreactors’. *Journal of Fluorine Chemistry*, 105(1), 117-128.

*K*

**Kiadehi .K, 2019**, ‘Development of a new technique for determining the RTD of a dispersed solid phase and its application in a deep fluidized bed’.

**Kiadehi.K, 2019**, ‘Development of a new technique for determining the RTD of a dispersed solid phase and its application in a deep fluidized bed’.

**Kikuchi.K ; Konno.H ; Kakutani.S ; Sugawara.T ; Ohashi.H, 1984**, ‘Axial dispersion of liquid in liquid fluidized beds in low Reynolds number region’. *J. Chem. Engng Jpn* 17 (5). 362-376

**Kuyukina.M.S ; Ivshina.I.B. ; Serebrennikova.M.K ; Krivorutchko.A.B ; Podorozhko E. A ; Ivanov.R.V ; Lozinsky.V.I, 2009**, ‘Petroleum-contaminated water treatment in a fluidized-bed bioreactor with immobilized *Rhodococcus* cells’, *Int. Biodeterior. Biodegradation* 63 427–432.

**Kuyukina.M.S ; Ivshina.I.B ; Serebrennikova.M.K ; Krivoruchko.A.V ; Korshunova.I. O. ; Peshkur.T.A, 201**, ‘Cunningham, Oilfield wastewater biotreatment in a fluidized-bed bioreactor using co-immobilized *Rhodococcus* cultures’, *J. Environ. Chem. Eng.* 5 1252–1260.

*L*

**Li.X ; Liu.M ; Li.Y , 2017**, ‘ Bed expansion and multi-bubble behavior of gas-liquid-solid micro-fluidized beds in sub-millimeter capillary’, Chem. Eng. J. 328 1122–1138.

**Li.Y ; Liu.M ; Li.X, 2018**, ‘Flow regimes in gas-liquid-solid mini-fluidized beds with single gas orifice’, Powder Technol. 333 293–303.

*M*

**McDonough.JR ; Law.R ; Reay.D.A ; Zivkovic.V, 2019**, ‘Fluidization in small-scale gaseous solid 3D printed fluidized beds’, Chem. Eng. Science. 200 (2019) 294–309.

*N*

**Nagy.K.D ; Shen.B ; Jamison.T.F ; Jensen.K.F, 2012**, ‘Mixing and Dispersion in Small Scale Flow Systems’. Org. Process Res. Dev. 16, 976981.

*P*

**Potic.B ; Kersten.S.R.A ; Ye.M ; van der Hoef.M.A ; Kuipers. J.A.M ; Van Swaaij W.P.M , 2005**, ‘Fluidization with hot compressed water in micro-reactors’, Chem. Eng. Sci. 60 5982–5990.

*Q*

**Qiu.L ; Chen.W ; Zhong.L ; Wu.W ; Wu.S ; Chen.J ; Zhang.F ; Zhong.W, 2014**, ‘Formaldehyde biodegradation by immobilized Methylobacterium sp. XJLW cells in a three-phase fluidized bed reactor’, Bioprocess Biosyst. Eng. 37 1377–1384.

*R*

**Rao.A. ; Curtis.J.S. ; Hancock.B.C ; Wassgren.C, 2010**, ‘The effect of column diameter and bed height on minimum fluidization velocity’, AIChE J. (2010) NA–NA.

**Roumani.M, 2005**. ‘ Microréacteur pour la catalyse hétérogène application stockage d’hydrogène dans les hydrocarbures filtre pour capteur gaze’ thèse de doctorat.

*S*

**Saber.M, 2009** ‘Conception et Caractérisation d’Echangeurs-Réacteurs à Structuration Multi-échelle ‘ Thèse de doctorat. L’institut National Polytechnique de Lorraine.

**Scott D.S ; Piskorz.J, 1982**, ‘ The flash pyrolysis of aspen-poplar wood’, Can. J. Chem. Eng. 60 666–674.

**Scott. D.S ; Piskorz.J, 1984**, ‘The continuous flash pyrolysis of biomass’, Can. J. Chem. Eng. 62 404–412.

**Sarrazin. F (2006)** ‘Microréacteurs diphasiques pour le développement rapide des procédés’ thèse de Doctorat, Toulouse France.

**Y**

**Yu.J ; Yue.J ; Liu.Z ; Dong.L ; Xu.G ; Zhu.J ; Duan.Z ; Sun.L, 2010,** 'Kinetics and mechanism of solid reactions in a micro fluidized bed reactor', *AIChE J.* 56 2905–2912.

**Z**

**Zhong.Y ; Wang.Z ; Guo.Z ; Tang.Q, 2012,** 'Defluidization behavior of iron powders at elevated temperature: influence of fluidizing gas and particle adhesion', *Powder Technol.* 230 225–231.

**Zivkovic.V ; Biggs.M.J, 2015,** 'On importance of surface forces in a microfluidic bes'. *Chem. Ing. Sci.* 126 143–149.

**Zivkovic.V ; Biggs.M.J ; Alwahabi. Z.T, 2013,** 'Experimental study of a liquid fluidization in a microfluidic channel', *AIChE J.* 59 361–364.

## Résumé

Grâce à leur petite taille qui conduit à un grand rapport surface sur volume, les micro-lits fluidisés constituent particulièrement une voie pertinente d'intensification des procédés. Ils permettent d'améliorer de manière significative le mixing, donc le transfert de masse et de chaleur, nécessaires dans de nombreuses opérations de transformation de la matière.

Dans le présent travail, nous avons étudié les caractéristiques d'expansion du lit ( $\varepsilon$ ) et la distribution du temps de séjours (DTS) dans un réacteur à lit fluidisé miniaturisé (14 cm de hauteur et 18 mm de diamètre interne).

Les valeurs expérimentales de la vitesse minimale de fluidisation ( $U_{mf}$ ) sont très proches de celles prédites par l'équation d'Ergun. Nous avons également montré que les valeurs expérimentales de la DTS peuvent être prédites de manière très satisfaisante par le modèle piston-dispersion.

## Abstract

Micro fluidized beds (MFBs) are particularly interesting for intensification processes due to their small size, which leads to a high surface-to-volume ratio. They allow to significantly improve the mixing, and the transfer of mass and heat, necessary in many material transformation operations.

In this work, we investigated bed expansion characteristics ( $\varepsilon$ ) and residence time distribution (RTD) in a miniaturized fluidized bed reactor (14 cm high and 18 mm internal diameter). The measured minimum fluidization liquid velocity ( $U_{mf}$ ) in the MFBs was very close to that calculated using the Ergun equation. We have also shown that experimental RTD values can be predicted very satisfactorily by the piston-dispersion model.