



**Faculté des Sciences et des Sciences Appliquées
Département de Génie des Procédés**

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES

Présenté pour l'obtention du Diplôme de Master par

**AIT BOUABDELLAH Imane
KHOBIZI Meriem**

Spécialité : Génie des Procédés
Option : Science et Génie de l'Environnement

THEME

**Conception et optimisation du fonctionnement d'un réacteur ouvert
du laboratoire**

Soutenu le : 23/09/2017

Devant le jury composé de :

Hakim LOUNICI	Professeur	Université de Bouira	Président
Salima ZIANI	Maître de Conférences B	Université de Bouira	Examinatrice
Aida ZAABAR	Maître de Conférences B	Université de Bouira	Rapporteur

Remerciements

Nous remercions tout d'abord le bon dieu, de nous avoir donné la force et la puissance d'accomplir ce modeste travail.

*Nous tenons à remercier sincèrement notre promotrice Mme Aida
ZAABAR*

. Elle s'est toujours montrée à l'écoute et très disponible tout au long de la réalisation de ce projet, ainsi pour l'inspiration, l'aide et le temps qu'elle a bien voulu nous consacrer.

*Nous adressons nos sincères remerciements à Mr Hakim
BOUHOUB, notre tuteur, pour le temps qu'il nous a consacré tout au long de la période passée au laboratoire, sachant répondre à toutes nos interrogations ; sans oublier sa participation au cheminement de ce travail.*

*Nous remercions Mr Mostafa AIT
BOUABDARLACH pour toute son aide pendant notre période de travail.*

Nous tenons à remercier chaleureusement tous le personnel du laboratoire de l'université pour leur aide et leurs orientations.

Nous remercions également nos enseignants qui nous ont donné l'envie d'apprendre par leurs paroles, écrits, conseils et critiques tout au long de notre formation.

Nous tenons à exprimer notre reconnaissance envers le président et les membres du jury qui ont accepté de juger et d'évaluer notre modeste travail. Nous adressons nos plus sincères remerciements à tous nos proches et amis, qui nous ont toujours soutenus et encouragé au cours de notre parcours pédagogique et toutes personnes qui a contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce projet ainsi qu'à la réussite de cette formidable année universitaire.

Merci à tous et à toutes.



Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à

Mes parents :

Mon père, qui peut être fier et trouver ici le résultat de longues années de sacrifices et de privations pour m'aider à avancer dans la vie. Quisse Dieu faire en sorte que ce travail porte son fruit ; Merci pour les valeurs nobles, l'éducation et le soutien permanent venu de toi.

Ma mère, qui a œuvré pour ma réussite, de par son amour, son soutien, tous les sacrifices consentis et ses précieuses conseils, pour toute son assistance et sa présence dans ma vie, reçois à travers ce travail aussi modeste soit-il, l'expression de mes sentiments et de mon éternelle gratitude.

Ma grand-mère qui m'a toujours soutenue avec ces belles paroles.

Mes oncles et mes tantes qui m'ont toujours encouragé.

Mon frère et ma sœur que j'adore énormément.

Mes amies et ma binôme Meriem qui étaient toujours à mes côtés et soutenus dans les moments difficiles.

A tous et à toutes un grand merci.

Imane

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail avec grand amour, sincérité et fierté :

A mes très chers parents,

Aucun mot, aucune dédicace ne peut exprimer mon respect, ma considération et l'amour éternel pour les sacrifices que vous avez consentis pour mon instruction et mon bien être.

Votre générosité et votre bonneté on toujours été un exemple pour nous tous.

Je t'aime papa, Je t'aime maman et sachez que je vous suis très reconnaissante.

A mes chères sœurs Zarima et Pasmina.

A mes chers frères Nadjib et Mohammed rida.

A mes belles sœurs Soumia et Soumia.

Aux petits anges Maria, Malak et Alaa.

A mes copines avec qui j'ai passé de bons moments avec elles Asma, Zineb, Souade et mon binôme Imane.

A tous qui sont tombés par inadvertance de ma plume.

Meriem.

Sommaire

Liste des figures.....	i
Liste des tableaux.....	iii
Introduction générale.....	1
Chapitre	I

Synthèse bibliographique

I.1 Introduction.....	4
I.2 Définition d'un réacteur chimique	4
I.3 Classification des réacteurs	5
I.3.1 Réacteurs idéaux	5
I.3.1.1 Ecriture du bilan de matière sur un volume du réacteur	6
I.3.1.2 Application aux différents types de réacteurs	7
I.3.1.2.1 Bilan massique pour un Réacteur Fermé (Batch Reactor).....	7
I.3.1.2.2 Bilan massique pour un Réacteur continu	8
I.3.2. Réacteurs réels	10
I.3.2.1 Ecoulement dans les réacteurs.....	10
I.3.2.1.1 Ecoulements idéaux	11
I.3.2.1.2 Ecoulements réels	11
I.3.2.2 Distribution des Temps de Séjour (DTS).....	11
I.3.2.2.1 Principe de la DTS.....	12
I.3.2.2.2 Définitions de $E(t)$	13
I.3.2.2.3 Propriétés de $E(t)$	14
I.3.2.3 Détermination expérimentale de la Distribution des Temps de Séjour (DTS)	14
I.3.2.3.1 Caractéristique de Traceur	14
I.3.2.3.2 Différentes perturbations	15
I.3.2.4 DTS des réacteurs idéaux	17
I.3.2.4.1 Réacteur en écoulement piston (REP).....	17
I.3.2.4.2 Réacteur parfaitement agité continu (RAO).....	19
I.3.2.5 Diagnostiques de mauvais fonctionnements	19
I.3.2.6 Modélisation des écoulements non idéaux	21
I.3.2.6.1 Modèle de Cholette et Cloutier	21

I.3.2.6.2-Modèles des mélangeurs en cascade.....	22
I.4. Conclusion	23

Chapitre **II**

Matériels et méthodes

II.1 Conception du dispositif expérimental	24
II.1.2 Méthode de conception	25
II.1.2.1 Réacteur.....	25
II.1.2.2 Système de pompage.....	26
II.2 Détermination de la courbe de DTS expérimentale.....	27
II.2.1 La conductivité.....	27
II.2.2 Méthodes de calcul.....	28
II.3 Modélisation du réacteur	29
II.3.1 Modèle d'association de N réacteurs parfaitement agités ouverts.....	29
II.3.2 Modèle de Cholette et Cloutier	29
II.4 Conclusion	30

Chapitre **III**

Résultats et discussions

III.1 Effet des conditions opératoires sur les performances du réacteur	31
III.1.1 Concentration du traceur	31
III.1.2 Débit d'alimentation	34
III.1.3 Nombre et l'emplacement des chicanes	36
III.1.3.1 Distance de 5 cm entre la dernière chicane et la paroi.....	37
III.1.3.2 Distance de 10 cm entre la dernière chicane et la paroi.....	39
III.1.3.3 Distance de 15 cm entre la dernière chicane et la paroi.....	41
III.1.3.4 Expériences réalisées avec l'emplacement des chicanes qui offre la meilleure valeur de la fraction du débit accessible (α).....	43
III.2 Conclusion.....	44
Conclusion générale	45
Références bibliographique	46

Annexe

Liste des figures :

Figure I.1. Principe d'un Réacteur chimique.....	5
Figure I.2. Réacteur discontinu (ou agité fermé).....	6
Figure I.3. Réacteur : (a) parfaitement agité ouvert et (b) en écoulement piston.....	6
Figure I.4. Distribution des temps de séjour.....	13
Figure I. 5. Injection du traceur et détection en flux.....	15
Figure I.6. Réponse à une injection échelon : la courbe F.....	15
Figure I.7. Réponse à une injection impulsion : la courbe C.....	16
Figure I.8. Réponse a une injection impulsion	18
Figure I.9. Réponse a une injection échelon.....	18
Figure I.10. Réponse du réacteur réel présentant un volume mort.....	20
Figure I.11. Réponse du réacteur réel présentant des zones de recirculation	20
Figure I.12. Réponse du réacteur réel siège d'un court-circuit.....	20
Figure I.13. Représentation d'un mélangeur imparfait par le modèle de Cholette et Cloutier.....	21
Figure I.14. Représentation du modèle d'écoulement de N réacteurs parfaitement mélangés en série.....	22
Figure II-1 Schéma du dispositif expérimental.....	24
Figure II.2. Vues internes du réacteur (a) avec et (b) sans chicanes.....	25
Figure II.3. Photo du dispositif expérimental.....	26
Figure II.4. Photo d'un conductimètre.....	28
Figure II-5. Courbe d'étalonnage représentative de la concentration du traceur en fonction de la conductivité.....	28
Figure III.1. Courbes expérimentales de la fonction $E(t)$ en fonction du temps à différentes concentrations du traceur. (Conditions : débit d'alimentation = 5 L/min, $\Delta t = 2$ min et nombre de chicanes = 9).....	31

Figure III.2. Courbes expérimentales et théoriques (a) du modèle de Cholette et Cloutier et (b) du modèle de l'association des réacteurs pour l'étude de l'effet de la concentration du traceur.....	33
Figure III.3. Courbes expérimentales de la fonction de la DTS en fonction du temps à différentes valeurs du débit d'alimentation (Conditions opératoires : nombre de chicanes = 9 et $\Delta t = 2\text{min}$).....	34
Figure III.4. Courbes expérimentales et théoriques (a) du modèle de Cholette et Cloutier et (b) du modèle de l'association des réacteurs pour l'étude de l'effet en fonction du temps du débit d'alimentation.....	36
Figure III.5. Courbes expérimentales de DTS en fonction de nombre de chicanes pour une distance de 5 cm entre la dernière chicane et la paroi.....	37
Figure III.6. Courbes expérimentales et théoriques du modèle de Cholette et Cloutier pour l'étude du nombre de chicanes en fonction du temps pour une distance de 5 cm entre la dernière chicane et la paroi.....	38
Figure III.7. Photo du réacteur à 4 chicanes.....	39
Figure III.8. Courbes expérimentales de DTS en fonction de nombre de chicanes pour une distance de 10 cm entre la dernière chicane et la paroi.....	39
Figure III.9. Photo du réacteur à 4 chicanes.....	40
Figure III.10. Courbes expérimentales et théoriques du modèle de Cholette et Cloutier en fonction de nombre de chicanes pour une distance de 10 cm séparant la dernière chicane de la paroi.....	41
Figure III.11. Courbes des expériences de DTS en fonction de nombre de chicanes pour une distance de 15 cm entre la dernière chicane et la paroi.....	41
Figure III.12. Courbes expérimentales et théoriques du modèle de Cholette et Cloutier pour une distance de 15 cm entre la dernière chicane et la paroi.....	42
Figure III.13. Photo du réacteur à 1 chicane.....	43
Figure III.14. Courbes expérimentales de Cholette et Cloutier qui offrent la meilleure valeur de α	43

Liste des tableaux :

Tableau II.1 : Caractéristiques du réacteur.....	26
Tableau III.1. Synthèse des résultats de l'étude de la concentration du traceur pour un débit de 5 L/min.....	32
Tableau III.2. Synthèse des résultats de l'étude du débit d'entrée en fonction du temps pour une concentration du traceur de 50 g/L.....	35
Tableau III.3. Résultats de l'étude du nombre de chicanes en fonction du temps.....	38
Tableau III.4. Résultats de l'étude du nombre de chicanes en fonction du temps.....	40
Tableau III.5. Résultats de l'étude du nombre de chicanes en fonction du temps.....	42
Tableau III.6. Tableau récapitulatif de la variation de α en fonction de l'emplacement de la dernière chicane et la paroi.....	44

Introduction

Générale

L'étude des réacteurs est du ressort de génie de la réaction chimique, qui est une science particulière du génie chimique étudiant les transformations moléculaires de la matière en établissant des modèles. Le génie de la réaction a pour but de conduire à un réacteur de qualité supérieure permettant de réaliser une transformation chimique avec le meilleur rendement, de concevoir sa forme, ses dimensions et son mode de fonctionnement optimal à partir des données obtenues au laboratoire.

La conception du réacteur dépend aussi de la cinétique de la réaction, de sa thermodynamique, du milieu (homogène ou hétérogène) dans lequel évolue la matière, de son mode de fonctionnement (continu, discontinu ou semi-continu), de la conversion des réactifs et de la formation de produits secondaires et de son régime thermique (isotherme, adiabatique, ou polytropique).

Un réacteur est un récipient conçu pour réaliser et optimiser une modification moléculaire de la matière. Au sens plus large, c'est aussi un mélangeur dans lequel se produit un échange de matière et/ou d'énergie lors d'une transformation physique ou chimique. Le but du réacteur est de conduire à la transformation voulue, avec le meilleur degré de conversion, en favorisant les échanges de matière et d'énergie pour obtenir la transformation tout en optimisant les conditions techniques, économiques et sécuritaires.

Il est donc primordial que le réacteur permet l'homogénéisation aussi parfaite que possible de la masse réactionnelle pour favoriser les échanges de matières et d'énergie entre les espèces de nature et de potentiel thermiques différents. Cette nécessité est relativement facile en milieu homogène mais devient plus problématique dès que le milieu devient hétérogène. L'objectif est donc de dimensionner le réacteur compte tenu de la thermodynamique et de la cinétique du système pour atteindre la meilleure performance en tenant compte aussi des contraintes sécuritaires et économiques.

Il sera à faire une distinction entre les réacteurs idéaux, qui sont des modèles qui servent de base au dimensionnement et à la modélisation du procédé et les réacteurs industriels, qui sont des appareils réellement utilisés dans l'industrie chimique conçu d'après les réacteurs précédents. Ils peuvent être de toutes tailles et de toutes formes. La conception d'un réacteur exige de maîtriser beaucoup d'éléments. Il est d'abord nécessaire que la réaction se produise. Pour cela il est indispensable que :

- Les réactifs se rencontrent ;

- La thermodynamique donne lieu à la rupture des liaisons des réactifs et à la recombinaison de nouvelles liaisons pour donner les produits ;
- Les conditions cinétiques permettent une vitesse de transformation suffisamment rapide pour utiliser un réacteur de dimension raisonnable pour le temps le plus court possible ;
- Les transferts de matière, associés au degré de mélange des réactifs (hydrodynamique), et les transferts thermiques soient maîtrisés ;
- Les paramètres soient optimisés pour donner le meilleur rapport qualité/prix ;
- Les concentrations, débit, taux de conversion et sélectivité soient connus.

Le réacteur ne constitue généralement qu'une faible part de l'investissement de l'ensemble des installations de production, la plus grande partie étant constituées par des appareils de séparation des produits de la réaction, le stockage, le conditionnement, etc. Il n'en demeure pas moins l'appareil clé. Il focalise notre attention puisque la qualité du produit qui va en sortir va conditionner le reste du procédé et le choix des installations connexes. La conception d'un réacteur adapté qui fonctionne dans les meilleures conditions possibles présente un intérêt majeur sur le rendement, la productivité, la sécurité et l'économie du procédé. Il est évident aussi que le travail aval réalisé en recherche et développement sur le schéma réactionnel est prédominant. En effet, celui-ci devra permettre de choisir le meilleur :

- Réactif, tant sur le plan de la réactivité chimique que sur les aspects sécuritaires, environnementaux et économiques ;
- Condition de la réaction qui aboutira à un procédé conduisant à l'isolement et la purification du produit en minimisant les opérations annexes de séparations qui peuvent rapidement augmenter le prix de revient du produit.

Une amélioration du rendement d'une réaction de quelques unités se traduit souvent par un abaissement significatif des coûts de production. L'optimisation du fonctionnement d'un réacteur nécessite de faire appel à de nombreuses données opératoires, thermodynamique cinétique, hydrodynamiques, géométriques, etc. [1].

Ainsi, l'objectif de notre travail est la conception d'un réacteur du laboratoire suivie d'une optimisation de son fonctionnement dans le but de déterminer expérimentalement ses performances globales. La simulation est réalisée en utilisant le modèle de Cholette et Cloutier ainsi que le modèle de N réacteurs parfaitement agités associés en série. Ces modèles permettent d'étudier les limites et les potentiels de ce réacteur.

Ce mémoire s'articule autour de trois chapitres qui sont présentés comme suit :

Le chapitre I est consacré à une synthèse bibliographique relative à notre thème, où sont définis les réacteurs idéaux, leurs classifications, les bilans de matière appliqués aux différents types de réacteurs, les réacteurs réels, la Distribution des Temps de Séjour (DTS), la détermination expérimentale de la DTS, le diagnostics de mauvais fonctionnements et la modélisation des écoulements de ces réacteurs non idéaux.

Le chapitre II présente les techniques et les conditions expérimentales utilisées lors de la conception de notre réacteur.

Le chapitre III englobe les résultats expérimentaux obtenus concernant l'effet de nombreux paramètres expérimentaux (la concentration du traceur, le débit d'alimentation, le nombre et l'emplacement des chicanes) sur les performances de notre réacteur dans le but d'optimiser son fonctionnement.

Ce travail se termine par une conclusion générale résumant l'essentiel des résultats obtenus.

Chapitre I

Synthèse bibliographique



I.1 Introduction

Les réacteurs chimiques occupent une place centrale dans les entreprises du secteur de la chimie et des sciences de la vie. Par la mise en présence des réactifs dans des conditions adaptées, ils permettent de combiner et de transformer par réaction(s) chimique(s) les matières premières en produits utiles. Leur rôle prépondérant est à la hauteur des besoins énergétiques nécessaires pour permettre aux réactions d'avoir effectivement lieu et de manière efficace [2].

Dans la pratique industrielle, les réacteurs se comportent rarement comme des réacteurs idéaux (piston ou parfaitement agité) : une géométrie complexe (présence d'équipement de contrôle et régulation, etc.) et une mauvaise distribution du fluide, etc. peuvent perturber l'écoulement ; ce qui en résulte que les performances d'un réacteur réel s'éloignent de ses performances prédites par les modèles idéaux [3].

I.2 Définition d'un réacteur chimique

Un réacteur est un appareil permettant de réaliser une réaction chimique ou biologique, c'est-à-dire la transformation de produits de caractéristiques données en d'autres produits de caractéristiques et propriétés différentes. Il est à la fois le siège de phénomènes chimiques et de phénomènes physiques, ces derniers se divisent en deux catégories : les phénomènes physiques à dominante hydrodynamique (écoulements monophasiques ou polyphasiques, création et suppression d'interface entre phases, etc.) et les phénomènes physiques à dominante cinétique relevant de la science des transferts, soit à l'intérieur d'une phase (homogénéisation des concentrations et des températures), soit entre phases (dissolution d'un gaz dans un liquide) [3-5].

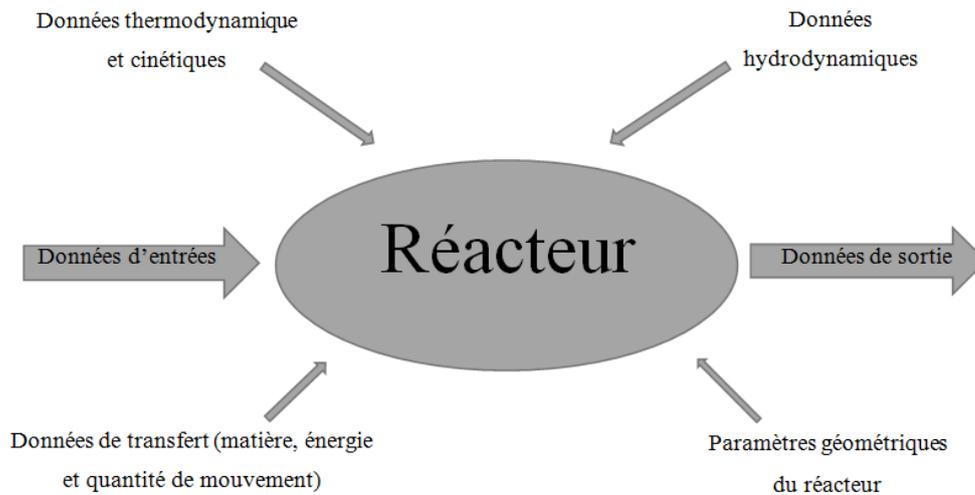


Figure I.1. Principe d'un réacteur chimique [1].

I.3 Classification des réacteurs

1.3.1 Réacteurs idéaux

Les divers types de réacteurs peuvent être classés en fonction de la distribution des concentrations. Un réacteur idéal est un réacteur de référence qui est utilisé pour faciliter la description d'un réacteur réel. Un réacteur réel est souvent considéré comme une association de réacteurs idéaux. Les réacteurs idéaux se divisent en trois grandes classes :

- Réacteurs parfaitement agité fermés (ou discontinus) dans lesquels les réactifs sont introduits en début de l'opération et les produits recueillis à la fin de la transformation ;
- Réacteurs parfaitement agité ouverts (ou continus) dans lesquels les réactifs sont introduits en continu et les produits sortent en continu ;
- Réacteurs en écoulement piston dans lesquels le mélange réactionnel progresse dans les réacteurs par tranches parallèles et indépendantes n'échangeant pas de matière (diffusion axiale négligeable), à la manière d'un piston dans un cylindre [1,6].

a. Réacteur discontinu ou fermé

Ce sont des réacteurs qui ne possèdent ni entrée (non alimenté), où l'introduction des réactifs a lieu en une seule fois, ni sortie (pas de soutirage). Durant l'évolution, le système n'échange pas de matière avec le milieu extérieur [1,5-7].

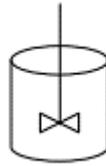


Figure I.2. Réacteur discontinu (ou agité fermé) [8].

b. Réacteur continu ou ouvert

Ce sont des réacteurs qui possèdent une ou plusieurs entrées pour introduire les réactifs et une ou plusieurs sorties par lesquelles les produits de la transformation sont évacués. On distingue dans cette catégorie deux types de réacteur : réacteur parfaitement agité (ou mélangé) et réacteur piston (réacteur non agité (aucun mélange)) [1, 5, 6, 9,10].

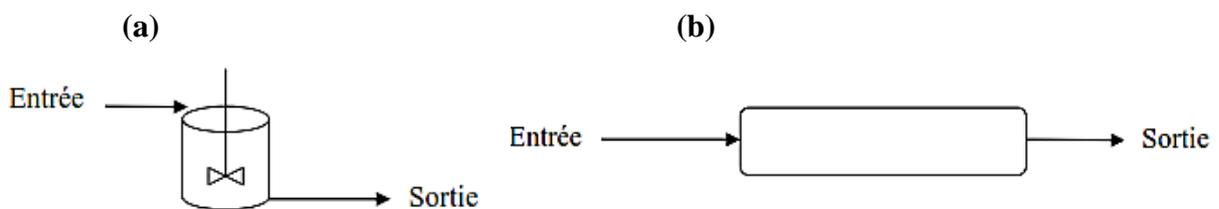
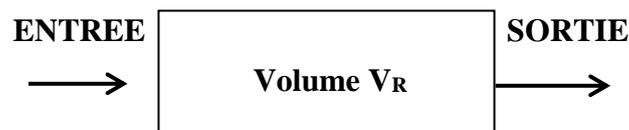


Figure I.3. Réacteur : (a) parfaitement agité ouvert et (b) en écoulement piston [8].

I.3.1.1 Ecriture du bilan de matière sur un volume du réacteur [11]



Débit Entrant dans V_R + **Débit de production** par la réaction = **Débit Sortant** dans V_R + **Accumulation** dans le temps

$$F_{ie} + \sum_j^N v_{ij} r_j V_R = F_{is} + \frac{dn_i}{dt} \cdot (j = 1, \dots, N)$$

Où :

F_{ie} : Flux de l'élément i à l'entrée du réacteur (en mole.s⁻¹),

F_{is} : Flux de l'élément i à la sortie du réacteur (en mole.s⁻¹),

V_R : Volume du réacteur (en m³),

r_j : vitesse de la réaction j par rapport au volume V_R (en mole.s⁻¹.m⁻³),

ν_{ij} : Coefficient stœchiométrique (< 0 pour les réactifs et > 0 pour les produits) du constituant A_i .

Avec :

$$F_{ie} = Q_e C_{ie},$$

$$\sum_i^n \nu_{ij} r_j = \nu_i r \quad \text{Si on considère une seule réaction,}$$

$$F_{is} = Q_s C_{is},$$

$$\frac{dn_i}{dt} = \frac{d(c_i V)}{dt} = V_R \frac{dc_i}{dt} \quad \text{Si } V \text{ est constant.}$$

Soit une concentration à l'entrée $C_e = C_0$ et une concentration à la sortie $C_s = C$.

L'expression du bilan de matière pour un réacteur isotherme à débit constant ($Q_e = Q_s = Q$) sera égale à :

$$QC_0 + \nu_i r V_R = QC + V_R \frac{dc_i}{dt} \quad (1)$$

I.3.1.2 Application aux différents types de réacteurs

a. Bilan massique pour un Réacteur Fermé (Batch Reactor) [11]

Le réacteur est parfaitement mélangé, en phase liquide et la concentration est uniforme dans tout le volume du réacteur.

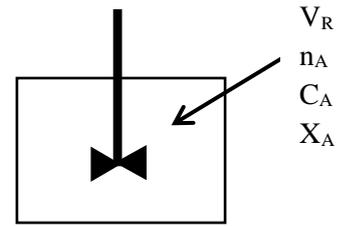
Bilan sur le constituant A en considérant le réacteur entier :

$$\text{Entrée} + \text{Production} = \text{Sortie} + \text{Accumulation}$$

Les termes d'entrée (E) et de sortie (S) sont nuls (pas d'échange de matière avec l'extérieur).

Il reste : **Production = Accumulation**

$$v_i r V_R = V_R \frac{dC_i}{dt}$$



Soit la réaction : **A → P**

Si on s'intéresse au réactif A, on peut écrire le bilan par rapport à A, et y faire intervenir la conversion X_A avec $v_A = -1$ (par rapport au réactif).

L'expression du bilan massique d'un réacteur fermé s'écrit sous la forme suivante :

$$-r_A = \frac{dC_A}{dt} \quad (2)$$

Si on préfère travailler en conversion, on peut aussi écrire : $C_A = C_{A0}(1 - X_A)$

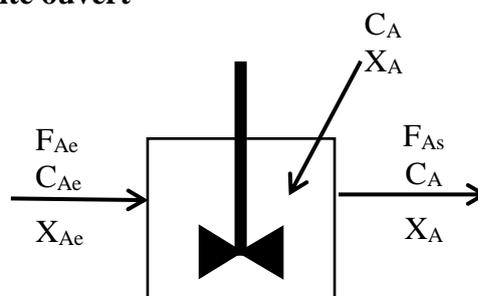
$$r_A = -C_{A0} \frac{dX_A}{dt} \quad (3)$$

Par intégration, on peut calculer le temps permettant d'obtenir une concentration C_A ou un taux de conversion X_A de la réaction

$$t_s = \int_{C_{A0}}^{C_A} \frac{dC_A}{-r_A} = C_{A0} \int_0^{X_A} \frac{dX_A}{-r_A} \quad (4)$$

b. Bilan massique pour un Réacteur continu [11]

• Réacteur parfaitement agité ouvert



La concentration est uniforme dans tout le volume du réacteur et est égale à la concentration de sortie. On n'a donc que deux valeurs de concentrations (ou de conversion) : celle d'entrée et celle de sortie.

On fera un bilan sur un constituant A sur tout le réacteur en fonction de la concentration, ou en fonction de la conversion. Le bilan contient des termes d'entrée et sortie, mais pas d'accumulation, car le régime est permanent.

$$\text{Entrée} + \text{Production} = \text{Sortie}$$

$$F_{Ae} + r_A V_R = F_{As}$$

$$Q_e C_{Ae} + r_A V_R = Q_s C_{As}$$

On suppose que le débit Q est constant en entrée et en sortie $Q_e = Q_s = Q$.

L'équation caractéristique du réacteur s'écrit :

$$V_R = \frac{Q(C_{Ae} - C_{As})}{-r_A} \quad (5)$$

Dans cette équation, il faut bien noter que r_A est calculée sur les conditions de sortie du réacteur, qui sont aussi celles qui règnent dans le réacteur.

Introduisons ici une grandeur opératoire importante, le temps de passage τ défini par :

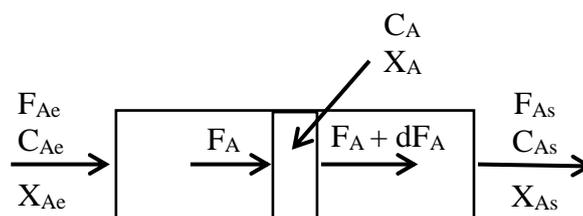
$$\tau = V_R / Q.$$

Ce temps n'a pas de signification physique intrinsèque. C'est simplement le rapport du volume du réacteur à un débit de mélange réactionnel mesuré dans des conditions spécifiées. L'équation (5) s'écrit alors :

$$\tau = \frac{(C_{Ae} - C_{As})}{-r_A} \quad (6)$$

• Réacteur en Ecoulement Piston

Ici, la concentration est uniforme sur une section de réacteur, mais varie axialement, entre l'entrée et la sortie.



Dans cette tranche de faible épaisseur, on peut supposer que les concentrations sont uniformes. En général, X_A est nulle en entrée de réacteur.

Comme la concentration varie tout le long du réacteur, nous écrivons le bilan sur une tranche de réacteur. On s'intéresse au régime permanent.

$$\text{Entrée} + \text{Production} = \text{Sortie}$$

Le bilan d'un constituant A doit s'écrire localement dans une tranche de volume dV_R fixe par rapport au réacteur.

D'où le bilan :

$$F_A + r_A dV_R = F_A + dF_A \quad (7)$$

$$\text{Soit} \quad r_A dV_R = d(QC_A) \quad (8)$$

$$\text{Ou encore} \quad r_A dV_R = -F_{A0} dX_A \quad (9)$$

À condition que r_A ne dépend que de X , le volume de réacteur V_R nécessaire à l'obtention d'un avancement donné s'obtient par intégration :

$$V_R = F_{A0} \int_{X_e}^{X_s} \frac{dX}{-r_A} \quad (10)$$

Ce qui correspond à un temps de passage :

$$\tau = C_{A0} \int_{X_e}^{X_s} \frac{dX}{-r_A} \quad (11)$$

I.3.2 Réacteurs réels

I.3.2.1 Écoulement dans les réacteurs

En théorie, on distingue deux types d'écoulements :

- L'écoulement de type piston,
- L'écoulement avec mélange parfait.

Il est important de mieux caractériser ces écoulements et d'avoir des moyens pratiques pour les reconnaître. De plus, un réacteur réel a un comportement qui s'écarte plus au moins du modèle idéal et il serait intéressant de pouvoir chiffrer cet écart par rapport à l'idéalité.

C'est dans ce contexte que la notion de Distribution des Temps de Séjour présente un intérêt tout particulier.

Lors d'un écoulement d'un fluide à travers un récipient de volume V , Les diverses molécules du fluide séjournent à l'intérieur du volume V pendant des temps t_s qui dépendent directement du type d'écoulement réalisé. Ces temps de séjour t_s peuvent s'écarter notablement du temps de séjour moyen $\bar{t}_s = V/Q$. Il existe donc une distribution des temps de séjour qui dépend du type d'écoulement. Les performances du système en tant que réacteur seront souvent liées à cette distribution des temps de séjour[11].

b. Ecoulements idéaux

Dans ce cas, on s'intéresse uniquement aux réacteurs ouverts en régime permanent, c'est-à-dire, les réacteurs parfaitement agités (RAO) et les réacteurs en écoulement piston (REP).

Dans les REP, on suppose que toutes les molécules ont le même temps de séjour et dans les RAO ; les temps de séjour sont a priori quelconques et où l'on suppose la composition uniforme en tout point (dans ce cas, on définit un temps de séjour moyen noté \bar{t}_s).

"Le temps de séjour t_s d'une molécule est défini comme étant le temps passé par la molécule dans le réacteur" [11].

c. Ecoulements réels

Ce sont des écoulements non-idéaux. Plus le volume du réacteur est grand, plus cette non-idéalité prend de la dimension et plus il est important de préciser ceci expérimentalement. Dans ce cas, les molécules séjournent dans le volume réactionnel pendant des temps t_s qui dépendent notamment du profil hydrodynamique (vitesse) et de la géométrie du réacteur. Ces temps peuvent s'écarter notablement du temps de séjour moyen \bar{t}_s .

Il existe donc une distribution des temps de séjour, ou des temps de contact, et cette dispersion a une influence sur les performances chimiques du réacteur [11].

I.3.2.2 Distribution des Temps de Séjour (DTS)

La Distribution des Temps de Séjour est un modèle statistique qui permet de déterminer dans quelle mesure une installation dévie du modèle idéal et d'apporter les corrections

nécessaires dans le fonctionnement du procédé afin de pouvoir chiffrer cet écart par rapport à l'idéalité.

Elle permet aussi de caractériser l'hydrodynamique d'un réacteur et de déterminer quel modèle de réacteur (RAO ou REP) définit le mieux l'installation étudiée. Cette caractéristique est importante pour pouvoir calculer les performances d'une réaction avec une cinétique connue.

C'est le mérite de Danckwerts en 1953 d'avoir proposé une approche systémique de ce problème en définissant des fonctions de distribution aisément accessible à l'expérience. Ces mesures fournissent, sur la circulation du fluide dans le réacteur, une information beaucoup plus globale que celle que fournit l'approche analytique de la mécanique des fluides [12-16].

a. Principe de la DTS

Les modèles des réacteurs idéaux sont construits sur un certain nombre d'hypothèses :

- Dans le RAO, le mélange est parfait,
- Dans un réacteur tubulaire, l'écoulement est défini comme piston (pas de rétro-mélange).

Or dans la réalité, il est impossible d'obtenir de telles conditions, notamment pour des réacteurs industriels qui ont en général une taille comprise entre un et plusieurs dizaines parfois de centaines de m³. Pour caractériser l'écoulement, on utilise dès lors la distribution de temps de séjour qui est une approche statistique. En effet, on considère un élément du fluide à son entrée dans le réacteur et on mesure le temps que ce dernier met pour atteindre la sortie. Si on répète l'expérience ou on considère plusieurs éléments en même temps, on constatera que les résultats ne sont pas identiques. On peut dès lors établir une distribution des temps de séjour, le plus souvent représentée par une distribution de fréquences appelée habituellement *E*. Pour ce faire, trois hypothèses sont posées :

- L'écoulement est en régime permanent,
- le fluide est incompressible (c.-à-d., $\rho = \text{conste}$),
- l'écoulement est « déterministe » c'est-à-dire qu'il ne fait intervenir de processus aléatoires macroscopiques comme des basculements de filets, des créations de tourbillons, etc.
- une seule phase (la première application de la DTS a été appliquée pour une seule phase).

Dans ces conditions, la fonction E rapporte l'âge des éléments qui quittent le réacteur à un moment donné. La dimension $E(t)$ correspond ainsi à une fraction du flux total ayant un certain âge par unité de temps.

La fraction du fluide qui séjourne durant un intervalle de temps égal à Δt dans le système est donné par la valeur $E(t) \cdot \Delta t$.

Les objectifs de la mesure de la DTS sont [6, 11, 17-19] :

- Caractériser l'état de mélange d'un réacteur,
- Identifier ses défauts d'écoulement,
- Représenter le réacteur par un modèle idéal (RAO ou REP),
- Prévoir les performances d'une réaction.

b. Définitions de $E(t)$

Soit $E(t)$ la fonction de la distribution des temps de séjour. $E(t) \cdot dt$ est la fraction du débit de sortie contenant des molécules d'âge compris entre t et $t + dt$ (figure ci-après).

On voit d'après cette définition que :

$$E(t) = \frac{\iint_S u f dS}{\iint_S u dS} \quad (12)$$

Où u est la vitesse de fluide en différents points de S .

La quantité $\int_{t_1}^{\infty} E(t) \cdot dt$ représente la fraction de fluide ayant séjourné plus longtemps que t_1 dans le réacteur [6, 11, 17-19].

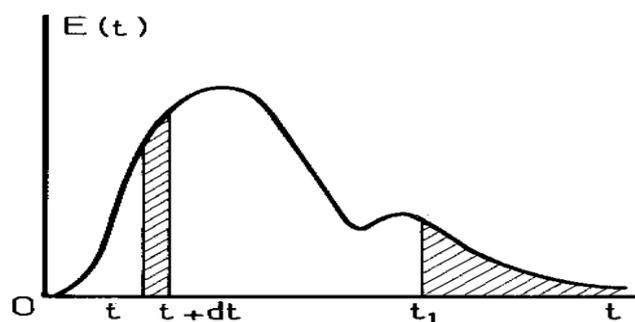


Figure I.4. Distribution des temps de séjour [11].

c. Propriétés de $E(t)$

- la fonction $E(t)$ est toujours positive ;
- $E(t)$ est normée c'est-à-dire : $\int_0^{+\infty} E(t) dt = 1$;
- $E(t)$ est donné en t^{-1} .

$\int_{t_1}^{t_2} E(t) dt$: Fraction de débit restée entre t_1 et t_2 dans le réacteur.

S'agissant d'une distribution statistique, on peut alors définir plusieurs grandeurs, en premier lieu, les moments d'ordre n défini par :

$$\mu_n = \int_0^{\infty} E(t) t^n dt \quad (13)$$

Ainsi, le moment d'ordre 0 ($n = 0$) doit aboutir à la valeur 1 (normé). Le moment d'ordre 1 correspond au temps de séjour moyen \bar{t}_s : $\mu_1 = \int_0^{\infty} E(t) t^1 dt = \bar{t}_s$

Le moment d'ordre n autour de la moyenne ou moment centré est défini par :

$$\mu'_n = \int_0^{\infty} (t - \bar{t}_s)^n E(t) dt \quad (14)$$

En particulier, $\mu'_2 = \int_0^{\infty} (t - \bar{t}_s)^2 E(t) dt = \sigma^2 = \mu_2 - \bar{t}_s^2$ est la variance de la distribution, qui caractérise son étalement autour de la moyenne. μ'_3 marque l'asymétrie de la distribution, μ'_4 son aplatissement, etc. [6, 11, 17-19].

I.3.2.3 Détermination expérimentale de la Distribution des Temps de Séjour (DTS)

La méthode consiste à utiliser un traceur pour marquer les molécules à l'entrée du réacteur et à utiliser un détecteur approprié pour dénombrer, en fonction du temps, ces molécules dans le courant de sortie. Ce traceur peut être une substance radioactive, un sel, un colorant ou toute substance de même propriété que le fluide mais décelable par une propriété physique telle que conductivité électrique, thermique, etc. [11].

a. Caractéristique de Traceur

Il marque le fluide, sans le perturber et possède les caractéristiques suivantes :

- Mêmes propriétés que le fluide, Inerte,
- Mesurable en continu,
- Injection et détection sur toute la section.

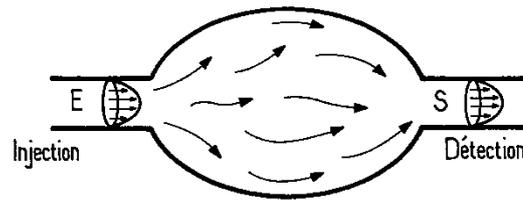


Figure I.5. Injection du traceur et détection en flux [11].

b. Différentes perturbations

Pour réaliser l'injection du traceur, on peut avoir recours à différentes perturbations qui sont :

- **Injection-échelon ou purge-échelon**

Dans une injection-échelon, la concentration du traceur passe brusquement de 0 à C_0 dans l'alimentation à l'instant t_0 . Dans une injection "purge-échelon", l'injection permanente et établie de traceur est brusquement interrompue à l'instant initial.

Soit C la concentration du traceur à la sortie du réacteur après une injection-échelon. La courbe donnant la fraction $F = \frac{C}{C_0}$ de fluide marqué en fonction du temps est par définition, la réponse adimensionnelle du réacteur à un échelon-positif du traceur.

Supposons que le fluide est incompressible et plaçons-nous à un instant t après une injection-échelon. Dans le courant de sortie, la fraction de débit marquée est celle qui a un temps de séjour plus petit que t , soit $\int_0^t E(t) dt$.

et par conséquent :

$$F = \frac{C}{C_0} = \int_0^t E(t) dt \quad (15)$$

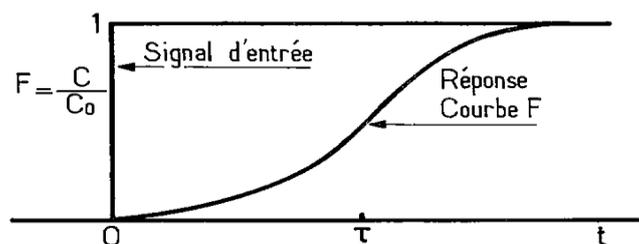


Figure I.6. Réponse à une injection-échelon : la courbe F [11].

Une expérience d'injection-échelon donne accès à la fonction $E = \frac{dF}{dc}$.

Echelon-négatif (ou purge-échelon) : l'entrée passe brusquement de la concentration C_0 à la concentration nulle. On mesure en sortie la concentration C .

$$\frac{c(t)}{c_0} = \int_t^\infty E(t) dt = 1 - F(t) \quad \text{fraction de fluide plus vieille que } t \text{ [11].}$$

• Injection-impulsion

L'expérience consiste à injecter une quantité de traceur (disons n moles) à l'entrée du réacteur, pendant un temps très court devant le temps de passage τ ($< 0,01 \tau$). Cette injection peut être réalisée à l'aide d'une seringue. Soit $C(t)$ la concentration de traceur relevée à la sortie du réacteur. A l'instant t , la quantité de traceur qui est sortie du réacteur depuis le début de l'expérience est celle qui a un temps de séjour inférieur à t :

$$\int_0^t Q C(t) dt = n \int_0^t E(t) dt$$

on en déduit $E(t) = \frac{Q}{n} C(t)$. Posons $C_0 = \frac{n}{V_R}$, concentration qu'aurait le traceur uniformément réparti dans tous le volume, et introduisons avec Danckwerts, la fraction $C_i(t) = \frac{C}{C_0}$. Nous obtenons la DTS [11] :

$$E(t) = \frac{1}{\tau} C_i(t) = \frac{1}{\tau} \frac{C(t)}{C_0} \quad (16)$$

La DTS est donc la réponse normée du réacteur à une injection-impulsion.

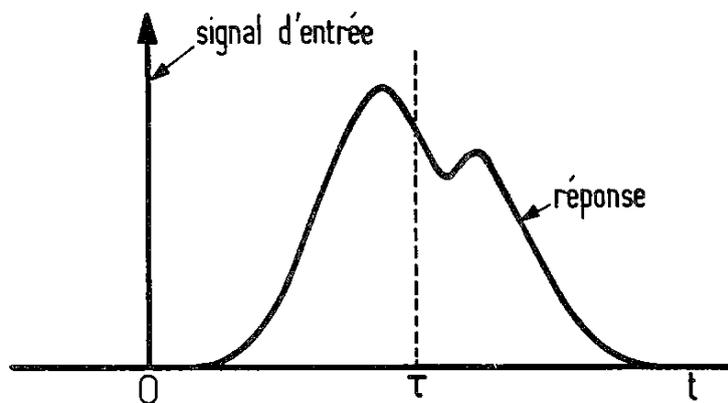


Figure I.7. Réponse à une injection-impulsion : la courbe C [11].

- **Bilan en traceur**

Si on introduit dans le réacteur n_0 moles de A (traceur) et que le débit d'alimentation est Q , alors on peut mesurer $C_i(t)$ à la sortie du réacteur. Pendant dt , on peut recueillir un nombre de moles égal à $n = Q C_i(t) dt$.

$$E(t) dt = \frac{n}{n_0} = \frac{Q C_i(t) dt}{n_0} : \text{fraction du traceur ayant séjourné entre } t \text{ et } t + dt.$$

- Entrée – sortie du réacteur : $n_0 = \int_0^{+\infty} Q C_i(t) dt$

- Si le débit est uniforme ($Q = \text{const}$) [7] :

$$E(t) = \frac{C_i(t)}{\int_0^{+\infty} C_i(t) dt} \quad (17)$$

La DTS $E(t)$ est donc la réponse normée du traceur à une injection-impulsion.

I.3.2.4 DTS des réacteurs idéaux

a. Réacteur en écoulement piston (REP)

Un réacteur piston se comporte comme un **retard pur** et ne change pas de signal d'entrée. Toutes les molécules ont le même temps de séjour $\bar{t}_S = \tau = \frac{V_R}{Q}$. La DTS est un pic situé au temps τ .

NB : Retard pur c'est-à-dire que l'on retrouve à la sortie le même signal que celui exercé à l'entrée avec un retard égal à $\bar{t}_S = \tau$ dans le réacteur [11].

- **Réponse impulsionnelle**

Elle consiste à injecter une quantité de traceur à l'entrée du réacteur pendant un temps très court devant le temps de passage. Ce type d'injection est décrit mathématiquement par la **fonction de Dirac** et est notée $\delta(t - t_0)$; t_0 étant l'instant d'injection du traceur [11].

La fonction de Dirac est définie comme suit : $\delta(t - t_0) = \begin{cases} 0 & \text{si } t \neq t_0 \\ \infty & \text{si } t = t_0 \end{cases}$

Et a les propriétés suivantes :

$$\begin{cases} \sigma^2 = 0 \\ \int_{-\infty}^{+\infty} \delta(t - t_0) dt = 1 \\ \int_a^b \delta(t - t_0) f(t) dt = \begin{cases} f(t_0) & \text{si } t_0 \in [a, b] \\ 0 & \text{ailleurs} \end{cases} \end{cases}$$

d'où, la DTS est un pic aigu et très étroit situé au temps $t = \bar{t}_S = \tau$.

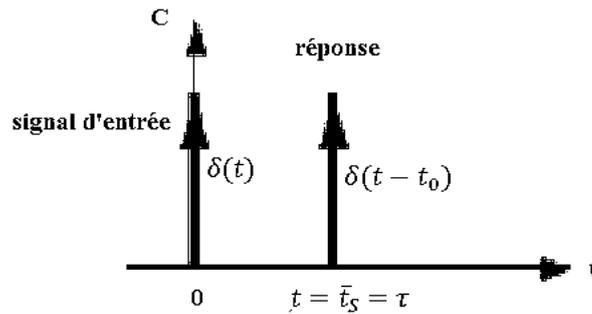


Figure 1.8. Réponse à une injection impulsion.

- **Réponse indicielle (à une injection échelon)**

Dans ce cas, la concentration de traceur passe brusquement à $t = t_0$, de la valeur 0 à la valeur C_0 dans l'alimentation. Ce signal est décrit par la fonction mathématique $H(t - t_0)$,

$$\text{définie par : } H(t - t_0) = \begin{cases} 0 & \text{si } t < t_0 \\ 1 & \text{si } t \geq t_0 \end{cases}$$

Où H est la fonction échelon-unité de Heaviside [11].

(la réponse à un échelon est un échelon décalé de τ).

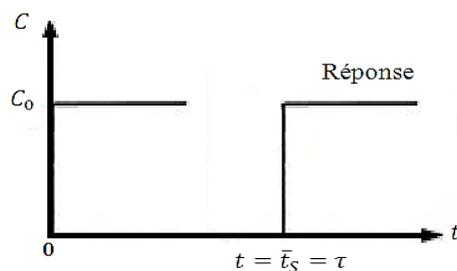


Figure 1.9. Réponse à une injection échelon.

Remarque

Dans la purge échelon, l'injection est brusquement interrompue à l'instant $t = t_0$ et la réponse du système est décrite par la fonction $w(t)$ telle que : $w(t - t_0) = \begin{cases} 1 & \text{si } t < t_0 \\ 0 & \text{si } t \geq t_0 \end{cases}$

b. Réacteur parfaitement agité continu (RAO)

Pour établir l'expression de $E(t)$, cherchons la réponse à une injection impulsion. Introduisons une bouffée de traceur dans le réacteur. La concentration montre instantanée à C_0 , puis évolue suivant l'équation [11] : $0 = V_R \frac{dC}{dt} + QC$

On en déduit facilement l'expression de $C(t)$ tel que :

$$C = C_0 \exp(-t/\tau).$$

D'où l'on établit l'expression de la DTS

$$E(t) = \frac{1}{\tau} \frac{C}{C_0} = \frac{1}{\tau} \exp(-t/\tau) \quad (18)$$

Pour une injection échelon, on obtient ainsi :

$$F(t) = 1 - \exp(-t/\tau) \quad (19)$$

I.3.2.5 Diagnostiques de mauvais fonctionnements

Le traitement primaire des courbes de la DTS permet d'estimer le temps de séjour moyen du fluide dans le réacteur. La plus part du temps, on connaît le volume du réacteur V_R et si le débit volumique Q qui traverse le réacteur peut être mesuré, il convient de vérifier si le temps de séjour moyen \bar{t}_S calculé à partir de la courbe de DTS est égal à $\frac{V_R}{Q}$ qui est dénommé **temps de séjour géométrique**. Si les valeurs obtenues sont égales, cela signifie que le réacteur fonctionne bien. Par contre, si le temps \bar{t}_S est inférieur au temps de séjour géométrique cela peut être dû :

- à la présence d'un **volume mort** ou **stagnant** V_m tel que :

$$V_R = V_m + V_a ; \frac{V_m}{V_R} = 1 - \frac{\bar{t}_S}{\tau}$$

V_a : Volume accessible au fluide déterminé à partir du temps de séjour moyen ($V_a = Q_a \bar{t}_s$).

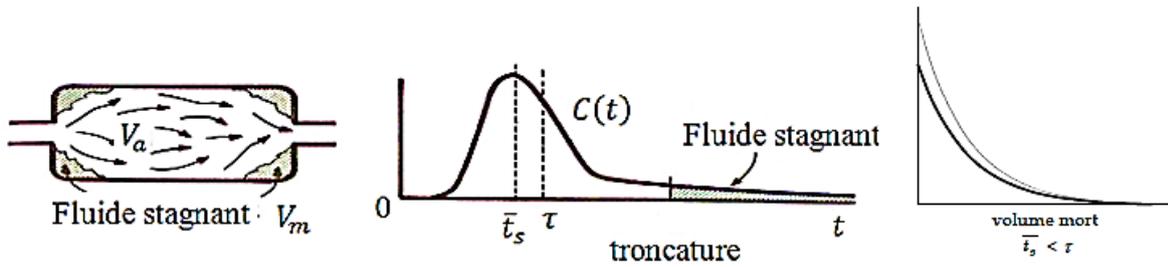


Figure I.10. Réponse du réacteur réel présentant un volume mort.

- ou à l'existence des zones de recirculation

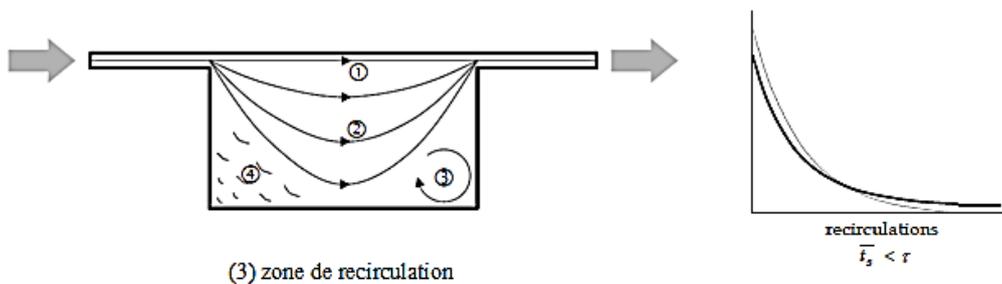


Figure I.11. Réponse du réacteur réel présentant des zones de recirculation.

A l'inverse, si $\bar{t}_s > \tau$, ceci peut signifier qu'il existe un **court-circuit** et le débit de court-circuit Q_c est défini [11] : $Q = Q_a + Q_c$ et $\frac{Q_c}{Q} = 1 - \frac{\tau}{\bar{t}_s}$

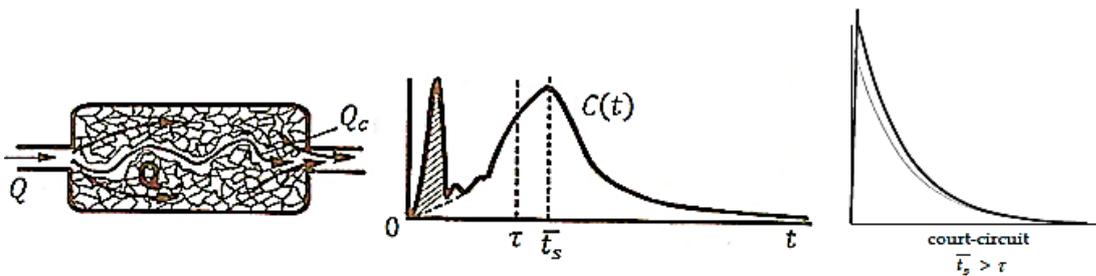


Figure I.12. Réponse du réacteur réel siège d'un court-circuit.

I.3.2.6 Modélisation des écoulements non idéaux

Ayant obtenu, par la méthode des traceurs, une courbe expérimentale de distribution des temps de séjour (DTS), on se pose en général le problème de rendre compte de l'allure observée au moyen d'un modèle hydrodynamique simple, utilisable commodément par la suite pour prédire la conversion et pour servir de base à l'extrapolation du réacteur [11].

a. Modèle de Cholette et Cloutier

Cholette et Cloutier ont proposé un modèle pour rendre compte du fonctionnement d'un réacteur agité ouvert (RAO) siège d'un court-circuit et d'un volume mort.

Pour établir l'expression de ce modèle, il faut écrire le bilan de matière dans les différentes zones représentées sur la figure ci-dessous [20-22] :

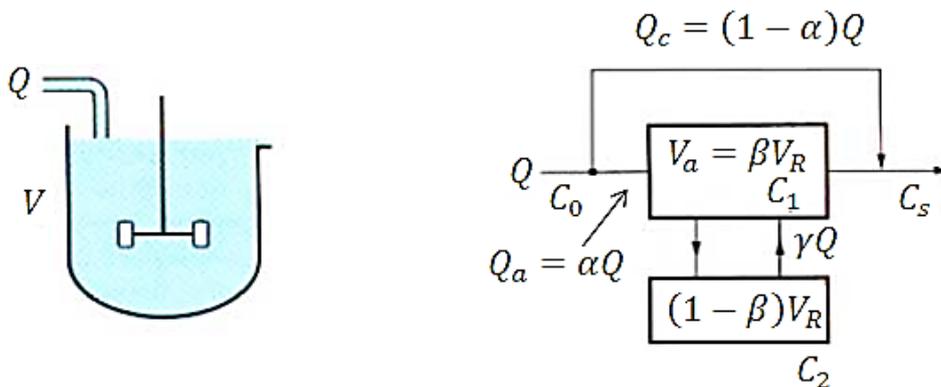


Figure I.13. Représentation d'un mélangeur imparfait par le modèle de Cholette et Cloutier.

La DTS d'un tel système est donné par l'expression suivante :

$$E_i(t) = (1 - \alpha)\delta(t) + \frac{\alpha^2}{\beta t_s} \exp\left(-\frac{\alpha t}{\beta t_s}\right) \quad (20)$$

Pour le calcul théorique (le cas idéal), on a ni court-circuit ni volume mort ($\alpha = 1$ et $\beta = 1$).

L'équation (20) devient :

$$E_i(t) = \frac{1}{\tau} \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \quad (21)$$

Pour le calcul expérimentale (présence d'un volume mort et d'un court-circuit) :

$$\beta = \frac{V_a}{V_R} \quad (22)$$

avec
$$V_a = \frac{m_0}{\int c_i \Delta t} * \tau \quad (23)$$

$$\alpha = \frac{Q_a}{Q} \quad (24)$$

tel que : V_a et Q_a : Le volume et le débit accessible, respectivement.

V_R et Q : Le volume totale et le débit d'alimentation de l'eau dans le réacteur, respectivement.

b. Modèle d'association des réacteurs

Ce modèle, souvent utilisé, est composé de l'association de N réacteurs parfaitement agités placés en série et de volumes égaux (voir figure).

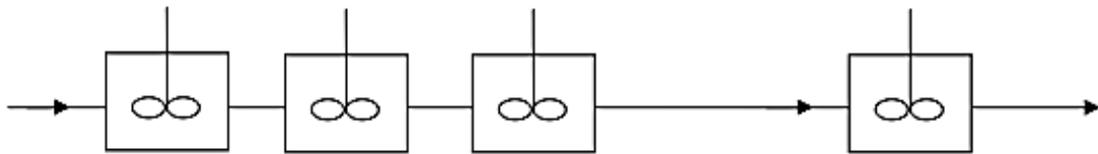


Figure I.14. Représentation du modèle d'écoulement de N réacteurs parfaitement mélangés en série.

La DTS d'un tel système est donné par l'expression suivante :

$$E(t) = \left(\frac{N}{\bar{t}_s}\right)^N t^{N-1} \frac{\exp\left(-\frac{Nt}{\bar{t}_s}\right)}{(N-1)!} \quad (25)$$

$N = 1$ Correspond bien entendu, au réacteur agité continu unique. Lorsque $N \rightarrow \infty$, on se rapproche de l'écoulement piston.

La moyenne et la variace sont ici rigoureusement :

$$\bar{t}_s = \tau \quad \text{et} \quad \sigma^2 = \frac{\bar{t}_s^2}{N}.$$

Pour identifier le modèle à une courbe expérimentale, le seul paramètre à déterminer est N . Le paramètre N peut être pris égal à l'inverse de la variance σ^2 de la courbe expérimentale [11, 23, 24].

I.4 Conclusion

La notion de distribution des temps de séjour (DTS) est utilisée en génie des procédés pour caractériser l'hydrodynamique d'un réacteur chimique ou de toute autre installation qui sont traversés par un fluide en circulation. Elle permet ainsi :

- de diagnostiquer la présence de zones stagnantes ou de phénomènes de court-circuit ;
- de pouvoir établir un modèle d'écoulement hydrodynamique qui permet de calculer les performances chimiques d'un réacteur réel.

Dans ce chapitre, nous avons présenté successivement des rappels sur les principales propriétés des distributions des temps de séjour, les méthodes expérimentales d'acquisition des courbes de DTS, puis les méthodes d'élaboration des modèles de DTS pour les réacteurs idéaux et pour les réacteurs réels.

Chapitre II

Matériels et méthodes



Ce chapitre décrit le réacteur réalisé dans notre étude et l'ensemble des moyens mis en œuvre pour caractériser son fonctionnement.

II.1- Conception du dispositif expérimental

La figure II.1 représente le dispositif expérimental réalisé au cours de notre étude.

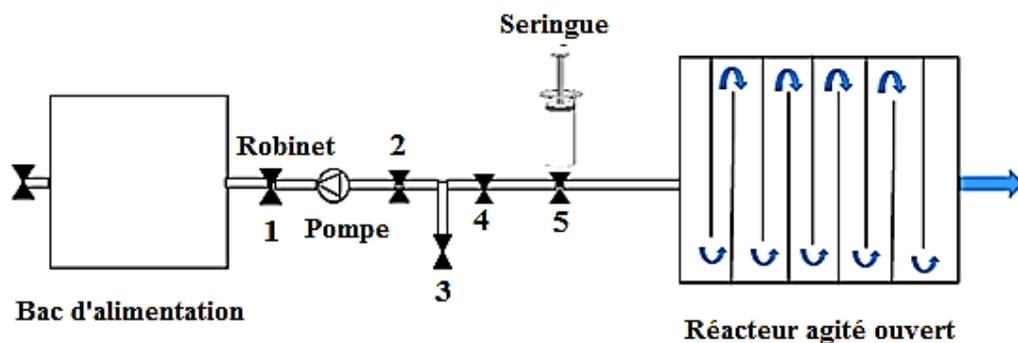


Figure II.1. Schéma du dispositif expérimental.

Il est composé de :

- Neuf plaques en plexiglas de dimension 35 x 35 cm ;
- Deux plaques en verre de dimension 60 x 50 cm ;
- Deux plaques en verre de dimension 40 x 50 cm ;
- Une plaque en verre de dimension 60 x 40 cm ;
- Dix plaques en verre de dimension 38 x 0,5 cm et une épaisseur 3 mm ;
- Dix-huit plaques en verre de dimension 35 x 5 cm et d'épaisseur de 5 mm ;
- Dix-huit plaques en verre de dimension 35 x 5 cm et d'épaisseur de 3 mm ;
- Robinet d'arrêt ;
- Robinet d'un quart de tour
- Deux vannes à sphère ;
- Robinet poussoir ;
- Pompe à eau d'une machine à laver ;
- Pompe émergente d'aquarium ;
- Deux colliers de piquages ;

- Des mamelons en plastiques ;
- Des coudes en plastiques ;
- Un morceau de tuyau :
- Téflon ;
- Une raille en aluminium ;
- Colliers de serrage ;
- Un accordeur ;
- Rails en PVC ;

II.1.2- Méthode de conception

II.1.2.1- Réacteur

Le réacteur (figure II.2) a une forme parallélépipède rectangle en verre, ces caractéristiques sont décrites dans le tableau II.1. Pour le réaliser, nous avons procédé comme suit :

- Coller les quatre parois avec la plaque de base à l'aide d'un pistolet à silicone, puis scotcher pour assurer une bonne adhérence de la colle avec les parois ;
- Laisser sécher le réacteur pendant 48 h ;
- Remplir le réacteur avec de l'eau et le laisser plus de 3 h pour s'assurer qu'il n'y ait pas de fuites ;
- Coller les rails sur la base et sur les faces avant et arrière du réacteur en laissant une distance de 5 mm entre chacune d'elles, puis laisser sécher pendant 3 jours ;
- Remplir le réacteur une autre fois de l'eau pour s'assurer de la fixation des rails.



(a)



(b)

Figure II.2. Vues internes du réacteur (a) avec et (b) sans chicanes.

II.1.2.2- Système de pompage

Entre le bac de stockage et le réacteur confectionné précédemment, nous avons réalisé une petite installation tel que :

- En amont de la pompe, nous avons installé un robinet (1) pour faire passer l'eau stocker dans le bac vers la pompe ;
- En aval de la pompe, nous avons installé un robinet (2) garni d'un rapporteur pour faciliter le réglage du débit, le robinet (3) sert à calculer manuellement le débit d'alimentation ;
- Ensuite, nous avons mis deux autres robinets ((4) et (5)), l'un pour autoriser le passage de l'eau vers le réacteur et l'autre pour l'injection du traceur ;
- Cette installation est totalement raccorder avec des mamelons et des coudes ;
- A l'entrée et à la sortie du réacteur, nous avons mis des colliers de piquages.



Figure II.3. Photo du dispositif expérimental.

Tableau II.1. Caractéristiques du réacteur

Paramètres	Dimension
Longueur	60 cm
Largeur	40,5 cm
Hauteur	50 cm
Hauteur à l'entrée	40,5 cm
Hauteur à la sortie	35,5 cm
Nombre de railles	28
Nombre de chicanes	09
Distance entre les chicanes	05 cm
Distance entre les railles	05 mm
Volume total	120 L
Volume efficace	93,5 L

II-2- Détermination de la courbe de DTS expérimentale

La technique de détermination des temps de séjour (DTS) consiste à utiliser un traceur dont on injecte une concentration donnée à l'entrée du système et dont on suit en fonction du temps sa concentration à la sortie. Les molécules marquées du traceur ne doivent avoir évidemment aucune interaction avec les substances contenues dans le système mais doivent être assez proches de celle-ci afin d'avoir les mêmes propriétés d'écoulement. Le traceur peut être injecté de trois manières différentes : sous forme d'impulsion, d'échelon ou de façon quelconque [25].

Nous avons mis en œuvre une méthodologie injection-impulsion au cours de ce travail. Elle consiste à injecter dans un temps très court (injection de Dirac), une quantité donnée de traceur. Le traceur ne doit pas être injecté à très forte concentration pour éviter la formation de courants de convection naturelle transitoires résultant d'un écart de densité entre le traceur et le fluide. Les hypothèses suivantes sont supposées vérifiées :

- Le fluide est incompressible,
- L'écoulement du fluide doit rester permanent,
- Le débit de fluide traversant le système est constant et permanent,
- La vitesse du fluide reste uniforme,
- Le système possède une seule entrée et une seule sortie à l'exclusion de toute fuite.

Le traceur utilisé dans cette étude est une solution de chlorure de sodium à 50 g/L dont 50 mL ont été injectés instantanément à l'entrée du réacteur, sous forme d'un Dirac. La détection du signal en sortie du réacteurs est réalisée par méthode conductimétrique. Cette méthode est avantageuse parce qu'elle utilise un matériel courant. Sa mise en œuvre est simple et son coût est peu élevé.

II-2-1- La conductivité

La conductivité électrique d'une eau est définie comme étant la conductance d'une colonne d'eau comprise entre deux électrodes métalliques de 1 cm² de surface et séparées l'une de l'autre de 1 cm. Elle est l'inverse de la résistivité électrique d'une eau. Elle s'exprime généralement en micro siemens par centimètre ($\mu\text{S}/\text{cm}$) [26]. La mesure s'effectue à l'aide

Matériels et méthodes

d'un conductimètre. Le conductimètre utilisé dans le cadre de cette étude est un conductimètre de marque « WTW, cond 1970i ».



Figure II.4. Photo d'un conductimètre.

II.2.2- Méthodes de calcul

A partir de la courbe d'étalonnage préalablement tracée, nous avons déterminé les concentrations du traceur à la sortie du réacteur (exprimée en g/L).

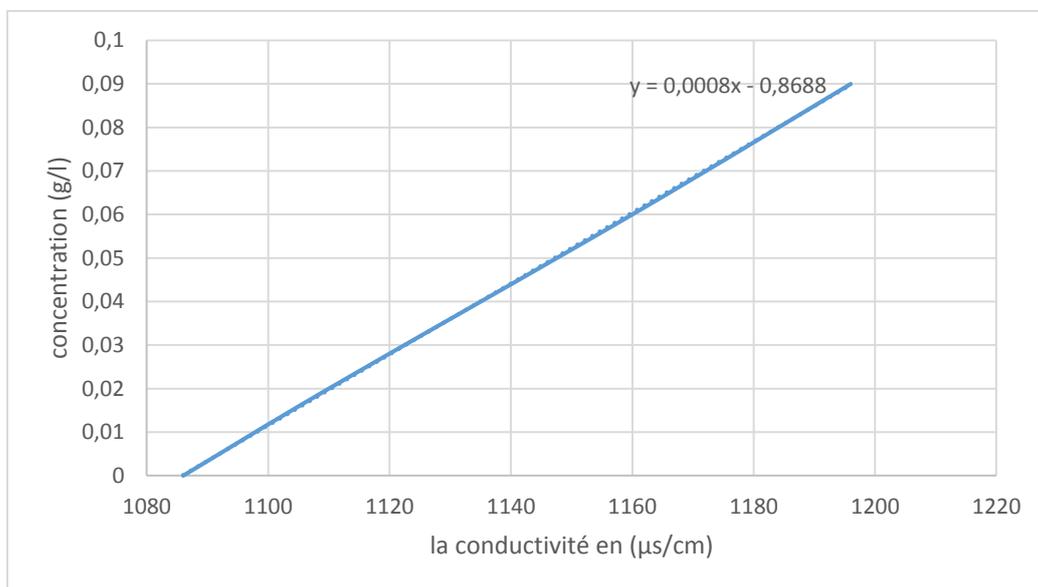


Figure II.5. Courbe d'étalonnage représentative de la concentration du traceur en fonction de la conductivité.

II.3- Modélisation du réacteur

II.3.1- Modèle d'association de N réacteurs parfaitement agités ouverts

L'étude de la DTS permet pour un réacteur donné quelconque, de définir son comportement et de déterminer les flux de matières et d'énergie. Cette étude permet également de mettre en évidence des dysfonctionnements du réacteur tels que les court-circuit et les zones mortes.

Soit C_i la concentration de traceur mesurée à la sortie du réacteur à un temps t .

La fonction E_i qui représente la distribution des temps de séjour du fluide à un instant t est calculée expérimentalement par la relation :

$$E_i(t) = \frac{c_i(t)}{\sum c_i(t) \Delta t} \quad (1)$$

Le temps de séjour moyen (\bar{t}_s) est calculé en utilisant la relation :

$$\bar{t}_s = \sum_0^n t_i E_i(t) \Delta t \quad (2)$$

Le nombre de réacteur N est donné par l'expression suivante :

$$N = \frac{\bar{t}_s^2}{\delta^2} \quad (3)$$

Soit :

$$\delta^2 = \sum_0^t (t_i - \bar{t}_s)^2 E_i(t) \Delta t \quad (4)$$

II.3.2- Modèle de Cholette et Cloutier

La DTS est calculée par l'expression :

$$E_i(t) = (1 - \alpha)\delta(t) + \frac{\alpha^2}{\beta t_s} \exp\left(-\frac{\alpha t}{\beta t_s}\right) \quad (5)$$

Pour le calcul théorique (le cas idéal), on a ni court-circuit ni volume mort ($\alpha = \beta = 1$). L'équation (5) devient :

$$E_i(t) = \frac{1}{\tau} \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \quad (6)$$

II.4- Conclusion

La réalisation de n'importe quelle projet nécessite de définir au préalable les différents outils et matériels afin d'accomplir une tâche fiable et compréhensible qui reflète nos connaissances non pas seulement théoriques mais techniques aussi.

Dans ce chapitre, nous avons déterminé les différentes orientations techniques utilisées et les détails liées à la réalisation et à la modélisation de notre réacteur.

Chapitre III

Résultats et discussions



Nous allons présenter dans ce chapitre les résultats expérimentaux obtenus en tenant compte de plusieurs paramètres opératoires tels que : la concentration du traceur, le débit d'alimentation, le nombre et l'emplacement des chicanes et cela a pour but de caractériser le comportement du réacteur et d'optimiser son fonctionnement en utilisant la Distribution des Temps de Séjour (DTS).

III.1 Effet des conditions opératoires sur les performances du réacteur

III.1.1 Concentration du traceur

Les courbes expérimentales présentées dans la figure III.1 illustrent la variation de la fonction de la DTS en fonction de la concentration du traceur. Rappelons que l'analyse de la DTS permet, pour un réacteur donné, de définir son comportement dynamique et également de mettre en évidence les dysfonctionnements des réacteurs tels que le court-circuit, les zones mortes et les phénomènes de recirculation [22].

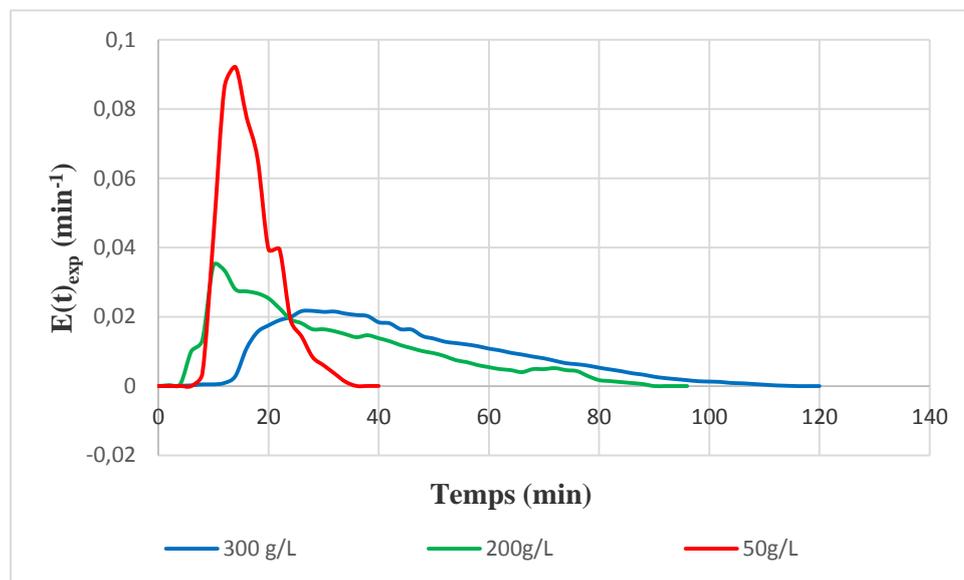


Figure III.1. Courbes expérimentales de la fonction $E(t)$ en fonction du temps à différentes concentrations du traceur. (Conditions : débit d'alimentation = 5 L/min, $\Delta t = 2$ min et nombre de chicanes = 9).

En exploitant les résultats obtenus selon le protocole défini au chapitre I, la comparaison du temps de séjour moyen (\bar{t}_s) et du rapport $\tau = \frac{V_R}{Q_0}$ permet de déterminer la présence de court-circuit ou des zones mortes ou encore des phénomènes de recirculations selon les différentes conditions expérimentales.

Le tableau III.1 regroupe les résultats expérimentaux de l'étude de l'effet de la concentration du traceur sur les performances du réacteur. Nous constatons que pour les concentrations élevées (200 g/L et 300 g/L), le temps de séjour moyen (\bar{t}_s) est supérieur au temps de passage (τ), ce qui implique, d'après la littérature, la présence d'un court-circuit. Cependant, pour la concentration de 50 g/L, le temps de séjour moyen (\bar{t}_s) est nettement inférieur au temps de passage (τ), ceci est peut être dû à l'existence de zones mortes (inaccessible au fluide) dans le réacteur et de court-circuit (phénomènes de recirculation) [22], bien que la forme des courbes obtenues ne soit pas caractéristique de la présence de court-circuit ni de réelles zones mortes.

Notons aussi que le temps de séjour moyen diminue quand la concentration du traceur diminue. Cette remarque va dans le même sens que les calculs qui montrent que le débit de court-circuit est faible. Nous pensons ainsi que la concentration 50 g/L en traceur est la concentration seuil, puisque elle permet d'optimiser le fonctionnement du réacteur.

Tableau III.1. Synthèse des résultats de l'étude de la concentration du traceur pour un débit de 5 L/min.

Concentration du traceur (g/L)	τ (min)	\bar{t}_s (min)	Q_a (L/min)	V_a (L)	Q_c (L/min)	V_m (L)	$\beta = \frac{V_a}{V_R}$	$\alpha = \frac{Q_a}{Q_0}$
300	18,7	44,72	1,87	-	3,13	-	-	0,374
200	18,7	30,94	3,59	-	1,41	-	-	0,718
50	18,7	16,54	3,73	61,69	1,27	31,81	0,66	0,746

Résultats et discussions

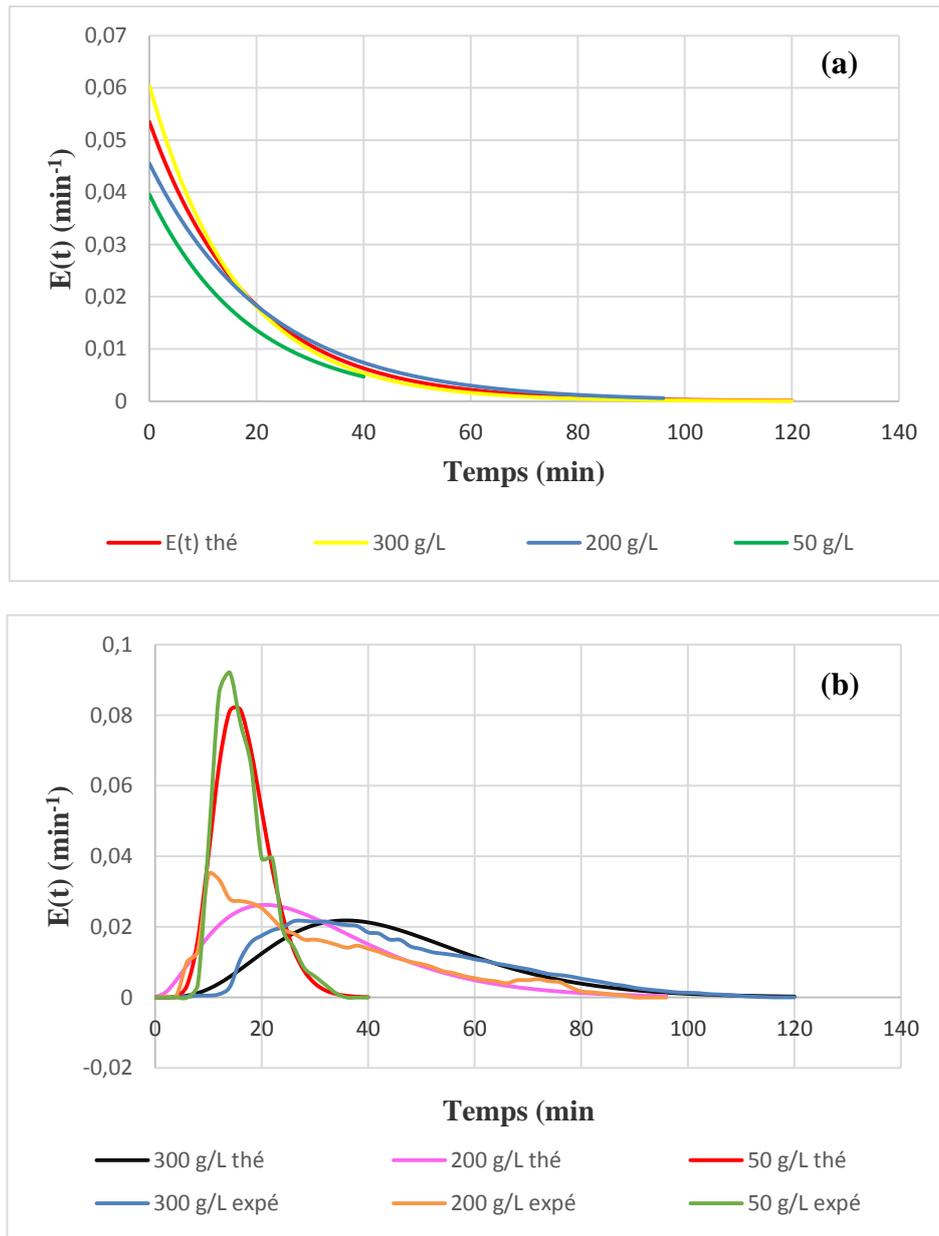


Figure III.2. Courbes expérimentales et théoriques (a) du modèle de Cholette et Cloutier et (b) du modèle de l'association des réacteurs pour l'étude de l'effet de la concentration du traceur.

Le graphique représenté sur la figure III.2(a) (modèle de Cholette est Cloutier) montre que pour la concentration de 300 g/L du traceur, la courbe $E(t)$ obtenue expérimentalement est au-dessus de la courbe $E(t)$ théorique, ce qui signifie, comme nous l'avons vu dans la bibliographie (Chapitre I), la présence d'un court-circuit. Cependant, pour la concentration de 50 g/L en traceur, la courbe $E(t)$ déterminée expérimentalement est en dessous de la courbe $E(t)$ théorique, indiquant ainsi l'existence d'un volume mort. Ces résultats sont en accord avec

ceux trouvés précédemment. Nous notons néanmoins, que pour la concentration de 200 g/L du traceur, aucune information n'a été dégagée.

Pour la simulation, le temps de séjour employé est celui correspondant à la DTS obtenue expérimentalement. La simulation suppose que le réacteur réel est assimilable à N réacteurs en série sans court-circuit ni volume mort. D'après la figure III.2(b), seule les courbes de $E(t)$ expérimentale et théorique obtenue à la concentration 50 g/L en traceur sont superposables. Et par conséquent, notre réacteur peut être assimilé à 11 réacteurs parfaitement agités, de même volume, associés en série.

Ce résultat confirme à nouveau que la concentration de 50 g/L du traceur est la concentration seuil efficace qui optimise le fonctionnement de notre réacteur.

III.1.2 Débit d'alimentation

Les courbes expérimentales de DTS tracées ci-dessous (figure III.3) en fonction du temps à différents débits d'alimentations permettent de déterminer le débit optimal et cela en fixant la concentration initiale du traceur à 50 g/L.

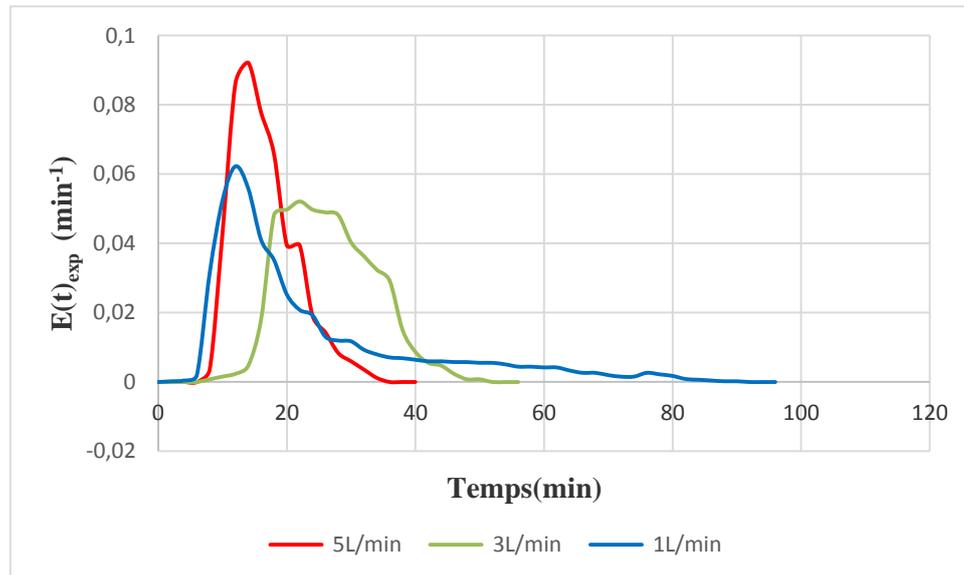


Figure III.3. Courbes expérimentales de la fonction de la DTS en fonction du temps à différentes valeurs du débit d'alimentation (Conditions opératoires : nombre de chicanes = 9 et $\Delta t = 2\text{min}$).

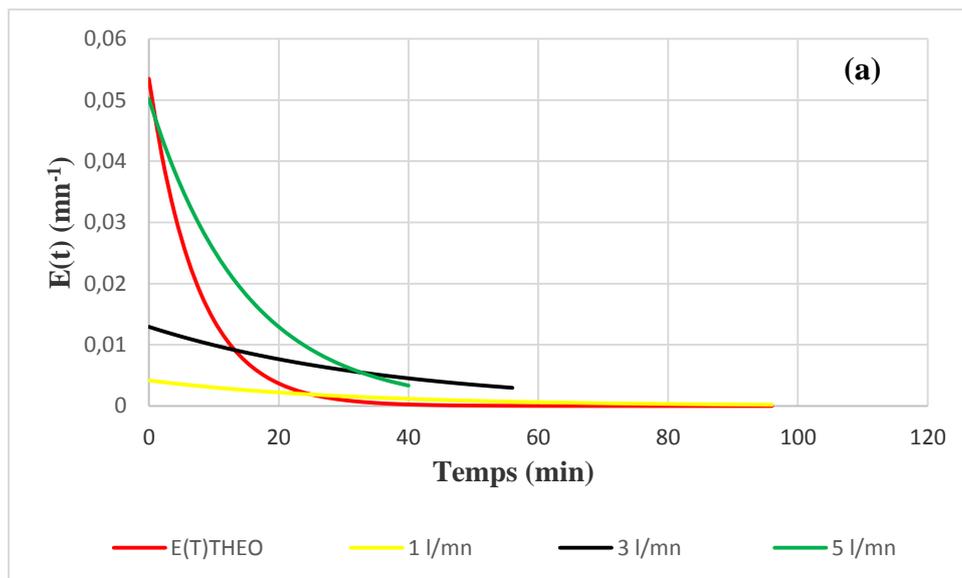
Résultats et discussions

Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau III.2. Ces résultats montrent clairement que, quelle que soit la valeur du débit d'entrée, les temps de séjour moyens sont nettement inférieurs au temps de passages, ceci est dû à la présence d'un court-circuit et de volume mort (phénomènes de recirculation). Comme il a été expliqué précédemment, le débit optimal qui maximise le fonctionnement du réacteur est 5 L/min.

Tableau III.2. Synthèse des résultats de l'étude du débit d'entrée en fonction du temps pour une concentration du traceur de 50 g/L.

Débit d'entrée Q (L/min)	τ (min)	\bar{t}_s (min)	Q_a (L/min)	V_a (L)	Q_c (L/min)	V_m (L)	$\beta = \frac{V_a}{V_R}$	$\alpha = \frac{Q_a}{Q_0}$
1	93,5	23,93	0,69	16,57	4,31	76,93	0,177	0,138
3	31,16	26,56	2,46	65,47	2,54	28,03	0,700	0,492
5	18,7	16,54	3,73	61,69	1,27	31,81	0,66	0,746

Nous présentons sur la figure III.4, les courbes de DTS tracées en utilisant les résultats expérimentaux et ceux obtenus dans les cas idéaux (modèle de Cholette et Cloutier et association de N réacteurs parfaitement agités ouverts).



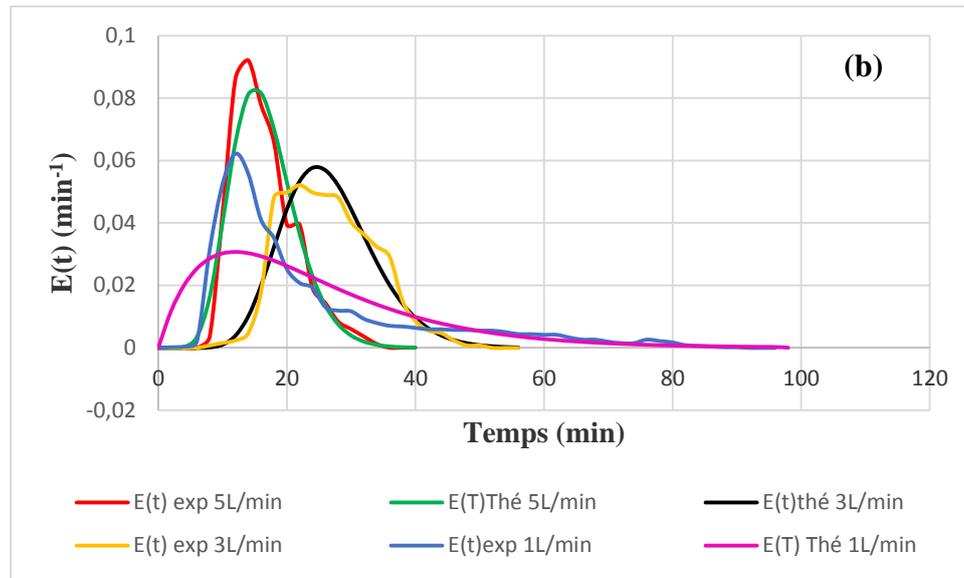


Figure III.4. Courbes expérimentales et théoriques (a) du modèle de Cholette et Cloutier et (b) du modèle de l'association des réacteurs pour l'étude de l'effet en fonction du temps du débit d'alimentation.

Ainsi, les résultats obtenus révèlent que :

- les courbes expérimentales de DTS correspondantes aux débits 1 L/min et 3 L/min confirment parfaitement les phénomènes de recirculation ; puisque qu'elles sont en dessous de la courbe de DTS théorique.
- Aucune information ne se dégage de la courbe $E(t)$ obtenue avec un débit de 5 L/min (figure III.4(a)). Toutefois, les courbes expérimentale et théorique de $E(t)$, représentées sur la figure III.4(b), sont quasi superposables, et par conséquent, nous pouvons assimiler le réacteur réel à 11 réacteurs continus parfaitement agités.

III.1.3 Nombre et l'emplacement des chicanes

Après avoir optimisé la concentration du traceur et le débit d'alimentation, nous avons varié le nombre de chicanes et leurs emplacements dans le réacteur. Ces expériences sont munies dans les conditions opératoires suivantes :

- Le débit : $Q = 5 \text{ L/min}$,
- La masse de traceur injecté : $m = 2,5 \text{ g}$,
- Le volume du réacteur : $V_R = 93,5 \text{ L}$,

- Le temps d'injection : $t_i = 5 \text{ s}$,
- Le pas : $\Delta t = 2 \text{ min}$,
- La conductivité de l'eau de réacteur : $1086 \mu\text{s/cm}$,
- La conductivité de l'eau de bac : $1086 \mu\text{s/cm}$.

L'emplacement des chicanes et la distance laissée entre la paroi de la sortie et la dernière chicane jouent un rôle très important. Pour cela, nous avons étudié trois cas initiaux qui sont :

- 5 cm entre la dernière chicane et la paroi.
- 10 cm entre la dernière chicane et la paroi.
- 15 cm entre la dernière chicane et la paroi.

III.1.3.1 Distance de 5 cm entre la dernière chicane et la paroi

Nous présentons sur la figure III.5 les courbes de DTS du réacteur en fonction du temps et de nombre de chicanes.

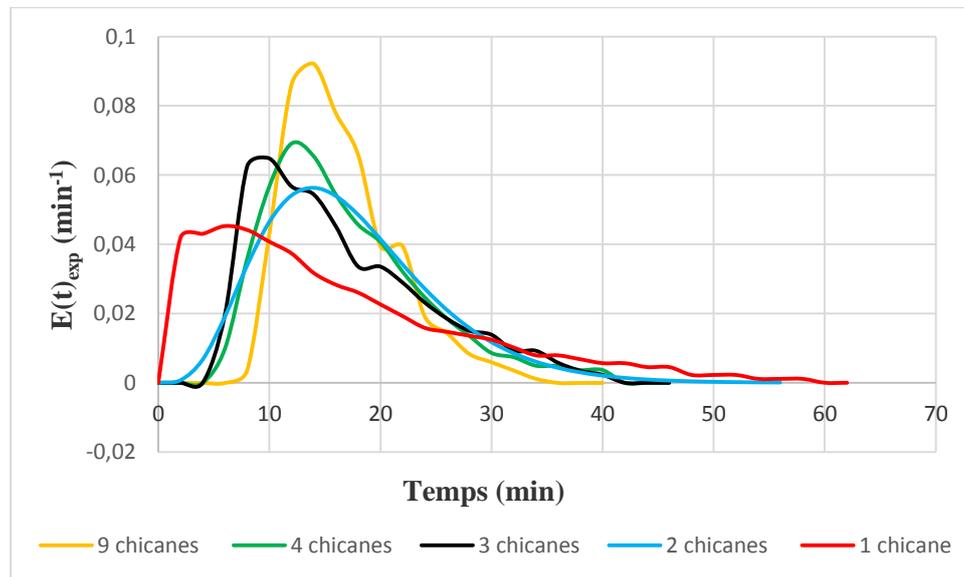


Figure III.5. Courbes expérimentales de DTS en fonction de nombre de chicanes pour une distance de 5 cm entre la dernière chicane et la paroi.

D'après les résultats obtenus (tableau III.3), les temps de séjour moyens sont clairement inférieurs au temps de passage, ce qui caractérise dans ce cas aussi la présence des

phénomènes de recirculation, tandis que la forme des courbes obtenues (figure III.6) ne soit pas caractéristique de la présence des phénomènes de recirculation mais de réelles zones mortes (toutes les courbes $E(t)$ expérimentales sont en dessous de la courbe $E(t)$ théorique). Bien que le protocole expérimental ait été rigoureusement respecté, nous constatons une faible différence d'interprétation entre les résultats obtenus. Aussi, le fonctionnement du réacteur a été optimisé pour un nombre de chicanes égal à 4 (voir figure III.7).

Tableau III.3. Résultats de l'étude du nombre de chicanes en fonction du temps.

Nombre de chicanes	τ (min)	\bar{t}_s (min)	Q_a (L/min)	V_a (L)	Q_c (L/min)	V_m (L)	$\beta = \frac{V_a}{V_R}$	$\alpha = \frac{Q_a}{Q_0}$
1	18,7	16,05	3,54	56,82	1,46	36,68	0,608	0,708
2	18,7	17,32	3,67	63,56	1,33	29,94	0,679	0,734
3	18,7	16,52	3,61	59,64	1,39	33,86	0,638	0,722
4	18,7	16,91	3,86	65,27	1,14	28,23	0,698	0,772
9	18,7	16,54	3,73	61,69	1,27	31,81	0,66	0,746

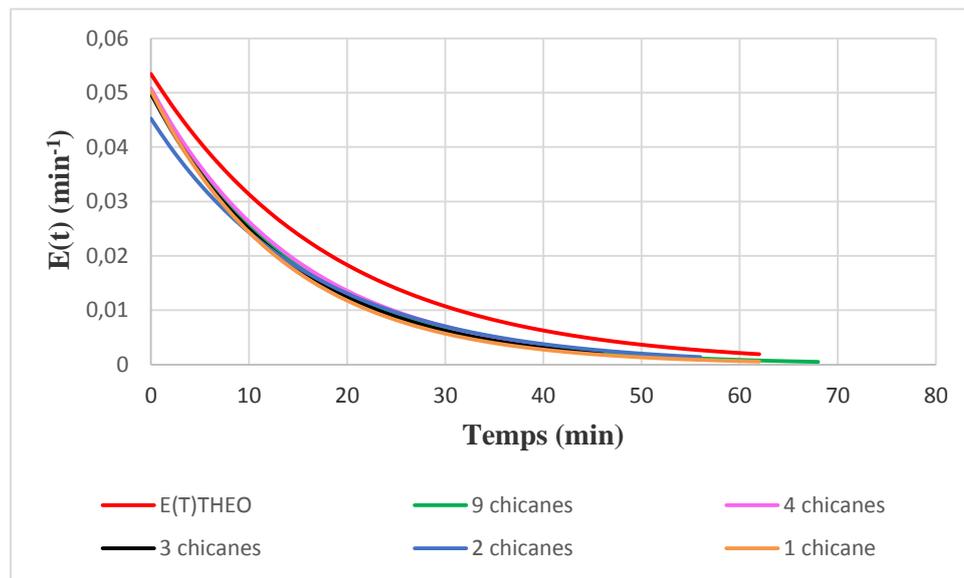


Figure III.6. Courbes expérimentales et théoriques du modèle de Cholette et Cloutier pour l'étude du nombre de chicanes en fonction du temps pour une distance de 5 cm entre la dernière chicane et la paroi.



Figure III.7. Photo du réacteur à 4 chicanes.

III.1.3.2 Distance de 10 cm entre la dernière chicane et la paroi

La figure III.8 présente l'évolution de la fonction $E(t)$ en fonction du temps et de nombres de chicanes.

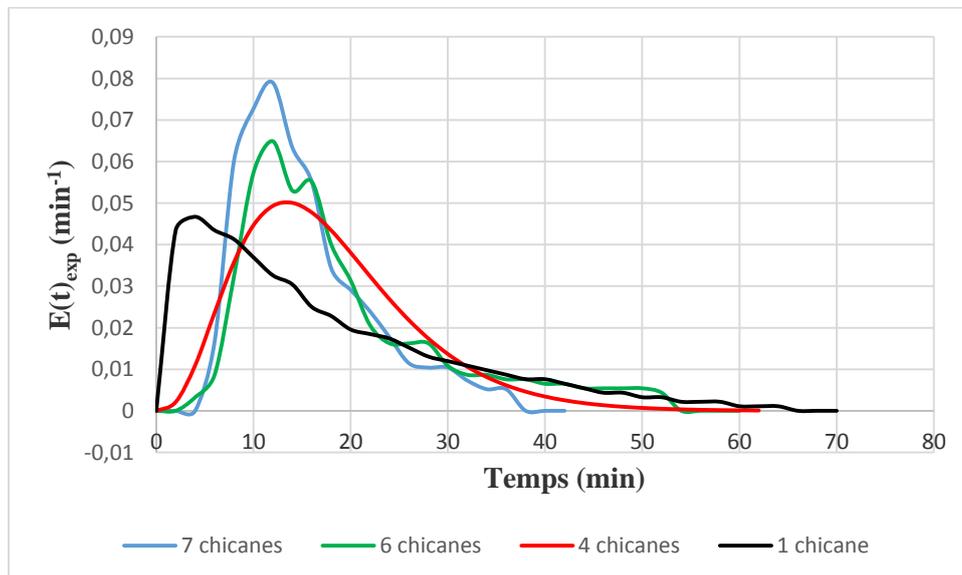


Figure III.8. Courbes expérimentales de DTS en fonction de nombre de chicanes pour une distance de 10 cm entre la dernière chicane et la paroi.

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau III.4. Là aussi, le temps de passage est nettement supérieur aux temps de séjour moyens, ce qui traduit la présence de phénomènes

de recirculation. Comme précédemment, le nombre de chicanes qui permet le bon fonctionnement du réacteur est 4 (figure III.9).

Tableau III.4. Résultats de l'étude du nombre de chicanes en fonction du temps.

Nombre de chicanes	τ (min)	\bar{t}_s (min)	Q_a (L/min)	V_a (L)	Q_c (L/min)	V_m (L)	$\beta = \frac{V_a}{V_R}$	$\alpha = \frac{Q_a}{Q_0}$
1	18,7	17,21	3,39	58,35	1,61	35,15	0,624	0,678
4	18,7	17,86	3,49	62,34	1,51	31,16	0,667	0,698
6	18,7	14,17	3,39	48,03	1,61	45,47	0,514	0,678
7	18,7	15,34	3,23	49,55	1,77	43,95	0,529	0,646



Figure III.9. Photo du réacteur à 4 chicanes.

La figure III.10 montre que, globalement, toutes les courbes de DTS expérimentales sont en dessous de la courbe théorique, ce qui traduit la présence de volume mort. Si ce résultat est juste, nous devons négliger le débit de court-circuit, or tel n'est pas le cas, puisque, d'après les résultats du tableau III.4, le débit de court-circuit est assez important.

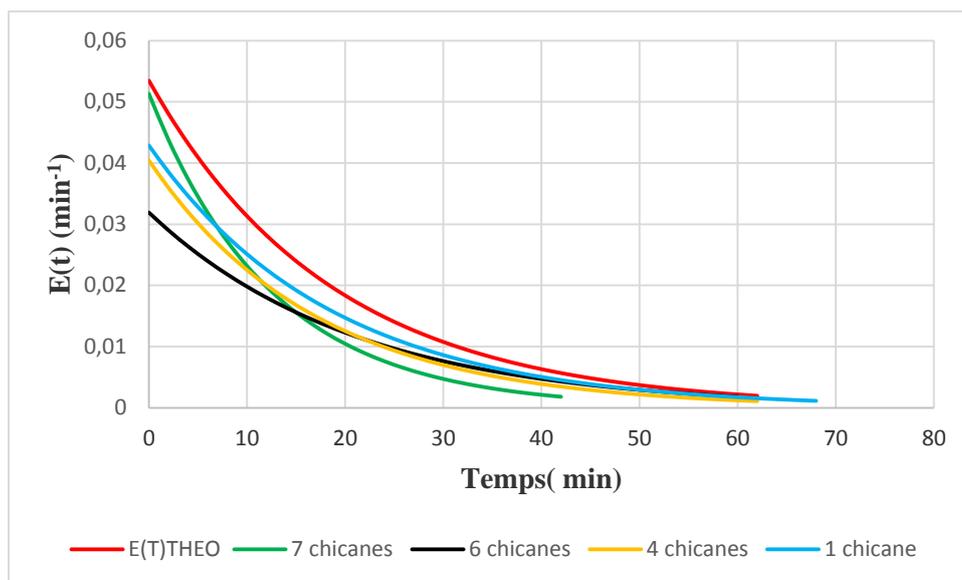


Figure III.10. Courbes expérimentales et théoriques du modèle de Cholette et Cloutier en fonction de nombre de chicanes pour une distance de 10 cm séparant la dernière chicane de la paroi.

III.1.3.3 Distance de 15 cm entre la dernière chicane et la paroi

La figure III.11 présente les courbes DTS en fonction du temps et de nombres de chicanes. A l'aide de ces résultats, nous avons calculé les différents paramètres opératoires du réacteur (tableau III.5).

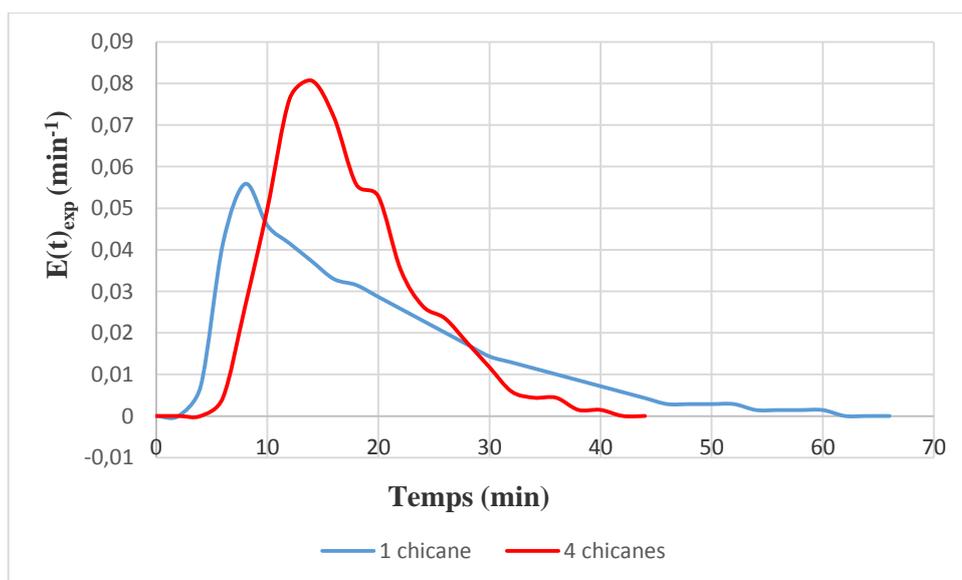


Figure III.11. Courbes des expériences de DTS en fonction de nombre de chicanes pour une distance de 15 cm entre la dernière chicane et la paroi.

L'exploitation des résultats du tableau III.5 montre que les temps de séjour moyens sont supérieurs au temps de passage, confirmant ainsi la présence de court-circuit. Ce résultat vient d'être confirmé par la représentation du modèle de Cholettes et Cloutiers (figure III.12) où les courbes de DTS expérimentales sont au-dessus de la courbe théorique.

Dans ce cas, le nombre de chicanes qui maximise la fraction du débit accessible (α) est de 1, ce qui, par conséquent, correspond au fonctionnement optimal du réacteur (figure III.13).

Tableau III.5. Résultats de l'étude du nombre de chicanes en fonction du temps.

Nombre de chicanes	τ (min)	\bar{t}_s (min)	Q_a (L/min)	V_a (L)	Q_c (L/min)	V_m (L)	$\beta = \frac{V_a}{V_R}$	$\alpha = \frac{Q_a}{Q_0}$
1	18,7	19,03	4,47	-	0,53	-	-	0,894
4	18,7	18,92	4,16	-	0,84	-	-	0,832

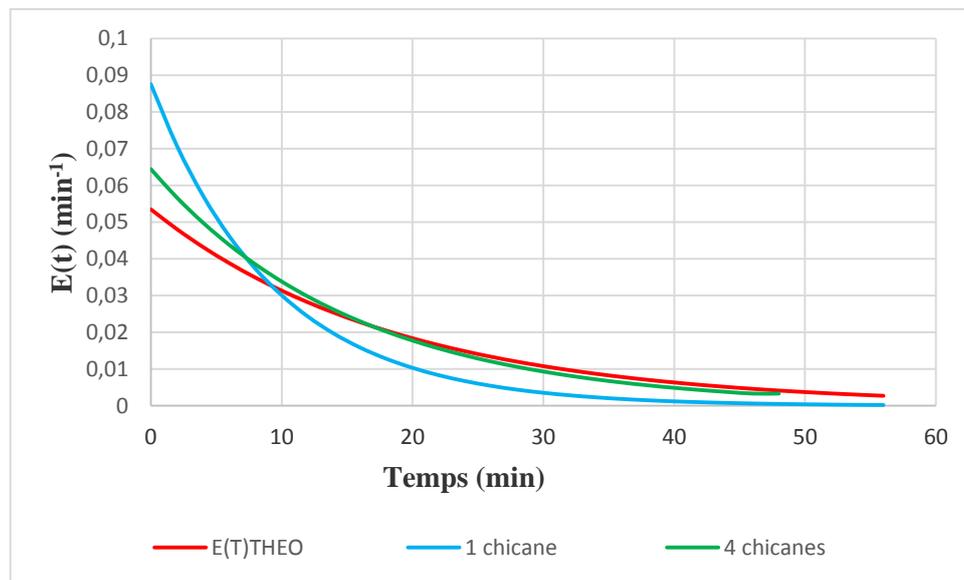


Figure III.12. Courbes expérimentales et théoriques du modèle de Cholette et Cloutier pour une distance de 15 cm entre la dernière chicane et la paroi.



Figure III.13. Photo du réacteur à 1 chicane.

III.1.3.4 Expériences réalisées avec l'emplacement des chicanes qui offre la meilleure valeur de la fraction du débit accessible (α)

L'amélioration des performances de notre réacteur est un objectif très important de cette étude. Pour cela, nous avons comparé les courbes de DTS expérimentales à la courbe théorique.

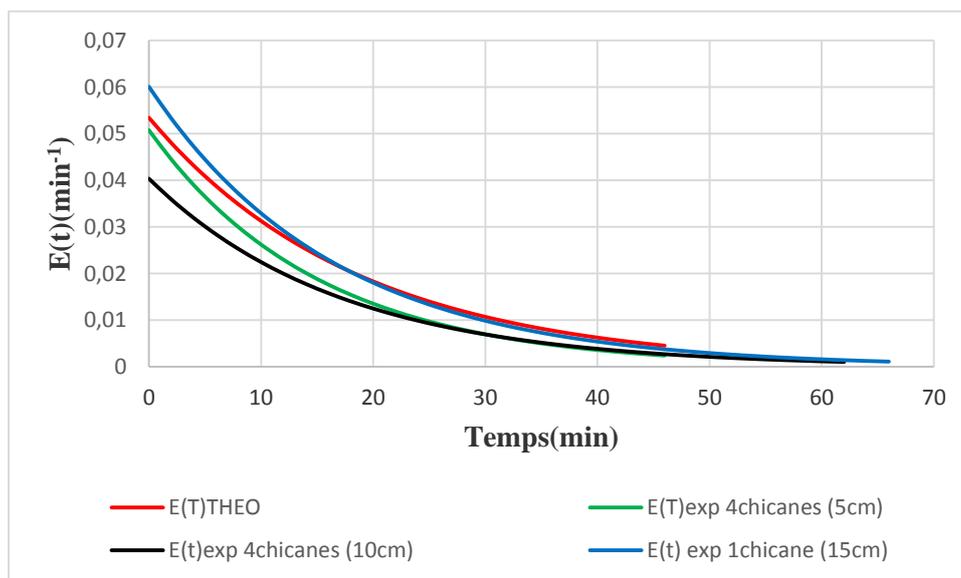


Figure III.14. Courbes expérimentales de Cholette et Cloutier qui offrent la meilleure valeur de α .

Tableau III.6. Tableau récapitulatif de la variation de α en fonction de l'emplacement de la dernière chicane et la paroi.

Nombre de chicanes	τ (min)	\bar{t}_s (min)	Q_a (L/min)	V_a (L)	Q_c (L/min)	V_m (L)	$\beta = \frac{V_a}{V_R}$	$\alpha = \frac{Q_a}{Q_0}$
4 (D = 5 cm)	18,7	16,91	3,86	65,27	1,14	28,23	0,698	0,772
4 (D = 10 cm)	18,7	17,86	3,49	62,34	1,51	31,16	0,667	0,698
1 (D = 15 cm)	18,7	19,03	4,47	-	0,53	-	-	0,894

Les résultats obtenus montrent qu'avec une chicane séparée de 15 cm de la paroi, nous obtiendrons la valeur maximale de α qui est proche de 1 (cas idéal) et qui correspond au fonctionnement optimale de notre réacteur. Ceci est confirmé graphiquement (figure III.14) ; puisque la courbe de DTS expérimentale obtenue en présence d'une chicane est pratiquement superposable à la courbe théorique.

III.2 Conclusion

Cette étude nous a permis de modéliser, à l'aide de la fonction de distribution des temps de séjour (DTS), notre réacteur réel en utilisant le modèle de Cholette et Cloutier ou le modèle de N réacteurs parfaitement agités ouverts associés en série, et ceci a pour but d'optimiser son fonctionnement en déterminant la présence de court-circuit et/ou de zones mortes.

Conclusion

A close-up photograph showing a hand holding a silver pen, writing the word "Conclusion" in a black, cursive script on a white surface. The pen is positioned at the end of the word, and the hand is visible on the right side of the frame.

La présente étude a pour objectif de modéliser le modèle standard de réacteur et d'étudier ses performances en utilisant l'analyse des courbes de Distribution des Temps de Séjour (DTS). L'étude effectuée a permis d'obtenir des résultats expérimentaux et les évaluer par rapport aux résultats théoriques.

La conception du réacteur a été faite au laboratoire de l'université, et même les expériences ont été faites dans le même laboratoire. Ces dernières nous ont permis de comprendre plusieurs notions telles que la présence de volume mort et/ou de court-circuit et même l'influence de la géométrie du réacteur sur les résultats obtenus, ce qui favorise une meilleure compréhension de module « Réacteur chimique » et une bonne continuation dans le domaine industriel.

Ce travail a montré que les performances du réacteur dépendaient très largement des conditions hydrodynamiques mises en œuvre.

Les résultats obtenus sur l'influence de la concentration du traceur montrent que les performances du réacteur sont optimales à la concentration de 50 g/L.

L'effet du débit d'alimentation a également été réalisé, cette étude effectuée pour une concentration de 50 g/L nous a montré que le débit optimal qui permet le fonctionnement idéal du réacteur est de 5 L/min.

L'ensemble des résultats obtenus de l'étude de l'effet de l'emplacement des chicane a permis de conclure qu'avec une chicane séparée de 15 cm de la paroi de sortie, le réacteur est au sommet de son fonctionnement.

Enfin, notre réacteur présente plusieurs avantages compte tenu de l'énorme quantité de réactions chimiques et biologiques que nous pouvons réaliser ainsi que l'étude des écoulements en mécanique des fluides.

Références Bibliographiques



- [1] H. FAUDUET, Principes fondamentaux du génie des procédés et de la technologie chimique. Éditions TEC & Doc (2012).
- [2] D. SIMON, les réacteurs chimiques, Cahier technique n°8 (2010).
- [3] M. BENSOUICI, Modélisation numérique des écoulements dans un réacteur métallurgique, mémoire de magister, université de Constantine (2007).
- [4] E. KOLLER, Aide-mémoire génie chimique, Éditions Dunod (2009).
- [5] M. MARGHSI, Modélisation et simulation d'un réacteur chimique tubulaire, Application à la polymérisation des oléfines, Presses Académiques Francophones (2015).
- [6] M. E. DAVIS, R. J. DAVIS, Fundamentals of Chemical Reaction Engineering, Éditions McGraw-Hill (2003).
- [7] A. R. WANG, S. ZHU, Heterogeneity features of bulk atom transfer radical polymerization of methyl methacrylate in ampoule reactor, *Macromol. Rapid Commun* 25 (2004) 925.
- [8] M. GUISET, Réaction et réacteurs chimiques, Éditions ellipses (2007).
- [9] W. W. SMULDERS, C. W. JONES, F. J. SCHORK, Synthesis of Block Copolymers Using RAFT Miniemulsion Polymerization in a Train of CSTRs, *Macromolecules*, 37 (2004) 9354.
- [10] W. W. SMULDERS, C. W. JONES, F. J. SCHORK, *AIChE J.*, 51(2005) 1009.
- [11] P. TRAMBOUZE, J. P. EUZEN, les réacteurs chimiques, Éditions TECHNIP (2002).
- [12] J. VILLERMAUX « Réacteurs chimiques. Principes » j 4010a, technique de l'ingénieur (1996).
- [13] M. VAFAEI-ALAMDARI, Etude d'un réacteur chimique structuré de type échangeur à plaques hautes performances à l'aide d'un modèle à compartiments détaillé, thèse de doctorat, INP de LORRAINE (2006).
- [14] J. VILLERMAUX, Génie de la réaction chimique, Éditions TEC & Doc (1993).
- [15] D. RONZE, Introduction au génie des procédés, Éditions TEC & Doc (2008).

- [16] S. E.PRATSINIS, T. T. KODAS, M. P.DUDUKOVI,S. K.FRIEDLANDER, The effect of aerosol reactor residence time distribution on product aerosol characteristics, Chem. Eng. Sci. 41 (1986) 693.
- [17] M. F.SEGURET, Etude de hydrodynamique des procédés de traitement des eaux à biomasse fixée : Application aux lits bactériens et aux bio-filtres, thèse de doctorat, université de bordeaux I (1998).
- [18] P. V. DANKWERTS, Continuous flow systems, residence time distribution, Chem. Eng. Sci. 2 (1953) 1.
- [19] O. LEVENSPEIL, Chemical reaction engineering, Éditions John Wiley & Sons (1999).
- [20] F. ALMOUSTAFA, Evaluation des performances d'un réacteur à jet vertical pour l'oxygénation des boues activées. Hydrodynamique et transfert de matière, thèse de doctorat, INSA de Lyon (2009).
- [21] J. VILLERMAUX, Génie de la réaction chimique, 2ndÉditions (1995).
- [22] Marie DEBACQ, Génie de la réaction chimique. Extrait : Distribution des temps de séjour, version du cours de GRC (2016).
- [23] H. FAUDUET, Principes fondamentaux de génie des procédés et de la technologie chimique : Aspects théoriques et pratiques, Éditions TEC & Doc (2012).
- [24] G. SCACCHI, M. BOUCHY, J. F. FOUCAUT, O. ZAHRAA, R. FOURNET, Cinétique et catalyse, Éditions TEC & Doc (2011).
- [25] M. TIZGHADAM GHAZANI « Etude des performances et optimisation d'un reacteur cascade a biomasse hybride pour le traitement des eaux usees urbaines » Thèse de Doctorat, Université de LIMOGES (2007).
- [26]C.AUDREN, D.NGUYEN, Analyse de quelque polluant de l'eau de la seine de poses à l'estuaire. Edition Hermann (2005).

L'AN NEXE

Tableau 1 : Résultats expérimentaux pour l'optimisation de la concentration.

Temps (min)	Concentrations		
	(300 g/L)	(200 g/L)	(500 g/L)
0	0	0	0
2	0	0,0008	0
4	0,0008	0,0016	0
6	0,0016	0,028	0
8	0,004	0,0368	0,0024
10	0,004	0,0968	0,0288
12	0,0072	0,0928	0,0576
14	0,0232	0,0776	0,0616
16	0,0864	0,076	0,052
18	0,1248	0,0744	0,044
20	0,14	0,0704	0,0264
22	0,152	0,0624	0,0264
24	0,1592	0,0536	0,0128
26	0,1728	0,0504	0,0096
28	0,1736	0,0456	0,0056
30	0,1712	0,0456	0,004
32	0,172	0,044	0,0024
34	0,1672	0,0416	0,0008
36	0,164	0,0392	0
38	0,1616	0,0408	0
40	0,1472	0,0384	0
42	0,1448	0,036	
44	0,1312	0,0328	
46	0,1304	0,0304	
48	0,1152	0,028	
50	0,1096	0,0264	
52	0,1024	0,024	
54	0,0992	0,0208	
56	0,096	0,0192	
58	0,092	0,0168	
60	0,0864	0,0152	
62	0,0824	0,0136	
64	0,0768	0,0128	
66	0,0728	0,0112	
68	0,068	0,0136	
70	0,064	0,0136	
72	0,0584	0,0144	
74	0,0528	0,0128	
76	0,0504	0,012	
78	0,0472	0,008	
80	0,0424	0,0048	
82	0,0384	0,004	
84	0,0344	0,0032	
86	0,0296	0,0024	

88	0,0264	0,0016	
90	0,0216	0	
92	0,0184	0	
94	0,016	0	
96	0,0136	0	
98	0,0112		
100	0,0104		
102	0,0096		
104	0,0072		
106	0,0064		
108	0,0048		
110	0,0032		
112	0,0016		
114	0,0008		
116	0		
118	0		
120	0		

Tableau 2 : Résultats expérimentaux pour l'optimisation du débit.

Temps (min)	Concentrations (g /L) en fonction des débits en (L /min)		
	1 L/min	3 L/min	5 L/min
0	0	0	0
2	0,0008	0	0
4	0,0016	0	0
6	0,0072	0	0
8	0,1136	0,00064	0,0024
10	0,1896	0,00128	0,0288
12	0,2248	0,00192	0,0576
14	0,2016	0,00384	0,0616
16	0,148	0,01472	0,052
18	0,1272	0,03904	0,044
20	0,0912	0,04032	0,0264
22	0,0752	0,04224	0,0264
24	0,0696	0,04032	0,0128
26	0,0472	0,03968	0,0096
28	0,0432	0,03904	0,0056
30	0,0424	0,03264	0,004
32	0,0336	0,02944	0,0024
34	0,0288	0,02624	0,0008
36	0,0256	0,02368	0
38	0,0248	0,01216	0
40	0,0232	0,00704	0
42	0,0216	0,00448	
44	0,0216	0,00384	
46	0,0208	0,00192	
48	0,0208	0,00064	

50	0,02	0,00064	
52	0,02	0	
54	0,0184	0	
56	0,016	0	
58	0,016		
60	0,0152		
62	0,0152		
64	0,012		
66	0,0096		
68	0,0096		
70	0,0072		
72	0,0056		
74	0,0056		
76	0,0096		
78	0,008		
80	0,0064		
82	0,0032		
84	0,0024		
86	0,0016		
88	0,0008		
90	0,0008		
92	0		
94	0		
96	0		

Tableau 3 : Résultats expérimentaux de la concentration pour une distance de 5 cm entre la dernière chicane et la paroi.

Nombre de Chicane / Temps (min)	1	2	3	4	9
0	0	0	0	0	0
2	0,0296	0	0	0	0
4	0,0304	0	0	0	0
6	0,032	0,0048	0,0136	0,0064	0
8	0,0312	0,0152	0,0432	0,0232	0,0024
10	0,0288	0,0232	0,0448	0,0368	0,0288
12	0,0264	0,0496	0,0392	0,0448	0,0576
14	0,0224	0,0544	0,0376	0,0424	0,0616
16	0,02	0,0624	0,0312	0,0352	0,052
18	0,0184	0,0424	0,0232	0,0296	0,044
20	0,016	0,028	0,0232	0,0264	0,0264
22	0,0136	0,012	0,02	0,0208	0,0264
24	0,0112	0,0104	0,016	0,016	0,0128
26	0,0104	0,0056	0,0128	0,012	0,0096
28	0,0096	0,0048	0,0104	0,0088	0,0056
30	0,0088	0,004	0,0096	0,0056	0,004
32	0,0072	0,0032	0,0064	0,0048	0,0024
34	0,0056	0,0032	0,0064	0,0032	0,0008

36	0,0056	0,0032	0,004	0,0032	0
38	0,0048	0,0024	0,0024	0,0024	0
40	0,004	0,0024	0,0016	0,0024	0
42	0,004	0,0024	0	0	
44	0,0032	0,0016	0	0	
46	0,0032	0,0016	0	0	
48	0,0016	0,0016	0		
50	0,0016	0,0008	0		
52	0,0016	0,0008	0		
54	0,0008	0			
56	0,0008	0			
58	0,0008	0			
60	0	0			
62	0	0			

Tableau4 : Résultats expérimentaux de la concentration pour une distance de 10 cm entre la dernière chicane et la paroi.

Nombre de Chicane / Temps (min)	1	4	6	7
0	0	0	0	0
2	0,0296	0	0	0
4	0,0304	0	0,0048	0
6	0,032	0,0064	0,036	0,0104
8	0,0312	0,0232	0,0528	0,044
10	0,0288	0,0368	0,0488	0,0536
12	0,0264	0,0448	0,04	0,0584
14	0,0224	0,0424	0,0312	0,0464
16	0,02	0,0352	0,028	0,04
18	0,0184	0,0296	0,0264	0,024
20	0,016	0,0264	0,0192	0,02
22	0,0136	0,0208	0,016	0,016
24	0,0112	0,016	0,012	0,0112
26	0,0104	0,012	0,0072	0,0064
28	0,0096	0,0088	0,0064	0,0056
30	0,0088	0,0056	0,0048	0,0056
32	0,0072	0,0048	0,0024	0,0032
34	0,0056	0,0032	0,0008	0,0016
36	0,0056	0,0032	0	0,0016
38	0,0048	0,0024	0	0
40	0,004	0,0024	0	0
42	0,004	0		0
44	0,0032	0		
46	0,0032	0		
48	0,0016			
50	0,0016			

52	0,0016			
54	0,0008			
56	0,0008			
58	0,0008			
60	0			
62	0			

Tableau.5. Résultats expérimentaux de la concentration pour une distance de 15 cm entre la dernière chicane et la paroi.

Nombre de Chicanes / Temps (mn)	1	4
	0	0
2	0,032	0
4	0,0344	0,0016
6	0,032	0,0176
8	0,0304	0,0312
10	0,0272	0,0272
12	0,024	0,0392
14	0,0224	0,0392
16	0,0184	0,0368
18	0,0168	0,0304
20	0,0144	0,0304
22	0,0136	0,0192
24	0,0128	0,0192
26	0,0112	0,0152
28	0,0096	0,0128
30	0,0088	0,0096
32	0,008	0,0072
34	0,0072	0,0032
36	0,0064	0,0032
38	0,0056	0,0032
40	0,0056	0,0032
42	0,0048	0,0024
44	0,004	0,0024
46	0,0032	0,0008
48	0,0032	0,0008
50	0,0024	0,0008
52	0,0024	0,0008
54	0,0016	0
56	0,0016	0
58	0,0016	0
60	0,0008	0
62	0,0008	0

Brochure de TP

Université Akli Mohand Oulhadj-Bouira
Faculté des Sciences et des Science Appliquées
Département de Génie des Procédés
Master I GC

TP Génie des réacteurs I

Etude expérimentale de la
Distribution du temps de séjour

Responsable du module :

➤ **Dr A. ZAABAR**

Réaliser par :

➤ **AIT BOUABDALLAH Imane**

➤ **KHOBIZI Meriem**

Année universitaire 2017 /2018

Introduction

Les réacteurs chimiques occupent une place centrale dans les entreprises du secteur de la chimie et des sciences de la vie. Par la mise en présence des réactifs dans des conditions adaptées, ils permettent de combiner et de transformer par réaction(s) chimique(s) les matières premières en produits utiles. Leur rôle prépondérant est à la hauteur des besoins énergétiques nécessaires pour permettre aux réactions d'avoir effectivement lieu et de manière efficace.

But de TP

Le but de TP est d'obtenir, dans un réacteur continu, la courbe de la conversion du traceur en fonction du temps (courbe de DTS), ainsi d'établir un modèle théorique qui convient au réacteur de laboratoire.

Modélisation des écoulements non idéaux

I. Modèle d'association de N réacteurs

Calcul de la fonction de la DTS expérimentalement :

$$E_i(t) = \frac{C_i(t)}{\int C_i(t) dt} = \frac{C_i(t)}{\sum C_i(t) \Delta t}$$

Calcul de temps de séjour moyen :

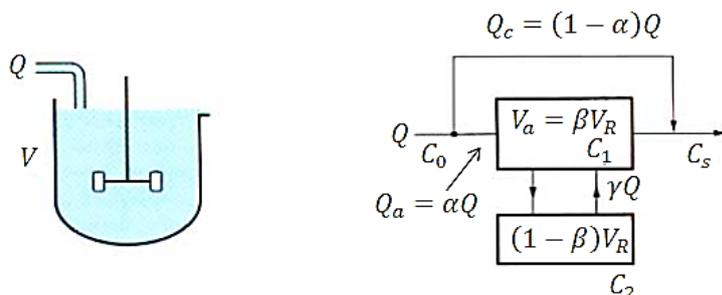
$$\bar{t}_s = \int t_i E_i(t) \Delta t = \sum_0^n t_i E_i(t) \Delta t$$

Calcul de nombre de réacteur :

$$N = \frac{\bar{t}_s^2}{\delta^2};$$

$$\text{tel que : } \delta^2 = \int (t_i - \bar{t}_s)^2 E_i(t) \Delta t = \sum_0^n (t_i - \bar{t}_s)^2 E_i(t) \Delta t$$

II. Modèle de cholette et cloutier



Calcul de débit : $Q_0 = Q_a + Q_c$

Q_0 : Le débit d'alimentation (à l'entrée)

Q_a : Le débit accessible

Q_c : Le débit de volume mort

On a $m_0 = \int_0^n Q C(t) dt = Q \int_0^n C(t) dt$

tel que m_0 : la masse de traceur injectée

$$Q = \frac{m_0}{\int_0^n C(t) \Delta t}$$

Calcul de la fonction de la DTS :

$$E_i(t) = (1 - \alpha)\delta(t) + \frac{\alpha^2}{\beta t_s} \exp\left(-\frac{\alpha t}{\beta t_s}\right)$$

Pour le calcul théorique (le cas idéal), on a ni court-circuit ni volume mort ($\alpha = 1$ et $\beta = 1$).

L'équation devient :

$$E_i(t) = \frac{1}{\tau} \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right)$$

Pour le calcul expérimentale (présence d'un volume mort et d'un court-circuit) :

$$\beta = \frac{V_a}{V_R}$$

$$V_a = \frac{m_0}{\int C_i \Delta t} * \tau$$

$$\alpha = \frac{Q_a}{Q}$$

tel que : V_a et Q_a : Le volume et le débit accessible, respectivement.

V_R et Q : Le volume totale et le débit d'alimentation de l'eau dans le réacteur, respectivement.

Méthode de détermination expérimentale de la DTS

Pour la méthode de détermination de la DTS, on a choisi le réactif de chlorure de sodium (Na Cl).

La conductivité

Définition : La conductivité électrique d'une eau est la conductance d'une colonne d'eau comprise entre deux électrodes métalliques de 1cm² de surface et séparées l'une de l'autre de

1 cm. Elle est l'inverse de la résistivité électrique d'une eau. Elle s'exprime généralement en micro siemens par centimètre ($\mu\text{S}/\text{cm}$).

L'appareillage : conductimètre.

Manipulation

Etalonnage de l'appareil :

- Allumer le conductimètre,
- Rincer la sonde avec de l'eau distillée,
- Appuyez sur le bouton CAL,
- Afficher sur l'écran %CELL,
- Appuyez sur run/inter,
- Rincez la sonde avec la solution d'étalonnage,
- Verser dans un petit bécher la solution d'étalonnage,
- Tremper la sonde dans le bécher préalablement remplis avec la solution d'étalonnage,
- Laisser stabiliser un moment,
- Affiner avec le bouton de haut et bas jusqu'à en avoir la conductivité de la solution d'étalonnage ($12880 \mu\text{S}/\text{cm}$),
- Appuyez sur le bouton (M) pour mémoriser la valeur,
- Enlever la sonde et la rincer abondamment avec l'eau distillée.

Materiels :

- Fiole de 50 ml,
- Entonnoir,
- Verre de montre,
- Béchers (2 litre, 100 ml et de 50 ml),
- Barreaux magnétiques,
- Agitateur,
- Conductimètre,
- Seringue,
- Balance,
- Spatule,
- Chronomètre,
- Pissette d'eau distillée,

- Réacteur Agité Ouvert,

Réactifs :

- NaCl

Mode opératoire

- Remplir le bac avec de l'eau de robinet,
- Ajuster le débit jusqu'à avoir un débit de 5 L/min,
- Remplir le réacteur et laisser l'eau couler jusqu'à l'obtention du même débit de l'entrée qu'à la sortie,
- Préparer 50 ml de solution de NaCl d'une concentration de 50 g/L,
- Remplir la seringue avec la solution du traceur préalablement préparer et la placée dans sa place,
- Mesurer la conductivité de l'eau de robinet ainsi que celle de l'eau du bac et du réacteur jusqu'à assurer la même conductivité,
- Calculer le temps d'injection du traceur ($< 0,01\tau$),
- Injecter la solution du traceur et fait un prélèvement chaque (choisir un pas) commençant par ($t = 0$ mn),
- Prendre environ 10 ml d'eau à analyser,
- Tremper la sonde dans le bécher,
- Laisser stabiliser un moment,
- Appuyer sur le bouton (auto/read),
- Appuyer sur le bouton (run/enter),
- Noter la valeur affichée sur l'écran,
- Rincer la sonde après chaque mesure et faire sécher la sonde avec du papier absorbant,
- Mesurer et noter la conductivité de tous les prélèvements jusqu'à retrouver la conductivité initiale de l'eau,
- Tracer une courbe d'étalonnage,
- Calculer la concentration du traceur à la sortie de réacteur en utilisant l'équation de la courbe d'étalonnage.



Dispositif expérimental

Exploitation des résultats

- 1) Tracer la courbe d'étalonnage et déduire l'équation de cette courbe.
- 2) Calculer les concentrations du traceur à la sortie de réacteur.
- 3) Calculer le temps de séjour moyen.
- 4) Si le réacteur est assimilé à N réacteur agités ouvert de même volume, Calculer N et tracer $E(t)$ (théorique et expérimentale) en fonction du temps.
- 5) Calculer le débit Q .
- 6) Peut-on assimiler le réacteur au modèle de Cholette et Cloutier ? justifier votre réponse.
- 7) Conclure votre travail.

Résumé

Ce travail consiste à la conception et l'optimisation du fonctionnement d'un réacteur agité ouvert du laboratoire dans le but de déterminer expérimentalement ses performances et ceci à l'aide de la Distribution des Temps de Séjour (DTS). Cette étude a été menée par la méthode conductimétrique en utilisant le chlorure de sodium (NaCl) comme traceur.

Plusieurs paramètres (concentration, débit, nombre et emplacement des chicanes) ont été étudiés et la simulation a été réalisée par le modèle de Cholette et Cloutier ainsi que le modèle de N réacteurs parfaitement agités ouverts. Ces modèles permettent d'étudier les limites et les potentiels de ce réacteur.

L'étude et la conception de ce dernier ont été réalisées au laboratoire de la faculté.