

DISTRIBUTION DES TEMPS DE SEJOUR

Enseignantes référents :

Céline LOUBIERE (celine.loubiere@univ-lorraine.fr), Nathan Nourdin (nathan.nourdin@univ-lorraine.fr).

Consignes de sécurité propres à ce TP :

- La colonne garnie en verre est fragile et doit être maniée avec précaution. En particulier, il ne faut pas forcer sur le robinet, même s'il coince, au risque de le casser ainsi que la colonne.
- La cuve ouverte est en réparation. Un système « maison » a été mis en place pour la vanne de vidange, mais doit être manipulé avec précaution.

Pré-requis :

- Module Introduction aux méthodes du génie des procédés, cours « RTD – residence time distribution » - Frantz FOURNIER, ENSAIA, 1^{re} année IA.
- Module Cinétique et mise en œuvre de réacteurs, cours « Les réacteurs enzymatiques », Isabelle CHEVALOT, ENSAIA, 1^{re} année IA.
- Module Écoulements, cours « Dynamique des fluides réels », Éric OLMOS, ENSAIA, 1^{re} année IA.

1. INTRODUCTION ET OBJECTIFS

Pour réussir une recette de cuisine, le choix de la casserole est primordial [1]. Il en est de même pour tout type de réaction : l'étude de l'hydrodynamique d'un réacteur (cuve agitée, sécheur, fermenteur...) permet d'améliorer la conception de celui-ci en vue d'une réaction particulière.

Le but de ce travail pratique est d'étudier le comportement macroscopique de deux types de réacteurs par une analyse de leurs distributions de temps de séjour. Pour un débit et une composition du fluide entrant dans le réacteur donné, la maîtrise de l'impact de la géométrie et des conditions opératoires du réacteur permet de mieux prédire le débit et la composition du fluide sortant du réacteur. Cette approche systémique a été initiée par DANCKWERTS en 1953 pour décrire le comportement hydrodynamique des écoulements dans les réacteurs réels. Elle se démarque de l'approche conventionnelle, qui utilise l'écriture locale de bilans de matière, d'énergie et de quantité de mouvement, par le fait que l'analyse de la DTS se base sur des bilans de population qui consistent à suivre l'âge (temps écoulé depuis l'entrée dans le réacteur jusqu'au moment de l'observation) et l'espérance de vie (temps restant entre le moment d'observation et la sortie du réacteur) des molécules entrant dans le réacteur. C'est à partir de ces informations qu'on peut alors déterminer le temps de séjour de chaque molécule dans le réacteur et donc la distribution des temps de séjour de toutes les molécules considérées [2].

L'objectif de cette séance de TP est de réaliser le diagnostic des écoulements dans deux types de réacteurs classiquement utilisés en industrie afin d'identifier de potentiels défauts d'écoulement par la détermination des distributions des temps de séjour des réacteurs réels et la comparaison avec celles de réacteurs idéaux. Elle permettra également de modéliser le fonctionnement des réacteurs réels en les décrivant comme des associations en série de réacteurs idéaux. Cette démarche constitue une première étape en vue de la conception ou de l'intensification de procédés de mélange ou de bioconversion, par exemple afin d'améliorer le degré de mélange, la consommation énergétique et/ou le rendement de bioconversion par le choix adéquat des conditions opératoires et/ou du dimensionnement du réacteur.

2. CONCEPTS THEORIQUES

A. LES REACTEURS IDEAUX

Les réacteurs idéaux sont deux cas particuliers des réacteurs réels pour lesquels :

- le mélange (axial et radial) est parfait, c'est-à-dire instantané et homogène dans tout le réacteur, dans le cas du réacteur parfaitement agité (RPA) ;
- ou le mélange radial est parfait, tandis que le mélange axial est nul dans le cas du réacteur à écoulement piston (RP).

Leurs distributions de temps de séjour peuvent être complètement caractérisées par l'utilisation de bilans de matière. Leurs caractéristiques sont décrites ci-après.

Le réacteur parfaitement agité (RPA)

Dans un réacteur parfaitement agité, les concentrations de tous les constituants sont uniformes dans le réacteur, elles ne dépendent pas de l'endroit où elles sont mesurées. On distingue :

- Le réacteur fermé (Fig. 1-A) pour lequel il n'y a pas de débit entrant, ni sortant. Le volume réactionnel est constant au cours du temps. Le terme anglais batch est souvent utilisé pour le désigner en laboratoire et en industrie.
- Le réacteur continu (Fig. 1-B) possède une entrée et une sortie. Le réacteur étant parfaitement agité, le fluide à la sortie présente les mêmes caractéristiques (concentrations des constituants, température...) que dans l'ensemble du réacteur. Le volume réactionnel ne dépend généralement pas du temps car on s'assure souvent d'avoir des débits entrants et sortants identiques.
- Le réacteur semi-fermé (Fig. 1-C) est alimenté (en entrée) mais ne possède pas de sortie. Le volume réactionnel croît donc avec le temps.
- Le réacteur semi-ouvert (Fig. 1-D) n'a pas d'entrée mais un débit est soutiré en continu (à la sortie). Le volume réactionnel diminue donc avec le temps.

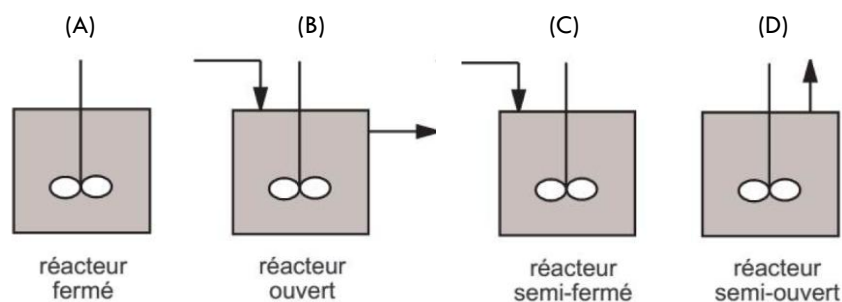


Figure 1 : Schémas des différentes catégories de réacteurs parfaitement agités.

Un exemple typique de RPA est la cuve agitée chicanée (Fig. 2) qui peut être utilisée pour réaliser des opérations de mélange (reconstitution de poudres par exemple) ou de bioproduction (production de cellules ou métabolites par exemple).



Figure 2 : Photographie de cuve agitée chicanée, où les plaques en métal proches des parois de la cuve sont les chicanes qui augmentent localement la turbulence du fluide agité.

Le réacteur piston (RP)

Dans un réacteur piston (Fig. 3), les concentrations des espèces ne sont pas constantes au cours du temps. Elles dépendent fortement de l'avancement géométrique dans le réacteur : cet avancement se fait comme si un piston virtuel poussait les composants dans le réacteur, d'où son nom. Le volume réactionnel est constant, les concentrations à la sortie du réacteur sont très éloignées des concentrations intermédiaires. Un exemple typique de réacteur piston est la colonne à garnissage.

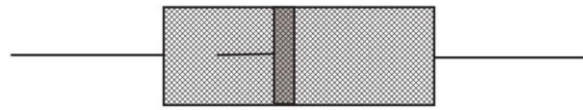


Figure 3 : Schéma d'un réacteur piston.

Pour les réacteurs idéaux, le temps de passage τ défini par l'équation 1 suivante correspond également au temps moyen mis par une espèce pour passer de l'entrée à la sortie :

$$\tau = \frac{V}{Q} \quad (1)$$

Avec :

τ : le temps de passage (s),

V : le volume réactionnel (m^3),

Q : le débit volumique en entrée ($\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$).

B. LES REACTEURS REELS

Les réacteurs idéaux permettent de modéliser des écoulements idéaux qui sont rarement rencontrés en pratique. Un réacteur réel peut être vu comme la combinaison d'un réacteur idéal et de défauts d'écoulement. Pour déterminer cet écart à l'idéalité, deux approches sont possibles :

- Une approche macroscopique : la distribution des temps de séjour (DTS).
- Une approche microscopique : la mécanique des fluides numériques (CFD).

La distribution des temps de séjour

Cette technique ne concerne que les réacteurs ouverts. Son principe est d'injecter en entrée de réacteur une solution contenant des molécules marquées (par exemple, des colorants) que l'on nomme traceurs. Le temps de séjour de chaque molécule représente le temps qu'elle met pour circuler entre l'entrée et la sortie. Il y a donc autant de temps de séjour que de molécules injectées. Il est important de noter qu'en revanche il n'existe qu'un unique temps de passage τ .

Écart à l'idéalité dans un réacteur agité ouvert

Les différences entre les DTS des réacteurs réels et idéaux permettent d'identifier plusieurs défauts d'écoulement. Différents profils de DTS obtenus pour une injection de traceur de type impulsion (injection ponctuelle d'une petite quantité de solution de traceur) avec les réacteurs ouverts idéal (parfaitement agité) et réels sont représentés dans la figure 4.

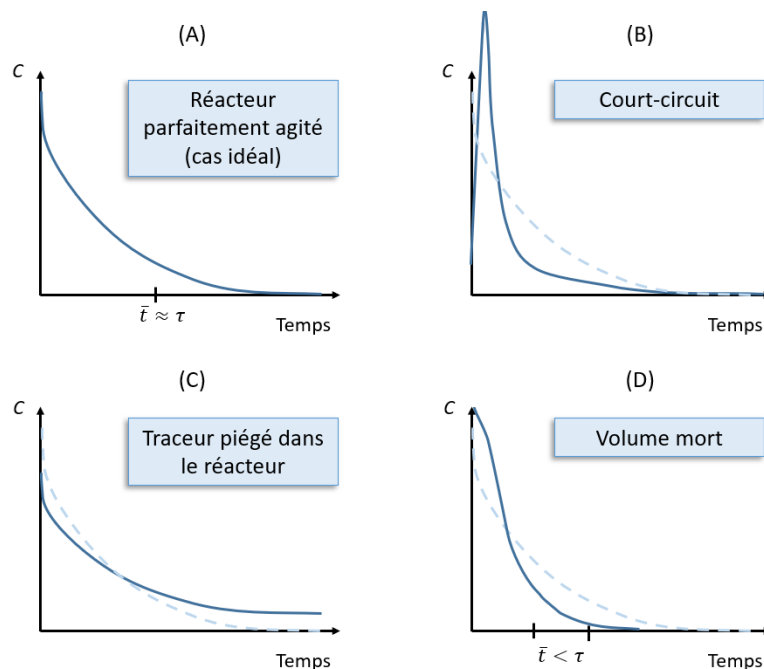


Figure 4 : Profils de DTS typiques de réacteurs ouverts agités décrivant l'évolution temporelle de la concentration en traceur en sortie.

Par comparaison avec la DTS du RPA (Fig. 4 - A), il est possible de mettre en lumière différents défauts hydrodynamiques pour les réacteurs agités réels :

- Lorsqu'une partie du liquide entrant dans le réacteur en sort directement sans passer dans l'ensemble de la zone agitée, on parle de **court-circuit** et la DTS (Fig. 4-B).
- Lorsqu'une partie du traceur reste **piégée** dans une zone du réacteur, sa concentration peut ne pas redevenir nulle dans un temps raisonnable (Fig. 4-C).
- La présence d'un **volume mort** correspond à la situation où une partie du réacteur n'est pas accessible aux molécules du traceur et dans ce cas (Fig. 4-D).

Écart à l'idéalité dans un réacteur piston

La DTS du RP idéal correspond à un signal de Dirac (théoriquement un pic instantané, représenté sur la Fig. 4-A avec un très petit étalement temporel) en retard par rapport au pic représentant l'injection ponctuelle à l'entrée. La figure 5 représente les profils de DTS obtenus pour des réacteurs colonnes non agités idéal (réaction piston RP) et réels.

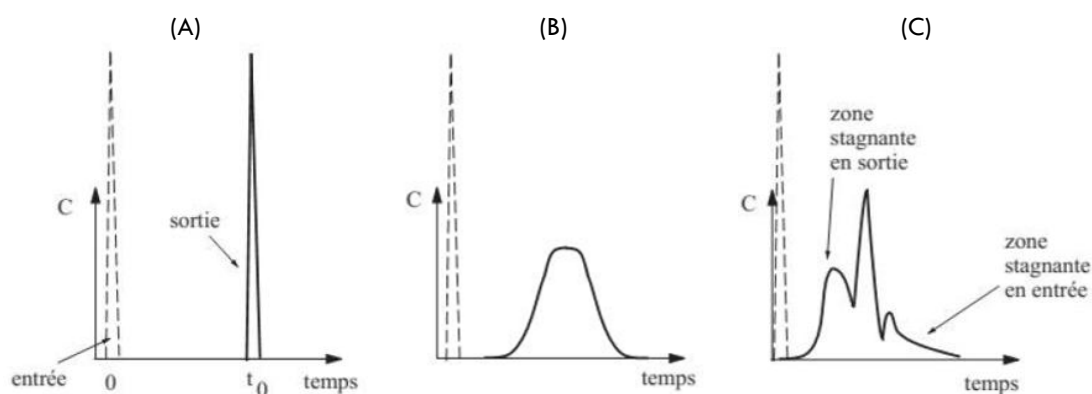


Figure 5 : Profils de DTS typiques de réacteurs colonnes non agités décrivant l'évolution temporelle de la concentration en traceur en sortie.

Par comparaison avec la DTS du RP (Fig. 5-A), il est possible de mettre en lumière différents défauts hydrodynamiques pour les réacteurs en colonne à garnissage réels :

- L'étalement du pic est représentatif du niveau de dispersion axiale du liquide (Fig. 5-B).
- L'observation de pics supplémentaires ou d'épaulements est signe de la présence de zones stagnantes dans le réacteur (Fig. 5-C).

C. DETERMINATION DE LA DISTRIBUTION DES TEMPS DE SEJOUR

La distribution des temps de séjour (DTS) est représentée par la fonction $E(t)$, définie par l'équation 2 :

$$E(t) = \frac{C(t)}{\int_0^\infty C(t)dt} \quad (2)$$

La fonction $E(t)$ représente la fraction de traceur ayant séjourné dans le réacteur entre les instants t et $t + dt$. On peut alors calculer le **temps de séjour moyen** $\bar{t}$ avec l'équation 3 :

$$\bar{t} = \int_0^\infty t \cdot E(t)dt = \frac{\int_0^\infty t \cdot C(t)dt}{\int_0^\infty C(t)dt} \quad (3)$$

Et la variance de la DTS peut être déduite de l'équation 4 :

$$\sigma^2 = \frac{\int_0^\infty t^2 \cdot C(t)dt}{\int_0^\infty C(t)dt} - \bar{t}^2 = \int_0^\infty (t - \bar{t})^2 \cdot E(t)dt \quad (4)$$

Pour un **réacteur parfaitement agité (RPA)**, l'expression de la DTS peut être obtenue par un bilan de matière (équation 5) :

$$E(t) = \frac{1}{\tau} e^{-t/\tau} \quad (5)$$

Pour un **réacteur piston idéal (RP)**, l'expression de la DTS découlant de l'écoulement piston s'écrit (équation 6, où δ représente la fonction de Dirac, infinie quand l'argument vaut zéro, nulle sinon) :

$$E(t) = \delta(t - \bar{t}) \quad (6)$$

D. MODELISATION D'UN REACTEUR PISTON

Il est possible de montrer qu'un **réacteur piston réel** peut être décrit par une cascade de réacteurs parfaitement agités (Fig. 6), autrement dit que son fonctionnement est équivalent à celui d'un système modèle constitué d'un nombre J de RPA en série, ce nombre étant le reflet des types de défauts d'écoulement du réacteur réel considéré.

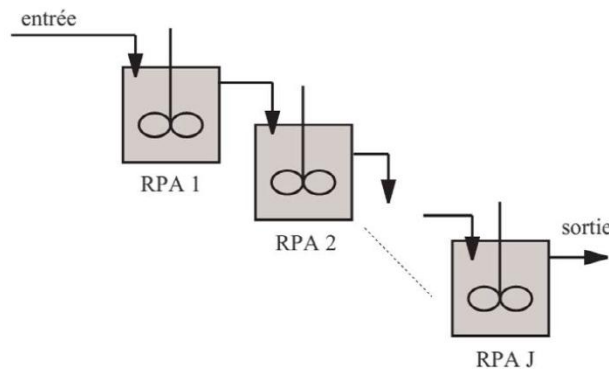


Figure 6 : Schéma du modèle de cascade de RPA décrivant le fonctionnement d'un réacteur piston.

Le nombre de réacteurs équivalent J peut être calculé avec l'équation 7 :

$$J = \frac{\bar{t}^2}{\sigma^2} \quad (7)$$

On peut également utiliser un modèle intégrant une dispersion axiale. Le nombre adimensionnel de Péclet Pe traduisant le rapport entre les phénomènes convectif et diffusif permet d'évaluer le rapport entre dispersion radiale (écoulement piston) et cette dispersion axiale (équation 8) :

$$Pe = \frac{uL}{D} \quad (8)$$

Avec :

u : vitesse débitante, autrement dit vitesse du fluide en écoulement piston ($m \cdot s^{-1}$),

L : longueur du tube (m),

D : coefficient de dispersion phénoménologique dépendant du régime d'écoulement, du fluide et du réacteur ($m^2 \cdot s^{-1}$).

Il est possible de montrer que la variance de la DTS, le temps de séjour moyen et le nombre de Péclet sont liés par l'équation 9 :

$$\frac{\sigma^2}{\bar{t}^2} = \frac{2}{Pe} - \frac{2}{Pe^2} [1 - \exp(-Pe)] \quad (9)$$

3. MATERIEL ET METHODES

A. MONTAGE EXPERIMENTAL FLUIDES UTILISES

Le montage expérimental permettant de mesurer la DTS d'un réacteur agité ouvert muni d'une hélice, ainsi que la DTS d'un réacteur garni de billes de verre. Une pompe permet la circulation de liquide. Une vanne by-pass permet de faire circuler le fluide soit dans un réacteur soit dans l'autre. Un rotamètre est installé pour le réglage approximatif du débit de liquide. Une ouverture fermée par un septum permet l'injection d'eau salée à l'aide d'une seringue. Une sonde conductimétrique est installée dans le voisinage de la sortie des réacteurs.

Lors des manipulations, il faudra veiller à :

- Ce qu'il reste toujours de l'eau dans le bac d'alimentation afin d'éviter le désamorçage de la pompe, qui nécessiterait de démonter la pompe.
- Remplir la colonne d'eau en fin de manipulation, afin que la sonde conductimétrique reste bien immergée jusqu'aux expériences du groupe de TP suivant.

B. PREPARATION ET REALISATION DES EXPERIENCES

La technique expérimentale d'obtention de distribution de temps de séjour la plus classique consiste en une injection en impulsion (grande quantité de traceur ajoutée dans un temps très court) de traceur en entrée du système. Ici, la conductivité de l'eau salée étant plus grande que celle de l'eau pure, le passage de molécules de sel en sortie de réacteur pourra être suivi à l'aide d'un conductimètre.

Vous réaliserez **trois expériences de mesure de distributions des temps** parmi les conditions du tableau 1. Les valeurs exactes de débit et de fréquence sont à fixer avec l'enseignant.

Tableau 1 : Conditions opératoires utilisées pour les expériences.

N°	Réacteur	Débit de l'eau	Fréquence d'agitation
1	Colonne à garnissage	Faible	-
2	Colonne à garnissage	Elevé	-
3	Cuve agitée continue	Faible	Moyenne
4	Cuve agitée continue	Elevé	Moyenne
5	Cuve agitée continue	Elevé	Faible

Il vous faudra mesurer expérimentalement les volumes de travail de chaque réacteur, en les remplissant jusqu'à débordement puis en ouvrant la vanne de vidange afin de pouvoir collecter l'eau contenue dans chaque réacteur séparément :

- Pour le réacteur ouvert, la vanne de vidange se situe en-dessous de la paillasse. *Attention, à manipuler avec précaution (cuve en réparation).*
- Pour la colonne à garnissage, la vanne de vidange se situe en bas à droite du pilote. *Attention, à manipuler avec précaution : ne pas forcer si la vanne est grippée (verre contre verre → très fragile !)*

Pour chaque expérience, après avoir réglé les débits volumiques, il vous faudra les mesurer par empotage avant de réaliser l'injection de traceur et le suivi de conductivité. Pour chaque condition opératoire, la mesure de débit volumique sera effectuée trois fois.

Réaliser la mesure de distribution des temps de séjour pour les 3 conditions opératoires ; on utilisera 4 mL de traceur pour les essais sur le réacteur agité et 1 mL pour les essais sur le réacteur colonne. Il faudra relever la conductivité toutes les 5 s (pourra être adapté par l'enseignant selon les conditions opératoires).

4. EXPLOITATION DES RESULTATS

Relever la quantité d'eau consommée lors du TP et remplir l'Excel du projet Val-EAU (onglet DTS).

Réaliser un schéma annoté du montage expérimental.

Les paramètres suivants devront être calculés chaque DTS :

- Le temps de passage dans le réacteur (Eq. (1)).
- Le temps de séjour moyen dans le réacteur (Eq. (3)).
- Le nombre de RPA équivalents dans le cas de la colonne à garnissage (Eq. (7)).
- Le nombre de Péclet dans le cas de la colonne à garnissage (Eq. (9)).

La discussion et l'interprétation des résultats obtenus portera a minima sur :

- L'influence des conditions opératoires sur l'écart à l'idéalité des réacteurs et donc leurs caractéristiques d'écoulement.
- La comparaison des temps de passage et des temps de séjour moyen et l'impact des conditions opératoires sur ceux-ci.
- La validité des modèles utilisés.
- Toute analyse et discussion supplémentaire sera valorisée.

Réaliser et envoyer par mail à l'enseignant encadrant (cf. mail en début d'énoncé) sous sept jours le fichier de calculs regroupant les résultats des différentes expériences. Ce fichier devra contenir les formules de calcul (paramétrisation des calculs, conversion automatique des unités), et être clair et synthétique. De façon facultative, si des fichiers de code (Matlab, VBA...) sont créés pour les calculs et représentations graphiques, ceux-ci pourront également être joints au mail.

5. NOMENCLATURE

Variables

τ	Temps de passage	(s)
$\delta(t)$	Fonction de Dirac (impulsion)	(-)
σ^2	Variance de la DTS	(s ²)
$C(t)$	Concentration en traceur à l'instant t , ici déduite de la conductivité	(mS·cm ⁻¹)
D	Coefficient de dispersion	(m ² ·s ⁻¹)
$E(t)$	Fonction de distribution des temps de séjour	(-)
J	Nombre de réacteurs équivalent	(-)
L	Longueur du tube	(m)
Q	Débit volumique	(m ³ ·s ⁻¹)
t	Temps	(s)
$\bar{t}$	Temps de séjour moyen	(s)
u	Vitesse débitante	(m·s ⁻¹)
V	Volume réactionnel	(m ³)

Nombre(s) adimensionnel(s)

Pe	Nombre de Péclet	(-)
------	------------------	-----

6. REFERENCES

- [1] LIETO, J. (2004). Le génie chimique à l'usage des chimistes. Tec & Doc Lavoisier.
- [2] HOUZELOT, J. L. (2013). Distribution des temps de séjour et efficacité des réacteurs chimiques. Techniques de l'ingénieur, 1-14.