REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

# ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE



DEPARTEMENT DE GENIE DE L'ENVIRONNEMENT

THESE DE DOCTORAT D'ETAT SPECIALITE : GENIE DE L'ENVIRONNEMENT

# Etude d'un réacteur fluidisé

à jet central ascendant gaz-solide.

# Application au traitement

d'un sol pollué par du gasoil.

*Présentée par* Jazia ARRAR Magister en Génie Chimique

Soutenue le 17 Décembre 2007 devant le jury

Président :	M <b>R. KERBACHI</b>	Professeur E.N.P
Examinateurs :	M <sup>me</sup> A. BENSMAILI	Professeur U.S.T.H.B
	M H. YAHI	Professeur U.S.Tizi Ouzou
	M <sup>me</sup> R. DERRICHE	Professeur E.N.P
Invité :	M.A. MECHERAOUI	DG SONATRACH Lybie
Directeur de thèse	: M <sup>me</sup> F. BENTAHAR	Professeur U.S.T.H.B

Année Universitaire 2006-2007

A mes Parents

A Raja, et mes Frères

# Remerciements

La réalisation de ce travail a été permise grâce au soutien des laboratoires des Phénomènes de Transfert (LPT) de l'Université des Sciences et de la Technologie de Bab-Ezzouar et des Sciences et Techniques de l'Environnement (LSTE) de l'Ecole Nationale Polytechnique. Je remercie ici vivement toutes les personnes qui ont contribué à ce projet.

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance et gratitude à mon directeur de thèse, Madame le **Professeur F. BENTAHAR**, de m'avoir accueilli au sein de son équipe et de son laboratoire et m'avoir supportée toutes ces années. Sa compréhension, son soutien m'ont souvent été bien précieux et l'intérêt marqué avec lequel elle a suivi le déroulement de mes recherches, ont grandement contribué à l'aboutissement de ce travail.

Monsieur **R.** *KHERBACHI*, *Professeur* à l'Ecole Nationale Polytechnique et Directeur du LSTE m'a fait l'honneur d'accepter de présider le jury de soutenance. Je l'en remercie cordialement

Je suis reconnaissante à Madame A. BENSMAILI, Professeur à l'Université des Sciences et de la Technologie de Bab-Ezzouar, Monsieur H. YAHI, Professeur à l'université de Tizi Ouzou, et Madame R. DERRICHE Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique d'avoir accepté la tâche ingrate d'examiner cette thèse malgré leurs charges de travail.

Mes remerciements vont aussi à Monsieur *A. MECHERAOUI, Directeur Général* SONATRACH pour son aimable participation au jury de soutenance.

Ma profonde gratitude et mes plus sincères remerciements vont également à Monsieur S. SEBIH, professeur à l'Université des Sciences et de la Technologie de Bab-Ezzouar, Monsieur A. BOUZAZA, Maitre de conférence à l'Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Rennes, Madame H. MOULA, Chef d'unité Etude des huiles et extraits organiques au Centre de Recherche et de Développement de Boumerdes pour leur étroite collaboration et leurs marques d'amitié.

Nombre de mes collègues, chercheurs, ont apporté à mes réflexions le concours de leur savoir et leurs résultats expérimentaux. Je leur sais profondément gré de leur collaboration.

J'associe à mes remerciements tous les membres de l'équipe de recherche « Technologie des poudres et suspensions – Traitement des effluents » qui ont en partie contribué à ce travail et avec qui j'ai pu entretenir d'excellents rapports humains et professionnels ainsi qu'à tout le personnel technique de l'Ecole.

Que tous mes amis trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude.

# SOMMAIRE

## RESUME

# NOMENCLATURE

INTRODUCTION GENERALE	1
NTRODUCTION GENERALE	1

# **CHAPITRE I : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE**

I.1. Hydrocarbures et leur devenir dans l'environnement	4
I.1.1. Classification des hydrocarbures	4
I.1.2. Devenir des hydrocarbures dans l'environnement	5
I.1.3. Transfert des polluants dans le sol	6
I.1.3-a. Transfert dans la zone non saturée	6
I.1.3-b. Transfert dans la zone saturée	6
I.1.3-c. Principaux paramètres régissant le transfert des polluants dans le sol	7
I.2. Biodégradation des hydrocarbures	7
I.2.1. Biodégradation des hydrocarbures aliphatiques	8
I.2.2. Biodégradation des hydrocarbures aromatiques	8
I.2.3. Biodégradation du gasoil	9
I.2.4. Microorganismes dégradeurs des hydrocarbures	9
I.2.5. Facteurs influençant la biodégradation des hydrocarbures	10
I.2.5-a. pH	11
I.2.5-b. Humidité	11
I.2.5-c. Température	12
I.2.5-d. Nutriments	12
I.2.5-e. Oxygène	13
I.3. Procédés biologiques	14
I.3.1. Technologies in situ	15
I.3.2. Technologies ex situ	17
I.4. Les bioréacteurs	18
I.5. Jets libres turbulents	21
I.5.1. Description d'un jet libre turbulent	21
I.5.2. Caractéristiques générales d'un jet libre turbulent	22
I.5.2.1. Vitesse maximale du jet	23
I.5.2.2. Profils de vitesse, de concentration et de température	24
I.5.2.3. Angle du jet	25
I.5.2.4. Débit volumique	25
I.5.2.5. Flux de quantité de mouvement	25

I.6. Lits à jet	
I.6.1. Description d'un lit à jet	
I.6.2. Jet turbulent dans un milieu particulaire	27
I.6.2.1. Stabilité d'un lit à jet	27
I.6.2.2. Hauteur maximale d'un lit à jet	28
I.6.2.3. Vitesse minimale de jaillissement	29
I.6.2.4. Angle du jet	30
I.7. Lits fluidisés à jet	30
I.7.1. Description d'un lit fluidisé à jet	30
I.7.1.1. Avantages et inconvénients des lits fluidisés à jet	30
I.7.1.2. Inconvénients des lits fluidisés à jet	31
I.7.2. Régimes d'écoulement dans un lit fluidisé à jet	32
I.7.3. Modes de décharge du jet	33
I.7.4. Longueur de pénétration	35
I.7.5. Angle du jet	38
I.7.6. Entraînement du gaz et des particules dans le lit	39
1.7.6.1. Entraînement des particules	39
I.7.6.2. Transfert du gaz entre le jet et le lit fluidisé	40
I.7.7. Profils de vitesse du jet	41
I.7.8. Profils de température	42
I.7.9.Influence de la température du jet	43

# CHAPITRE II : INSTALLATION EXPERIMENTALE -METHODES DE MESURES ET DE CALCULS

II.1. Description de l'installation expérimentale	44
II.1.1. Colonne de fluidisation	44
II.1.2. Tube de Pitot	45
II.1.3. Thermocouple	46
II.1.4. Boîte de chauffage	46
II.1.5. Système de guidage	46
II.2. Caractéristiques du solide et du gaz	47
II.2.1. Caractéristiques du gaz	47
II.2.2. Caractéristiques du solide	47
II.3. Méthodes de mesures et de calculs	48
II.3.1. Mesure des débits	48
II.3.2. Mesure des vitesses	49

# **CHAPITRE III : RESULTATS EXPERIMENTAUX ET DISCUSSION**

III.1. Etude d'un jet libre	50
III.1.1. Etude d'un jet libre sous des conditions isothermes	51
III.1.1.1a. Zone d'écoulement non établi	51
III.1.1.1b. Zone d'écoulement établi	51
III.1.1.2. Similitude des profils de vitesse	53
-Vitesse maximale sur l'axe du jet	54
-Abscisse caractéristique du jet	54

-Autosimilitude des profils de vitesse	55
III.1.1.3. Evolution du débit massique du jet	57
III.1.1.4. Evolution du flux de quantité de mouvement du jet	58
III.1.2. Etude d'un jet libre sous des conditions non isothermes	59
III.2.1.1. Zone d'écoulement établi	59
III.2.1.2. Similitude des profils de vitesse	63
Vitesse maximale sur l'axe du jet	63
Abscisse caractéristique du jet	63
Autosimilitude des profils de vitesse	64
III.1.1.3. Evolution du débit massique du jet	67
III.1.1.4. Evolution du flux de quantité de mouvement du jet	68
III.2. Etude de l'expansion du lit	69
III.2.1. Procédure expérimentale	69
III.2.2. Profils pariétaux de pression	70
III.2.3. Perte de pression	72
III.2.3-a. Perte de pression totale	72
III.2.3-b. Influence de l'injecteur sur la perte de pression totale	74
III.2.3-c. Gradient de pression	76
III.2.4. Effet du jet sur l'expansion du lit	78
III.2.5. Influence de la masse du lit sur la vitesse minimale de fluidisation	79
III.3. Evaluation des caractéristiques du lit à jet	82
III.3.1. Vitesse minimale du jet	82
III.3.2. Longueur de pénétration	86
III 4 Etude du jet en milieu narticulaire fluidisé	96
III 4 1 Profils pariétaux de pression dans le lit	96
III 4.2 Evolution de la pression statique au voisinage de l'orifice du jet	99
III.4.3. Profils de vitesse à la température ambiante	99
III.4.3.1. Abscisse caractéristique du jet	105
III.4.3.2. Vitesse maximale sur l'axe du jet	108
III.4.3.3. Autosimilitude des profils réduits de vitesse	109
III.4.4. Profils de température et de vitesse avec le chauffage de l'air du jet	113
III.4.5. Evolution du débit massique du jet	116
III.4.6. Evolution du flux de quantité de mouvement du jet	117
III 5 Bioremédiation d'un sol pollué par du gasoil	120
III.5.1 Etude du sol	120
III 5 1 1 Caractéristique du sol avant pollution	120
III 5.1.2 Caractéristiques du sol après pollution	120
III 5.2. Etude hydrodynamique	121
III 5 3 La teneur en humidité	125
III 5 4 Traitement du sol	125
III 5 4 1 Analyses et Caractérisation du gasoil	129
III.5.4.2. Autres analyses	129
III.5.4.2.1. pH	129
III.5.4.2.2. Taux d'humidité	129
III.5.4.2.3. Température	129
III.5.4.2.4. Nutriments	129

III.5.4.2.5. Biomasse	133
III.5.4.3. Bioremédiation du sol dans un lit fluidisé	134
III.5.4.4. Bioremédiation du sol dans un lit à jet	137
III.5.4.5. Bioremédiation du sol dans un lit à jet fluidisé	139
III.5.4.6. Inluence du flux total d'aération	149
III.5.4.7. Bioremédiation du sol à partir des mesures des TPH	150
III.5.4.8. Biodégradation des n-alcanes	152

# **CONCLUSION GENERALE**

160

164

# **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

# ANNEXES

A.I.	: Corrélations
A.II.1A.	: Distribution granulométrique du solide
A.II.1B.	: Teneur en argile
A.II.2.	: Détermination de la masse volumique du solide
A.II.3.	: Calcul du coefficient de sphéricité des particules solides
A.II.4.	: Calcul des vitesses limites de la fluidisation
A.II.5.	: Capacité calorifique du solide
A.II.6.	: Dosage des nutriments
A.II.7.	: Caractéristiques biologiques du sol
A.II.8.	: Dosage du gasoil et des n-alcanes
A.III.	: Calcul d'erreurs
A.I.V.	: Circuits électriques
A.V.	: Spectres chromatographiques

ملحص محور هذه الأطروحة ، دراسة الهيدرويناميكية و الحرارية لمفاعل سيولة ذو نفث عمودي متصاعد و استعماله لمعالجة تربة ملوثة بالمازوت بنسبة 4% . الدراسة الوسيطية تمت بتغيير نوع الجزئيات ، سرعة تهوية السرير ، سرعة و درجة حرارة النفت ، طول أنبوب النفت و كتلة السرير . تبين النتائج المتحصلة عليها مساهمة التدفق في تسارع ظاهرة السيولة . أن تكوين النفت موصوف بدقة في نماذج قوس وشليكتنغ دون مراعاة حالة السرير و نوع الجزيئات . التصحيح البيولوجي بحث نشاط البكتيريا الأصلية للتربة أنجز باستعمال عدة تدفقات للسيولة و النفت و بالتالي التحريك لدراسة تأثيرهم على التردي و التردي والبيولوجي للمازوت و الألكانات ن وجود النفت يساهم في تسارع القضاء على المازوت . زيادة على نلك ، أثبتت كذلك النتائج من جهة ، قدرة البكتيري على التخلص من المازوت بنسب كبيرة و من جهة أخري ، أن نسبة الأكسجنة و نظم التدفق للصلب و الغاز ، عوامل تحدد التردي البيولوجي المازوت . أفضل النتائج كانت في حالة السرير ذو النسبة الدنيا للتمييع مع المازوت . أفضل النتائج كانت في حالة السرير ذو النسبة الدنيا للتمييع مع نسبة كبيرة للتردي 4% للمازوت و 8% للألكانات ن. أفضل النتائج كانت في حالة السرير ذو النسبة الدنيا للتميع مع نسبة كبيرة التردي المازوت . أفضل النتائج كانت في حالة السرير ذو النسبة الدنيا للتمييع مع نسبة كبيرة التردي و 4% للمازوت و 8% للألكانات ن. أفضل النتائج كانت في حالة السرير ذو النسبة الدنيا للتمييع مع نسبة كبيرة التردي و 4% للمازوت و 8% للألكانات ن.

#### Résumé

Ce travail porte d'une part, sur la caractérisation hydrodynamique et thermique d'un réacteur fluidisé gaz solide à jet vertical ascendant et d'autre part, le traitement biologique d'un sol pollué par du gasoil à raison de 4% dans ce type de réacteur. L'étude paramétrique est effectuée en variant le type de particules, la vitesse d'aération du lit, la vitesse et température du jet, la longueur de la canne d'injection et la masse du lit. Les résultats obtenus ont mis en évidence que la présence du jet favorise la fluidisation des particules solides indépendamment de la masse du lit. La structure du jet est bien décrite par les modèles de Gauss et Schlichting, indépendamment de l'état du lit et du type de particules. La bioremédiation du sol pollué est réalisée en stimulant l'activité des micro-organismes du sol. Différents débits d'aération et de jet et par conséquent d'agitation ont été utilisés pour étudier leur influence sur la dégradation et la biodégradation du gasoil et des n-alcanes. La présence de jet accélère le processus d'élimination du gasoil. Outre l'influence du jet, les résultats ont mis en évidence d'une part, la capacité de la population microbienne indigène à dégrader le gasoil à des taux importants et d'autre part, que le taux d'oxygénation et les régimes d'écoulement du solide et du gaz sont des facteurs limitant la biodégradation du gasoil. Les meilleurs résultats sont obtenus dans le cas d'un lit au minimum de fluidisation avec un taux maximal de dégradation de 84% du gasoil et de 88% des n-alcanes. La biodégradation du gasoil et des n-alcanes est régie par le modèle cinétique du premier ordre. Mots clés : Bioremédiation ; Biodégradation ; Réacteur ; Jets ; Aération ; Lits fluidisés à jet.

#### Abstract

The hydrodynamic and thermal characterization of a fluidized bed with a vertically upflowing gas jet immerged in bed as well as the biological treatment of a polluted soil by diesel (4%) are performed in this reactor. A parametric study is carried out by varying the type of particles, aeration velocity in the bed, jet velocity and jet temperature, nozzle height as well as the bed weight. The presence of jet in a particular bed enhanced fluidization phenomena independently of the bed weight. The structure of the jet is well described by the models of Gauss and Schlichting, independently of the state of the bed and the type of p articles. The bioremediation of diesel polluted soil is carried out by the stimulation of indigenous soil of the micro-organisms. Different rates of aeration and/or jet and consequently various mixing agitation were used to investigate their influence on the biodegradation and removal rates of the diesel and n-alkanes. The presence of jet accelerates the diesel removal process. In addition to the influence of the jet, the results highlighted first the capacity of the indigenous microbial population to degrade the diesel at important rates and second, that the aeration and the flow regimes of the solid and gas are factors limiting the diesel biodegradation. The best results are obtained in the case of a bed at minimum fluidization with a maximum rate of the biodegradation of 84% of the diesel and 88% of nalkanes. The biodegradation of the diesel and n-alkanes is governed by the first order kinetic model.

Keywords: Bioremediation; Biodegradation; Reactor; Jets; Aeration; Jet Fluidized Bed.

« Tous les hommes ne sont pas capables de grandes choses, mais tous sont sensibles aux grandes choses. »''

### NOMENCLATURE

Alfred de Musset

# **LETTRES LATINES**

Ac	· Aire de section droite de la colonne	$m^2$
A	· Aire de section droite de l'injecteur	$m^2$
b	· demi largeur du jet	m
С <sub>р</sub>	· Coefficient de traînée	-
$C_{\rm f}$	· Concentration du gaz à frontière du jet	
$C_{r}$	· Capacité calorifique du gaz	J kg <sup>-1</sup> °C <sup>-1</sup>
$C_{\rm g}$	· Capacité calorifique du solide	$J kg^{-1} \circ C^{-1}$
d	: Diamètre de l'orifice du diaphragme	m
d <sub>c</sub>	: Diamètre critique des particules	m
d <sub>o</sub>	· Diamètre de l'injecteur	m
d <sub>n</sub>	· Diamètre moven des particules	m
D D	· Diamètre de la conduite du diaphragme	m
D <sub>c</sub>	· Diamètre de la colonne	m
G	· Accélération de la pesanteur	$m s^{-2}$
H	· Hauteur statique du lit	m
H <sub>m</sub>	· Hauteur maximale du lit	m
H <sub>mf</sub>	· Hauteur du lit au minimum de fluidisation	m
K	· Coefficient de décharge	-
L	· Longueur de l'injecteur	m
L	· Valeur movenne de la longueur de pénétration du jet	m
Lf	· Hauteur du lit fluidisé	m
Lmax	: Longueur maximale de pénétration du jet	m
Lmin	: Longueur minimale de pénétration du jet	m
m	: Masse du solide	kg
M(x)	: Flux de quantité de mouvement sur une section de la colonne	kg.m.s <sup>-2</sup>
Patm	: Pression atmosphérique	Pa
Pd	: Pression dynamique	Pa
P <sub>st</sub>	: Pression statique	Pa
P <sub>t</sub>	: Pression totale	Pa
ΔP	: Perte de pression dans le lit	Pa
$\Delta P_{d}$	· Perte de pression à travers le diaphragme	Pa
	· Perte de pression totale dans le lit	Pa
$\partial \mathbf{P}/\partial \mathbf{x}$	: Gradient de pression	Pa m <sup>-1</sup>
0	: Débit massique locale du jet	ka s <sup>-1</sup>
q Qe	· Débit massique de l'air de fluidisation	kg.s
	· Débit massique de l'air issu de l'injecteur	$kg s^{-1}$
90 Omf	· Débit massique de l'air au minimum de fluidisation	$kg s^{-1}$
$O(\mathbf{x})$	· Débit volumique du jet sur une section droite de la colonne	$m^{3} s^{-1}$
$Q_{\alpha}(\mathbf{n})$	· Débit volumique à l'orifice de l'injecteur	$m^{3} s^{-1}$
τ <sub>c</sub>	: Ravon caractéristique du jet libre	m
R	: Ravon de la colonne	m
Re	· Nombre de Revnolds	-
Re <sub>mf</sub>	: Nombre de Reynolds au minimum de fluidisation	-
$\Delta P$ $\Delta P_d$ $\Delta P_t$ $\partial P/\partial x$ $q$ $q_f$ $q_o$ $q_{mf}$ $Q(x)$ $Q_o$ $r_c$ $R$ $Re$ $Re$ $Re_{mf}$	<ul> <li>Perte de pression dans le lit</li> <li>Perte de pression à travers le diaphragme</li> <li>Perte de pression totale dans le lit</li> <li>Gradient de pression</li> <li>Débit massique locale du jet</li> <li>Débit massique de l'air de fluidisation</li> <li>Débit massique de l'air issu de l'injecteur</li> <li>Débit massique de l'air au minimum de fluidisation</li> <li>Débit volumique du jet sur une section droite de la colonne</li> <li>Débit volumique à l'orifice de l'injecteur</li> <li>Rayon caractéristique du jet libre</li> <li>Rayon de la colonne</li> <li>Nombre de Reynolds</li> <li>Nombre de Reynolds au minimum de fluidisation</li> </ul>	Pa Pa Pa.m <sup>-1</sup> kg.s <sup>-1</sup> kg.s <sup>-1</sup> kg.s <sup>-1</sup> kg.s <sup>-1</sup> m <sup>3</sup> .s <sup>-1</sup> m <sup>3</sup> .s <sup>-1</sup> m

Re <sub>t</sub> : Nombre de Reynolds à la vitesse terminale de chute libre	-
Ta : Température ambiante	°C
T : Température locale du gaz	°C
T (y) : Température locale du jet suivant l'axe y positif	°C
T (-y) : Température locale du jet suivant l'axe y négatif	°C
T (z) : Température locale du jet suivant l'axe z	°C
T <sub>f</sub> : Température du gaz à la frontière du jet	°C
T <sub>0</sub> : Température du gaz à la sortie de l'injecteur	°C
U : Vitesse locale du jet	$m.s^{-1}$
U(y) : Vitesse locale du jet suivant l'axe y positif	$m.s^{-1}$
U(-y) : Vitesse locale du jet suivant l'axe y négatif	$m.s^{-1}$
U(z) : Vitesse locale du jet suivant l'axe z	$m.s^{-1}$
U <sub>f</sub> , U <sub>g</sub> : Vitesse superficielle du gaz de fluidisation	$m.s^{-1}$
U <sub>m</sub> : Vitesse maximale sur l'axe du jet	$m.s^{-1}$
U <sub>mf</sub> : Vitesse minimale de fluidisation	$m.s^{-1}$
U <sub>mo</sub> : Vitesse minimale du jet à la sortie de l'injecteur	$m.s^{-1}$
$U_{ms} / U_{mj}$ : Vitesse minimale superficielle du jet	$m.s^{-1}$
U <sub>mjf</sub> : Vitesse minimale superficielle du jet dans un lit fluidisé à jet	$m.s^{-1}$
$U_o / U_j$ : Vitesse initiale du jet à la sortie de l'injecteur	$m.s^{-1}$
U <sub>s</sub> : Vitesse superficielle du jet	$m.s^{-1}$
Ut : Vitesse terminale de chute libre d'une particule solide	$m.s^{-1}$
$U_x(r_c)$ : Vitesse à l'abscisse x et à l'ordonnée y = $r_c$	$m.s^{-1}$
x : Abscisse longitudinale	m
x <sub>vo</sub> : Abscisse de l'origine virtuelle	m
y : Abscisse transversale	m
y <sub>1/2</sub> : Abscisse caractéristique du jet	m
z : Abscisse transversale perpendiculaire à y	m

# **LETTRES GRECQUES**

α	: Coefficient de débit	-
$\alpha_c, \theta, \theta_{1/2}$	: Demi-angle du jet	degré
β	: Rapport d'ouverture du diaphragme (d/D)	-
3	: Porosité du lit	-
ε <sub>0</sub>	: Porosité du lit fixe	-
ε <sub>f</sub>	: Porosité moyenne du lit fluidisé	-
$\epsilon_{mf}$	: Porosité du lit au minimum de fluidisation	-
φ	: Facteur de sphéricité des particules	-
λ	: Constante de l'équation (III-5)	-
$\lambda_{g}$	: conductivité thermique du gaz	$W.m^{-1}.^{\circ}C^{-1}$
$\mu_{g}$	: Viscosité dynamique du gaz	kg.m <sup>-1</sup> .s <sup>-1</sup>
$ ho_g$	: Masse volumique du gaz	kg.m <sup>-3</sup>
$ ho_p$	: Masse volumique des particules solides	kg.m <sup>-3</sup>
ω	: Coefficient isentropique de détente	-

# **ABBREVIATIONS**

ATP	Adénosine triphosphate		
BTEX	Benzène, Toluène, Ethylbenzène, Xylène		
CMN	Corynebactéries, Mycobactéries, Nocardia		
EPA/USEPA	Agence Américaine de protection de l'environnement		
HAP	hydrocarbures polyaromatiques		
PCB	Polychlorobiphényls		
PCP	Pentachlorophénols		
SPB	Bioréacteur agité en phase boueuse		
SoPB	Bioréacteur en phase boueuse		
SS-SBR	Bioréacteur agité séquentiel en batch		

« Ce n'est pas parce que les choses sont difficiles que nous n'osons pas, c'est parce que nous n'osons pas qu'elles sont difficiles. »

Sénèque le Philosophe

## **INTRODUCTION GENERALE**

Le sol est une ressource non renouvelable qui joue un rôle clé dans le fonctionnement de la biosphère continentale et la dynamique des écosystèmes. Il constitue le support physique, chimique et biologique de la production primaire des écosystèmes terrestres et a une influence considérable sur le transfert des polluants organiques et minéraux, leur rétention et leur transformation. La réduction de la ressource mondiale en sol, soit au travers de l'érosion, soit de l'altération des propriétés physico-chimiques (contraction, salinisation, pollution) a pris de l'ampleur ces dernières années et suscite un intérêt grandissant pour une conservation des sols à l'échelle mondiale. Les préoccupations sur l'évolution des sols soulèvent les problèmes de la gestion des sols, de l'écologie et du développement durable, de la remédiation et restauration des sites contaminés et le devenir ainsi que l'impact des polluants minéraux et organiques à moyen et long terme.

Dans ce cadre, nous nous intéresserons particulièrement à la remédiation des sites contaminés par les hydrocarbures. En effet, parmi les grandes industries polluantes, celle du pétrole, de l'exploitation au transport, constitue la source la plus importante de contamination des sols, des eaux souterraines et de surface.

La pollution du sous-sol par les hydrocarbures, en particulier dans le cas des sols insaturés, pose d'importants problèmes avec le développement de l'industrie pétrochimique et l'installation de nombreuses stations-service et de conduites souterraines. Bien que des progrès substantiels aient été accomplis ces dernières années pour réduire les rejets industriels à l'origine de pollutions chroniques, les accidents de pollution (déversements accidentels ou rejets non contrôlés dus à, des pratiques inadéquates d'entreposage de résidus industriels, des fuites de réservoirs souterrains, des ruptures d'oléoducs,...) se produisent toujours et le nombre de sites contaminés est considérable. En effet, la pollution du sol constitue une source de risques permanents pour l'être humain et l'environnement (contamination du sous-sol et des eaux souterraines) en raison de son caractère toxique et insidieux. Leur dégradation naturelle est lente et certains composés, tels les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP), présentent souvent un caractère cancérigène et/ou mutagène. Plusieurs techniques de traitements sont utilisées pour la réhabilitation des sols faisant appel à des procédés thermiques, physico–chimiques et/ou biologiques.

Pour un même type de pollution, les solutions peuvent être variées. La stratégie adoptée dépend du site, de son contexte géographique, du degré et du type de pollution. D'autre part, l'importance des coûts de traitement a conduit à la recherche de nouvelles techniques de dépollution plus performantes et plus économiques et un intérêt particulier est porté sur le développement des techniques biologiques mises en œuvre hors site qui offrent de bonnes perspectives tant au point de vue performance, qu'au point de vue respect environnemental. Leur mise en œuvre est de plus envisagée dans la mesure où ce sont des technologies relativement simples.

Les techniques de bioremédiation hors site sont plus rapides, plus faciles à contrôler, et adaptées pour traiter un large éventail de contaminants et de types de sol que les techniques in situ. Parmi les techniques ex situ, les bioréacteurs sont davantage utilisés lorsque la pollution est importante et permettent outre le contrôle des paramètres environnementaux (pH, température, nutriments, taux d'humidité,...), un meilleur contact entre les phases biotique et abiotique et des temps de séjour relativement faibles en accélérant considérablement la cinétique de dégradation des polluants. En général, les taux de dégradation dans des

conditions aérobies sont considérablement plus élevés que ceux dans des conditions anaérobies. D'autre part, la biodisponibilité des polluants et des nutriments, la flore microbienne et sa capacité à dégrader les polluants, le transfert d'oxygène et des conditions environnementales (pH, température, nutriments) appropriées, conditionnent le succès de l'opération.

Deux types de réacteurs sont utilisés. Dans les bioréacteurs à boues, le sol est mis en suspension dans l'eau moyennant une agitation mécanique tandis que dans les bioréacteurs en phase solide (biopile ou bioréacteur à sol statique), l'eau est introduite pour arroser le sol et maintenir le taux d'humidité constant et suffisant. Il faut toutefois souligner que les coûts énergétiques et les investissements sont importants dans le cas des bioréacteurs à boues. Par contre les durées de traitement requises sont largement diminuées, elles varient de quelques jours à quelques semaines. Ces bioréacteurs sont de loin plus efficaces que les biopiles (durée de traitement, taux de décontamination, uniformité de la bioremédiation du sol,...). A l'inverse, le traitement par biopile exige peu d'énergie pour l'aération forcée et de ce fait est rentable même lorsque les durées de traitement requises sont longues. Cependant, l'enlèvement non uniforme des contaminants, les faibles cinétiques et faibles taux de dégradation réduisent souvent l'efficacité du traitement par biopile. Cela pourrait être attribué à une distribution non homogène des nutriments et de la biomasse.

Nous nous intéresserons au deuxième type de réacteur. La problématique consiste à étudier la dépollution de sols pollués par du gasoil entre 30 et 40g par kg de sol sec, hors site dans un réacteur fluidisé à jet en l'absence de phase aqueuse. La faisabilité d'un tel traitement peut être envisagée mais il s'agit de déterminer les conditions optimales de fonctionnement en termes de taux d'enlèvement, de cinétique et de temps de séjour dans le réacteur. Notre choix s'est porté sur l'utilisation de la technique des lits fluidisés à jet dans la mesure où elle surmonte les limites de fonctionnement des lits à jet ou fluidisés en superposant les avantages des deux systèmes. De tels systèmes évitent les phénomènes de pistonnage et de stratification, présents dans les lits fluidisés classiques sans qu'il y ait une restriction sur la taille des particules ou la hauteur statique du lit, liées à la stabilité d'un lit à jet conventionnel et améliorent le contact gaz-solide et solide-solide. Elle offre la possibilité d'une bonne circulation annulaire et requiert des débits moindres que ceux nécessaires pour chaque système à part. D'autre part, le jet gazeux peut jouer le rôle de fluide caloporteur durant certaines périodes de traitement (hiver). En effet, le métabolisme microbien et la biodégradation des composés organiques augmentent avec l'augmentation de la température.

Notre travail se scinde en deux parties ; la première portant sur l'étude du comportement d'un jet central ascendant en milieu fluidisé tandis que la deuxième sera consacrée à l'étude de la bioremédiation d'un sol sableux pollué par du gasoil. Le gasoil est parmi les produits pétroliers les plus fréquents dans le cas de la pollution des sols et les plus dangereux en termes de toxicité.

Pour le dimensionnement des réacteurs fluidisés à jets et le contrôle de leur efficacité, il était important de caractériser le comportement hydrodynamique et thermique des jets en milieu fluidisé et d'étudier les mécanismes d'interaction entre le jet et le lit. Une étude paramétrique sur les jets en milieu homogène sous des conditions isothermes et non isothermes ainsi que sur la fluidisation des particules utilisées sera nécessaire au préalable. Ceci, afin de vérifier l'efficacité de notre installation et de servir de référence à une meilleure compréhension du comportement hydrodynamique et thermique des jets en milieu diphasique.

Le traitement du sol en bioréacteur nécessite souvent une préparation du sol excavé, incluant des opérations d'homogénéisation, de broyage, de tamisage, etc., une caractérisation physico-chimique et biologique préalable afin de réunir les conditions environnementales optimales de biodégradation tel que préconisés dans la littérature. Une étude préalable de la vitesse de séchage du sol a été effectuée pour déterminer les différents débits d'eau nécessaires pour réajuster et maintenir constante la teneur en humidité pour les différents réacteurs étudiés (fluidisé  $(U_f, 0)$ , à jet  $(0, U_j)$  et fluidisé à jet  $(U_f, U_j)$ ). Pour une meilleure estimation du taux de biodégradation des hydrocarbures du gasoil, les mêmes essais sont effectués sur un sol stérile.

**Dans le chapitre I**, nous introduisons quelques notions essentielles pour la compréhension de la remédiation et la réhabilitation des sites et sols pollués ainsi que les différentes techniques de dépollution suivant l'impact effectif provoqué par le site et suivant l'usage actuel ou futur prévu pour le site. Le devenir des polluants dans le sol ainsi que les différents paramètres, affectant la biodégradation des hydrocarbures y sont abordés. Ce chapitre, traite également du comportement d'un jet gazeux ascendant immergé dans un lit de particules solides, sous des conditions isothermes et non isothermes. Les principaux phénomènes liés aux jets libres turbulents, à la fluidisation, aux jets turbulents en milieu particulaire et leurs caractéristiques sont présentés.

**Dans le chapitre II**, nous décrivons les différents éléments constituants le dispositif expérimental utilisé au cours de cette étude, les méthodes de mesures des paramètres étudiés dans le cadre du l'étude du comportement du jet et présentons les principales caractéristiques du solide et du gaz utilisés. Les méthodes d'analyses physico-chimiques et biologiques réalisés pour le suivi du traitement sont également présentées.

**Dans le chapitre III**, nous introduisons les études relatives au jet libre sous des conditions isothermes et non isothermes, à l'expansion du lit à partir du suivi de la variation du profil de pression, de la variation de la perte de charge (perte de charge totale, gradient de pression), de l'influence de la masse du lit afin de déterminer la vitesse minimale de fluidisation et étudier l'influence de l'introduction du jet gazeux sur ce paramètre. Les expériences sur les jets en milieu particulaire sont menées dans le but de suivre d'une part, l'évolution du gradient de pression dans le lit afin de déterminer les caractéristiques du lit à jet, à savoir, la vitesse minimale de jet et la longueur de pénétration et d'autre part, l'évolution de différents paramètres hydrodynamiques liés au jet (vitesse, débit du jet, quantité de mouvement...).

Nous abordons ensuite l'étude de la bioremédiation d'un sol pollué par du gasoil dans un réacteur fluidisé à jet à partir du suivi de l'évolution de la biomasse, de l'azote ammoniacal, des nitrites, des nitrates et du phosphore ainsi que celles des hydrocarbures, en fonction du temps. Les essais, pour différentes vitesses d'aération et de jet sont réalisés pour étudier leurs influences sur l'enlèvement et la biodégradation du gasoil. Les cinétiques d'enlèvement et de biodégradation du gasoil et des n-alcanes à partir du sol traité dans le réacteur fluidisé à jet sont étudiées. La détermination des caractéristiques physico-chimiques et biologiques du sol sera nécessaire au préalable.

# **CHAPITRE I**

« La véritable sagesse consiste à ne pas s'écarter de la nature, mais à mouler notre conduite sur ses lois et son modèle. »

Sénèque le Philosophe

#### **REVUE BIBLIOGRAPHIQUE**

#### I.1. Hydrocarbures et leur devenir dans l'environnement

#### I.1.1. Classification des hydrocarbures

Les hydrocarbures constituent les polluants majoritaires des sols du fait de l'utilisation à la fois massive et dispersée des produits pétroliers depuis des années. Le tableau 1 regroupe les différentes familles de polluants d'hydrocarbures rencontrés dans le sol.

Les hydrocarbures sont un mélange complexe des composés qui peuvent être classés en quatre familles :

- Les résines, hydrocarbures polaires contenant l'azote, le soufre et l'oxygène, sont des solides amorphes solubles dans l'huile ;
- Les aromatiques comprennent, les monoaromatiques volatils tels le benzène, le toluène, les xylènes etc., les polyaromatiques (HAP), les naphtènoaromatiques et les composés soufrés tels les thiophènes et les dibenzothiophènes ;
- Les résines, hydrocarbures polaires contenant l'azote, le soufre et l'oxygène, sont des solides amorphes solubles dans l'huile ;
- Les asphaltènes.

\*

Famille de polluants	Principales propriétés	Exemples	Activités génératrices
Hydrocarbures courants	Densité inférieure à celle de l'eau Biodégradables Solubilité variable Volatils Viscosité variable Adsorption variable	Essences* Gasoil* Fioul domestique* Carburants aviation* Pétrole brut* Naphta* Solvants	Station-service Dépôts de stockage installations de Transport (oléoducs, fer, route, voie maritime) Raffineries Transport (fer, route) Usines de peintures
Hydrocarbures lourds	Densité supérieure à celle de l'eau Peu biodégradables Peu solubles Peu volatils Visqueux Adsorption en général forte	Fiouls lourds Goudrons de pétrole Goudrons de houille Créosotes Certaines huiles de Coupe	Chaudières industrielles Centrales thermiques Usines à gaz Raffineries Traitement du bois Usinage des métaux
Hydrocarbures halogènes aliphatiques	Denses Peu biodégradables Relativement solubles volatils Fluides Adsorption en général faible	Nombreuses formules dont les plus courantes sont : TCE, TCA, PCE, Chloroforme	Traitement de surface, ateliers de mécanique Industries Nettoyage à sec

#### Tableau I Familles d'hydrocarbures (Colin, 2000)

Les molécules dangereuses telles que les HAP ou les PCB sont dissoutes dans ces substances.

## I.1.2. Devenir des hydrocarbures dans l'environnement

Le devenir des hydrocarbures rejetés dans la nature, qu'ils soient d'origine pétrolière ou synthétiques, est fonction de leurs caractéristiques physico-chimiques (densité, solubilité, volatilité, coefficient de partage  $K_{ow}$ , coefficient d'adsorption  $K_{oc}$ ), des caractéristiques intrinsèques du sol et de son historique. Les composés à coefficient de partition ( $K_{ow}$ ) élevé seront adsorbés en grande quantité dans le sol et ne sont pas entraînés avec l'eau en profondeur. Ces propriétés physicochimiques donnent des indications sur la répartition probable du polluant dans l'eau et dans le sol (**Lyman**, 1990).

Tableau 2 : Influence du coefficient de partage Kow sur le comportement du poll	uant
vis-à-vis des phases aqueuse et solide selon Ballerrini et al. (1998).	

Coefficient de partage K <sub>ow</sub>	>10	> 100
Comportement vis à vis de l'eau	Hydrophile	Hydrophobe
Solubilité dans l'eau	Elevée	Faible
Solubilité dans la phase organique	Faible	Elevée
Coefficient d'adsorption	Faible	Elevée
Facteur de bio-concentration	Faible	Elevée

Les hydrocarbures dans les sols contaminés sont susceptibles d'être affectés naturellement par différents phénomènes tels l'évaporation, la dissolution, l'adsorption,.... C'est l'atténuation naturelle qui génère une réduction de la pollution, de la toxicité, de la mobilité ou la concentration des contaminants dans le sol. La biodégradation est l'un des processus les plus importants (**Hinga**, 2003 ; **USEPA**, 1999).

• Evaporation : elle touche les fractions de faible poids moléculaire et peut générer une pollution atmosphérique notable. **Franco** *et al.* (2003), dans le cas de sols pollués par du pétrole brut à raison de 5%, trouvent que la fraction volatilisée varie entre 10,5 et 33,1 % avec une moyenne de  $21,0\pm2,4\%$ . Dans les processus de décontamination des sols, le taux d'enlèvement des hydrocarbures par volatilisation se situe entre 14 et 35% selon **Allen-King** *et al.* (1996) et selon **Chaplin** *et al.* (2002) entre 48 et 97%.

• Solubilisation : la solubilité des hydrocarbures augmente avec la polarité des composés, c'est-à-dire quand leur poids moléculaire diminue (**Costes**, 1997). Les composés aromatiques sont nettement plus solubles que leurs homologues saturés. Ils sont difficiles à éliminer et sont absorbés par la faune et la flore ;

• Emulsion : qu'elles soient huile – eau ou eau – huile, elles sont souvent facilitées par la présence de tensioactifs ;

• Sédimentation : c'est le fait des fractions les plus lourdes et conduit à la formation d'agrégats de haute densité difficilement biodégradables par voie naturelle ;

• Photo-oxydation : elle touche plus particulièrement les composés aromatiques (non volatils et photosensibles) présents en surface et les vapeurs atmosphériques. Elle conduit à la formation de nombreux composés chimiques ;

Biodégradation naturelle : c'est un phénomène bien établi, désigné également sous le terme d'atténuation naturelle et qui repose sur le développement naturel des micro-organismes présents dans le sol. Les micro-organismes sont capables, après adaptation de leur métabolisme et par des mécanismes d'oxydation, de dégrader une grande variété d'hydrocarbures et/ou de xénobiotiques. Cette approche est passive et le processus de biodégradation dépend uniquement des conditions naturelles du site selon **Abbondanzi** *et al.* 

(2005). Une diminution significative des teneurs en polluants est alors incertaine et ne peut être envisagée que sur un très long terme.

Des études des terrains s'accordent pour estimer que l'atténuation naturelle est lente, avec un temps de demi-vie d'au moins deux ans selon **Vandecasteele** *et al.* (2001) et un rendement d'élimination de 1,7% selon **Li** *et al.* (2000).

La contamination par les hydrocarbures modifie la texture du sol, diminue la teneur en argiles et augmente celle du sable (**Caravaca** et **Roldá**, 2003). Ce changement de texture du sol peut être attribué à l'adsorption des hydrocarbures sur les colloïdes minéraux du sol tel les argiles et les substances humiques. La contamination par les hydrocarbures se traduit également, selon **Caravaca** et **Roldá** (2003), par une diminution du pH et une augmentation significative de la conductivité.

#### I.1.3. Transfert et évolution des polluants dans le sol

Dans le milieu souterrain, l'évolution des polluants est très lente, comparativement à ce qui se passe en surface. Il peut s'écouler des années entre le début de la pollution et sa mise en évidence. Le transfert d'un polluant à la nappe dépend principalement de l'épaisseur de la zone non saturée, de la perméabilité du réservoir (fissuration) ou du pouvoir de filtration et des caractéristiques du polluant. Les sols à perméabilité d'interstices (sables, grès) connaissent des temps de transfert très courts tandis que les roches à perméabilité de fissures (calcaires) connaissent des temps de transfert élevés.

#### I.1.3-a. Transfert dans la zone non saturée

La zone non saturée est la première zone rencontrée à partir de la surface. Les pores y sont partiellement remplis d'eau. Un liquide s'y infiltrant la traversera, sous l'effet de la pesanteur, selon une composante essentiellement verticale. La composante horizontale est liée à la capillarité et aux hétérogénéités (**Colin**, 2000). Les pores non occupés par l'eau permettent la circulation des gaz (ou atmosphère du sol). Dans le milieu naturel, la teneur en eau de la zone non saturée est variable, mais le sol et le sous-sol ne sont jamais complètement secs. A la surface de la zone non saturée, au contact de l'atmosphère, c'est le sol au sens pédologique où la teneur en matière organique et l'activité biologique sont importantes, comparativement aux autres zones sous-jacentes (**Colin**, 2000). Les phénomènes d'adsorption/désorption favorisés par la présence d'argiles, d'oxydes et hydroxydes, et de matière organique et/ou de dégradation retardent le transfert du polluant vers la nappe.

#### I.1.3-b. Transfert dans la zone saturée

Une fois la zone saturée franchie, la propagation du polluant dans la zone saturée (frange capillaire et aquifère) ne rencontre pratiquement plus d'obstacles. La vitesse de propagation du polluant dépend du type de polluant, en particulier de sa viscosité, et de sa concentration (phénomène de diffusion). Le débit de la nappe et les fluctuations de la surface piézométrique jouent également un rôle. La zone saturée comprend la phase solide immobile (roche réservoir) et la phase liquide mobile (l'eau). Son mouvement dépend des caractéristiques de la phase solide (**Colin**, 2000). Dans la frange capillaire, zone de transition entre la zone non saturée et l'aquifère, les mouvements de l'eau y sont essentiellement

verticaux, ascendants sous l'effet de l'évapotranspiration, ou descendants sous l'effet de l'infiltration de l'eau de pluie tandis que dans l'aquifère l'écoulement est dû à une composante horizontale.

## I.1.3-c. Principaux paramètres régissant le devenir des polluants dans le sol

Le comportement et le devenir des polluants est complexe et est fonction (Colin, 2000; Clarke *et al.*, 1994):

• des conditions de déversement et de la quantité déversée ;

• des conditions spatiotemporelles de pression et de température dans le sol et des conditions climatiques ;

• des variations verticales de perméabilité et la porosité qui influenceront principalement le transport du polluant dans la phase liquide mobile dans laquelle il est dissout (advection);

• de la saturation en eau (perméabilité relative) ;

• du temps de contamination et de l'activité biologique du milieu souterrain ;

• de la complexité des mélanges, les fractions les plus légères pouvant se déplacer plus rapidement que les composés les plus lourds et les plus visqueux qui restent liés à la matrice du sol.

L'importance et la cinétique de chacun de ces phénomènes de migration ou de transformation dépendent des caractéristiques physico-chimiques du sol, de la nature des polluants et des conditions climatiques/environnementales (**Colin**, 2000). Les principaux mécanismes de modes de transfert des polluants sont (**Colin**, 2000 ; **Lyman**, 1990):

• le partitionnement chimique des molécules entre l'eau, la phase liquide non aqueuse, les phases organiques et solides du sol et la phase gazeuse de l'atmosphère souterrain.

• le transport en phase liquide, régi par les phénomènes de diffusion, de dispersion et de pressions capillaires ;

• la dissolution dans l'eau interstitielle mobile et le transport sous les effets des mouvements des eaux souterraines (advection) ;

• le transport des vapeurs de polluants par les gaz du sol.

## I.2. Biodégradation des hydrocarbures

La biodégradation est une réaction de type redox qui aboutit à la dégradation des molécules organiques sous l'action de micro-organismes indigènes (autochtones) ou rapportés (allochtones) (**Chaplin**, 2002 ; **Milcic-Terzic**, 2000 ; **Lecompte**, 1998). L'équation (1) résume le processus:

Micro-organismes + Polluants +	Accepteur	Produits	+	Plus	(1
Source	d'électrons	Oxydés (aérobie)	de l	Micro-organismes	(1-
Energie/Carbone		<b>Réduits</b> (anaérobie)			

Le processus se développe selon une réaction en chaîne, où les composés carbonés sont transformés (par cassures successives) en molécules de moins en moins complexes, jusqu'à l'obtention de sous-produits simples, généralement  $CO_2$  et  $H_2O$  (la minéralisation). Les produits de transformation sont appelés métabolites.

En conditions oxydantes (aérobie), le rôle d'oxydant est tenu par l'oxygène. En conditions réductrices (anaérobie), ce rôle est tenu par les nitrates, les sulfates, le méthane, ... (**Boopathy**, 2004).

La biodégradation des composés organiques dépend de leur structure chimique, de leur concentration et de leur accessibilité à la flore microbienne. Le potentiel de biodégradation permet de classer les composés en composés dégradables, persistants (ne changeant pas d'état spontanément) et récalcitrants. En règle générale, les hydrocarbures de faible poids moléculaire sont plus facilement biodégradables que les grosses molécules et la vitesse de dégradation dépend du degré de ramification. En général, les taux de biodégradation dans des conditions aérobies sont considérablement plus élevés que ceux dans des conditions anaérobies (**Mukherji** *et al.*, 2004 ; **Zappi** *et al.*, 1996).

Il peut arriver que des composés potentiellement biodégradables ne subissent pas d'attaques par les microorganismes. Plusieurs raisons peuvent être suggérées (Lecompte, 1998 ; USEPA 1998) :

- le polluant n'est pas biodisponible pour les micro-organismes ;
- les teneurs intrinsèques en nutriments nécessaires sont insuffisantes ;
- la concentration du polluant est trop élevée dans le site de sorte qu'elle empêche la prolifération microbienne et le métabolisme
- la présence de mélanges de substances peut développer des phénomènes d'inhibition et stopper le processus, parfois en empoisonnant les micro-organismes présents.

Par ailleurs, il peut arriver que des produits réputés non biodégradables sous certaines conditions le deviennent sous d'autres.

#### I.2.1. Biodégradation des hydrocarbures aliphatiques

Les n-alcanes sont plus rapidement métabolisés, leur cinétique est deux fois supérieure comparée à celle des hydrocarbures totaux (**Namkoong** *et al.*, 2002).

Les alcanes entre  $C_{10}$  et  $C_{20}$  sont des substrats aisément dégradables, tandis que les composés à chaîne plus courte sont un peu plus toxiques. Les alcanes à chaînes plus longues entre  $C_{20}$  et  $C_{40}$  (cires) sont des solides hydrophobes difficiles à dégrader du fait de leur faible solubilité et biodisponibilité. Les alcanes à chaînes ramifiées sont également dégradés mais beaucoup plus lentement que les alcanes à chaînes linéaires correspondants (**Solano-Serena** *et al.*, 2001). L'augmentation du nombre de ramification à pour effet de diminuer leur biodégradabilité (**Soltani, 2004**). Les cinétiques de dégradation des alcanes sont inversement proportionnelles à la longueur de leur chaîne (**Brinkmann** *et al.*, 1998) tandis que celles des cycloalcanes, elles sont quelque peu variables selon **Atlas** (1981) mais tendent à être beaucoup plus lentes que celles des alcanes et à impliquer souvent plusieurs espèces microbiennes (**Balba** *et al.*, 1998).

#### I.2.2. Biodégradation des hydrocarbures aromatiques

Les hydrocarbures aromatiques polycycliques à nombre de cycles élevé (>4) sont les plus résistants (**Colombo** *et al.*, 1996, **Zappi** *et al.*, 1996) et sont considérés comme réfractaires à la biodégradation. Leur biodégradation nécessite des micro-organismes spécifiquement adaptés. Les positions ortho et méta confèrent une plus grande stabilité et augmentent la résistance des molécules aromatiques comme c'est le cas pour les substitutions sur le carbone en alpha comparativement à celles en oméga. En général, plus une molécule est substituée, plus elle est difficile à dégrader et plus elle est récalcitrante.

La dégradation des hydrocarbures polyaromatiques (HAP) par les micro-organismes est étroitement liée au nombre de cycles : le potentiel de dégradation des HAP diminue à mesure que le poids moléculaire ou le nombre de cycles augmente. A l'inverse, **Potin** *et al.* (2004) observent des taux de dégradation des HAP plus élevés pour les composés à 5 et 6 cycles.

**Cerniglia** (1992) et **Richard** et **Dumad** (2002) ont observé que la vitesse de dégradation des HAP est inversement proportionnelle à leur poids moléculaire et donc au nombre de cycles aromatiques composant la molécule.

**Villemur** *et al.* (2000) ont observé dans le cas du pyrène, une dégradation complète en moins de 15 jours, puisque 80% était minéralisé au bout de 11 jours. Le benzo(a)pyrène, est dégradé à raison de 65% au bout de 32 jours tandis que dans le cas du chryme, la minéralisation commence après 7 jours et atteint 70% après 54 jours de traitement.

**Richard et Dumad** (2002) estiment que tous les HAP répertoriés par (EPA) sont concernés par le traitement biologique et que les taux de biodégradation varient entre 76,5% pour les plus lourds et 98,9% pour les plus légers.

La dégradation des hydrocarbures monoaromatiques est initiée par des monooxygénases (hydroxylases) agissant sur les substituants alkyles du cycle aromatique ou sur le cycle lui- même. Le mode d'attaque dépend des groupements alkyles mais pour un même composé, il dépend également de la souche bactérienne (Scriban, 1999). Le processus de biodégradation des hydrocarbures aromatiques polycycliques est semblable à celui des aromatiques monocycliques. Après la double hydroxylation du premier noyau, une étape d'oxygénation supplémentaire est nécessaire pour chaque ouverture de cycle.

Il ressort des différentes études que la faible biodisponibilité des HAP est particulièrement prononcée dans les sols pollués depuis un certain temps et que la teneur initiale en polluants dans le sol influence de manière significative les niveaux de dégradation des HAP.

Les structures aromatiques et cycloparaffiniques fortement condensées, les goudrons, le bitume et les matériaux asphaltiques ont les points d'ébullition les plus élevés et montrent la plus grande résistance à la biodégradation (**Atlas**, 1981).

## I.2.3. Biodégradation du gasoil

Dans le cas du gasoil, les différentes compositions en classes structurales d'hydrocarbures expliquent les taux de dégradation variables. Le taux de biodégradation peut être proche de 100% lorsque les alcanes linéaires sont abondants.

La biodégradation du gasoil dépend de sa composition. C'est ainsi que le taux de biodégradation varie entre 60% et 73% selon **Marchal** *et al.* (2003) et entre 70% et 90% selon **Vandecasteele** *et al.* (2001).

**Brinkmann** *et al.* (1998) ont observé qu'à la fin d'un traitement biologique, les *n*alcanes sont complètement éliminés alors que la concentration des molécules lourdes est considérablement réduite. **Ghazali** *et al.* (2004) ont constaté que 67 % à 98% d'une fraction du gasoil ( $C_{15} - C_{22}$ ) sont dégradés après 30 jours de traitement.

Selon Fotinich *et al.* (1999), l'augmentation du débit d'air ou de la température augmente considérablement le processus de dégradation biologique du gasoil. Par ailleurs Berry et Burton (1997) ont obtenu une atténuation complète du gasoil au bout de 74 jours.

**Boopathy** (2003) a étudié la biodégradation anaérobie du gasoil dans des réacteurs anaérobies à boues de sol en utilisant divers accepteurs d'électrons (sulfate, nitrate,...). Les

meilleurs résultats sont observés dans le cas d'un mélange d'accepteurs d'électrons suivi du sulfate. Le taux d'enlèvement du gasoil après 290 jours de traitement atteint 80,5% dans le cas d'un mélange d'accepteurs d'électron et 55% dans le cas du sulfate. Enfin, cette étude a mis en évidence que la population microbienne hétérogène endogène a les capacités métaboliques pour dégrader le gasoil.

### I.2.4. Micro-organismes dégradeurs des hydrocarbures

Les bactéries, les levures et les mycètes sont largement présentes dans les systèmes aqueux et le sous sol. Les bactéries et les levures semblent être les micro-organismes dominants dans les systèmes aquatiques tandis que les mycètes et les bactéries sont les principaux dégradeurs des hydrocarbures dans le sol. Il est bien établi qu'une espèce microbienne ne peut dégrader à elle seule complètement une huile donnée. La dégradation d'huiles brutes et de raffinage semble impliquer un consortium de micro-organismes, y compris les formes euckaryotiques et prokaryotiques (**Barriuso** *et al.*, 1996).

Les principaux genres connus pour être responsables de la dégradation des hydrocarbures sont : Nocardia, Pseudomonas, Acinetobacter, Flavobacterium, Micrococcus, Arthrobacter, Corynebacterium, Achromobacter, Rhodococcus, Alcaligenes, Mycobacterium, Bacillus, Aspergillus, Mucor, Fusarium, Penicillium, Rhodotorula, Candida et Sporobolomyces (Atlas, 1981).

Les travaux de **Song** *et al.* (1986) montrent que 82% de la minéralisation du nhexadécane est attribuée aux bactéries tandis que 13% aux fungis.

La dégradation des hydrocarbures monoaromatiques, est essentiellement le fait de bactéries gram-négatives (*Pseudomonas*) et gram- positives du groupe CMN (**Scriban**, 1999).

**Ghazali** *et al.* (2004) ont mis en évidence les performances de l'espèce *P. Aeruginosa, et les genres Bacillus* et *Micrococcus* pour dégrader et minéraliser les alcanes à moyennes et longues chaines présents dans le gasoil tandis que **Slaoui** *et al.* (2001) ont observé que l'espèce *P. Aeruginosa* est la plus performante.

Dans le sol, beaucoup de champignons responsables de pourriture blanche, du genre *white rot fungi* sont également connus pour dégrader un éventail de composés aromatiques et polyaromatiques considérés comme non dégradables tels le *Phanerochaete, Chrysosporium* selon **Potin** *et al.* (2004).

L'utilisation de mycètes, champignons qui regroupent certaines levures et des moisissures et même parfois (rarement) des bactéries (comme les *actinomycètes*) pouvant produire du mycélium (ensemble de filaments plus ou moins ramifiés, appelés hyphes) est de plus en plus préconisée pour la biodégradation des HAP. Ces micro-organismes du sol ont la capacité d'atteindre les xénobiotics même lorsqu'ils sont immobilisés dans des micropores grâce à leur mycélium multicellulaire (ou extension mycélienne).

Dans les processus de bioremédiation, les micro-organismes issus d'un sol pollué sont en général beaucoup plus adaptés pour métaboliser les HAP que des organismes exogènes issus d'ailleurs.

## I.2.5. Facteurs influençant la biodégradation des hydrocarbures

Plusieurs facteurs influencent la dégradation des hydrocarbures dans les sols dont :

- le pH, l'humidité, les nutriments, l'oxygène et la température ;
- La structure et la nature du sol ;
- Le nombre et les types de micro-organismes présents ;
- La concentration, la structure chimique des hydrocarbures et leur distribution dans le sol;
- La disponibilité des macronutriments et micronutriments, de l'oxygène et des hydrocarbures aux micro-organismes;
- L'âge de la pollution.

En effet, le pouvoir récalcitrant de certains polluants, leur faible biodisponibilité générée par une forte interaction avec le sol (principalement par adsorption sur la matière organique et la fraction argileuse), une faible solubilité dans l'eau et leur toxicité vis-à-vis de nombreuses bactéries sont des facteurs limitant dans les procédés de bioremédiation.

Des teneurs élevées en hydrocarbures peuvent inhiber l'activité biologique ou être toxiques vis-à-vis des micro-organismes alors que de faibles concentrations ne peuvent soutenir des activités microbiennes.

La présence de mélange de substances considérées comme biodégradables, peut être à l'origine de phénomènes d'inhibition qui peuvent soit retarder le processus de biodégradation soit le stopper avec parfois l'empoisonnement des micro-organismes présents (Lecompte, 1998; Reardon *et al.*, 2000).

Avec le temps, la molécule organique peut diffuser dans la matrice du sol et ne plus être accessible aux microorganismes. La sorption des contaminants hydrophobes par la matière organique du sol réduit leur biodisponibilité. La biodisponibilité est un facteur très important lié à la persistance des polluants (**Dutheil**, 2003 ; **Lei** *et al.*, 2005).

**Gogoi** *et al.* (2003) ont démontré que dans le cas teneurs élevées en hydrocarbures, le processus de bioremédiation était limité la plupart du temps aux macropores du système.

#### I.2.5-a. pH

La plupart des micro-organismes sont capables de se développer dans un intervalle de pH allant de 5 à 9 avec un optimum se situant aux alentours de 7 légèrement alcalin (**Gabet**, 2004). **Dibble** et **Bartha** (1979) ont mis en évidence que la dégradation des hydrocarbures est maximale pour des pH compris entre 7,5 et 7,8 et est inhibée pour des valeurs inférieures. Une telle préférence de pH est spécifique ou typique des bactéries tandis que les mycètes sont plus tolérants aux conditions de pH.

### I.2.5-b. Humidité

Les processus métaboliques des micro-organismes requièrent un taux d'humidité minimal supérieur à 2% en masse. Des taux d'humidité du sol inférieurs à 2% limitent la croissance microbienne et les vitesses de biodégradation (Ballerini, 1999; Davis et Madsen, 1996). Davis et Madsen (1996) ont observé dans le cas du toluène, que pour un taux d'humidité de 2%, il n'y avait pas de dégradation et que pour un taux de 14%, la dégradation est presque complète.

Les taux d'humidité préconisés dans la littérature, varient selon les auteurs, **Ballerini** (1998) propose 10%, **Davis** et **Madsen** (1996) proposent 14%, **Nano** *et al.* (2003) proposent un taux d'humidité supérieur à 15% tandis que **Sabaté** *et al.* (2004) suggèrent qu'il soit ajusté à 60% de la capacité de rétention d'eau du sol.

**Aguilera-Vázquez** *et al.* (2001) considèrent que l'activité de l'eau est proportionnelle à l'eau libre pouvant véhiculer les aliments solubles à la biomasse, contrairement à l'humidité qui inclut toute la teneur en eau. Beaucoup de chercheurs préconisent des taux d'humidité entre 50 et 70% de la rétention totale d'eau ou la teneur en eau à saturation (égale à la porosité). Des teneurs supérieures à 70% influent sur la perméabilité des sols aux gaz et par conséquent limitent la diffusion de l'oxygène et les métabolismes microbiens aérobies (**Sabaté** *et al.*, 2004).

#### I.2.5-c. Température

La température influence profondément la multiplication microbienne et le métabolisme. Les températures optimales de croissance et des réactions biochimiques des micro-organismes du sol varient considérablement selon les espèces. Les micro-organismes ont une température optimale de croissance de 10°C pour les psychrophiles, de 30°C pour les mésophiles et de 60°C pour les thermophiles (Leclerc, 1977). En général, il y a une corrélation positive entre la température et la biodégradation.

Le métabolisme microbien et la biodégradation des composés organiques augmentent avec l'augmentation de la température (Atlas, 1981; Gibb *et al.*, 2001; Scriban, 1999). Coulon *et al.* (2003) observent que l'augmentation de la température ( $4^{\circ}C - 20^{\circ}C$ ) ne semble pas avoir un effet marqué sur l'abondance des micro-organismes totaux et hétérotrophes mais induit une légère augmentation des micro-organismes spécifiques de la dégradation des hydrocarbures.

Dans le cas particulier des mésophiles, la vitesse de biodégradation est dédoublée pour une augmentation de 10°C, dans la gamme de température non inhibitrice de la croissance de 10 à 40°C selon **Bossert** et **Bartha (Delille** *et al.*, 2004 ; **Gibb** *et al.*, 2001 ; **Scriban** ; 1999).

**Gray** *et al.* (2000) observent que l'augmentation de la température de 21°C à 30°C accélère la cinétique initiale d'enlèvement des hydrocarbures mais le taux d'enlèvement ultime reste inchangé. Cela suggère que c'est le phénomène de désorption qui limite le taux d'enlèvement des hydrocarbures et non l'activité biologique.

**Gibb** *et al.* (2001) montrent que le taux de dégradation des hydrocarbures diminue avec la diminution de la température de 20 à 5°C quand la population microbienne est en phase de croissance. En revanche, le taux de dégradation est indépendant de la température en phase stationnaire.

Par ailleurs, les faibles températures réduisent l'activité microbienne jusqu'à un certain point. Cependant, d'autres facteurs limitent la biodégradation, telle la disponibilité de l'eau et des nutriments.

#### I.2.5-d. Nutriments

L'importance des nutriments dans les processus microbiens est depuis longtemps connue (**Barooah** et **Borthakur**, 1999). La biodégradation des hydrocarbures est limitée par la disponibilité de l'azote et du phosphore nécessaires aux micro-organismes présents en quantités insuffisantes dans les hydrocarbures. L'azote (N) est requis pour la synthèse des acides aminés tandis que le phosphore (P) est impliqué dans le transport d'énergie sous forme de triphosphate d'adénosine. Les sols contaminés où les teneurs intrinsèques en N et P sont faibles, nécessitent l'addition de nutriments pour permettre une augmentation suffisante de biomasse et par conséquent un taux de dégradation significatif des hydrocarbures.

En général, c'est le rapport de Redfield considéré comme optimal (C/N/P) = (106/16/1) qui est préconisé (Ferguson *et al.*, 2003). Le rapport C/N approprié et/ou optimal

pour la biodégradation s'étend de 14/1 selon **Møller** *et al.* (1995) jusqu'à 560/1 selon **Hoyle** *et al.* (1995). Plusieurs chercheurs (**Chaîneau** *et al.*, 2000; **Kwock** et **Loh**, 2002; **Van Kemenade** *et al.*, (1996) s'accordent sur la même quantité de nutriments à rajouter pour stimuler l'activité microbienne et déterminée par un rapport molaire C/N/P de 100/10/1.

**Manilal** et **Alexander** (1995), constatent que la biodégradation peut être inhibée par l'addition de nutriments. **Walworth** *et al.* (1997) suggèrent que les teneurs en nutriments soient rapportées à la teneur en eau dans le sol plutôt qu'à la teneur en hydrocarbures par unité de poids de sol sec.

A l'inverse, **Mukherji** *et al.* (2004) trouvent que la croissance microbienne atteint un maximum pour un rapport molaire optimal N/P de 2/1. Au-delà de 5/1, la croissance microbienne est inhibée pour devenir négligeable lorsque le rapport N/ P est supérieur à 10.

L'approvisionnement en ces deux éléments essentiels (N, P) en tant que sels hydrosolubles pose plusieurs problèmes dont celui de la sorption, l'assimilation par d'autres bactéries non dégradantes, et les réactions de nitrification dénitrification selon **Stevenson** et *al* (**Ferguson** *et al.*, 2003 ; **Walworth** *et al.*, 2001). L'utilisation de sources hydrophobes d'azote et de phosphore de faible solubilité peut surmonter ces problèmes selon **Rosenberg** *et al.* (1996).

Des essais de bioremédiation pendant 10 jours de sol pollués par des hydrocarbures dans des réacteurs agités ont mis en évidence un taux d'enlèvement des hydrocarbures plus important de 76% comparé à 66% dans le cas de sol amendé par des produits inorganiques. Une augmentation de la population bactérienne est également observée. L'addition du consortium bactérien pour différents amendements augmente de façon significative le taux d'enlèvement des hydrocarbures (cambouis de pétrole).

**Greer** *et al.* (2003) et **Venosa** *et al.* (2002) ont observé que l'activité microbienne augmente en réponse à l'application de l'azote et du phosphore et que l'ajout de nitrate d'ammonium, facilement assimilés par les bactéries, augmente davantage l'activité microbienne comparé à l'ajout de nitrate de sodium qui ne stimule pas la minéralisation

**Kwok** *et al.* (2003) mettent en évidence, dans le cas de la biodégradation du phénanthrène, que la biodisponibilité des nutriments en présence est étroitement liée à la capacité de sorption de  $KH_2PO_4$ . L'augmentation du  $KH_2PO_4$  s'accompagne d'une augmentation du taux de biodégradation de phénanthrène à travers tous les types de sol, indiquant que le phosphore est un facteur limitant. Le phosphore de phényle, composé organique, a de plus grandes capacités de sorption que  $KH_2PO_4$ , il augmente la biodégradation du phénanthrène. La disponibilité biologique du phosphore de  $KH_2PO_4$  dans la biodégradation du phénanthrène. La disponibilité biologique du phosphore de  $KH_2PO_4$  et du phosphore de phényle a été bien corrélée avec la concentration efficace du phosphore définie par le produit de la concentration en équilibre du phosphore absorbé dans un sol et la fraction de surface des particules de sol accessible aux microorganismes.

## I.2.5-e. Oxygène

La disponibilité d'accepteurs d'électrons constitue un facteur limitant au développement des processus microbiologiques dans les sols. C'est l'oxygène qui joue ce rôle dans le cas des procédés aérobies.

L'oxydation par l'oxygène semble être le mécanisme primaire dans la biodégradation des hydrocarbures (**Greer** *et al.*, 2003). Cette étape initiale du catabolisme des hydrocarbures par les micro-organismes implique l'intervention d'hydroxylases et d'oxygénases, pour lesquelles l'oxygène est indispensable (**Reardon**, 2000 ; **Van Beilen**, 2003).

La teneur en oxygène doit être supérieure à 10% pour stimuler la dégradation par voie aérobie **(Scriban**, 1999; **Vogel**, 2001). La dégradation anaérobie des composés hydrocarbonés par les micro-organismes peut se produire mais les cinétiques sont beaucoup plus lentes que celles de la biodégradation aérobie (Li *et al.*, 2000).

Une texture argileuse et la présence de matières organiques affectent la teneur de l'oxygène dans le sol.

En général, les taux de conversion et les cinétiques de biodégradation dans des conditions aérobies sont considérablement plus élevés que ceux dans des conditions anaérobies (**Brinkman** *et al.*, 1998, **Li** *et al.*, 2000 ; **Mukherji** *et al.*, 2004 ; **Zappi** *et al.*, 1996).

# I.3. Procédés biologiques

Les procédés biologiques s'inscrivent dans le cadre des traitements mis en œuvre pour la réhabilitation des sites et sols pollués comme l'illustre le tableau III-1.

Le choix d'un procédé qui est souvent une combinaison de plusieurs techniques, simultanément ou successivement (Gogoi *et al.*, 2003 ; Kãstánek et Kãstánek, 2005) est régi par la géologie du site, les propriétés du sol, la nature et la concentration polluants présents, les risques de contamination des eaux souterraines, les objectifs de dépollution à atteindre, les délais imposés, l'espace disponible, le contexte économique et réglementaire et la destination future du site (USEPA, 1996 ; USEPA, 97-004 1998 ; USEPA, 98-007 1998 ; USEEPA, 2004).

Les procédés biologiques, regroupent deux catégories de traitement, ex situ et in situ qui dans tous les cas, font appel à la biostimulation du milieu réactionnel, en procurant aux micro-organismes un environnement favorable à leur développement avec ou sans inoculation de consortiums bactériens (bioaugmentation).

## > Biostimulation

La biostimulation consiste à modifier les paramètres intrinsèques d'un site pour stimuler l'activité microbienne. Un apport de nutriments, pour rééquilibrer les rapports carbone/azote/phosphore et d'agents correcteurs du milieu est généralement nécessaire (**Vogel**, 2001). La biostimulation implique une augmentation de la teneur en oxygène, un ajustement des teneurs en éléments nutritifs tels que l'azote et le phosphore (**Coulon** et **Delille**, 2003), et dans certains cas l'amélioration des conditions physico-chimiques du sol pollué.

## ➢ Bioaugmentation

La bioaugmentaion est l'adjonction de micro-organismes et d'enzymes spécifiquement élevés et adaptés pour digérer un type précis de polluants en vue d'améliorer le taux de bioremédiation du sol lorsque la biostimulation de la flore indigène ne parvient pas à augmenter les vitesses de biodégradation (**Balba** *et al.*, 1998 ; **Bento** *et al.*, 2004; **Yu** *et al.*, 2005). Elle s'avère particulièrement intéressante dans les cas de bioremédiation de polluants très récalcitrants et/ou présents à des concentrations importantes dans le site (**Potin** *et al.*, 2004).

**Yerushalmi** *et al.* (2003) ont mis en évidence une résistance particulière à la biodégradation des hydrocarbures totaux de pétrole (TPH), en dépit d'une capacité élevée pour la minéralisation des hydrocarbures aromatiques. La biostimulation n'a pas amélioré le rendement d'élimination des hydrocarbures de pétrole, alors que la bioaugmentation du sol avec une culture adaptée augmente l'efficacité d'enlèvement des hydrocarbures qui passe de 20,4% à 49,2%. Une augmentation considérable d'élimination des TPH est obtenue dans les bioréacteurs agités, où l'augmentation du transfert de masse des hydrocarbures du sol à la phase aqueuse augmente l'efficacité d'enlèvement des hydrocarbures à plus de 70% après 10 jours d'incubation. Après 45 jours d'incubation, le taux de minéralisation des aromatiques passe de 41,3% à 58,9%, indiquant que 62,7% à 83,1% des TPH éliminés ont été transformés en CO<sub>2</sub> et eau.

De récentes recherches ont mis en évidence que la biostimulation de la flore microbienne endogène pour le traitement de sols pollués par des hydrocarbures n'est pas toujours avantageuse comparée à la bioaugmentation. Toutefois, l'utilisation de flores microbiennes isolées à partir du sol pollué et adaptées à la dégradation des hydrocarbures ne génère pas un taux élevé de dégradation des hydrocarbures (**Shkidchenko** *et al.*, 2004)

Yu *et al.* (2005) ont trouvé, après une semaine de traitement, que le pourcentage de dégradation des HAP était plus important dans un sol non stérile inoculé que dans le cas d'un sol stérile inoculé. Par contre, dans le cas du sol non stérile sans aucune inoculation, le plus faible pourcentage de dégradation est observé.

Lorsqu'ils sont applicables, les procédés biologiques peuvent traiter une large gamme de polluants organiques (**Balba** *et al.* 1998 ; **Lecompte**, 1998 ; **USEPA**, 1998, **Okuda** *et al.*, 2007) tels :

✓ les hydrocarbures pétroliers (gasoils, fuels, huiles minérales, BTEX) ;

✓ les déchets de l'exploitation du pétrole, boues et résidus d'huiles ;

 $\checkmark$  les produits et résidus organiques de l'industrie chimique de base, tels les alcools, l'acétone, les phénols, les aldéhydes et autres solvants ;

✓ les composés organiques halogénés, (trichloroéthylène, chloroforme...), mais aussi les PCB ;

✓ les composés plus complexes de type aromatiques polycycliques (HAP), pesticides...

## I.3.1. Technologies in situ

Les technologies in situ (bioventing, biosparging,...) sont utilisées sur le site même sans aucune excavation du sol, lorsqu'il y a risque de contamination de la nappe phréatique ou qu'il est impossible d'excaver le sol (sites industriels en activité). La flore microbienne autochtone adaptée est stimulée par l'injection d'air, d'eau oxygénée et de nutriments moyennant des puits d'injection. Dans ce contexte, les processus de bioremédiation in situ suscitent de plus en plus l'intérêt, en particulier lorsque les coefficients de perméabilité sont supérieurs à  $10^{-4}$  (**Troquet** *et al.*, 2003) puisqu'ils présentent des avantages de coût substantiels et ne produisent pas de sous-produits toxiques.

Le bioventing : la zone non saturée est aérée (aération forcée) pour stimuler les microorganismes du sol. L'injection d'air favorise le développement de la biomasse et la volatilisation des produits organiques volatils. Selon la nature des polluants (Vogel, 2001), ce traitement permet d'atteindre des rendements d'élimination de 90% toutefois les temps de biorestauration peuvent s'étaler sur plusieurs mois voire même dans certains cas sur deux - trois ans (Lecompte, 1998).

Le biosparging consiste en l'injection d'air dans la zone saturée en dessous du niveau de la nappe d'eau souterraine à traiter en utilisant des puits verticaux ou horizontaux. Cela permet de stimuler la biodégradation des polluants dissous dans l'eau ou piégés par capillarité dans les pores. L'air injecté dans le sous-sol est récupéré par aspiration. Le débit d'injection/aspiration doit être suffisamment faible pour permettre à la flore microbienne de dégrader les composés polluants entraînés par le courant d'air dans la zone non saturée (Lecompte, 1998; Ballerini, 1999). Les rendements de bioremédiation peuvent atteindre 99% (Vogel, 2001).

Catégorie de Traitement	Nature du Traitement		Efficacité sur les groupes de contaminant
Confinement			
		Venting /	
		Extraction sous vide	
	Physiques	Stripping	Solvants chlorésVolatils
		Injection d'air ou de vapeur	
		Extraction electrique	
In situ	Biologiques	Bioventing	Volatils résiduels, Huiles et Lubrifiants du gasoil
		Biosparging	
		Biofiltration	
		Bioslurping	
		Phytoremédiation	
	Lavage		
	Thermiques	Désorption thermique Chauffage direct ou indirect	Volatiles, Semi-volatiles, Polychlorobiphényles, Phénols chlorés, Pesticides, Herbicides, Dioxines/Furanes, Cyanides
		Pyrolyse	
		Chauffage direct ou indirect	
Ex situ	Chimiques	Extraction par solvant	Semi-volatiles halogénés, Volatiles et Semi-volatiles non halogénés, PCB, Pesticides
		Immobilisation	
		Oxydation	
	Biologiques	Compostage	Peu volatils
	Biostimulation	Landfarming	Peu volatils
	et/ou Bioaugmentation	Biopile	Gasoils, PCB
		Bioréacteur	

Tableau III-1 Différentes techniques de réhabilitation des sols (USEPA, 1996 ; USEPA, 1998 ; Lecompte, 1998)

La biofiltration permet de transférer les composés volatils véhiculés par l'oxygène ou l'air de la phase gazeuse vers un biofilm (milieu solide sur lequel sont fixés les microorganismes) où la biodégradation est réalisée.

Le bioslurping, basé sur le principe du slurping, est utilisé pour la récupération d'huiles flottantes. L'augmentation du débit de pompage permet de poursuivre cette récupération jusque dans la frange capillaire. Lorsque l'huile en phase libre est récupérée, le système bioslurping est facilement converti en système bioventing conventionnel pour achever la remédiation. L'efficacité du bioslurping, en termes de confinement d'une pollution libre, est supérieure à 98% (**Vogel**, 2001).

La phytoremédiation est basée sur l'emploi de certaines plantes qui, généralement en association avec les micro-organismes de la rhizosphère, éliminent, dégradent ou fixent les contaminants du sol. C'est une technologie en voie de développement proposée comme alternative ou technique complémentaire pour traiter un sol contaminé par des composés organiques ou minéraux. La phytoremédiation est un processus indirect ; une interaction s'effectue entre les racines des plantes et les micro-organismes. En géneral, plus les racines sont abondantes, la partie racinaire des plantes étant beaucoup plus riche en micro-organismes que les sols, plus la bioremédiation est alors améliorée (**Chaîneau** *et al.*, 2000 ; **Lecompte**, 1998 ; **Venosa** *et al.*, 2002).

**Gallegos-Martinez** *et al.* (2000) ont proposé la phytoremédiation comme moyen de décontamination d'un site contaminé depuis 40 ans avec du pétrole. La microflore identifiée a permis de dégrader 70% des hydrocarbures au bout de 30 jours.

# I.3.2. Les technologies ex situ

Les technologies ex situ, après excavation du sol, mettent en œuvre sur le site même ou ailleurs :

des systèmes à lits fixes non saturés pour la biodégradation en tas (compostage, landfarming, biopile) qui permettent le traitement de quantités considérables de sols moyennement pollués. Ce type de traitement requiert de grandes superficies et les cinétiques de dégradation observées sont faibles et par conséquent les durées de traitement sont longues (plusieurs semaines à années), particulièrement pour les climats froids ;

des bioréacteurs à l'intérieur desquels il est possible d'optimiser les différents paramètres environnementaux (nutriments, température, pH, accepteurs d'électrons et biomasse) pour aboutir à des vitesses de dégradation maximales. Ces systèmes parfaitement contrôlés, permettent plus de flexibilité et peuvent être utilisées sous des conditions aérobies ou anaérobies.

- Le compostage consiste à mélanger le sol contaminé avec des matériaux organiques frais et le disposer en andains régulièrement espacés, de quelques mètres de circonférence et d'environ un mètre de haut. L'augmentation de la température et l'accroissement de la diversité microbienne favorisent la biodégradation des polluants;
- Le landfarming est une technique plus élaborée qui repose sur l'épandage du sol sur une surface plane imperméable en couches très fines de sorte à favoriser son aération naturelle (Ballerini, 1999). Un fertilisant est ensuite ajouté, soit sous forme d'engrais chimique, soit sous forme de fumier, et à intervalles réguliers, le sol est travaillé, retourné et biné, pour permettre son aération. Des apports secondaires de fertilisant ou encore des

ensemencements de légumineuses, plantes fixant l'azote atmosphérique et pouvant servir d'engrais vert peuvent éventuellement être effectués (Lecompte, 1998).Le landfarming requiert de grandes surfaces et les taux de dégradation sont relativement faibles (Geerdink *et al.*, 1996). Les rendements sont meilleurs en été alors qu'en hiver le processus peut même s'arrêter complètement par temps de gel (Lecompte, 1998). Dans le cas de sols pollués contenant une fraction de composés volatils non négligeable, ces derniers sont éliminés par évaporation et des précautions doivent être prises conformément à la réglementation en vigueur (USEPA, 2004). Au Québec, où la législation interdit tout traitement de dépollution à l'air libre, le compostage et le landfarming sont remplacés par une technique de biodégradation en tas plus élaborée, appelée biopile ;

La biopile est un compostage plus élaboré où les paramètres biologiques et physicochimiques sont parfaitement contrôlés. Les matières à traiter sont empilées dans un ordre précis jusqu'à 2 à 4 mètres de hauteur sur une surface imperméable, légèrement en pente, surmontée ou non d'une couche de gravier drainante. L'introduction de drains uniformément répartis, permet l'aération forcée du milieu dans le cas de biopiles aérobies. Au sommet, un dispositif d'aspersion est mis en place ; il sert à humidifier et, éventuellement, à ajouter des nutriments et/ou des micro-organismes. L'ensemble est isolé de l'extérieur par une membrane imperméable (Scriban, 1999). Au démarrage de l'opération, une aspiration des gaz par le système de drainage du fond permet de récupérer un maximum de composés volatils. Ensuite, le dispositif est inversé afin d'injecter de l'air frais par la base du tas, provoquant ainsi l'augmentation de la vitesse de biodégradation.

## I.4. Bioréacteurs

Les bioréacteurs sont particulièrement utilisés lorsque la pollution est intense et que les micro-organismes ont des difficultés à se développer dans des conditions non contrôlées **(Gallego** *et al.,* 2001 ; **Troquet** *et al.,* 2003). Ces réacteurs fonctionnent soit en continu soit en discontinu, les temps de séjour variant avec la biodégradabilité des polluants. Ils accélèrent considérablement la vitesse de dégradation des polluants et présentent plusieurs avantages :

- meilleur contrôle des paramètres de culture (pH, température, nutriments);
- oxygénation plus efficace ;
- contacts entre micro-organismes et polluants plus intimes ;
- transferts de matière et thermique accrus ;
- maintien de conditions optimales de biodégradation par sélection de souches adaptées.

Les micro-organismes sont soit ceux du sol concerné, soit des micro-organismes extraits du même sol (endogènes) ou d'autres sites pollués et adaptés aux polluants à traiter, ou un consortium de souches pures dégradantes (**Costes** et **Druelle**, 1997).

Les réacteurs impliquent la mise en contact du sol contaminé, avec l'eau, les nutriments, l'oxygène, la biomasse et parfois des cosubstrats ou des agents tensioactifs pour augmenter le taux de biodégradation. L'utilisation d'agents tensio-actifs peut améliorer la mobilité des contaminants en solubilisant les hydrocarbures adsorbés (Feng *et al.*, 2000). Des apports microbiens en cours de traitement sont possibles. L'addition de biosurfactants est également préconisée pour augmenter la mobilité et par conséquent, améliorer la biodisponibilité des hydrocarbures. Bardi *et al.*, (2000) et Cassidy et Hudak (2001) ont constaté que la production de biosurfactants par des micro-organismes a augmenté la biodégradation du gasoil.

Deux types de réacteurs sont utilisés. Dans les bioréacteurs à boues, le sol tamisé au préalable est mis en suspension dans l'eau moyennant une agitation mécanique tandis dans les bioréacteurs en phase solide, l'eau est introduite pour maintenir un taux d'humidité suffisant et constant. Les bioréacteurs à boues de type boues activées sont couramment utilisées aux Etats-Unis pour traiter les sols contaminés par des polluants récalcitrants (HAP, PCP,...).

Dans certains cas, des agents structurants sont rajoutés au sol amendé pour assurer l'efficacité de l'aération tandis que le brassage occasionnel, augmente la biodisponibilté des polluants et réduisent de manière considérable la durée du traitement dans les bioréacteurs en phase solide (**Samson**, 1997).

Dans les bioréacteurs à boues, le sol est mis en suspension dans l'eau avec des pourcentages de solide compris entre 20 et 70% en masse (**Barooah** et **Borthakur**, 1999 ; **Samson**, 1997). Les vitesses d'agitation utilisées doivent être réduites mais suffisantes pour maintenir le sol en suspension et réduire le cisaillement du floc microbien.

En général, l'aération est assurée par de l'air comprimé à partir de diffuseurs situés au fond du réacteur. **Nano** *et al.* (2003) préconisent de saturer l'air en eau au préalable pour réduire les pertes par évaporation et que les débits d'air soient ajustés pour maintenir une teneur en oxygène dans le réacteur proche de celle de saturation, c'est-à-dire approximativement de 6,5 mg/l, la teneur en oxygène étant directement liée au débit d'aération.

La circulation d'air et la vitesse d'agitation sont des facteurs importants affectant l'efficacité de la biodégradation dans les bioréacteurs à boues (SPB). L'aération combinée à un système d'agitation vise à améliorer les transferts d'oxygène et les contacts entre les phases biotique et abiotique. **Rijnaarts** *et al.* (**Geerdink** *et al.*, 1996) et **Brinkmann** *et al.* (1997) ont mis en évidence une bonne corrélation entre l'intensité de l'agitation, le transfert d'oxygène et la cinétique de dégradation des hydrocarbures.

**Rhykerd** *et al.* (1999) ont étudié et comparé l'influence de deux méthodes d'aération (labourage, aération forcée) en présence et en l'absence d'agents de tassement utilisés pour augmenter la porosité dans le cas d'un sol pollué à 10% d'hydrocarbures totaux de pétrole (TPH) durant 30 semaines. La teneur en TPH diminue dans tous les cas tandis que la présence d'agents de tassement accélère le processus de bioremédiation. La cinétique est beaucoup plus importante durant les 12 premières semaines du traitement où les TPH ont diminué de 82% dans le cas le plus favorable comparé à 33% dans le cas le plus défavorable.

**Collina** *et al.* (2004) considèrent que l'agitation augmente le taux de volatilisation de l'oxygène et des hydrocarbures et diminue par conséquent le taux de biodégradation. Il est essentiel de déterminer pour un débit d'air donné, la vitesse d'agitation optimale pour maximiser la biodégradation et réduire au minimum le taux de volatilisation. En effet, l'agitation augmente le contact entre les différentes phases en présence, le transfert de matière et par conséquence, augmente le taux de biodégradation. Elle augmente également la surface de contact entre la phase boueuse et le gaz introduit progressivement dans le bioréacteur et de ce fait la perte par volatilisation d'oxygène et des hydrocarbures.

**Jee** *et al.* (1998) mettent en évidence des pertes par volatilisation significatives. Dans le cas d'un sol pollué par du phénanthrène et traité dans un bioréacteur agité pendant 7 jours, le taux de volatilisation varie entre 8 et 44% lorsque le système est agité mécaniquement et entre 37 et 53% en l'absence d'agitation mécanique. Le taux de volatilisation diminue avec l'augmentation du pourcentage de solide dans le réacteur.

Plusieurs modes de fonctionnement des bioréacteurs à boues (SPB) dans le cas de pollution du sol par des huiles, ont été étudiés tant à l'échelle laboratoire qu'à l'échelle pilote

et mettent en évidence que les meilleurs résultats sont obtenus dans le cas de réacteurs à fonctionnement séquentiel (SS-SBR).

**Cassidy** *et al.* (2000) trouvent que la teneur en gasoil, dans le cas d'un sol sableux pourrait être réduite de 12 g/kg à moins de 1g/kg en 4jours en utilisant un SS-SBR dans lequel les conditions optimales d'oxygène dissous et de pH sont contrôlées. Dans le cas des fines particules, la bioremédiation du sol dans un SPB précédée d'une opération de lavage serait préconisée pour une totale dégradation du gasoil. Toutefois, le taux de biodégradation des huiles de pétrole dans un SPB est d'autant plus faible que la fraction de particules fines du sol est grande.

**Geerdink** *et al.* (1996) obtiennent une réduction de la teneur en gasoil de 17g/kg à 0.05g/kg dans le cas d'un sol argileux après plus de 10 semaines dans un SPB tandis que **Nano** *et al.* (2003) améliorent le fonctionnement d'un SoPB avec l'introduction d'additifs du sol, de surfactants et du sable (10%). Le sable augmente la porosité du lit et par conséquent améliore la diffusion de l'oxygène et les surfactants augmentent la biodisponibilité des polluants. Ils observent une réduction de la teneur en gasoil de 15g/kg à 1g/kg après une semaine de traitement.

L'aération et le transfert d'oxygène sont des paramètres clés dans le domaine de la bioremediation des sols contaminés par les hydrocarbures. **Troquet** *et al.* (2003) ont étudié la bioremédiation d'un sol pollué par des hydrocarbures dans deux types de réacteurs, des colonnes de lit fixe et un tambour rotatif. Les taux de biodégradation observés s'étendent de 22,3 % pour le réacteur rotatif, à 54,7 % pour les colonnes dans le cas le plus favorable après 200 jours de traitement. Ces travaux montrent d'une part que les taux de biodégradation sont régis par les coefficients de transfert d'oxygène ( $k_La$ ) gaz - liquide et par conséquent, le transfert d'oxygène est un facteur limitant important dans les processus de bioremédiation. Dans le cas du réacteur rotatif, le transfert d'oxygène constitue un facteur limitant pour des vitesses moyennes de rotation entre 7,5tr/min et 15tr/min.

D'autre part, les meilleurs taux de biodégradation sont obtenus dans les colonnes de lit fixe dans lesquelles le flux d'air passe complètement par la couche de sol. Toutefois, les résultats de biodégradation observés dans les cinq réacteurs ne sont pas identiques et par conséquent, il est difficile de prévoir avec succès les taux de biodégradation cherchés dans un cas précis.

L'augmentation de la température de 25 à 35°C a diminué le temps requis pour la minéralisation complète du n-dodécane de 30% approximativement dans un SPB (**Okuda**, 2007).

Les bioréacteurs à boues SPB sont de loin plus efficaces que les bioréacteurs en phase solide SoPB ou que les biopiles, ils permettent un meilleur contact entre les phases biotique et abiotique. Cette efficacité se traduit par des taux importants de biodégradation des polluants et par conséquent des temps de séjour relativement faibles en accélérant considérablement la cinétique de dégradation des polluants et une uniformité de la bioremédiation du sol. Les durées de traitement requises, largement diminuées, varient de quelques jours à quelques semaines (**Nano** *et al.*, 2003 ; **Troquet** *et al.*, 2003).

Cependant, les coûts énergétiques pour maintenir le sol en suspension et les investissements sont nettement plus importants. Lorsque la durée requise pour le traitement n'est pas trop longue, le bioréacteur à boues reste compétitif.

A l'inverse, le traitement des sols dans les bioréacteurs en phase solide est peu coûteux, il exige une faible quantité d'énergie pour l'aération forcée ce qui rend la bioremédiation en phase solide plus attrayante car plus rentable même lorsque les durées de traitement sont très longues. Toutefois, l'enlèvement non uniforme des hydrocarbures, les faibles cinétiques et taux de biodégradation ; attribués à une distribution non homogène des

nutriments et des micro-organismes dans le sol ; réduisent souvent l'efficacité de traitement en phase solide.

Les facteurs les plus importants influençant l'activité microbienne sont la disponibilité de l'oxygène dans le cas de systèmes aérobies déterminée par un coefficient de transfert de matière et la disponibilité du substrat, source de carbone et d'énergie. Plusieurs études ont montré que les taux de biodégradation des polluants diminuent de façon significative lorsque la biodisponibilité du polluant devient le facteur limitant. Le taux de biodégradation étant fonction du taux d'assimilation des polluants par les micro-organismes et du métabolisme mais également du transfert de matière (accessibilité) du polluant aux cellules microbiennes. En général, deux phases sont observées, une première où la cinétique de dégradation est élevée et le taux de dégradation des hydrocarbures est maximal suivie d'une deuxième étape plus lente dans les bioréacteurs à boues. **Nano** *et al.* (2003) considèrent que la poursuite de cette deuxième étape, où la biodisponibilité du polluant constitue le facteur limitant et qui requiert des temps de traitement très longs, dans des bioréacteurs en phase solide serait plus rentable. Le traitement dans un bioréacteur à boues suivi dans un bioréacteur en phase solide de traitement quand il utilisé seul.

## I.5. Jets libres turbulents

# I.5.1. Description d'un jet libre turbulent

Un jet est un fluide qui émerge d'un orifice dans un milieu infini au repos et constitué du même fluide. Il est considéré comme libre tant que la dimension latérale du réacteur qui le contient est supérieure à cinq fois la longueur du jet (**Davies**, 1972 ; **Midoux**, 1988).

Le jet peut suivre deux régimes d'écoulement : un régime laminaire qui ne présente aucun intérêt car il conserve longtemps son individualité, ne favorise pas le mélange des différentes phases et n'assure pas un bon échange thermique, et un régime turbulent qui assure un bon échange de masse et de chaleur et de ce fait a été très étudié dans la littérature (Abramovitch, 1963 ; Badirou, 1992 ; Behie, 1970 ; Merry, 1976 ; Subramanian, 1984).

Le jet libre devient turbulent pour des vitesses d'injection  $U_o$  de l'ordre de quelques mètres par seconde (Schlichting 1968) et pour un nombre de Reynolds ; calculé sur la base du diamètre de l'orifice duquel il émerge ; supérieur à 1000 (**Labidi** (1992)) et à 2500 selon **Midoux** (1988).

Au cours de son développement, le jet turbulent entraîne une augmentation du débit et du flux massique avec l'éloignement x par rapport au point d'injection alors que la quantité de mouvement est conservée. Dans le même temps, le jet s'élargit tandis que la vitesse axiale du fluide diminue.

Un jet libre turbulent est souvent divisé en quatre zones distinctes définies par leur distance x par rapport au point d'injection. (Abramovitch, 1963 ; Davies, 1972 ; Midoux 1988) comme l'illustre la figure I.1.



Figure I.1. : Représentation d'un jet libre turbulent (Midoux, 1988)

- Zone initiale : au voisinage immédiat de l'injecteur, sur l'intervalle  $0 \le x \le 6,2d_0$ , le jet présente un noyau à écoulement potentiel dont les propriétés (vitesse, température, concentration) sont constantes et égales à celles du jet à la sortie de l'injecteur. A l'extérieur du noyau, la couche limite commence à se développer. **Badirou** (1992) et **Quinn** *et al.* (1989) ont montré que les profils de vitesse dans cette zone dépendent essentiellement de la géométrie de l'orifice utilisé et ne présentent pas de symétrie axiale ;
- Zone de transition : c'est la zone de passage d'un écoulement laminaire à un écoulement turbulent qui s'étend sur une distance comprise entre 6,4 et 8 d<sub>0</sub>. Elle est souvent négligée dans les calculs du fait de la difficulté d'expliquer l'origine et la naissance de la turbulence ;
- Zone principale de régime établi : C'est la zone des profils semblables dans laquelle le régime est considéré comme établi. Elle est caractérisée par l'auto-similitude et la symétrie de révolution des profils de vitesse, de température et de concentration, et s'étend sur l'intervalle  $8d_0 \le x \le 100d_0$ ;
- Zone terminale : au-delà de x = 100d<sub>o</sub>, le jet commence à dégénérer et les composantes de vitesse tendent rapidement vers zéro et la zone de jet s'élargit.

## I-5.2. Caractéristiques générales d'un jet libre turbulent

Les principaux résultats pour caractériser le phénomène de jet se rapportent à l'étude de l'écoulement du fluide dans la zone principale d'écoulement établi. Au niveau d'une section transversale du jet, la vitesse est maximale sur l'axe du jet puis diminue pour s'annuler à la frontière du jet comme l'illustre la figure1.2.



Figure I.2 : Profil de vitesse dans un jet libre turbulent (Midoux, 1988)

## I.5.2.1. Vitesse maximale du jet

La vitesse axiale du fluide  $U_m(x)$  dépend de la position relative par rapport à l'axe du jet et par rapport au point d'injection. Elle est maximale sur l'axe du jet et diminue avec la distance axiale x à l'injecteur. Elle est inversement proportionnelle à x dans le cas de jets circulaires (3D) et à la racine carrée de x lorsque le jet est plan (2D).

Rajaratnam (1976) (Rajaratnam, 1981) propose :

$$\frac{U_m}{U_o} = 6,30 \left(\frac{d_o}{x}\right) \qquad \text{pour un jet axisymétrique} \qquad (I-2)$$
$$\frac{U_m}{U_o} = 3,70 \left(\frac{d_o}{x}\right)^{0.5} \qquad \text{pour un jet plan} \qquad (I-3)$$

Dans le cas de jets turbulents à densité variable, **Kataoka** (1986) propose pour un fluide incompressible, à faible nombre de Mach (<0,1) (**Labidi**, 1992) :

$$\frac{U_m}{U_o} = 0.16 \left(\frac{\rho_g}{\rho_{go}}\right)^{0.3} + \frac{d_o}{(x - x_o)} + 1$$
(I-4)

**Badirou** (1992) a constaté que plus, la vitesse initiale du jet est grande plus, la côte x où le jet se dissipe est élevée.

#### I.5.2.2. Profils de vitesse, concentration et température

Les profils de vitesse présentent une symétrie axiale et de révolution et admettent une propriété d'autosimilitude. Les profils de vitesse réduits sont souvent représentés par l'expression de Schlichting (**Midoux**, 1988) :

$$\frac{U}{U_m} = \left[1 - \left(\frac{y}{b}\right)^{1.5}\right]^2 \qquad \text{pour } \frac{y_{1/2}}{b} = 0,44 \qquad (I-5a)$$

Dans un milieu en mouvement, de vitesse uniforme  $U_f$ , Schlichting conserve la même relation en tenant compte de la vitesse à la frontière du jet qui devient :

$$\frac{U - U_f}{U_m - U_f} = \left[1 - \left(\frac{y}{b}\right)^{1.5}\right]^2 \tag{I-5b}$$

Ces profils de vitesse réduits sont également représentés par la distribution de Gauss, couramment utilisée et l'expression de Görtler qui s'adapte fidèlement aux résultats expérimentaux au centre du jet et les surestime à sa frontière.

$$\frac{U}{U_m} = \exp\left[-\ln 2\left(\frac{y}{y_{1/2}}\right)^2\right] \qquad \text{équation de Gauss} \qquad (I-6)$$
$$\frac{U}{U_m} = \frac{1}{\left(1 + c\eta^2\right)^2} \qquad \text{équation de Görtler} \qquad (I-7)$$
Avec
$$c = \sqrt{2} - 1$$
$$\eta = \frac{y}{y_{1/2}}$$

La théorie de Prandtl et Tollmien (**Abramovitch**, 1963) conduit à une similitude entre les profils de concentration, de température et de vitesse.

$$\frac{U - U_f}{U_m - U_f} = \frac{T - T_f}{T_m - T_f} = \frac{C - C_f}{C_m - C_f}$$
(I-8a)

Les résultats expérimentaux mettent en évidence que les profils réduits de concentrations et de températures sont relativement plus évasés que ceux des vitesses. Dans le cas de jets bidimensionnels ou axisymétriques, Taylor (**Abramovitch**, 1963) propose la relation suivante :

$$\left[\frac{U-U_f}{U_m-U_f}\right]^{1/2} = \frac{T-T_f}{T_m-T_f} = \frac{C-C_f}{C_m-C_f} = 1-\eta^{3/2}$$
(I-8b)

#### I.5.2.3 Angle du jet

Il caractérise la frontière du jet où la vitesse, sur des plans transversaux scrutés, égale zéro. Difficile à déterminer avec exactitude, il constitue l'angle de la partie conique à la sortie de l'injecteur et est sensiblement égal à 15° (Midoux, 1988).

Il est déterminé à partir de la demi-largeur du jet, définie comme étant la distance à l'axe où la vitesse locale du jet égale la moitié de la vitesse maximale. Il est constaté approximativement, que 45% du flux volumique total du jet passe dans le cône de demi-angle  $\alpha_c$ .

La demi-largeur du jet est une fonction linéaire de la distance à l'injecteur et est définie dans la région principale du jet par :

$$\mathbf{b}(\mathbf{x}) = \mathbf{k}\mathbf{x} + \mathbf{b}_0 \tag{I-9}$$

où

k, la tangente du demi angle du jet ;

b<sub>0</sub>, la demi-largeur du jet à la sortie de l'injecteur.

#### I.5.2.4. Débit volumique

Lors de son expansion, le jet entraîne une certaine quantité de fluide environnant qu'il met en mouvement. Il en résulte une augmentation du débit volumique dans le jet avec l'éloignement par rapport au point d'injection.

L'expression de l'évolution du débit est donnée par :

$$\frac{Q}{Q_o} = k \frac{x}{d_o} \tag{I-10}$$

où k est une constante de proportionnalité et  $Q_o$ , le débit du jet à la sortie de l'injecteur. Dans le cas d'un jet circulaire k égale 0,456 (**Midoux**, 1988).

#### I.5.2.5. Flux de quantité de mouvement

Les jets libres turbulents débouchant dans un milieu homogène conservent leur flux de quantité de mouvement total égal à l'impulsion de sortie  $M_0$  (Labidi, 1992 ; Midoux, 1988). Le flux de quantité de mouvement initial du jet est déterminé par l'expression suivante :

$$M_0 = \rho \pi U_0^2 (d_0/2)^2$$
 (I-11)

#### I.6. Lits à jet

La technologie des lits à jet est largement utilisée pour favoriser le contact gaz-solide et la circulation des grosses particules (dp > 1mm) dans le cas du séchage des grains, les réactions catalytiques, le traitement des minerais, la transformation des produits alimentaires, le transfert thermique et le transport de solide. La principale caractéristique des lits à jets est la
grande vitesse d'entrée du fluide qui implique un temps de contact moyen très faible et un transfert thermique moins intense entre le jet et les surfaces d'échange, un mouvement plus régulier des particules et un fonctionnement facile.

# I.6.1. Description d'un lit à jet

Un lit à jet conventionnel est constitué d'un lit de particules d'une hauteur assez appréciable dans lequel le fluide, issu d'un orifice central et unique disposé dans la partie inférieure du réacteur, y est introduit sous la forme d'un jet (**Mathur** et **Epstein**, 1974; **Uemaki** et **Tsuji**, 1992). Le solide effectue un mouvement cyclique ascensionnel dans la zone du jet créant une fontaine au dessus du lit pour changer de direction dans la zone annulaire. Un lit à jet comporte trois régions comme l'illustre la figure 1.3.



Figure I.3 : Description d'un lit à jet conventionnel (Zanker, 1977)

- *le jet gazeux* proprement dit, qui entraîne des particules solides dispersées pénétrant dans la zone du jet délimitée à sa frontière par la couche de solide ;
- *la région annulaire* entourant le jet et contenant la plupart du solide qui glisse le long de la paroi sans être fluidisé ;
- 3 *la fontaine* qui correspond à la région supérieure du lit dans laquelle les particules entraînées par le jet sont rejetées et retombent sur la surface du lit.

Le fond du lit peut être plat ou conique. Toutefois, **Uemaki** et **Tsuji** (1992) remarquent qu'une colonne à base conique facilite la participation de la totalité du lit au mélange gazsolide et préconisent un angle du cône de l'ordre de 40° afin de minimiser le taux de stagnation des particules en bas de colonne.

### I.6.2. Jet turbulent dans un milieu particulaire

La décharge d'un fluide crée au niveau de l'orifice une cavité caractérisée par un taux de vide élevé qui grossit et s'allonge. Il en découle soit un phénomène de bullage, soit un phénomène de jet (**Mathur** et **Epstein**, 1974 ; **Merry**, 1976 ; **Xuereb**, 1991).

Ce sont les propriétés physiques du fluide et des particules et les conditions de fonctionnement (diamètres de la colonne et de la buse d'injection, angle du cône, hauteur du lit et vitesse du fluide à l'injection) qui caractérisent, selon **Mathur** et **Epstein** (1974), le phénomène de jet.

Van Velsen *et al.* (1974) ont montré que le fluide s'écoule vers le bas dans la partie annulaire entraînant les particules solides qui décrivent une fontaine.

**Cai** *et al.* (1992) ont mis au point une technique qui exploite la similarité des signaux de présence de vide à différents endroits du lit au moyen des fonctions de cohésion afin de déterminer les caractéristiques hydrodynamiques des lits jaillissants. Le diamètre du jet, la vitesse minimale de jaillissement et la profondeur de lit arrosable maximale peuvent être quantifiés par les valeurs des fonctions de cohésion moyennes. Cette nouvelle méthode se caractérise par son côté pratique et son exactitude et convient particulièrement aux unités tridimensionnelles de grandes tailles.

# I.6.2.1. Stabilité du jet

Le jet est stable s'il émerge du lit et permet une circulation régulière et constante des particules dans le jet et la zone annulaire. On parle aussi de jet stable et non pas d'un bullage lorsqu'on obtient au sommet du jet une fontaine qui ne fluctue pas avec le temps. La plupart des auteurs affirment que les conditions pour l'établissement d'un jet stable sont moins difficiles dans le cas des grosses particules et des colonnes de grand diamètre. Par ailleurs, l'uniformité dans la taille des particules favorise la stabilité du jet ; le jet garde ses propriétés dans le cas de particules de taille uniforme plus longtemps que dans le cas d'une distribution granulométrique mixte (cas des particules fines) (Filla *et al.*, 1983; Grace et Lim, 1987).

Selon **Mathur** et **Epstein** (1974), le diamètre moyen des particules solides doit se situer aux environs de 1mm. Cependant, des études ont montré que la stabilité du jet peut être obtenue pour des particules beaucoup plus fines à condition que le rapport du diamètre de l'injecteur sur celui des particules  $d_0/d_P$  n'excède pas la valeur 30 (**Mathur** *et al.*, 1974). La densité des particules n'a pas un rôle déterminant sur la stabilité du lit.

Un jet en milieu particulaire est d'autant plus stable que :

- les particules sont uniformes ;
- le diamètre de la colonne est plus grand ;
- le diamètre de l'orifice du jet rapporté à celui de la colonne est faible, il ne doit pas excéder 0,35 pour un lit à jet à fond plat (Mathur *et al.*, 1974) et se situer entre 1/2 et 5/6 pour un lit à jet conique (Olazar, 1992);
- la hauteur du lit est faible (Cai et al., 1992; Ceçen et al., 1995; Mathur et Epstein (1974).

Ye et al. (1992) ont constaté qu'une augmentation dans la température du lit (combustion, gazéification,...); engendre un changement dans le comportement du lit et

affecte la stabilité du jet. Ils expliquent ces variations par l'effet de la température sur la densité et la viscosité du gaz.

#### I.6.2.2. Hauteur maximale d'un lit à jet

La hauteur maximale de pénétration d'un jet  $H_m$  est définie comme étant la hauteur statique du lit au delà de laquelle, il n'y a pas de recirculation du solide et la stabilité du jet n'est plus observée (**Çeçen**, 1994 ; **Laguérie**, 1988).

Elle est considérablement plus petite pour des systèmes de particules fines que pour des systèmes de particules grossières. Les équations de **Çeçen** (1994) et **Littman** *et al.* (1979) décrivent fort bien la hauteur maximale de pénétration  $H_m$ 

Pour les fines particules

$$\frac{H_m}{D_c} = 1,07 \left[ \frac{\rho_f}{\rho_p - \rho_f} \frac{U_{mf} U_T}{g D_c} \right]^{0,138}$$
équation de Çeçen (I-  
12a)

où 
$$d_p < 1,85 \text{ mm}$$
 systèmes eau - solides  $0,5 < d_p < 1,85 \text{ mm}$  systèmes air – solides

 $\frac{H_m}{D_c} = 24,60 \left[ \frac{\rho_f}{\rho_p - \rho_f} \frac{U_{mf} U_T}{g D_c} \right]^{0,259}$ équation de Çeçen (I-12b) où  $d_p \le 0.5 \text{ mm}$ 

Pour les grosses particules

$$\frac{H_m d_0}{D_c^2} = 0,218 + \frac{0,005}{\frac{\rho_f}{\rho_p - \rho_f} \frac{U_{mf} U_T}{g D_c}}$$
équation de Littman (I-13)

Les différentes corrélations, proposées pour estimer la hauteur maximale de pénétration d'un jet  $H_m$  sont consignées dans le tableau A.I.1 donné en annexe A.I.

Le diamètre de la colonne influence de façon significative la hauteur de pénétration tandis que le diamètre de la buse d'injection a un effet négligeable dans le cas des fines particules. Lorsque la hauteur statique du lit égale  $H_m$ , la vitesse minimale superficielle du jet  $U_{mj}$  devient pratiquement égale à la vitesse minimale de fluidisation des particules  $U_{mf}$  (Laguérie, 1988).

La présence d'un injecteur pénétrant dans le lit fait augmenter la hauteur maximale du lit à jet selon **Whiting** (**Çeçen**, 1994) car le jet entrant commence à dissiper sa force d'impulsion plus haut dans la colonne.

#### I.6.2.3. Vitesse minimale de jaillissement

La vitesse minimale de jaillissement correspond à la vitesse de fluide qui initie la circulation du solide suivant un mouvement cyclique et à partir duquel le lit reste en jet. La vitesse minimale de jaillissement ou de jet  $U_{mj}$  dépend des propriétés du solide mais également de la géométrie du lit (Anabtawi *et al.*, 1992; Kmiec, 1983; Laguérie, 1988; Mathur et Epstein, 1974) comme l'illustre la relation généralisée développée par Mathur et Gishler (1955)

$$U_{mj} = k (2gH)^{0.5} {\binom{d_p}{D_c}}^{\alpha} {\binom{d_0}{D_c}}^{\beta} {\binom{H}{D_c}}^{\gamma} {\binom{(\rho_p - \rho_f)}{\rho_f}}^{\delta}$$
(I-14)

La hauteur du lit influence fortement la vitesse minimale du jet qui lui est proportionnelle.

**Mathur** et **Gishler** (1955) et **Nagarkatti** (1974) déterminent la vitesse minimale de jet à partir du suivi l'évolution de la perte de charge totale subie par le gaz dans le lit pour différentes vitesses de jet comme l'illustre la figure I.4.



Figure I.4 : Courbe caractéristique d'une couche à jet (Laguerie, 1988 ; Mathur et Epstein, 1974).

- Pour de faibles débits du gaz (portion **AB**), le jet passe à travers la couche des particules comme dans un lit statique en créant une perte de pression croissante (Figure I.4.a).
- En augmentant le débit, une cavité se forme au voisinage immédiat du jet (Figure I.4.b), les particules résistent à l'écoulement du gaz, ce qui crée une perte de pression supplémentaire. La cavité formée par le jet continue à grossir jusqu'à ce que la perte de pression à travers le lit atteigne un maximum correspondant au point **B** sur la courbe.
- Au-delà du point **B**, une fontaine de particules est formée (Figure I.4.c), la résistance de ces dernières à l'écoulement du gaz est faible, ce qui conduit à la diminution de la perte de pression totale (portion **BC**).
- En suivant le chemin inverse à celui décrit plus haut, c'est le point **B**', qui correspond à la dissipation de la fontaine et détermine la vitesse minimale superficielle U<sub>mj</sub> du gaz.

De nombreuses corrélations ont été proposées pour la vitesse minimale superficielle du jet et sont données dans l'annexe A.I.

Dans le cas d'un lit à jet à fond plat, d'un diamètre inférieur à 40cm, celle de Mathur et Epstein, (1974) est la plus recommandée (Blake *et al.*, 1990).

### I.6.2.4. Angle du jet

L'angle du jet délimite la frontière de la zone de dilution de la zone de jet appelée également région annulaire et ceci pour une hauteur de lit donnée (**Badirou**, 1992 ; **Blake** *et al.*, 1990 ; **Cai** *et al.*, 1992 ; **Mathur** et **Epstein**, 1974). **Cai** *et al.* (1992) déterminent le demiangle du jet comme étant la valeur de l'abscisse transversale y (0 < y < R) à laquelle un changement net du degré du vide est observé entre deux points adjacents situé sur un même plan scruté.

**Donado** et **Massimilla** (Filla *et al.*, 1983) proposent deux techniques pour déterminer les frontières du jet afin de déduire la valeur de l'angle  $\theta$  du jet. La première technique qui consiste à visualiser la trajectoire de certaines particules colorées à l'aide d'une caméra permet de déterminer les points où les particules dévient vers le haut du lit. La deuxième qui consiste à mesurer les vitesses du jet gazeux à l'aide d'une sonde de Pitot permet de situer les points où la vitesse du jet égale la vitesse interstitielle du fluide dans la phase dense. L'angle de jet déterminé par la première technique est égal à 17°. Une différence de 5% est observée en utilisant la sonde de Pitot.

## I.7. Lits fluidisés à jet

### I.7.1. Description d'un lit fluidisé à jet

Un lit fluidisé à jet est constitué d'une colonne à base conique ou plate munie d'une grille de distribution avec des perforations uniformément réparties, pour permettre le passage du fluide. Le centre de la grille présente une perforation qui est reliée à part à une ligne alimentant le lit en gaz sous forme de jet (Figure I.5). Le bas de colonne est relié à une zone d'apaisement par laquelle pénètre le gaz de fluidisation. Toutefois, le gaz peut être introduit de façon horizontale à une certaine distance de la paroi, ou moyennant une décharge verticale et descendante à l'aide d'une conduite (**Davidson**, 1985 ; **Xuereb** *et al.*, 1991).

#### I.7.1.1. Avantages et inconvénients des lits fluidisés à jet

La technique des lits fluidisés à jet surmonte les limites de fonctionnement des lits à jet ou fluidisés en superposant les avantages caractéristiques des deux systèmes. **Nagarkatti** et **Chatterjee** (1974) ont montré qu'un lit fluidisé à jet offre la possibilité d'une bonne circulation du gaz et du solide. De plus, il est possible d'agir séparément sur le débit du jet ou du fluide annulaire. En effet, l'obtention d'un lit stable nécessite des débits de fluidisation et de jet plus faibles que ceux nécessaires pour chaque système à part.

Selon **Chatterjee** *et al.* (1983), de tels systèmes améliorent le contact gaz-solide et solide-solide et évitent les phénomènes de pistonnage et de stratification présents dans un lit fluidisé classique. Par ailleurs, il n'y a pas de restriction sur la taille des particules et la hauteur statique du lit liée à la stabilité d'un lit à jet classique.



Figure I.5 : Description d'un lit fluidisé à jet (Heils, 1983)

**Ettehadieh** *et al.* (1984) montrent qu'un jet se forme, lorsque le débit du gaz est égal à environ trois fois celui nécessaire à la fluidisation du lit. Pour un débit plus grand, le mouvement du solide devient aléatoire, conduisant à un état de fluidisation agrégative ou au phénomène de pistonnage.

# I.7.1.2. Inconvénients des lits fluidisés à jet

Le lit fluidisé à jet présente toutefois des inconvénients dont l'attrition des particules. Selon **Kage** *et al.* (2000), le diamètre des particules diminue avec le temps, alors qu'inversement la sphéricité augmente. Ce changement est important à un stade avancé de la réaction. Cependant, les deux paramètres se stabilisent à une valeur fixe après une longue période. L'attrition des particules est fonction des propriétés de ces dernières, du type de distributeur, des conditions opératoires et principalement de la vitesse du gaz (**Stein** *et al.*, 1998).

Il découle de l'étude de **Cunha** *et al.* (2000) que dans certaines applications industrielles (séchage du Xanthan-Gum), le lit à jet est davantage recommandé pour le séchage que le lit fluidisé à jet.

La caractérisation des jets en milieu particulaire fluidisé et la compréhension des mécanismes d'interaction entre le jet et le lit, imposent une parfaite connaissance des différents phénomènes qui s'y produisent. Ces derniers dépendent d'une manière générale des propriétés physiques du fluide et des particules solides ainsi que des conditions de fonctionnement.

De nombreux modèles ont été proposés pour une meilleure caractérisation de ces systèmes diphasiques. Toutefois, leur extrapolation reste très limitée car ils correspondent souvent à des conditions expérimentales assez spécifiques.

### I.7.2. Régimes d'écoulement dans un lit fluidisé à jet

**Heil et Tels** (1983) ont suivi l'évolution de la perte de pression totale dans le lit en fonction de la vitesse initiale du jet pour des débits d'aération donnés (figure I.6.a). Ils ont pu ainsi montrer l'existence de quatre régimes d'écoulement distincts représentés sur la figure I.6.b.



Figure I.6.a : Evolution de la perte de pression totale dans un lit fluidisé à jet (Heil et Tels, 1983).



Figure I.6.b : Régimes d'écoulement dans un lit fluidisé à jet (Heil et Tels, 1983).

• Régime du *lit garni* (A): dans ce régime, on ne peut distinguer ou suivre le chemin du jet. Ce dernier forme une cavité interne au-dessus de l'orifice entourée d'un arc dense et garni de particules solides. En passant à travers l'arc pour se propager dans le lit, le jet entraîne une chute de pression relativement grande.

2 Régime d'écoulement à bullage (B): il est caractérisé par la formation de bulles bien distinctes qui règnent à la sortie de l'injecteur et montent pour s'évanouir au sommet du lit. La chute de pression dans ce cas, correspond à la formation de la bulle gazeuse à l'orifice.

• Régime *d'écoulement stable* (D) : pour une plus grande vitesse débitante du jet, l'écoulement se stabilise, le chemin suivi par le jet est continu, la perte de pression est plus faible que celle correspondante aux cas précédents et reste pratiquement constante avec le temps.

Les résultats les plus reproductibles quant aux mesures de pressions, sont obtenus dans le cas où le lit est au régime à jet stable. Par contre, dans les autres régimes, la pression dans le lit n'est pas constante et la présence de la sonde influence fortement la structure du lit.

**Heil** et **Tels** (1983) indiquent que les mesures de pression par le biais d'une sonde placée près ou dans le canal du jet peuvent influencer la totalité du lit. Les résultats de telles expériences peuvent être alors erronés et non reproductibles.

# I.7.3. Modes de décharge du jet

Dans un lit fluidisé à jet, le phénomène du jet qui se produit au niveau du distributeur et au niveau de l'injecteur joue un rôle important dans le comportement hydrodynamique local et global du lit. Il est connu que les transferts de masse, de chaleur, de quantité de mouvement et les procédés à réaction chimique se produisent dans la région du jet. Pour cela, plusieurs chercheurs se sont intéressés à cette région d'écoulement.

Dans un lit fluidisé, il existe plusieurs modes de décharge de jet ; vertical, horizontal et incliné. Les jets verticaux peuvent être ascendants ou descendants, ceux inclinés peuvent l'être vers le bas ou vers le haut **(Davidson** *et al.*, 1985 ; **Xuereb**, 1991) (figure I.7).



Figure I.7 : Différents modes de décharge d'un jet dans un lit fluidisé.

Généralement, les jets horizontaux introduits à une certaine hauteur du distributeur sont appliqués aux réacteurs dans lesquels la réaction chimique engendre une diminution du nombre de moles de gaz dans certaines zones de la partie supérieure du lit et qui risquent alors d'être défluidisées. C'est alors une façon d'apporter un supplément de gaz. Ces jets observent une asymétrie naturelle du phénomène contrairement aux jets verticaux, puisque le jet horizontal ne se développe pas d'une façon rectiligne, mais amorce une courbure vers le haut de la colonne sous l'influence du gaz de fluidisation.

**Merry** (1971) préconise l'injection horizontale de gaz dans les lits fluidisés larges et peu profonds afin de favoriser le mélange latéral des particules qui autrement se fait difficilement.

La décharge d'un fluide dans un lit fluidisé, en fonction des propriétés physiques du fluide et des particules et des conditions de fonctionnement, engendre soit une succession de bulles qui se détachent au voisinage immédiat de l'orifice d'injection correspondant au phénomène de bullage; soit un détachement de bulles à une certaine distance de l'orifice d'injection laissant apparaître en amont et de façon permanente une cavité. C'est le phénomène de jet à caractère permanent qui a fait l'objet de plusieurs recherches.

De façon générale, l'introduction d'un jet dans un milieu fluidisé est caractérisée par trois zones (Figure I.8). La zone la plus proche du point d'introduction du gaz ; appelée cœur de pénétration ; est le siège de la majeure partie de l'entraînement des particules et du gaz de la phase fluidisée. Elle est suivie d'une zone d'expansion linéaire du jet où l'écoulement turbulent du jet est pleinement développé et enfin, vient la zone de dégénérescence en bulles.



Figure I.8 : Différentes parties d'un jet introduit en milieu particulaire (Xuereb, 1991).

**Kimura** *et al.* (1994) montrent que le jet se développe de façon séquentielle suivant un mode régulier. Au niveau de l'injecteur, la cavité de gaz formée grossit, s'allonge puis se contracte pour amorcer la formation d'une bulle qui croît et finit par se détacher. Le jet alors se rétracte et atteint son volume minimal.

Yang et Keairns (1981), Knowlton et Hirsan (1980) et Keçecioglu *et al.* (1984) ont mis en évidence que le phénomène est plus complexe, c'est une forme de panache ou de flamme qui divise ainsi le jet en embryons de futures bulles.

Le rapport entre la longueur de pénétration du jet et la hauteur du lit au dessus de l'injecteur joue un rôle important. Selon **Shakhova et Minaev** (1972), lorsque ce rapport est inférieur à 0,6, une succession de bulles se produit. Par contre, s'il est supérieur à cette valeur, il y a formation d'un jet stable.

**Donsi** *et al.* (1980) considèrent que le jet se développant dans un lit fluidisé est plutôt stable si le lit est constitué de grosses particules. La pénétration du jet dépend des dimensions de l'injecteur et du solide utilisés.

**Freychet** *et al.* (1989) ont utilisé un détecteur de lumière pour caractériser la probabilité de présence du jet dans l'enceinte considérée. Ils ont montré qu'une augmentation du taux d'aération au niveau de la grille diminue la stabilité du jet en favorisant le mélange du gaz dans le lit. Au minimum de fluidisation, le jet reste stable.

Shen *et al.* (1991) ont utilisé une technique appelée photodiode pour déterminer la probabilité de présence du jet dans un lit fluidisé. Ils ont trouvé que la vitesse du jet affecte sensiblement la stabilité du jet.

Dans un lit fluidisé, le gaz de fluidisation peut sortir de la grille de distribution sous formes de jets dont le développement est influencé par les jets avoisinants. L'existence de jets multiples indique la présence de zones mortes qui sont étroitement liées à l'espacement entre les trous de la plaque de distribution.

Wen *et al.* (1982) montrent que l'espacement entre les trous du distributeur doit correspondre au diamètre des bulles délivrées de telle sorte qu'elles soient adjacentes. Pour éliminer les zones mortes et par conséquent le développement de jets multiples, ils proposent d'imposer une vitesse critique de gaz à travers un trou du distributeur  $U_{co}$  à partir de la corrélation suivante :

$$U_{co} - U_{mfo} = 38,3 \frac{(p - d_o)^{0,716d_p^{0,205}}}{d_o^2}$$
(I-15)

où  $U_{mfo}$  est la vitesse du gaz au minimum de fluidisation à travers un orifice et p l'espacement entre deux orifices de diamètres  $d_o$ .

En effet, l'augmentation de la vitesse de fluidisation permet une meilleure circulation du solide dans la zone juste au dessus du distributeur, entre les orifices, et de passer d'un phénomène de jet à un phénomène de bullage.

## I.7.4. Longueur de pénétration du jet

La connaissance de la longueur de pénétration du jet dans un lit de particules est un facteur essentiel pour la conception des réacteurs à lits fluidisés. **Guo** *et al.* (2001) trouvent que la longueur de pénétration dans les lits fluidisés à jet est relativement élevée comparée à la hauteur totale du lit et peut être considérée comme un paramètre clé pour la description de la région du jet.

Selon que le jet se développe de façon séquentielle suivant un mode régulier ou, qu'il se manifeste par l'existence d'une cavité permanente au dessus de la buse d'injection, on définit différemment la longueur de pénétration.

**Filla et Massimilla** (1984) définissent la longueur de pénétration du jet, la hauteur à laquelle la bulle gazeuse formée à la sortie de l'injecteur se détache ou dégénère. Cette grandeur dépend essentiellement de la taille des particules.

**Basov** *et al.* (1969) considèrent la longueur de pénétration d'un jet vertical comme étant la hauteur où la densité du lit commence à se stabiliser ;

**Knowlton** et **Hirsan** (1980) ont défini une longueur minimale  $L_{min}$  et une autre maximale  $L_{max}$  au-dessus de l'orifice du jet correspondant respectivement à la formation de la bulle gazeuse puis à son détachement ou sa dégénérescence (figure I.9.a);

**Kecicioglu** *et al.* (1984) constatent, à partir des photographies prises à grande vitesse, qu'à une hauteur  $L_{min}$  le jet apparaît allongé comme une flamme ; il apparaît comme une succession de bulles à étranglement périodique à une hauteur  $L_{max}$ ;

**Raghunathan** *et al.* (1988) ont relié cette grandeur à la quantité de mouvement du gaz dans le lit. Ils divisent le jet dans un milieu fluidisé en quatre zones (figure I.9.b) :



(a) selon Knowlton et Hirsan (1980)

(b) selon Raghunathan (1988)

Figure I.9 : Longueur de pénétration du jet

• Région A : c'est la base du jet, sa frontière est conique et pratiquement stable. Les particules sont entraînées dans le jet et propulsées plus haut dans le flux gazeux. Dans cette région, le flux de quantité de mouvement diminue nettement et rapidement avec la hauteur.

Région B : c'est une zone de transition. La frontière du jet est instable, le flux de quantité de mouvement continue à diminuer graduellement.

• Région C : très instable, son début correspond à la formation de la bulle gazeuse et sa fin, à son détachement. Le flux de quantité de mouvement diminue très lentement.

• Région D : la bulle se forme, se développe, se détache du jet et continue à monter dans le lit. Le profil de la quantité de mouvement est pratiquement plat.

Les corrélations permettant la détermination de la longueur de pénétration, regroupées dans le tableau A.I.3 de l'annexe A.I sont nombreuses, mais elles n'ont cependant aucune application générale car elles correspondent à des conditions assez particulières.

A partir des différentes corrélations établies, **Yang** et **Keairns** (1981) considèrent que la longueur de pénétration des jets dans les lits fluidisés est principalement régie par l'équilibre entre les forces d'inertie du jet et les forces gravitationnelles du lit.

**Ghadiri** *et al.* (1980) et **Xuereb** *et al.* (1991) affirment que la corrélation de **Merry** (1975) est celle qui donne les meilleures correspondances comparativement aux autres qui surestiment cette grandeur.

Les différentes corrélations établies pour déterminer la longueur de pénétration prennent en considérant un diamètre moyen de particules. Leur application dans le cas d'une distribution granulométrique étendue n'est pas fiable (**Merry**, 1975).

De nombreux auteurs se sont penchés sur l'influence de certains paramètres sur la profondeur de pénétration.

**Basov** *et al.* (1969) ont trouvé pour un intervalle de diamètre moyen bien défini et avec une vitesse d'injection de gaz fixe, que la longueur de pénétration augmente avec le diamètre des particules et est indépendante de la hauteur du lit. Par contre, Merry (1975), Knowlton et Hirsan et Wen *et al.* (1982) observent une tendance opposée. Cette divergence dans les résultats peut être due à la différence des domaines de recherche.

**Merry** (1975) observe dans le cas de jet horizontaux que cette longueur est plus grande dans le cas d'un lit bidimensionnel, de l'ordre de deux fois celle trouvée dans un lit tridimensionnel. De même, **Wen** *et al.* (1982) constatent que la géométrie du lit influence la longueur de pénétration du jet. Cette longueur est plus grande dans le cas d'un lit bidimensionnel que dans un lit tridimensionnel. L'effet de la paroi est très important dans une maquette à deux dimensions. En effet, le gaz qui pénètre au sein de la colonne, gêné par les parois ne peut pas se dissiper dans toutes les directions, et le jet a alors tendance à s'étirer. Par contre, cet effet paraît moins marquant dans le cas des jets verticaux.

**Hong** *et al.* (1997) trouvent que la longueur de pénétration est inversement proportionnelle au diamètre de l'orifice du jet.

**Knowlton** et **Hirsan** (1980) montrent que la longueur de pénétration diminue avec l'augmentation de l'aération du lit et s'accroît avec l'augmentation de la pression à cause du changement des forces visqueuses et d'inertie dans le lit.

**Roach** (1993) trouve également que la longueur de pénétration du jet augmente avec la vitesse du jet, cette augmentation étant fonction du régime particulaire et de la vitesse d'aération.

**Vaccaro** (1997) et **Hong** *et al.* (1997) trouvent que la longueur de pénétration est proportionnelle à la vitesse du jet du fait qu'une plus grande quantité de mouvement initiale du jet se dissipe à une plus grande distance de l'embouchure du jet. **Chyang** *et al.* (1997) considèrent que la longueur de pénétration est considérablement affectée par la vitesse du jet lorsque la hauteur du lit est inférieure à 10 cm.

**Guo** *et al.* (2001) ont montré que la longueur de pénétration augmente avec la vitesse du jet pour des vitesses d'aération égales à  $U_{mf}$  et  $2U_{mf}$ . Par contre, pour une vitesse donnée du jet, l'augmentation de la vitesse d'aération entre  $U_{mf}$  et  $2U_{mf}$  entraîne une diminution de la

longueur de pénétration. Pour des vitesses d'aération plus importantes  $(2,5U_{mf} \le U_{mf} \le 3U_{mf})$  cette dernière reste constante. Ils ont proposé de nouvelles corrélations pour le calcul de la longueur de pénétration du jet dans le cas d'un mélange binaire et pour différents débits d'aération.

En général, il est établi que pour une vitesse donnée du jet, l'augmentation du diamètre de l'injecteur entraîne une augmentation de la quantité de mouvement d'où une augmentation de la longueur de pénétration (**Guo** *et al.*, 2001 ; **Merry**, 1976 ; **Shakhova**, 1968 ; **Yang** et **Keairns**, 1981).

La longueur de pénétration d'un jet vertical est beaucoup plus importante que celle d'un jet horizontal dans les mêmes conditions. Les auteurs ont montré, que la hauteur statique du lit a une faible influence sur la longueur de pénétration d'un jet vertical.

### I.7.5. Angle du jet

La détermination de l'angle du jet est une opération assez laborieuse, car il est difficile de définir avec exactitude la frontière externe du jet, surtout dans le domaine des faibles pressions. **Xuereb** *et al.* (1991) trouvent que la connaissance de l'angle du jet est importante pour développer des modèles qui doivent fournir à leur tour, des indications sur la décroissance de la vitesse axiale, le transfert de matière et le transfert thermique pour des jets non-isothermes sur l'axe d'injection, à travers la connaissance de la dispersion de la quantité de mouvement.

Shakhova (1976) définit la frontière du jet comme étant la position où la vitesse du gaz est égale à la vitesse terminale de chute des particules, alors que Yang et Keairns (1981) et **Donadono** *et al.* (1980) la définissent à partir des points de changement brusque de la vitesse des particules, c'est-à-dire l'endroit où les particules sont entraînées dans le jet à différents niveaux du lit ou bien comme la position où la vitesse du jet est égale à la vitesse de fluidisation.

**Filla** *et al.* (1983) ont utilisé deux méthodes pour déterminer les frontières du jet afin de déduire la valeur de l'angle  $\theta$  du jet. La première consistait à visualiser la trajectoire de certaines particules colorées à l'aide d'une caméra tandis que la deuxième, basée sur celle utilisée par **Donado** et **Massimilla** (1980) dans le cas des lits à jet, consistait à déterminer les positions où la vitesse du jet est égale à celle de la fluidisation du lit de particules à l'aide d'une sonde de Pitot. Ces mêmes auteurs constatent que l'angle du jet est légèrement plus grand pour les particules sphériques que pour les non-sphériques de même taille et de même densité.

**Markhevka** *et al.* (1971) trouvent que l'angle du jet ne varie pratiquement pas, indépendamment de la vitesse d'injection et est de l'ordre de 15,5°.

**Merry** (1975) propose une corrélation qui estime le demi-angle du jet en tenant compte des propriétés du gaz et du solide utilisés, ainsi que des dimensions du dispositif expérimental :

$$Cotg \ \theta = 10, 4 \left(\frac{\rho_P . d_P}{\rho_g . d_o}\right)^{-0.3}$$
(I-16)

Cette corrélation donne une bonne approximation de l'angle du jet dans le cas des jets verticaux. Cependant elle prédit des angles d'expansion supérieurs à ceux observés dans le cas des jets horizontaux selon **Xuereb** *et al.* (1991).

**Rushton** (1980) et **Donald** et **Singer** (**Kecicioglu** *et al.*, 1984) ont établi une relation entre l'angle du jet et la viscosité du jet :

$$\tan \theta = 0.238 \,\mu_{\sigma}^{0.135} \tag{I-17}$$

**Filla** *et al.* (1983) observent des angles tels que  $15^{\circ} \le \theta \le 30^{\circ}$  et remarquent la tendance de l'angle du jet à augmenter avec la taille et la densité des particules.

Par contre **Massimilla** (1985) met en évidence l'existence d'une zone initiale d'expansion et une zone principale d'expansion caractérisées par des angles de 35° et 13° respectivement.

L'angle de jet varie selon la méthode utilisée, le mode d'écoulement, les propriétés physiques des particules fluidisées (Cleaver, 1995 ; Filla, 1983). Kecicioglu *et al.* (1984), Badirou (1992) et Labidi (1992) trouvent des angles de jet qui oscillent autour de 4° et de 5° tandis que Anagbo (Kecicioglu, 1984) et Yang *et al.* (1995) trouvent respectivement, des valeurs du demi-angle de jet de 9,5° et comprises entre 8 et 12°.

Selon **Xuereb** *et al.* (1991), le demi-angle  $\theta$  qui caractérise la zone d'expansion linéaire varie également. L'augmentation de la vitesse d'injection favorise l'expansion du jet dans sa largeur.

#### I.7.6. Entraînement du gaz et des particules dans le lit

L'étude des caractéristiques hydrodynamiques des jets en milieu particulaire s'intéresse à l'entraînement du gaz et des particules dans le jet. La zone de jet est le siège de transferts importants de quantité de mouvement, transfert de matière et transfert thermique avec le lit fluidisé. Ces échanges sont étroitement liés au mouvement des particules et du gaz entre les phases diluée et dense du jet.

### 1.7.6.1. Entraînement des particules

L'introduction d'un jet dans un milieu particulaire aéré entraîne avec lui les particules de la phase fluidisée. Cet entraînement qui provoque la dissipation du jet se produit principalement au cœur de pénétration du jet, ensuite les particules sont accélérées suivant toute la longueur du jet. L'entraînement des particules de la phase dense du lit vers le jet revêt une importance non des moindres dans la caractérisation hydrodynamique. De nombreux travaux s'y rapportant ont été effectués.

**Merry** (1976) a utilisé un traceur coloré pour constater que les particules entraînées subissent une accélération jusqu'à atteindre le sommet du jet et tombent ensuite pour être réentraînées. Ces observations lui ont permis de développer un modèle mathématique pour décrire les champs d'écoulement des particules solides et du fluide autour d'une grille à jets.

**Clift** *et al.* (1976), **Donadono** *et al.* (1980) et **Filla** *et al.* (1983) ont mis en évidence, à l'aide d'un enregistrement photographique, que les particules pénètrent dans la zone de jet perpendiculairement à l'axe du jet pour être entraînées le long d'une trajectoire verticale.

**Donadono** *et al.* (1980) ont trouvé que le débit d'entraînement de solide augmente notablement avec la taille et la densité des particules. **Yang** et **Keairns** (1981) ont montré pour une vitesse de jet donnée, que l'entraînement du solide dans le jet augmente avec la distance par rapport à l'injecteur indépendamment de l'état du lit. Cet entraînement est accentué lorsque la vitesse du jet augmente.

**Filla** *et al.* (1983) ont montré qu'il y a entraînement des particules de solide au voisinage immédiat de l'injecteur, suivi d'une zone de désentraînement et que le débit d'entraînement est plus important pour les particules sphériques que celles non sphériques.

De la même façon, **Xuereb** *et al.* (1991) constatèrent que la plus grande partie des particules est entraînée par le jet au voisinage de l'embout de l'injecteur.

Tous ces résultats et observations ont permis à **Badirou** (1992) d'expliquer la modification de la quantité de mouvement par la présence de particules dans le jet.

# I.7.6.2. Transfert du gaz entre le jet et le lit fluidisé

Shakhova et Lukashev (Gbordzoe *et al.*, 1988), en injectant du gaz carbonique comme traceur dans le jet, ont montré que la diminution de la concentration maximale du traceur sur l'axe est inversement proportionnelle au diamètre moyen des particules solides et du taux d'aération du lit. Ils ont montré que le transfert de masse du jet vers la phase dense est amélioré, pour de faibles diamètres de l'injecteur et de faibles taux d'aération du lit ; il est amélioré également par l'emploi de particules adsorbantes.

**Filla** *et al.* (1983) ont montré que le transfert de quantité de mouvement entre la phase gazeuse et la phase solide augmente avec la taille, la masse volumique et la forme des particules (sphériques ou non sphériques). Il est connu que dans le cas des jets homogènes, que l'augmentation de la masse volumique de la phase dispersée, entraîne l'augmentation du taux de transfert de quantité de mouvement issu du gaz injecté. Ces auteurs observent le même phénomène dans le cas des jets hétérogènes.

**Yang** *et al.* (1984), en injectant de l'hélium comme traceur dans le jet, ont montré que le traceur pénètre d'autant plus loin dans le lit que le débit d'aération est plus faible. Ils ont attribué cette pénétration à la recirculation du flux gazeux du sommet du jet vers le bas. Ils ont également mis en évidence le transfert gazeux du lit vers le jet.

**Gbordzoe** *et al.* (1988) ont mis en évidence que l'entraînement du gaz de la zone annulaire vers la zone de jet ainsi que la dissipation du gaz injecté augmentent avec le taux d'aération. Ils affirment enfin que le transfert par diffusion est tout à fait négligeable par rapport au transport convectif.

**Freychet** *et al.* (1989) ont trouvé qu'au minimum de fluidisation, l'entraînement du gaz est faible et constant et le débit de recirculation évolue de façon linéaire. Ils ont proposé une approche probabiliste afin de quantifier les échanges gazeux et les débits de recirculation entre le jet et la phase dense. Ils constatent de plus, que dans un système tridimensionnel et pour des vitesses d'aération élevées ( $U_f > U_{mf}$ ), le mélange est d'autant meilleur dans la phase d'émulsion.

La distribution gaz-solide dans un lit fluidisé à jet dépend largement des vitesses de jet et d'aération, de la position de la buse d'injection dans le lit et des propriétés des particules, ce qui explique la complexité de la quantification du comportement dynamique du gaz et des solides dans le lit fluidisé. De même, la paroi de la colonne, a un effet intense sur la distribution gaz-solide dans les phases bulle et émulsion.

**Cui** *et al.* (2000) ont montré que la description de la distribution probabiliste de la porosité locale et la distribution spatio-temporelle gaz-solide, peut contribuer à une caractérisation quantitative supplémentaire des interactions gaz-solide, du transfert de matière

et des vitesses de réaction dans les lits fluidisés. Ils ont trouvé une non-linéarité dans la distribution probabiliste de la porosité locale, ce qui indique une distribution non linéaire en gaz-solide dans les lits fluidisés.

### I.7.7. Profils de vitesse du jet

Afin de prédire le comportement hydrodynamique des gaz dans les lits fluidisés et de mieux comprendre les phénomènes liés à l'injection de particules convoyées par un jet gazeux, c'est la théorie des jets turbulents d'**Abramovich** (1963) qui a été utilisée (**Merry**, 1976; **Shakhova** et **Minaev**, 1970; **De Michele**, 1976; **Donadono** *et al.*, 1980; **Donsi** *et al.*, 1980; **Yang** et **Keairns** 1981; **Badirou**, 1992; **Labidi**, 1992).

Compte tenu de la similitude de certaines propriétés du jet turbulent en phase homogène avec celle d'un jet débouchant dans un lit fluidisé, les profils radiaux de vitesse sont également décrits par l'équation de Schlichting (**Ettehadieh** *et al.*,1984) comme dans le cas des jets libres.

$$\frac{\boldsymbol{U}}{\boldsymbol{U}_{m}} = \left[1 - \left(0, 44, \frac{\boldsymbol{y}}{\boldsymbol{y}_{1/2}}\right)^{1,5}\right]^{2}$$
(I-18)

**Behie** *et al.* (1970) trouvent que les profils radiaux de vitesse du gaz correspondent approximativement à la théorie des jets libres turbulents tandis que **Shakhova** et **Minaev** (1972) trouvent que le profil de vitesse de Schlichting ne vérifie pas les points expérimentaux à la frontière du jet.

Filla *et al.* (1983), ainsi que Yang et Keairns (1981) trouvent également que les profils de vitesse du gaz et des particules correspondent aux profils de Schlichting ou de Tollmien dans le cas des jets homogènes. La distribution de Gauss est aussi recommandée par pour décrire les profils radiaux de vitesse en raison des commodités de calcul qu'elle présente (Badirou, 1992).

Il est important de noter que la plupart des auteurs ont montré la symétrie de révolution et l'existence de l'auto-similitude des profils transversaux de vitesse le long de l'axe du jet en milieu fluidisé. Ce résultat fondamental a été à la base de toute la théorie des jets libres turbulents.

**Yang** et **Keairns** (1981) proposent la relation suivante pour le calcul de la vitesse sur l'axe du jet dans une colonne semi-circulaire :

$$\frac{U_m}{U_o} = 3.85 \frac{d_o}{x} \tag{I-19}$$

**Xuereb** *et al.* (1991) ont trouvé dans le cas des jets horizontaux en milieu fluidisé la relation :

$$\frac{U_m}{U_o} = 2,77\frac{d_o}{x} \tag{I-20}$$

Ces relations montrent d'une part que la dissipation de la vitesse maximale du jet demeure inversement proportionnelle à la distance par rapport à l'injecteur comme dans le cas

des jets turbulents en phase homogène et d'autre part que dans un milieu particulaire fluidisé, le jet se dissipe plus rapidement que dans un milieu infini.

La valeur de la vitesse maximale sur l'axe du jet  $U_m$  augmente légèrement avec la vitesse d'aération (**Vaccaro** *et al.*, 1997). La zone centrale du jet se comporte alors comme un canal d'écoulement, dans lequel la circulation est d'autant plus facile que la résistance à la pénétration opposée par la phase fluidisée est diminuée. En effet, tant que l'aération de la couche n'est pas complète, la frontière entre le jet et la phase fluidisée est relativement résistante et le gradient de vitesse du gaz dans cette zone est alors important.

### I.7.8. Profils de température

La résolution du problème de transfert de chaleur du lit fluidisé vers le jet ou bien du jet vers le lit de particules reste directement liée à la variation de la température le long de l'axe ainsi qu'à travers les sections droites du jet immergé.

**Abramovich** (1963) a réuni dans son ouvrage sur les théories des jets turbulents les résultats de **Reichardt**, **Stark** et **Borodachev**; qui montrent que la distribution des températures dans un jet immergé est identique à celle des vitesses. La théorie de Prandtl et Tollmien développée en 1926, a conduit à une similitude entre les profils de vitesse et les profils de température :

$$\frac{T - T_e}{T_m - T_e} = \frac{U}{U_m}$$
(I-21)

Où

 $T_e$  est la température du milieu environnant le jet;  $T_m$ , la température maximale sur l'axe du jet.

Cependant, les résultats expérimentaux obtenus par **Borodachev** (**Abramovich**, 1963) ont montré que cette égalité n'est pas vérifiée et que le profil de vitesse est plus étroit que le profil de température. De ce fait, Taylor propose en 1932 une relation modifiée qui s'écrit sous la forme :

$$\frac{T - T_e}{T_m - T_e} = \left(\frac{U}{U_m}\right)^{0.5}$$
(I-22)

Le profil de vitesse rapporté à la vitesse maximale étant représenté par l'équation de Schlichting (**Ettehadieh** *et al.*, 1984), il en résulte donc la relation suivante :

$$\frac{T - T_e}{T_m - T_e} = 1 - \left(\frac{y}{b}\right)^{1.5}$$
(I-23)  
Avec 
$$\frac{y_{1/2}}{b} = 0.44$$

Plus tard, **Shakhova** et **Lastostseva** (**Heil** et **Tels**, 1983) se sont intéressés aux frontières dynamique et thermique. Ils ont montré que la frontière dynamique est environ 1,5 fois plus petite que la frontière thermique.

**De Michele** *et al.* (1976) ont étudié l'évolution du flux thermique le long du jet selon que la résistance au transfert de chaleur à l'interface entre le gaz et les particules peut être négligée ou est non négligeable. Ils se sont penchés sur la variation de la température le long

de l'axe du jet et ont trouvé que celle-ci décroît à mesure que l'on s'éloigne de l'injecteur. Leur théorie s'accorde avec les résultats expérimentaux obtenus par Behie et al. (1975) qui a suggéré deux corrélations, l'une pour la température sur l'axe du jet et l'autre pour déterminer le profil radial de température:

$$\ln \frac{T_m - T_e}{T_o - T_e} = -58.1 F r^{-0.562} \left(\frac{x}{d_o}\right)^{1.08} \text{Re}^{-0.112}$$
(I-24)  
Avec 
$$Fr = \frac{U_0}{gx} : \text{nombre de Froude};$$
$$Re = \frac{\rho_g D_0 U_0}{\eta_g} : \text{nombre de Reynolds.}$$
$$\ln \frac{T - T_e}{T_m - T_e} = -3.65 \left(\frac{y}{d_o}\right)^{2.6}$$
(I-25)

A

### I.7.9.Influence de la température du jet

Ye et al. (1992) ont étudié l'évolution des différents paramètres hydrodynamiques dans un lit fluidisé à jet pour des températures allant jusqu'à 880°C. Ils trouvent dans le cas des grosses particules ( $d_n > 2mm$ ), que la vitesse minimale de jet  $U_{mi}$  augmente avec l'augmentation de la température à l'inverse des petites particules (d<sub>p</sub>=1mm) pour lesquelles la vitesse U<sub>mi</sub> diminue.

A température ambiante, l'influence du débit d'aération sur la vitesse minimale de jet U<sub>mi</sub> est relativement négligeable comparée à celle observée aux grandes températures

La longueur de pénétration maximale du jet diminue avec l'augmentation de la température. Cette diminution est d'autant plus importante pour les particules de faible dimension.

Enfin, l'augmentation de la température n'a pas d'effet significatif sur la forme et la valeur de l'angle du jet.

**CHAPITRE II** 

« Il n'est rien que tu ne puisses mesurer. Si tu es fort, mesure un peu l'âme de l'homme, dismoi sa grandeur, dis-moi sa petitesse. Tu sais ce qu'est une ligne droite. A quoi bon, si tu ignores ce qu'est, dans la vie, la droiture ? » Sénèque le Philosophe

## INSTALLATION EXPERIMENTALE ET METHODES DE MESURE ET DE CALCULS

### **II.1. DESCRIPTION DE L'INSTALLATION EXPERIMENTALE**

L'installation expérimentale est schématisée sur la figure II.1. Elle comporte essentiellement une colonne de fluidisation, une boîte à vent, une zone de désengagement et un système de guidage. L'assemblage entre la colonne de fluidisation, la boîte à vent et la zone de désengagement est assuré par des brides entre lesquelles repose un joint en caoutchouc.

### II.1.1. Colonne de fluidisation

La colonne de fluidisation est un tube cylindrique en acier de 250mm de diamètre intérieur et de 500mm de hauteur, muni de prises pariétales de pression et de prélèvement équidistantes de 20mm, disposées le long d'une même génératrice. Les prises de pression sont reliées à un tableau manométrique permettant de relever les pertes de pression subies par le gaz à travers les différentes couches.

Les prises pariétales sont des piquages en cuivre, soudées à la paroi autour d'orifices pariétaux de 8mm de diamètre fixées orthogonalement à la paroi de la colonne. Des filtres sont placés au niveau des raccords de flexibles qui relient les prises de pression aux différents manomètres et au niveau des piquages. Les fluctuations sont ainsi amorties et le passage des particules dans les lignes manométriques est bloqué.

La boîte à vent ou zone calmante, de même matériau et même diamètre que la colonne, et d'une hauteur de 300mm est reliée à la colonne de fluidisation par l'intermédiaire d'un distributeur d'air. De grosses pierres y sont introduites afin d'uniformiser la répartition de l'air en augmentant ainsi la perte de charge de la plaque perforée. La boite à vent est munie de deux orifices pariétaux afin de permettre l'accès à l'air de fluidisation et celui du jet.

Le distributeur d'air est une plaque perforée en acier de forme circulaire de maille triangulaire équilatérale de pas égal à 11mm. Le diamètre des trous est de 2mm et la fraction du vide est de 3%. Un tissu adéquat a été placé au dessus du distributeur afin d'éviter le pleurage des particules de solides dans la boîte à vent. Au centre de ce distributeur, se trouve un trou de 21mm de diamètre, permettant l'accès de l'injecteur à l'intérieur de la colonne de fluidisation.

Dans le but d'éviter l'entraînement des particules hors du lit, la colonne de fluidisation est reliée par son haut à une zone de désengagement de même diamètre que la colonne et de 200mm de hauteur.

L'injecteur par lequel débouche le jet d'air est un tube en acier de 21mm de diamètre extérieur et 15mm de diamètre intérieur, et de hauteur au-dessus du distributeur variable (0, 40, 80mm).

Le réseau d'alimentation en air comprimé au niveau du laboratoire est assuré par la station de l'U.S.T.H.B.



Figure II.1. Schéma de l'installation expérimentale.

### II.1.2. Tube de Pitot

La vitesse d'écoulement en un point donné est mesurée par le biais d'un tube de Pitot. C'est une sonde composée de deux tubes coaxiaux dont le tube interne, ouvert à l'avant permet le relevé de la pression totale. Par contre, le tube externe muni de 8 orifices latéraux de 0,4mm de diamètre, situés dans une même section droite à une distance de 25mm de l'orifice de la pression totale, sert à la prise de pression statique. Le tube de Pitot est relié à un système de guidage qui permet de mesurer la vitesse locale du jet en tout point à l'intérieur de la colonne. Les pressions statique et totale sont relevées à l'aide de deux manomètres à tube en U. La forme et les dimensions (mm) du tube de Pitot utilisé sont données sur la figure II.2.



Figure II.2. Tube de Pitot

# II.1.3. Thermocouple

Le thermocouple utilisé est un thermocoax du type K (Chromel-Alumel) comportant deux conducteurs thermoélectriques protégés par une gaine métallique, l'isolement entre conducteurs et gaine étant assuré par la magnésie pulvérulente à très haute compaction. Les deux conducteurs thermoélectriques sont soudés entre eux à leur extrémité, ce point constitue la soudure chaude. La gaine métallique est fermée par soudure argon-arc, la boucle thermoélectrique restant isolée électriquement de la gaine. La partie sensible est prolongée d'un câble d'extension souple comportant deux conducteurs (de mêmes qualités thermoélectriques que ceux de la partie sensible), recouvert d'un blindage en cuivre tressé prolongeant le tube de protection. Un revêtement plastique assure la protection de la tresse de blindage.

Le raccordement des conducteurs thermoélectriques est effectué par soudure électrique sans apport de constituant étranger.

Le thermocouple est maintenu dans la colonne grâce à un tube rigide qui assure une bonne prise de températures ponctuelles.

# II.1.4. Boîte de chauffage

Le système conçu pour le chauffage de l'air du jet est constitué d'une boîte métallique de forme parallélipipédique (40cm  $\times 30$ cm  $\times 20$ cm) fermée hermétiquement grâce à un système de brides entre lesquelles reposent des joints en caoutchouc. Sur les deux parois latérales, deux tubes de 18mm de diamètre extérieur sont soudés pour permettre l'entrée et la sortie de l'air comprimé.

A l'intérieur de la boîte, quatre barres de fer sont également soudées deux à deux en parallèle suivant le même principe que les chicanes. Elles servent à enrouler tout autour des résistances, de façon à ce que l'air les traverse sans qu'il ne soit court-circuité. Afin d'éviter tout contact métal-métal, les barres et les résistances sont enfilées dans des anneaux de Rashig en céramique qui servent à la fois d'isolant électrique et à homogénéiser la température à l'intérieur de la boîte en créant une perte de charge supplémentaire.

# II.1.5. Système de guidage

Le système de guidage permet le déplacement du thermocouple et du tube de Pitot suivant trois directions orthogonales à l'intérieur de la colonne, afin d'obtenir les profils transversaux sur différents plans successifs de la colonne.

# II.2. Caractéristiques du solide et du gaz

# II.2.1. Caractéristiques du gaz

Le gaz utilisé est de l'air comprimé dont les différentes propriétés sont regroupées dans le tableau II-2 extrait du Chilson et Perry (1999).

Gaz	Paramètre	Expression Unités		
Air	Masse Volumique	$\rho_g = 3,48.10^{-3}  \frac{P}{T}$	$[\rho_g] = kg.m^{-3}$ $[T] = K$ $[P] = Pa$	
	Viscosité dynamique	$\mu_g = 1,711.10^{-5} \left[ \frac{T + 273}{273} \right]^{0,718}$	$[\mu_g] = \text{kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}$ $[T] = ^{\circ}\text{C}$ $0 < T < 140 ^{\circ}\text{C}$	
	Capacité calorifique	$C_g = 0,028T + 1007,7$	$[C_g] = J/kg.^{\circ}C$ $[T] = ^{\circ}C$ $0 < T < 140 ^{\circ}C$	
	Conductivité thermique	$\lambda_g = 7,225.10^{-5} T + 2,406.10^{-2}$	$ [\lambda_g] = W/m \ ^\circ C  [T] = \ ^\circ C $	

Tableau II-2 : Caractéristiques du gaz

# II.2.2. Caractéristiques du solide

398

Sable S1 Sable S2

2604

La classification des poudres de Geldart (1973) qui compte quatre groupes nous permet de situer le solide dans la classe B des poudres sableuses qui rassemble les particules ayant une masse volumique comprise entre 1500 et 4000 kg/m<sup>3</sup> et un diamètre compris entre 80 et 800um.

Les caractéristiques physiques des billes de verre et du sable sont regroupées dans le tableau II-1 et leur détermination est détaillée en annexe II.

Solide	d <sub>P</sub> (μm)	$ ho_{ m P}$ (kg.m <sup>-3</sup> )	$\mathcal{E}_0$	ø	C <sub>v</sub> (J/kg°C)	U <sub>mf</sub> (cm.s <sup>-1</sup> )	$\frac{U_t}{(m.s^{-1})}$
Billes de verre	267	2271	0,37	1	0,191	6,4	1,73
Sable S1	230	2576	0.41	0,83	0,248	5,72	1,57

0.38

0.86

0.2

2.20

9.81

Tableau II-1 : Caractéristiques du solide

Dans le cas du sable S2, d'autres paramètres (pH, humidité, matière organique, azote, phosphore, biomasse, hydrocarbures) ont été déterminés. La méthodologie d'analyses des paramètres physico-chimiques et biologique du sol est détaillée en annexe III.

### II.3. Méthodes de mesures et de calculs

Afin de caractériser l'hydrodynamique du jet et analyser les transferts gazeux qui s'opèrent entre le lit et le jet, différents paramètres sont calculés. Les méthodes de mesures et de calculs utilisées sont explicitées dans ce qui suit.

### II.3.1. Mesure des débits

Les débits de gaz utilisés pour le jet ou pour l'aération sont mesurés à l'aide d'un diaphragme conçu selon la norme "Vena Contracta". Le relevé des pressions en amont et en aval du diaphragme nous permet de calculer le débit d'air. Le débit massique de l'air est donné par l'expression suivante :

$$q = \alpha.\omega.\frac{\pi \,\mathrm{d}^2}{4}\sqrt{2.\rho_g.\Delta P_d} \tag{II-1}$$

avec :

 $\alpha = \frac{K}{\sqrt{1 - \beta^4}}$  et  $\beta = \frac{d}{D}$ 

où

Κ	: le coefficient de décharge ;
d	: le diamètre de l'orifice du diaphragme (m) ;
D	: le diamètre de la conduite du diaphragme (m) ;
$ ho_{ m g}$	: la masse volumique du gaz (kg.m <sup>-3</sup> );
$\Delta P_d$	: la chute de pression à travers le diaphragme (Pa) ;
ω	: le coefficient isentropique de détente ( $\omega = 1$ pour les fluides
	incompressibles).

Les expressions relatives au calcul des vitesses débitantes du gaz d'aération et du gaz de jet sont les suivantes :

• Pour le jet :

$$U_o = \frac{q_o}{\rho_g \cdot A_o} \tag{II-2}$$

avec

: la vitesse initiale du jet  $(m.s^{-1})$ ; U

: le débit massique du gaz destiné pour le jet  $(kg.s^{-1})$ ; qo

: la section droite de l'injecteur  $(m^2)$ .  $A_0$ 

Pour l'aération:

$$U_f = \frac{q_f}{\rho_g.A_c} \tag{II-3}$$

avec

- : la vitesse d'aération  $(m.s^{-1})$ ;  $U_{f}$
- : le débit massique du gaz d'aération (kg.s<sup>-1</sup>) ;  $q_{f}$
- : la section droite de la colonne de fluidisation  $(m^2)$ .  $A_{\rm c}$

#### II.3.2. Mesure des vitesses

La vitesse locale du jet dans la colonne est mesurée à l'aide de la sonde de Pitot. Cette dernière ayant deux prises de pression, l'une statique  $P_{st}$  et l'autre totale  $P_t$ , permet de déduire la valeur de la pression dynamique en un point donné de la colonne.

La vitesse locale du jet, à l'intérieur de la colonne est donnée par la relation suivante :

$$U = \sqrt{\frac{2(P_t - P_{st})}{\rho_g}}$$
(II-4)

### II.3.3. Calcul du facteur de sphéricité

Le facteur de sphéricité est défini comme étant la surface de la sphère ayant le même volume que le grain rapportée à la surface du grain. Dans le cas d'un écoulement en milieu poreux, il est déterminé à partir de la relation réduite d'**Ergun** (1952) en régime laminaire :

$$\frac{\Delta \mathbf{P}}{\mathbf{L}} = \frac{150 \ (1-\varepsilon)^2 \ \mu_g}{\varepsilon^3 (\phi_P.\mathbf{d}_P)^2} . U_f \tag{II-5}$$

Les détails de la détermination expérimentale du facteur de sphéricité sont présentés en annexe III.

#### II.3.4. Mesure des températures

 $a = 25,24^{\circ}C/mV$  $b = 20,71^{\circ}C$ 

La température à l'intérieur de la colonne est déduite à partir de la courbe d'étalonnage donnée en annexe VI. Cette dernière permet donc de retrouver les températures correspondantes aux forces électromotrices relevées par le microvoltmètre relié au thermocouple à partir de l'équation II-6

Avec

$$T = aE + b \tag{II-6}$$

Où

T : température [°C] E : force électromotrice [mV]

Les constantes a et b ont été déterminés par régression linéaire.

« La science est l'auxiliaire de l'action et l'action vise un résultat. »

## **CHAPITRE III**

H. Berguson

# **RESULTATS EXPERIMENTAUX ET DISCUSSION**

Compte tenu du caractère aléatoire de l'écoulement au sein du jet, l'étude expérimentale dans sa première partie, porte essentiellement sur les principaux paramètres pouvant affecter le comportement du jet en milieu particulaire tels que la température et la vitesse à l'entrée du jet, la position de la buse d'injection et la vitesse de fluidisation. Afin de nous assurer de la fiabilité de notre installation, une étude préliminaire sur les jets libres était nécessaire. Les résultats relatifs au jet libre serviront de référence et seront comparés avec ceux des jets en milieu particulaire. Nous traiterons dans sa seconde partie un problème lié à la protection de l'environnement qu'est le traitement d'un sol pollué par les hydrocarbures dans un réacteur fluidisé à jet.

Les différents essais effectués sont regroupés dans le tableau III.1.

Etude		Masse (kg)	Vitesse d'aération (cm/s)	Vitesse du jet (m/s)	Températur e (°C)	Longueur de la buse d'injection (mm)
	<ul> <li>Caractérisation du jet libre turbulent à partir des profils de vitesse</li> </ul>	0	0	25 - 38 46 - 50,6	18 ÷ 21	80
A	- Caractérisation du jet libre turbulent à partir des profils de vitesse et de température	0	0	20,2 31 42 60	$29 \le T_0 \le 57$	80
	- Expansion du lit sans jet - Billes de verre - Sable S1 avec jet - Billes de verre - Sable S1	16-19-22 15-17-19 14-16-19 15-19	$\begin{array}{c} 2 < U_{\rm f} < 11 \\ 2 < U_{\rm f} < 22 \\ 2 < U_{\rm f} < 15 \\ 2 < U_{\rm f} < 22 \end{array}$	$ \begin{array}{c} 0 \\ 0 \\ 5 \le U_0 \le 38 \\ 2,3 \le U_0 \le 29,6 \end{array} $	18 ÷ 23	80 0 - 40 - 80 80 0 - 40 - 80
В	<ul> <li>Vitesse minimale de jet</li> <li>Billes de verre</li> <li>Sable S1</li> <li>Longueur de pénétration</li> <li>Billes de verre</li> <li>Sable S1</li> </ul>	14-16-19 15-17 16 15	0	$4,4 \le U_0 \le 18,0$ $5,6 \le U_{\hat{a}} \le 43,6$ $5,6 \le U_{\hat{a}} \le 43,6$ $15,3 \le U_0 \le 33,2$	18 ÷ 23	80 0 - 40 - 80 80 0 - 40 - 80
	Jet en milieu particulaire - Billes de verre - Billes de verre - Sable S1	16 16 17	$0.5 \le \frac{U_f}{U_{mf}} \le 1.5$	$20 \le U_{o} \le 47 \\ 20 \le U_{o} \le 47 \\ 20 \le U_{o} \le 35$	$18 \div 23 \\ 29 \le T_0 \le 57 \\ 18 \div 27$	80 80 0 - 40 - 80
	<ul> <li>Caractérisation du sol</li> <li>Vitesses minimales</li> <li>de fluidisation et de jet cas d'un sol pollué</li> </ul>	16	$3,2 \le U_f \le 17,7$	$3 \le U_o \le 25$	18 ÷ 23	40
С	- Taux d'humidité	16	$0,7 < \frac{U_f}{U_{mf}} < 1,4$	$20 \le U_o \le 42$	23÷ 27	40
	- Dépollution du sol	16	$0,7 < \frac{U_f}{U_{mf}} < 1,4$	$20 \le U_o \le 42$	25÷ 31	40

Tableau III.1 : Conditions opératoires des différents essais

Les parties A, B et C relatives respectivement au jet libre, au jet en milieu particulaire et au traitement biologique d'un sol pollué par du gasoil dans un réacteur fluidisé à jet, regroupent chacune d'elles différentes séries d'expériences.

Les essais expérimentaux ont été repris plusieurs fois pour s'assurer de la reproductibilité des résultats.

## III.1. Etude d'un jet libre

L'étude du jet libre regroupe des essais sous des conditions isothermes à la température ambiante et des essais sous des conditions non isothermes avec chauffage de l'air du jet afin de déterminer les caractéristiques générales d'un jet libre turbulent telles que la zone d'établissement du jet, l'autosimilitude des profils de vitesse et de température, l'angle du jet,...

La procédure expérimentale consiste à balayer une section droite de la colonne avec une sonde de Pitot et une sonde de température et à relever les pressions statique et totale et les températures à intervalle régulier de 5mm. Cette opération est ainsi reproduite sur plusieurs sections droites de la colonne afin de déterminer l'évolution des profils de vitesse et de température.

## III.1.1. Etude d'un jet libre sous des conditions isothermes

Le relevé des pressions statique et totale sur plusieurs plans parallèles et consécutifs de la colonne a permis de déterminer des profils de vitesse pour différentes vitesses initiales de jet.

### III.1.1.1a. Zone d'écoulement non établi

La figure III.1 montre la forme caractéristique des profils de vitesse au voisinage immédiat de la canne d'injection. Les profils ne sont pas axisymétriques dans la partie centrale du jet et au-delà de l'axe central du jet, les vitesses décroissent remarquablement pour atteindre des valeurs nulles marquant ainsi la frontière du jet. Avec l'éloignement x par rapport au point d'injection, les profils tendent à être symétriques.

# III.1.1.1b. Zone d'écoulement établi

La figure III.2 illustre un exemple type de profils de vitesse dans le cas d'un jet libre turbulent en milieu ambiant.

A partir de 125mm de l'injecteur, les profils de vitesse en forme de cloche présentent des allures de gaussienne : c'est la zone d'écoulement établi.

Ce résultat coïncide avec celui donné dans la littérature et qui prévoit un établissement du régime à partir de l'abscisse longitudinale x égale à 8d<sub>o</sub> (**Davies**, 1972 ; **Midoux**, 1988).

La superposition des profils U(y), U(-y) et U(z) (figure III.3a) traduit la symétrie de révolution ; propriété intrinsèque du jet libre dans la zone d'écoulement établi ; et par conséquent la symétrie axiale comme l'illustre la figure III.3b. Ce résultat classique et important, permet de réduire le domaine d'investigations au quart de la section transversale de la colonne.



Figure III.1. Profils de vitesse en zone d'écoulement non établi.







Figure III.3a. Symétrie de révolution des profils de vitesse.



Figure III.3b. Symétrie axiale des profils de vitesse.

### III.1.1.3. Similitude des profils de vitesse

Dans la zone d'écoulement établi, le jet acquiert une autre propriété qui est l'autosimilitude des profils transversaux de vitesse le long de l'axe du jet. Les profils de vitesse U(x) ramenés à la vitesse maximale sur l'axe du jet  $U_m(x)$  en fonction de l'abscisse transversale y(x) rapportée à l'abscisse caractéristique  $y_{1/2}(x)$  à déterminer, se superposent pour donner une courbe unique.

### Vitesse maximale sur l'axe du jet

Au cours de son développement, le jet s'élargit tandis que la vitesse est maximale sur l'axe du jet  $(U_m)$  et diminue avec l'éloignement (x) à l'injecteur. Elle est inversement proportionnelle à l'abscisse longitudinale x comme l'illustre la figure III.4. Il ressort également que la vitesse maximale sur l'axe du jet  $(U_m)$  rapportée à la vitesse initiale du jet  $U_0$  n'est pas affectée par la variation de cette dernière.



Figure III.4. Evolution de la vitesse maximale sur l'axe du jet.

## Abscisse caractéristique du jet

A partir des profils de vitesses, l'abscisse caractéristique du jet  $y_{1/2}$  définie comme l'abscisse correspondant à l'ordonnée  $U_m/2$  et correspondant à la demi-largeur du jet, est déterminée graphiquement pour différentes distances à l'injecteur et vitesses de jet. C'est une fonction linéaire de la distance à l'injecteur (Figure III.5) indépendante de la vitesse de jet. Le demi-angle du jet appelé aussi angle du jet se situe autour de 6° et coïncide avec le résultat obtenu par **Badirou** (1992).



Figure III.5. Evolution de l'abscisse caractéristique en fonction de la côte x.

# Autosimilitude des profils de vitesse

Sur la figure III.6, la superposition des profils transversaux de vitesse le long de l'axe du jet met en évidence une courbe unique sous forme de gaussienne et l'autosimilitude des profils réduits de vitesse dans la zone d'écoulement établi.



Figure III.6. Autosimilitude des profils réduits de vitesse.

Cette propriété d'autosimilitude peut être également mise en évidence en comparant les résultats des mesures expérimentales avec ceux déterminés à partir des distributions de Gauss ou de Schlichting comme l'illustre la figure III.7. L'alignement des points sur la première bissectrice, pour les différents plans scrutés, met en évidence que les distributions de Gauss et Schlichting décrivent bien l'évolution de la vitesse du jet dans la zone principale et confirme la propriété de l'autosimilitude des profils réduits de vitesse.



Figure III.7. Comparaison des vitesses adimensionnelles expérimentales et théoriques de jet.

Les écarts observés à la frontière de la zone de jet sont probablement générés par les limites de détection de la sonde de Pitot aux faibles vitesses.

Ces mêmes résultats, en conformité avec ceux de la théorie des jets libres, mettent en évidence la fiabilité des systèmes de mesures utilisés.

Ainsi, les profils de vitesse expérimentaux peuvent être approximés par l'expression de Gauss (III-1) et permettre les calculs du débit massique du jet et du flux de quantité de mouvement à partir des relations III-3 et III-5.

$$U(x, y) = U_m \exp\left[-Ln2\left(\frac{y}{y_{1/2}}\right)^2\right]$$
(III-1)

Les débits volumique et massique du jet ainsi que le flux de quantité de mouvement sont des caractéristiques importantes à déterminer afin de mieux comprendre le phénomène de dissipation du jet, en particulier dans un milieu particulaire. Ces caractéristiques étant directement liées aux deux paramètres  $U_m$  et  $y_{1/2}$  et la difficulté de mesure de l'abscisse caractéristique du jet affectent de près les résultats obtenus.

Le débit massique du jet à travers une section droite de la colonne est donné par l'expression III-2 suivante :

$$q(x) = \int_{0}^{R} 2\pi \rho_{g} y U(x, y) \, dy$$
 (III-2)

Le débit massique du jet est calculé à partir de l'expression III-3 :

$$q(x) = \frac{\pi \rho_g U_m(x) y_{1/2}^2}{Ln2}$$
(III-3)

Le flux de quantité de mouvement traversant une section droite de la colonne est donné par l'expression III-4 :

$$M(x) = 2\pi \rho_g \int_{0}^{R} y U^2(x, y) \, dy$$
 (III-4)

Le flux de quantité de mouvement est donc calculé à partir de l'expression III-5:

$$M(x) = \frac{\pi \rho_g U_m^2(x) y_{1/2}^2}{2Ln2}$$
(III-5)

Le débit massique du jet et le flux de quantité de mouvement peuvent également être déterminés par la méthode des trapèzes généralisée pour la résolution des équations III.2 et III.4 respectivement.

## III.1.1.3. Evolution du débit massique du jet

Pour les différents essais, le débit massique du jet augmente avec l'éloignement à l'injecteur indépendamment de la vitesse du jet. Les figures III.8 illustrent l'évolution du débit massique du jet dans le cas de l'injecteur de longueur 80mm.

On définit le débit massique réduit du jet  $q/q_0$  par le débit massique rapporté au débit au niveau de l'injecteur.

A partir des équations de bilan d'un jet ascendant dissipant dans une colonne cylindrique, on aboutit à l'expression III-6 ci dessous:

$$q(x) = q_0 + q_e(x) = \rho \pi \frac{d_0^2}{4} U_0 + q_e(x)$$
(III-6)

En effet, le jet entraîne dans son mouvement l'air périphérique ambiant. La quantité entraînée  $q_e(x)$  augmente avec la section du jet qui croît avec la distance à l'injecteur. Ces résultats sont également similaires à ceux obtenus par les travaux antérieurs de **Badirou** (1992) et **Rajaratnam** (1986) relatifs au jet libre circulaire.

Enfin, d'après la figure III.8b la vitesse initiale du jet n'affecte pas l'évolution du débit massique réduit du jet dans la zone d'écoulement établi.



Figure III.8b. Evolution du débit massique adimensionnel.

# III.1.1.4. Evolution du flux de quantité de mouvement du jet

Les résultats obtenus (figures III.9) montrent que le flux de quantité de mouvement se conserve le long de l'abscisse longitudinale.

Dans le cas des jets libres turbulents débouchant dans un milieu homogène, le flux de quantité de mouvement se conserve. Les résultats expérimentaux montrent que ce dernier est pratiquement constant le long de l'abscisse longitudinale x. **Badirou** (1992) observe une

diminution du flux de quantité de mouvement et attribue cette diminution au fait que le jet est confiné entre les parois et n'est pas totalement libre.



Figure III.9. Evolution du flux de quantité de mouvement.

## III.1.2. Etude d'un jet libre sous des conditions non isothermes

L'émergence d'un courant d'air chaud génère un gradient de température qui diminue graduellement avec l'éloignement x par rapport au point d'injection et y par rapport à l'axe du jet.

Le relevé des pressions statiques et totales et des températures à intervalles réguliers sur plusieurs plans parallèles et consécutifs de la colonne dans la zone d'écoulement établi a permis de déterminer des profils de température et de vitesse pour différentes vitesses de jet introduit à différentes températures. Ces relevés sont effectués une fois les régimes hydrodynamique et thermique établis, après avoir vérifié la constance des valeurs de pressions et de températures pendant plus de 15 minutes.

## III.1.2.1. Zone d'écoulement établi

Il ressort des différents essais réalisés que les profils de température et de vitesse se présentent de la même façon que dans le cas d'un jet libre introduit à température ambiante, sous forme de cloches tendant à être symétriques à partir de l'abscisse longitudinale (x) égale à 125mm de l'injecteur.

Les figures III.10 et III.11 illustrent un exemple de profils de température et de vitesse pour une vitesse initiale du jet de 20,2m/s introduit à une température de 30,9°C.

Les profils de température indiquent que la température à la frontière du jet croit à mesure que l'on s'éloigne de l'injecteur contrairement à la température au sein du jet qui décroît le long de l'axe central. Cet accroissement est également observé au voisinage de la paroi. Ceci est dû probablement à la différence du mode de transfert thermique à l'intérieur et à l'extérieur du jet. A l'intérieur du jet, c'est le phénomène de convection forcée qui

prédomine dans le sens longitudinal de la colonne tandis qu'à l'extérieur du jet, le transfert de chaleur est régi par la conduction pure dans l'air combinée à la convection naturelle. Ces deux phénomènes se propagent dans tous les sens.

Dans la zone proche de l'injecteur (figures III.10) les profils de température et de vitesse ne sont pas axisymétriques.



Figure III.10a. Profils de température au voisinage de l'injecteur.



Figure III.10b Profils de vitesse au voisinage de l'injecteur.



Figure III.11a. Profils de température dans la zone d'écoulement établi.



Figures III.11b. Profils de vitesse dans la zone d'écoulement établi.

Les zones d'écoulement établi tant sur le plan hydrodynamique que thermique, se situent à priori à la même distance de l'injecteur que la superposition des profils transversaux de température et de vitesse confirmera. Comme pour le jet à température ambiante, les profils de température et de vitesse présentent une symétrie de révolution (figures III.12) et par conséquent une symétrie axiale. Ces propriétés fondamentales confirment que l'écoulement est en effet établi à partir de la distance axiale de 125mm.




Figure III.12a. Symétrie de révolution des profils de température.



Figure III.12b. Symétrie de révolution des profils de vitesse.

#### III.1.2.2 Similitude des profils de vitesse

Il s'agit de vérifier si le chauffage de l'air du jet n'affecte pas les autres caractéristiques intrinsèques du jet dans la zone d'écoulement établi tel l'angle du jet, la vitesse maximale sur l'axe du jet et la similitude des profils réduits.

# Vitesse maximale sur l'axe du jet

La vitesse maximale sur l'axe du jet  $(U_m)$  est une fonction linéaire inversement proportionnelle à la distance à l'injecteur (x) comme l'illustre la figure III.13. Dans le domaine de température étudié, la relation III-7 reste valable, la constante  $\lambda$  est estimée à 6,25.



$$\frac{U_m}{U_o} = \lambda . \frac{d_o}{x}$$
(III-7)

Figures III.13. Evolution de la vitesse maximale sur l'axe du jet.

### Abscisse caractéristique du jet

L'évolution de l'abscisse caractéristique du jet  $y_{1/2}$ , déterminée graphiquement pour différentes vitesses de jet, croit de façon linéaire avec la distance à l'injecteur (figure III.14) et est indépendante de la vitesse de jet.

Le calcul de la pente moyenne donne un demi-angle du jet de 6,2° tandis que celui déterminé sous des conditions isothermes est de l'ordre de 6°. Cette différence est due probablement aux erreurs de mesures de vitesses et de l'abscisse caractéristique. Le chauffage de l'air du jet n'affecte pas l'expansion du jet dans le domaine de température étudié.



Figure III.14. Evolution de l'abscisse caractéristique en fonction de la côte x.

# Autosimilitude des profils de vitesse

L'autosimilitude des profils réduits de vitesse et de température le long de l'axe du jet requiert la connaissance des abscisses transversales caractéristiques  $y_{1/2}(x)$  hydrodynamique et thermique. L'abscisse caractéristique  $y_{1/2}$  définie comme l'abscisse correspondant à l'ordonnée  $U_m/2$  précédemment n'est valable que pour les profils réduits de vitesse et ne peut être appliquée dans le cas le cas profils réduits de température et de l'étude du transfert thermique.

L'abscisse caractéristique thermique  $y_{1/2th}$  est définie alors comme l'abscisse correspondante à  $(T_m+T_p)/2$  moyenne arithmétique des températures maximale sur l'axe du jet et au niveau de la paroi pour un plan donné.

Par analogie aux profils réduits de vitesse, les profils réduits de température traduisent la superposition des profils ( $\Delta T=T-T_p$ ) rapportée à la température maximale ( $\Delta T_m=T_m-T_p$ ) en fonction de l'abscisse transversale y ramenée à l'abscisse caractéristique thermique y (1/2) th pour donner une courbe unique.

Dans la zone d'écoulement établi, la similitude des profils transversaux de température et de vitesse est vérifiée (figures III.15). Ce résultat était prévisible dans la mesure où le chauffage de l'air du jet, dans le domaine de température étudié, ne modifie pas les propriétés physiques de ce dernier.

L'autosimilitude des profils de vitesse et de température peut être confirmée par l'analogie entre les points expérimentaux et les distributions de Gauss, de Schlichting et de Gõrther ou de Taylor. Les profils réduits de température sont mieux représentés par les expressions de Gauss et de Schlichting que par la distribution de Taylor (figure III.16a). L'analogie entre les profils réduits de vitesse expérimentaux et ceux déterminés à partir des expressions de Gauss et de Schlichting met en évidence que la propriété d'autosimilitude est bien vérifiée et que les trois corrélations décrivent bien l'évolution de la vitesse du jet dans sa zone principale (figure III.16b).



Figure III.15a. Similitude des profils réduits de température.



Figure III.15b. Similitude des profils réduits de vitesse.

Toutefois, les valeurs déterminées par l'équation Schlichting sous-estiment davantage les valeurs expérimentales dans l'axe du jet comparées à celles déterminées par la distribution de Gauss tant pour les profils de température que de vitesse.

De même, il ressort que les profils réduits de température se confondent avec ceux des vitesses comme l'illustre la figure III.16c



Figure III.16a. Comparaison des profils réduits de température expérimentaux et théoriques.



Figure III.16b. Comparaison des profils réduits de vitesse expérimentaux et théoriques.



Figure III.16c. Autosimilitude des profils réduits de température et de vitesse.

# III.1.2.3. Evolution du débit massique du jet

Le suivi de l'évolution du débit massique du jet dans le cas de l'injecteur de longueur 80mm pour les différents essais montre que le débit massique du jet augmente avec l'éloignement à l'injecteur x indépendamment de la vitesse du jet (figures III.17). La représentation adimensionnelle du débit massique en fonction de x permet de vérifier qu'il est indépendant de la vitesse initiale du jet.



Figure III.17a. Evolution du débit massique avec la distance à l'injecteur.



Figure III.17b. Evolution du débit massique adimensionnel avec la distance à l'injecteur.

Ces résultats concordent avec ceux obtenus dans le cas du jet libre introduit à la température ambiante. Le chauffage de l'air du jet n'affecte pas la quantité d'air entraîné par celui-ci.

# III.1.2.4. Evolution du flux de quantité de mouvement du jet

Les résultats obtenus (figures III.18) montrent que le flux de quantité de mouvement, pratiquement constant le long de l'abscisse longitudinale x, n'est pas conservé. Pour les différentes vitesses initiales du jet, le flux de quantité de mouvement transversal, calculé à partir de l'expression III-4, est en bon accord avec celui déterminé par la relation de Gauss. Nous avons considéré la masse volumique de l'air constante et égale à la masse volumique moyenne dans une section donnée.



Figure III.18b Evolution du flux adimensionnel de quantité de mouvement.

**Labidi** (1992) trouve une faible diminution du flux de quantité de mouvement qu'elle attribue au fait que le jet n'est pas totalement libre et est sous l'effet de confinement dû à la paroi de la colonne.

A la température ambiante, le flux adimensionnel semble indépendant de la vitesse et est de l'ordre de 1,2. Avec le chauffage de l'air du jet, la variation du flux de quantité de mouvement adimensionnel montre que ce dernier est fonction de la vitesse initiale du jet mais également de la température. Il ne se conserve pas et augmente avec l'augmentation de la température et de la vitesse. Les variations de la masse volumique qui augmente avec la distance radiale sur une section donnée et avec la distance à l'injecteur (> à  $M_0$ ) sont relativement faibles pour justifier de tels écarts. L'augmentation du flux de quantité de mouvement est due à l'intermittence de la frontière du jet et la présence de courants périphériques de retour du jet qui rendent les mesures à la périphérie très imprécises et à l'influence de la paroi. Cette augmentation pourrait également être attribuée à la quantité de chaleur emmagasinée à l'extérieur de la zone de jet. Elle se dissipe en générant un flux de quantité de mouvement supplémentaire.

Cette première partie a permis de retrouver les principaux résultats de la littérature relatifs aux jets libres turbulents et de vérifier la fiabilité des appareils utilisés tels le tube de Pitot et le système de déplacement tridimensionnel.

Par ailleurs, le chauffage de l'air n'entraîne pas de modifications des propriétés intrinsèques du jet tels la symétrie de révolution, l'autosimilitude des profils réduits de vitesse et de température, l'angle du jet... Cependant, il entraîne une augmentation notable du débit massique et du flux de quantité de mouvement.

# III.2. Etude de l'expansion du lit

La connaissance de la vitesse minimale de fluidisation dans des conditions données est essentielle pour le dimensionnement des appareils mettant en œuvre la fluidisation. Cette étude a pour objectif l'analyse des essais d'aération en milieu particulaire, afin de déterminer la vitesse minimale de fluidisation et d'étudier l'influence de la masse du lit et l'effet de l'introduction du jet sur celle-ci.

Pour cela, nous suivrons l'évolution des profils pariétaux de pression, de la perte de pression totale et du gradient de pression dans le lit.

# III.2.1. Procédure expérimentale

Des particules de billes de verre et de sable et trois injecteurs de diamètre intérieur égal à 15mm et de longueur variable de la section pénétrant dans la colonne de fluidisation (0, 40 et 80mm) sont utilisés.

Le cycle expérimental suivi consiste à atteindre l'état fluidisé du lit en partant de l'état fixe et ce en augmentant progressivement la vitesse d'aération, puis en suivant le chemin régressif jusqu'à retrouver l'état fixe du lit. Les valeurs des pressions pariétales sont relevées pour chaque vitesse d'aération au cours du chemin régressif.

L'étendue des mesures de vitesse de fluidisation est comprise entre 2,0 et 13,0cm/s pour les particules de billes de verre et, entre 2,0 et 22,0cm/s pour les particules de sable afin d'éviter les problèmes d'envol des particules hors de la colonne. Dans le cas des particules de billes de verre, seul l'injecteur (l = 80mm) est utilisé.

### III.2.2. Profils pariétaux de pression

Les figures III.19 et III.20 montrent l'évolution des profils de pression pariétaux en fonction de la côte x, en l'absence et en présence de jet et ceci pour différentes vitesses d'aération.

Ces profils de pression sont des droites de pentes négatives qui augmentent avec l'accroissement de la vitesse d'aération jusqu'à atteindre une valeur fixe qui correspond à la mise en fluidisation du lit.

Le gradient de pression est constant, met en évidence que le régime est établi et que la porosité du lit est uniforme. Nous remarquons également que l'introduction du jet n'influe pas sur l'allure des profils de pression.

Le profil de pression est linéaire d'où l'expression de la perte de pression dans le lit est de la forme suivante :

$$\Delta \mathbf{P} = -\left(\frac{\partial \mathbf{P}}{\partial \mathbf{x}}\right) \cdot \mathbf{x} + \Delta \mathbf{P}_{\mathrm{t}} \tag{III-8}$$

 $\operatorname{où} - \left(\frac{\partial P}{\partial x}\right)$  est le gradient de pression ;

et  $\Delta P_t$ , l'ordonnée à l'origine correspondante à la différence de pression totale dans le lit.

Il ressort également des différents essais qu'au delà d'une vitesse de fluidisation, les profils de pression pariétaux se confondent et par conséquent le gradient de pression reste constant.







Figure III.20a. Profils pariétaux de pression en présence de jet. Cas des particules de sable S1.



Figure III.20b. Profils pariétaux de pression en présence de jet. Cas des particules de sable S1.



Figure III.20c. Profils pariétaux de pression en présence de jet. Cas des particules de sable S1.

# III.2.3. Perte de pression

### III.2.3.a. Perte de pression totale

Les figures III.21 (a, b et c) représentent l'évolution de la perte de pression totale du lit, pour différentes vitesses de jet, en fonction de la vitesse d'aération. Nous constatons que lorsque le lit est fixe, la perte de pression totale dans le lit augmente avec l'accroissement de la vitesse du gaz jusqu'à atteindre le poids apparent du lit par unité de section droite de la colonne. Le lit ayant atteint l'état fluidisé, l'augmentation de la vitesse du gaz n'entraîne aucune modification de la perte de pression dans le lit, bien que les particules solides deviennent très dispersées et que le lit est complètement dilaté.

Le point de transition dans le lit entre l'état fixe et l'état fluidisé, correspond à la vitesse minimale de fluidisation, notée  $U_{mf}$ . Sa valeur en l'absence de jet dans le cas des particules de billes de verre est égale à 6,4cm/s pour l = 80mm et dans le cas des particules de sable S1, elle passe de 5,1cm/s pour l = 0mm à 5,8cm/s pour l = 40mm et 80mm.

Il est clair que la présence du jet ne modifie pas l'allure de la courbe de la pression totale par contre, elle accélère le phénomène de fluidisation qui se traduit par une diminution de la valeur de la vitesse minimale de fluidisation dans le domaine de vitesses de jet étudié.



Figure III.21a. Evolution de la perte de pression totale. Cas des particules de sable S1.



Figure III.21b. Evolution de la perte de pression totale. Cas des particules de sable S1.



Figure III.21c. Evolution de la perte de pression totale Cas des particules de sable S1.

Nous avons reporté dans le tableau III.2 les valeurs de la vitesse minimale de fluidisation pour les particules de sable calculées à partir de différentes corrélations existantes dans la littérature. La valeur expérimentale de  $U_{mf}$  dans le cas des deux injecteurs de longueurs 40 et 80mm concorde bien avec celles obtenues à partir des corrélations de **Davies et Richardson** (0% d'écart), d'**Ergun** (3,4%) et de **Kunii et Levenspiel** (1,7% d'écart). Dans le cas de l'injecteur de longueur 0mm, les résultats obtenus sont mieux représentés par les corrélations de **Pillai** et **Raja Rao**, de **Richardson** et **Jeronimo** et de **Nakamura** *et al.* (2% d'écart).

Concernant les particules de billes de verre, la valeur expérimentale de  $U_{mf}$  concorde bien avec celles obtenues à partir des corrélations d'**Ergun** (0% d'écart) et de **Pillai** et **Raja Rao** (4%)

## III.2.3.b. Influence de l'injecteur sur la perte de pression totale

La figure III.22 représente l'évolution de la perte de pression totale dans le lit en fonction de la vitesse d'aération en absence de jet, dans le cas des trois injecteurs étudiés c'està-dire de longueurs respectives 0, 40 et 80mm. Nous remarquons que les profils correspondants aux deux injecteurs de longueurs 40 et 80mm sont pratiquement superposés donnant lieu à une même vitesse minimale de fluidisation qui est égale à 5,8cm/s. Par contre, dans le cas de l'injecteur de longueur l = 0mm, l'évolution de la perte de pression totale présente une allure similaire légèrement décalée des deux autres, d'où une vitesse minimale de fluidisation différente ; elle est de l'ordre de 5,1cm/s.

	U <sub>mf</sub>	U <sub>mf</sub> Ecart re				
Corrélation	théorique	<i>l</i> (mm)				
	(cm/s)	0	40	80		
<b>Ergun</b> (1952) ( <b>Midoux</b> , 1988)	5,6	9,8	3,4	3,4		
Davies et Richardson (1966) (Davidson, 1985)	5,8	13,7	0	0		
Bourgeois et Grenier (1968) (Davidson, 1985 ; Dounits, 2001 ; Thonglimp, 1981)	5,5	7,8	5,2	5,2		
Kunii et Levenspiel (1969) (Davidson, 1985 ; Thonglimp, 1981)	5,7	11,8	1,7	1,7		
Pillai et Raja Rao (1971) (Thonglimp, 1981)	5,2	2,0	10,3	10,3		
Broadhurst et Becker (1975) (Davidson; 1985; Thonglimp, 1981)	5,3	3,9	8,6	8,6		
Doichev et Akhmakov (1979) (Davidson, 1985 ; Thonglimp, 1981)	5,5	7,8	5,2	5,2		
Richardson et Jeronimo (1979) (Davidson, 1985)	5,2	2,0	10,3	10,3		
Thonglimp et al. (1981) (Thonglimp, 1981)	4,9	3,9	15,5	15,5		
Thonglimp (1984) (Thonglimp, 1984)	4,9	3,9	15,5	15,5		
Nakamura et al. (1985) (Dounits, 2001)	5,0	2,0	13,8	13,8		
<b>Tannous</b> <i>et al.</i> (1993) ( <b>Dounits</b> , 2001)	6,1	19,6	5,2	5,2		
U <sub>mf</sub> expérimentale (cm/s)		5,1	5,8	5,8		

 Tableau III.2
 Calcul de la vitesse minimale de fluidisation pour les particules de sable S1 selon différentes corrélations



Figure III.22. Evolution de la perte de pression totale avec la vitesse d'aération en absence de jet pour différentes longueurs de l'injecteur.

Les différences de comportement des particules de sable, selon que l'on soit en présence de l'injecteur de longueur 0mm ou des deux autres injecteurs pourraient être attribuées d'une part à la présence d'une section pénétrante dans le lit (l=40mm et l=80mm) qui peut constituer un obstacle lors de l'aération du lit et d'autre part la présence d'une zone morte au centre de la colonne.

#### III.2.3.c. Gradient de pression

Les figures III.23 (a, b, et c) représentent, respectivement pour les trois injecteurs utilisés, l'évolution du gradient de pression déterminé à partir des profils pariétaux de pression en fonction de la vitesse d'aération. Nous constatons par ailleurs, que l'introduction du jet dans le lit ne modifie pas l'allure de la courbe représentant le gradient de pression en fonction de la vitesse de gaz.

En effet, d'après l'expression établie par **Ergun** (**Midoux**, 1988), le gradient de pression n'est fonction que des caractéristiques physiques du solide, du gaz et de la vitesse d'aération :

$$-\frac{\partial \mathbf{P}}{\partial \mathbf{x}} = 150. \frac{(1-\varepsilon)^2}{\varepsilon^3} \frac{\mu_g}{(\phi_P.\mathbf{d}_P)^2} U_f + 1,75. \frac{1-\varepsilon}{\varepsilon^3} \frac{\rho_g}{\phi_P.\mathbf{d}_P} U_f^2 \qquad \text{(III-8)}$$



Figure III.23a. Evolution du gradient de pression. Cas des particules de sable S1, Injecteur *l*=0mm.



Figure III.23b. Evolution du gradient de pression. Cas des particules de sable S1, Injecteur *l*=40mm.



Figure III.23c. Evolution du gradient de pression. Cas des particules de sable S1, Injecteur *l*=80mm.

# III.2.4. Effet du jet sur l'expansion du lit

Le suivi de l'évolution de la perte de pression totale dans le lit pour différentes vitesses du jet nous a permis de mettre en évidence l'effet de l'introduction du jet sur l'expansion du lit. Les figures III.24 mettent en évidence que la vitesse minimale de fluidisation diminue avec l'augmentation de la vitesse du jet et que par conséquent, la présence du jet favorise l'expansion du lit.



Figure III.24a. Evolution de la vitesse minimale de fluidisation avec la vitesse du jet. Cas des particules de billes de verre.



Figure III.24b. Evolution de la vitesse minimale de fluidisation avec la vitesse du jet. Cas des particules de sable S1.

Il ressort des deux séries d'expériences que la vitesse minimale de fluidisation  $U_{mf}$  diminue de façon sigmoïdale avec la vitesse initiale du jet  $U_0$  pour se stabiliser ensuite.

Dans le cas des particules de billes de verre, la vitesse  $U_{mf}$  passe de 6,4cm/s à 4,9cm/s pour des vitesses de jet supérieures à 27m/s.

Dans le cas des particules de sable, la vitesse  $U_{mf}$  se stabilise à une valeur fixe de l'ordre de 4,8cm/s pour les injecteurs de longueur 40 et 80mm et de l'ordre de 3,8cm/s dans le cas de l'injecteur de longueur 0mm pour des vitesses de jet allant respectivement de 17 et 19 m/s. Nous observons un décalage moyen de 0,8 cm/s entre les deux cas. L'évolution de la vitesse minimale de fluidisation peut être décrite par l'équation de Boltzman dont l'expression est définie pour chaque cas dans le tableau III.3.

Longueur de l'injecteur <i>l</i> (mm)	Particules	<b>EquationU</b> mf (cm/s) et $U_o$ (m/s)					
0	Sable S1	$U_{mf} = \frac{1,38}{1 + e^{(U_o - 9,32)/3,09}} + 3,8$	4,22.10-4				
40	Sable S1	$U_{mf} = \frac{0.96}{1 + e^{(U_o - 10.95)/1.84}} + 4.8$	3,92.10-4				
80	Billes de verre	$U_{mf} = \frac{1.61}{1 + e^{(U_o - 11.83)/5.98}} + 4.9$	5,64.10 <sup>-3</sup>				
00	Sable S1	$U_{mf} = \frac{0,98}{1 + e^{(U_o - 12,.88)/2,09}} + 4,8$	8,23.10-4				

Tableau III.3 : Relation entre la vitesse minimale de fluidisation et la vitesse initiale du jet.

# III.2.5. Influence de la masse du lit sur la vitesse minimale de fluidisation

La littérature met à notre disposition de nombreuses équations pour déterminer le seuil minimal de fluidisation d'un matériau donné. Toutefois, elles correspondent à des conditions particulières de mise en fluidisation de différents solides dans différents types de réacteurs (Annexe AI). **Thonglimp** *et al.* (1984). et **Denloye** (1982) (**Delebarre**, 2001) trouvent que la vitesse minimale de fluidisation croît avec la hauteur du lit tandis que les résultats expérimentaux de **Houdé** (1990) montrent que la vitesse minimale de fluidisation est une fonction décroissante de la masse sèche de particules. Selon **Anabtawi** *et al.* (1992), la vitesse minimale de fluidisation est indépendante de la hauteur du lit et proportionnelle au diamètre moyen des particules.

### En absence de jet

Les résultats expérimentaux relatifs à la perte de charge totale dans le lit pour différentes vitesses d'aération correspondant à différentes hauteurs du lit fixe (figures III.25) montrent que la hauteur du lit tant pour les particules de billes de verre que celle de sable, n'altère pas les vitesses minimales de fluidisation, qui restent constantes respectivement égales à 6,4cm/s et 5,8cm/s.

### En présence du jet

Les figures III.26 illustrent l'évolution de la vitesse minimale de fluidisation en fonction de la vitesse débitante de jet dans le cas de l'injecteur l = 80mm pour les particules de billes de verre et dans le cas de l'injecteur l = 40mm pour les particules de sable. Pour les particules de billes de verre, la présence du jet accélère l'expansion du lit, la vitesse minimale de fluidisation diminue et ce, indépendamment de la masse du lit.



Figure III.25a. Evolution de la perte de pression totale en absence de jet pour trois masses différentes du lit de particules de billes de verre.



Figure III.25b Evolution de la perte de pression totale en absence de jet pour trois masses différentes du lit de particules de sable S1.

Le même phénomène est observé pour les particules de sable. Toutefois, dans ce cas, les résultats expérimentaux (figure III.26a) montrent que la masse du lit n'a aucune influence sur la valeur de la vitesse minimale de fluidisation dans le cas des faibles vitesses entre 0 et 5m/s ; cette phase pourrait correspondre à celle de mise en régime. Pour des vitesses de jet supérieures, la masse du lit agit sur l'expansion de ce dernier ; pour une même vitesse de jet, l'expansion est davantage accélérée lorsque la masse du lit est plus faible. Nous constatons sur la figure III.26b que les vitesses minimales de fluidisation se détachent pour converger vers deux paliers constants correspondants à deux valeurs adjacentes de la vitesse minimale de fluidisation.

Tous ces résultats confirment la contribution de l'air du jet dans la fluidisation des particules de billes de verre ou de sable et laissent supposer un transfert latéral de l'air du jet à l'extérieur de la zone de jet.

Les principaux résultats issues de cette étude mettent en évidence que la présence d'obstacle (d=21mm) caractérisé par la section pénétrante de la canne d'injection n'affecte pas la vitesse minimale de fluidisation des particules de bille de verre et de sable de masses volumiques respectives de 2576 kg/m<sup>3</sup> et 2271kg/m<sup>3</sup> et de diamètres moyens respectifs de 230µm et 267µm. Dans le cas des particules de sable, la vitesse minimale de fluidisation est de 5,8cm/s en présence des injecteurs de longueur 40 ou 80mm et est de 5,1cm/s en présence de l'injecteur débouchant au même niveau que le distributeur (l = 0mm) alors que la corrélation la plus usuelle développée par **Ergun (Midoux**, 1988) l'estime à 5,7cm/s.

La vitesse minimale de fluidisation est indépendante de la masse du lit et par conséquent de la hauteur du lit pour la gamme de masses du lit étudiée. L'introduction d'un jet gazeux dans le lit entraîne une accélération dans le phénomène de fluidisation des particules étudiées, qui est traduite par une diminution remarquable de la vitesse minimale de fluidisation indépendamment de la masse du lit. Toutefois, dans le cas des particules de sable, cette diminution est d'autant plus importante que la masse du lit est faible. La hauteur du lit en présence du jet influence l'expansion du lit et le seuil minimal de fluidisation.



Figure III.26a. Evolution de la vitesse minimale de fluidisation avec la vitesse initiale du jet pour différentes masses du lit de particules de billes de verre.



Figure III.26b. Evolution de la vitesse minimale de fluidisation avec la vitesse initiale du jet pour différentes masses du lit de particules de sable S1.

# III.3. Evaluation des caractéristiques du lit à jet

Le régime hydrodynamique d'un lit à jet dépend des caractéristiques géométriques de la colonne (diamètre, orifice du distributeur, angle de la base de la colonne...), des propriétés physiques des particules (taille, répartition granulométrique, masse volumique...) et des conditions de fonctionnement (vitesse du gaz, hauteur du lit...).

Dans cette partie expérimentale, nous déterminerons deux caractéristiques du jet en milieu particulaire, à savoir la vitesse minimale et la longueur de pénétration du jet.

### III.3.1. Vitesse minimale de jet

La vitesse minimale superficielle du jet est définie comme étant la plus faible vitesse du gaz pour laquelle le lit reste en jet. La détermination expérimentale de la vitesse minimale de jet  $(U_{mo})$  dans le lit de particules est effectuée selon la méthode de **Mathur** et **Epstein** (1974) en suivant l'évolution de la pression statique relevée à 10mm au-dessus de l'injecteur par le biais du tube de Pitot, et ce pour des valeurs décroissantes de la vitesse initiale du jet et en l'absence de l'air d'aération durant toute l'expérience.

La relation entre la vitesse superficielle du jet  $U_s$  et sa vitesse débitante  $U_o$ , est donnée par l'expression de la conservation du débit volumique du jet dans la colonne :

$$U_o A_o = U_s A_c \tag{III-9}$$

d'où  $U_o.d_o^2 = U_s.D_c^2$  (III-10)

Le relevé de la pression statique en fonction de la vitesse de jet  $U_{mo}$  permet de déterminer la courbe caractéristique d'une couche à jet représentée dans les figures III.27 et III.28. Les courbes présentent la même allure et pour les faibles débits de gaz, le jet passe à travers la couche de particules comme dans un lit statique en créant une perte de pression croissante.

Il ressort des différents essais que la vitesse minimale de jet est fonction de la longueur de l'injecteur. Pour une masse donnée du lit, cette vitesse augmente avec la diminution de la longueur de l'injecteur.

Dans le cas des injecteurs dont la longueur pénétrante dans le lit est 0, 40 et 80mm (figures III.27), les vitesses minimales de jet des particules de sable sont respectivement égales à 20,6m/s, 16,8m/s et 14,8m/s correspondant à des vitesses superficielles de jet  $U_{ms}$  respectives de 7,4cm/s, 6,1cm/s et 5,3 cm/s.

Dans les cas des particules de billes de verre (Figure III.28b), la vitesse minimale du jet  $U_{mo}$  égale 11,1m/s correspondant à une vitesse superficielle de jet  $U_{ms}$  de 4,0cm/s dans le cas d'un injecteur dont la longueur pénétrante dans le lit est 80mm alors que pour particules de sable, elle égale 14,8m/s (Figure III.27).

Pour des conditions similaires (caractéristiques du solide, hauteur du lit, caractéristiques de la colonne et de l'injecteur), le comportement des particules de billes de verre diffère de celles du sable.

Nous avons également étudié l'influence de la hauteur du lit donc de la masse du lit sur la vitesse minimale du jet. Nous observons (figures III.28) que celle-ci augmente avec la hauteur du lit comme le prévoit la littérature (**Anabtawi** *et al.*, 1992; **Mathur** et **Epstein** 1974).



Figure III.27. Courbe caractéristique d'un lit à jet de particules de sable S1.



Figure III.28a. Influence de la hauteur du lit sur la vitesse minimale du jet. Cas de particules de sable S1.



Figure III.28b. Influence de la hauteur du lit sur la vitesse minimale du jet. Cas de particules de billes de verre.



Cas des particules de sable S1.

Tableau III.4	Comparaison des valeurs expérimentales et théoriques des vitesses minimales de
	jet dans le cas d'un lit de particules

		U <sub>mo</sub> thé. (m/s)							
Corrélations	m=14kg	m=15kg	m=16kg	m=17kg	m=19kg				
	H=19,9cm	H=20,1cm	H=22,8cm	H=22,9cm	H=27,1cm				
Mathur et Gishler (19	955)	12,8	8,9	13,1	9,4	11,4			
Manurung (1964)	9,8	8,6	10,3	8,9	11,1				
Smith et Reddy (196	18,0	13,3	13,3 18,9 13,6						
Gay et al. (1970)	12,8	15,7	16,0	13,6					
Brunello et al. (197	30,7	28,3 30,9 30,		30,3	36,9				
Littman et al. (197	5,6	3,9	6,2	4,2	7,2				
Uemaki et al. (1983	3)	33,5	31,4	35,0	4,2	37,0			
Wu <i>et al.</i> (1987)		15,8	12,8	16,9	13,3	17,4			
Anabtawi et al. (199	11,8	10,8	13,0	11,7	15,2				
		U <sub>mo</sub> exp. (m/s)							
Particules de sable S1 <i>l</i> =0mm		-	20,6	-	21,3	-			
Particules de sable S1 <i>l</i> =40mm		-	16,8	-	18,6	-			
Particules de sable S1	Particules de sable S1 <i>l</i> =80mm		14,8	-	15,0	-			
Particules de billes de verre <i>l</i> =80mm		11,1	-	11,5	-	12,5			

La comparaison des résultats expérimentaux obtenus avec ceux calculés à partir des différentes corrélations citées dans la littérature dont les conditions opératoires sont voisines aux nôtres sont présentés dans le tableau III.4 et sur la figure III.29.



Figure III.29. Comparaison des valeurs expérimentales et théoriques des vitesses minimales de jet dans le cas d'un lit de particules de billes de verre.

Les valeurs expérimentales de la vitesse minimale de jet sont bien décrites par l'ensemble des corrélations à l'exception de celle Littman (Barrett *et al.*, 1983) dans le cas des particules de billes de verre. Tandis que pour les particules de sable, elles sont sousestimées par la corrélation de Mathur et Gishler (Mathur et Epstein, 1974). Seules les valeurs expérimentales relatives à l'injecteur de longueur 80mm sont plus ou moins rapprochées de celles prévues par les différentes corrélations notamment celles de Smith et Reddy (Mathur et Epstein, 1974) ainsi que celle de Wu *et al.* (Ye *et al.*, 1992).

Il est généralement admis que pour estimer la vitesse minimale de jet dans le cas d'un lit à jet à fond plat, d'un diamètre inférieur à 40cm, parmi les différentes corrélations, celle de **Mathur** et **Gishler** est la plus recommandée (**Blake** *et al.*, 1990). D'autre part, si beaucoup de chercheurs considèrent que la longueur de l'injecteur et sa position dans le lit sont des facteurs déterminants, toutes les corrélations tiennent compte uniquement des propriétés du solide mais également de la géométrie du lit.

#### III.3.2. Longueur de pénétration

La longueur de pénétration est déterminée à partir de la méthode de **Raghunathan** *et al.* (1988) qui repose sur le suivi du flux de quantité de mouvement sur l'axe du jet. Ce dernier étant directement proportionnel à la pression dynamique, nous avons suivi l'évolution de cette pression en fonction de la hauteur au-dessus de l'orifice de l'injecteur, et ceci pour plusieurs vitesses débitantes du jet et une vitesse d'aération nulle pour tous les essais. Ces essais permettront de déterminer une valeur moyenne de la longueur de pénétration du jet pour chaque vitesse et trouver par la suite une relation entre cette grandeur et la vitesse du jet.

La procédure expérimentale consiste à relever à l'aide d'un tube de Pitot les valeurs des pressions statique et totale, suivant l'axe de la colonne à des distances de 5mm, en commençant par une première valeur égale à 10mm au-dessus de l'orifice de l'injecteur, jusqu'à avoir une constance dans les valeurs des pressions dynamiques. Cette procédure est suivie pour différentes vitesses de jet dont les résultats sont représentés par les figures III.30. Tous les auteurs s'accordent sur le fait que la longueur de pénétration du jet est indépendante de la hauteur et donc de la masse du lit maintenue constante et égale à 16kg (22,8cm) pour les particules de billes de verre et à 15kg (20,1cm) pour celles de sable.

Les courbes obtenues sont similaires et ont une forme exponentielle décroissante. **Raghunathan** *et al.* (1988) et **Filla** et **Massimila** (1984) considèrent que le début du palier correspond à la hauteur à laquelle la bulle gazeuse formée au-dessus de l'orifice du jet s'éclate. Cette hauteur n'est autre que la longueur de pénétration du jet.



Figure III.30a. Evolution de la pression dynamique sur l'axe du jet. Cas des particules de sable S1.



Figure III.30b. Evolution de la pression dynamique sur l'axe du jet. Cas des particules de sable S1.



Figure III.30c. Evolution de la pression dynamique sur l'axe du jet. Cas des particules de billes de verre.



Figure III.30d. Evolution de la pression dynamique sur l'axe du jet. Cas des particules de sable S1.

Le tableau III.5 regroupe les valeurs expérimentales des longueurs de pénétration déterminées pour différentes vitesses de jet.

La longueur de pénétration du jet est proportionnelle à la vitesse du jet. Une vitesse de jet plus importante génère une plus grande quantité de mouvement initiale du jet se dissipant à une plus grande distance de l'embouchure du jet.

1 (mm)	Н		$U_{o}$ (m/s)											
<i>i</i> (iiiii)	(cm)	13	15	17	18	20	22	24	25	26	27	28	29	33
0	20,1 <sup>b</sup>	-	-	-	-	-	17,0	-	18,5	-	18,5	-	19,0	20,0
40	20,1 <sup>b</sup>	-	-	-	-	-	16,0	17,0	-	-	17,5	18,0	-	-
80	<b>22,8</b> <sup>a</sup>	8,1	9,0	10,2	10,5	11,1	11,5	-	-	-	-	-	-	-
	20,1 <sup>b</sup>	-	-	-	-	-	15,5	-	-	17,0	-	17,5	17,5	18,0

Tableau III.5 Longueur de pénétration du jet pour les différents essais.

<sup>a</sup> Particules de billes de verre

<sup>b</sup> Particules de sable

Elle est nettement inférieure pour les particules de billes de verre  $(d_p=267\mu m)$  que pour celles du sable  $(d_p=230\mu m)$  pour une vitesse d'injection de 22m/s. Il existe une controverse à propos de l'influence de la taille des particules, mais de façon générale, la longueur de pénétration diminue avec l'augmentation de la taille des particules. **Basov** *et al.* (1969) ont trouvé pour un intervalle de diamètre moyen bien défini que la longueur de pénétration

augmente avec le diamètre des particules et est indépendante de la hauteur du lit pour une vitesse d'injection donnée. Par contre, Wen *et al.* (1982), Merry (1975) et Knowlton et Hirsan (1980) observent une tendance opposée. Cette divergence dans les résultats peut être due à la différence des domaines de recherche.

La longueur de pénétration du jet ne semble pas affectée par la présence d'un injecteur pénétrant dans le lit  $(l \neq 0 \text{mm})$  où le jet entrant dissipe sa force d'impulsion plus haut dans la colonne si on se réfère aux forces d'inertie du jet et aux forces gravitationnelles des particules de solide au dessus de l'embouchure du jet. A l'inverse, elle est supérieure dans le cas de l'injecteur (l = 0 mm).

Les longueurs de pénétration ainsi déterminées mettent en évidence d'une part, la recirculation du solide et la formation d'une fontaine au dessus du lit dans le cas des particules de sable (longueur de pénétration du jet rapportée à la hauteur du lit au dessus de l'injecteur supérieure à 1) et d'autre part, la formation d'un jet stable dans le cas des particules de billes de verre et de sable. **Shakhova** et **Minaev** (1972) montrent qu'il y a formation d'un jet stable si la longueur de pénétration du jet rapportée à la hauteur du lit au dessus de l'injecteur est supérieure à 0,6. Il faut toutefois, rappeler qu'il n'existe pas une définition unique de la longueur de pénétration du jet.

La détermination de ce paramètre par les différentes corrélations existantes dans la littérature données en annexe A.I et dont les conditions opératoires s'apparentent aux nôtres, comme l'illustre le tableau III.6 dans le cas des particules de sable, met en évidence que la plupart des corrélations ne correspondent qu'à des conditions opératoires bien spécifiques et ne répondent qu'aux préoccupations de leurs auteurs. Cependant, ce sont les corrélations de Merry (1975), de Yang et Keairns (1978) et Wen *et al.* (1982) qui seraient les plus recommandées dans le cadre de cette étude.

Cette comparaison est également mise en évidence sur les figures III.31 et 32 où nous pouvons constater que nos résultats expérimentaux sont bien décrits par les différentes corrélations cités précédemment, notamment celle de **Merry** (1975) dans le cas des particules de sable. L'écart moyen ne dépasse pas 10% dans le cas de l'injecteur de longueur l = 0mm, 6% pour l'injecteur de longueur l = 40mm et 2% pour celui de longueur 80mm (figure III.32a).

Dans le cas des particules de billes de verre, c'est le même constat, sauf que c'est la corrélation de **Yang** et **Keairns** (1978) dont l'écart moyen ne dépasse pas 8% comme illustré sur la figure III.32b.

		l	= 0m	m			<i>l</i> =	= 40n	nm			<i>l</i> =	= 80m	ım	m					
Corrélations		U	• (m/	s)			U	• (m/	s)		$\mathbf{U}_{\mathbf{o}}$ (m/s)									
Correlations	22,2	25	26,8	29,4	33,2	21,6	22,4	24,2	27,4	28,4	22,4	25,9	27,8	29,1	32,6					
	Valeurs théoriques L <sub>thé</sub> (cm)																			
Shakhova (1968)	4,2	4,8	5,1	5,6	6,4	4,1	4,3	4,6	5,2	5,4	4,3	5,0	5,3	5,6	6,2					
Zenz(1968)	9,0	14,3	17,5	21,7	27,2	7,7	9,4	12,8	18,5	20,1	9,4	15,9	19,1	21,2	26,3					
Basov <sup>1</sup> (1969)	25,9	27,0	27,7	28,6	29,8	25,7	26,0	26,7	27,9	28,3	26,0	27,4	28,0	28,5	29,7					
Basov <sup>2</sup> (1969)	30,4	31,6	32,4	33,5	35,0	30,1	30,4	31,3	32,7	33,1	30,4	32,0	32,8	33,4	34,7					
Merry (1975)	15,3	16,2	16,7	17,4	18,4	15,1	15,4	15,9	16,9	17,2	15,4	16,4	17,0	17,4	18,3					
Wen <i>et al.</i> (1977)	10,3	10,7	10,9	11,2	11,6	10,2	10,3	10,6	11,0	11,1	10,3	10,8	11,0	11,2	11,5					
Yang et Keairns (1978)	12,9	13,7	14,7	16,1	18,2	11,9	12,3	13,3	15,0	15,6	12,3	14,2	15,3	16,0	17,9					
Yang et Keairns (1979)	24,5	25,6	26,2	27,2	28,4	24,2	24,5	25,3	26,5	26,8	24,5	25,9	26,6	27,1	28,2					
Hirsan <i>et al.</i> (1980)	8,1	9,0	9,5	10,3	11,4	8,0	8,2	8,7	9,7	10,0	8,2	9,2	9,8	10,2	11,2					
Yang <i>et al.</i> (1981)	14,2	15,8	16,9	18,5	20,7	13,8	14,3	15,4	17,3	17,9	14,3	16,4	17,5	18,3	20,4					
Wen <i>et al.</i> (1982)	17,2	19,1	20,4	22,1	24,6	16,8	17,4	18,6	20,8	21,4	17,4	19,8	21,0	21,9	24,2					
Blake <i>et al.</i> (1984)	3,0	3,1	3,2	3,3	3,5	2,9	3,0	3,1	3,2	3,3	3,0	3,2	3,2	3,3	3,5					
Blake <i>et al.</i> (1990)	4,2	4,4	4,6	4,8	5,1	4,1	4,2	4,4	4,6	4,7	4,2	4,5	4,7	4,8	5,1					
Valeurs expérimentales	17.0	19.5	19.5	10.0	20.0	16.0	16.5	17.0	17.5	19.0	15.5	17.0	17.5	17.5	18.0					
$\mathbf{L}_{exp}\left(cm ight)$	17,0	10,5	18,5	19,0	20,0	10,0	10,5	17,0	17,5	18,0	15,5	17,0	17,5	17,5	18,0					

Tableau III.6 : La longueur de pénétration du jet dans un lit de particules de sable selon les différentes corrélations.



Figure III.31a. Comparaison des valeurs expérimentales et théoriques de la longueur de pénétration du jet dans un lit de particules de sable S1.



Figure III.31b. Comparaison des valeurs expérimentales et théoriques de la longueur de pénétration du jet dans un lit de particules de sable S1.



Figure III.31c. Comparaison des valeurs expérimentales et théoriques de la longueur de pénétration du jet dans un lit de particules de billes de verre.



Figure III.31d. Comparaison des valeurs expérimentales et théoriques de la longueur de pénétration du jet dans un lit de particules de sable S1.



Figure III.32a. Comparaison des valeurs expérimentales et calculées selon **Yang** et **Keairns** (1978), particules de billes de verre.



Figure III.32b. Comparaison des valeurs expérimentales et calculées selon Merry (1975), particules de sable S1.

A partir des résultats obtenus, nous avons établi une relation entre la vitesse du jet et la longueur de pénétration ; ce sont des fonctions polynomiales du second ordre de même tendance dans le cas des trois injecteurs. Les résultats sont consignés dans le tableau III.7.

Longueur de	Hauteur du lit	Equation	Coefficient
l'injecteur <i>l</i> (mm)	$H_{Lit}$ (cm)	L (cm) et $U_o$ (m/s)	de régression
0	20,1 <sup>b</sup>	$L^b = 1,13U_o - 0,016U_o^2$	0,982
40	20,1 <sup>b</sup>	$L^b = 1,096U_o - 0,016U_o^2$	0,992
80	22,8 <sup>a</sup>	$L^a = 0,78U_o - 0,011U_o^2$	0,981
00	20,1 <sup>b</sup>	$L^b = 1,062U_o - 0,016U_o^2$	0,978

Tableau III.7 : Relation entre la longueur de pénétration et la vitesse initiale du jet

<sup>a</sup> Particules de billes de verre

<sup>b</sup> Particules de sable

Dans le cas des particules de sable, les mêmes essais ont été reconduits avec des vitesses de jet supérieures aux vitesses minimales de jet relatives aux trois injecteurs étudiés. L'alignement des résultats de mesure de la longueur de pénétration pour chaque injecteur sur la courbe correspondante obtenue par régression en fonction de la vitesse de jet (figure III.33) met en évidence que les corrélations données dans le tableau III.7 représentent bien l'évolution de cette dernière et qu'elles présentent la même tendance. D'autre part, l'évolution de la longueur de pénétration avec la vitesse initiale du jet est indépendante de la longueur de l'injecteur. Les tracés de la longueur de pénétration rapportée à la vitesse initiale de jet  $U_o$  en fonction de cette dernière  $U_o$  sont des droites de même pente.



Figure III.33. Evolution de la longueur de pénétration avec la vitesse du jet. Cas des particules de sable S1.

Nous pouvons conclure que les techniques suivies pour l'obtention de deux caractéristiques importantes du lit à jet, à savoir sa vitesse minimale et la longueur de pénétration, donnent des résultats vérifiés par les différentes corrélations de la littérature et nous ont permis de corréler la longueur de pénétration en fonction de la vitesse initiale du jet.

### III.4. Etude du jet en milieu particulaire fluidisé

L'écoulement au sein d'un jet en milieu particulaire fluidisé, présente un caractère aléatoire comme tous les écoulements polyphasiques où réside une liberté laissée à l'agencement intime des phases dans le mouvement d'ensemble du mélange. La plupart des études sur les jets en milieu particulaire portent sur la détermination de la longueur de pénétration, le dimensionnement, la compréhension des phénomènes de transfert, du flux de quantité de mouvement entre le jet et le milieu environnant et s'intéressent davantage aux systèmes bidimensionnels (**Badirou**, 1992 ; **Merry**, 1975 ; **Yang**, 1981).

Nous étudierons le comportement du jet submergeant dans un milieu particulaire fluidisé en fonction de l'état du lit du point de vue statique et dynamique. L'étude statique consiste à suivre l'évolution des pressions pariétales et du gradient de pression dans le lit tandis que l'étude dynamique s'intéresse au suivi, des profils de température et de vitesse, de l'abscisse caractéristique du jet et des paramètres intrinsèques à l'écoulement, tels que le débit et le flux de quantité de mouvement selon que le jet est introduit à la température ambiante ou non.

La procédure expérimentale reste identique à celle utilisée en jet libre. Il s'agit également de balayer simultanément une section transversale sur différents plans successifs de la colonne avec le thermocouple et le tube de Pitot afin de relever les forces électromotrices et les pressions statique et totale.

#### III.3.1. Profils pariétaux de pression dans le lit

Nous avons montré lors de l'étude de l'expansion du lit (§ III.2.2), que le profil pariétal des pressions est une fonction linéaire de la côte x, et que le gradient de pression est constant, et par conséquent le régime d'écoulement dans le lit est établi.

La même constatation est faite dans cette partie, elle est illustrée dans les figures III.34. Nous remarquons également que la pente des droites qui représente le gradient de pression dans le lit augmente avec la vitesse d'aération du lit et que la hauteur du lit dans le cas des particules de sable, accuse une légère augmentation.

Notons que l'état du lit sera caractérisé en fonction de la vitesse d'aération  $U_f$  rapportée à la vitesse minimale de fluidisation  $U_{mf}$ , déterminée en absence du jet. Le lit est aéré lorsque  $U_f/U_{mf} < 0.8$ , préfluidisé à environ 1 et fluidisé quand il est supérieur à 1.



Figure III.34a. Influence de l'état du lit de particules de sable S1 sur l'évolution du profil de pression.



Figure III.34b. Influence de l'état du lit de particules de sable S1 sur l'évolution du profil de pression.


Figure III.34c. Influence de l'état du lit de particules de billes de verre sur l'évolution du profil de pression.



Figure III.34d. Influence de l'état du lit de particules de sable S1 sur l'évolution du profil de pression.

#### III.4.2. Evolution de la pression statique au voisinage de l'orifice du jet

Sur la figure III.35, nous avons représenté pour les différents états du lit, l'évolution du profil de la pression statique juste au-dessus de l'orifice du jet (x = 10mm) en fonction de la vitesse du jet. Nous avions déjà montré dans les paragraphes précédents que l'accroissement de la vitesse initiale du jet ne générait aucune variation des gradients de pressions pariétaux. La même constatation peut être établie dans le cas des pressions statiques qui sont presque indépendantes de la vitesse du jet. Par contre, elles croissent en fonction de l'état d'aération du lit. Nous constatons aussi que dans le cas du lit fluidisé, les valeurs des pressions statiques dans le lit mesurées avec le tube de Pitot sont presque identiques à celles de la pression au niveau de la paroi (figure III.34d).



sur l'évolution de la pression statique au dessus de l'injecteur.

#### III.4.3. Profils de vitesse à la température ambiante

Comme dans le cas du jet libre, les profils de vitesse semblent être symétriques par rapport à l'axe central à partir d'une certaine hauteur au dessus de l'orifice de l'injecteur (x=120mm) équivalente à la distance  $x \approx 8d_0$  indiquant ainsi le début de la zone principale. Pour cela, nous nous sommes fixés d'effectuer les mesures tout au long de nos expériences à une hauteur supérieure ou égale à 120mm.

La présence des particules de sable dans la colonne n'affecte pas les symétries axiales et de révolution. La superposition des profils U(y), U(-y) et U(z) comme le montre, dans le cas d'un injecteur de longueur 80mm, les figures III.36a dans un lit aéré et III.36b dans un lit fluidisé, confirme l'existence de la symétrie de révolution et par conséquent la symétrie axiale des profils de vitesse. Cette constatation va nous permettre de réduire le champ de mesures au quart de la colonne.



Figure III.36a. Symétrie de révolution des profils de vitesse en lit aéré. Cas des particules de sable S1.



Figure III.36b. Symétrie de révolution des profils de vitesse en lit fluidisé. Cas des particules de sable S1.

Les figures III.37 représentant l'évolution des profils de vitesses du jet sur plusieurs plans parallèles de la colonne, mettent en évidence une allure gaussienne des profils de vitesse similaire à celle observée en jet libre, le jet s'évase au fur et à mesure que l'on s'éloigne de l'injecteur. Cependant, l'évasement du jet semble être influencé par l'état du lit.



Figure III.37a. Profil des vitesses dans la zone d'écoulement établi en lit aéré. Cas des particules de sable S1.



Figure III.37b. Profils des vitesses dans la zone d'écoulement établi en lit préfluidisé. Cas des particules de sable S1.



Figure III.37c. Profil des vitesses dans la zone d'écoulement établi en lit aéré. Cas des particules de sable S1.



Figure III.37d. Profil des vitesses dans la zone d'écoulement établi en lit fluidisé. Cas des particules de sable S1.

# Influence de l'air du jet

Il ressort des différents profils de vitesse que l'augmentation de la vitesse débitante de jet génère une augmentation de la vitesse maximale sur l'axe du jet et de la longueur de

pénétration en se référant à la profondeur de la zone d'écoulement établi. Le jet se dissipe plus loin dans le lit. Toutefois, il se dissipe plus vite que dans le cas du jet libre et plus particulièrement dans le cas d'un lit aéré.

# Influence de l'aération

Pour mieux caractériser l'influence de l'état du lit généré par l'aération sur l'évolution des profils de vitesse, nous avons porté sur les figures III.38 la vitesse locale du jet en fonction de l'abscisse transversale et ce pour une hauteur donnée au-dessus de l'injecteur et pour différentes vitesses d'aération.

La vitesse maximale sur l'axe du jet est plus faible dans un milieu fluidisé que dans un milieu aéré ou préfluidisé dans le cas des deux injecteurs de longueurs 40 et 80mm. Ceci est dû au transfert de quantité de mouvement entre l'air du jet et les particules de sable. La résorption du jet est d'autant plus avancée que la vitesse de fluidisation est importante.

A l'inverse, dans le cas de l'injecteur de longueur 0mm, la vitesse maximale sur l'axe du jet est plus importante dans un milieu fluidisé que dans un milieu aéré ou préfluidisé, la vitesse maximale étant plus faible que dans le cas d'une colonne vide. Ceci est dû au transfert de l'air de fluidisation de la zone dense vers la zone diluée du jet, dans le cas d'un milieu expansé.



Cas des particules de sable S1.

D'autre part, nous pouvons constater que dans le cas des deux injecteurs de longueurs 40 et 80mm, les profils de vitesse s'évasent de plus en plus avec la vitesse d'aération du lit ; ce qui indique que le jet issu de l'injecteur possède une quantité de mouvement suffisante lui permettant ainsi de rompre les forces d'attraction interparticulaires déjà diminuées sous l'effet de l'aération.

Alors que dans le cas de l'injecteur de longueur 0mm (figure III.38d), l'évasement du jet semble légèrement moins prononcé en milieu fluidisé qu'en milieux aéré ou préfluidisé. Le développement du jet dans la zone juste au dessus de la grille de distribution est influencé par la présence de bulles issues des jets avoisinants et la circulation du solide sur toute la section.



Figure III.38b. Influence de l'état du lit sur les profils de vitesse. Cas des particules de sable S1



Cas des particules de sable S1.



# III.4.3.1. Abscisse caractéristique du jet

L'abscisse caractéristique du jet  $y_{1/2}$  est obtenue par lecture directe sur la courbe représentant l'évolution de la vitesse locale du jet en fonction de l'abscisse transversale y. Les figures III.39 montrent dans le cas des injecteurs de longueurs 0, 40 et 80mm, l'évolution de l'abscisse caractéristique du jet en fonction de la côte x pour plusieurs états du lit.



Cas des particules de sable S1.



Figure II.39b. Evolution de l'abscisse caractéristique du jet. Cas des particules de sable S1.



Cas des particules de sable S1.

L'abscisse caractéristique du jet est une fonction linéaire croissante de la côte x comme l'illustrent les figures III.39a et b. La présence des particules de sable diminue l'angle de jet.

Plus la vitesse de jet augmente, plus la zone de jet rétrécit dans le cas des injecteurs de longueurs 40 et 80mm. D'autre part, l'intensification de l'aération entraîne un élargissement du jet comme l'illustre le tableau III.8.

La corrélation de **Merry** (1975), qui tient compte des propriétés du gaz et du solide ainsi que du diamètre de l'injecteur, donne un angle du jet égal à  $15,1^{\circ}$ , tandis que celle de **Donald** et **Singer** (1959) fonction uniquement de la viscosité, le donne égal à  $8,3^{\circ}$ . Les résultats de mesures expérimentales du demi-angle du jet, dans le cas des injecteurs de longueurs 40 et 80mm se situent entre  $4,6^{\circ}$  et  $5,8^{\circ}$ . Le demi-angle du jet est dans tous les cas inférieur à celui trouvé dans le cas du jet libre (§ III.1.1.2. ;  $6^{\circ}$ ), ce qui indique que le jet est confiné par le milieu environnant, dans le domaine des vitesses de jet et d'aération étudiées.

L'angle du jet est également influencé par la position de l'injecteur dans la colonne comme l'illustre la figure III.39c. Dans le cas de l'injecteur de longueur 0mm, les résultats de mesure de l'abscisse caractéristique ont une tendance qui reflète un comportement aléatoire du jet issu de la grille de distribution.

Le confinement du jet est plus important dans ce cas, les angles de jet se situant entre 3 et 5°. La présence d'une masse supplémentaire de particules au-dessus de l'injecteur réduit le demi-angle du jet mais ne peut expliquer le comportement aléatoire du développement du jet. Ceci pourrait être attribué aux faibles vitesses de jet utilisées dans les conditions d'essais inférieures à la vitesse minimale de jet ou au développement du jet de façon séquentielle (succession de bulles à étranglement périodique). Le rapport, entre la longueur de pénétration du jet et la hauteur du lit au dessus de l'injecteur, est supérieur à 0,6. Selon **Shakhova** et **Minayev** (1972), il y a formation d'un jet stable. Toutefois, le phénomène de bullage généré par l'air de fluidisation permet une meilleure circulation du solide et affecte sensiblement la stabilité du jet dans la zone juste au dessus du distributeur (**Wen** *et al.*, 1982). **Freychet** *et al.* (1989) ont également montré que l'augmentation du taux d'aération au niveau de la grille de distribution diminue la stabilité du jet en favorisant le mélange du gaz dans le lit.

L = 0mm		<i>l</i> = 40mm			<i>l</i> = 80mm			
U <sub>f</sub> /U <sub>mf</sub>	U <sub>0</sub> (m/s)	$\theta_{1/2}(^{\circ})$	$U_{f}/U_{mf}$	$U_{o}$ (m/s)	$\theta_{1/2}(^{\circ})$	U <sub>f</sub> /U <sub>mf</sub>	$U_{o}$ (m/s)	$\theta_{1/2}(^{\circ})$
	24,1	5		25,0	5,00		35	5,17
0,54	29,7	4	0,73	29,9	4,82	0,49	38	4,94
,	34,9	-		35,6	4,68		47	4,79
	24,0	4,8		24,7	5,2		35	5,13
0,76	29,4	4,7	0,87	29,4	5,32	0,92	38	5,25
,	34,8	3,9		34,6	5,15		47	5,30
	24,2	4,5		25,3	5,75		35	5,83
1,50	30,3	_	1,53	29,8	5,55	1,50	38	5,69
	34,8	2,8		34,4	5,37		47	5,50

Tableau III.8 Résultats de mesure du demi-angle de jet

#### III.4.3.2. Vitesse maximale sur l'axe du jet

Afin de mieux caractériser l'évolution de la vitesse maximale sur l'axe du jet, notre choix s'est porté sur la variation du paramètre adimensionnel  $U_m/U_o$  plutôt que  $U_m$ . (figures II.40 et III.41)

La vitesse maximale sur l'axe du jet  $(U_m)$  est une fonction linéaire inversement proportionnelle à la distance à l'injecteur (x) comme l'illustre la figure III.40 dans le cas de l'injecteur de longueur l = 80mm et pour 3 vitesses d'aération du lit. Dans le domaine de vitesses d'aération et de jet étudié, la vitesse maximale sur l'axe d jet rapportée à la vitesse initiale du jet est indépendante des variations de cette dernière et la relation III-7 reste valable. La valeur moyenne de la constante  $\lambda$  déterminée dans le cas des particules de sable est de l'ordre de 3,66 alors que dans le cas du jet libre, elle a été estimée à 6,1. Cette valeur est estimée à 3,85 par **Yang** et **Keairns** (1981).



Figure III.41. Evolution de la vitesse axiale réduite avec la longueur de l'injecteur. Cas des particules de sable S1.

De façon générale, il ressort des différents essais que la constante  $\lambda$  n'est pas affectée par la longueur de l'injecteur (Figure III.41) et par conséquent, par la hauteur du lit de particules de sable au dessus de l'orifice du jet. Toutefois, la présence et la circulation de solide résultant de l'aération du lit accélèrent la dissipation du jet. Ceci confirme que la résorption du jet est d'autant plus rapide que la vitesse de fluidisation est grande.

# III.4.3.3. Autosimilitude des profils réduits de vitesse

La superposition des profils réduits de vitesse  $(U_m/U)(x)$  en fonction de l'abscisse transversale réduite  $(y/y_{1/2})(x)$  donne une courbe gaussienne unique et ce, pour différents états d'aération du lit et dans le cas des trois injecteurs étudiés comme l'illustre l'exemple des figures III.42. Les courbes ainsi obtenues montrent que l'autosimilitude des profils transversaux de vitesse dans la zone principale du jet est une propriété fondamentale des jets ascendants en milieu particulaire de la même façon que pour les jets libres.



Figure III.42a. Autosimilitude des profils réduits de vitesse en lit aéré. Cas des particules de sable S1.



Figure III.42b. Autosimilitude des profils réduits de vitesse en lit préfluidisé. Cas des particules de sable S1.



Cas des particules de sable S1.

L'analogie entre les profils réduits de vitesse expérimentaux et ceux déterminés à partir des expressions de Gauss et de Schlichting mettent en évidence que la propriété d'autosimilitude est bien vérifiée et que les deux corrélations décrivent bien l'évolution de la vitesse du jet dans sa zone principale (figures III.43).

Ce résultat indique que l'écoulement du jet en milieu particulaire est bien décrit par ces deux modèles indépendamment de l'état d'aération et de la longueur de l'injecteur (figure III.43).



Figure III.43a. Comparaison des vitesses réduites expérimentales et théoriques. Cas des particules de sable S1.



Figure III.43b. Comparaison des vitesses réduites expérimentales et théoriques. Cas des particules de sable S1.



Les figures III.44 montrent que les rapports  $U_{exp}/U_m$  expérimentaux sont assez proches de ceux calculés à l'aide de l'approximation de Gauss indépendamment de l'état du lit ou de la

longueur de l'injecteur. L'écart entre les valeurs de ces deux rapports est dans l'intervalle de tolérance admissible (8% maximum) vu que les vitesses du gaz ont été mesurées à 6 % d'erreur et que les vitesses réduites à 10 % d'erreur (les détails sont donnés en Annexe A.III).



Figure III.44b. Comparaison des vitesses réduites expérimentales et théoriques en lit fluidisé pour différentes longueurs de l'injecteur.

L'écart admissible trouvé dans la représentation des vitesses réduites calculées, comme pour les jets libres, depuis l'expression de Gauss en fonction de celles de l'expérience, nous incite à choisir cette expression pour le calcul du débit massique du jet et le flux de quantité de mouvement.

#### III.4.3. Profils de température et de vitesse avec le chauffage de l'air du jet

Afin de caractériser la zone d'influence du jet, les profils de température et de vitesse ont été déterminés pour des vitesses de jet et états du lit différents dans le cas des particules de billes de verre et ce, sur plusieurs plans parallèles. Les figures III.45 décrivent un exemple de profils de température et de vitesse dans un lit aéré et fluidisé. L'augmentation de la température du jet n'affecte pas l'allure des courbes ; c'est la même forme de cloche qu'en jet libre avec un étalement moindre des extrémités des courbes à partir d'une hauteur de 120mm au dessus de l'orifice de l'injecteur indiquant le début de la zone principale d'écoulement établi.



Figure III.45b. Profils de vitesse dans un lit aéré et fluidisé.

De même, les régimes hydrodynamique et thermique semblent s'établir à la même hauteur au dessus de l'injecteur (125mm), les profils de température et de vitesse étant symétriques comme illustré sur les figures 46 et ce indépendamment de l'état d'aération du lit. La présence des particules et le chauffage de l'air du jet dans la colonne n'altèrent pas la symétrie de révolution et donc la symétrie axiale des profils étudiés, ce qui justifie le relevé des mesures uniquement sur l'axe oy.



Figure III.46a. Symétrie de révolution des profils de température et de vitesse.



Figure III.46b. Symétrie de révolution des profils de température et de vitesse.

La représentation sur différents plans successifs de la colonne des profils réduits de température et de vitesse en fonction de l'abscisse transversale y rapportée à l'abscisse caractéristique  $y_{1/2}$  (figure.III.47) met en évidence l'autosimilitude des profils étudiés indépendamment de l'état du lit et de la température de l'air du jet. Il faut toutefois souligner que pour des températures supérieures à 40°C, les profils réduits de température s'écartent sensiblement de ceux de vitesse comme illustré sur la figure III.47c. Ceci est dû au changement des propriétés physiques de l'air.

L'autosimilitude a été également confirmée par l'analogie entre les valeurs expérimentales et celles déterminées à partir des distributions de Gauss et Tollmien et Taylor dans le cas des profils réduits de température et des distributions de Gauss et de Schlichting dans le cas des profils réduits de vitesse.

Le chauffage de l'air n'affecte pas les caractéristiques et propriétés du jet en milieu particulaire.



Figure III.47a. Autosimilitude des profils de température et de vitesse.







Figure III.47c. Autosimilitude des profils de température et de vitesse.

#### III.4.4. Evolution du débit massique du jet

Comme dans le cas du jet libre, le débit massique du jet augmente avec l'éloignement à l'injecteur indépendamment des vitesses d'aération et de jet dans le cas des particules de sable. La figure III.48 illustre l'évolution du débit massique du jet dans le cas de l'injecteur de longueur 40mm. Dans le cas des particules de billes de verre, le même phénomène est observé dans le cas du lit aéré ( $U_{f}/U_{mf}>0,6$ ). Pour des vitesses d'aération plus importantes, le débit massique du jet semble diminuer avec la côte x. On observe le même phénomène avec les particules de sable dans certains cas. Cette diminution pourrait être expliquée par l'arrachement des particules fluidisées par le courant de jet ascendant selon **Badirou** (1992) et que les échanges gazeux s'opèrent davantage au voisinage de l'injecteur.



Cas des particules de sable S1.

### III.4.5-. Evolution du flux de quantité de mouvement du jet

Les figures III.49 représentent l'évolution du flux de quantité de mouvement en fonction de la côte x. Les résultats de mesure du flux de quantité de mouvement traversant une section droite de la colonne montrent que ce dernier se conserve le long de l'abscisse longitudinale. Dans certains cas, on notera une faible décroissance de ce dernier et une modification de la quantité de mouvement du gaz.



Figure III.49a. Evolution du flux de quantité de mouvement en milieu particulaire. Cas des particules de sable S1.



Figure III.49b. Evolution du flux de quantité de mouvement en milieu particulaire Cas des particules de sable S1.

Le flux de quantité de mouvement est plus rapidement consommé dans le cas d'un lit aéré. En effet, plus le lit est aéré, plus les particules peuvent être facilement entraînées dans le jet qui doit ainsi accélérer un plus grand débit de solide au dépend de son flux de quantité de mouvement. **Donadona** *et al.* (1980) trouvent que le débit de solide entraîné est maximal à la sortie du jet et **Yang** et **Keairns** (1981) montrent que la vitesse d'entraînement du solide augmente avec la distance à l'injecteur et la vitesse du jet.

L'accroissement de la vitesse du jet entraîne une augmentation du flux de quantité de mouvement qui est dans tous les cas inférieur au flux de quantité de mouvement débitant.



Figure III.48c. Evolution du flux de quantité de mouvement en milieu particulaire. Cas des particules de sable S1.



Figure III.48d. Evolution du flux de quantité de mouvement en milieu particulaire. ıs des particules de billes de verre.

La figure III.49 représente le flux de quantité de mouvement déterminé par l'approximation de Gauss en fonction de celui mesuré par intégration des profils de vitesse par la méthode des trapèzes (équation III.4). L'approximation de Gauss surestime le flux de quantité de mouvement, jusqu'à 20% dans le cas particules de sable S1. La dispersion de certains points expérimentaux est due d'une part aux erreurs de mesure des vitesses, à l'imprécision des mesures de faibles vitesses à la frontière du jet et à la méthode de calcul. Expérimentalement il nous est impossible de balayer tout le domaine de l'abscisse transversale variant du centre à la

périphérie de la colonne ( $0 \le y < R$ ), vu que la sonde de Pitot ne peut mesurer que des vitesses supérieures à 4÷5 m/s.



Figure III.49. Comparaison entre les flux de quantité de mouvement mesurés et ceux calculés à partir de l'équation de Gauss, cas des particules de billes de verre.

Nous pouvons conclure dans cette partie, que l'autosimilitude des profils réduits de vitesse est une propriété intrinsèque en écoulement établi des jets en milieu particulaire, indépendamment de l'abscisse longitudinale, la longueur de l'injecteur, la vitesse du jet et l'état d'aération du lit.

Les vitesses peuvent être déterminées par les modèles de Gauss et de Schlichting, ceci facilite la détermination des vitesses dans les lits à jet, sans avoir recours à l'expérimentation assez difficile à maîtriser surtout dans le cas de particules constituées de sable.

Le flux de quantité de mouvement ne se conserve pas et décroît en milieu particulaire fluidisé. Cette décroissance est d'autant plus importante que la vitesse d'aération est importante. Il est toutefois difficile de prédire des lois de consommation axiale du flux de quantité de mouvement à partir des résultats expérimentaux observés. Ceci revient d'une part, à l'intermittence de la frontière du jet, la présence de courants périphériques qui provient de l'air du jet et de l'hydrodynamique du lit et le flux de particules de solides entraînées ; impossible à quantifier, et d'autre part, aux erreurs de mesures de vitesse en particulier à la périphérie du jet et la méthode de calcul (intégration des profils de vitesse par la méthode ses trapèzes).

#### III.5. Bioremédiation d'un sol pollué par du gasoil

Bien que des progrès substantiels aient été accomplis ces dernières années pour réduire les rejets industriels à l'origine de pollutions chroniques, les accidents de pollution se produisent toujours provoquant ainsi la pollution des côtes, des sols et des nappes phréatiques et le nombre de sites contaminés est considérable. Parmi les grandes industries polluantes, celle du pétrole, de l'exploitation au transport, constitue la source la plus importante de contamination des sols, des eaux souterraines et de surface. C'est pourquoi, notre choix s'est porté sur des particules de sable (sol) et du gasoil (polluant).

Après avoir caractérisé le réacteur fluidisé à jet, nous avons étudié ses performances pour le traitement d'un sol pollué par du gasoil en procurant aux micro-organismes un environnement favorable à leur développement. Différents débits d'aération et de jet seront utilisés à cet effet pour déterminer les conditions optimales de fonctionnement du bioréacteur et assurer un taux important de biodégradation du gasoil.

Le traitement du sol en bioréacteur nécessite des opérations d'homogénéisation, de broyage, de tamisage..., une caractérisation physico-chimique et biologique préalable du sol afin de réunir les conditions environnementales (la présence de micro-organismes appropriés, la disponibilité des nutriments, le pH, la température, le taux d'humidité, ...) optimales de biodégradation. Il exige également la connaissance des conditions hydrodynamiques de fonctionnement (vitesses minimales de fluidisation et de jet).

Une étude préalable de l'influence de l'aération issue de l'air de fluidisation et de jet sur le séchage du sol était nécessaire afin de maintenir la teneur en humidité du sol bien fixe.

### III.5.1. Etude du sol

Le sol étudié est du sable en provenance de Bordj El Kiffan à environ 12km à l'est d'Alger prélevé selon la norme Afnor X31100 au voisinage d'une bouche d'égout. Les eaux résiduaires urbaines exemptes d'hydrocarbures sont la principale source de pollution.

Le sol a été étalé et séché à l'air libre puis tamisé (<0,8mm) afin d'éviter les problèmes d'hétérogénéité pour être ensuite pollué au niveau du laboratoire par du gasoil, à raison de 40g/kg de sol sec.

Les échantillons de sol biotique et abiotique sont amendés en azote et en phosphore sous forme de  $NH_4NO_3$  et de  $KH_2PO_4$  pour ajuster le rapport molaire C/N/P à 100/10/1 comme préconisé dans la littérature (**Kwock** et **Loh**, 2002).

Le sol ainsi pollué et amendé est conservé à la température ambiante dans une enceinte fermée pendant 21 jours afin que les micro-organismes autochtones s'adaptent au milieu. Durant toute cette période de temps, les particules de sol sont intimement mélangées pour assurer une meilleure incorporation du gasoil dans la matrice du sol et aspergées d'eau afin de maintenir un taux d'humidité suffisant. Dans le cas des systèmes abiotiques de référence, le sol a été stérilisé à 121°C pendant une heure trois jours successifs (**Colombo** *et al.*, 1996) avant l'addition du gasoil, des substances nutritives et de l'eau.

### III.5.1.1. Caractéristiques du sol avant pollution

Les caractéristiques physico-chimiques et biologiques du sol (Tableau III.9) mettent en évidence une texture sableuse et une faible teneur en argile. Les teneurs intrinsèques du sol en

nutriments indispensables à l'activité et au développement des micro-organismes sont très faibles ce qui a nécessité l'ajout de l'azote et du phosphore.

рН	7,6	Azote total (mg/kg)	23,9	
Matière organique (g/g)	0,04	Phosphore total (mg/kg)	0,16	
Carbone organique total (g/g)	0,03	Biomasse (ufc/g)	$2,6x10^{+6}$	
Sable (%)	87,6	Diamètre moyen (µm)	398	
Limon (%)	9,4	Densité (kg/m <sup>3</sup> )	2604	
Argile (g/g)	3,0	Teneur en eau (%)	0,72<2	
Texture	Sableuse			

Tableau III.9 Caractéristiques physico-chimiques et biologiques du sol avant pollution.

L'humidité, paramètre très important dans le processus de biodégradation et indispensable au développement des microorganismes, à leur croissance et aux différents transferts, est très faible en dessous du seuil minimal requis pour que les transferts entre substrat, microorganismes et nutriments puissent s'effectuer.

L'analyse biologique du sol met en évidence que les micro-organismes sont largement présents dans le sol avant pollution. Le dénombrement des micro-organismes du sol est effectué par la méthode de dilution et ensemencement sur des boites de pétri contenant de la gélose nutritive. Après incubation de 24 heures à 30°C, les colonies développées sont dénombrées et observées au microscope. Le dénombrement révèle une biomasse de  $2,6x10^{+6}$ ufc/g. Ce nombre devrait augmenter en présence du gasoil selon **Milcic-Terzic** *et al.* (2000).

Les observations microscopiques des souches isolées après une coloration de Gram montrent l'existence des bactéries à Gram positif et à Gram négatif. Les bactéries à Gram négatif semblent être les plus compétitives dans le processus de biodégradation des hydrocarbures (HAP), plus particulièrement celles appartenant aux  $\gamma$ -protéobactéries (stenotrophonomonas, pseudomonas, chrysemonas,...) (**Lors** et *al.*, 2002 ; **Maila** et *al.*, 2005). Leur présence dans le sol met en évidence un potentiel de biodégradation du gasoil. Toutefois, quelques souches à Gram positif participent à la biodégradation des HAP, comme par exemple des bactéries appartenant au genre corynebacterium.

### III.5.1.2. Caractéristiques du sol après pollution

La pollution et l'amendement du sol ont généré une augmentation, du pH et de la teneur en matière organique qui sont passés respectivement de 7,63 à 8,07 et de 3,83 à 7,07% pour les sols abiotique et biotique.

Après vingt et un jours d'incubation, l'analyse biologique du sol a mis en évidence une croissance microbienne stimulée par l'addition du gasoil et des substances nutritives au sol, le

nombre de micro-organismes autochtones est passé de  $2,6x10^{+6}$  à  $10^{+9}$  ufc par gramme de sol sec. Ruberto et *al.* (2003) observent une diminution du nombre de micro-organismes autochtones les 15 premiers jours avec l'addition de l'azote et du phosphore suivant un rapport C/N/P de 100/12/3 dans le cas d'un sol pollué par du gasoil (1,5%) bioaugmenté ou non.

L'augmentation de la population microbienne a généré une diminution des teneurs en gasoil et des teneurs en éléments nutritifs pendant cette même période. La diminution de la teneur en gasoil dans le sol oscille entre 3,65 et 3,80 % dans les systèmes biotiques. A l'inverse, dans le cas des systèmes abiotiques, la période d'incubation ne génère pas de variations significatives des différents paramètres étudiés.

Un deuxième amendement du sol après incubation, avant d'entamer le traitement biologique, est alors opéré afin de réajuster le rapport molaire C:N:P à 100:10:1.

# III.5.2. Etude hydrodynamique

Dans cette partie, il était essentiel de déterminer les deux principales caractéristiques hydrodynamiques de fonctionnement dans le cas de l'injecteur de longueur 40mm et du sable utilisé, à savoir les vitesses minimales de fluidisation et de jet.

Au préalable, l'étude a porté sur les particules de sable sec non pollué. Les mêmes essais ont été reconduits en utilisant un sol non pollué et humidifié à différents taux supérieurs à 2% dans le cas de l'étude de l'expansion du lit et enfin en utilisant un sol pollué avec un taux d'humidité déterminé.

Les vitesses minimales de fluidisation  $(U_{mf})$  et de jet  $(U_{mj})$  sont déterminées respectivement par les méthodes classiques basées sur les mesures de la perte de pression totale dans le lit pour différentes vitesses d'aération (§ III.2. Etude de l'expansion du lit) et celles de la pression statique relevée à 10mm au-dessus de la buse d'injection à l'aide de la sonde de Pitot pour différentes vitesses de jet (§ III.3.1. Vitesse minimale de jet).

### Vitesse minimale de fluidisation

La vitesse minimale de fluidisation  $U_{mf}$  dans le cas du sol sec non pollué (W=0,7%) est égale à 9,9 cm/s et est bien représentée par la corrélation d'**Ergun** à ±1,0%.

L'étude préalable de l'expansion du lit, réalisée pour différents taux d'humidité, a mis en évidence que la vitesse minimale de fluidisation  $U_{mf}$  augmente avec l'augmentation du taux d'humidité comme l'illustre la figure III.50.

Il est à noter que pour des taux d'humidité supérieurs à 15%, il est difficile de mettre en évidence le seuil minimal de fluidisation, la perte de charge dans le lit augmentant indéfiniment.

La qualité de la fluidisation, étroitement liée aux propriétés intrinsèques des particules, à savoir la masse volumique, le diamètre des particules et la distribution granulométrique ainsi que les caractéristiques de leur surface, les particules de sol sous l'action de l'aération s'agglomèrent pour ensuite sécher et retrouver graduellement leur individualité. Une vitesse d'aération élevée est nécessaire initialement pour obtenir une fluidisation complète des grosses particules (agrégats).

Le taux d'humidité pour la suite des opérations sera fixé à 15%



Figure III.50. Evolution de la perte de pression totale en fonction de la vitesse d'aération et du taux d'humidité, particules de sable S2.

La vitesse minimale de fluidisation du sol étudié passe de 9,9 cm/s à 13,1cm/s lorsque le taux d'humidité passe de 0,7% à 15% et à 13,4 cm/s dans le cas d'un sol pollué avec un taux d'humidité de 15%.

### Vitesse minimale de jet

La vitesse minimale superficielle du jet  $U_{mj}$ , définie comme étant la plus faible vitesse du gaz pour laquelle le lit reste en jet, égale 6,8 cm/s soit une vitesse minimale débitante  $U_{mo}$ du jet de l'ordre de 18,9m/s. La comparaison de la vitesse minimale de jet avec celles déterminées à partir des différentes corrélations citées dans la littérature (tableau III.10) dont les conditions opératoires sont voisines aux nôtres montre que celle-ci concorde bien avec celles obtenues à partir des corrélations d'**Anabtawi** *et al.* (1992) à ±11,8%, et de **Mathur** et **Gishler** (1955) à ± 14,7%.

Tableau III.10 Calcul des vitesses minimales de jet selon les différents auteurs.

	Mathur	Smith	Brunello	Uemaki	Wu at al	Anabtawi
Auteurs	et Gishler	et Reddy	et al.	et al.	(1097)	et al.
	(1955)	(1969)	(1974)	(1983)	(1987)	(1992)
U <sub>mj</sub> (cm/s)	5,8	8,4	16,0	16,2	8,4	6,0

De la même façon, la vitesse minimale du gaz  $U_{mj}$  pour laquelle le lit reste en jet, a été déterminée dans le cas des particules de sol pollué avec un taux d'humidité (W) de 15%. On observe la même courbe caractéristique d'un lit à jet (figure III.51) et la vitesse minimale superficielle de jet augmente, elle passe de 6,8cm/s dans le cas d'un sol sec non pollué à

7,2cm/s soit une vitesse minimale débitante de 20m/s dans le cas d'un sol pollué avec un taux d'humidité de 15%.



Figure III.51. Evolution de la perte de pression statique en fonction de la vitesse de jet et du taux d'humidité, particules de sable S2.

Dans le cas des lits fluidisés à jet, l'obtention d'un jet stable requiert des vitesses de jet supérieures ou égales à la vitesse minimale  $U_{mjf}$ . Le jet est stable s'il émerge du lit et permet une circulation régulière et constante des particules dans le jet et la zone annulaire conduisant à la formation d'une fontaine au sommet du jet qui ne fluctue pas avec le temps.

**Anabtawi** *et al.* (1992) ont déterminé une corrélation pour le calcul de la vitesse minimale  $U_{mjf}$  qui tient compte de la vitesse minimale de jet et du transfert du gaz du jet vers le lit fluidisé ou vice versa. **Ettehadieh** *et al.* (1984) montrent qu'un jet se forme, lorsque le débit du gaz est égal à environ trois fois celui nécessaire à la fluidisation du lit.

$$U_{mjf} = U_{mj} + U_{mf} \left(1 - \phi\right) \tag{III-11}$$

$$U_{mj} = 2,44 \left(\frac{d_{P}}{D_{C}}\right)^{0,7} \left(\frac{d_{0}}{D_{C}}\right)^{0,58} \left(\frac{H}{D_{C}}\right)^{0,5} \left\{2gH\left[\frac{(\rho_{s} - \rho_{f})}{\rho_{f}}\right]\right\}^{0,28}$$
(III-12)

Où

$$\phi = 3,66x10^{-5} d_0^{0,104} d_P^{-0,485} H^{-0,656} [Q_a(0)]_{mif}^{-1,3}$$
(III-13)

Dans le cas des particules de sable étudiées, la présence de jet accélère le processus de fluidisation, la vitesse minimale de fluidisation diminuant avec la vitesse de jet (§ III.2.4). Il en découle que le jet contribue en partie à la fluidisation des particules et nous laisse supposer que le transfert de gaz s'effectue de la zone de jet vers la zone annulaire du moins au seuil

minimal de fluidisation. Par conséquent, la vitesse minimale  $U_{mjf}$  requise pour la formation d'un jet stable devrait être supérieure à la vitesse minimale de jet  $U_{mj}$ .

En effet, pour des vitesses de jet inférieures ou égales à 20m/s et différents états du lit, le mouvement cyclique ascensionnel des particules de sol pour changer de direction dans la zone annulaire et la formation d'une fontaine au dessus du lit ne sont pas observés.

Pour des vitesses supérieures ou égales à 37m/s, le jet entraîne avec lui les particules de la phase fluidisée pour être ensuite accélérées et propulsées plus haut au dessus du lit indépendamment de l'état du lit.

### III.5.3. Teneur en humidité

Les taux d'humidité préconisés dans la littérature (§ I.2.2) varient selon les auteurs, **Ballerini** *et al.* (1998) proposent 10%, **Nano** *et al.* (2003) proposent un taux d'humidité supérieur ou égal à 15% tandis que **Sabaté** *et al.* (2004) suggèrent qu'il soit ajusté à 60% de la capacité de rétention d'eau du sol. Le taux d'humidité de 15% a été adopté dans la mesure où il est suffisant pour assurer les différents transferts dans le processus de biodégradation, il permettrait de minimiser les pertes par évaporation et par entraînement des hydrocarbures et que les paramètres de fonctionnement dans le lit fluidisé à jet ont été déterminés.

Pour maintenir la teneur du sol en eau constante, égale à 15 % et compenser les pertes par évaporation, nous avons suivi l'évolution temporelle du taux d'humidité pour les différents essais dans le cas d'un sol non pollué. selon que l'on opère dans un réacteur fluidisé (U<sub>f</sub>, 0), un réacteur à jet (0, U<sub>j</sub>) ou dans un réacteur fluidisé à jet (U<sub>f</sub>, U<sub>j</sub>). Cette opération a permis de déterminer les quantités d'eau requises au cours du traitement biologique du sol pour maintenir la teneur en humidité constante et égale à 15% durant toute l'opération.

Pour des vitesses d'aération  $U_f$  de 9,9cm/s, 13,4cm/s et 18,0cm/s, le déficit en eau est respectivement de 15%, 25% et 31% au bout d'une heure de fonctionnement comme l'illustre la figure III.52. En effet, plus les vitesses de jet et /ou d'aération sont importantes, plus le séchage des particules de sol est important.

Les courbes de séchage pour les différents essais, présentent la même allure (Figure.III.52). La première partie de la courbe est linéaire et la vitesse de séchage est constante. Pendant toute la durée de cette phase, la surface du solide est saturée en eau. Il s'y forme une couche limite de gaz où la pression de vapeur d'eau est quasi égale à celle de l'eau pure dans les mêmes conditions de température et de pression. Cette situation résulte de la présence d'eau en quantité importante à la surface du solide. Ce qui provoque la vaporisation de l'eau de la surface.

La seconde partie correspond à la phase où la vitesse de séchage est décroissante et le transfert des molécules d'eau au sein du solide n'est plus assez rapide pour saturer la pellicule de gaz entourant celui-ci. Il se crée dans les particules un front de vaporisation se dirigeant progressivement vers l'intérieur de la matière à sécher. La vapeur d'eau ayant un chemin de plus en plus important à parcourir, sa pression à la surface du solide diminue. La différence entre cette pression et la pression de vapeur d'eau dans le milieu ambiant va donc décroître avec comme conséquence la diminution de la vitesse de séchage.



Figure III.52. Evolution temporelle du taux d'humidité dans les différents systèmes.

A partir du tracé des cinétiques de séchage pour les différentes conditions d'essais comme l'illustre la figure III.53, nous avons déterminé les différents débits d'eau nécessaires pour maintenir un taux d'humidité moyen constant égal à 15% à partir de la vitesse de séchage en phase constante (Tableau III 11). A cet effet, un système d'aspersion continu a été utilisé pour alimenter le lit par la partie supérieure.



Figure III.53. Evolution temporelle de la vitesse de séchage dans les différents systèmes.

Système	U <sub>f,</sub> (cm/)	U <sub>0</sub> (m/s)	Q <sub>tot</sub> (L/s)	Q <sub>eau</sub> (g/mn)
	9,9	0	4,860	6,86
Lit fluidisé	13,4	0	6,578	10,68
	18,0	0	8,836	14,82
	0	20	3,534	6,57
Lit à jet	0	37	6,538	11,45
	0	42	7,422	12,84
	9,9	37	11,398	16,75
	9,9	42	12,282	23,14
Lit	13,4	37	13,116	23,91
fluidisé à jet	13,4	42	14,000	29,02
	18,0	37	15,374	32,17
	18,0	42	16,258	38,99

Tableau III.11 Influence de l'aération et du type de réacteur sur la vitesse de séchage du sol

# III.5.4. Traitement du sol pollué

La bioremédiation d'un sol pollué par du gasoil à raison de 4% est réalisé dans un réacteur fluidisé gaz-solide à jet central ascendant durant 15 jours, en procurant aux microorganismes un environnement favorable à leur développement (biostimulation du milieu réactionnel).

Pour une meilleure approche des cinétiques de biodégradation, les expériences sont réalisés tant sur un sol stérile que non stérile dans un réacteur fluidisé à jet contenant 16kg de sol contaminé.

Différents régimes d'écoulement sont réalisés en variant les débits d'aération et de jet pour étudier l'influence de l'aération et/ou du jet et par conséquent l'agitation sur l'enlèvement et la biodégradation du gasoil: (a) lit fluidisé ( $U_f$ , 0), (b) lit à jet (0,  $U_j$ ) et (c) lit fluidisé à jet ( $U_f$ ,  $U_j$ ). Différentes vitesses d'aération ( $U_f$ =9.9, 13.4 et 18,0cm/s) et de jet ( $U_j$ =20, 37 et 42m/s) sont considérées.

Le suivi du traitement biologique est réalisé à partir des mesures de la biomasse et de la teneur en gasoil qui sont périodiquement contrôlés. Des mesures de pH, du taux d'humidité de la température et des teneurs en nutriments (azote, phosphore) sont également effectuées afin de s'assurer des conditions environnementales optimales favorables à la biodégradation.

Les analyses sont effectuées sur des échantillons de sol prélevés à différents niveaux du lit (la partie supérieure, le milieu et la partie inférieure) afin d'avoir un échantillon moyen et de vérifier l'uniformité de la dégradation du polluant du sol sur toute la profondeur mais également pour tous les paramètres étudiés.

### III.5.4.1. Analyses et Caractérisation du gasoil

La détermination des teneurs en gasoil est réalisée par chromatographie en phase gazeuse (§ Annexe A.II.8) après extraction des hydrocarbures des échantillons du sol à l'aide du tétrachlorure de carbone réalisée dans un Soxhlet pendant 6 heures. Les échantillons de sol sont au préalable broyés avec du sulfate de sodium anhydre dans un rapport (4/5).

- Une fraction de l'extrait recueilli est filtrée sur une colonne qui contient du sulfate de magnésium pour éliminer les composés polaires et permettre ensuite le dosage des composés non polaires par chromatographie en phase gazeuse ;
- L'autre fraction, de volume connu, permettra la détermination des hydrocarbures totaux par pesée (TPH) après évaporation du solvant.

Les teneurs en gasoil sont déterminées à partir des calculs de surface des chromatogrammes rapportée à celle de l'étalon interne utilisé ; l'anthracène. L'anthracène a un temps de rétention compris entre ceux du n- $C_{17}$  et du n- $C_{18}$  et présente une bonne résolution de séparation comparée à celle des hydrocarbures du gasoil. Cette méthode est également utilisée pour évaluer quantitativement les teneurs en n-alcanes identifiés à partir de standards.

Le gasoil est un mélange complexe de 2000 à 4000 hydrocarbures qu'on ne peut séparer totalement par chromatographie, seuls les n-alcanes et quelques hydrocarbures ramifiés peuvent être identifiés en tant que composés séparés (**Marchal** *et al.*, 2003). C'est une catégorie intermédiaire entre les légers et les lourds avec une masse volumique de 833kg/m<sup>3</sup> à 20°C (ASTM D4052).

Dans le cadre de cette étude, nous avons utilisé un gasoil commercial provenant de la station de service d'essence de Bab Ezzouar. Les résultats d'analyse par CPG (fig. III.54) révèlent un nombre de carbone allant de 6 à 30 dont 29,55 % d'alcanes linéaires entre  $C_{10}$  et  $C_{24}$ .



Selon **R-Espinoza** et **Dendooven** (2004), les teneurs en carbone organique et hydrocarbures totaux sont de 78,5% et 157g/L. **Brinkmann** *et al.* (1998) mettent en évidence

que le carbone et l'hydrogène constituent respectivement 86,3% et 13,4% du gasoil à partir de la réaction d'oxydation. Le gasoil a une masse volumique à  $15^{\circ}C$  :  $820 < \rho < 860 \text{ kg/m}^3$ , une solubilité inférieure ou égale à 0,02g/L et un indice K<sub>OW</sub> supérieur à 3 en général.

La composition du gasoil en classes structurales varie selon l'origine et la nature de ce dernier. Les alcanes linéaires, les alcanes ramifiés (isoalcanes) et les cycloalcanes constituent la fraction la plus importante entre 65 et 80%. Les aromatiques représentent entre 10 et 30% (Boopathy, 2003 ; Marchal et al., 2003, Mukherji et al., 2004). Les principaux composants de la fraction des aromatiques sont le méthyle-naphtalène, le biphényl, le fluorène, l'anthracène, le phénanthrène, le pyrène, le benzo (a) anthracène (**M-Barahona** *et al.*, 2004).

# **III.5.4.2.** Autre analyses

# III.5.4.2.1. pH

Il ressort des différents essais que la bioremédiation ne génère pas de variations significatives du pH qui reste constant durant toute l'opération de traitement. Il est pratiquement constant sur toute la profondeur du lit.

Les valeurs de pH comprises entre 7,5 et 8,0 se situent dans un intervalle favorable au développement normal des micro-organismes et pour lequel la biodégradation des hydrocarbures est maximale.

## III.5.4.2.2. Taux d'humidité

Le taux d'humidité requis pour les processus métaboliques des micro-organismes (**Davis** et **Madsen**, 1996 ; **Nano** *et al.* 2003) est maintenu constant et égal à 15% grâce à un système d'aspersion pour irriguer le lit par la partie supérieure. Les mesures du taux d'humidité ont permis de vérifier la constance de ce dernier dans le temps et sur toute la profondeur du lit. Dans certains cas, les débits déterminés en fonction des vitesses de fluidisation et/ou de jet (tableau III.11) ont dû être réajustés.

### III.5.4.2.3. Température

Les faibles températures réduisent le métabolisme microbien et la biodégradation des hydrocarbures, la plupart des micro-organismes dégradeurs sont mésophiles et plus performants à 30°C (**Delille** *et al.*, 2004). La température du milieu a été maintenue entre 25 et 31°C. En période hivernale, où la température n'excédait pas 8°C, l'air du jet a été chauffé pour maintenir une température moyenne du lit de l'ordre de 25°C, ce qui a justifié l'étude du réacteur sous des conditions non isothermes.

# III.5.4.2.4. Nutriments

La présence d'hydrocarbures et leur assimilation ont pour conséquence un déficit en azote et en phosphore, éléments indispensables et essentiels au métabolisme cellulaire. Une faible disponibilité du phosphore limite la croissance bactérienne (**Kwok** et **Loh**, 2003) et par voie de conséquence la biodégradation du gasoil. Il joue le rôle d'une véritable centrale

énergétique à l'échelle cellulaire. Il permet la récupération, l'accumulation et la distribution de l'énergie dans la cellule (Lauwerys, 2002).

Il était alors essentiel de suivre l'évolution des teneurs en nutriments pendant toute la période de traitement.

### > Azote

L'augmentation de la microflore microbienne pendant la phase exponentielle entraîne une consommation accrue de l'azote utilisé dans la synthèse des protéines et des bases azotées de la cellule microbienne. D'autre part, l'assimilation de l'azote est rééquilibrée par l'azote libéré et issu de la lyse des micro-organismes. Le déclin de la population microbienne entraîne la libération progressive de l'azote qu'elle avait emmagasiné (**Scriban**, 1999).

Les formes essentielles de l'azote dans le sol sont des composés minéraux et de l'azote de Kjehdahl. La quantification de l'azote total doit tenir compte des différentes espèces sous forme liée, représentées généralement :

$$N_{total} = \underbrace{NH_4^+ + N_{organique}}_{\text{Azote réduit}} + \underbrace{NO_2^- + NO_3^{2^-}}_{\text{Azote oxydé}}$$
(III-14)  
Azote oxydé

Seuls l'azote ammoniacal  $NH_4^+$ , les nitrites  $NO_3^{2-}$  et les nitrates  $NO_2^-$  ont pu être déterminés expérimentalement.

### i. L'azote ammoniacal

De façon générale, une importante diminution de la teneur en azote ammoniacal au cours du temps est observée dans tous les systèmes. L'assimilation de l'azote ammoniacal est plus prononcée en présence de jet comme l'illustre la figure III.55. Plus la vitesse d'aération et/ou de jet est grande, plus importante est la consommation en azote ammoniacal. Les teneurs en azote ammoniacal sont négligeables au terme du traitement dans certains cas.



Figure.III.55. Evolution de la teneur réduite en azote ammoniacal.

La diminution de la teneur en azote ammoniacal est attribuée en partie à la transformation de l'azote ammoniacal en nitrates par le phénomène de nitrification.

### ii. Les nitrates

La teneur en nitrates augmente en début de traitement pour ensuite diminuer excepté lorsque le débit total d'air est important (systèmes (13,4 ; 42) (18,0 ; 37) (18,0 ; 42)) comme illustré sur la figure III.56. Cette augmentation est le résultat de la nitrification comme le suggèrent **Schloesing** et **Muntz** (**Seprent**, 1987), les conditions y étant favorables. **Brinkmann** *et al.* (1998) observent une augmentation des nitrates lorsque la vitesse de rotation du réacteur rotatif et le transfert d'oxygène diminuent. Elle est plus importante dans le cas d'un lit fluidisé très expansé (18,0cm/s ; 0m/s) en comparaison avec celle observée aux vitesses d'aération plus faibles. Après 3 jours de traitement, la teneur en nitrates diminue considérablement pour tous les essais.



Figure.III.56. Evolution de la teneur réduite en nitrates.

### iii. Les nitrites

Il ressort de la figure.III.57, représentant l'évolution du taux d'assimilation des nitrites  $NO_2^-$  en fonction du temps, une nette diminution des nitrites et ce pour les différentes vitesses d'aération et de jet. La présence de jet accroit l'assimilation des nitrites. **Brinkmann** *et al.* (1998) observent le même phénomène avec l'augmentation de la vitesse de rotation du réacteur rotatif et le taux d'oxygénation.

# > Le phosphore

Le phosphore joue un rôle important dans le métabolisme cellulaire (**Margesin** et **Schinner**, 2001). Il est présent dans les acides nucléiques, phosphorite, nucléotides comme l'ATP, quelques cofacteurs, certaines protéines et dans d'autres composants inorganiques comme source de phosphore pour la synthèse d'ATP.

La figure.III.58 présente le taux d'assimilation du phosphore au cours du temps pour différentes vitesses de fluidisation et de jet.

Les résultats montrent un net déficit en phosphore pendant les premiers jours quelque soit l'état de lit et la vitesse de jet appliquée. Après 7 jours de traitement, l'assimilation du phosphore est ralentie pour se stabiliser ensuite.



Figure.III.57. Evolution de la teneur réduite en nitrites.



Figure.III.58. Evolution de la teneur réduite en phosphore.

## III.5.4.2.5. Biomasse

Le suivi de la croissance bactérienne à partir des échantillons prélevés quotidiennement met en évidence une augmentation du nombre de micro-organismes comprise entre  $10^{+9}$  et  $10^{+10}$  ufc/g de sol (figure.III.59). La croissance sera reprise pour les différents systèmes ultérieurement.

**Greer** *et al.* (2003) mettent en évidence que l'amendement du sol génère un accroissement de la flore microbienne qui passe de  $3 \times 10^{+7}$  à  $10^{+8}$ ufc/g après quatre semaines de traitement.



Figure.III.59 Evolution de la biomasse dans les différents réacteurs.

Les courbes de croissance microbienne présentent en général différentes phases (**Scriban**, 1999) de latence, d'accélération, de croissance exponentielle, de ralentissement, stationnaire et de déclin.

Il ressort des résultats de mesure de la biomasse une phase exponentielle suivie d'une phase stationnaire dans certains cas puis d'une phase de déclin.

• la phase exponentielle où la croissance bactérienne est relativement prononcée correspond à l'étape où la dégradation des hydrocarbures est la plus active et est accélérée, la biomasse atteint un maximum pour chaque essai ;

• la phase stationnaire est observée dans certains cas ((0, 20m/s); (13,4cm/s, 0); (13,4cm/s, 37m/s); (13,4cm/s, 42m/s)). Elle renseigne sur la stabilité du taux de croissance de la microflore qui atteint son maximum, les micro-organismes ne se reproduisant plus. L'épuisement des nutriments et l'épuisement de la fraction de substrat facilement biodégradable pourraient être responsables;

• la phase de déclin se caractérise par un taux de croissance négatif (lyse), les bactéries ne se reproduisant plus. Ceci est probablement dû à une diminution des nutriments, l'épuisement de la source de carbone et à un effet d'inhibition provoqué par la toxicité de certains métabolites.
Il est clair que les phases d'adaptation ou latence et à priori, même celle de croissance ont débuté durant la période d'incubation de 21 jours. **Coulon** *et al.* (2005) et **Sarkar** *et al.* (2005) n'observent pas de phase de latence dans le cas du gasoil. Selon **Mukherji** *et al.*, (2004), la phase de croissance exponentielle arrive à terme au bout de 8 jours.

**Milcic-Terzic** *et al.* (2000) enregistrent également un accroissement bactérien qui passe de  $10^{+5}$  à 2,2x $10^{+7}$ ufc/g dans le cas d'un sol contaminé par du gasoil (5,2%). Les travaux de **Ghazali** *et al.* (2004), dans le cas de la bioremédiation d'un sol contaminé par du gasoil (1,4%), mettent en évidence une augmentation du nombre des micro-organismes indigènes de 995% après 60 jours d'inoculation. L'addition d'un inoculum pour accroître le nombre de micro-organismes de  $10^{+5}$ ufc/g à 2,6x $10^{+7}$  s'accompagne d'une diminution les 30 premiers jours (4,5x $10^{+6}$ ufc/g) suivie d'une croissance bactérienne pour atteindre entre 9,2x $10^{+6}$  et  $1,2x10^{+7}$ ufc/g.

**Sarkar** *et al.* (2005) enregistrent un accroissement de la biomasse après une semaine de traitement de 57% en l'absence de fertilisant et de  $124\pm140\%$  avec l'ajout de fertilisant  $(1,2x10^{+9}ufc/g)$ .

Li *et al.* (2004) mettent en évidence que l'augmentation de l'aération ne stimule pas le nombre de micro-organismes.

### III.5.4.3. Bioremédiation du sol dans un lit fluidisé

Dans le cas d'un lit fluidisé, comme illustré sur la figure.III.60, l'aération génère une importante réduction de la teneur en gasoil les 7 premiers jours du traitement. Le processus de dégradation se poursuit et diminue graduellement pour se stabiliser après 10 jours de traitement. Les taux d'enlèvement du gasoil obtenus pour des vitesses de fluidisation respectives de 9,9cm/s, 13,4cm/s et 18,0cm/s sont respectivement 68,7 %, 76,5 % et 82,0 %.

Les taux d'enlèvement et de biodégradation du gasoil sont déterminés à partir des équations (III-15 et 16) suivantes :

Taux d'enlèvement du gasoil = 
$$\frac{[gasoil]_0 - [gasoil]_{tbio}}{[gasoil]_0}$$
(III-15)

Taux de biodégradation du gasoil = 
$$\frac{[gasoil]_{abio} - [gasoil]_{bio}}{[gasoil]_0}$$
(III-16)

L'élimination du gasoil est due aux processus biotique (minéralisation complète, production de biomasse et de métabolites) et abiotique (entraînement, volatilisation). Les systèmes biotiques impliquent des processus abiotiques et biotiques tandis que dans les systèmes abiotiques, seule la volatilisation, est à l'origine de l'élimination du gasoil.

Les taux d'enlèvement de gasoil enregistrés dans les systèmes abiotiques varient entre 12% et 21 % en fonction de la vitesse de fluidisation. Les taux d'enlèvement abiotiques sont relativement négligeables pour des lits, aéré et au minimum de fluidisation ( $U_f \leq U_{mf}$ ). Au-delà du minimum de fluidisation, le taux de volatilisation est plus important, il est supérieur à 20% après 5 jours de traitement.



Figure.III.60. Evolution temporelle des taux de biodégradation et d'enlèvement du gasoil dans un lit fluidisé.

La même tendance est observée pour les taux de biodégradation que pour les taux d'enlèvement quand le lit est aéré, ou fluidisé ( $\leq$ 13,4cm/s) (Figure.III.59). Le taux de biodégradation augmente avec la vitesse d'aération.

Pour une vitesse d'aération élevée (18,0cm/s), le lit est plus expansé et le taux de biodégradation diminue. Le meilleur taux de biodégradation de gasoil est obtenu pour un état de lit au minimum de fluidisation (13,4cm/s) et est égal à 64 %.

En supposant que la biodégradation du gasoil est régie par des modèles cinétiques du premier ou deuxième ordre, les tracés de ln ([gasoil]<sub>0</sub>/[gasoil]) et de 1/[gasoil] en fonction du temps ; pour les différentes vitesses d'aération ; mettent en évidence des droites de pente k.

Les modèles cinétiques du premier ordre et du deuxième ordre considèrent que le gasoil comme une substance homogène, c'est-à-dire mono-moléculaire et sont représentés sous la forme intégrée par les équations (III-17 et 18) suivantes :

$$\left(\left[gasoil\right]_{abio} - \left[gasoil\right]_{bio}\right)_t = \left[gasoill\right]_0 \exp(-k_{bio}t)$$
(III-17)

$$\frac{1}{[gasoil]_0} - \frac{1}{([gasoil]_{abio} - [gasoil]_{bio})_t} = k_{bio}t$$
(III-18)

Les coefficients de corrélation  $(r^2)$ , déterminés par régression linéaire, indiquent que le modèle cinétique de biodégradation de premier ordre est le mieux adapté pour décrire la biodégradation du gasoil dans le cas de traitements dans un réacteur fluidisé (Tableau .III.12).

U <sub>f</sub> (cm/s)	$U_{i}$ (m/s)	Modèle cinétique ordre	ue du 1 <sup>er</sup>	Modèle cinétique ordre	e du 2 <sup>ème</sup>
	0)(11,0)	k <sub>bio</sub> (jour <sup>-1</sup> )	r <sup>2</sup>	k <sub>bio</sub> (g <sup>-1</sup> kgjour <sup>-1</sup> )	r <sup>2</sup>
9,9	0	0,115	0,943	0,0024	0,886
13,4	0	0,138	0,995	0,0025	0,952
18,0	0	0,103	0,975	0,0022	0,902

Tableau.III.12 Constantes cinétiques de biodégradation du gasoil dans un lit fluidisé.

Plusieurs études indiquent que la biodégradation des hydrocarbures est régie par un modèle cinétique du premier ordre (**Mills** *et al.*, 2003 ; **Namkoong** *et al.*, 2002) bien que le modèle cinétique du second ordre donne des résultats qui sont statistiquement valables dans notre cas. **Sarkar** *et al.* (2005) ont abouti au même résultat.

Les constantes cinétiques de biodégradation  $(k_{bio})$  augmentent avec l'augmentation de la vitesse de fluidisation dans le cas d'un lit aéré ou fluidisé au seuil minimal de fluidisation. Au-delà du minimum de fluidisation, les constantes cinétiques  $(k_{bio})$  diminuent; elles corroborent les résultats obtenus de la biodégradation. Au minimum de fluidisation, la constante cinétique de biodégradation est de 20% supérieure à celle observé dans un lit aéré. Cette constante cinétique est réduite de 26% lorsque le lit est expansé.

Les courbes de croissance microbienne se caractérisent par deux phases, de croissance exponentielle et de déclin comme illustré sur la figure.III.61.



Figure.III.61. Evolution de la biomasse dans un lit fluidisé.

C'est la présence de gasoil dans le sol, seule source de carbone qui est à l'origine de l'augmentation du nombre de micro-organismes totaux (comparé avec celui au temps initial). Elle est de 306 %, 530 % et 433 % pour les systèmes respectifs : (9,9cm/s ; 0m/s) (13,4cm/s ; 0m/s) et (18,0cm/s ; 0m/s). Le nombre total de micro-organismes totaux n'a pas changé de façon significative pour les trois systèmes c'est-à-dire que l'augmentation du débit d'aération n'a pas d'effet sur la stimulation et la croissance de la population microbienne en comparaison avec les taux d'enlèvement et de biodégradation du gasoil comme illustré dans la figure.III.58.

La détermination du taux de croissance maximum à partir des résultats de mesure de la biomasse durant la phase exponentielle, pour les différentes vitesses d'aération est donnée dans le tableau.III.13. Les taux de croissance maximum déterminés corroborent les résultats cités précédemment. Les meilleurs résultats sont obtenus dans le cas d'un lit aéré, au seuil minimal de fluidisation. **Cunningham** *et al.* (2004) enregistrent une croissance microbienne durant les 5 premiers jours de traitement.

Uf (cm/s)	Uj (m/s)	$\mu_{max}$ (j <sup>-1</sup> )	$r^2$
9,9	0	0,467	0,990
13,4	0	0,635	0,952
18,0	0	0,577	0,940

Tableau.III.13 Coefficient du taux de croissance maximum  $\mu_{max}$ . dans un lit fluidisé.

**M-Barahona** *et al.* (2004) enregistrent un taux d'enlèvement optimal du gasoil de 67% et un taux de croissance maximum  $\mu_{max}$  de 0,260j<sup>-1</sup> dans le cas d'un sol limoneux-argileux-sableux pollué artificiellement par du gasoil (4%) après 109 jours de traitement. Les teneurs en humidité et en oxygène sont respectivement de 30% et supérieure à 10% et le rapport C/N=100/10. Les principaux organismes responsables de la dégradation du gasoil dans ce cas, sont les actinomycètes et les fungi.

Les résultats de mesure de la biomasse, dans le cas de la bioremédiation de sols pollués par du gasoil, donnent des taux de croissance maximum de  $0,053j^{-1}$  (1,5%) (**Ruberto** *et al.*, 2003), et de  $0,038j^{-1}$  (1,4%) (**Ghazali** *et al.*, 2004).

## III.5.4.4. Bioremédiation du sol dans un lit à jet

Dans le lit à jet, comme illustré dans la figure.III.62, les taux d'enlèvement du gasoil enregistrés après 15 jours de traitement se situent entre 76 % et 84 % dont une part importante est attribuée aux processus abiotiques (17 - 22 %).

Pour une vitesse minimale de jet (20m/s), la teneur en gasoil diminue progressivement pour atteindre un taux d'enlèvement de 76,5%. Pour des vitesses de jet supérieures (37m/s et 42m/s), la teneur en gasoil diminue rapidement les 5 premiers jours pour ensuite se stabiliser. Après 15 jours de traitement, les taux de biodégradation sont similaires, compris entre 60% et 62%. Ceci pourrait être attribué à l'épuisement des nutriments et/ou la biodégradation des hydrocarbures les plus récalcitrants et la présence de métabolites toxiques.



Figure.III.62. Evolution temporelle des taux de biodégradation et d'enlèvement du gasoil dans un lit à jet.

De la même façon que pour le lit fluidisé, la méthode de régression linéaire a été utilisée pour déterminer le modèle cinétique de biodégradation du gasoil dans un lit à jet.

Les constantes cinétiques de biodégradation  $k_{bio}$  et les coefficients de corrélation ont été déterminés en supposant que des cinétiques du premier ou du second ordre pourraient être appliqués dans ce cas. Ils sont reportés dans le Tableau.III.14.

La biodégradation est également régie par une cinétique du premier ordre au vu des coefficients de corrélation obtenus.

Comparées avec celles déterminées dans le cas du lit fluidisé, les constantes cinétiques sont nettement supérieures pour des vitesses de jet élevées et augmentent avec l'augmentation de la vitesse de jet.

TT	II	Modèle cinétiqu	ie du 1 <sup>er</sup> Modèle cinétique du 2 <sup>ème</sup>			
$O_{\mathrm{f}}$	Uj	ordre		ordre		
(cm/s)	(m/s)					
(011/3)	(11/3)	k <sub>bio</sub> (jour <sup>-1</sup> )	r <sup>2</sup>	$k_{bio} (g^{-1} kgjour^{-1})$	$r^2$	
0	20	0,108	0,964	0,0022	0,913	
0	37	0,141	0,957	0,0027	0,878	
0	42	0,151	0,906	0,0028	0,809	

Tableau.III.14 Constantes cinétiques de biodégradation du gasoil dans un lit à jet.

Les résultats de mesure de la biomasse représentés sur la figure.III.63 se caractérisent par deux phases, exponentielle et de déclin lorsque la vitesse de jet est supérieure à la vitesse minimale de jet. Au minimum de jet, on observe également une phase stationnaire.



Figure.III.63 Evolution de la biomasse dans un lit à jet.

L'analyse microbiologique met en évidence une augmentation de la population microbienne, le nombre de micro-organismes total varie entre  $8.10^{+8}$ cfu/g et  $6.10^{+9}$ cfu/g dans le cas le plus favorable. Cette augmentation est de 352%, 469% et 464% pour les systèmes respectifs : (0 ; 20m/s), (0 ; 37m/s), (0 ; 42m/s).

Le taux de croissance maximum  $\mu_{max}$  augmente avec la vitesse de jet comme l'illustre le tableau III.15. Ils sont toutefois comparables à ceux obtenus dans le cas d'un lit fluidisé.

$U_{\rm f}$ (cm/s)	Uj (m/s)	$\mu_{\max}$ (j <sup>-1</sup> )	r <sup>2</sup>
0	20	0,468	0,941
0	37	0,570	0,931
0	42	0,614	0,899

Tableau.III.15 Coefficient du taux de croissance maximum  $\mu_{max}$  dans un lit à jet.

# III.5.4.5. Bioremédiation du sol dans un lit fluidisé à jet

Les conditions hydrodynamiques de fonctionnement ont été sélectionnées de telle manière à permettre un meilleur contact entre les différentes phases en présence grâce à la circulation cyclique des particules de sol de la zone de jet vers la zone annulaire et un meilleur transfert d'oxygène dans le réacteur fluidisé à jet. La figure.III.64 montre l'influence des vitesses d'aération et de jet sur les taux de biodégradation et d'enlèvement du gasoil. La dégradation du gasoil présente la même tendance pour les différents essais, mais les taux diffèrent. La réduction de la teneur en gasoil est importante tant pour les systèmes abiotiques que biotiques. Après 10 jours de traitement, le processus d'élimination du gasoil diminue de façon considérable.

Il ressort également que le processus de dégradation est d'autant plus accéléré que les vitesses d'aération et de jet sont importantes. Le taux d'oxygénation est important. Les meilleurs taux d'enlèvement sont obtenus pour des vitesses d'aération  $U_f$  de 18,0cm/s et de jet  $U_j$  de 37 et 42m/s. Ils atteignent 98-99% après 15 jours tandis que dans un lit fluidisé le taux optimal de dégradation est de 82 %.



Figure.III.64. Evolution temporelle des taux de biodégradation et d'enlèvement du gasoil dans un lit fluidisé à jet.

Il apparaît clairement que la présence de jet, qui favorise les échanges interparticulaires et le transfert entre les différentes phases, accélère le processus d'élimination du gasoil et que l'influence de l'aération à priori semble négligeable.

Pour une vitesse de jet donnée, le taux d'enlèvement biotique passe de 11% à 20% quand la vitesse d'aération varie entre 0 et 18,0cm/s.

D'autre part, pour un état du lit aéré ou fluidisé ( $U_f \le U_{mf}$ ), par exemple 9,9cm/s, le taux d'enlèvement biotique est augmenté de 33% et de 38% lorsque la vitesse de jet passe respectivement de 0 à 37m/s et de 0 à 42m/s.

Pour un état du lit expansé (U\_f>  $U_{mf}$ ), on observe une augmentation de 20% en présence de jet.

La bioremédiation d'un sol pollué par du gasoil génère des taux d'enlèvement, de 29÷30% après 32jours de traitement en biopiles (1,4%) (**Cunningham** *et al.*, 2004), de 60% après 7 jours de traitement dans un microcosme dans le cas d'un sol argileux (0,008%)

(**Rivera-Espinoza** et **Dendooven**, 2004), de 67% après 109 jours de traitement dans un microcosme dans le cas d'un sol limoneux-argileux-sableux (4%) (**M-Barahona** *et al.* 2004).

**Coulon** *et al* (2005) enregistrent une réduction de la teneur en gasoil de 75% et 85% à 10°C en l'absence et en présence d'un fertilisant dans le cas d'un sol limoneux- sableux. **Van Gestel** *et al.* (2003) réalisent 85% de réduction de gasoil après 84 jours de traitement dans le cas d'un sol limoneux- sableux (0,6%) en ajustant la température à celle du compost.

Bien que la fraction de gasoil volatile soit relativement faible (Feng *et al.*, 2000), une importante diminution de la teneur en gasoil est observé dans des systèmes abiotiques. Cette diminution est fonction des vitesses d'aération et de jet et varie entre 14% et 46%. Ces résultats mettent en évidence que d'autres phénomènes, autre que la volatilisation, comme le transport, sont à l'origine de l'enlèvement abiotique du gasoil. Mukherji *et al.* (2004) et Sarkar *et al.* (2005) trouvent que l'enlèvement abiotique du gasoil par volatilisation est de l'ordre de 10% et peut atteindre jusqu'à 12% lorsque la période d'exposition est prolongée.

Pour tous les essais, l'enlèvement abiotique du gasoil est très important les 5 premiers jours et augmente avec le débit total d'aération et de jet pour ensuite se stabiliser après. Il en résulte par conséquent une diminution du taux de biodégradation du gasoil.

Les taux de biodégradation observés dans tous les systèmes  $(U_f; U_j)$  pendant les 7 premiers jours varient entre 50% et 70% et sont fonction des vitesses d'aération et de jet mais également de l'état du lit (régime d'écoulement). Après 15 jours de traitement, le meilleur rendement de biodégradation de 84 % est obtenu pour le système  $(U_f; U_j)$ : (13,4cm/s; 37m/s).

Aux faibles vitesses d'aération ( $\leq 13,4$ cm/s), la présence du jet favorise et accélère le processus de biodégradation. Les taux de biodégradation rapportés à ceux obtenus dans le cas d'un lit fluidisé augmentent de 36 % et de 42 % dans le cas d'un lit aéré et de 30% et de 17% au minimum de fluidisation pour des vitesses de jet respectives de 37m/s et 42m/s.

Dans le cas d'un lit expansé ( $U_f=18,0cm/s>U_{mf}$ ), la biodégradation de gasoil est plus importante pour une vitesse de jet de 37m/s en comparaison avec le lit fluidisé bien qu'à la fin de l'expérience, la différence entre les deux systèmes ne soit pas significative. Pour une vitesse de jet de 42m/s, les taux biodégradation réalisés sont nettement plus faibles que ceux observés dans le cas du réacteur fluidisé.

Les meilleurs rendements de biodégradation dans des lits fluidisés à jet (80% - 84%) sont réalisés pour les systèmes (9,9cm/s; 42m/s) et (13,4cm/s; 37m/s). Outre l'influence du jet, ces résultats mettent en évidence d'une part, la capacité de la population microbienne indigène à dégrader le gasoil à des taux importants et d'autre part, suggèrent que le taux d'oxygénation et les régimes d'écoulement du solide et du gaz sont des facteurs limitant la biodégradation de gasoil. Les principaux résultats sont résumés dans le Tableau.III.16.

U <sub>e</sub> (cm/s)	$U_{\rm c}({\rm m/s})$	Rendement (%)				
	0](11/5)	Biotique	Abiotique	Biodégradation		
9,9	37	91,1	14,1	77,0		
9,9	42	94,9	14,3	80,5		
13,4	37	96,9	13,1	83,8		
13,4	42	98,7	23,8	74,9		
18,0	37	98,2	35,0	63,2		
18,0	42	99,0	44,4	54,65		

Tableau.III.16. Principaux résultats relatifs à l'élimination du gasoil après 15 jours de traitement.

Comme dans le cas des lits fluidisé et à jet, la biodégradation du gasoil dans le lit fluidisé à jet suit un modèle cinétique du premier ordre (Tableau.III.17). Les constantes cinétiques mettent en évidence que les conditions optimales de biodégradation sont davantage réunies pour les systèmes (13,4cm/s; 37m/s) (9,9cm/s; 37m/s) et (9,9cm/s; 42m/s) comme précédemment observé.

Tableau.III.17 Constantes cinétiques de biodégradation du gasoil dans un lit fluidisé à jet.

$U_{\mathrm{f}}$	Uj	Modèle cinétique du 1 <sup>er</sup> ordre		Modèle cinétique du 2 <sup>ème</sup> ordre		
(cm/s)	(m/s)	k <sub>bio</sub> (jour <sup>-1</sup> )	r <sup>2</sup>	k <sub>bio</sub> (g <sup>-1</sup> kgjour <sup>-1</sup> )	r <sup>2</sup>	
9,9	37	0,186	0,959	0,0032	0,819	
9,9	42	0,172	0,939	0,0031	0,787	
13,4	37	0,221	0,974	0,0033	0,823	
13,4	42	0,172	0,944	0,0029	0,796	
18,0	37	0,152	0,962	0,0030	0,733	
18,0	42	0,121	0,792	0,0025	0,497	

La comparaison des cinétiques de dégradation du gasoil (k<sub>bio</sub>) obtenues avec celles données dans la littérature (Tableau III.18) montre d'une part, que le réacteur fluidisé à jet accélère le processus de biodégradation du gasoil et d'autre part, que les cinétiques dépendent du système, du degré de pollution et des caractéristiques du sol. Toutefois, un taux d'oxygénation important accélère le processus d'oxydation du gasoil.

Dans tous les cas, **Sarkar** *et al.* (2005) observent que la dégradation du gasoil se déroule en grande partie la première semaine de traitement. Les taux de biodégradation varient par exemple entre 66 et 76% dans le cas du sol amendé en fertilisant.

	~ ·						
Tablaan III 18	Comparaison	dog tour of	aangtantag	ainátiquas	do biodógr	adation du	angoil
1 autoau.111.10	Comparatson	ues laux el	COnstantes	CITICITATES	ue biouegi	aualion uu	gason.
							0

Suid à ma	Temps	Sal	Gasoil	Efficacité	k <sub>bio</sub>	Dífímmen
Systeme	(jours)	501	(mg/kg)	%	( <b>j</b> <sup>-1</sup> )	Reference
Réacteur aérobie gaz-solide						
Humidité <sup>a</sup> :70%						Namkoong
Aération :100ml/min (200ml/min m <sup>3</sup> de sol)	30	I_S <sup>b</sup>	10000			et al
Sol	50	L-0	10000	65	$0,037^{\rm f}$	(2002)
Sol + boues activées : 1 : 0,3				98	0,120 <sup>f</sup>	(2002)
Sol + compost : 1 :0,5				98	0,113 <sup>f</sup>	
Biopiles (L/l/H=0,6m/0,6m/0,18m)						
Humidité :15-20% ; DCO/N/P :100/5/1)	67		8300			Nano <i>et al</i> .
Sol +surfactant (0,5%)	07		0500	40	-	(2003)
Sol +sable (9/1) $d_{sable}$ :3mm				>60	-	
Réacteur aérobie gaz-solide /10 kg de sol						Van Gestel
Sol +compost : 1 : 9	84	S-I °	6000	84	0,022 <sup>f</sup>	
Sol (T= $T_{ambiante}$ )	04	0-L	0000	35	$0,005^{\rm f}$	(2003)
Sol (T= $T_{Sol + compost}$ ) aération forcée				86	0,018 <sup>f</sup>	(2005)
Biopiles (L/l/H=3m/2m/1m)						
Sol + compost + copeaux de						Lietal
bois :3 :1,05 :0,21	30	-	20318	24	0,011 <sup>f</sup>	(2004)
Aération horizontale			17514	26	$0,017^{\rm f}$	(2004)
Aération verticale						
Réacteur aérobie gaz-solide (1,4L)/500g de						
sol						
Humidité <sup>a</sup> :60% ; T :22°C±2°C			3350	94±95	1,0.10 <sup>-5 g</sup>	Sarkar
C/N/P :50±56/5/1	56	۸ <sup>d</sup>	+	96	1,3.10 <sup>-5 g</sup>	et al
Sol + biosolides : 1 : 0,05 (C/N/P :27/4/1)	50	11	4250	96	1,3.10 <sup>-5 g</sup>	(2005)
Sol + biosolides : 1 : 0,1 (C/N/P :24/4/1)			1250	94	1,1.10 <sup>-5 g</sup>	(2003)
Sol + fertilisant : 1 :0,05 (C/N/P :10/3/1)				97	1,3.10 <sup>-5 g</sup>	
Sol + fertilisant : 1 :0,1 (C/N/P :7/4/1)						
Réacteur fluidisé à jet gaz-solide /16kg de sol						Arrar
Humidité :15% ; T :22°C±2°C	15	S <sup>e</sup>	40000	98	$0.221^{\text{f}}$	et al
C/N/P :100/10/1 t=0		2		13 (abio.)	°, <b></b> 1	(2007)
$Q_{tot.}$ (air) :13L/s / (U <sub>f</sub> ; U <sub>j</sub> ) : (13,4cm/s; 37m/s)						(2007)

<sup>a</sup>: capacité de rétention
<sup>b</sup>: Limoneux-sableux
<sup>c</sup>: Sableux-Limoneux
<sup>d</sup>: Argileux
<sup>e</sup>: Sableux
<sup>f</sup>: 1er ordre
<sup>g</sup>: 2<sup>ème</sup> ordre

La biomasse enregistre un accroissement du nombre total de micro-organismes dans le lit fluidisé à jet particulièrement les 3 premiers jours. Cet accroissement est d'autant plus important que le lit n'est pas expansé (Figure.III.65) et concorde avec les résultats de la biodégradation. La croissance microbienne enregistre le taux le plus élevé (880%) pour des vitesses d'aération et de jet respectives de 13,4cm/s et 37m/s.



Figure.III.65. Evolution de la biomasse dans un lit fluidisé à jet.

Les taux de croissance maximum  $\mu_{max}$  (tableau.III.19) déterminés à partir des résultats de mesure de la biomasse durant les 3 premiers jours (phase exponentielle), pour les différentes vitesses de fluidisation et de jet corroborent les résultats cités précédemment. Il ressort clairement qu'un taux d'oxygénation très important inhibe la croissance microbienne. Ceci ne peut être attribué à une déficience en nutriments. Une circulation intense des particules de sol dans un lit très expansé ne favorise pas les transferts entre les différentes phases.

$U_{f}$ (cm/s)	U <sub>j</sub> (m/s)	$\mu_{\max}$ (j <sup>-1</sup> )	r <sup>2</sup>
9,9	37	0,678	0,823
9,9	42	0,666	0,887
13,4	37	0,821	0,797
13,4	42	0,743	0,873
18,0	37	0,470	0,960
18,0	42	0,313	0,928

Tableau.III.19 Coefficient du taux de croissance maximum  $\mu_{max}$  dans un lit fluidisé à jet.

Le tableau III.20 regroupe les différents résultats obtenus lors du traitement du sol dans les différents systèmes. De façon générale, l'accroissement du flux d'aération ou de jet, accélère le processus de biodégradation du gasoil selon les valeurs des constantes  $k_{bio}$  exception faite lorsque le lit est très expansé. Dans le cas du lit fluidisé à jet, l'évolution de  $k_{bio}$  est plus complexe puisqu' elle est fonction du flux total d'air et du régime de circulation des particules de sol et de l'air. Elles sont toutefois plus importantes dans le cas du lit fluidisé à jet que dans le lit fluidisé.

Pour une grande vitesse d'aération, la cinétique de biodégradation ( $k_{bio}$ ) est ralentie malgré la présence du jet et la circulation complète de particules de sol. On pourrait expliquer cela par le fait que les échanges interparticulaires diminuent. Les constantes cinétiques traduisent les effets des différentes conditions de fonctionnement sur la dégradation du gasoil.

A partir des résultats expérimentaux obtenus, les taux d'enlèvement abiotiques et biotiques du gasoil sont régis par des modèles cinétiques de premier ordre caractérisés respectivement par les constantes  $k_{abio}$  et  $k_{enl}$  comme indiqué dans le tableau.III.20. Le jet accélère les cinétiques d'enlèvement abiotiques comparées à celles observées dans le lit fluidisé. Dans le cas d'un lit fixe (U<sub>f</sub> < 13,4cm/s), la cinétique est plus lente indépendamment de la vitesse de jet. Cela pourrait être attribué au rétrécissement de la zone de jet. Avec l'expansion du lit (U<sub>f</sub> >13,4cm/s), la constante  $k_{abio}$  augmente avec la vitesse de jet.

L'étude des cinétiques d'enlèvement abiotique et biotique et des cinétiques de biodégradation a mis en évidence que, toutes suivent un modèle du premier ordre dans le cas du gasoil. Le modèle cinétique d'enlèvement biotique pourrait être alors exprimé par l'équation III-19:

$$\frac{d[gasoil]}{dt} = -k_{enl}[gasoill] = -(k_{abio} + k_{bio})[gasoil]$$
(III-19)

En comparant les constantes cinétiques de dégradation  $k_{bio}$  avec celles déterminées à partir de la différence des constantes cinétiques  $k_{enl}$  et  $k_{abio}$  obtenues, et compte tenu de leurs précisions, les résultats sont équivalents sauf dans le cas d'un lit très expansé. Dans ce cas, le taux de dégradation abiotique est très significatif et par conséquent la fraction facilement biodégradable a été énormément réduite.

Dans le cas d'un mélange complexe d'hydrocarbures (gasoil), Vecchioli (1998) adopte un modèle qui tient compte des fractions facilement biodégradable et récalcitrante de réactivité décroissante, chacune se dégradant selon une cinétique d'ordre 1. Ce modèle à deux exponentielles représenté par l'équation III-20, tient compte des deux phases rapide et lente qu'illustrent toutes les courbes de biodégradation.

$$[gasoil]_{t} = \alpha [gasoil]_{0} e^{-k_{1}t} + (1-\alpha) [gasoil]_{0} e^{-k_{2}t}$$
(III-20)

Où

 $\alpha$ : fraction facilement biodégradable ;

 $k_1$ : constante cinétique de biodégradation de la fraction facilement biodégradable ;

k<sub>2</sub> : constante cinétique de biodégradation de la fraction réfractaire.

Uf	Uj	Qt*	En	Enlèvement du gasoil Enlèvement abiotique du gasoil		e du	Biodégradation du gasoil					
(cm/s)	(m/s)	(L/s)	Taux	k <sub>enl</sub> (jour <sup>-1</sup> )	$r^2$	Taux	k <sub>abio</sub> (jour <sup>-1</sup> )	$r^2$	Taux	k <sub>bio</sub> (jour <sup>-1</sup> )	r <sup>2</sup>	$k_{bio}$ (jour <sup>-1</sup> )
0	20	3,534	0,766	0,156±0,028	0,987	0,167	0,033±0,010	0,971	0,599	0,108±0,020	0,964	0,123
0	37	6,538	0,819	0,229±0,036	0,986	0,205	0,041±0,013	0,947	0,614	0,138±0,029	0,957	0,188
0	42	7,422	0,840	0,248±0,061	0,964	0,221	0,048±0,019	0,922	0,619	0,151±0,043	0,925	0,200
9,9	0	4,860	0,687	0,156±0,037	0,966	0,121	0,026±0,009	0,938	0,566	0,115±0,027	0,943	0,130
9,9	37	11,398	0,911	0,251±0,039	0,985	0,141	0,021±0,008	0,891	0,770	0,186±0,035	0,959	0,230
9,9	42	12,282	0,948	0,278±0,052	0,979	0,143	0,040±0,020	0,857	0,805	0,172±0,038	0,939	0,238
13,4	0	6,578	0,765	0,177±0,024	0,989	0,122	0,027±0,012	0,882	0,643	0,138±0,011	0,995	0,150
13,4	37	13,116	0,969	0,323±0,062	0,976	0,131	0,047±0,020	0,894	0,838	0,221±0,035	0,974	0,276
13,4	42	14,000	0,987	0,374±0,057	0,987	0,238	0,081±0,026	0,955	0,749	0,172±0,037	0,944	0,291
18,0	0	8,836	0,820	0,174±0,026	0,987	0,210	0,038±0,013	0,983	0,610	0,103±0,016	0,975	0,136
18,0	37	15,374	0,982	0,395±0,053	0,990	0,350	0,082±0,028	0,938	0,632	0,152±0,029	0,962	0,313
18,0	42	16,258	0,990	0, <del>4</del> 67±0,082	0,983	0,444	0,153±0,038	0,974	0,546	0,121±0,053	0,792	0,314

Tableau.III.20 Comparaison des taux et constantes cinétiques de bioremédiation d'un sol pollué par du gasoil

 $Q_t = Q_f + Q_j$ 

La biodégradation du gasoil peut donc être modélisée selon plusieurs cinétiques. En supposant des conditions extrêmes entre les cinétiques des deux groupes, l'équation III-20 se simplifie sous la forme suivante :

$$[gasoil]_{t} = \alpha [gasoil]_{0} e^{-k_{1}t} + (1-\alpha) [gasoil]_{0}$$
(III-21)

Le taux de biodégradation du gasoil s'exprimerait ainsi:

$$1 - \frac{[gasoil]_{t}}{[gasoil]_{0}} = \alpha(1 - e^{-k_{1}t})$$
(III-22)

La constante cinétique  $k_1$  est fonction de la concentration initiale, elle est inversement proportionnelle à la concentration initiale en hydrocarbures (**Vecchioli**, 1998 ; **Morelli** *et al.*, 2005).

A partir des résultats obtenus, nous avons déterminé les constantes  $k_1$  et  $\alpha$  en utilisant l'approximation mathématique selon Thomas (**Benefield** et **Randall**, 1980) dans une première approche :

$$1 - e^{-k_1 t} \cong k_1 t \left[ 1 + \left( \frac{k_1 t}{6} \right) \right]^{-3}$$
 (III-23)

Les résultats du développement de l'équation des courbes de biodégradation sont donnés dans le tableau.III.21. Les constantes cinétiques  $k_1$  augmentent avec la vitesse de jet et diminuent avec la vitesse de fluidisation. L'introduction du jet dans un lit fluidisé accélère le processus de biodégradation. De façon générale, les constantes cinétiques de la fraction facilement biodégradable sont deux fois supérieures à celles déterminées précédemment.

U <sub>f</sub>	Uj	k <sub>bio</sub>	<b>k</b> <sub>1</sub>	0
(cm/s)	(m/s)	(jour <sup>-1</sup> )	(jour <sup>-1</sup> )	u
0	20	0,108±0,020	0,221±0,006	0,658±0,026
0	37	0,138±0,029	0,297±0,016	0,707±0,060
0	42	0,151±0,043	0,333±0,030	0,723±0,102
9,9	0	0,115±0,027	0,259±0,007	0,636±0,026
9,9	37	0,186±0,035	0,306±0,027	0,867±0,118
9,9	42	0,172±0,038	0,292±0,041	0,871±0,190
13,4	0	0,138±0,011	0,234±0,007	0,731±0,034
13,4	37	0,221±0,035	0,306±0,027	0,944±0,127
13,4	42	0,172±0,037	0,312±0,043	0,832±0,177
18,0	0	0,103±0,016	0,211±0,010	0,671±0,049
18,0	37	0,152±0,029	0,356±0,044	0,749±0,144
18,0	42	0,121±0,053	0,397±0,060	0,650±0,092

Tableau.III.21. Cinétiques de biodégradation du gasoil et fraction biodégradable.

Il ressort également que la fraction facilement biodégradable est évolutive et est fonction du système utilisé. Celle-ci est d'autant plus importante que les échanges interparticulaires dus à l'agitation et l'oxygénation sont importants. Une corrélation linéaire est observée entre cette dernière et les constantes cinétiques moyennes de biodégradation  $k_{bio}$  comme illustré sur la figure.III.66a. D'autre part, on pourrait supposer que la fraction biodégradable du gasoil se situe entre 65% et 77% en tenant compte de la fraction volatilisée.



Figure.III.66a. Evolution des constantes de biodégradation avec la fraction biodégradable.



Figure.III.66b. Comparaison des taux de biodégradation expérimentaux et théoriques.

La figure III.66b représente l'évolution des taux de biodégradation expérimentaux en fonction de ceux calculés à partir de l'équation (III.22). Nous constatons que les valeurs s'alignent sur la 1<sup>ère</sup> bissectrice à  $\pm$  15%, avec une surestimation des valeurs expérimentales.

#### III.5.4.6. Influence du flux total d'aération

Les résultats obtenus dépendant des conditions hydrodynamiques, il est intéressant de mettre en évidence l'effet du flux total d'air sur la dégradation du gasoil (figures.III.67).

Les taux d'enlèvement du gasoil augmentent dans le temps avec l'accroissement du flux total d'air. Pour un flux d'oxygénation donné, ils sont plus importants dans un lit à jet que dans un lit fluidisé. Les lits à jet demeurent plus performants que les lits fluidisés même pour des flux d'aération plus faibles en particulier en début de traitement.

A l'inverse, les taux de biodégradation n'augmentent pas nécessairement avec l'accroissement du flux total d'air en particulier lorsque le lit est expansé, au début de l'expérience.

A partir du troisième jour, une diminution significative des taux de biodégradation est observée pour les systèmes à grandes vitesses (13,4cm/s ; 42m/s) et (18,0cm/s ; 37 m/s). Ce comportement ne peut être attribué à l'épuisement de la source carbone (taux d'enlèvement du gasoil) ou celui des nutriments mais à l'état du lit et le taux d'agitation généré par les vitesses d'aération et de jet.



Figure.III.67a. Enlèvement temporel du gasoil en fonction du débit total d'air.



Figure.III.67b. Biodégradation temporelle du gasoil en fonction du débit total d'air.

### III.5.4.7. Bioremédiation du sol à partir des mesures des TPH

Après extraction des hydrocarbures de la matrice du sol et leurs transferts dans un solvant d'extraction et évaporation, la détermination des hydrocarbures totaux (TPH), par pesée à l'avantage d'être simple et rapide à mettre en œuvre avec une précision satisfaisante dans le cas du gasoil si elle ne peut être effectuée avec une méthode d'analyse conventionnelle. Dans le cas particulier du suivi de l'effet d'un traitement sur l'évolution de la dépollution, le nombre d'analyses à réaliser est très élevé, ce qui peut rendre la tache rapidement coûteuse. La détermination des hydrocarbures totaux (TPH) par pesée à l'avantage d'être simple et rapide à mettre en œuvre avec une précision satisfaisante dans le cas du gasoil qui n'aurait peut être pas pu se faire par une méthode conventionnelle.

Après extraction des hydrocarbures de la matrice du sol, l'analyse qualitative fait appel aux techniques chromatographiques et/ou spectrométriques (CPG, HPLC, CG/MS). Ces méthodes d'analyse sont délicates et peuvent s'avérer coûteuses en temps et moyens pour des utilisations fréquentes. Elles sont intéressantes lorsqu'il s'agit d'identifier et de quantifier les hydrocarbures dans le sol.

La détermination des hydrocarbures totaux permet dans notre cas d'attribuer une valeur numérique représentative de la dépollution du sol, mais ne peut égaler une analyse par CPG.

Les résultats des mesures des hydrocarbures totaux (TPH) montrent que la circulation de l'air et des particules de sol issues des vitesses d'aération et de jet affectent l'efficacité de la bioremédiation du sol pollué par le gasoil. Un débit d'air trop important augmente l'enlèvement des hydrocarbures et diminue le taux de biodégradation. Ils sont tout à fait comparables avec ceux du gasoil comme l'illustre les figures.III.68.



Figure III.68a. Rendement de dégradation des hydrocarbures totaux (TPH) dans les cas de lits fluidisés avec et sans jet.



Figure III.68b. Rendement de biodégradation des hydrocarbures totaux (TPH) dans les cas de lits fluidisés avec et sans jet.

L'analyse des hydrocarbures dans le sol est déterminante pour le suivi de l'efficacité d'un traitement de bioremédiation et les prises de décision quant à la faisabilité de ce dernier. Les résultats de mesures des teneurs en hydrocarbures totaux (TPH) pour les différents essais, mettent en évidence une bonne corrélation avec ceux des teneurs en gasoil obtenus par chromatographie en phase gazeuse comme l'illustre la figure.III.67c.



Figure.III.68c. Comparaison entre les teneurs réduites en gasoil et celles en hydrocarbures totaux (TPH) pour les différents systèmes étudiés.

#### III.5.4.8. Biodégradation des n-alcanes

La biodégradation des n-alcanes a été étudiée en considérant la fraction ( $C_{10} - C_{24}$ ). Cette fraction représente 29,55 % du gasoil. Les taux de biodégradation obtenus après 15 jours de traitement sont consignés dans le tableau III.22.

L'introduction de l'air du jet améliore la biodégradation des alcanes considérés dans le cas d'un lit aéré. Au minimum\_de fluidisation, un maximum est observé pour une vitesse de jet égale à 37m/s. Par contre, dans le cas du lit expansé, le taux de biodégradation diminue avec la vitesse du jet. Ces résultats montrent qu'à la fin du traitement biologique, les n-alcanes sont totalement éliminés (taux d'élimination supérieur à 26% de gasoil) et par conséquent, la concentration des autres hydrocarbures est considérablement réduite.

Uf	Uj	Taux de biodégradation (%		
(cm/s)	(m/s)	Gasoil	nC <sub>10</sub> -nC <sub>24</sub>	
	0	56	76	
9,9	37	77	86	
	42	81	88	
	0	64	81	
13,4	37	84	85	
	42	75	75	
	0	61	80	
18,0	37	63	62	
	42	55	61	

Tableau III.22 Comparaison des taux de biodégradation

Nous avons reportés sur les figures.III.69, l'évolution de la biodégradation et l'enlèvement des n-alcanes.

La biodégradation des alcanes, dans le cas du lit préfluidisé se distingue par deux cinétiques différentes d'ordre 1 (figures.III.69a et 69c). La transition entre les deux périodes se situe entre le  $3^{ième}$  et  $5^{ième}$  jour du traitement.

Par contre, pour les autres systèmes, le même comportement que dans le cas du gasoil est observé.

### Cinétiques de biodégradation des n-alcanes

Le calcul des constantes cinétiques de biodégradation des n-alcanes de  $C_{10}$  à  $C_{24}$  montre que le modèle cinétique du premier ordre est valable bien que celui du deuxième ordre donne des résultats qui sont statistiquement valables en particulier dans le cas du lit fluidisé (Tableau.III.23).

Nous constatons que les constantes cinétiques de biodégradation augmentent avec l'augmentation de la vitesse d'aération et/ou de jet excepté pour les grands débits d'aération, au-delà du minimum de fluidisation où elles diminuent.













Uf	Uj	Gasoil /	Modèle 1 <sup>er</sup> ordre		Modèle 2 <sup>ème</sup> ordre	
(cm/s)	(m/s)	n-Alcanes	k <sub>bio</sub> (jour <sup>-1</sup> )	r <sup>2</sup>	$k_{bio}$ (g <sup>-1</sup> kg.jour <sup>-1</sup> )	r <sup>2</sup>
0	20	Gasoil	0,108	0,964	0,002	0,913
	20	$nC_{10}$ - $nC_{24}$	0,180	0,968	0,012	0,907
0	37	Gasoil	0,141	0,957	0,003	0,878
		$nC_{10}$ - $nC_{24}$	0,219	0,875	0,014	0,828
0	42	Gasoil	0,151	0,906	0,003	0,809
		$nC_{10}$ - $nC_{24}$	0,231	0,875	0,014	0,741
9,9	0	Gasoil	0,115	0,943	0,002	0,886
		nC <sub>10</sub> -nC <sub>24</sub>	0,0612	0,9131	0,005	0,944
13,4	0	Gasoil	0,138	0,995	0,003	0,952
		nC <sub>10</sub> -nC <sub>24</sub>	0,115	0,948	0,007	0,925
18,0	0	Gasoil	0,103	0,975	0,002	0,902
		nC <sub>10</sub> -nC <sub>24</sub>	0,164	0,957	0,010	0,964
9,9	37	Gasoil	0,186	0,959	0,003	0,819
		nC <sub>10</sub> -nC <sub>24</sub>	0,238	0,747	0,013	0,442
9,9	42	Gasoil	0,172	0,939	0,003	0,787
		$nC_{10}$ - $nC_{24}$	0,260	0,9733	0,013	0,782
13,4	37	Gasoil	0,221	0,974	0,003	0,823
		$nC_{10}$ - $nC_{24}$	0,223	0,918	0,012	0,733
13,4	42	Gasoil	0,172	0,944	0,003	0,796
		nC <sub>10</sub> -nC <sub>24</sub>	0,168	0,9998	0,010	0,960
18	37	Gasoil	0,152	0,962	0,003	0,733
		nC <sub>10</sub> -nC <sub>24</sub>	0,141	0,970	0,010	0,806
18	42	Gasoil	0,121	0,792	0,003	0,497
		nc <sub>10</sub> -nC <sub>24</sub>	0,146	0,773	0,008	0,483

Tableau III.23 Comparaison des constantes cinétiques de biodégradation du gasoil et des n-alcanes étudiés

Les n-alcanes étudiés sont rapidement métabolisés dans le cas du lit à jet, du lit fluidisé expansé et du lit fluidisé à jet en préfluidisation, les constantes cinétiques de biodégradation sont supérieures à celle du gasoil de 150% (128% et 167%).

**Namkoong** *et al.* (2002) trouvent des cinétiques deux fois plus élevées pour la fraction  $nC_{10}$  -  $nC_{20}$ .

Les constantes cinétiques mettent en évidence que les conditions optimales de biodégradation des n-alcanes sont davantage réunies pour les systèmes (9,9cm/s; 42m/s), (9,9cm/s; 37m/s) et (13,4cm/s; 37m/s).

Les figures 70 et 71 représentent des exemples de l'évolution temporelle des concentrations réduites des différents n-alcanes. En général, ces évolutions sont similaires à celle obtenue dans le cas d'un lit à jet, excepté lorsque le lit est fluidisé en l'absence de jet et/ou aéré en présence de jet. Il apparaît clairement que le jet influence davantage la cinétique de biodégradation des alcanes individuels. L'influence de l'aération semble négligeable.

Après 1 jour de traitement, les concentrations en décane  $nC_{10}$  et nonane  $nC_{11}$  augmentent pour ensuite diminuer dans tous les systèmes. La cinétique de biodégradation des alcanes individuels se caractérise par deux phases. La phase rapide, qui démarre avec le début du traitement et prend fin le troisième-cinquième jour, est suivie d'une phase lente.

Dans le cas des alcanes étudiés, les cinétiques les plus lentes sont observées pour l'octadécane  $nC_{18}$  et le pentadécane  $nC_{15}$ . Le nonadécane  $nC_{19}$  et l'hexadécane  $nC_{16}$  ainsi que le docosane  $nC_{22}$  et l'heneicosane  $C_{21}$  ont des cinétiques comparables. Il est établi que les alcanes entre  $C_{10}$  et  $C_{20}$  sont des substrats aisément dégradables tandis que les composés à chaîne plus longue sont difficiles à dégrader du fait de leurs faibles solubilité et biodisponibilité.

Dans le cas du tetradécane  $nC_{14}$ , une importante réduction est observée les premiers jours mais supérieure à celle de l'icosane  $nC_{20}$ . Après 5 jours, sa concentration augmente. Le même phénomène est observé dans le cas du dodécane  $nC_{12}$ . Des interactions importantes entre le cométabolisme (dégradation partielle d'hydrocarbures non utilisés pour la croissance), des réactions successives et la biodégradabilité intrinsèque d'un polluant dans le cas de mélanges d'hydrocarbures modifient sensiblement les cinétiques et taux de biodégradation. Les vitesses de dégradation maximales reflètent certainement l'activité de la flore microbienne pour chaque hydrocarbure exception faite pour l'octadécane et le pentadécane.

**Brinkman** *et al.* (1998) observent également une augmentation des teneurs en décane, en tridécane, en héxadécane, en nonadécane et en docosane au début du traitement. Cette augmentation est d'autant plus importante que le taux d'oxygénation est élevé.

En général, les cinétiques de dégradation des alcanes sont inversement proportionnelles à la longueur de leur chaîne indépendamment de la concentration initiale (Colombo *et al.*, 1995, S-Serena *et al.*, 2001, Namkoong *et al.*, 2002, Snape *et al.*, 2005). De Jonge *et al.* (1997) rapportent qu'ils en sont indépendants.

**Namkoong** *et al.* (2002) n'observent pas également de différences significatives liées au nombre de carbone. Ils distinguent les alcanes facilement biodégradables entre n-C<sub>10</sub> et n-C<sub>15</sub> (k=0,37÷0,54j<sup>-1</sup>) et ceux entre n-C<sub>16</sub> et n-C<sub>20</sub> (k=0,18÷0,24j<sup>-1</sup>) qu'ils attribuent aux différences de solubilité respectives comprises entre (52.10<sup>-3</sup>÷7.10<sup>-3</sup> mg/L) et (5.10<sup>-5</sup>÷3.10<sup>-7</sup> mg/L).

**Coulon** *et al.* (2005) classe également les n-alcanes entre n-C<sub>11</sub> et n-C<sub>14</sub> (k = 0,036j<sup>-1</sup>), n-C<sub>15</sub> et n-C<sub>20</sub> (k=0,017j<sup>-1</sup>), n-C<sub>21</sub> et n-C<sub>27</sub> (k=0,015j<sup>-1</sup>) et n-C<sub>28</sub> et n-C<sub>36</sub> (k=0,014j<sup>-1</sup>).

**Bardi** *et al.* (2000) met en évidence que le catabolisme du tétracosane produit du dodécane bien que la dégradation du tétracosane génère le dodécanol et l'acide dodécanoique.



Influence de l'aération.







Figure.III.71 Evolution temporelle des teneurs réduites des n-alcanes. Influence de l'air du jet.

Les réactions de biodégradation successives et parallèles dans le cas des hydrocarbures du gasoil, leur biodégradabilité intrinsèque et leur biodisponibilité régie par le taux d'oxygénation et le régime d'écoulement du solide et du gaz modifient les cinétiques de biodégradation des n-alcanes. Nous avons reporté l'évolution des teneurs réduites et les constantes cinétiques de biodégradation de quelques n-alcanes et pour trois systèmes dans le tableau III.24.

U	<b>I</b> 7.	t	n-Alcanes - % massique							
(cm/s)	(m/s)	<i>i</i>	<i>n</i> - <i>C</i> <sub>10</sub>	<i>n</i> - <i>C</i> <sub>12</sub>	<i>n-C</i> <sub>14</sub>	<i>n-C</i> <sub>16</sub>	<i>n-C</i> <sub>18</sub>	<i>n</i> - <i>C</i> <sub>20</sub>	<i>n</i> - <i>C</i> <sub>22</sub>	<i>n</i> - <i>C</i> <sub>24</sub>
(Chus)	(11/3)	U)	1,04	2,81	3,32	3,31	2,25	0,96	0,37	0,14
		0	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000
		1	2,104	0,789	1,002	0,81	1,087	0,722	0,753	0,606
		3	1,775	0,642	0,884	0,621	0,905	0,613	0,674	0,527
		5	0,913	0,552	0,756	0,555	0,738	0,46	0,526	0,466
13,4	0	7	0,844	0,479	0,628	0,408	0,679	0,333	0,338	0,282
		10	0,000	0,024	0,077	0,142	0,213	0,282	0,236	0,225
		15	0,000	0,017	0,077	0,088	0,196	0,098	0,105	0,105
		-	-	k=0,264j <sup>-1</sup>	k=0,169j <sup>-1</sup>	k=0,163j <sup>-1</sup>	k=0,108j <sup>-1</sup>	k=0,149j <sup>-1</sup>	k=0,148j <sup>-1</sup>	k=0,156j <sup>-1</sup>
		-	-	$r^2=0,828$	$r^2=0,787$	$r^2=0,957$	<i>r</i> <sup>2</sup> =0,843	<i>r</i> <sup>2</sup> =0,973	r <sup>2</sup> =0,990	<i>r</i> <sup>2</sup> =0,942
13,4		0	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000
		1	2,247	0,724	0,972	0,588	1,003	0,381	0,294	0,296
		3	0,072	0,201	0,441	0,300	0,547	0,215	0,164	0,162
		5	0,000	0,015	0,080	0,118	0,280	0,125	0,085	0,133
	37	7	0,000	0,020	0,123	0,077	0,162	0,094	0,097	0,102
		10	0,000	0,004	0,028	0,021	0,054	0,019	0,014	0,014
		15	0,000	0,003	0,020	0,023	0,022	0,011	0,004	0,002
		-	-	k=0,481j <sup>-1</sup>	k=0,304j <sup>-1</sup>	k=0,312j <sup>-1</sup>	k=0,263j <sup>-1</sup>	k=0,341j <sup>-1</sup>	k=0,390j <sup>-1</sup>	k=0,390j <sup>-1</sup>
		-	-	r <sup>2</sup> =0,831	$r^2=0,887$	$r^2=0,855$	r <sup>2</sup> =0,984	<i>r</i> <sup>2</sup> =0,901	r <sup>2</sup> =0,911	r <sup>2</sup> =0,911
13,4		0	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000
		1	1,649	0,518	0,69	0,451	0,796	0,707	0,765	0,695
		3	0,069	0,157	0,345	0,462	0,603	0,426	0,442	0,397
	12	5	0,000	0,081	0,223	0,31	0,361	0,229	0,219	0,299
	42	7	0,042	0,072	0,154	0,208	0,288	0,133	0,100	0,208
		10	0,000	0,104	0,119	0,108	0,156	0,043	0,112	0,119
		-	-	k=0,146j <sup>-1</sup>	k=0,111j <sup>-1</sup>	k=0,212j <sup>-1</sup>	k=0,177j <sup>-1</sup>	k=0,309j <sup>-1</sup>	k=0,244j <sup>-1</sup>	k=0,199j <sup>-1</sup>
		-	-	$r^2=0,648$	<i>r</i> <sup>2</sup> =0,389	<i>r</i> <sup>2</sup> =0,927	<i>r</i> <sup>2</sup> =0,992	<i>r</i> <sup>2</sup> =0,998	<i>r</i> <sup>2</sup> =0,939	<i>r</i> <sup>2</sup> =0,937

Tableau III.24 Evolution des teneurs résiduelles et constantes cinétiques de biodégradation de quelques n-alcanes étudiés

Notons la grande disparité des résultats, selon l'alcane considéré, la biodégradation est parfois accélérée ou inhibée.

Un même alcane peut présenter plusieurs cinétiques de biodégradation qui sont fonction des facteurs intrinsèques (composition et structuration du gasoil) et davantage des facteurs extrinsèques (micro-organismes dégradeurs, biodisponibilité du substrat,...). A cela viennent s'ajouter les importantes réductions générées par les processus abiotiques dans certains cas.

Outre l'influence du jet, ces résultats mettent en évidence que le taux d'oxygénation et les régimes d'écoulement du solide et du gaz sont des facteurs limitant la biodégradation nalcanes. Les cinétiques de biodégradation des n-alcanes considérés sont deux fois plus élevées dans un lit fluidisé à jet (13,4cm/s; 37m/s) que dans un lit fluidisé (13,4cm/s; 0m/s) au minimum de fluidisation. que le taux d'oxygénation et les régimes d'écoulement du solide et du gaz sont des facteurs limitant la biodégradation du gasoil

Par ailleurs, elles évoluent indépendamment de la longueur de la chaîne ou du nombre de carbone et de la concentration initiale de l'hydrocarbure considéré. Les alcanes étudiés entre n- $C_{10}$  et n- $C_{24}$  sont facilement biodégradables (k=0,26÷0,48j<sup>-1</sup>) en référant aux résultats de **Namkoong** *et al.* (2002) et de **Colombo** *et al.* (2005) en l'absence d'autres données.

Cela suggère d'une part, l'évaluation de la biodégradabilité intrinsèque de chaque polluant en conditions optimales et avec à priori une microflore appropriée et d'autre part, prendre en considération tous les hydrocarbures identifiables et quantifiables.

Il est également fondamental de réaliser un système afin de minimiser les pertes abiotiques, en humidifiant l'air de fluidisation et de jet et en utilisant un système de récupération des hydrocarbures transportés pour les réinjecter dans le réacteur.

« Quand la nature me redemandera ma vie ou que ma raison la fera cesser, je m'en irai en attestant que j'ai chéri la bonne conscience et les bonnes études, et que la liberté de personne n'a été diminuée de mon fait, la mienne moins que toute autre. »

### **CONCLUSION GENERALE**

Sénèque le Philosophe

Les objectifs de ce travail étaient d'une part, de caractériser le comportement hydrodynamique et thermique d'un jet gazeux vertical ascendant immergé dans un lit fluidisé et de comprendre les mécanismes d'interactions qui s'opèrent entre le jet et lit et d'autre part, de réaliser le traitement d'un sol pollué par du gasoil dans ce type de réacteur. Dans ce but, une étude paramétrique basée sur des mesures de vitesse et de température locales du gaz dans le jet ainsi que des mesures de pressions statiques au sein du jet et dans le lit a été effectué.

Une étude préliminaire nous a permis de vérifier les propriétés fondamentales caractérisant les jets libres turbulents et qui servent de référence pour la caractérisation des jets confinés dans un milieu particulaire fluidisé. Par ailleurs, la bonne concordance entre les résultats expérimentaux sur le jet libre et ceux de la littérature est révélatrice du bon fonctionnement et de la fiabilité de notre système de mesure, en particulier le tube de Pitot et le dispositif de déplacement tridimensionnel de porte sonde.

La mise en fluidisation des particules de solide a permis de déterminer la vitesse minimale de fluidisation égale à 6,4cm/s pour les billes de verre, en opérant avec un injecteur de longueur 80mm et à 5,8cm/s dans le cas du sable, en opérant avec des injecteur de même section et de longueurs 40 ou 80mm. En l'absence de la canne d'injection, la vitesse minimale de fluidisation dans le cas des particules de sable est plus faible et égale à 5,1cm/s. La présence d'obstacle caractérisé par la section pénétrante de la canne d'injection entraîne un retard dans la fluidisation et a pour conséquence l'augmentation de la vitesse minimale de fluidisation des particules non sphériques.

La présence du jet dans un lit de particules solides favorise la fluidisation de celui-ci caractérisé par une diminution de la vitesse minimale de fluidisation. Une relation entre la vitesse minimale de fluidisation et la vitesse du jet a été établie sous forme d'une fonction sigmoïdale et ce pour les trois longueurs de la canne d'injection et pour les deux types de particules.

La masse du lit n'influe pas sur la vitesse minimale de fluidisation indépendamment du type de particules. Toutefois, dans le cas des particules de sable, son augmentation ralentit l'évolution de la vitesse minimale de fluidisation en présence du jet.

La caractérisation du phénomène de jet dans un milieu particulaire a porté sur la détermination de la vitesse minimale de jet et la longueur de pénétration. La vitesse minimale de jet croît avec la hauteur du lit et est fonction du diamètre des particules.

La longueur de pénétration est proportionnelle à la vitesse du jet. Sa détermination pour des vitesses de jet supérieures à la vitesse minimale de jet met en évidence d'une part, la formation d'un jet stable et d'autre part, la recirculation du solide et la formation d'une fontaine au dessus du lit indépendamment de la longueur de l'injecteur dans le cas des particules de sable. Les résultats de mesure ont permis de corréler la longueur de pénétration en fonction de la vitesse initiale du jet.

Dans le cas d'un jet débouchant dans un milieu particulaire fluidisé, ce dernier conserve certaines propriétés générales du jet libre turbulent, en particulier l'évasement du jet,

la décroissance des températures et vitesses axiale et radiale avec l'éloignement de la canne d'injection, et la symétrie de révolution. Les régimes hydrodynamique et thermique dans un milieu diphasique sont établis à la même distance à l'injecteur que dans le cas du jet libre en milieu monophasique.

L'abscisse caractéristique du jet suit la même évolution linéaire qu'en jet libre mais avec une pente plus faible indépendamment de la longueur de l'injecteur et du type de particules. Il en découle une diminution du demi angle du jet dû au confinement du jet par le milieu particulaire.

L'augmentation de la vitesse de jet génère un accroissement de la vitesse maximale sur l'axe du jet et de la longueur de pénétration, le jet se dissipant plus loin dans le lit. Toutefois, il se dissipe plus vite comparativement au jet libre et la résorption du jet est d'autant plus rapide que la vitesse de fluidisation est grande. La vitesse maximale sur l'axe du jet est plus faible dans un milieu fluidisé que dans un milieu aéré ou préfluidisé dans le cas des deux injecteurs de longueurs 40 et 80mm. Ceci est dû au transfert de quantité de mouvement entre l'air du jet et les particules de solide. La circulation de solide résultant de l'aération du lit, accélère la dissipation du jet.

L'autosimilitude des profils réduits de température et de vitesse est une propriété intrinsèque en écoulement établi des jets en milieu particulaire indépendamment de l'abscisse longitudinale, la longueur de l'injecteur, la vitesse du jet et l'état d'aération. Les vitesses peuvent être déterminées par les modèles de Gauss et de Schlichting, ce qui facilite la détermination des vitesses dans les lits à jet sans avoir recours à l'expérimentation assez difficile à maîtriser, surtout dans le cas de particules constituées de sable. De plus, cela nous permet de caractériser le jet dans chaque plan transversal à l'aide de deux paramètres déterminés expérimentalement : la vitesse maximale  $U_m$  et l'abscisse caractéristique  $y_{1/2}$ .

Le chauffage de l'air du jet n'affecte pas les propriétés fondamentales (symétrie de révolution, autosimilitude) caractérisant le jet dans la zone d'écoulement établi. L'air du jet subit un refroidissement plus important dû à l'entraînement des particules.

Les différences entre le jet libre et le jet en milieu particulaire fluidisé sont observées sur les variations axiales du débit massique et du flux de quantité de mouvement.

Une augmentation dans le débit massique du jet est observée indépendamment de la vitesse d'aération du lit pour des vitesses inférieures ou égales au minimum de fluidisation et de la vitesse du jet. Ce résultat est similaire à ceux obtenus dans le cas du jet libre qui est traduit par le fait que le jet entraîne dans son mouvement l'air périphérique ambiant. Pour des vitesses d'aération importantes, le débit massique du jet diminue en fonction de la distance à l'injecteur x.

Le flux de quantité de mouvement n'est pas conservé comme en jet libre, il décroît fortement en jet immergé. Cette décroissance est due principalement à l'accélération des particules arrachées au lit et est d'autant plus accélérée que la vitesse d'aération est importante le long de l'abscisse longitudinale pour chaque injecteur étudié.

La bioremédiation d'un sol pollué par du gasoil à raison de 4% dans un réacteur fluidisé gaz solide à jet central ascendant, est réalisée en procurant aux micro-organismes indigènes un environnement favorable à leur développement. La biostimulation du milieu réactionnel repose sur l'addition d'azote et de phosphore suivant un rapport molaire C/N/P égal à 100/10/1, le maintien du taux d'humidité et de la température constants respectivement égal à 15% et entre 25 et 29°C.

Le taux d'humidité diminue, avec l'introduction de l'air de fluidisation et/ou de jet, cette diminution est d'autant plus rapide que la quantité d'air introduite est importante. A partir des cinétiques de séchage du sol, nous avons déterminé pour les différentes conditions, les débits d'eau nécessaires moyennant un système d'aspersion continu.

Différents régimes d'écoulement du gaz et du solide sont obtenus en variant les débits de fluidisation et de jet afin d'étudier l'influence de l'aération et/ou du jet et par conséquent l'agitation sur l'enlèvement et la biodégradation du gasoil. Le suivi du traitement est basé sur les mesures de la biomasse et de la teneur en gasoil et n-alcanes qui sont périodiquement contrôlés ainsi que des mesures de pH, du taux d'humidité, de la température et des teneurs en nutriments (azote, phosphore) afin de s'assurer des conditions environnementales favorables à la biodégradation.

Le pH mesuré reste pratiquement constant durant toute l'opération de traitement, les valeurs comprises entre 7,5 et 8,0 se situent dans un intervalle favorable à la croissance microbienne et pour lequel la biodégradation des hydrocarbures est maximale. Un accroissement de la flore microbienne est également enregistré ; le nombre de micro-organismes passe de  $10^{+9}$  à  $10^{+10}$  ufc/g dans les cas les plus favorables.

Le suivi de l'évolution des nutriments à partir des mesures des teneurs en azote ammoniacal, nitrites, nitrates et phosphore révèle une assimilation assez rapide dés les premiers jours du traitement et ce pour les différents essais.

Les taux d'enlèvement abiotique et biotique augmentent avec l'augmentation des vitesses d'aération et/ou de jet. Le processus de dégradation est accéléré les 5 premiers jours du traitement puis diminue graduellement pour se stabiliser après 10 jours probablement du fait de l'épuisement des nutriments et des fractions les plus facilement biodégradables.

L'introduction de l'air du jet accélère le processus d'élimination du gasoil et améliore le taux de dégradation. Les meilleurs taux d'enlèvement sont obtenus pour des vitesses d'aération  $U_f$  de 18,0cm/s et de jet  $U_j$  de 37 et 42m/s. Ils atteignent 98-99 % après 15 jours tandis que dans un lit fluidisé, le taux maximal de dégradation est de 84%.

Bien que, la fraction de gasoil volatile soit relativement faible, un important déficit en gasoil jusqu'à 44% est observé dans les systèmes abiotiques en particulier lorsque le lit est expansé. Outre la volatilisation, l'entraînement des hydrocarbures avec l'air sont à l'origine de l'enlèvement du gasoil

La même tendance est observée pour les taux de biodégradation que pour ceux de dégradation. Les taux de biodégradation varient entre 57 et 84% après 15 jours de traitement et sont fonction des vitesses de fluidisation et de jet mais également de l'état du lit et donc du régime d'écoulement. Ces résultats mettent en évidence d'une part, la capacité de la population microbienne indigène à dégrader le gasoil à des taux importants et d'autre part, que le taux d'oxygénation et les régimes d'écoulement du solide et du gaz sont des facteurs limitant la biodégradation du gasoil.

La détermination des hydrocarbures totaux (TPH) par pesée est simple et rapide à mettre en œuvre avec une précision satisfaisante dans le cas du gasoil qui n'aurait peut être pas pu se faire par une méthode conventionnelle. En effet, les résultats de mesures des teneurs en hydrocarbures totaux (TPH) mettent en évidence une bonne corrélation avec ceux des teneurs en gasoil obtenus par chromatographie en phase gazeuse.

La biodégradation du gasoil et n-alcanes est régie par un modèle cinétique du premier ordre. Toutefois, dans le cas d'un lit fluidisé, le modèle cinétique du second ordre donne également des résultats statistiquement valables. Les constantes cinétiques traduisent les effets de différentes conditions de fonctionnement sur la dégradation et la biodégradation du gasoil.

Le suivi de la cinétique de biodégradation des alcanes individuels entre  $n-C_{10}$  et  $n-C_{20}$ met en évidence qu'elles évoluent indépendamment du nombre de carbone et de la concentration initiale de l'hydrocarbure considéré au sein d'un mélange. Les cinétiques les plus lentes sont observées pour l'octadécane  $n-C_{18}$  et le pentadécane  $n-C_{15}$ .

Les cinétiques de biodégradation des n-alcanes considérés sont deux fois plus élevées dans un lit fluidisé à jet (13,4cm/s; 37m/s) que dans un lit fluidisé (13,4cm/s; 0m/s) au minimum de fluidisation. Enfin, ils sont facilement biodégradables ( $k=0,26\div0,48j^{-1}$ ) en référant aux résultats de **Namkoong** *et al.* (2002) et de **Colombo** *et al.* (2005) en l'absence d'autres données. Les vitesses de dégradation maximales reflètent certainement l'activité de la flore microbienne pour chaque hydrocarbure.

Cela suggère d'une part, l'évaluation de la biodégradabilité intrinsèque de chaque polluant en conditions optimales et avec à priori une microflore appropriée et d'autre part, prendre en considération tous les hydrocarbures identifiables et quantifiables.

Les résultats montrent que le traitement d'un sol pollué par du gasoil dans un réacteur fluidisé à jet est potentiellement applicable et que la présence de jet accélère le processus d'élimination du gasoil. Le débit total d'air et l'agitation issus des vitesses de fluidisation et de jet affectent l'efficacité de la biodégradation dans le bioréacteur.

Bien que la fraction de gasoil volatile soit relativement faible, une importante réduction de la teneur en gasoil entre 14% et 46% est due aux processus abiotiques (volatilisation et transport). Il en résulte par conséquence une diminution du taux de biodégradation du gasoil. Aussi, il est important de trouver un compromis entre l'aération et l'agitation pour diminuer les pertes abiotiques. L'humidification de l'air de fluidisation et de jet et l'utilisation d'un système de récupération des hydrocarbures transportés pour les réinjecter dans le réacteur devraient être préconisés.

Le choix du taux d'humidité, indispensable au développement des micro-organismes, à leur croissance et aux différents transferts, pourrait également être revu à la hausse et contribuer à minimiser le taux d'évaporation des hydrocarbures. Par ailleurs, l'amendement en azote et phosphore suivant le rapport molaire C/N/P:100/10/1 et uniquement en début de traitement étaient ils véritablement appropriés ?

# **RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

Abbondanzi F., Campisi T., Focanti M., Gurra R. et Iacondini R.; Assessing degradation capability of aerobic indigenous microflora in PAH contaminated Brackish sediment; Marine environmental Research, 59 (2005) pp 419-434.

Abramovich G. N.; The Theory of turbulent jets ;. MIT Press, Cambridge, Mass. U.S.A. 1963.

Aguilera-Vázquez L., Soto-Cruz N. O., Saucedo-Castañeda G., Gutiérrez-Rojas M.; A model system for cocomposting hydrocarbon contaminated soil by using water activity and porosity as response variables ; Chem. Eng. J. 81 (2001) pp 197-202.

Allen-King R. M., Gillham R. W., Barker J. F. et Sudicky E. A.; Fate of dissolved toluene during steady infiltration through unsaturated soil: biotransformation under nutrient-limited conditions; Journal Environ. Quality Vol. 25 (1996) pp 287-295.

Anabtawi M. Z., Uysal B. Z. et Jumah R. Y.; Flow characteristics in a rectangular spout-fluid bed; Powder Technology, 69 (1992), pp 205-211.

Arrar J., Chekir N. et Bentahar F.; treatment of diesel fuel contaminated soil in jet-fluidized bed; Biochem. Eng. J (2007) doi:10.1016/j.bej.2007.04.016.

Atlas R. M.; Microbial degradation of petroleum hydrocarbons: An environmental perspective ; Rev. Microbiol. Rev. Vol. 45 (1981) pp180-209.

**Badirou N.;** Etude hydrodynamique d'un jet immergé dans un lit de particules ; Thèse de doctorat, Compiègne, France 1992.

**Balba M. T., Al-Awadhi N.** et **Al-Daher R.**; Bioremediation of oil contaminated soil: microbiological methods for feasibility assessment and field evaluation; Journal of Microbiological Methods, Vol. 32 (1998) pp 154-164.

Ballerini D.; Traitements biologiques des sols ; Techniques de l'ingénieur, G2 (1999).

**Bardi L., Mattei A., Steffan S. et Marzona M.**; Hydrocarbon degradation by a soil microbial population with  $\beta$ -cyclodextrin as surfactant to enhance bioavailavility; enzyme and Microbial Technology, 27 (2000) pp 709-713.

**Barooah M.** et **Borthakur H. P.;** Biodegradation of hydrocarbon in soil of upper Assam ; Journal of the Indian Society of Soil Science, Vol.47, N°1, (1999) pp 62-67.

**Barrett N., Claflin J., Fane A.G.** et Mitchell R. A.; Design aspects of spouted beds; The Eleventh Australian Conference on Chemical Engineering, Brisbane, 4-7 September, 1983 pp 531-538.

**Barriuso E. R., Calvet R., Schiavon M.** et **Soulas G.;** Les pesticides et les polluants organiques des sols, transformation et dissipation ; Etude et gestion de sols, Vol. 3, N°4 (1996) pp 279-295.

**Basov V. A., Markhevka V. I., Melik-Akhnazarov T. H.** et **Orochko D. I.;** Investigation of the structure of a non-uniform fluidized bed ; International Chemical Engineering, Vol.9 N°2 (1969) pp 263-266.

**Behie L. A., Bergougnou M. A., Baker C.G.** et **Bulani W.;** Jet momentum dissipation at a grid of a large gas fluidized bed ; The Canadian Journal of Chemical Engineering, Vol. 48, (1970) pp 158-161.

**Benefield L. D.** et **Randall C. W.;** Biological progress design for wastewater treatment ; Prentice-Hall Inc., N. J. Englewood Cliffs,1980.

Bento F. M., Camargo F. A. O., Okeke B. C. et Frankenberger W. T.; Comparative bioremediation of soils contaminated with diesel oil by natural attenuation, biostimulation and bioaugmentation; Bioresource Technology xxx, (2004) pp xxx–xxx

Berry K. A. T. et Burton D. L.; Natural attenuation of diesel fuel in heavy clay soil; Canadian Journal of Soil Science, Vol.77 (1997) pp 469-477.

**Blake T. R., Webb H.** et **Sunderland P.B.;** The nondimensionalization of equations describing fluidization with application to the correlation of jet penetration height; Chemical Engineering Science, Vol.45 N°2 (1990) pp. 365-371.

**Boopathy R.**; Use of anaerobic soil slurry reactors for the removal of petroleum hydrocarbons in soil ; International Biodeterioration & Biodegradation; 52 (3) (2003), pp 161-166

**Bordas F.** et Lafrance P.; Utilisation de biosurfactants (rhamnolipides) pour le traitement d'un sol sableux contaminé par le pyrène- Essai en colonnes de sol ; Etude et gestion des sols, Vol.8, N°3, (2001) pp 181-188.

Brinkmann D., Röhrs J. et Schügerl K.; Bioremediation of diesel contaminated soil in a rotating bioreactor. Influence of oxygen saturation ; Chem. Eng. Technol., 21 (2) (1998), pp 168-172

**Cai P., Dong X.-R., Jin Y. et Yu Z.;** A new technique for determining the hydrodynamic characteristics of spouted beds; The Canadian Journal of Chemical Engineering, Vol. 70, (1992) pp 835-839.

**Caravaca F.** et **Roldá A.**; Assessing changes in physical and biological properties in a soil contaminated by oil sludges under semiarid mediterranean conditions ; Geoderma, Vol. 117 (2003) pp 53-61

**Cassidy D. P., Efendiev S.** et **White D. M.**; A comparison of CSTR and SBR bioslurry reactor performance ; Water Research, Vol.34 N°18 (2000) pp 4333-4342.

**Cecen A.**; The maximum spoutable bed height of the particles spouted with air ; The Canadian Journal of Chemical Engineering, Vol.72 (1994) pp 792-797.

**Cecen A., Littman H., Morgan M. H.**; Flow regime and the stability of spouting of fine glass spheres with air ; Fluidization VIII, Tours France, Engineering Foundation (1995) pp247-257.

**Cerniglia E.;** Biodegradation of polycyclic aromatic hydrocarbons ; Biodegradation, Vol.3 (1992) pp 351-368.

**Chaîneau H., Morel J. L.** et **Oudot J.**; Biodegradation of fuel oil hydrocarbons in the rhizosphere of Maize ; Journal Environ. Quality Vol. 29 N°2 (2000) pp 259-278.

**Chaplin B. P., Delin G. N., Baker R. J.** et **Lahvis M. A.**; Long-term evolution of biodegradation and volatilisation rates in crude oil of contaminated aquifer ; Bioremediation Journal, Vol. 6 N°3 (2002) pp 237-255

Chatterjee A., Adusumilli R. S. S. et Deshmukh A. V.; Wall to bed heat transfer characteristics of spout-fluid beds ; The Canadian Journal of Chemical Engineering, Vol. 61, (1983) pp.390-397

**Chyang C. S., Chang C. H.** et **Chang J. H.**; Gas discharge modes at a single horizontal nozzle in a two-dimensional fluidised bed ; Powder Technology, Vol.90 (1997) pp 71-77.

**Clarke J. H., Reible D. D.** et **Mutch R. D.;** Hazardous waste site soil remediation: Theory and application of innovative technologies; Journal Contaminant Transport and Behavior in the Subsurface; Ed. D. J. Wilson and A. N. Clarke, M. Dekker Inc, (1994).

Cleaver J. A. S., Ghadiri M., Tuponogov V. G., Yates J. G. et Cheesman D. J.; Measurement of jet angles in fluidized beds; Powder Technology, Vol.85 (1995) pp 221-226.

**Clift R., Filla M.** et **Massimilla L.;** Gas and particle motion in jets in fluidized beds ; International Journal of Multiphase Flow, Vol. 2, (1976) pp. 549-561.

**Colin F.** et coordinateurs ; Pollution localisée des sols et sous-sols par les hydrocarbures et par les solvants chlorés ; Tec. et Doc. (2000).

**Collina E., Bestetti G., Di Gennaro P., Franzetti A., Gugliersi F., Lasagni M.** et **Pieta D.;** Naphthalene Biodegradation Kinetics in an Aerobic Slurry-Phase Bioreator; Environment International xx(2004) pp xxx-xxx.

**Colombo J. C., Cabello M.** et Arambarri A. M.; Biodegradation of aliphatic and aromatic hydrocarbons by natural soil microflora and pure cultures of imperfect and lignolitic fungi; Environmental Pollution, 94 (3) (1996) pp 355-362.

**Costes J.** et **Druelle V.**; Les hydrocarbures aromatiques polycycliques dans l'environnement : La réabilitation des anciens sites industriels ; Revue de l'Institut Français du Pétrole, Vol. 52 N°4 (1997) pp 425-440.

**Coulon F.** et **Delille D.**; Effects of biostimulation on growth of indigenous bacteria in sub-antarctic soil contaminated with oil hydrocarbons ; Oil & Gas Science and Technology – Rev. IFP, Vol.58 N°4 (2003) pp 469-479.

**Coulon F., Pelletier E., Gourhant L.** et **Dellile D.**; Effects of nutrient and temperature on degradation of petroleum hydrocarbons in contaminated sub-Antarctic soil; Chemosphere, 58 (2005) pp 1439-1448.

**Cui H., Mostoufi N.** et **Chaouki J.**; Characterisation of dynamic gas-solid distribution in fluidized beds ; Chemical Engineering Journal, Vol.79 (2000) pp 133-143.

**Cunha R. L., Maialle K. G.** et **Menegalli F. C.;** Evaluation of the drying process in spouted bed and spout fluidized bed of xanthan gum : focus on product quality ; Powder Technology, Vol.107 (2000) pp 234-242.

**Cunningham J., Ivshina I. B., Lozinsky V. I., Kuyukin M. S.** et **Philp J. C.;** Bioremediation of diesel-contaminated soil by microorganisms immobilised in polyvinyl alcohol; International Biodeterioration & Biodegradation 54, (2004) pp 167–174.

Davidson J. F., Harrison D. et Richardson J. F.; Fluidization ; Second edition, Academic Press, London 1985.

**Davies J. T.;** Turbulence phenomena ; Academic press, Inc. (1972)

**Davis J. W.** et **Madsen S.**; Factors affecting the biodegradation of toluene in soil ; Chemosphere, Vol. 33, N°1 (1996) pp 170-130.

**De Jonge H., Freijer J. I., Verstraten J. M., Westerveld J.** et Van Der Wielen F. W. M.; Relation between bioavailability and fuel oil hydrocarbon composition in contaminated soils; Environmental Sciences Technology, Vol.37 (1997) pp 771-775.

**De Michele G., Elia A.** et **Massimilla L.;** The interaction between jets and fluidized beds ; Ing. Chim. Ital., Vol.12 N°11-12 (1976) pp 156-162.

**Delebarre A.;** Minimum de fluidisation et épaisseur d'un milieu poreux ; XVème Congrès Français de Mécanique, Nancy, 3-7 Septembre 2001.

**Delille D., Coulon F.** et **Pelletier E.**; Effects of temperature warming during a bioremediation study of natural and nutrient-amended hydrocarbon-contaminated sub-Antarctic soil ; Cold Regions Science and Technology, 40 (2004), 61-70.

**Dibble J. T.** et **Bartha R.**; Effect of environmental parameters on the biodegradation of oil sludge ; Applied Environmental Microbiology, 37 (1979) pp 729–739.

**Donadono S, Maresca A.** et **Massimilla L.**; Gas injection in shallow beds of fluidized coarse solids ; Ing. Chem. Ital., Vol.16 N°1-2 (1980) pp 1-10.

**Donsi C., Massimilla L.** et **Colantuoni L.;** The dispersion of axi-symmetric gas jets in fluidized beds; Fluidization, Ed. J. R. Grace et J. M. Matsen -Plenum Press, New York, (1980) pp 297-304.

**Dounit S.;** Combustion du gaz naturel en réacteur à lit fluidisé : étude expérimentale et modélisation de la zone dense et de la zone de désengagement ; Thèse de doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse, 2001.

**Dutheil C.;** Dépollution des sols par extraction sous pression réduite; étude de quelques paramètres ; Thèse de Doctorat, Institut National des Sciences Appliquées, Lyon 2003.

Ettehadieh B., Gidaspow D. et Lyczkowski R. W.; Hydrodynamics of fluidization in a semicircular bed with a jet ; AIChE Journal, Vol.30 N°4 (1984) pp 529-536.

**D.** Feng et C. Aldrich ; Sonochemical treatment of simulated soil contaminated with diesel ; Advances in Environmental Research, 4 (2000), pp 103-112.

Ferguson S. H., Franzmann P. D., Revilld A. T., Snape I. et Rayner J. L.; The effects of nitrogen and water on mineralisation of hydrocarbons in diesel-contaminated terrestrial Antarctic soils; Cold Regions Science and Technology, 37 (2003) pp 197-212.

Filla M. et Massimila L.; Analysis of the variables controlling gas jet penetration in fluidized beds; Ind. Eng. Chem. Fundam., Vol.23, (1984) pp 131-132.

**Filla M., Massimilla L.** et **Vaccaro S.;** Gas jets in fluidized beds : The influence of particle size, shape and density on gas and solids entrainment ; International Journal of Multiphase Flow, Vol.9 N° 3 (1983) pp 259-267.

Fotinich A., Dhir V. K. et Lingineni S.; Remediation of simulated soils contaminated with Diesel ; Journal of Environmental Engineering, (1999) pp 36-46.

Franco I., Contin M., Bragato G. et De Nobili M.; Microbiological resilience of soils contaminated with crude oil; Geoderma, Vol. xxx (2003) pp xxx-xxx

**Freychet N., Briens C. L., Bergougnou M. A** et **Large J. F.**; A new approach to jet phenomena gas entrainment and recirculation in a bidimensional spouted fluidized bed ; Can. J. Chem. Eng., 67 (1989), pp 191-199.

**Gabet S.**; Remobilisation d'hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) présents dans les sols contaminés à l'aide d'un tensioactif d'origine biologique ; Thèse Doctorat de l'université de Limoges (2004).

Gallego J. L., loredo J., Llamas J. F., Vázquez F. et Sánchez J.; Biomerediation of diesel contaminated soils; evaluation of potential in situ techniques by study of bacterial degradation; Biodegradation, 12 (2001), pp 325-335.

Gallegos Martinez M., Gémoz Santos A., Gonzélez Cruz L., Montes de Oca Garcia M. A., Yanez Trujilio L., Zermeno Eguia Lis J. A., et Gutiérrez-Rojas M.; Diagnostic and resulting approaches to restore petroleum contaminated soil in a Mexican tropical swamp; Water Science and Technology, Vol. 42 N°5-6 (2000).pp 377-384.

**Gbordzoe E. A. M., Freychet N. et Bergougnou M. A.;** Gas transfer between a central jet and a large two-dimensional gas-fluidized bed; Powder Technology, Vol.55 (1988) pp. 207-222.

**Geerdink M. J., Kleijntjens R. H., Van Loosdrecht M. C. M.** et Luyben K. C. A. M.; Microbial decontamination of polluted soil in a slurry process; Journal of Environmental Engineering, Vol.122 N°11 (1996) pp 975-982.

**Ghadiri M.** et **Clift R.**; Jet penetration into a fluidized bed at high temperature ; Ind. Eng. Chem. Fundam., Vol.19 (1980) pp 440.

**Ghazali M., Rahman R. N. Z. A., Salleh A. B.** et **Basri M.**; Biodegradation of hydrocarbon in soil by microbial consortium; International Biodeterioration & Biodegradation, 54 (2004), pp 61-67.

**Gibb A., Chu A., Chik Kwong Wong R.** et **Goodman R. H.;** Bioremediation kinetics of crude oil at 5°C ; Journal of Environmental Engineering, ASCE 127 (2001) pp 818-823.

**Gilbertson M. A.** et **Eames I.**; The influence of particle size on the flow of fluidized powders ; Powder Technology, Vol. 131, N° 2-3, (2003) pp. 197-205.

**Gogoi B. K., Dutta N. N., Goswami P. et Krishna Mohan T. R.**; A case study of bioremediation of petroleum-hydrocarbon contaminated soil at a crude oil spill site; Advances in Environmental Research, Vol. 7, N° 4 (2003) pp 767-782.

Grace J. R. et Lim C. J.; Permanent jet formation in beds of particulate solids ; Canadian Journal of Chemical Engineering, Vol.65 (1987) pp 160-162

Gray M. R., Banerjee D. K., Dudas M. J. et Pickard M. A.; Protocols to enhance biodegradation of hydrocarbon contaminants in soil ; Bioremediation Journal, Vol. 4 N° 4 (2000) pp 249-257.

**Greer C. W., Fortin N., Roy R., Whyte L. G.** et **Lee K.;** Indigenous sediment microbial activity in response to nutrient enrichment and plant growth following a controlled oil spill on a freshwater wetland; Bioremediation Journal, Vol. 7 N°1 (2003) pp 69-80.

**Guo Q., Yue G., Zhang J.** et Liu Z.; Hydrodynamic characteristics of a two-dimensional jetting fluidized bed with binary mixtures ; Chemical Engineering Science, Vol.56 (2001) pp 4685-4694.

**Harir M. H.** et **Arastoopour H.**; Agglomeration of polyolefin particles in a fluidized bed with a central jet. Part I : Experimental study ; Powder Technology, Vol. 74, (1993) pp 231-238.

Hartman M., Truka O. et Svoboda K.; Fluidization characteristics of dolomite and calcined dolomite particles; Chemical Engineering Science, Vol.55, (2000) pp 6269-6274.

Heil C. et Tels M.; Pressure distribution in spout-fluid bed reactors; Can. J. Chem. Eng., 61 (1983) pp 331-342.

**Hinga K. R.**; Degradation rates of low molecular weight PAH correlate with sediment hydrocarbon using non ionic surfactants in soil slurry ; Applied Geochemistry, 16 (2004) pp 1419-1428

**Hong R., Li H.** et **Wang Y.**; Studies on the inclined jet penetration length in a gas-solid fluidised bed ; Powder Technology, Vol.92 (1997) pp 205-212.

**Hoyle B. L., Scow K. M., Fogg G. E.** et **Darby J. L.;** Effect of carbon: nitrogen ratio on kinetics of phenol biodegradation by Acinetobacter johnsonii in saturated sand ; Biodegradation, Vol.6 N°4 (1995) pp 283-293.

**Houdé M.;** Conception d'un réacteur triphasé à fluidisation gaz-liquide-solide. -Application à la synthèse en continu des magnésiens d'halogénures gazeux ; Thèse de doctorat, Ingénieur ENSIC. Génie des procédés industriel, 1990.

Jee V., Beckles D. M., Ward C. H. et Hughes J. B.; Aerobic slurry reactor treatment of phenanthrene contaminated sediment ; Water Research, Vol.32 N°4 (1998) pp 1231-1239.

**Kage H., Kawaji K., Ogura H.** et **Matsuno Y.;** Attrition of granular slug by single horizontal jet equipped in fluidized bed ; Journal of Chemical Engineering of Japan, Vol.33 N°4, (2000) pp 605-611.

**Kãstánek F.** et **Kãstánek P.;** Combined decontamination processes for wastes containing PCBs ; Journal of Hazardous Materials B117 (2005) pp 185–205

**Kataoka R., Shundoh H., Matsuo H.** et **Kawachi Y.;** Characteristics of convective heat transfer in nonisothermal variable-density impigning jets ; Chemical Engineering Comm, Vol.34 (1986) pp267-275

**Kimura T., matsuo H., Uemiya S.** et **Kojima T.;** Measurement of jet shape and its dynamic change in three dimensional jetting fluidized beds; Journal of Chemical Engineering of Japan, Vol.27 N°5 (1994), pp 602-609.

**Kmiec A.;** The minimum spouting velocity in conical beds . The Canadian Journal of Chemical Engineering, Vol.61 (1983) pp 274-280.

**Knowlton T. M.** et **Hirsan I.**; The effect of bed jets parameters on vertical jet penetration length in gas fluidized beds , Fluidization, Ed. J. R. Grace et J. M. Matsen -Plenum Press, New York, (1980) pp 315-324.

**Kwock C.-K.** et Loh K.-C.; Effects of Singapore soil type on bioavailability of nutrients in soil bioremediation ; Advances Environmental Research, Vol. 7 (2002) pp 889-900

**Labidi F.;** Etude de la structure d'écoulement d'un jet immergé dans un lit fluidisé et caractérisation des échanges ; Thèse de doctorat, Compiègne, France 1992.

Laguerie C.; Techniques de mise en contact entre phases solides et gazeuses ; Techniques de l'ingénieur, A 5850 (1988).

Lauwerys R.; Toxicologie industrielle et intoxication professionnelles ; 6 <sup>eme</sup> édition Masson (2002).

Leclerc H.; Microbiologie appliquée, Ed. Dion, Paris (1977)

Lecompte P.; Les Sites pollués : Traitement des sols & des eaux souterraines ; Lavoisier Tec. et Doc., 2nd Ed. (1998).

Lei L., Khododoust A. P., Suidan M. T. et Tabak H. H.; Biodegradation of sediment-bound PAHs in field contaminated sediment ; Water Research, Vol. 39 (2005) pp 349-361.

Li G., Huang W., Lerner D. N. et Zhang X.; Enrichment of Degrading Microbes and Bioremediation of Petrochemical Contaminants in Polluted Soil; Water Research, Vol. 34, No. 15 (2000) pp. 3845-3853.

Li L., Cunningham C. J., Pas V., Philpd J. C., Barry D. A. et Anderson P.; Field trial of a new aeration system for enhancing biodegradation in a biopile; Waste Management, Vol.24 (2004) pp 127–137.

Lors C., Mossmann J. R. et Sahut C.; Biodégradation des HAP dans un sol d'une ancienne cokerie, Evolution de la microflore dégradante au cours du processus de biodégradation ; Première Rencontre Nationale de la Recherche sur les Sites et Sols Pollués : Bilan et Perspectives ; Maison de la chimie, Paris (2002).

**Lyman W. L.**; Handbook of chemical property estimation methods environmental behaviour of organic compounds ; American Chemical Society, Washington DC (1990).

Maila M. P., Randima P., Surridge K., Drønenc K. et Cloete T. E.; Evaluation of microbial diversity of different soil layers at a contaminated diesel site; International Biodeterioration & Biodegradation 55, (2005) pp 39–44

**Manilal V. B.** et **Alexander M**; Factors affecting the microbial degradation of phenanthrene in soil ; Applied Microbiology and Biotechnology, Vol.65 N°8 (1995) pp 401-405.

Marchal R., Penet S., Solano-Serena F. et Vandecastele J. P.; Gasoline and diesel oil biodegradation; Oil & Gas Science and Technology – Rev. IFP, 58 (4) (2003), pp 441-448.

**Margesin R.** et Schinner F.; Bioremediation (natural attenuation and biostimulation) of diesel-oil contaminated soil in an alpine glacier skiing area ; Applied Environmental Microbiology, Vol.67 (2001) pp 3127–3133.

Markhevka V. I., Basov V., M.-Akhnazarov T. H. K. et Orocho D. T.; The flow gas jet into a fluid bed ; Theor. Found. Chem. Eng., Vol.5 (1971) pp 80-85.

**Massimilla L.;** Gas jets in fluidized beds ; Fluidization (chapiter 4), Second Edition, Ed. Davidson, Clift and Harrison Academic press London (1985).

Mathur B. K. et Epstein N.; Spouted beds ; Academic Press New York (1974)

Merry J. M. D.; Penetration of horizontal gas jet in to a fluidized bed ; Trans. Instn. Chem. Engrs, Vol.49 (1971) pp 189-195.

**Merry J. M. D.**; Penetration of vertical jets into fluidized beds; AIChE Journal, Vol.21 N° 3 (1975) pp 507-510.

**Merry J. M. D.;** Fluid and particle entrainment into vertical jets in fluidized beds ; AIChE Journal, Vol. 22 N°2 (1976) pp. 315-323

Midoux N.; Mécanique et rhéologie des fluides en Génie Chimique ; Lavoisier 1988.

Mills M. A., Bonner J. S., McDonald T. J., Page C. A. et Autenrieth R. L.; Intrinsic bioremediation of a petroleum-impacted wetland; Marine Pollution Bulletin, Vol.46 (2003) pp 887-899.

**Milcic-Terzic J., Lopez-Vidal Y., Vrvic M. M.** et **Saval S.**; Biodegradation potential assessment of microbial consortia isolated from a diesel contaminated soil ; Water Science and Technology, 42 (5-6) (2000), pp 403-406.

Molina-Barahoma L., Rodriguez-Vázquez R., Hernandez-Velasco M., Vega-Jarquín C., Zapata-Pérez O., Mendoza-Cantú A., et Albores A.; Diesel removal from contaminated soils by stimulation and supplementation with crop residues ; Applied Soil Ecology, 27 (2004), 165-175.
**Møller J., Gaarn H., Steckel T., Wedebye E. B.** et **Westermann P.**; Inhibitory effects on degradation of diesel oil in soil-microcosms by a commercial bioaugmentation product; Bulletin Environmental Contaminant Toxicology, 54 (1995) pp 913-918.

Morelli S., Del Panno M. T., De Antoni G. L. et Painceira M. T.; Laboratory study on the bioremediation of petrochemical sludge-contaminated soil; International Biodeterioration & Biodegradation, 55 (2005) pp 271-278.

**Mukherji S., Jagadevan S., Mohpatra G.** et **Vijay A.**; Biodegradation of diesel oil by an Arabian sea sediment culture isolated from the vicinity of an oil field; Bioresource Technology, 95 (2004) pp 281-286.

**Nagarkatti A.** et **Chatterjee A.**; Pressure and flow characteristics of gas phase spout-fluid bed and the minimum spout-fluid condition; The Canadian Journal of Chemical Engineering, Vol.52 (1974) pp 184-186.

Namkoong W., Hwang E., Park J. et Choi J.; Bioremediation of diesel contaminated soil with composting ; Environmental Pollution, 119 (2002), 23-31.

Nano G., Borroni A. et Rota R.; Combined slurry and solid-phase bioremediation of diesel contaminated soils; Journal of Hazardous Materials Vol. B 100 (2003) pp 79-94.

**Olazar M.**; Stable operations conditions for gas solid contact regimes in conical spouted bed ; Industrial Engineering Chemical Research, Vol. 31 (1992) pp 1784-1792

**Okuda. T., Alcántara-Garduño M. E., Suzuki M., Matsui C., Kose T., Nishijima W., et Okada M.;** Enhancement of biodegradation of oil adsorbed on fine soils in a bioslurry reactor ; Chemosphere xxx (2007) xxx-xxx

**Potin O., Rafin C.** et **Veignie E.;** Bioremediation of an aged polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs)-contaminated soil by filamentous fungi isolated from the soil; International Biodeterioration & Biodegradation, Vol.54 (2004) pp 45-52.

**Quinn W. R.** et **Mulitzen J.**; Effect of non parallel exit flow on round turbulent free jets , International Journal heat and fluid, Vol.10 N°2 (1989)

Rajaratnam N. et Gangadhariah T.; Axis of circular jet in cross flow; Water, Air and Soil Pollution, Vol.15 (1981) pp 317-321

**Raghunathan K., Mori H.** et **Whiting W. B.;** A technique for measurement of jet penetration in hot fluidized beds with modified Pitot-tube ; Ind. Eng. Chem. Res., Vol.27 (1988) pp 1011-1016.

**Reardon K. F., Mosteller D. C.** et **Rogers J. D. B**; Biodegradation kinetics of benzene, toluene, and phenol as single and mixed substrates for Pseudomonas putida F1; Biotechnology and Bioengineering, 69 (2000) pp 385–400.

**Richard J. Y.** et **Dumad K.**; Traitement biologique des sols pollués par des hydrocarbures aromatiques polycycliques ; Première rencontre nationale de la recherche sur les sites et sols pollués : Bilan et perspectives, Maison de la chimie, Paris (2002).

**Rivera-Espinoza Y.** et **Dendooven L.**; Dynamics of carbon, nitrogen and hydrocarbons in dieselcontaminated soil amended with biosolids and maize ; Chemosphere 54, (2004) pp 379–386.

**Rhykerd R. L., Crews B., Innes K. J. M.** et **Weaver R. W.**; Impact of bulking agents, forced aeration, and tillage on remediation of oil-contaminated soil ; Bioresource Technology, Vol. 67, N° 3, (1999) pp 279-285.

**Roach P. E.;** The penetration of jets into fluidized beds ; Fluid Dynamics Research, Vol.11 (1993) pp 197-216.

**Rosenberg E., Legman R., Kushmaro A., Adler E., Abir H. et Ron E. Z.**; Oil bioremediation using insoluble nitrogen source ; Journal of Biotechnology, Vol. 51, N° 3 (1996), pp 273-278.

**Ruberto L., Vazquez S. C.** et **Cormack W. P. M.;** Effectiveness of the natural bacterial flora, biostimulation and bioaugmentation on the bioremediation of a hydrocarbon Antarctic soil; International Biodeterioration & Biodegradation, Vol.52 (2003) pp 115–125.

**Rushton J. H.**; Axial velocity of a submerjed axially symmetrical fluid jet ; AIChE Journal, Vol.26 N°6 (1980) pp 1038-1041.

Sabaté J., Vinãs M., et Solanas A. M.; Laboratory-scale bioremediation experiments on hydrocarbon-contaminated soils; International Biodeterioration & Biodegradation, 54 (2004), pp 19-25.

Samson R.; Les technologie es situ: biorestauration des sols contaminés ; centre québécois de valorisation de la biomasse (CQVB) (1997).

Sarkar D., Ferguson M., Data R. et Birnbaum S.; Bioremediation of petroleum hydrocarbons in contaminated soils: Comparison of biosolids addition, carbon supplementation, and monitored natural attenuation; Environmental Pollution, Vol.136 (2005) pp 187-195.

Scriban R. et coordonnateurs ; Biotechnologie ; 5<sup>eme</sup> édition, Technique et documentation, Paris, (1999).

**Shakhova N.A.** et **Minayev G. A.**; Aerodynamics of jets discharged into a fluidized beds ; Heat Transfer – Soviet Research, Vol.4 N°1 (1972) pp 133-142.

Shakhova N. A.; Discharge of turbulent jets into a fluidized beds; Inzh. Fiz. Zh., Vol.14 N°1 (1968) pp 61-69.

Shakhova N.A.; Outflow of turbulent jets into fluidized beds ; Journal Engineering Phys., Vol.24 N°1 (1976) p 32.

Shen Z., Briens C. L., Bergougnou M. A. et Kwauk M.; Jet presence probability in a two dimensionel bed ; Powder Technology, Vol.67 (1991) pp 93-101.

Shkidchenko A. N., Kobzev E. N., Petrikevich S. B., Chugunov V. A., Kholodenko V. P. et Boronin A. M.; Biodegradation of black oil by microflora of the bay of Biscay and biopreparations ; Process Biochemistry, Vol. 39 (2004) pp1671-1676.

Slaoui M., Ouhssine M., El m'rabet M., Massoui M. et El Yachioui M.; Dégradation du carbofuran par une bactérie du genre Pseudomonas. SP isolée à partir du sol; Science Letters, Vol.3, N°3, (2001).

**Snape I., Harvey P. M., Ferguson S. H., Rayner J. L.** et **Revill A. T.**; Investigation of evaporation and biodegradation of fuel spills in Antarctica. I. A chemical approach using GC-FID ; Chemosphere, Vol.61 (2005) pp. 1485-1494.

**Solano-Serena F., Marchal R.** et **Vandecasteele J. P.;** Biodegradabilité de l'essence dans l'environnement: de l'évaluation globale au cas des hydrocarbures récalcitrants ; Oil & Gas Science and Technology – Rev. IFP, Vol. 56, N°5 (2001), pp479-498.

**Soltani M.**; Distribution lipidique et voies métaboliques chez quatre bactéries Gram - négatives hydrocarbonalastes - variation en fonction de la source de carbone; Thèse de doctorat de l'université Paris 6 (2004).

**Song H.-G., Pedersen T. A.** et **Bartha R.**; Hydrocarbon mineralization in soil : Relative bacterial and fungal contribution ; Soil Biol. Biochem. Vol. 18 N° 1 (1986) pp 109-111.

Stein M., Seville J. P. K. et Parker D. J.; Attrition of porous glass particles in a fluidised bed; Powder Technology, Vol. 100, (1998) pp 242-250.

**Subramanian V.** et **Ganesh R.;** Influence of free stream velocity on the entrainment by single and two-phase axisymmetric jets ; AIChE. Journal, Vol.30 N°6 (1984).

**Thonglimp V.**; Contribution à l'étude hydrodynamique des couches fluidisées par un gaz - Vitesse minimale de fluidisation et expansion ; Institut National Polytechnique de Toulouse, (1981).

**Thonglimp V., Hiquily N. et Laguerie C.;** Vitesse minimale de fluidisation et expansion des couches fluidisées par un gaz ; Powder Technology, Vol.38 (1984) pp 233-253.

**Tranchant J.**; Manuel pratique de chromatographie en phase gazeuse ; 4<sup>ème</sup> édition Masson, Paris (1995)

**Troquet J., Larroche C.** et **Dussap C.-G.**; Evidence for the occurrence of an oxygen limitation during soil bioremediation by solid-state fermentation ; Biochemical Engineering Journal, 13 (2003), pp 103-112.

**Uemaki O.** et **Tsuji T.**; Particle velocity and solids circulation rate in a jet spouted bed ; The Canadian Journal of Chemical Engineering, Vol.70, (1992) pp 925-929.

**USEPA ; How** to evaluate alternative cleanup technologies for underground storage tank sites : a guide for corrective action plan reviewers, EPA 510-R-04-002, May (2004).

**USEPA**; Monitored natural attenuation of petroleum hydrocarbons, EPA/600/F-98/21, May (1999).

**USEPA** ; Innovative site remediation technology: Design and Application, Volume 1, Bioremediation, EPA 542-B-97-004, May (1998).

**USEPA** ; Guide for conducting and managing cost and performance information for remediation projects, EPA 542-B-98-007 October (1998).

USEPA, A Citizen's Guide to Bioremediation, EPA 542-F-96-007 April (1996).

**Vaccaro S., Musmarra D.** et **Petrecca M.;** Evaluation of the jet penetration depth in gas-fluidized beds by pressure signal analysis; International Journal Multiphase Flow, Vol.23 N°4 (1997) pp 683-698.

**Van Beilen J. B., Li Z., Duetz W. A., Smith T. H. M.** et **Witholt B.;** Diversity of alcane hydroxylase systems in the environment ; Oil and Gas Science Technology, Vol.58 N°4 (2003) pp 427-440

Vandecasteele J. P., Fayolle F., Marchal R., Chauvaux S., Béguin P. et Monot F.; Biodégradation des produits pétroliers. Le cas des essences et des éthers carburants ; Bull. Soc. Fr. Microbiol., 16 (3) (2001), pp 184-189.

Van Gestel K., Mergaert J., Swings J., Coosemans J., Ryckeboe J.; Bioremediation of diesel oil-contaminated soil by composting with biowaste; Environmental Pollution, Vol.125 (2003) pp 361-368.

Van Velsen D., Flamm H. J. et Laugenkamp H.; Gas flow patterns in spouted beds; Canadian Journal of Chemical Engineering, 52 (1974)145-149.

Vecchioli G. I; Degradation de mezclas complejas de hidrocarburos en suelo ; thèse de Ph.D., Université de La Plata, La Plata, Argentine, 1998.

Venosa A. D., Lee K., Suidan M. T., G-Blanco S., Cobanli S., Moteleb M., Haines J. R., Tremblay G. et Hazelwood M.; Bioremediation and biorestoration of crude oil contaminated freshwater wetland on the Saint Laurence river; Bioremediation Journal, Vol.6 N°3 (2002), pp261-281.

Villemur R., Déziel E., Benachenhou A., Authier J. M., Lépine F., Beaudet R., et Comeau Y.; Liquid-phase slurry bioreactors to enhance the degradation, molecular-weight polycyclic aromatic hydrocarbons in soil ; Biotechnol. Prog. Vol.16 N°6 (2000) pp 966-972.

Vogel Timothy M.; Bioremédiation des sols ; Techniques de l'ingénieur, J3, (2001).

Walworth J. L., Woolard C. R., Braddock J. F. et Reynolds C. M.; Enhancement and inhibition of soil petroleum biodegradation through the use of fertilizer nitrogen: an approach to determining optimum levels ; Journal of Soil Contamination, Vol.6 N°5 (1997) pp. 465–480.

Walworth J. L., Braddock J. F. et Woorland C. R.; Nutrient and temperature interactions in bioremediation of cryic soils; Cold Regions Science and Technology, 32 (2001) pp 85–91.

Wen C. Y., Deole N. R. et Chen L. H.; A study of jets in a three-dimensional gas fluidized bed ; Powder Technology, Vol.31 (1982) pp 175-184.

Xuereb C., Laguerie C. et Baron T.; Etude du comportement de jets continus horizontaux ou inclinés introduits dans un lit fluidisé par un gaz, II-Profils de vitesse du gaz dans les jets horizontaux ; Powder Technology, Vol. 64, (1991) pp. 271-283.

Xuereb C., Laguerie C. et Baron T.; Etude du comportement de jets continus horizontaux ou inclinés introduits dans un lit fluidisé par un gaz, I- Morphologie des jets ;.Powder Technology, Vol.67, (1991) pp 43-56.

**Yang W. C.;** Jet penetration in a pressurized fluidized bed ; Ind. Eng. Chem. Fundam., Vol.20 N°3 (1981) pp 297-300.

**Yang W. C** et **Keairns D. L.;** Momentum dissipation and gas entrainment into a gas jet in a fluidized bed ; AIChE. Symp. Ser., Vol.77 N°205 (1981) pp 28-36.

Yang W. C., Keairns D. L. et Laun D. K.; Gas mixing in jetting fluidized bed; AIChE Symp Ser, Vol.80 N°234 (1984) pp 32-41.

Yang W. C., Newby R. A. et Keairns D. L.; Large-scale fluidized bed physical model : methodology and results ; Powder Technology, Vol.82 (1995) pp 331-346.

**Ye B., Lim C. J.** et **Grace J. R.;** Hydrodynamics of spouted and spout-fluidized beds at high temperature ; The Canadian Journal of Chemical Engineering, Vol.70, (1992) pp 840-846.

Yerushalmi L., Rocheleau S., Cimpoia R., Sarrazin M., Sunahara G., Peisajovich A., Leclair G. et Guiot S. R.; Enhanced Biodegradation of Petroleum Hydrocarbons in Contaminated Soil; Bioremediation Journal, Vol. 7, N° 1(2003), pp 37-45.

**Yu S. H., Ke L., Wong Y. S.** et **Tam N. F. Y.**; Degradation of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHS) by a bacterial consortium enriched from mangrove sediments ; Environment International 31, (2005) pp 149–154.

Zanker A.; Designing spouted beds ; Chemical Engineering, Vol21 (1977) pp 207-209.

Zappi E., Rogers B. A., Teeter C. L., Gunnison D. et Bajpai R.; Bioslurry treatment of soil contaminated of total petroleum hydrocarbons ; J. of Hazardous Materials, 46 (1996), pp 1-12.

# ANNEXE A.I CORRELATIONS

# Tableau A.I.1 : Hauteur maximale du lit

Auteur	Corrélation	Commentaire
Mathur et Gishler (1955)	$H_{m} = U_{mf}^{2} \left(\frac{d_{p}}{D_{c}}\right)^{-2} \left(\frac{d_{o}}{D_{c}}\right)^{2/3} \rho_{g} \left[2g(\rho_{p} - \rho_{g})\right]^{-1}$	<b>Cai</b> et al., 1992
Malek et Lu (1965)	$\frac{H_m}{D_c} = 0.105 \times \left(\frac{D_c}{d_p}\right)^{0.75} \cdot \left(\frac{D_c}{d_o}\right)^{0.4} \left(\frac{\psi^2}{\rho_p^{1.2}}\right)$	Zanker, 1977
Lefroy et Davidson (1969)	$H_m = 0.68 \left(\frac{D_c^4}{d_p}\right)^{1/3}$	Cai et al., 1992
Littman <i>et al.</i> (1976)	$H_m = 0.35 \times D_c \left(\frac{d_o}{D_c}\right)^{-0.4} \left(\frac{D_c}{d_p}\right)^{0.3}$	Barrett et al., 1983
Mc Nab et Bridgwater (1977)	$H_m = \left(\frac{D_c^2}{d_p}\right) \left(\frac{D_c}{d_o}\right)^{2/3} \left(\frac{700}{Ga}\right) \left[\left(1 + 35,9 \times 10^{-6}  Ga\right)^{0,5} - 1\right]^2$	<b>Ye</b> <i>et al.</i> , 1992
Littman et <i>al.</i> (1978)	$H_m = \left(\frac{D_c^2}{d_o}\right) \left[0,218 + 0,005 \times \frac{\left(\rho_p - \rho_f\right)gd_o}{\rho_f U_t U_{mf}}\right]$	<b>Cai</b> et al., 1992
Morgan et Littman (1982)	$\frac{H_m}{D_c} = 0.218.\frac{D_c}{d_o} + \frac{0.0038}{\varepsilon_{mf}^{1.5}}.\frac{D_c}{d_p}$	Ceçen, 1994
Ceçen (1994)	$\frac{H_m}{D_c} = 0.99 \times \left[\frac{\rho_f}{\rho_p - \rho_f} \cdot \frac{U_{mf} U_t}{g D_c}\right]^{-0.144}$	$0,5 \le d_p < 1,5 \text{ mm}$
	$\frac{H_m}{D_c} = 24.6 \times \left[\frac{\rho_f}{\rho_p - \rho_f} \cdot \frac{U_{mf} U_t}{g D_c}\right]^{0.259}$	$d_p \le 0,5 \text{ mm}$ Ceçen, 1994

Auteur	Corrélation	Commentaire Référence
Mathur et Gishler (1955)	$U_{ms} = \left(\frac{d_p}{D_c}\right) \left(\frac{d_o}{D_c}\right)^{1/3} \left[\frac{2gH(\rho_p - \rho_g)}{\rho_g}\right]^{0.5}$	$\begin{array}{c} D_c \leq 0,3 \text{ m} \\ \textbf{Mathur et Epstein} \\ (1974) \end{array}$
<b>Manurung</b> (1964)	$U_{ms} = 7,73 \left(\frac{d_p}{D_c}\right)^{0,62} \left(\frac{d_o}{D_c}\right)^{0,155} (gHU_{mf})^{0,33}$	Mathur et Epstein (1974)
Smith et Reddy (1969)	$U_{ms} = d_p \left(\frac{g(\rho_p - \rho_g)}{\rho_g D_c}\right)^{1/2} \left[0,64 + 26,8\left(\frac{d_o}{D_c}\right)^2 \left(\frac{H}{D_c}\right)^{0.5}\right]$	Mathur et Epstein (1974)
<b>Gay</b> et al. (1970)	$U_{ms} = 1,26.10^{7} \frac{d_{P}(\rho_{s} - \rho_{g})(1 - \varepsilon)}{\rho_{g}} \left(\frac{H}{D_{C}}\right)^{0,19} \left[\frac{\mu^{2}}{(\rho_{s} - \rho_{g})(1 - \varepsilon)\rho_{g}D_{c}^{3}g}\right]^{0,5}$	<b>Mathur</b> et <b>Epstein</b> (1974)
<b>Brunello</b> <i>et al.</i> (1974)	$U_{ms} = 0,663.d_p^{0,741}.H^{0,592} \left(\frac{2g(\rho_p - \rho_g)}{\rho_g}\right)^{0,5}$	<b>Barrett</b> et al. (1983)
<b>Littman</b> <i>et al.</i> (1976)	$U_{ms} = U_{mf} \left[ \left( 1 - \left( \frac{d_o}{D_c} \right)^2 \right) \left( 1 - \left( 1 - \frac{H}{H_m} \right)^3 \right) + \left( \frac{d_o}{D_c} \right)^2 \right]$	$H_m = 0.35 D_c \left(\frac{d_o}{D_c}\right)^{-0.4} \left(\frac{D_c}{d_p}\right)^{0.3}$ <b>Barrett</b> et al. (1983)
<b>Uemaki</b> <i>et al.</i> (1983)	$U_{ms} = 0.977 \times \left(\frac{d_p}{D_c}\right)^{0.615} \left(\frac{d_o}{D_c}\right)^{0.274} \left(\frac{2gH(\rho_p - \rho_g)}{\rho_g}\right)^{0.324}$	Uemaki et Tsuji (1992)
<b>Wu</b> <i>et al.</i> (1987)	$U_{ms} = 10.6 \left(\frac{d_p}{D_c}\right)^{1.05} \left(\frac{H}{D_c}\right)^{-0.095} \left(\frac{d_o}{D_c}\right)^{0.266} \left(\frac{\rho_p - \rho_g}{\rho_g}\right)^{0.256} (2gH)^{0.5}$	<b>Ye</b> <i>et al.</i> (1992)
Anabtawi et al. (1992)	$U_{ms} = 2,44 \times \left(\frac{d_p}{D_c}\right)^{0,7} \left(\frac{d_o}{D_c}\right)^{0,58} \left(\frac{H}{D_c}\right)^{0,5} \left(\frac{2gH(\rho_p - \rho_g)}{\rho_g}\right)^{0,28}$	<b>Anabtawi</b> <i>et al.</i> (1992)

# Tableau A.I.2 : Vitesse minimale superficielle de jet

Auteur	Corrélation	Commentaire Référence
Shakhova (1968)	$\frac{L}{d_o} + \frac{1}{2}\cot\theta = 13 \times \left[\frac{\rho_g U_o}{\rho_p (gd_p)^{0.5}}\right]$	$L = \frac{L_{\min} + L_{\max}}{2}$ <b>Davidson</b> <i>et al.</i> (1985)
<b>Zenz</b> (1968)	$0,0144 \frac{L_{\text{max}}}{d_o} + 1,3 = 0,5.\log_{10}\left(\rho_g . U_o^2\right)$	$\rho_{g} (lb/ft^{3}) \\ U_{0} (ft/s) \\ \textbf{Davidson et al.} \\ (1985) \\ \textbf{Merry} (1975) \\ \end{cases}$
<b>Basov</b> <sup>1</sup> (1969)	$\frac{L}{d_o} = \left[\frac{0,785.d_p}{0,0007 + 0,566.d_p}\right] \left(\frac{U_o^{0,35}}{d_o^{0,3}}\right)$	
<b>Basov</b> <sup>2</sup> (1969)	$\frac{L_{\text{max}}}{d_o} = \left[\frac{0,988.d_p}{0,000007 + 0,566.d_p}\right] \left(\frac{U_o^{0,35}}{d_o^{0,3}}\right)$	$65 \mu m < d_p < 540 \mu m$ <b>Davidson</b> <i>et al.</i> (1985)
<b>Merry</b> (1975)	$\frac{L_{\max}}{d_o} = 5.2 \times \left(\frac{\rho_f d_o}{\rho_p d_p}\right)^{0.3} \left[1.3 \times \left(\frac{U_o^2}{g.d_o}\right)^{0.2} - 1\right]$	Minimum de fluidisation Eau Merry (1975)
<b>Wen</b> <i>et al.</i> (1977)	$\frac{L}{d_o} = 814,2 \times \left(\frac{U_o^2}{g.d_o}\right)^{0,47} \left(\frac{d_p \rho_p}{\rho_g.d_o}\right)^{-0,585} \left(\frac{\rho_g U_o d_o}{\mu_g}\right)^{-0,654}$	$L = \frac{L_{\min} + L_{\max}}{2}$ <b>Davidson</b> <i>et al.</i> (1985) <b>Merry</b> (1975)
Yang et Keairns (1978)	$\frac{L}{d_o} = 6.5 \times \left(\frac{\rho_g}{\rho_p - \rho_g} \times \frac{U_o^2}{g.d_o}\right)^{0.5} = 6.5 Fr'$	$L = \frac{L_{\min} + L_{\max}}{2}$ <b>Davidson</b> <i>et al.</i> (1985) <b>Yang</b> (1981)
Yang et Keairns (1979)	$\frac{L_{\max}}{d_o} = 15 \times \left(\frac{\rho_g}{\rho_p - \rho_g} \times \frac{U_o^2}{g.d_o}\right)^{0.187}$	<b>Davidson</b> <i>et al.</i> (1985) <b>Yang</b> (1981)
<b>Deole</b> (1980)	$\frac{L_{\max}}{d_o} = A\left(d_p\right) \times \left(\frac{\rho_g}{\rho_p - \rho_g}\right)^{0,707} \left(\frac{U_o^2}{g.d_o}\right)^{0,451}$	$\begin{array}{c} 3D \\ A(d_P=450\mu m)=67,3 \\ A(d_P=2800\mu m)=25, \\ 2 \end{array}$
Knowlton et Hirsan (1980)	$\frac{L_{\max}}{d_o} = 7,65 \times \left(\frac{\rho_g}{\rho_p - \rho_g} \times \frac{U_o^2}{g.d_o}\right)^{0,472}$	Knowlton et Hirsan (1980)
<b>Hirsan</b> <i>et al.</i> (1980)	$\frac{L_{\max}}{d_o} = 19,2 \times \left(\frac{\rho_g U_o}{\rho_p \sqrt{g.d_p}}\right)^{0.83} \left(\frac{U_f}{U_{cf}}\right)^{-0.54}$	Jet sous pression Davidson et al. (1985) Yang et al. (1995)

# Tableau A.I.3 : Longueur de pénétration du jet vertical

	$\frac{L_B}{d_o} = 26.6 \times \left(\frac{\rho_g U_o}{\rho_p \sqrt{g.d_p}}\right)^{0.67} \left(\frac{U_f}{U_{cf}}\right)^{-0.24}$	
<b>Yang</b> <i>et al.</i> (1981)	$\frac{L_{\max}}{d_o} = 7,65 \times \left(\frac{\left(U_{cf}\right)_{atm}}{\left(U_{cf}\right)_p} \times \frac{\rho_g}{\rho_p - \rho_g} \times \frac{U_o^2}{g.d_o}\right)^{0,472}$	<b>Davidson</b> <i>et al.</i> (1985) <b>Yang</b> (1981)
<b>Wen</b> <i>et al.</i> (1982)	$\frac{L}{d_o} = 1.3 \times \left(\frac{U_o^2}{g.d_p}\right)^{0.38} \left(\frac{\rho_g}{\rho_p}\right)^{0.56} \left(\frac{\rho_g U_o d_p}{\mu_g}\right)^{0.13} \left(\frac{d_p}{d_o}\right)^{0.25}$	Semi circulaire Jet sous pression <b>Davidson</b> <i>et al.</i> (1985)
<b>Blake</b> <i>et al.</i> (1984)	$\frac{L}{d_o} = 110 \times \left(\frac{U_o^2}{g.d_o}\right)^{0.304} \left(\frac{\rho_g}{\rho_p}\right)^{0.513} \left(\frac{\rho_p U_o d_p}{\mu_g}\right)^{-0.189}$	<b>Blake</b> <i>et al.</i> (1990)

Tableau A.I.3 : Longueur de pénétration du jet vertical

Auteur	Corrélation	Commentaire Référence:
<b>Blake</b> <i>et al.</i> (1990)	$\frac{L}{d_o} = 26.9 \times \left(\frac{U_o^2}{g.d_o}\right)^{0.322} \left(\frac{\rho_g}{\rho_p}\right)^{0.325} \left(\frac{\rho_p U_o d_p^2}{\mu_g.d_o}\right)^{-0.124}$	<b>Blake</b> <i>et al.</i> (1990)
<b>Guo</b> et al. (2001)	$\frac{L}{d_o} = 19,18 \cdot \left(\frac{U}{U_{mf}}\right)^{-0.3616} \left(\frac{\rho_f}{\rho_p - \rho_f} \cdot \frac{U_o^2}{g.d_o}\right)^{0.2383}$	Mélange binaire $0 < U_f \le 2,5 U_{mf}$
	$\frac{L}{d_{o}} = 11,52. \left(\frac{\rho_{f}}{\rho_{p} - \rho_{f}} \cdot \frac{U_{o}^{2}}{g.d_{o}}\right)^{0,1966}$	U <sub>f</sub> > 2,5 U <sub>mf</sub> <b>Guo</b> <i>et al.</i> (2001)

Auteur	Corrélation	Commentaire
		Référence
<b>Ergun</b> (1952)	$Ga = 150 \frac{\left(1 - \varepsilon_{mf}\right)}{\psi^2 \cdot \varepsilon_{mf}^3} \operatorname{Re}_{mf} + \frac{1.75}{\psi \cdot \varepsilon_{mf}^3} \operatorname{Re}_{mf}^2$	<b>Davidson</b> <i>et al.</i> (1985)
<b>Leva</b> <i>et al.</i> (1956)	$U_{mf} = \frac{7,39.d_p^{1,82} (\rho_p - \rho_g)^{0,94}}{\rho_g^{0,06}}$	Re <sub>mf</sub> < 5 <b>Davidson</b> <i>et al.</i> (1985)
<b>Goroshko</b> <i>et al.</i> (1958)	$\operatorname{Re}_{mf} = \frac{Ga}{1400 + 5, 2\sqrt{Ga}}$	Davidson et al. (1985)
<b>Leva</b> (1959)	$U_{mf} = \frac{7,169.10^{-4} \cdot d_p^{1.82} (\rho_p - \rho_g)^{0.94} \cdot g}{\rho_g^{0.06} \cdot \mu_g^{0.88}}$	$Re_{mf} < 10$ Air, He, CO <sub>2</sub> $0,05 < d_p < 0,097$ (mm)         Sable, Charbon,         Catalyseur         Davidson et al. (1985)         Wen et al. (1982)
<b>Bena</b> (1960)	$\operatorname{Re}_{mf} = \frac{1,38.10^{-3} \ Ga}{\left(Ga + 19\right)^{0,11}}$	$\begin{array}{c} Re_{mf} < 39\\ Ga < 10^5 \end{array}$
Miller et Logwinuk (1961)	$U_{mf} = 0,00125 \frac{d_p^2 (\rho_p - \rho_g)^{0,9} \rho_g^{0,1} g}{\mu_g}$	0,097 <d<sub>p&lt;0,249 (mm) Air, He, CO<sub>2</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>6</sub> Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiC, SiO<sub>2</sub>, silicagel <b>Davidson</b> <i>et al.</i> (1985)</d<sub>
Rowe et Henwood (1961)	$Re_{mf} = 8, 1.10^{-3} Ga$	Davidson et al. (1985)
Davies et Richardson (1966)	$Re_{mf} = 7,8.10^{-4} Ga$	Catalyseur, pvc, diakon. $0.055 < d_p < 0.142 \text{ (mm)}$ <b>Davidson</b> <i>et al.</i> (1985)
<b>Frantz</b> (1966)	$\text{Re}_{mf} = 1,065.10^{-3} Ga$	$\begin{array}{c} {\rm Re}_{\rm mf} < 32 \\ 0,046 < d_{\rm p} < 0,305 \ ({\rm mm}) \\ {\rm H}_2,  {\rm N}_2,  {\rm Ar},  {\rm C}_2 {\rm H}_6 \\ {\rm Sable},  {\rm Catalyseur} \\ {\rm Davidson \ et \ al. \ (1985)} \end{array}$
<b>Wen</b> et <b>Yu</b> (1966)	$\operatorname{Re}_{mf} = \sqrt{(33,7)^2 + 0,0408.Ga} - 33,7$	Billes de verre, eau. 2,2 <d<sub>p&lt;6,4 (mm) <b>Davidson</b> <i>et al.</i> (1985)</d<sub>
Bourgeois et Grenier (1968)	$\operatorname{Re}_{mf} = \sqrt{\left(25,46\right)^2 + 0,03824.Ga} - 25,46$	Sphères : Lucite, verre, plomb, tungstène <b>Davidson</b> <i>et al.</i> (1985) <b>Dounit, 2001</b>
Kunii et Levenspiel (1969)	$\operatorname{Re}_{mf} = \frac{\psi^2 \varepsilon_{mf}^3}{150 (1 - \varepsilon_{mf})} Ga$	Re <sub>mf</sub> < 20           Davidson et al. (1985)           Thonglimp et al. (1984)
Pillai et Raja Rao (1971)	$U_{mf} = 7,01.10^{-4} \frac{d_p^2 (\rho_p - \rho_g)g}{\mu_g}$	$\begin{array}{c c} & \operatorname{Re}_{mf} < 20 \\ & 0,058 < d_p < 1,1 \ (mm) \\ & \operatorname{Air, Solides :} \\ & \operatorname{Sable, Al, Polystyrène} \\ & \mathbf{Thonglimp \ et \ al. \ (1984)} \end{array}$

# Tableau A.1.4 : Vitesse minimale de fluidisation

Auteur	Corrélation	Commentaire
Geldart et Baeyens (1973)	$Ga = 1823 \operatorname{Re}_{mf}^{1.07} + 21,27 \operatorname{Re}_{mf}^{2}$ $U_{mf} = \frac{9,125.10^{-4} \cdot d_{p}^{1.8} (\rho_{p} - \rho_{g})^{0.934} \cdot g^{0.934}}{\rho_{g}^{0.006} \cdot \mu_{g}^{0.87}}$	$\begin{array}{c} 0,05 < d_p < 4 \text{ (mm)} \\ \text{Air} \\ 850 < \rho_p < 8810 \text{ kg.m}^{-3} \\ \textbf{Davidson et al. (1985)} \end{array}$
Broadhurst et Becker (1975)	Re <sub><i>mf</i></sub> = Ga <sup>0,5</sup> $\left[ 2,42.10^5 Ga^{-0.85} \left( \frac{\rho_p}{\rho_g} \right)^{0.13} + 37,7 \right]^{-0.5}$	0,07 $<$ d <sub>p</sub> $< 1$ (mm) Air, >Freon 12 1000 $<$ $\rho_{p}$ <8000 kg.m <sup>-3</sup> Davidson <i>et al.</i> (1985) Thonglimp (1981)
Saxena et Vogel (1977)	$\operatorname{Re}_{mf} = \sqrt{(25,28)^2 + 0,0571.Ga} - 25,28$	$6 < Re_{mf} < 102$ Air $\rho_p = 3190 \text{ kg.m}^{-3}$ 0,088 $< d_p < 1,41 \text{ (mm)}$ Davidson <i>et al.</i> (1985)
<b>Babu</b> <i>et al.</i> (1978)	$\operatorname{Re}_{mf} = \sqrt{(25,25)^2 + 0,0651.Ga} - 25,25$	256< $\rho_{\rm p}$ <3920 kg.m <sup>-3</sup> 0,05 <d<sub>p&lt; 2,87 (mm) <b>Davidson</b> <i>et al.</i> (1985)</d<sub>
<b>Riba</b> <i>et al.</i> (1978)	Re <sub><i>mf</i></sub> = 1,54.10 <sup>-2</sup> . $\frac{d_p^{1,98} g^{0,66} \rho_g^{0,62} (\rho_p - \rho_g)^{0,7}}{\mu_g^{1,32}}$	Sphères 10 <re<1000 <b>Davidson</b> <i>et al.</i> (1985)</re<1000 
Doichev et Akhmakov (1979)	$\operatorname{Re}_{mf} = 1,08.10^{-3} Ga^{0.947}$	Billes de verre, Air $\rho_p = 2650 \text{ kg.m}^{-3}$ $0.09 < d_p < 2,2 \text{ (mm)}$ Davidson <i>et al.</i> (1985)
Richardson et Jeronimo (1979)	$\operatorname{Re}_{mf} = \sqrt{(25,7)^2 + 0.0365.Ga} - 25.7$	Davidson et al. (1985)
<b>Thonglimp</b> <i>et al.</i> (1981)	$Re_{mf} = 7,54.10^{-4} Ga^{0,98}$ $Re_{mf} = 1.95.10^{-2} Ga^{0,66}$	$\frac{{{Re_{mf}} < 30}}{{30 < {Re_{mf}} < 180}}$ <b>Thonglimp</b> (1981)
Thonglimp (1984)	$\operatorname{Re}_{mf} = \sqrt{(31,6)^2 + 0.0425.Ga} - 31.6$	<b>Thonglimp</b> <i>et al.</i> (1984)
<b>Nakamura</b> <i>et al.</i> (1985)	$\operatorname{Re}_{mf} = \sqrt{(33,95)^2 + 0,0465.Ga} - 33,95$	<b>Dounits</b> (2001)
<b>Lucas</b> <i>et al.</i> (1986)	$\operatorname{Re}_{mf} = \sqrt{\left(29,5\right)^2 + 0.0357.Ga} - 29.5$	20 °C < T< 900 °C Dounits (2001)
Chyang et Huang (1988)	$\operatorname{Re}_{mf} = \sqrt{(33,3)^2 + 0,0333.Ga} - 33,3$	<b>Dounits</b> (2001)
<b>Fatah</b> (1991)	$\operatorname{Re}_{mf} = \left[-7,987.10^{-3} + \frac{16,058}{T}\right] Ga^{0,5547 + \frac{2,084.10^{-4}}{T}}$	T = 20°C <b>Dounits</b> (2001)
<b>Tannous</b> <i>et al.</i> (1993)	$\operatorname{Re}_{mf} = \sqrt{(25,83)^2 + 0.043.Ga} - 25.83$	<b>Dounits</b> (2001)
Erkova et Smirnov	$\text{Re}_{mf} = 5,44.10^{-4} Ga$	<b>Dounits</b> (2001)
Hartman et al. (2000)	$Ga = 1608 \operatorname{Re}_{mf} + 46,4 \operatorname{Re}_{mf}^2$	Dolomite Gaz de houille ou de cheminée <b>Hartman</b> <i>et al.</i> , 2000

Tableau A.1.4 (suite) :	Vitesse minimale de	fluidisation

# DISTRIBUTION GRANULOMETRIQUE DU SOLIDE

Bien que cette méthode soit l'une des plus anciennes, c'est aussi l'une des plus largement utilisées. L'utilité du tamisage est d'autant plus grande qu'il permet de séparer les particules en catégories d'après seulement leur grosseur, sans tenir compte de leurs autres propriétés à savoir densité, forme, propriétés de surface, etc.

L'opération du tamisage consiste à placer un échantillon représentatif de particules solides dans un appareil de tamisage comportant plusieurs tamis d'ouvertures déterminées. Les particules dont les dimensions sont inférieures à celles des ouvertures traversent le tamis lorsqu'il est mis en vibration, alors que les plus grosses particules sont retenues. Cette opération pouvant être longue, la durée du tamisage est étroitement liée à la charge du tamis, la réduction de celle-ci entraîne une diminution de la durée. Selon Allen (1996), l'annulation de l'essai est recommandée lorsque les pertes, en cours du tamisage, dépassent 0,5 % de la charge initiale.

#### 1. Définition de quelques diamètres moyens

Diamètre arithmétique :  $d_{A} = \frac{\sum_{i} m_{i} \cdot d_{i}}{\sum_{i} m_{i}}$  $d_{H} = \frac{\sum_{i} m_{i}}{\sum_{i} \frac{m_{i}}{d_{i}}}$  $d_{s} = \sqrt{\frac{\sum_{i} m_{i} \cdot d_{i}^{2}}{\sum_{i} m_{i}}}$ (A.II-1)

 $d_{v} = \sqrt[3]{\frac{\sum_{i}^{i} \mathbf{m}_{i} \cdot \mathbf{d}_{i}^{3}}{\sum_{i} \mathbf{m}_{i}}}$ 

(A.II-3)

(A.II-4)

- (A.II-2) Diamètre harmonique (diamètre de Sauter) :
- Diamètre de surface :
- Diamètre de volume :

 $m_i$  étant la masse du solide recueilli dans le tamis i (en gramme), et  $d_i$  le diamètre moyen des deux tamis consécutifs de diamètre  $d_{T(i)}$  et  $d_{T(i-1)}$  (en  $\mu$ m), avec :

$$d_{i} = \frac{d_{T(i-1)} + d_{T(i)}}{2}$$
(A.II-5)

#### 2. Résultats expérimentaux

En rapport avec les dimensions des particules de solide préalablement passées au tamis de diamètre 500 µm, nous avons utilisé une série de 8 tamis dont les diamètres d'ouvertures d<sub>Ti</sub> sont respectivement 0, 63, 100, 125, 160, 200, 250, 315 et 400µm.

Les tableaux AI.1 représentent la moyenne de trois essais d'échantillon de 300 g.

			Billes de verre			Sable S	51	
N° du	d <sub>Ti</sub> (µm)	d <sub>i</sub> (µm)	m <sub>i</sub> (g)	% masse	% massique	m <sub>i</sub> (g)	% masse	% massique
tamis				retenue	Cumulé		retenue	cumulé
1	500		0			0		
2	400	450	0			0		
3	315	357.5	43,828	8,78	8,78	0,47	0,155	0,15
4	250	282.5	389,44	78,02	86,81	113,31	37,783	37,94
5	200	225.0	44,701	8,96	95,77	132,50	44,179	82,12
6	160	180.0	19,365	3,88	99,65	45,37	15,126	97,24
7	125	142.5	1,236	0,25	99,90	5,87	1,958	99,20
8	100	112.5	0,385	0,08	99,97	2,31	0,77	99,97
9	63	81.5	0,124	0,03	100	0,08	0,026	100
10	0	31.5	0,009	0,01	100	0,01	0,002	100

Tableau A.II.1a : Résultats des distributions granulométriques

Tableau A.II.1a : Résultats des distributions granulométriques

NO		Sable S2				
du tamis	d <sub>Ti</sub> (μm)	d <sub>i</sub> (μm)	m <sub>i</sub> (g)	% masse retenue	% massique Cumulé	
1	800					
2	630	715,0	32,43	10,813	10,81	
3	500	567,0	55,54	18,519	29,33	
4	400	450,0	70,49	23,504	52,84	
5	315	357,5	92,99	31,006	83,84	
6	250	282,5	35,85	11,954	95,80	
7	200	225,0	7,69	2,564	98,36	
8	160	180,0	4,26	1,420	99,78	
9	125	142,5	0,27	0,090	99,872	
10	100	112,5	0,08	0,027	99,90	
11	0	50,0	0,30	0,100	100,00	

<u>N.B</u> : les pertes en cours de tamisage sont inférieures à 0,2%.

Les différents diamètres moyens sont les suivants :

Diamètre Moyen calculé	Billes de verre µm	Sable S1 µm	Sable S2 µm
d <sub>A</sub>	279,1	237,6	440,9
d <sub>H</sub>	274,4	229,6	397,9
ds	281,5	241,1	461,5
dv	283,7	244,2	481,4

# **TENEUR EN ARGILE**

La matière organique peut jouer un rôle de ciment entre les particules argileuses. On détruit la matière organique alors sur un échantillon de terre séchée à l'air libre et tamisé. La terre est ensuite agitée avec une solution alcaline qui provoque la dispersion et abandonnée au repos pour permettre la sédimentation des particules qui tombent avec des vitesses d'autant plus grandes qu'elles sont plus gosses (loi de stockes).

## \* Réactif :

- Eau oxygénée à 20 volumes;
- Hexamétaphosphate de sodium à 50 g/l ;
- Ammoniaque pur.

### **\*** Mode opératoire :

Dans un bêcher de 600 ml on pèse 40 g de sol. Afin de commencer l'attaque à froid, on y ajoute 60 ml d'eau oxygénée. On couvre le bêcher d'un verre de montre en le portant sur une plaque chauffante afin de détruire la matière organique.

On fait passer la terre dans un flacon de sédimentation en complétant à 500 ml avec de l'eau distillée. On ajoute 20 ml de la solution dispersante Hexamétaphosphate de sodium et 1 ml d'ammoniaque pur.

Pendant deux heures, on fait passer le flacon dans un agitateur rotatif puis une allonge est placée dans une pièce à température constante prés du poste de prélèvement. On amène la suspension à un litre avec de l'eau distillée et on agite énergiquement par retournement en s'assurant que tout le dépôt qui a pu se former au fond de l'allonge est entièrement remis en suspension.

On abandonne l'allonge sur paillasse loin de toute source de chaleur pendant vingt quatre heures puis on prélève à l'aide d'une pipette 20 ml à une profondeur de10 cm et on vide le contenu dans une capsule tarée de 50 ml.

A fin, on évapore à sec en séchant à l'étuve à 105°C et on pèse le résidu sec.

$$A(\%) = \frac{P_1 - P_0}{P} \cdot 100 \cdot \frac{V}{v} \cdot \frac{100 - \% Hu}{100} \cdot \frac{100 - \% MO}{100}$$

Où

P : prise d'essai (g) ;

- $P_0$  : poids de l'Hexamétaphosphate de sodium (g) ;
- $P_1$  : poids du résidu sec après évaporation (g) ;
- V : volume du bécher (ml)
- v : volume d'Hexamétaphosphate de sodium (ml)
- Hu : taux d'humidité (%) (kg eau/ kg de matière humide).
- MO : taux de la matière organique (%) (kg de MO/ kg solide).
- A : teneur en argile (%)

# **DETERMINATION DE LA MASSE VOLUMIQUE DU SOLIDE**

La masse volumique du solide a été déterminée à partir de la méthode pycnométrique dont le principe consiste à introduire une masse  $m_T$  bien déterminée du solide dans une éprouvette graduée et à combler les interstices avec de l'eau jusqu'à un certain volume. La masse totale du système ainsi obtenue est :

$$m_T = m_S + m_P + m_{ex}$$

et le volume total du solide immergé est :

 $v_T = v_S + v_P$ 

avec

 $m_S$ : la masse du solide ;  $m_P$ : la masse de l'eau dans les pores ;  $m_{ex}$ : la masse d'eau en excès ;  $v_P$ : le volume d'eau emprisonné dans les pores ;  $v_{ex}$ : le volume d'eau en excès.



(A.II-2)

La masse volumique du solide est définie comme étant le rapport de la masse du solide sur son volume, elle s'écrit :

$$\rho_s = \frac{m_s}{v_s} = \frac{m_s}{v_T - v_P}$$
(A.II-1)

avec

$$v_{P} = \frac{m_{T} - m_{S} - m_{ex}}{\rho_{eau}}$$
(A.II-2)  
$$m_{ex} = v_{ex} \cdot \rho_{eau}$$
(A.II-3)

et

La porosité est calculée à partir de l'expression suivante :

$$\varepsilon = \frac{v_{\rm P}}{v_{\rm T}} \tag{A.II-4}$$

# **Calcul d'erreurs**

L'erreur relative commise sur la détermination de la masse volumique du solide est :

$$\frac{\Delta \rho_s}{\rho_s} = \frac{\Delta m_s}{m_s} + \frac{\Delta v_T}{v_T - v_P} + \frac{\Delta v_P}{v_T - v_P}$$
(A.II-5)

Et comme  $v_P = \frac{m_T - m_S - m_{ex}}{\rho_{eau}}$ , nous aurons alors l'expression de l'erreur relative au volume

de pore :

$$\frac{\Delta v_{P}}{v_{P}} = \frac{\Delta m_{T} + \Delta m_{s} + \Delta m_{ex}}{m_{T} - m_{s} - m_{ex}} + \frac{\Delta \rho_{eau}}{\rho_{eau}}$$
(A.II-6)

Puisque  $\frac{\Delta \rho_{eau}}{\rho_{eau}} = 0$ , alors ;

$$\Delta v_{\rm P} = v_{\rm P} \left[ \frac{\Delta m_T + \Delta m_s + \Delta m_{\rm ex}}{m_T - m_s - m_{\rm ex}} \right]$$
(A.II-7)

L'expression (AII-5) s'écrira :

$$\frac{\Delta \rho_s}{\rho_s} = \frac{\Delta m_s}{m_s} + \frac{\Delta v_T}{v_T - v_P} + \frac{v_P}{v_T - v_P} \left[ \frac{\Delta m_T + \Delta m_s + \Delta m_{ex}}{m_T - m_s - m_{ex}} \right]$$
(A.II-8)  
et 
$$\frac{\Delta \varepsilon}{\varepsilon} = + \frac{\Delta v_P}{v_P} + \frac{\Delta v_T}{v_T}$$
(A.II-9)

et

Pour la précision de nos résultats, il est indispensable que le critère de répétabilité soit vérifié. Pour cela, nous avons effectué les essais sur 3 échantillons du même solide. Le tableau AII.3 illustre les résultats de mesure effectués dans le cas du sable S1

	Essai 1	Essai 2	Essai 3
$\mathbf{m}_{\mathbf{S}}\left(\mathbf{g}\right)$	2,308	1,970	1,814
$\mathbf{m}_{\mathbf{ex}}\left(\mathbf{g}\right)$	1,7	1,2	1,1
$\mathbf{m}_{\mathrm{T}}\left(\mathrm{g}\right)$	4,618	3,723	3,388
$\mathbf{v}_{\mathbf{T}}(\mathbf{cm}^3)$	1,5	1,3	1,2
$\mathbf{v}_{\mathbf{P}}$ (cm <sup>3</sup> )	0,61	0,553	0,474
$\rho_{\rm S}$ (g.cm <sup>-3</sup> )	2,593	2,637	2,499
3	0,407	0,425	0,395
$\Delta  ho_{ m s} /  ho_{ m s}$	0,038	0,048	0,050
$\Delta \rho_{\rm s} ({\rm g.cm}^{-3})$	0,097	0,126	0,126

Tableau AII.3: Résultats des essais de la masse volumique

avec

$$\Delta m = 10^{-3} g$$
$$\Delta v = 3 10^{-2} cm^3$$

Les valeurs moyennes de la masse volumique et de la porosité de chaque solide sont alors déterminées :

Billes de verre	$\rho_S = (2,271\pm0,211)g / cm^3$	$\varepsilon = 0,37 \pm 0,02$
Sable S1	$\rho_S = (2,576 \pm 0,116)g / cm^3$	$\varepsilon = 0,41 \pm 0,03$
Sable S2	$\rho_S = (2604 \pm 66) kg / m^3$	$\varepsilon = 0,38 \pm 0,02$

# CALCUL DU FACTEUR DE SPHERICITE DES PARTICULES SOLIDES

La relation établie par **Ergun** (1952) donnant la chute de pressions à travers un lit de particules s'écrit comme suit :

$$\frac{\Delta P}{L} = 150. \frac{(1-\varepsilon)^2}{\varepsilon^3} \frac{\mu_g}{(\phi_P.d_P)^2} . U_f + 1.75. \frac{1-\varepsilon}{\varepsilon^3} \frac{\rho_g}{\phi_P.d_P} . U_f^2$$
(A.II-1)

En régime laminaire, elle se réduit à la relation suivante :

$$\frac{\Delta P}{L} = \frac{150 (1-\varepsilon)^2 \mu_g}{\varepsilon^3 (\phi_P.d_P)^2} U_f$$
(A.II-2)

avec :  $\mu_g = 1.8 \ 10^{-5} \text{ kg.m}^{-1} \text{.s}^{-1}$ d<sub>p</sub> (Billes de verre = 267µm d<sub>p</sub> (sable S2)= 230µm d<sub>p</sub> (sable S2)= 398 µm

La représentation graphique de  $\frac{\Delta P}{L} \cdot \frac{\varepsilon^3}{(1-\varepsilon)^2}$  en fonction de la vitesse d'aération du lit est une droite de pente égale à  $\frac{150.\mu_g}{(\phi_P.d_P)^2}$  qui permet la détermination du coefficient de sphéricité  $\phi_P$  comme l'illustre l'exemple de la figure A.II.1



dans le cas des particule de sable S2

 $\phi_P$ (Billes de verre)= 1  $\phi_P$ (Sable S1)= 0,83  $\phi_P$ (Sable S2)= 0,861

# CALCUL DES VITESSES LIMITES DE LA FLUIDISATION

#### 1. Vitesse minimale de fluidisation

Au minimum de fluidisation, l'équation établie par **Ergun (1952)** donnant la vitesse minimale de fluidisation en fonction des caractéristiques du solide et du gaz ainsi que l'accélération de la pesanteur est la suivante :

$$(1 - \varepsilon_{mf})(\rho_P - \rho_g)g = \frac{150(1 - \varepsilon_{mf})^P \cdot \mu_g}{\varepsilon_{mf}^3 \cdot (\phi_P \cdot \mathbf{d}_P)^2} U_{mf} + 1,75 \cdot \frac{1 - \varepsilon_{mf}}{\varepsilon_{mf}^3} \cdot \frac{\rho_g}{\phi_P \cdot \mathbf{d}_P} U_{mf}^2$$
(A.II-1)

En tenant compte des simplifications faites sur les petites particules dont  $Re_P < 20$ , la relation devient :

$$U_{mf} = \frac{(\phi_P.d_P)^2}{150} \left(\frac{\rho_P - \rho_g}{\mu_g}\right) g \frac{\varepsilon_{mf}^3}{(1 - \varepsilon_{mf})}$$
(A.II-2)

Les valeurs de la vitesse minimale de fluidisation déterminées à partir de l'équation (A.II-2) pour les différentes particules sont données dans le tableau A.II.3. Le calcul du nombre de Reynolds dans chaque cas valide la simplification établie.

## .2. Vitesse terminale de chute libre des particules

La détermination de cette vitesse nécessite le calcul du nombre adimensionnel X défini comme suit :

$$X = C_d \operatorname{Re}_P^2 = \frac{4}{3} \cdot \frac{d_P^3 g \rho_g (\rho_P - \rho_g)}{\mu_g^2}$$
(A.II-3)

avec :

C<sub>d</sub>: Coefficient de traînée (C<sub>d</sub> = f (Re<sub>P</sub>)) et Re<sub>P</sub> = 
$$\frac{d_P \rho_g u_t}{\mu_g}$$
.

En tenant compte des propriétés du gaz et des particules solides, le calcul de X nous renseigne sur le régime d'écoulement qui n'est autre que celui de Van Allen. L'équation générale du coefficient de traînée est de la forme  $C_d = a.(Re)^{-n}$  avec a et n respectivement égales à 18 et 0,6 pour des valeurs de Reynolds comprises entre 1 et  $10^3$ .

La substitution des expressions de Re $_P$  et C $_d$  dans celle de X nous donne l'expression simplifiée de U $_t$ :

$$U_{t} = \frac{d_{P}^{1,14} \left[ \left( \rho_{P} - \rho_{g} \right) g \right]^{0,714}}{6,41.\,\mu_{g}^{0,428} \,\rho_{g}^{0,285}} \tag{A.II-4}$$

Tableau A.II.3 Détermination de la vitesse minimale de fluidisation du solide

Particules	$\rho_{P} (\text{kg.m}^{-3})$	<i>d</i> <sub>P</sub> (μm)	$\phi_P$	E <sub>mf</sub>	U <sub>mf</sub> (cm/s)	Re <sub>mf</sub>	X	Ut (m/s)
Billes de verre	2271	267	1	0,40	6,4	1,14	2093	1,73
Sable S1	2576	230	0,83	0,41	5,27	0,776	1325	1,57
Sable S2	2604	398	0,86	0,38	9,81	2,24	4545	2,20
Avec		$\rho_{g} = 1,2$	kg.m <sup>-3</sup>	et	$\mu_g=1$	,8.10 <sup>-5</sup> kg.1	$m^{-1}.s^{-1}$	

## **CAPACITE CALORIFIQUE DU SOLIDE**

La capacité calorifique  $C_s$  des billes de verre est déterminée par la méthode calorimétrique. Dans un vase DEWAR dont la valeur en eau (mC) est déterminée préalablement, une masse  $m_c$  d'eau chaude à une température  $T_c$  est mélangée à une masse  $m_s$  de particules solides portées à une température  $T_f$ . Après agitation, la température d'équilibre  $T_{eq}$  du mélange est notée. Le bilan thermique s'écrit :

$$\begin{pmatrix} laquantité dechaleur gagnée \\ parlecorps froid \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} laquantité dechaleur perdue \\ parlecorps chaud \end{pmatrix}$$

$$(mC + m_s C_s) (T_{eq} - T_f) = m_c C_e(T_c - T_{eq})$$

$$(A.II-1)$$

La capacité calorifique du solide C<sub>S</sub> est donnée par la relation :

$$C_{s} = \frac{C_{e}m_{c}(T_{c} - T_{eq})}{m_{s}(T_{eq} - T_{f})} - \frac{mC}{m_{s}}$$
(A.II-2)

 $C_e$ : la capacité calorifique de l'eau, elle est égale à 1 cal/g °C.

L'erreur relative commise est donnée par l'équation A.II-3:

$$\frac{\Delta C_{s}}{C_{s}} = \frac{C_{e}(T_{c} - T_{eq})\Delta m + 2\Delta T(C_{e}m_{c} + mC) + \Delta mC(T_{eq} - T_{f})}{C_{e}m_{c}(T_{c} - T_{eq}) - mC(T_{eq} - T_{f})} + \frac{\Delta m_{s}}{m_{s}} + \frac{2\Delta T}{T_{eq} - T_{f}}$$
(A.II-3)

La valeur en eau (mC) du calorimètre caractérise la quantité de chaleur absorbée par les accessoires du calorimètre (thermomètre, agitateur). Pour la déterminer, il suffit de mélanger dans un même vase DEWAR, une masse  $m_c$  d'eau chaude à une température  $T_c$  et une masse  $m_f$  d'eau froide à une température  $T_f$  et attendre ensuite que le mélange atteigne sa température d'équilibre  $T_{eq}$ . D'après le bilan de chaleur, la valeur en eau est égale à :

$$mC = \frac{m_c C_e (T_c - T_{eq}) - m_f C_e (T_{eq} - T_f)}{T_{eq} - T_f}$$
(A.II-4)

L'erreur relative s'écrit :

$$\frac{\Delta mC}{mC} = \frac{\Delta m(T_c - T_f) + 2\Delta T(m_c + m_f)}{m_c(T_c - T_{eq}) - m_f(T_{eq} - T_f)} + \frac{2\Delta T}{T_{eq} - T_f}$$
(A.II-5)

Avec 
$$\Delta T = 0.2^{\circ} C$$
 et  $\Delta m = 10^{-3} g$ 

Trois essais ont été effectués pour déterminer la valeur en eau du calorimètre. Les résultats sont regroupés dans le tableau suivant :

	$m_{c}\left(g ight)$	<sub>c</sub> (° C)	$m_f (\circ C)$	<sub>f</sub> (° C)	$T_{eq} (^{\circ} C)$	mC(cal/°C	$\Delta mC/mC(\%)$
						)	
1 <sup>er</sup> essai	70.547	60.5	98.023	19.0	35.5	8.866	4.13
2 <sup>ème</sup> essai	76.966	41.0	69.321	18.0	29.5	7.645	4.75
3 <sup>ème</sup> essai	78.367	40.0	78.240	19.0	29.0	7.964	4.68

$$mC = \frac{(mC)_1 + (mC)_2 + (mC)_3}{3}$$
(A.II-6)

$$\frac{\Delta mC}{mC} = \frac{\Delta (mC)_1 + \Delta (mC)_2 + \Delta (mC)_3}{(mC)_1 + (mC)_2 + (mC)_3}$$
(A.II-7)

$$mC = 8.158 \pm 0.367 \text{ cal/ }^{\circ}C$$

Les résultats relatifs à la détermination de la capacité calorifique des billes de verre sont réunis dans le tableau qui suit :

	$m_{c}(g)$	$T_{c}(^{\circ}C)$	$m_{s}(g)$	$T_f(^{\circ}C)$	$T_{eq}$ (°C)	Cs	$\Delta C_s / C_s$
						(cal/g °C)	(%)
1 <sup>er</sup> essai	102.688	41.0	30.142	20.0	38.5	0.190	16.09
2 <sup>nd</sup> essai	98.691	54.0	28.436	21.0	50.0	0.192	15.68

$$C_{s} = \frac{C_{s1} + C_{s2}}{2}$$
(A.II-8)

$$\frac{\Delta C_s}{C_s} = \frac{\Delta C_{s1} + \Delta C_{s2}}{C_{s1} + C_{s2}}$$
(A.II-9)

 $C_s$  = 0.191  $\pm$  0.030 cal /g °C

# **DOSAGE DES NUTRIMENTS**

#### 1. Dosage du phosphore

On introduit dans une série de fioles jaugées de 50 ml les volumes suivants : 0, 0,4 ; 0,5; 0,75; 1; 2; 2,5; 3; 3,5; 4 ml de la solution étalon (solution mère à 100 mg/l, solution fille à 10 mg/l de  $PO_4^{2^-}$ ) correspondant aux concentrations suivantes : 0 ; 0,08 ; 0,1 ; 0,15 ; 0,2; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8 mg/l. On ajuste à 50 ml puis on prélève de chaque fiole un volume équivalent à 40 ml. On ajoute 1 ml d'acide ascorbique à 10% et de 2 ml de solution de molybdate acide. Après dix minutes, une couleur bleue apparaît et la lecture des densités optiques peut s'effectuer à l'aide d'un spectrophotomètre à une longueur d'onde égale à 880 nm. Les résultats sont consignés dans le tableau A.II.6.1

Tableau A.II.6	6.1 (	Courbe	d'éta	lonnage	du p	hospl	hore
----------------	-------	--------	-------	---------	------	-------	------

С	0	0,08	0,1	0,15	0,2	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8
(mg/l)										
DO	0,017	0,04	0,052	0,074	0,09	0,166	0,205	0,242	0,277	0,328



Figure A.6.1 : Courbe d'étalonnage du phosphore.

### 2. Dosage des nitrites

On introduit dans une série de fioles jaugées de 50 ml les volumes suivants : 0, 1, 2, 3, 4, 5, 10, 20, 30ml de la solution étalon (solution mère à 100 ml/l, solution fille à 1 ml/l de  $NO_2^{-}$ ) correspondant aux concentrations suivantes : 0 ; 0,02 ; 0,04 ; 0,06 ; 0,08 ; 0,1 ; 0,2 ; 0,4 ; 0,6. On ajuste avec de l'eau distillée puis on ajoute 1 ml du réactif coloré. Après dix minutes, une couleur rose apparaît indiquant la présence des  $NO_2^{-}$  On effectue la lecture des densités optiques à l'aide d'un spectrophotomètre à une longueur d'onde égale à 543 nm.

Les résultats sont regroupés dans le tableau A.II.6.2 :

## • Préparation du réactif coloré

0	N-1 Naphtyl éthyléne diamine	1g
0	Sulfanilamide	40g
0	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	100 ml
0	Eau distillée	1000 ml

Tableau A.II.6.2 : Courbe d'étalonnage des nitrites	
---	--

C (mg/l)	0	0,02	0,04	0,06	0,08	0,1	0,2	0,4	0,6
DO	0,002	0,044	0,044	0,061	0,082	0,1	0,195	0,392	0,593



Figure A.6.2 : Courbe d'étalonnage des nitrites

#### 3. Dosage de l'azote ammoniacal

Dans une série de fioles jaugées de 50ml, on introduit les volume suivant : 0, 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 1, 3 ml de la solution étalon (solution mère à 100 mg/l, solution fille à 10mg/l de  $NH_4^+$ ) correspondant aux concentrations suivantes : 0 ; 0,02 ; 0,04 ; 0,06 ; 0,08 ; 0,2 ; 0,6 mg/l puis on ajuste avec de l'eau distillée. On prélève de chaque fiole un volume équivalent à 40ml, On y ajoute 4ml du réactif I de la solution de dichloroisocyanurate de sodium et 4 ml du réactif II coloré. Au bout de quatre-vingt dix minutes, l'apparition d'une coloration verte indique la présence de  $NH_4^+$ .

#### • Préparation de la solution de dichloroisocyanurate de sodium

On fait dissoudre 32g d'hydroxyde de sodium (NaOH) dans 500 ml d'eau distillée. Après refroidissement, on ajoute 2g de dichloroisocynurate de sodium. Dissoudre le solide et transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1000ml.

### • Préparation de réactif colorée

Dissoudre 130g de salicylate de sodium ( $C_7H_6O_3Na$ ), 130g de tricitrate de sodium ( $C_6H_5O_7Na_3$ ,  $2H_2O$ ) dans 1000ml d'eau distillée.

Une lecture des densités optiques est effectuée à l'aide d'un spectrophotomètre à une longueur d'onde égale à 655 nm. On obtient les résultats suivants :



Tableau A.II.6.3 : Courbe d'étalonnage de l'azote

## **CARACTERISTIQUES BIOLOGIQUES DU SOL**

La caractérisation biologique du sol est basée essentiellement sur le dénombrement de la population microbienne autochtone. Une identification des souches isolées est également réalisée par observations macroscopique et microscopique à partir de la coloration de Gram.

#### II.7.I Isolement et dénombrement des souches autochtones

#### Préparation des dilutions

Le dénombrement utilise la méthode de dilution et ensemencement sur boite de pétri. Un échantillon de 1g de sable est mis dans un tube contenant 9ml d'eau physiologique stérile et la suspension est agitée pendant deux minutes. A partir de cette suspension, on récupère le lixiviat (solution mère) et préparons une série de dilutions de  $10^{-1}$  à  $10^{-8}$  dans des tubes à essai contenant chacun 9 ml d'eau physiologique. Il s'agit de prélever 1ml de la solution mère à l'aide d'une pipette pasteur, que l'on transfère dans le premier tube d'eau physiologique pour obtenir une dilution de  $10^{-1}$ . 1ml est ensuite prélevé de ce premier tube pour être transféré dans un deuxième tube pour obtenir une dilution de  $10^{-2}$ , et ainsi de suite jusqu'à la dilution voulue.

#### Ensemencement sur boites de Pétri

1ml de chacune des 8 dilution est prélevé à l'aide de micropipette et est mis dans une boite de Pétri. 10 à 15ml de gélose de gélose nutritive liquéfiée sont ensuite coulés dans les boites de pétri que l'on étale pour mélanger uniformément le milieu nutritif et l'inoculum. Après une incubation de 24 heures à 37°C, les colonies développées sont dénombrées. Une moyenne des nombres de germes pour chaque dilution dénombrable est exprimée en unités formant les colonies ufc/g.

#### **II.7.I Observation macroscopique et microscopique des souches isolées**

L'observation macroscopique après incubation permet d'étudier la forme, la couleur, l'opacité, l'élévation des colonies

La coloration de Gram est la base de toute étude bactériologique, elle permet de classer les bactéries en deux grands groupes : celui à Gram positif (coloration violet par le violet de gentiane) et celui à Gram négatif (coloration rose par la fushine). Elle présente un double intérêt et permet d'observer (**Leclerc**, 1977) :

la morphologie (forme, taille, mode de groupement) ; la classification des bactéries (ou Gram).

Technique :

Quelques gouttes de solution de violet de gentiane sont répandues sur le frottis fixé (une goutte d'eau physiologique contenant l'inoculum bactérien étalée sur une lame et séchée à la flamme).

laisser agir une minute et rincer à l'eau ;

• recouvrir la lame de lugol et laisser agir quelques secondes (cette liqueur prend une couleur mordorée), renouveler l'opération une à deux fois jusqu'à ce que la pellicule mordorée n'apparaisse pas ;

• la lame est ensuite décolorée en versant goutte à goutte de l'alcool absolu en l'inclinant (jusqu'à ce que l'alcool n'ait plus d'action décolorante) ;

• après lavage à l'eau, le frottis est recoloré à la fuchsine de Ziel et laissé pendant trente secondes à une minute puis rincé à l'eau distillée et séché à la flamme

• procéder à l'examen au microscope.

# DOSAGE DU GASOIL ET DES ALCANES

Le dosage des hydrocarbures est réalisé par chromatographie en phase gazeuse, une méthode d'analyse par séparation qui s'applique aux composés gazeux ou susceptibles d'être vaporisés par chauffage sans décomposition. Elle permet ainsi l'analyse de mélanges éventuellement très complexes et de natures et de volatilités très diverses (**Tranchant**, 1995).

#### **II.8.1 Extraction des hydrocarbures**

Un échantillon de (2g) de sol est mélangé et broyé avec une quantité suffisante de sulfate de sodium anhydre dans un rapport 4/5. L'extraction des hydrocarbures du sol est réalisée dans un extracteur Soxhlet en utilisant le tétrachlorure de carbone (CCl<sub>4</sub>) comme solvant pendant 6 heures environ.

L'extrait est recueilli et filtré sur une colonne qui contient du sulfate de magnésium pour éliminer les composés polaires et doser ensuite les composés non polaires par chromatographie en phase gazeuse.

## **II.8.2** Analyse par chromatographie en phase gazeuse

Les teneurs en gasoil et n-alcanes sont déterminées par chromatographie en phase gazeuse avec détection par flamme à ionisation GC-FID. C'est un chromatographe de marque HP, série 6890 et une colonne capillaire en Silice fondue ( $50m \ge 0.25mm \ge 0.25\mu m$ ) avec une phase stationnaire en méyhylpolysiloxane, qui sont utilisés.

Les températures du détecteur et de l'injecteur utilisé en mode Split avec l'azote comme gaz vecteur sont maintenus constantes respectivement égales à 300°C et 250°C.

La température de la colonne est programmée de la manière suivante :

Température initiale : 80 °C Température finale : 280°C Vitesse de montée : 7°C/min

Le gasoil a été également analysé par chromatographie en phase gazeuse au sein du laboratoire du Centre de recherche et de développement (CRD) de Sonatrach. L'appareil utilisé est un chromatographe GC-FID de marque CHROMPACK, série CP 9001 et la colonne capillaire (50m x 0.32mm x 0.40µm) renferme 100% de méthyle siloxane.

Les 'analyses ont été réalisées sous les conditions suivantes :

- $\circ$  T<sub>initiale</sub> : 35 °C pendant 5 minutes
- $\circ$  T<sub>finale</sub>: 300°C pendant 15 minutes avec une vitesse de 6°C / minute

La vérification de la reproductibilité des résultats de mesures a été effectuée en dédoublant la prise d'échantillon et l'extraction et en procédant jusqu'à trois analyses successives par CPG. Les variations sont estimées à  $\pm 8\%$  dans les cas les plus défavorables.

# ANNEXE A.III

#### **CALCUL D'ERREUR**

#### 1. Vitesses réduites

La vitesse locale mesurée par le biais du tube de Pitot est calculée à partir de l'équation suivante :

$$U = \sqrt{\frac{2 P_{dyn}}{\rho_g}}$$
(A.IV-1)

Les pressions sont relevées avec une erreur de lecture égale à  $\pm$  0,5 mm CE. En négligeant l'erreur commise sur la masse volumique de l'air  $\rho_g$ , nous aurons :

$$\frac{\Delta U}{U} = \frac{1}{2} \frac{\Delta P_{dyn}}{P_{dyn}}$$
(A.IV-2)

ou encore

$$\frac{\Delta U}{U} = \frac{\Delta P}{2(P_t - P_{st})}$$
(A.IV-3)

Pour l'erreur commise dans le calcul de la vitesse réduite U/U<sub>m</sub>, nous aurons :

$$\frac{\Delta\left(\frac{U}{U_m}\right)}{\frac{U}{U_m}} = \frac{\Delta U}{U} + \frac{\Delta U_m}{U_m}$$
(A.IV-4)

# Exemple

Pour les positions y = 0 et y = 8 mm, nous avons relevé une valeur de la pression dynamique égale respectivement à 10 et 4 mm CE. D'où les résultats suivants :

$$P_{dyn} (0 \text{ mm}) = 10 \pm 0.5 \text{ mm CE}, \quad P_{dyn} (8 \text{ mm}) = 4 \pm 0.5 \text{ mm CE} \\ U (0 \text{ mm}) = 12,58 \pm 0.31 \text{ m.s}^{-1}, \quad U_m (8 \text{ mm}) = 7,96 \pm 0.5 \text{ m.s}^{-1} \\ \frac{\Delta U}{U_m} = 6,3\%, \qquad \qquad \frac{\Delta U_m}{U_m} = 2,5\%, \qquad \qquad \frac{\Delta \left(\frac{U}{U_m}\right)}{\frac{U}{U_m}} = 8,8\%$$

## 2. Vitesse superficielle du gaz

La vitesse superficielle du gaz est calculée à partir du débit massique du gaz. Ce dernier est déduit depuis un programme permettant la détermination du coefficient de décharge de l'écoulement à travers le diaphragme. Le débit est calculé avec une incertitude absolue de l'ordre de  $10^{-3}$  kg.s<sup>-1</sup>.

$$q = \rho_g UA$$
(AVI-5)  
L'erreur commise sur la masse volumique de l'air  $\rho_g$  étant négligée, nous aurons :  
$$\frac{\Delta q}{q} = \frac{\Delta U}{U}$$
(AVI-6)

#### **Exemple**

Pour une différence de pression à travers le diaphragme  $\Delta P_d$  égale à 1597,4 Pa, nous trouvons un débit massique du gaz de fluidisation égal à :  $a = 1.246 \cdot 10^{-2} + 0.168 \cdot 10^{-3} \text{ traves}^{-1} = d^2 \text{ cm}$   $U = 20.8 \cdot 10^{-2} + 2.8 \cdot 10^{-3} \text{ m s}^{-1}$ 

$$q_f = 1,246 \ 10^{-2} \pm 0,168 \ 10^{-3} \ \text{kg.s}^{-1}$$
 d'où  $U_f = 20,8 \ 10^{-2} \pm 2,8 \ 10^{-3} \ \text{m.s}^{-3}$   
 $\frac{\Delta q}{q} = \frac{\Delta U}{U} = 1,35\%$ 

# - L'erreur sur la température locale

$$T = a E + b$$
$$\frac{\Delta (T - b)}{T - b} = \frac{\Delta a}{a} + \frac{\Delta E}{E}$$
$$\frac{\Delta T + \Delta b}{T - b} = \frac{\Delta a}{a} + \frac{\Delta E}{E}$$

Si nous considérons que  $\Delta b = \Delta a = 0$ 

$$\Delta T = a \Delta E$$

2- L'erreur sur le rapport  $\frac{T - T_p}{T_m - T_p}$ 

$$\frac{\Delta \frac{T-T_p}{T_m-T_p}}{\frac{T-T_p}{T_m-T_p}} = \frac{\Delta \left(T-T_p\right)}{T-T_p} + \frac{\Delta \left(T_m-T_p\right)}{T_m-T_p}$$

$$\frac{\Delta \frac{T-T_p}{T_m-T_p}}{\frac{T-T_p}{T_m-T_p}} = \frac{2\Delta T}{a} \left[ \frac{1}{E-E_p} + \frac{1}{E_m-E_p} \right]$$

# 3- L'erreur sur la vitesse locale

$$\begin{aligned} \mathbf{U} &= \left(\frac{2\,\Delta \mathbf{p}}{\rho}\right)^{1/2} = \left[\frac{2\left(\mathbf{p}_{t}(\mathbf{x}) - \mathbf{p}_{st}(\mathbf{x} - 25)\right)}{\rho}\right]^{1/2} \\ \frac{\Delta \mathbf{U}}{\mathbf{U}} &= \frac{1}{2}\left[\frac{\Delta\left(\mathbf{p}_{t}(\mathbf{x}) - \mathbf{p}_{st}(\mathbf{x} - 25)\right)}{\mathbf{p}_{t}(\mathbf{x}) - \mathbf{p}_{st}(\mathbf{x} - 25)} + \frac{\Delta\rho}{\rho}\right] \\ \rho &= C^{\text{te}}\frac{\left(\mathbf{P}_{atm} + \mathbf{P}_{st}\right)}{T} \\ \frac{\Delta\rho}{\rho} &= \frac{\Delta\left(\mathbf{P}_{atm} + \mathbf{P}_{st}\right)}{P_{atm} + P_{st}} + \frac{\Delta T}{T} \end{aligned}$$

Or

Donc

avec 
$$\frac{\Delta P_{atm}}{p_{atm} + p_{st}} = 0$$

Finalement :

$$\frac{\Delta U}{U} = \frac{1}{2} \left[ \frac{\Delta \left( p_t(x) - p_{st}(x - 25) \right)}{p_t(x) - p_{st}(x - 25)} + \frac{\Delta p_{st}}{p_{atm} + p_{st}} + \frac{\Delta T}{T} \right]$$

4- L'erreur sur le rapport  $\frac{U}{U_m}$ 

$$\frac{\Delta \frac{U}{U_m}}{\frac{U}{U_m}} = \frac{\Delta U}{U} + \frac{\Delta U_m}{U_m}$$
$$\frac{\Delta \frac{U}{U_m}}{\frac{U}{U_m}} = \frac{1}{2} \left[ \frac{\Delta \left( p_t(x) - p_{st}(x - 25) \right)}{p_t(x) - p_{st}(x - 25)} + \frac{\Delta T}{T} + \frac{\Delta p_{st}}{T} + \frac{\Delta p_{st}}{p_{atm} + p_{st}} + \frac{\Delta \left( p_{tm}(x) - p_{stm}(x - 25) \right)}{p_{tm}(x) - p_{stm}(x - 25)} + \frac{\Delta T}{T} + \frac{\Delta p_{stm}}{p_{atm} + p_{stm}} \right]$$

# 5- L'erreur sur le rapport $y/y_{1/2}$

$$\frac{\Delta(y / y_{1/2})}{y / y_{1/2}} = \frac{\Delta y}{y} + \frac{\Delta y_{1/2}}{y_{1/2}}$$

# ANNEXE A.IV

## **CIRCUITS ELECTRIQUES**

Le chauffage de l'air est réalisé moyennant le branchement de une à trois résistances afin d'atteindre la puissance de chauffe voulue. Les résistances utilisées ont chacune, une puissance de 500W.

# 1. Branchement d'une seule résistance

La puissance de chauffe P est égale à :

$$P = R I^2 \cos \varphi$$
 (A.III-1)

où I est le courant qui traverse la résistance R et  $\phi$  l'angle de déphasage entre l'intensité I et la tension aux bornes de la résistance R.

la puissance P ainsi développée permet d'atteindre des températures de chauffe supérieurs à 40°C.

#### 2- Branchement de deux résistances en parallèle

La résistance équivalente à ce circuit :

$$R_{eq} = \frac{R}{2}$$
(A.III-2)

La tension (v) aux bornes de ces deux résistances est égale selon la loi d'Ohm à :

$$v = R I \cos \phi = R_{eq} I' \cos \phi = \frac{R}{2} I' \cos \phi$$
(A.III-3)  
$$I' = 2 I$$

La puissance équivalente P' :

$$P' = R_{eq} I'^{2} \cos \varphi = \frac{R}{2} (2 I)^{2} \cos \varphi = 2 R I^{2} \cos \varphi$$
 (A.III-4)

d'où

$$P' = 2 P$$

Ce branchement a permis de doubler la puissance de chauffe au lieu de la réduire.

# 3. Branchement de deux résistances en série

La résistance équivalente à ce circuit :

$$R_{eq} = 2 R$$

La tension aux bornes de ces résistances :  $v = R I \cos \phi = 2 R I'' \cos \phi$  d'où

$$I'' = \frac{I}{2}$$

La puissance équivalente P" :

$$P'' = 2 R I''^2 \cos\varphi = 2 R \left(\frac{I}{2}\right)^2 \cos\varphi$$
d'où  
$$P'' = \frac{P}{2}$$

Ce branchement nous a permis de chauffer l'air du jet à une température tout à fait conforme à nos exigences puisque la puissance de chauffe a été réduite à la moitié de sa valeur initiale P.

## 4. Etalonnage du thermocouple

Le thermocouple utilisé est un thermocoax du type K. Afin de l'étalonner, il a été branché à un millivoltmètre ensuite plongé ainsi que le thermomètre dans l'eau.

La figure A.III.5 représente la courbe d'étalonnage tracée à partir des températures et des forces électromotrices (E) notées lors du refroidissement progressif de l'eau. L'équation de cette droite est de la forme :

$$T = a E + b$$
 où T est en (°C) et E en (mV)

Par régression linéaire, nous obtenons :

$$a = 25.2405 \pm 0.2705 \text{ °C/mV}$$
  
 $b = 20.7951 \pm 0.0280 \text{ °C}$ 



Figure A.III.5 Courbe d'étalonnage du thermocouple

# ANNEXE A.V

# SPECTRES CHROMATOGRAPHIQUES









# SPECTRES CHROMATOGRAPHIQUES

# Gasoil / n-Alcanes



Figures A.V.2 : Identification des n-alcanesdu gasoil



Figure AV.3 : Spectre chromatographique de l'échantillon initial (t= 0) Système biotique (9,9cm/s ; 42m/s).



Figure A.V.4: Spectre chromatographique de deuxième échantillon (t= 0) Système abiotique (9,9cm/s ; 42m/s).



Figure A.V.5 Spectre chromatographique de deuxième échantillon (t= 3jours) Système biotique (9,9cm/s ; 42m/s).



Figure A.V.6: Spectre chromatographique de deuxième échantillon (t= 7jours) Système biotique (9,9cm/s ; 42m/s).