

22/87
الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : GENIE CHIMIQUE

«OO»

المركز الوطني للتوثيق
BIBLIOTHEQUE - المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

EN VUE D'OBTENTION DU DIPLOME D'INGENIEUR D'ETAT

SUJET

**Détermination des Coefficients
de Transfert de Matière entre
un Ensemble de Sphères solides
et un Liquide**

Proposé par :

Mr BOURKIZA

Mr BENIDDIR

Etudié par :

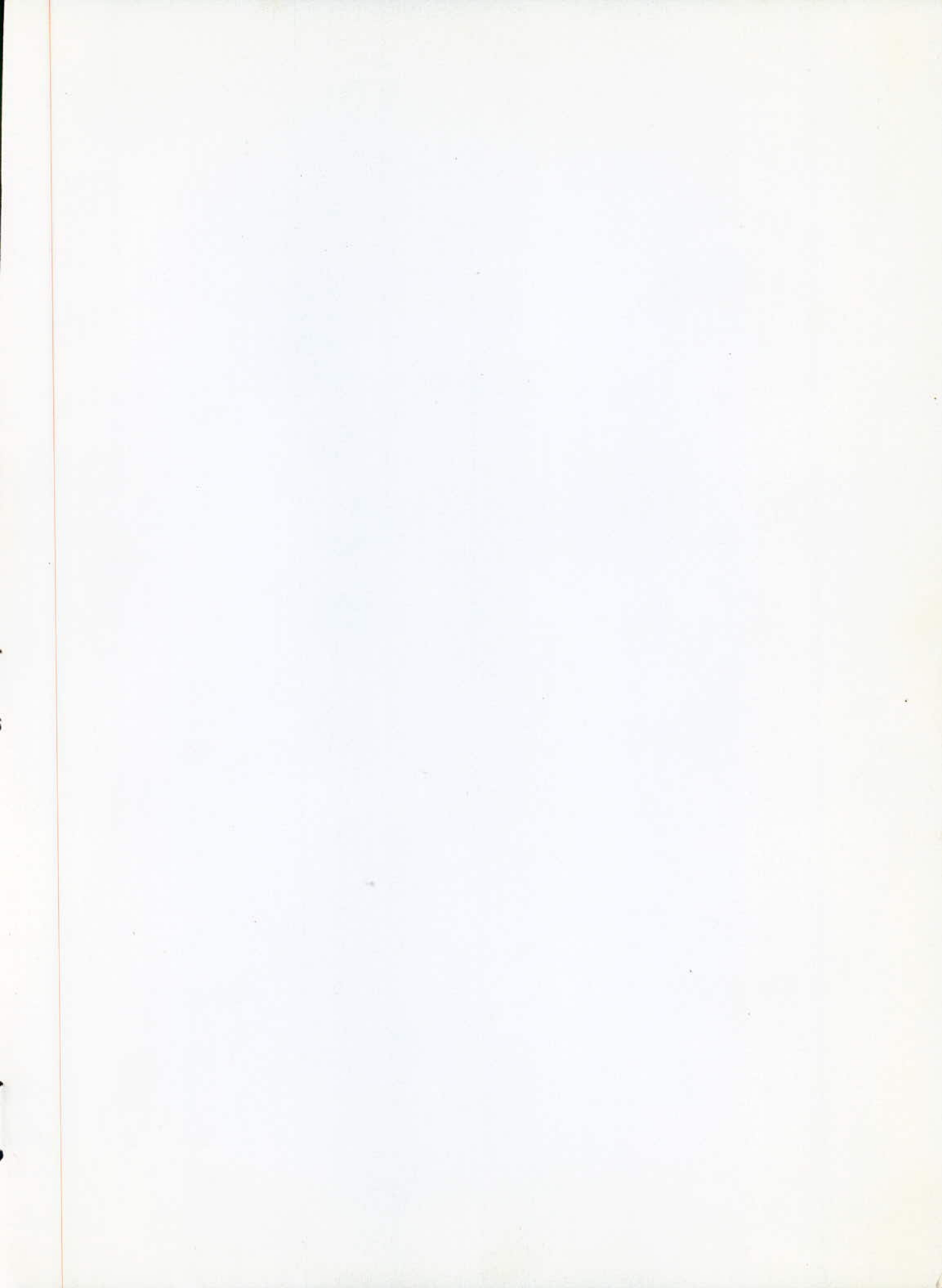
Mr CHAKAT (0)

Dirigé par :

Mr BOURKIZA

Mr BENIDDIR

PROMOTION : JUIN 1987



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
«O»

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
«O»

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : GENIE CHIMIQUE
«OO»

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

EN VUE D'OBTENTION DU DIPLOME D'INGENIEUR D'ETAT

SUJET

**Détermination des Coefficients
de Transfert de Matière entre
un Ensemble de Sphères solides
et un Liquide**

Proposé par :

Mr BOURKIZA

Mr BENIDDIR

Etudié par :

Mr CHAKAT

Dirigé par :

Mr BOURKIZA

Mr BENIDDIR

PROMOTION : JUIN 1987

E. N. P. - 10, Avenue Hacén Badi - EL-HARRACH - ALGER

Département : Génie Chimique.

Promoteur: MESSIEURS : BOURKIZA & BENIDDIR

Élève Ingénieur: MONSIEUR CHAKAT OMAR

الملخص : عملنا يتلخص في إيجاد ثوابت الانتشار لكرات
النفطالين في الكحول الايثيلي
بعد إنتاج هذه الكريات وبعد ذلك دراسة انتشار المادة بواسطة
طريقتين للتحميل : حساب قرينه الانكسار والكروماتوغرافيا الغازية
الطريقة الاولى لم تمكننا من إيجاد اي نتيجة . بواسطة الطريقة
الثانية تمكننا من إيجاد ثوابت الانتشار

Subject:

Abstract: Our work consists of determining the mass transfer coefficient of naphthalène spheres in flowing ethanol.

We have started with the production of spheres and then the mass transfer was studied by using two analytical methods: réfractométry and Gas chromatography. The first method was found not to be accurate enough. However the second method allowed us to calculate the mass transfer coefficient.

Sujet: Détermination des coefficients de transfert de matière entre un ensemble de sphères solides et un liquide

Résumé: Notre travail consist à déterminer les coefficients de transfert de matière d'un ensemble de sphères de naphthalène dans l'éthanol en présence d'un écoulement.

Nous avons commencé par la fabrication des sphères, et puis l'étude de transfert de matière, en utilisant deux méthodes: réfractométrie et CPG.

La première méthode n'était pas précise, et n'a pas donné de résultats.

Avec la seconde méthode, nous avons pu calculer ces coefficients.

REMERCIEMENTS

J e tiens à exprimer mes sincères remerciements à Monsieur .M. SAHIBIE, et à Monsieur ;M; BOURKIZA , qui m'ont dirigé et qui m'ont suivi au cours de l'elaboration de ce projet de fin d'étude;

J'adresse aussi mes vifs remerciements à Madame .R. DERRICHE, chargée de cours au département de genie chimique de l'ENP, pour l'honneur qu'elle se fait de présider ce jury.

Que: Monsieur. A. CIESLAK Maitre de conférence à l'ENP .

Madame . T . DJELLAS Chargée de cours à l'ENP.

Trouvent ici ma sincère reconnaissance pour avoir bien voulu accepter de faire partie de ce jury.

Que tous ceux qu'ont contribué à ma formation trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude.

- //)EDICACES-

A ma mère et mon père.

A mes frères et sœurs.

A toute ma famille et à tous ceux qui me sont chers

En signe de reconnaissance et de profonde
affection.

- S O M M A I R E -

Introduction

PARTIE THEORIQUE/

Chapitre:I:

- 1-1 Introduction
- 1-2 Transfert de matiere entre deux phases
- 1-3 Mecanisme de transfert de matiere
 - 1-3-1 Theorie du double film
 - 1-3-2 Theorie de penetration
 - 1-3-3 Theorie de renouvellement
 - 1-3-4 Coefficient de transfert de matiere
- 1-4 Diffusion à partir d'une sphere en regime permanent
 - 1-4-1 Effet du voisinage de deux spheres
- 1-5 Diffusion sphérique en regime transitoire

Chapitre:II/

- 2-1 Description de l'écoulement autour d'une sphere
- 2-2 Theorie de la couche limite
- 2-3 Autre theorie
- 2-4 Resultats:en transfert de matiere
 - 2-4-1 Partie arriere
 - 2-4-2 Partie frontale
- 2-5 Resultats des travaux antérieurs

Chapitre:III:

Analyse dimensionnelle

- 3-1 Signification de quelques nombres adimensionnels
- 3-2 Combinaisons des nombres adimensionnels

Chapitre:IV: Methodes d'analyses

- 4-1 Introduction
- 4-2 principe de l'analyse quantitative
- 4-3 Caracteristiques des methodes d'analyses quantitatives

4-4 Methodes physiques

Chapitre:V:

Description des particules solides

5-1 Methodes de mesures des grandeurs

5-2 Mesure des grandeurs par tamis

PARTIE EXPERIMENTALES

Chapitre:I:

Fabrication des spheres de naphthalène et étude granulométrique

1-1 Purification des produits

1-2 Fabrication des sphères

1-3 Etude granulométrique

Chapitre:II:

Application des methodes d'analyses

2-1 Réfractométrie

2-2 densité

Chapitre:III:

Etude de transfert de matiere

3-1 Determination des coefficients de transfert de matiere

a) par réfractométrie.

b) par CPG

Conclusion:

ANNEXE :

- A: surface totale de contact: cm^2
- C^0 : concentration : g/l
- d: diamètre d'une sphères : cm
- D: diffusivité : cm^2/s
- Gr: nombre de GRASHOF
- K: coefficient de transfert de matiere: cm/s
- H: flux massique: $g/s\ cm^2$
- r: rayon d'une sphère : cm
- t: temps : s
- T: température : K
- Re : nombre de REYNOLDS
- Se : nombre de SCHMIDT
- Sh: nombre de SHERWOOD
- U : vitesse d'écoulement : cm/s
- erf: fonction erreur
- ρ : masse volumique : kg/dm^3
- μ : viscosité dynamique : Cp
- ν : viscosité cinématique : Cst
- Ψ : facteur de sphéricité
- \mathcal{C} : facteur de circularité
- n : indice de réfraction

I N T R O D U C T I O N

INTRODUCTION :

La description précise des problèmes de transfert de matière, entre un ensemble de sphères solides et un liquide, implique une connaissance fine des phénomènes d'écoulement, très complexes mis en jeu.

Nous pouvons concevoir une approche plus réaliste consistant d'une part à caractériser les écoulements par leurs propriétés (vitesse, turbulence...). Nous avons choisi un ensemble de sphères disposées dans un arrangement régulier dans un écoulement à profil de vitesse moyen uniforme.

Il est certain que les variations observées des coefficients de transfert de matière dans ce cas ne seront pas immédiatement transposables de façon simple au système fluidisé ou mécaniquement agité, ils fournissent cependant des informations précieuses sur la nature des influences (distances entre les sphères, grandeurs des sphères ..), et leurs grandeurs, et permettront avec plus de sûreté d'interpréter les données obtenues.

Notre travail peut être divisé en trois parties :

- Dans la première partie nous présentons les méthodes de fabrication des sphères
- Dans la deuxième partie nous procédons à la quantification du naphthalène dans des solutions d'alcool éthylique.
- Dans la troisième partie nous calculons à partir des données expérimentales les coefficients de transfert de matière.

Le choix de la méthode de quantification, le degré de pureté des produits, influent considérablement sur les résultats obtenus.

PARTIE THEORIQUE

CHAPITRE: I

1-INTRODUCTION:

L'existence d'un gradient de concentration, à l'intérieur d'un liquide constitué de deux corps entraîne une migration de l'un ou des deux constituants dans la direction qui permet de réduire le gradient de concentration. Ce processus est connu sous le nom de transfert de matière.

Le flux de transfert d'un constituant dans un liquide est représenté par l'équation

$$N_A = -D_A \cdot \frac{dC}{dY}$$

N_A : flux molaire par unité de surface.

D_A : coefficient de diffusion cm^2/s

Y : distance dans la direction de diffusion.

Les valeurs du coefficient de diffusion sont données par des équations empiriques (10).

$$D = \frac{7,7 \cdot 10^{-16} \cdot T}{\mu \cdot (V_2^{1/3} - V_1^{1/3})}$$

T: température en (K)

μ viscosité en (poise)

V_1 : volume molaire du solvant ($kmol/m^3$)

V_2 : volume molaire du constituant A ($kmol/m^3$)

1-2 TRANSFERT DE MATIERE ENTRE DEUX PHASES:

Dans plusieurs applications de transfert de matière, les molécules sont transférées d'une phase à une autre à travers une couche limite. Dans l'absorption gaz-liquide, le gaz diffuse vers la surface, se dissout dans le liquide, puis passe entièrement à l'intérieur du liquide. (3)

De même pour la dissolution d'un cristal, le soluté passe du solide vers le liquide. La vitesse de transfert de matière entre deux phases dépend des propriétés physiques des deux phases, de la différence de concentration, de l'aire interfaciale, ainsi que du degré de turbulence.

1-3 MECANISME DE TRANSFERT DE MATIERE:

Plusieurs phénomènes en génie chimique impliquent le transfert entre deux phases, différents mécanismes ont été proposés pour décrire les conditions au voisinage de l'interface.

1-3-1 THEORIE DU DOUBLE FILM :

Cette théorie développée par LEWIS(1) (1919) et en (1923) par WEITMAN, suppose que la turbulence dans les deux phases, est loin de l'interface, et que la résistance au transfert prend naissance dans deux films fictifs.

1-3-2 THEORIE DE PENETRATION:

Le travail de HIGGIE (3) (1935), fournit les fondations de la théorie de pénétration, et suggère que le processus de transfert est attribué au matériaux frais conduite par les tourbillons à l'interface, ou le processus de transitoire prend place pour des périodes fixes.

1-3-3 THEORIE DE RENOUVELLEMENT DE LA SURFACE:

DANCKWERTS(2) a modifié la théorie de pénétration en considérant que le temps de séjour à l'interface n'est pas le même pour toutes les molécules. TOOR et MARCHELLO (2) ont proposé une autre théorie plus générale comme son nom l'indique-théorie film-pénétration, et considère que la résistance au transfert est assimilée à une couche à l'interface.

1-3-4 COEFFICIENT DE TRANSFERT DE MATIERE:

Le flux de transfert en absence d'un écoulement global est proportionnel à la force motrice, exprimée comme la différence de concentration(12).

$$N = K.(C^* - C^{\infty})$$

où: N: flux par unité de surface : mole/ Cm².s

C*: concentration à l'interface

C[∞]:loin de l'interface

K: coefficient de transfert de matière (Cm/s)

Dans la théorie du double film le coefficient (K) est proportionnel à la diffusivité et inversement proportionnel à l'épaisseur du film.

Dans la théorie de pénétration (K) est proportionnel à la racine carré de la diffusivité

Dans la théorie de film-pénétration , le coefficient de transfert est une fonction complexe de la diffusivité , l'épaisseur du film , et la vitesse de renouvellement de la surface.

1-4 DIFFUSION A PARTIR D'UNE SPHERE EN REGIME PERMANENT:

Considérons une sphère de rayon (r_3) localisée à l'intérieur d'un système sphérique, de rayon (r_2) la surface de la sphère est maintenue à une concentration constante (C_{AS}). Le système sphérique contient un liquide dans lequel la diffusion du constituant (A) est constante, les limites du système sphérique sont à une concentration (C_{AC}), ($C_{AC} < C_{AS}$) et constitue un réservoir pour les molécules du constituant (A). (2)

L'équation pour une diffusion en régime permanent à partir d'une sphère s'écrit: (2)

$$N.A = \frac{4 \cdot \pi \cdot r^2 \cdot D \cdot dC_A}{(C - C_A) \cdot dr} \text{ const} \quad (1)$$

Avec:

N: le flux radial au point (r) que l'on suppose invariable avec la position angulaire.

L'intégrale donne: $N.A = 4 \cdot \frac{D \cdot C \cdot r_2 \cdot r_3 \cdot \ln(C - C_{AC}) / (C - C_{AS})}{(r_2 - r_3)}$ (2)

Le coefficient de transfert de matière (K) est défini comme:

$$N.A = \pi \cdot K \cdot d_s^2 \cdot (C_{AS} - C_{AC}) \text{ avec } d_s = 2r_3. \quad (3)$$

La combinaison des équations (2 et 3) donne le nombre de SHERWOOD.

$$Sh = K \cdot C_{AS} \cdot d_s / C \cdot D = 2 \cdot r_3 / (r_2 - r_3) = 2 \cdot (1 - r_3/r_2)$$

Lorsque le rapport r/r prend des valeurs: 2, 4, 10, 50, ∞ et ; le nombre de SHERWOOD prend 4,2 ; 5,2 ; 2,2 ; 2,04 et 2 .

La dernière valeur :2: est la limite inférieure du nombre de SHERWOOD pour une sphère.

1-4-1 EFFET DU VOISINAGE DE DEUX SPHERES:

Considérons le cas limite de deux sphères de même diamètre et de même concentration à l'interface, localisées à l'intérieur d'un liquide donné. Lorsque le gradient de concentration à la surface des deux sphères diminue la vitesse de transfert est réduite et ceci influe sur le nombre de SHERWOOD.

La dépendance du nombre de SHERWOOD en fonction de la distance entre les centres des deux sphères est donnée par le tableau ci dessous. (d'après CORNISH)(2)

Sh	Distance entre les centres des deux sphères
2	
1.98	100 (r)
1.60	4 (r)
1.386	2 (r) (surface en contact)

Le nombre de SHERWOOD moyen décroît lorsque le nombre de sphères croît, et tend vers zéro théoriquement lorsque le nombre de sphères est très important

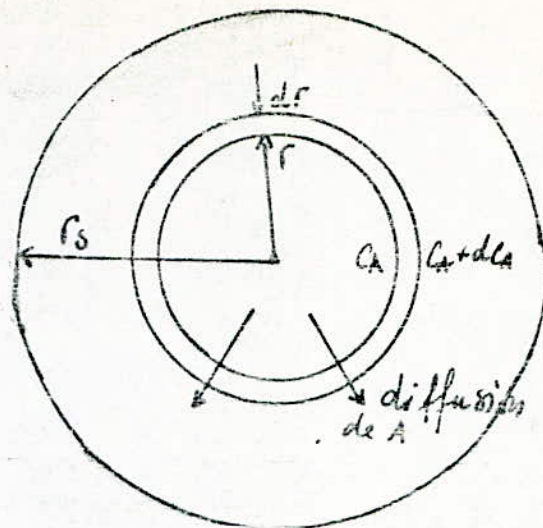
Lorsque on est en présence d'un écoulement, le nombre de SHERWOOD est inférieur à 2 lorsque la vitesse du liquide est au voisinage de zéro.

DIFFUSION EN REGIME TRANSITOIRE:

Le processus de transfert de matière en régime transitoire a lieu lorsque la concentration à un point donné varie avec le temps ; la résolution mathématique de l'équation différentielle pour une diffusion transitoire est compliquée, et ne peut être résolue que pour un système de géométrie simple, tel que: les sphères, cylindre, ... soumis à des conditions aux limites particulières. (2)

1-5 DIFFUSION SPHERIQUE EN REGIME TRANSITOIRE:

La majeure fraction de transfert de matière implique le transfert entre deux phases, l'une est dispersée, sous forme de gouttes ou de bulles dans une autre phase. Diverses études théoriques dans plusieurs processus, considèrent les gouttes et les bulles de la phase dispersée, comme des sphères, ces considérations justifient la présentation en détail de la solution (dans le cas d'une sphère.



- La concentration du soluté (A) C_A , est uniforme autour de la sphère au début de la diffusion (à $t=0$).
- La résistance au transfert autour de la sphère est négligeable, cependant la concentration à la surface est constante C_A^s .
- La diffusion est radiale, l'inexistence de variation de concentration avec la position angulaire.
- L'origine des coordonnées est pris au centre de la sphère.

La concentration à la surface sphérique de rayon (r) est C_A et la concentration à la surface sphérique de rayon ($r + dr$) est ($C_A + dC_A$).

Le volume de contrôle est défini comme le domaine limité par les surfaces de rayon (r) et ($r + dr$).

La vitesse d'écoulement du soluté dans le volume de contrôle s'écrit : (2):

$$N.A = -D \cdot (4\pi r^2) \frac{\partial C}{\partial r} \quad (4)$$

Et la vitesse d'écoulement à l'extérieur du volume de contrôle est:

$$N.A = -D \cdot 4\pi (r + dr)^2 \cdot \left(\frac{\partial C}{\partial r} + \frac{\partial^2 C}{\partial r^2} \cdot dr \right) \quad (5)$$

L'écoulement net du soluté dans le volume de control est obtenu en faisant la difference ((5 - 4))

$$N.A = -D.4\pi r^2 \cdot (\partial^2 C / \partial r^2 + 2/r \partial C / \partial r) \cdot dr \tag{6}$$

La vitesse d'accumulation à l'intérieur du volume de control est donnée par:

$$N.A = 4.\pi r^2 \cdot dr \cdot \partial C / \partial t \tag{7}$$

Les condition aux limites d'écoulement des suppositions initiales.

$$\begin{aligned} C_A(r, 0) &= C_{A_0} \\ C_A(r, t) &= C_A^* \end{aligned} \tag{8}$$

Avec : r : le rayon de la sphère.

Posons : $Y = C_A - C_A^*$

$$\text{Alors: } \partial Y / \partial t = D \cdot (\partial^2 Y / \partial r^2 + 2/r \cdot \partial Y / \partial r) \tag{9}$$

Et les conditions aux limites deviennent,

$$\begin{aligned} Y(r, 0) &= C - C^* \\ Y(r, t) &= 0 \end{aligned}$$

Suivant la procedure conventionnelle , nous supposons que:

$$Y(r, t) = R(r) \cdot T(t)$$

Où R est fonction du rayon.

et t est fonction du temps.

$$\partial Y / \partial t = R \cdot dT / dt , \partial Y / \partial r = T \cdot dR / dr , \partial^2 Y / \partial r^2 = T \cdot d^2 R / dr^2$$

L'equation devient:

$$1/D \cdot dT / dt = 1/R \cdot (d^2 R / dr^2 + 2/r \cdot dR / dr) = -\lambda^2 = \text{Const} \tag{11}$$

Le choix d'une constante négative permet d'avoir une solution non triviale.

La resolution de l'equation (1° terme) donne.

$$T(t) = C_1 \cdot \exp(-\lambda^2 D \cdot t) \tag{12}$$

La seconde equation:

$$d^2 R / dr^2 + \lambda^2 \cdot R + 1/r \cdot dR / dr = 0 \tag{13}$$

Posons; $r \cdot R = \beta$

$$\text{L'equation (13) devient } d^2 R / dr^2 + \lambda^2 \cdot \beta = 0 \tag{14}$$

Cette equation à pour solution:

$$\beta = C_2 \cdot \text{Sin} \lambda r + C_3 \cdot \text{Cos} \lambda r \tag{15}$$

Pour R finit et $r=0$, $C_3=0$, de plus à partir des conditions aux limites/:

$$Y(r, t) = 0$$

Alors l'équation (10)

$$R(r=r) = 0 = C_2 / r_3 \cdot \sin \lambda r_3 \quad (16)$$

$$\text{D'où: } \lambda = n\pi / r_3 \text{ et } R = C_2 / r_3 \cdot \sin(n\pi r / r_3) \quad (17)$$

La combinaison des équations (10), (12), (16), (17) : donnent

$$Y = \sum A_n \cdot 1/r \cdot \sin(n\pi r / r_3) \cdot \exp(-D^2 n^2 \pi^2 t / r_3^2) \quad (18)$$

$$\text{A } t=0 : r(C_{A0} - C_A^*) = \sum A_n \cdot \sin(n\pi r / r_3)$$

C'est une série de Fourier avec $f(r) = r(C_{A0} - C_A^*)$

Et s'écrit:

$$\begin{aligned} A_n &= 2/r_3 \int_0^{r_3} r(C_{A0} - C_A^*) \cdot \sin(n\pi r / r_3) \cdot dr \\ A &= 2 \cdot r_3 \int_0^{r_3} (C_{A0} - C_A^*) \cdot (-1)^{n+1} \end{aligned} \quad (19)$$

L'équation (18) devient:

$$C_A = C_A^* + 2 \cdot r_3 / r \cdot (C_{A0} - C_A^*) \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^{n+1} \cdot \sin(n\pi r / r_3) \cdot \exp(-D \cdot n^2 \pi^2 \cdot t / r_3^2) \quad (20)$$

L'évaluation du $C_A(r, t)$ locale est facilitée par l'adaptation du diagramme de GURNEY-LURIE dont lequel la concentration est placée en ordonnée et $D \cdot n^2 \pi^2 t / r_3^2$ en abscisse.

La vitesse de transfert de matière à travers la surface de la sphère

$$4\pi r^2 \cdot N(t) = 4\pi r^2 \cdot D \cdot (\partial C_A / \partial r)_{r=r_3} \quad (21)$$

Faisons l'évaluation de $N(t)$ lorsque $r = r_3$ de l'équation (20):

$$4\pi r^2 \cdot N(t) = 8\pi r^2 \cdot D \cdot (C_{A0} - C_A^*) \cdot \exp(-D \cdot n^2 \cdot \pi^2 \cdot t / r_3^2) \quad (22)$$

Le transfert global après un temps t est N :

$$\begin{aligned} N &= 4\pi r^2 \int_0^t N(t) \cdot dt \\ &= 8r^2 / \pi^2 \cdot (C_{A0} - C_A^*) \cdot \pi / 3 \cdot (6/\pi^2 \cdot 1/n^2 - 6/\pi^2 \sum 1/n^2 \cdot \exp(-D \cdot n^2 \pi^2 t / r_3^2)) \end{aligned} \quad (23)$$

Le transfert global par unité d'aire après un temps t :

$$1/(4\pi r^2) \cdot N = (C_{A0} - C_A^*) \cdot \pi / 3 \cdot (6/\pi^2 \cdot 1/n^2 - 6/\pi^2 \sum 1/n^2 \cdot \exp(-D \cdot n^2 \pi^2 t / r_3^2)) \quad (24)$$

Sachant que :

$$\sum_{n=1}^{\infty} 1/n^2 = \pi^2 / 6$$

Le bilan de matiere du transfert après le temps t est

$$(C_{A_0} - \bar{C}_A) \frac{4\pi r_s^3}{3} = N \quad (25)$$

Avec C: la concentration moyenne à un temps t:

La fraction extraite à partir de la sphère au temps peut être définie:

$$\frac{C_{A_0} - \bar{C}_A}{C_{A_0} - C_A^*} = 3 \cdot N / (4\pi r_s^2 (C_{A_0} - C_A^*)) = 1 - 6/\pi^2 \cdot \sum_{n=1}^{\infty} 1/n^2 \cdot \exp(-D \cdot n^2 \cdot \pi^2 \cdot t / r_s^2) \quad (26)$$

On peut noter que les series dans les équations (20) et (26) convergent rapidement

$$C_A = C_{A_0} + \frac{r}{r_s} \cdot (C_A^* - C_{A_0}) \sum \left(\frac{\operatorname{erfc}\left(\frac{(2n+1)r_s - r}{2(D \cdot t)^{1/2}}\right)}{2(D \cdot t)^{1/2}} - \frac{\operatorname{erfc}\left(\frac{(2n+1)r_s + r}{2(D \cdot t)^{1/2}}\right)}{2(D \cdot t)^{1/2}} \right) \quad (27)$$

En introduisant les fonctions erreurs on obtient:

$$\frac{C_{A_0} - \bar{C}_A}{C_{A_0} - C_A^*} = 6 \cdot (D \cdot t / r_s^2)^{1/2} \cdot \left(1/2 + 2 \sum \operatorname{erfc}(n \cdot r_s / 2(D \cdot t)^{1/2}) \right) - 3 \cdot D \cdot t / r_s^2 \quad (28)$$

Avec :

$$\operatorname{erf} \alpha = 2/(\pi)^{1/2} \int_0^{\alpha} \exp(-\theta^2) d\theta$$

$$\operatorname{erfc} \alpha = 2/(\pi)^{1/2} \int_{\alpha}^{\infty} \exp(-\theta^2) d\theta = 1 - \operatorname{erf} \alpha$$

$$\frac{d}{d\alpha} \operatorname{erfc} \alpha = -\frac{2}{\sqrt{\pi}} \cdot \exp(-\alpha^2) = -2 \operatorname{erfc} \alpha$$

CHAPITRE:II:
ÉCOULEMENT D'UN FLUIDE AUTOUR D'UNE SPHERE
ET
RESULTATS DES TRAVAUX ANTERIEURS.

2-1 DESCRIPTION DE L'ÉCOULEMENT AUTOUR D'UNE SPHERE:

Nous allons suivre l'évolution de l'écoulement lorsque le nombre de REYNOLDS augmente.

Lorsque le nombre de REYNOLDS est inférieur à 1 l'écoulement est symétrique par rapport au plan équatorial de la sphère perpendiculaire au mouvement.

On dit que l'écoulement est rampant(11). Dans ce cas le terme d'inertie de l'équation de mouvement peut être négligé;

Quand le nombre de REYNOLDS augmente, la symétrie de l'écoulement disparaît.

Aux environs de $Re=20$, un tourbillon près de point de stagnation arrière, il y a séparation de l'écoulement.

La taille et la force du tourbillon augmente et le point de séparation de l'écoulement se rapproche de l'équateur lorsque le nombre de REYNOLDS croît.(9)

Vers $Re = 500$ le tourbillon se détache et donne lieu à la formation d'un sillage instable et sensible aux perturbations de l'écoulement amont. Ce point de transition est appelé nombre de REYNOLDS critique minimum.(9)

Au voisinage de $Re = 200000$ (9) la couche limite adjacente à la partie frontale devient instable, l'écoulement est transitoire entre les régimes laminaire et turbulent.

Au nombre de REYNOLDS critique maximum ($Re = 300000$) le point de séparation est brusquement rejeté vers l'arrière de la sphère.

2-2-THEORIE DE LA COUCHE LIMITE;

Les rappels précédents montrent bien que la complexité de l'écoulement dans la partie arriere de la sphere s'accroit lorsque que le nombre de REYNOLDS augmente.

De ce fait, les solutions qui existent seront limitées à une gamme de nombre de REYNOLDS, soit en traitant le probleme en deux partie avant ou arriere, de la sphere.

Dans la partie frontale de l'écoulement on peut distinguer deux zones: une zone adjacente à la sphere où sont localisés les gradients de vitesse et donc les effets de la viscosité, c'est la couche limite hydrodynamique, le reste de l'écoulement plus loin de la sphere, qui pratiquement peut être assimilé à un ecoulement ideal.(12)

2-3 AUTRE THEORIE.

Dans la partie arriere de la sphere, en presence de tourbillons ($Re > 20$) la structure de l'écoulement est tres complexe et on a recours à des theories schématiques de pénétration ou de renouvellement de la surface développées successivement par HIGBIE, DANCKWERTS et TOOR et MARCHELLO(3). Ces theories considèrent que le transfert s'effectue essentiellement par l'intermédiaire de petits tourbillons qui s'approchent plus ou moins de la surface une courte période avant de regagner le coeur du fluide.

Ces modèles basés sur une schématisation simple des écoulements, font souvent intervenir des paramètres non mesurables tels le temps de contact ou la taille des tourbillons.

2-4 RESULTATS (EN TRANSFERT DE MATIERE)

$Re < 1$

LANGMUIR a calculé la valeur du nombre de SHERWOOD lors du transfert diffusif entre une sphere et un fluide infini au repos. on peut considérer que la valeur obtenue, $Sh = 2$, correspond à la valeur minimale.(4)

Pour $0.1 < Re < 1$, à partir des solution analytique de l'équation: de mouvement

FRIEDLANDER et LOCHIEL, ont appliqué la theorie de la couche limite au transfert de matiere il ont obtenu l'expression:

$$Sh = 0,991 Re^{1/2} Sc^{1/3}$$

L'expression n'est valable que pour les liquides dont le nombre de SCHMIDT EST généralement de l'ordre de 1000 vérifiant ainsi la condition $Re.Sc > 100$.

$Re > 1$: La dissymétrie entre les phénomènes qui se produisent dans les parties amont aval complique beaucoup le problème et les solutions nécessitent la séparation de la sphère en deux parties, avant et arrière mais elles que pour des nombres de REYNOLDS suffisamment élevés ($Re > 500$).(9)

2-4-

2-4-1; PARTIE ARRIERE:

Nous citerons les deux principaux résultats:

La théorie de renouvellement de HANRATTY et ROCKENSTEIN(9), conduit à une solution de la forme;

$$Sh = A Re^{2/3} Sc^{1/3}$$

KEEY et GLEN (9) proposent à partir d'une hypothèse d'additivité des diffusivités moléculaires et tourbillonnaire la relation.

$$Sh = A Re^{2/3} Sc^{1/3}$$

Le transfert global incite de prendre une relation de la forme:

$$Sh = A + B Re^n Sc^n$$

2-4-2 PARTIE FRONTALE:

De même pour la partie frontale la solution donnée par GLEN et KEEY est de la forme

$$Sh = A Re^{1/2} Sc^{1/3} \quad \text{pour } Re > 500 \quad (9)$$

$$Sh = A Re^{1/3} Sc^{1/3} \quad \text{pour un écoulement rampant}$$

2-51 RESULTATS DES TRAVAUX ANTERIEURS :

2-5-1 TRANSFERT DE MATIERE A PARTIR D'UNE SPHERE UNIQUE:

Pour des conditions forcées FROSSLING (3) a étudié l'évaporation des gouttes de nitrobenzene, aniline; et eau et des sphères de naphthalène dans un courant d'air, (ces gouttes ont des diametre de 1 mm)

Les resultats experimentaux obtenus par FROSSLING sont representes par l'équation:

$$Sh = K d/D = 2,0(1 + 0,276 Re^{0,4} Sc^{0,33})$$

PIGFORD a fondé l'effet du nombre de REYNOLDS sur le nombre de SCHMIDT en donnant une abaque $K*d/D$ en fonction de $Re*Sc$

GARNER et KEELY (7-8) ont étudié la dissolution de l'acide benzoïque dans l'eau à une faible vitesse d'écoulement, le nombre de REYNOLDS compris entre 2.3 et 255 et ont comparé ces resultats avec les données pour $Re = 900$

Les resultats montrent que dans certains domaines, l'écoulement diminue la vitesse de transfert et que les influences de la convection libre n'ont entièrement disparues qu'au dessus, de Re de 750, cet effet est le plus important pour l'écoulement descendant.

Pour des nombres de REYNOLDS supérieur à 250, les resultat du transfert global tendent à obeir à l'équation.(7)

$$Sh = 0.94 Re^{1/3} Sc^{1/3}$$

CHAPITRE III

ANALYSE DIMENSIONNELLE NOMBRES ADIMENSIONNELS

L'analyse d'un problème donné s'appuie sur le théorème II de BUCKINGHAM et permet de faire apparaître les combinaisons adimensionnelles, qui seront suffisantes pour décrire ce problème, (A)

Le théorème dit que si (m) variables interviennent dans le problème, et que seulement (n) de ces variables ne peuvent pas constituer entre elles un nombre adimensionnel, il pourrait apparaître $(m-n)$ nombres adimensionnels.

Choisissons le cas d'un écoulement permanent, dans une conduite cylindrique, verticale de longueur (L) et de diamètre (d) , parcourue par un fluide de vitesse moyenne (\bar{U}) , et en présence d'un phénomène de transfert de matière par diffusion et convection, sous l'influence d'une différence de masse volumique $\Delta\rho$ avec possibilité d'intervention de la convection libre c'est à dire sous l'influence du gradient de la masse volumique ρ .

L'inventaire de toutes les variables susceptibles d'intervenir conduit à la liste suivante où il apparaît que les trois dimensions fondamentales.

La masse; ; ; ; ;(M)

La longueur.....(L)

Le temps.....(T)

Sont les seules à intervenir, aucun nombre adimensionnel ne pouvant par ailleurs être constitué avec elles

$$d, \mu, \rho, \bar{U}, D, g, K_c, \Delta\rho, L$$

Les trois premières variables $d(L)$, $(L^3 M^{-1} T^{-1})$, $(M L^{-3})$ ne peuvent pas former entre elles de nombre adimensionnels, de telle sorte que $(n=3)$, comme $(m=9)$, il est possible par association successive des trois variables d, μ, ρ , avec une variable parmi celles que les suivants (equation.1.) de définir $(m-n)$ nombres.

Recherchons ici les deux premières entre eux.

En choisissons U comme première variable il est possible de définir le groupe adimensionnel.

$$\pi_1 = d^a \mu^b \rho^c U^d \quad -1-$$

dont l'équation aux dimensions est.

$$\pi_1 = (L)^a (ML^{-1}T^{-1})^b (ML^{-3})^c (LT^{-1})^d$$

et conduit à : $a+b=c+d$, par identification successive des exposants des trois dimensions entre les deux équations précédentes.

$$\pi_1 = U d \rho / \mu$$

En choisissons ensuite comme nouvelle variable supplémentaire on doit rechercher π_2 telque :

$$\pi_2 = d^a \mu^b \rho^c D_A^d$$

on

On peut établir aisément par la même méthode ci dessus que :

$$\pi_2 = \mu / \rho D_A$$

Les quatre autres nombres adimensionnels se déduisent de la même façon, en choisissent successivement les nouvelles variables supplémentaires de telle sorte que l'on trouverait.

$$\pi_1 = \frac{U d \rho}{\mu}, \quad \pi_2 = \frac{\mu}{\rho D_A}, \quad \pi_3 = \frac{L^3 \rho g}{\mu}, \quad \pi_4 = \frac{\mu}{d \rho k_c}$$

$$\pi_5 = \frac{D \rho}{\rho}, \quad \pi_6 = \frac{L}{d}$$

π_1 est le nombre de REYNOLDS, π_2 est le nombre de SCHEMIDT?

D'autres nombres adimensionnels apparaissent par combinaisons des précédents.

$$\frac{\pi_2}{\pi_4} = \frac{d k_c}{D} : \text{nombre de Sherwood}$$

$$\pi_3 \cdot \pi_5 \cdot (\pi_6)^3 = \frac{\rho g L^3 D \rho}{\mu^2} : \text{nombre de Grashof pour le transfert de matière.}$$

3-1 SIGNIFICATION DE QUELQUES NOMBRES ADIMENSIONNELS

Examinons la signification physique de quatres nombres adimensionnels suivants; Sh. Re So, Gr.

3-1-1 Nombre de SHERWOOD: $Sh = K.d/D$

C'est la rapport entre la dimension caracteristique de la diffusion $\delta = D/K$ de la couche de diffusion, si la dimension caracteristique (d) correspond à une grandeur géométrique normale à la surface de transfert d/δ represente une mesure de l'eloignement à la diffusion dans ce système. Ou encore l'importance relative du transfert par convection, lorsque il s'agit des valeurs locales de K et Sh.

La dimension caracteristique est en generale une coordonnée sur la sphere (dans notre cas).

Lorsqu' il s'agit de valeurs globales moyennes (\bar{K} . \bar{Sh}) cette dimension est une longueur ou un diametre.

3-1-2 NOMBRE DE REYNOLDS: $Re = d v \rho / \mu$

Il represente l'importance des forces d'inertie par rapport aux force de viscosité, Re est faible lorsque les phénomènes de viscosité sont importants.

3-1-3 NOMBRE DE SCHMIDT: $Sc = \frac{\mu}{\rho D} = \frac{v}{D}$

C'est le rapport des deux diffusivités moléculaires,

v: pour la quantité de mouvement

D: pour la matiere

qui apparaissent comme coefficient multiplicatifs des termes representant la diffusion.

3-1-4 NOMBRE DE GRASHOF: $Gr = \frac{L^3 \rho \beta \Delta T}{\mu^2}$

Ce nombre caracterise le mouvement du fluide provoqué par les differences de masse volumique et à une signification analogue à celle du nombre de REYNOLDS pour l'ecoulement, il intervient en convection naturelle.

3-2 COMBINAISONS DES NOMBRES ADIMENSIONNELS:

Les resultats de transfert de matiere par diffusion se trouve representé ,dans le cas le plus general du regime mixte (convection libre, combinée à la convection forcée) par des relation du type

$$Sh = a \cdot Re^b \cdot Gr^c \cdot Sc^d$$

Avec les deux cas limites suivants:

*En régime de convection libre (naturelle) Re doit avoir une influence négligeable et par conséquent:

$$Sh = a \cdot Gr^c \cdot Sc^d$$

*En régime de convection forcée Gr à une influence négligeable et:

$$Sh = a \cdot Re^b \cdot Sc^d$$

CHAPITRE XIV

METHODES D'ANALYSES

INTRODUCTION:

L'existence de méthodes d'analyse hautement performantes est une nécessité pour le développement de la recherche en génie chimique, des éléments de teneur infimes peuvent en effet avoir une influence fondamentale sur les propriétés de la matière et par ailleurs la connaissance des structures fines est indispensable.

Les méthodes d'analyses dites physiques utilisent les propriétés de tous les composants de la matière et se développent au fur et à mesure de la progression de nos connaissances sur la structure fine de la matière.

-a) Le pouvoir de séparation;

C'est l'expression de l'aptitude d'une technique à différentier entre deux particules de caractéristiques voisines, sa valeur se calcule pour chaque technique.

-b) La limite de la détection: (seuil de sensibilité)

Est la quantité minimale pouvant être détectée, cette quantité dépend évidemment des techniques et des appareils utilisés.

4-2: PRINCIPES DE L'ANALYSE QUANTITATIVE;

Une technique d'analyse permet d'établir une relation $N = F(D)$

où : N est le nombre de particule inconnu (concentration)

D : l'indication donnée par l'appareil de mesure au bout de la chaîne opératoire. Cette relation n'est établie que dans des conditions opératoire définies et entre certaines limites de concentration.

Dans pratiquement tous les cas le résultat (D) de la mesure est influencé par des facteurs inévitables, et non parfaitement constants durant le processus.

4-3 CARACTERISTIQUES DES METHODES D'ANALYSES QUANTITATIVES:

a-) La justesse qui caractérise, l'étroitesse de l'accord entre la valeur vraie et la grandeur étudiée et la valeur mesurée.

La justesse n'est pas une caractéristique de la méthode d'analyse, elle en est une inconnue au départ, c'est le recours à des techniques diverses qui permet de cerner la valeur juste.

b-) La sensibilité: est la quotient ($\Delta D / \Delta N$) de l'accroissement de la mesure ΔD et de l'accroissement ΔN du nombre de particules étudiées.

La sensibilité dépend de la méthode d'analyse choisie et du matériau analysé.

c-) La fidélité; caractérise l'étroitesse de l'accord entre les valeurs expérimentales obtenues au cours d'un ensemble de mesures successives.

4-4 METHODES PHYSIQUES:

4-4-1 REFRACTOMETRIE

La mesure des indices de réfraction, est une opération simple, précise et rapide. C'est un moyen non destructif pour atteindre des variations dans la composition de la structure moléculaire des corps, il est de fait que des applications dans la refractométrie sont très courantes, aussi dans l'industrie que dans le laboratoire.

La mesure directe des valeurs absolues des indices pouvant être avantageusement remplacées dans certains cas par des mesures différentielles mettant en évidence la variation d'un corps à étudier par rapport à un corps de même nature pris pour référence, on élimine ainsi les effets perturbateurs, telle que la pression, et la température ce qui permet d'avoir des variations d'indice extrêmement faibles pouvant atteindre une bonne précision.

Les conditions de mesure doivent donc être stables et parfaitement contrôlées.

L'indice de réfraction varie avec la longueur d'onde, c'est un phénomène de dispersion.

4-4-2 LA DENSITE:

D'une façon générale, la densité des composés organiques liquides varie entre des limites étroites, assez voisines de l'unité.

La densité des liquides se détermine avec précision à l'aide d'un petit pycnomètre. C'est le rapport d'un poids d'un certain volume d'échantillon à la même température au poids du même volume d'eau à la température standard.

4-4-3-LA CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE :

La chromatographie en phase gazeuse est une méthode physicochimique de séparation des substances volatiles. La séparation est basée sur les différences des coefficients de partage des produits à analyser entre un gaz constituant la phase mobile et un solide constituant la phase stationnaire.

La colonne est l'élément essentiel de tout système chromatographique. Elle contient la phase stationnaire. Généralement, nous opérons sur des colonnes thermostatées à des températures allant de l'ambiante à 350; selon la volatilité de l'échantillon.

Un gaz porteur inert traverse la colonne tout au long de l'essai. après l'évaporation de l'échantillon et l'entraînement du mélange par le gaz porteur, les composants du mélange sont ralentis par la phase stationnaire de la colonne. Le ralentissement de chaque constituant est fonction de son coefficient de partage.

L'utilisation de la CPG pour l'analyse quantitative est basée sur le rapport des aires des pics données par le chromatogramme.

Le rapport des aires des pics est un coefficient de partage qui dépend de la volatilité des substances à analyser. Le temps de rétention est fonction de la volatilité des substances à analyser. Le rapport des aires des pics est un coefficient de partage qui dépend de la volatilité des substances à analyser. Le temps de rétention est fonction de la volatilité des substances à analyser.

DESCRIPTION DES PARTICULES SOLIDES

En genie chimique la description des particules solides à une grande importance dans plusieurs type d'opérations unitaires telles que la filtration, la cristallisation,...

5-1 METHODES DE MESURES DES GRANDEURS:(5)

Les méthodes d'exprimer une grandeur d'une particule dependent du procédé de mesure utilisé.

- Separation par tamissage: dans ce cas l'échantillon est placé dans une serie de tamis, chaque tamis à des ouvertures plus petites que celui placé au dessus.
- C'est de compter les particules, et de mesurer ses dimensions, lorsque les particules sont petites, l'échantillon est placé sous un microscope et chaque particule à l'interieur du champs de vision est dimensionnée à l'aide micromètre optique. Vu l'irregularité des particules, plusieurs varietes de dimension est utilisée, il est donc normal de choisir une direction de mesure, et de prendre les dimensions des particules dans cette direction.
- Séparation grace à la difference de vitesse de chute de particules.

5-2 MESURE DES GRANDEURS PAR TAMIS:

Bien que les trois méthodes ne donnent pas le même resultat, spécialement dans le cas des particules tres petites, la détermination est souvent faite par une serie de tamis d'analyse, on définit l'efficacité:

$$E = \frac{\% \text{ de matiere passée}}{\% \text{ de matiere capable de passer}}$$

On définit également, la sphéricité comme:

$$\psi = \frac{\text{la surface d'une sphere de même volume que la particule}}{\text{surface de la particule}}$$

La circularité:

C = le périmètre d'une sphère de même volume que la particule
périmètre de la particule

Lorsque les coefficients ψ et C (sphéricité, circularité) sont proches de l'unité, nous pouvons assimiler ces particules à des sphères.

PARTIE EXPERIMENTALE

PARTIE EXPERIMENTALE:

CHAPITRE: I:

FABRICATION DES SPHERES DE NAPHTHALENE

&

ETUDE GRANULOMETRIQUE.

PROPRIETES PHYSICO-CHEMIE DES PRODUITS UTILISES

-Naphthalène :

Le naphthalène est le plus simple des hydrocarbures à noyaux benzéniques condensés.

La molécule plane à deux isomères:(forme de kékulé)

Les cristaux $C_{10}H_8$ ont une structure orthorhombique à face centrée, les plans des molécules sont presque parallèles à l'axe du cristal.

Le naphthalène se présente sous forme de cristaux brillants qui fondent à $80^{\circ}C$, et bouillent à $218^{\circ}C$; son odeur forte est caractéristique, il est insoluble dans l'eau, et soluble dans la plus part des solvants organiques (éthanol, benzène...).

-Ethanol:

L'éthanol est un liquide, volatil soluble dans l'eau est constitué un bon solvant des produits organiques, il fond à $(-117.3^{\circ}C)$, et bouille à $78.5^{\circ}C$.

Afin de conduire nos recherches expérimentales à des résultats fiables il est nécessaire de travailler avec des produits de puretés assez élevées.

1-1 PURIFICATION DES PRODUITS:

1-1-1. PURIFICATION DU NAPHTHALENE:

Un essai à blanc sur la température de fusion du naphthalène a donné une valeur de $78^{\circ}C$ ($T = 80^{\circ}C$ donnée par la référence (10)); nous à amener à purifier notre produit.

En se basant sur les propriétés physiques du naphthalène, nous avons choisi une méthode de dissolution et recristallisation.

En se référant à d'autres travaux (13), nous avons trouvé que le meilleur solvant de purification, était le benzène.

Nous dissolvons le naphthalène à chaud dans le benzène, nous filtrons ensuite sur un bechnèr avec une pompe à vide, nous laissons le filtrat refroidir dans le réfrigérateur.

En fin, nous filtrons et nous sechons par aspiration grace à une pompe à vide.

Après un premier essai pour localiser approximativement la température de fusion, nous chauffons d'abord l'appareil jusqu'à 10°C environ du point de fusion, puis nous faisons monter, la température du chauffage lentement, nous pouvons ainsi observer avec précision le domaine de fusion de la substance c'est à dire l'intervalle de température entre le moment où la substance commence à se ramollir, et celui où elle complètement fondue. Nous relevons la température du produit cristallisé.

Resultats:

Après deux épurations successives la température de fusion de notre produit ne change plus.

Température de fusion: avant purification T= 78°C

:après la première purification T = 79.5°C -

:après la seconde purification: T= 79.5°C .

Mode opératoire:

Dans un ballon de 1l, muni d'un réfrigérant à reflux, nous introduisons 400 g de naphthalène, et 200ml de benzène.

Le mélange est chauffé jusqu'à dissolution complète du naphthalène, nous procédons à la filtration pour éliminer les impuretés insolubles qui seront retenues par le papier filtre. (Schnitzler, 1954)

L'éthanol:

Nous avons utilisé un ethanol pour analyse de pureté assez élevée

(100%)
Indice de réfraction $n_D^{20} = 1.3605$ ($n_D^{20} = 1.3603$ - donnée par la référence (10))

Dans le cas impossible pour nous d'obtenir une pureté aussi élevée que celle de la solution de départ.

Cette pureté nous l'avons confirmée par une analyse chromatographique.

1-2 FABRICATION DES SPHERES DE NAPHTHALENE:

Pour fabriquer les sphères de naphthalène, nous avons réalisé le montage de la figure n° 2 .

Une colonne en verre de diamètre intérieur 120mm, et de longueur 1500mm, muni d'un robinet de vidage par le bas, et remplie d'eau.

La partie supérieure de la colonne est chauffée à l'aide d'un ruban chauffant de puissance 320Watts enroulé à l'extérieur, l'ensemble est calorifugé par un fil d'amiante.

Le système de chauffage est réglé à l'aide d'un thermomètre à contact relié en série avec un régulateur de chauffage.

La partie chauffée est portée à 82°C, pour permettre d'atteindre le point de fusion du naphthalène (80°C), et garder la hauteur chauffée plus ou moins constante.

Pour faire varier la hauteur de chauffe nous avons placé deux autres rubans en parallèle avec le premier.

1-2-1 MODE OPERATOIRE:

a) Premier essai: nous l'avons effectué avec une hauteur de chauffe minimale, (H = 150mm).

A l'aide d'une pipette de volume 10CC, remplie de naphthalène réduit en poudre, est introduite dans la partie chaude.

Sous l'influence de la différence de densité, les gouttes de naphthalène fondues passent de la pipette vers l'eau chaude, et tombe au fond de la colonne, au passage de la zone chaude vers la zone froide, les gouttes de naphthalène se solidifient en prenant une forme plus ou moins sphérique.

b) Deuxième essai: nous l'avons effectué à l'aide d'une seringue de volume 10CC.

De la même manière que précédemment, nous obtenons des sphères de naphthalène mais de diamètre assez important. (2mm jusqu'à 6mm)

De plus, nous remarquons que lorsque les particules prennent des dimensions aussi importantes (4mm à 6mm) leurs géométries n'est pas sphériques.

C'est pour cette raison

C'est pour cette raison que nous préférons toujours, faire l'étude de transfert de matière avec des particules de l'ordre (1mm à 2mm), pour avoir un coefficient de sphéricité proche de 1, et aussi pour diminuer l'effet de la gravité

c) Troisième essai: toujours avec une seringue mais en présence d'une agitation (à l'aide d'un agitateur électrique), le résultat de cette essai était inattendu; ce n'était pas des sphères mais pratiquement de la poudre, en plus la hauteur de chauffe devient incontrôlable; elle passe de 150mm à 420mm, environ.

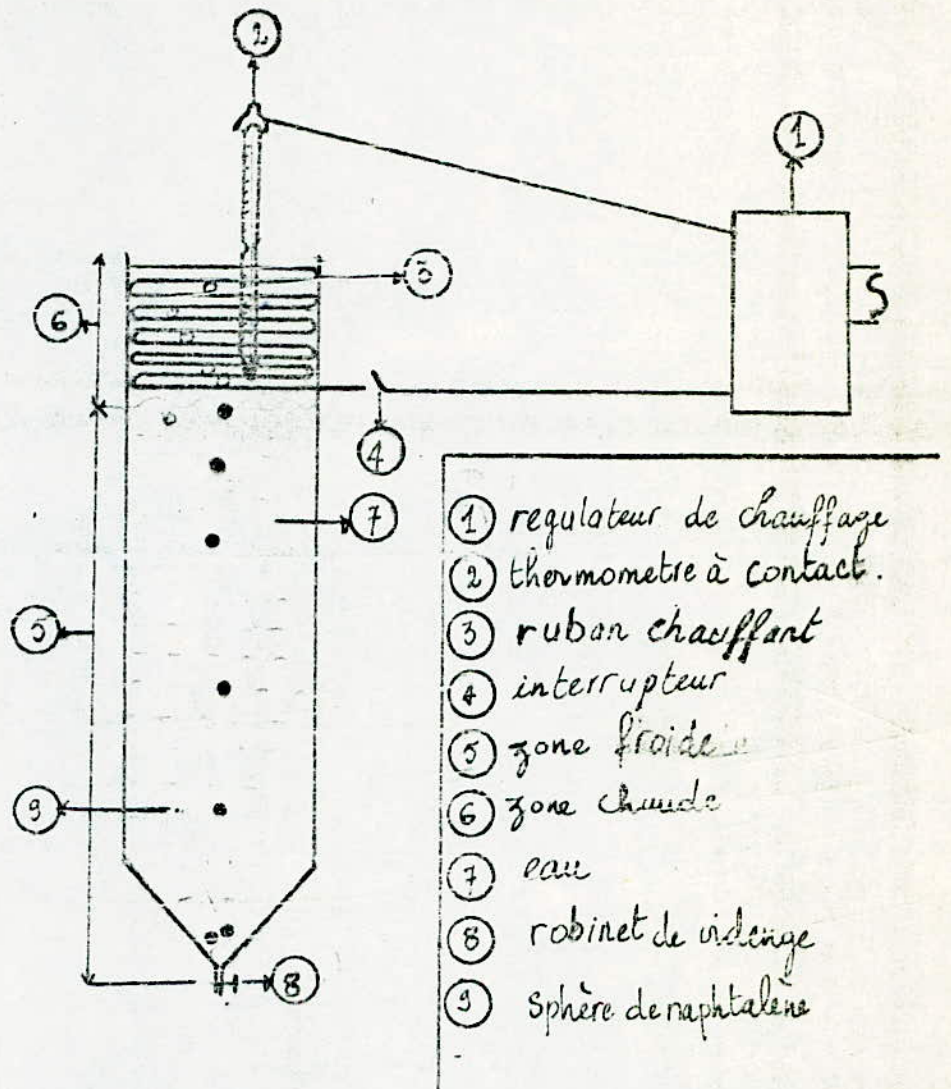
d) Observation: en absence de l'agitation nous distinguons deux zones: une zone chaude où la température est de l'ordre de 82°C, et une zone froide où la température est de 22°C environ.

La surface de séparation n'est pas plane mais par contre elle prend une forme irisée.

De même nous pouvons observer lors de la chute des particules une allure hélicoïdale dans la zone chaude, ceci est dû à la présence des courants de convection thermique, ce qui entraîne une vitesse de chute dans cette zone inférieure à celle de la zone froide.

Dans la zone froide la chute est verticale, et seule la force de traînée qui s'oppose au mouvement de la particule.

Le rapport des deux vitesses (zone froide/zone chaude) est voisin de 1,22



SCHEMA DU MONTAGE DE FABRICATION DES SPHERES (figure n° 1)

1-2 ETUDE GRANULOMETRIQUE:

a) Distribution des diamètres: nous avons fait l'étude que pour le cas où nous travaillons avec une pipette:

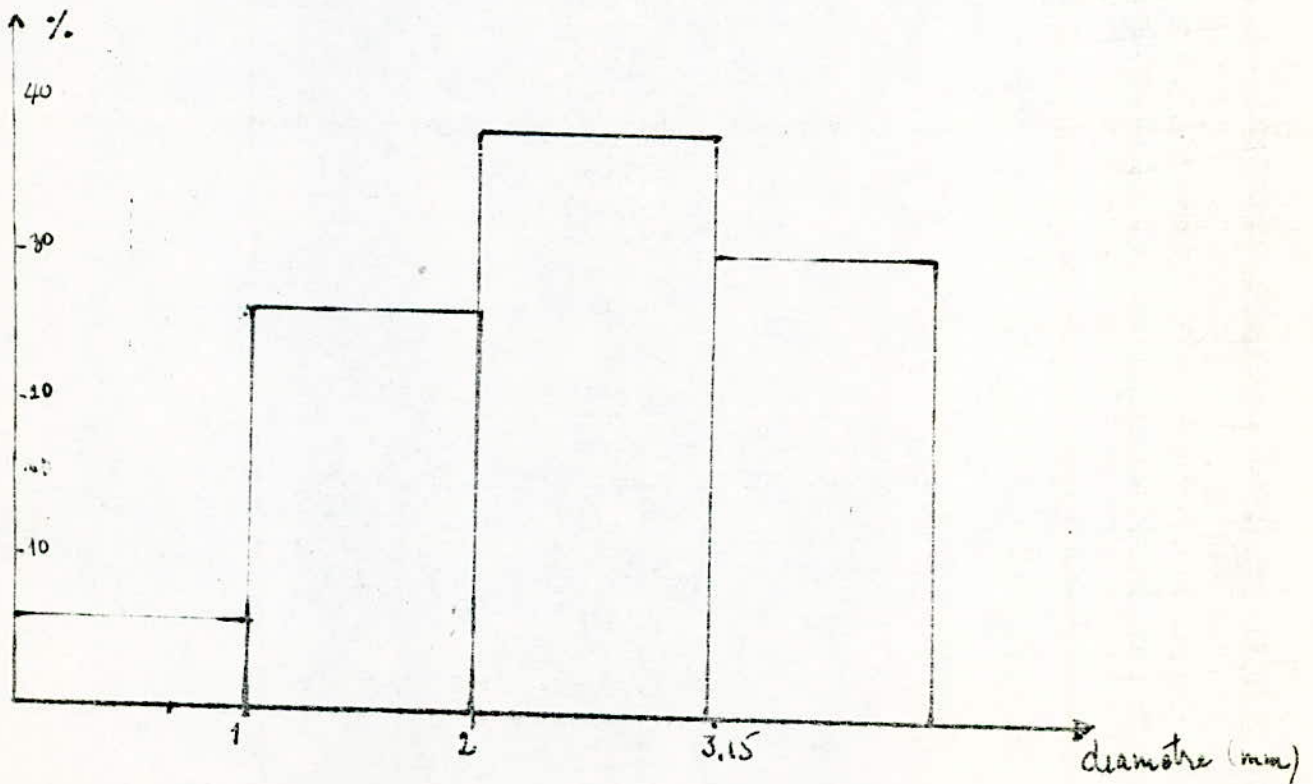
A fin de connaître la distribution nous avons procédé de la manière suivante:

Soit un échantillon de 13.6496 g placé dans une série de tamis d'ouvertures (3.15mm, 2mm, 1mm).

Après avoir terminé l'opération de tamisage, nous pesons chaque partie et nous calculons les pourcentages.

diametre (mm)	masse(g)	pourcentage %
$d > 3.15$	4.1012	30.04%
$2 < d < 3.15$	5.2170	38.22%
$1 < d < 2$	3.5792	26.22%
$d < 1$	0.7443	5.45%

On établit ainsi l'histogramme de distribution.



b) Détermination du coefficient de forme:

Sphéricité:

$$\psi = \frac{\text{surface d'une sphère de même volume que la particule}}{\text{surface de la particule}}$$

-Détermination du volume d'une particule:

Soit une éprouvette de 25ml, remplie à moitié d'eau, nous introduisons un échantillon de 50 sphères ;

En mesurant le volume d'eau déplacé, nous pouvons ainsi calculer le volume moyen d'une sphère, pour chaque intervalle de diamètre, en divisant le volume du liquide déplacé par le nombre de sphères introduites.

-Surface de la particule:

Nous supposons que la forme des particules est très proche de l'état sphérique, dont le diamètre est situé entre les ouvertures de deux tamis;

$$S = 4\pi r_m^2 = \pi d_m^2$$

$$d_m = (d_{sup} + d_{inf})/2$$

La hauteur chauffée: H = 150mm

diamètre(mm)	dm	S (mm ²)	volume de la particule mm ³	S équivalente (mm ²)	ψ
d > 3.15	3.15	31.17	14.137	28.274	0.902
2 < d < 3.15	2.575	20.83	8.181	19.63	0.943
1 < d < 2	1.5	7.07	1.663	6.79	0.961

-Hauteur de chauffe: H = 450mm

diamètre(mm)	dm	S (mm ²)	volume de la particule mm ³	S équivalente (mm ²)	ψ
d > 3.15	3.15	31.17	14.261	28.44	0.912
2 < d < 3.15	2.575	20.83	8.257	19.76	0.948
1 < d < 2	1.5	7.07	1.702	6.88	0.971

Remarque: nous constatons que le coefficient de forme ne varie pas beaucoup lorsque la hauteur de chauffe passe de 150mm à 450mm.

CHAPITRE:II

APPLICATION DES METHODES D'ANALYSES

1-1Réfractométrie: courbe d'etalonnage:

Après la preparation successive des solutions de (0.125,0.250,0.5,0.625,0.75 , 1.0 ;2 ,3 ;4 ;5 ,6 ,7 ,8 g/100ml,de naphthalène dans l'ethanol.

Nous nettoyons les surfaces des prismes avec papier imbibé d'acetone, nous déposons une ou deux gouttes de la solution sur la surface du prisme, nous renfermons le prisme et nous réglons l'oculaire de maniere à mettre au point sur le reticul ,il apparait une claire séparation par une bande plus ou moins irisée.

Nous faisons la lecture des valeurs de l'indice de réfraction de toutes nos solutions.

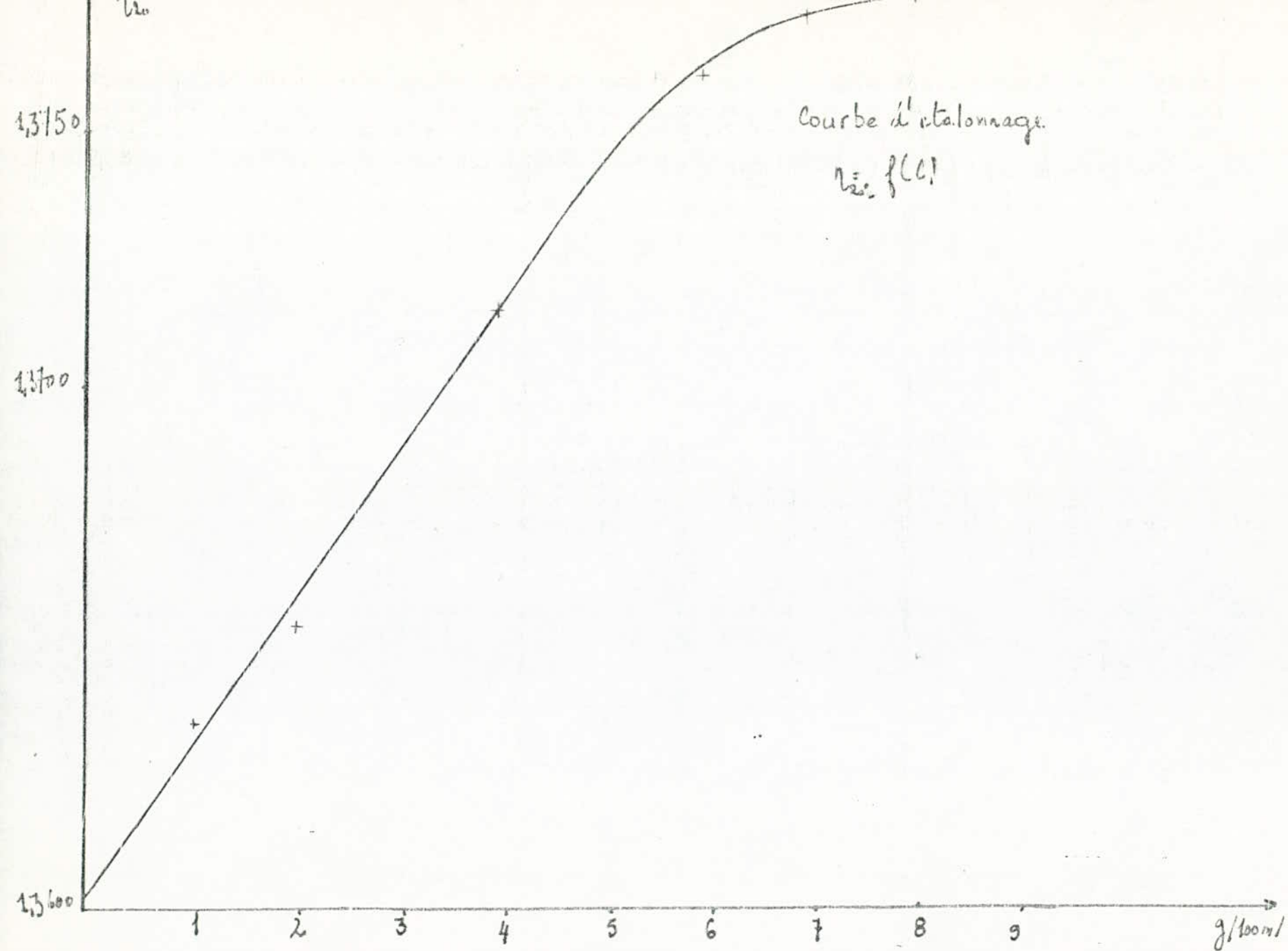
Le fait d'utiliser une source lumineuse polychromatique donne à la ligne séprant les deux plages une forme irisée.

C (g/100ml)	0.125	0.25	0.5	0.625	0.75	1	2	3
n_D^{20}	1.3606	1.3610	1.3615	1.3625	1.3635	1.3645	1.3655	1.3700

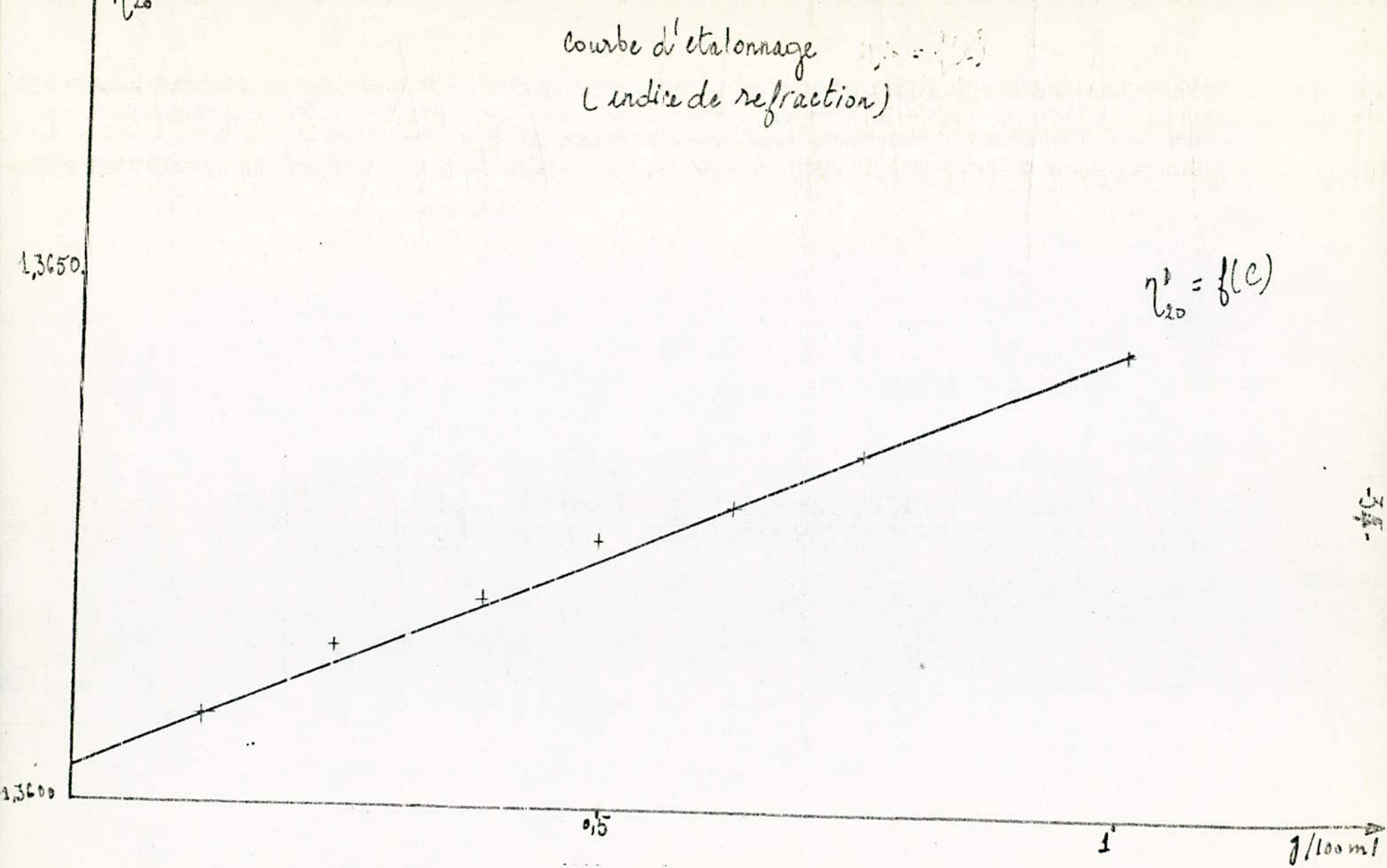
C (g/100ml)	4	5	6	7	8
n_D^{20}	1.3715	1.3745	1.3760	1.3770	1.3775

La courbe = f(C) nous permet de déterminer la concentration de saturation.

$C = \frac{7.500 \text{ g}}{100} \text{ ml} .$



courbe d'étalonnage
(indice de réfraction)



34-

1-2 Densité: courbe d'étalonnage:

Pour la même mise en solution que la réfractométrie

Nous travaillons avec un pycnomètre de 5ml de volume.

Nous mesurons la masse du pycnomètre à vide, puis rempli d'eau distillé jusqu'à

la jauge, nous repetons la même opération pour chaque solution.

Nous déterminons ainsi la densité, :

$$d = \frac{\text{Masse du volume de solution}}{\text{Masse du même volume d'eau}}$$

Toutes les valeurs de densité sont converties à 20 °C.

Resultats expérimentaux.

C (g/100ml)	0.125	0.25	0.5	0.625	0.75	1	2	3
d_{4}^{20}	0.7965	0.8015	0.8028	0.8032	0.8048	0.8062	0.8077	0.8092

C (g/100ml)	4	5	6	7	8			
d_{4}^{20}	0.8114	0.8140	0.8151	0.8193	0.8193			

La courbe $d = F(C)$ nous permet de déterminer la concentration de saturation :

$$C = \frac{7.40}{100} \text{ g/ml}$$

Donc la concentration moyenne de saturation :

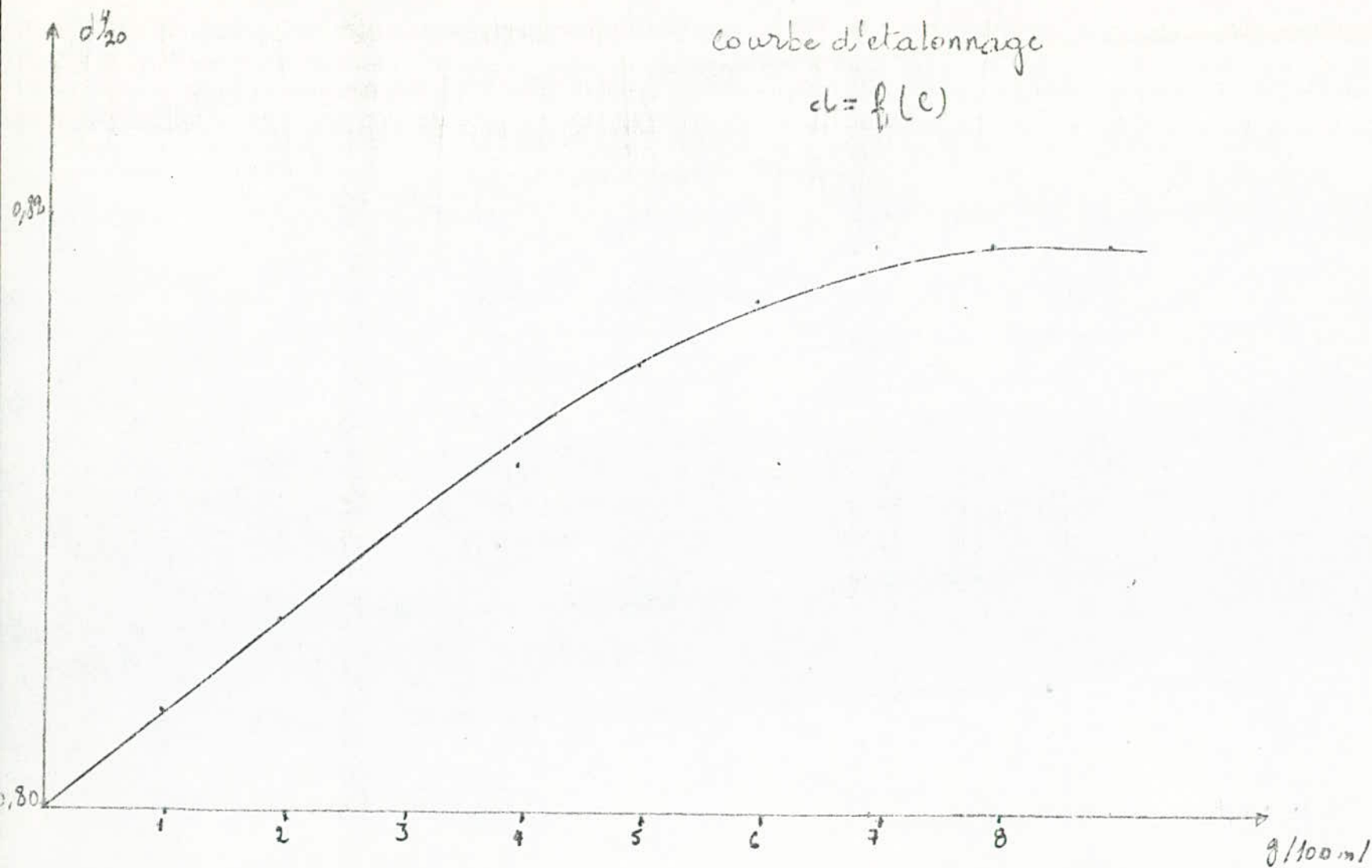
$$C = \frac{7.450}{100} \text{ g/ml}$$

Remarque: nous supposons que la concentration, à l'interface lors de l'étude de transfert de matière est toujours égale à la concentration de saturation.

$$C^* = C = \frac{7.450}{100} \text{ g/ml.}$$

courbe d'etalonnage

$$d = f(c)$$



CHAPITRE III

ETUDE DE TRANSFERT DE MATIERE.

3-1 DETERMINATION DES COEFFICIENTS DE TRANSFERT DE MATIERE:

Pour déterminer les coefficients de transfert de matière nous réalisons le montage de la figure(n°3).

Le montage comporte:

- 1) un réservoir d'éthanol de 500ml de volume (diamètre 50mm)
- 2) une pompe
- 3) une plaque perforée. (anneaux n° 1)
- 4) sphère de naphthalène.
- 5) robinet pour prélèvement (entrée)
- 6).....(sortie)

-Mode opératoire:

nous fixons un nombre donné de sphères sur des aiguilles
les aiguilles sont suspendues à la grille perforée,
(la distance entre deux trous $d=2.5\text{mm}$)

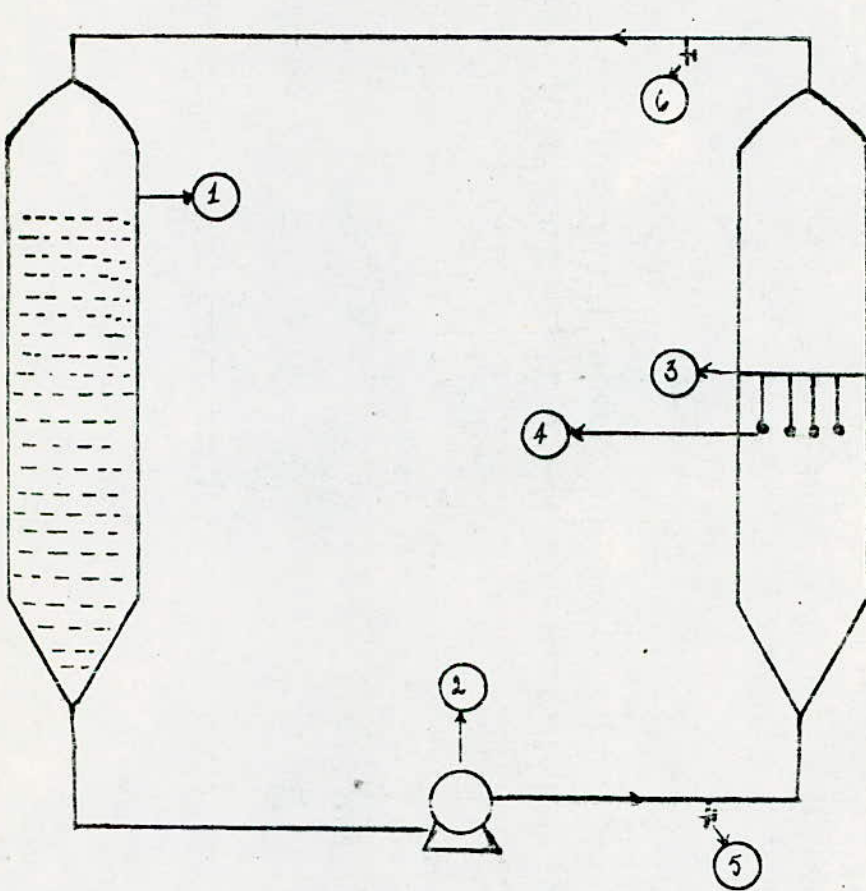
- nous réglons le débit d'écoulement.

- au moment où le liquide touche les sphères, nous
déclenchons le chronomètre.

- à des intervalles de temps donnés, nous faisons des prélèvements, entrée et sortie.

- après l'analyse, nous calculons la concentration (à partir des courbes d'étalonnage)

Ces concentrations vont servir au calcul des débits massiques, et les flux.



- ① réservoir d'alcool
- ② pompe
- ③ une grille perforée
- ④ sphères de naphthalène
- ⑤ robinet (entrée) pour prélèvement
- ⑥ robinet (sortie) pour prélèvement

Schema du montage de l'étude de transfert de matière

3-3 Essai de détermination des coefficients de transfert de matière.

a-) par réfractométrie:

Après avoir réalisé le montage de la figure (n°3) nous avons fait des essais ,avec 3 sphères, 9 sphères , 18 sphères, et 36 sphères de diamètre moyen (2.75mm) équidistantes (5mm).

Avec la réfractométrie nous n'avons pas pu détecter la quantité de naphthalène dissoute, et l'indice de réfraction mesuré reste toujours constant, $n=1.3605$;après chaque prélèvement.

b-) Par CPG:

Nous avons effectué l'analyse des échantillons avec un chromatogramme PYE UNICAM serie 304 PHILIPS à détecteur à ionisation de flamme (FID) et à intégrateur.

Avec les conditions opératoires suivantes:

Débit du gaz vecteur N = 30ml/min

Débit d'air = 400ml/min

Débit d'Hydrogène H = 63ml/min

Température de la colonne = 230°C .

Température d'injecteur = 270°C

Température du détecteur = 280°C

Atténuation = 64

Vitesse du papier = 0.5

VOLUME injecté = 0.5 μ l

c-) Courbe d'étalonnage :

Nous avons commencé par l'établissement d'une courbe d'étalonnage.

$$R\% = f(C)$$

Où : R est le rapport des aires (aire du pic de naphthalène / aire totale)
(Annexe n°2)

Pour établir la courbe d'étalonnage, nous avons préparé une solution mère, de (0.1/58) g/ml ; et à partir de cette dernière nous procédons à des dilutions pour avoir des concentrations plus faibles

-a) Results-

c (g/l)	0.1	0.05	0.025	0.018	0.0125
R%	0.106	0.062	0.034	0.017	0.015

c (g/l)	0.006	0.001			
R%	0.005	0.003			

Remarque: au delà de 0.003 g/l nous ne pouvons plus détecter les traces de naphthalène dans l'ethanol, c'est la limite minimale détectable par CPG.

En faisant des essais avec 3 sphères disposées en triangle équilatéral de 5mm de côté, nous faisons ensuite des prélèvements chaque une minute, et nous mesurons la concentration de chaque échantillon, pour le cas des 3 sphères la détection n'était possible, qu'après dissolution complète, ceci nous empêche de faire les calculs du coefficient de transfert de matière.

Pour déterminer ces coefficients nous avons augmenté le nombre de sphères.

Méthode de calcul:

$$\frac{dm}{dt} = K (C^* - C) A$$

K = coefficient de transfert de matière (Cm/s)

C* = concentration à l'interface, nous supposons que C* est égale à la concentration de saturation;

$$\frac{dm}{dt} = \text{débit massique (g/s)}$$

A = surface totale de contact.

C = concentration loin de l'interface.

$$V = \text{débit volumique} = dV/dt \text{ (ml/s)}$$

$$da/dt = dV/dt \cdot (C_s - C_e)$$

Où : C est la concentration à l'entrée;

et C_s est la concentration à la sortie.

Nous avons fait nos essais à un débit constant, $dV/dt = V \cdot S$

Avec:

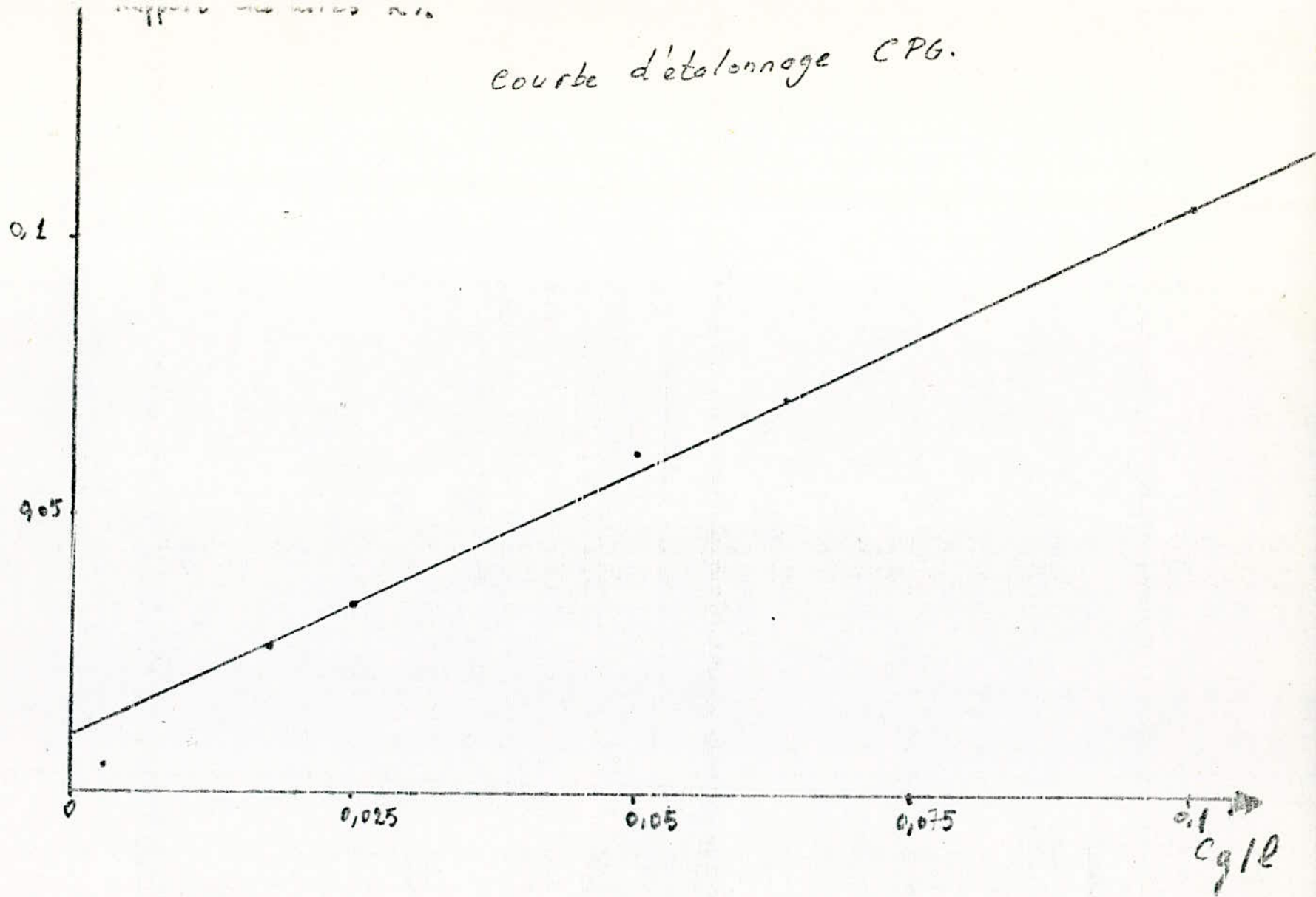
V : vitesse d'écoulement = 1.3 Cm/a

S : section de la conduite = 19.6 Cm^2

A : surface totale de transfert = nombre de sphères \times surface d'une sphère

$$A = 11.0,273 \text{ Cm}^2$$

rapport des masses ρ_{12}
courbe d'étalonnage CPG.



- Cas de 9 sphères, disposées en triangle équilatéral de 5mm de côté.

- Résultats: après analyse de chaque échantillon on trouve:

- Débit d'écoulement d'éthanol: $V = 0.026 \text{ l/s} = 0.026 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^3/\text{s}$

N° du prélèvement	R%	C(g/l)	dm/dt(g/s).10 ⁴	K(Cm/s).10 ⁴
1° entrée	0.048	0.040	1.56	8.89
sortie	0.054	0.046		
2° entrée	0.069	0.061	1.30	7.36
sortie	0.074	0.066		
3° entrée	0.088	0.081	1.02	5.78
sortie	0.092	0.085		

e)- ETUDE DE L'EFFET DU VOISINAGE SUR LE COEFFICIENT DE TRANSFERT DE MATIERE.

Toujours avec 9 sphères, nous avons augmenté la distance séparant les sphères. Nous avons fait deux autres essais, le premier avec $d=10\text{mm}$ et le second avec $d=1.25\text{mm}$, où d est la distance entre les centres de deux sphères voisines.

1°) $d=10\text{mm}$.

N° du prélèvement	R%	C(g/l)	dm/dt(g/s).10 ⁴	K(Cm/s).10 ⁴
1° entrée	0.082	0.075	2.08	11.78
sortie	0.090	0.083		
2° entrée	0.091	0.084	1.56	8.84
sortie	0.099	0.090		
3° entrée	0.101	0.095	1.08	6.12
sortie	0.104	0.098		

2°) $d = 2,25 \text{ mm}$

N° du prélèvement	%	$C(\frac{g}{l})$	$\frac{da}{dt}(\frac{g}{s}) \cdot 10^4$	$K(C_{m/s}) \cdot 10^4$
1° entrée	0,085	0,077	1,82	12,29
sortie	0,091	0,084		
2° entrée	0,095	0,087	1,56	9,84
sortie	0,099	0,093		
3° entrée	0,103	0,098	1,14	6,45
sortie	0,108	0,102		

REMARQUE:

Nous constatons une variation du coefficient de transfert de matière, après chaque prélèvement, ceci est expliqué par :

-diminution de la surface de contact, ainsi que du débit massique qui est proportionnel au coefficient de transfert de matière K .

Nous remarquons aussi que lorsque la distance entre deux sphères augmente , le coefficient de transfert de matière croit légèrement.

Pour mieux observer l'effet du voisinage sur le coefficient de transfert de matière, nous avons effectué des essais avec 6 sphères de diamètre moyen de 2,75mm mais dans ce cas la détection n'était possible qu'après le deuxième prélèvement.

RESULTATS:

d=5mm , A=1,42 Cm²

N° du prélèvement	H%	C(g/l)	dm/dt(g/s).10 ⁴	K(Cm/s).10 ⁴
2° entrée	0,055	0,049	1,04	9,84
sortie	0,058	0,049		
3° entrée	0,062	0,053	0,81	7,61
sortie	0,067	0,058		

d = 10mm , A=1,42Cm² :

N° du prélèvement	H%	C(g/L)	dm/dt(g/s).10 ⁴	K(Cm/s).10 ⁴
2° entrée	0,063	0,055	1,08	9,97
sortie	0,068	0,060		
3° entrée	0,073	0,065	0,85	7,74
sortie	0,079	0,071		

d=1,25mm , A=1,42 Cm²

N° du prélèvement	H%	C(g/l)	dm/dt(g/s).10 ⁴	K(Cm/s).10 ⁴
2° entrée	0,070	0,063	1,12	10,08
sortie	0,077	0,069		
3° entrée	0,082	0,075	0,91	9,19
sortie	0,087	0,081		

d=1,75mm , A=1,42 Cm²

N° du prélèvement	H%	C(g/l)	dm/dt(g/s).10 ⁴	K(Cm/s).10 ⁴

d=17,5mm

N° du prélèvement	\bar{w}	C(g/l)	dm/dt(g/s).10 ⁴	K(Cm/s).10 ⁴
2° entrée	0,081	0,074	1,63	14,82
sortie	0,088	0,081		
3° entrée	0,091	0,084	1,02	9,18
sortie	0,097	0,090		

REMARQUE:

Nous constatons une augmentation du coefficient de transfert de matière lorsque la distance entre les sphères croît.

CONCLUSION



CONCLUSION:

Lors de ce travail nous avons déterminé les coefficients de transfert de matière, en utilisant la chromatographie en phase gazeuse comme méthode d'analyse.

En effet, les résultats trouvés peuvent être améliorés si nous avons fait des prélèvements plus près de la zone de transfert, sans perturber l'écoulement, ceci n'est réalisable qu'avec des sondes spéciales que l'on introduit pour mesurer les concentrations.

La méthode de fabrication des sphères que nous avons utilisé peut être remplacée en utilisant un outil (6), (annexe n° 3), une telle méthode (outil) permet d'éviter le calcul granulométrique et par la suite l'effet du coefficient de sphéricité, et d'avoir les dimensions des sphères bien précises, puisque le diamètre que nous avons utilisé correspond à la moyenne des ouvertures de deux tamis.

La fabrication des sphères par outil est basée sur la compression du produit entre deux hémisphères (0.5 tonne/cm^2), les pièces comportant les deux hémisphères peuvent être rechangées, donc nous pouvons fabriquer des sphères de dimensions variées.

La variation du coefficient de transfert de matière observée est due à plusieurs facteurs:

- La diminution de la surface de contact par dissolution.
- Le recyclage de l'éthanol introduit une variation dans les propriétés physiques du solvant, et par conséquent sur le coefficient de diffusion.

L.

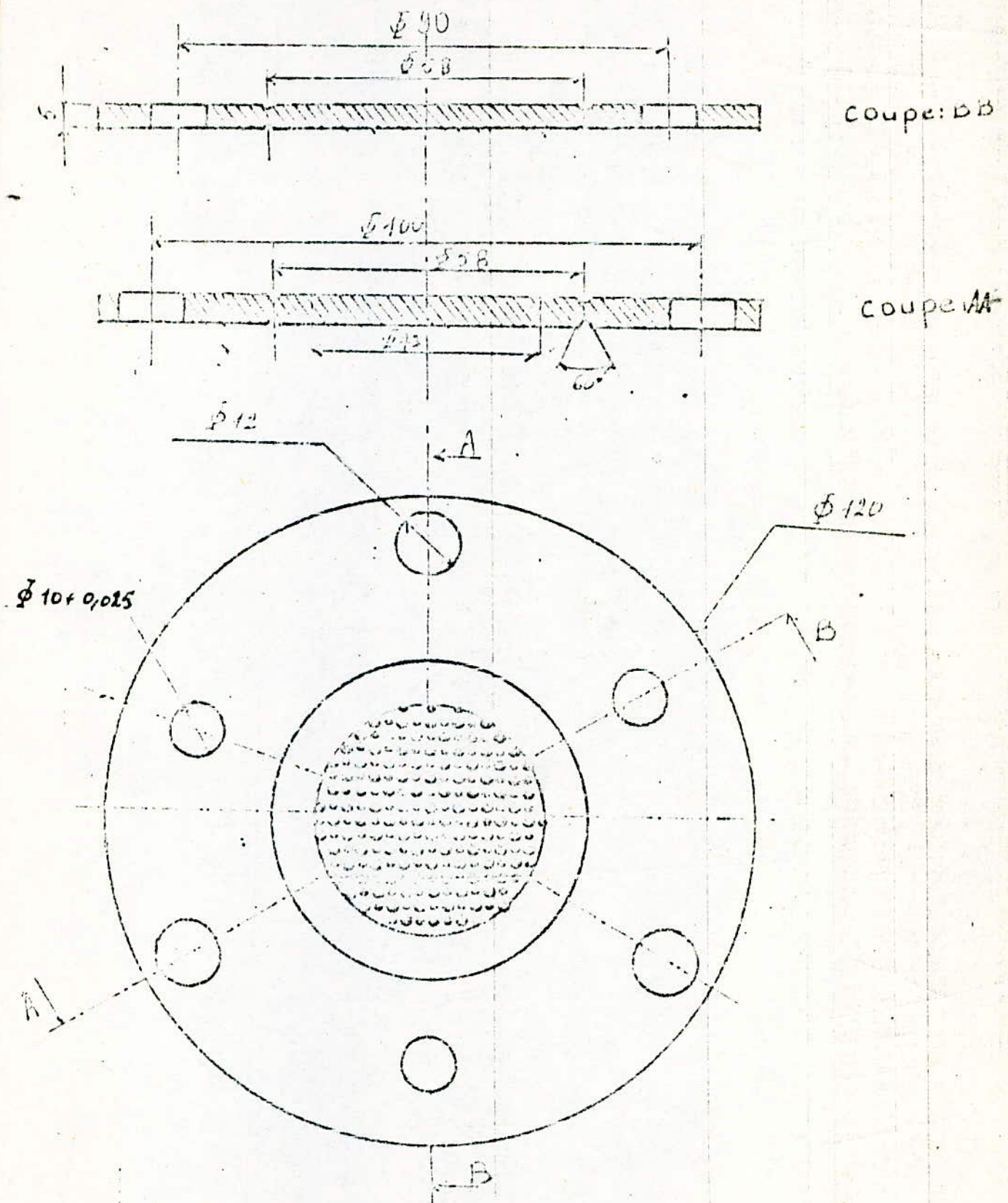
L'objectif de départ, était de trouver les coefficients de transfert de matière par réfractométrie, ce qui peut servir à une séance de travaux pratique dans le transfert de matière, mais c'était impossible de trouver des résultats par cette méthode, avec la CPC nous pouvons calculer ces coefficients.

L'effet du voisinage des sphères que nous observons est important mais il reste à confirmer par plusieurs expériences et une méthode d'analyse plus puissante.

-B I B L I O G R A P H I E -

- 1 -MOLLAND ."fluid flow for chemical engineers " (1970.)
- 2-A,H,P, SKELLAND." diffusional mass transfer" . WILEY INTERSCIENCE
PUBLICATION (1974).
- 3- COULSON, J.M. and RICHARDSON, J.F."chemical engineering" volume I .3^e edition
pergamon press, OXFORD (1969).
- 4- SHERWOOD and FIGFORD."absorption and extraction" McGRAW-HILL, (1975).
- 5- CLIFT, GRACE and WEBER. "bubbles, drops and particules". ACADEMIC PRESS, INC.
LONDON (1978).
- 6- F.M. GARNER and R.E. KEAY. "chem, eng, sci 9(1958)119 mass transfer from single
sphère ,at low Reynolds numbers. "
- 7-..... ."chem, eng, sci 9(1958) mass transfer in free
convection"
- 8- ROWE. P.M, CLAXON. K.T. LEWIS, J.E. "transfer inst chem, eng. 41(1965) heat and
mass transfer from single sphère in extensive
flowing fluid."
- 9-JOSE GUILLERMO SA ROBLES ."transfert de matiere entre une sphère et un liquide."
Thèse ingénieur Ingénieur 1983 .Institut Nationale
polytechnique de TOULOUSE.
- 10- PERRY, J.M. " chem engineering handbook " McGRAW-HILL (1960).
- 11- BIRD, R.B and STEWART, W.E. and LIGHTFOOT, E.N: "transport phenomena" JOHN WILEY
JOHN WILEY (1960).
- 12-BENNETT, C.O and MYERS, J.E: "momentum heat and mass transfer" McGRAW-HILL (1962).
- 13-ZIGHEB et M BAH: "analyse et étude des propriétés physiques du naphthalène dans
des solutions aqueuses d'ethanol " projet de fin d'étude.

ANNEXE 1



Schema de la plaque perforée,

CHANNEL A

INJECT

01:37:45

0.74

0.47

0.1g/l

01:37:45

CH= "A" PS= 1.

FILE	1.	METHOD	0.	RUN	11	INDEX	11
PEAK#		AREA%		RT		AREA	BC
1		99.894		0.47		1068370	02
2		0.106		0.74		1133	03
TOTAL		100.				1069503	

CHANNEL A

INJECT

02:08:34

.81

.50

02:08:34

CH= "A" PS= 1.

FILE 1.	METHOD 0.	RUN 19	INDEX 19
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	99.938	0.5	1742398 03
2	0.062	0.81	1065 05
TOTAL	100.		1743483

0.05g/l

CHANNEL A

INJECT

02:13:13

.80

.51

02:13:13

CH= "A" PS= 1.

FILE	METHOD	RT	AREA	BC
1.	0.			
1	99.966	0.51	1633756	08
2	0.034	0.8	550	05
TOTAL	100.		1634306	

0,025 g/l

CHANNEL A

INJECT

02:19:12

.77

.47

02:19:12

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 21 INDEX 21

0.0125g/l

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	99.985	0.47	1592253	08
2	0.015	0.77	234	05
TOTAL	100.		1592487	

CHANNEL B INJECT 04/06/87 02:29:34



0.006 g/20

04/06/87 02:28:34 CH= "A" PS= 1.

FILE	1.	METHOD	A.	RUN	7	INDEX	7
PEAK#		AREA	RT	AREA	BC		
1		0.002	0.03	24	02		
2		0.024	0.11	303	02		
3		89.434	0.65	1270190	09		
4		0.005	1.24	75	06		

CHANNEL 8

INJECT 04/06/87 02:45:35



04/06/87 02:45:35

CH= "R" PS= 1.

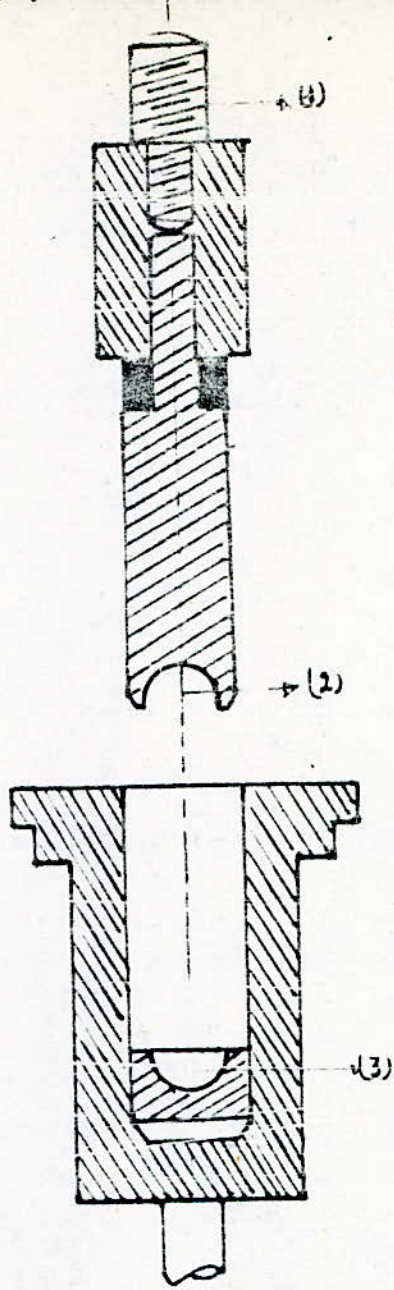
FILE 1. METHOD 0. RUN 10 INDEX 10

PEAK#	AREA%	RT	AREA	GC
1	0.011	0.04	129	02
2	0.002	0.1	29	02
3	0.009	0.17	100	02
4	0.024	0.3	276	02
5	0.023	0.41	277	02
6	0.07	0.5	796	02
7	89.171	0.65	1109266	02
8	0.003	1.02	74	05

*0.001g/L
2/e*

10

ANNEXE 5.



1) une vis tournante

2) et 3) deux hémisphères creuses.

OUTIL POUR LA FABRICATION DES SPHERES

