REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

# MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

المكتبة --- DIBLISTHEQUE --- المكتبة Eesle Satispale Polytechnique

#### PROJET DE FIN D'ETUDES

Département de Génie Chimique

#### SUJET

ETUDE HYDRODYNAMIQUE D'UN FILM TOMBANT, ISOTHERME, A L'INTERIEUR DES REACTEURS A PAROIS ONDULEES: COMPARAISON AVEC LES REACTEURS A PAROIS LISSES:

**PROPOSE PAR:** 

**ETUDIE PAR:** 

**DIRIGE PAR:** 

Pr C.E.CHITOUR

Mlle F. AMRANE

Pr C.E. CHITOUR M. A.RAHIM

PROMOTION
Juillet 1997

ENP 10, Avenue HACEN BADI - EL - HARRACH - ALGER

# REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

# MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

## ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

المدرسة الوطنية المتعددة الطنيسات المحكستيسة --- DIBLIOTHEQUE Ecolo Mationalo Polytechniquo

#### PROJET DE FIN D'ETUDES

Département de Génie Chimique

SUJET

ETUDE HYDRODYNAMIQUE D'UN FILM TOMBANT, ISOTHERME, A L'INTERIEUR DES REACTEURS A PAROIS ONDULEES. COMPARAISON AVEC LES REACTEURS A PAROIS LISSES.

PROPOSE PAR:

ETUDIE PAR:

**DIRIGE PAR**:

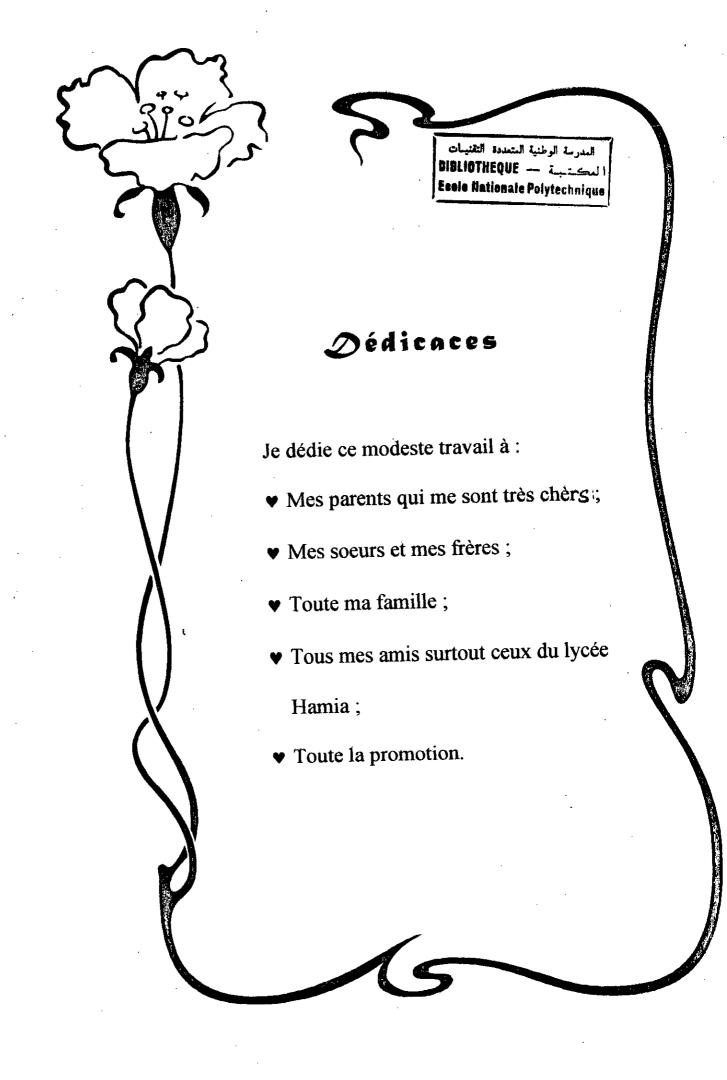
Pr C.E.CHITOUR

Mile F. AMRANE

Pr C.E. CHITOUR M. A.RAHIM

PROMOTION
Juillet 1997

ENP 10, Avenue HACEN BADI - EL - HARRACH - ALGER



#### المدرسة الوطنية المتعددة التقنيسات المحكستيسة — BIBLIOTHEQUE المحكستيسة كالمحكسة المحكسة المح

#### Remerciements

Le présent travail a été réalisé sous la direction de Monsieur C.E Chitour, Professeur et Directeur du Laboratoire de Valorisation des Energies Fossiles à l'ENP. Qu'il trouve ici l'expression de ma profonde gratitude pour son aide et ses conseils précieux.

J'exprime mes plus vifs remerciements à :

Monsieur Kerbachi, Professeur à l'ENP, d'avoir bien voulu accepter de présider le jury de ce Projet de Fin d'Etudes;

Madame Bouchtaoui et Monsieur Ahmed Zaid pour l'honneur qu'ils me font en acceptant de participer à ce jury.

Monsieur Tebani (NEOFLUX), qui a bien voulu réaliser les réacteurs ondulés malgré les difficultés techniques de fabrication.

J'adresse mes profonds remerciements à Monsieur A. Madjid Rahim pour l'aide précieuse, les conseils éclairés et les encouragements qu'il n'a cessé de me prodiguer tout au long de ce travail.

Mes remerciements s'adressent également à Souhila, Sabéha, Louiza, Nora et Lamia pour leur aide et leur soutien moral.

Enfin, que tous mes amis et collègues, particulièrement Nadia, Madjda, Aicha, Yacine, Rabah, Messaoud et El Hadj, trouvent ici l'expression de ma profonde affection pour leur soutien moral et leur agréable compagnie.

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيبات المكستب ة — DIBLIOTHEQUE Ecolo flationale Polytechniquo

#### ملخص:

إن إنتاج المواد المنظفة الصناعية يتم عموما في مفاعل نو غشاء سائل ساقط. يتمثل هذا الممسل في دراسة تأثير مختلف العوامل مثل لزوجة السائل، نسبة التنفق و كذا طول المفاعل على توزيع أوقات البقاء. قمنسا بعد ذلك بتقديم معادلات رياضية بسيطة تربط بين سمك الغشاء و كذا أوقسات البقساء بدلالة نسبة التنفق و لزوجة السائل، في آخر الأمر، قمنا بالمقارنة بين المفاعلات ذوي السطح المتموج مع المفاعسلات نوي السطح الأمسلس.

#### Résumé:

La production de tensio-actifs industriels se fait généralement dans des réacteurs à film tombant. Le présent travail consiste à étudier l'influence des différents paramètres hydrodynamiques (viscosité cinématique, débit d'alimentation et longueur du réacteur) sur la distribution des temps de séjour. Par la suite, des corrélations simples sont proposées donnant l'épaisseur du film et le temps de séjour moyen en fonction du débit et en fonction de la viscosité. Enfin, une étude comparative a été entreprise entre les réacteurs à parois ondulées et à parois lisses.

#### Abstract :

The present work consists in to study it influences some different streamlined parameters (kinematic viscosity, rate of feeding and length of reactor) on the distribution of the residence times. Thereafter, some simple interrelationships are suggested giving the thickness of film and the mean residence time in function of rate and in function of the viscosity. Finally, a comparative survey was undertaking between the reactors to wavy wall and to smooth wall.

#### **NOMENCLATURE**

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيبات المكتبة -- BIBLIOTHEQUE المكتبة -- Ecolo Nationale Polytechnique

: absorbance Α : réponse impulsionnelle (adimensionnelle) C : concentration à la sortie du réacteur (M.L<sup>3</sup>) ¢ : concentration du traceur supposé uniformément réparti dans le volume de  $c_0$ rétention (M.L<sup>-3</sup>) : coefficient de dispersion (L<sup>2</sup>.t<sup>-1</sup>) D : épaisseur du film (L) : épaisseur calculée expérimentalement (L)  $e_{exp}$ : fonction de distribution des temps de séjour (t<sup>-1</sup>)  $E(t_s)$ : densité de flux molaire axial (mol.L-2.t-1) F : réponse à une injection échelon unitaire ou fonction de distribution cumulative F(ts) : accélération de la pesanteur (L.t<sup>-2</sup>) : fonction échelon unitaire H(t): fonction de distribution des âges internes  $I(\alpha)$ : nombre de réacteurs agités en cascade J L : longueur du réacteur (L) : longueur équivalente du réacteur (L) : nombre de PECLET (adimensionnel) Pe : débit du court-circuit (L<sup>3</sup>.t<sup>-1</sup>) qc : débit volumique de l'alimentation (L<sup>3</sup>.t<sup>-1</sup>)  $q_v$ : débit volumique rapporté au périmètre mouillé  $O_{v}$ : nombre de REYNOLDS (adimensionnel) : temps réel (t) t : temps de séjour (t) : temps de séjour moyen (t)  $t_{mov}$ : vitesse du liquide en écoulement (L.t<sup>1</sup>) u volume de rétention (L<sup>3</sup>)  $V_R$ volume accessible (L<sup>3</sup>)

#### Lettres grecques

 $V_{m}$ 

 $\mathbf{Z}$ 

 $\begin{array}{lll} \alpha & : age interne \ (t) \\ \delta(t) & : fonction impulsion unité \ (t^{-1}) \\ \theta & : temps réduit \ (adimensionnel) \\ \lambda & : espérance de vie \ (t) \\ v_L & : viscosité cinématique du liquide \ (L^2.t^{-1}) \\ \rho_L & : masse volumique du liquide \ (M.L^{-3}) \end{array}$ 

: volume mort (L<sup>3</sup>)

: abcisse axiale (L)

t : temps de passage (t)

diamètre du réacteur à film (L)

# **SOMMAIRE**



Introduction générale	1
Partie théorique	
Chapitre I: Technique industrielle de la couche mince	
I.1 Introduction	. 2
I.2 Principes fondamentaux	. 3
1.3 Géométrie des films	. 4
I 4 Mécanique des écoulement en film	. 4
I.4.1 Film ruisselant (tombant)	. 5
I.4.2 Film mécaniquement agité	. 6
I.5 Conditions opératoires	. 7
Chapitre II : Etude de distribution des temps de séjour	
II.1 Introduction.	9
II 2 Définition du temps de séjour	9
II 3 Principales fonctions de distribution	10
II 4 Détermination expérimentale des fonctions de distribution	12
II.4.1 Réponse à un échelon = courbe F	12
II 4.2 Réponse à une impulsion = courbe C	13
II.5 Fonction de distribution des divers types d'écoulement	, IS
II.5.1 Ecoulement piston	15
II.5.2 Ecoulement avec mélange parfait	13
II.5.3 Ecoulement quelconque	10 15
II.6 Interprétation des mesures de DTS	17
II.7 Modélisation des écoulement non idéaux	15 20
II.7.1 Modèle à dispersion axiale	ZU
II 7.2 Modèle des mélanges en cascade	Z:

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيبات المكتبة — BIBLIOTHEQUE المكتبة — Ecole Nationale Polytechnique

## Partie expérimentale

Chapitre III : Etude expérimentale pour les réacteurs à parois ondulées de longueurs 0.8 et 1m	
III.1 Appareillage	
III 2 Caractéristiques thermophysiques du mélange eau-glycérine 25	
III 2 Méthode de mesure, qualité du traceur	
III.4 Mode opératoire	
Chapitre IV: Résultats et interprétation des essais expérimentaux	
IV.1 Méthode de calcul de la DTS28	
IV.2 Discussion et interprétation	
IV.3 Modélisation des réacteurs39	
Chapitre V : Corrélations prédictives sur les réacteurs à parois ondulées de longueurs 0.8 et 1m	
V.1 Corrélation sur l'épaisseur du film40	ļ
V.2 Corrélations sur le temps de séjour moyen	
Chapitre VI : Etude comparative des réacteurs à parois lisses et ondulées	1
VI.1 Comparaisons des épaisseurs du film	, >
VI.2 Comparaisons des temps de séjour moyens	>
VI.3 Comparaisons des rapports elisse/e <sub>ond</sub> et t <sub>lisse</sub> /t <sub>ond</sub>	
Conclusion générale6	7
Bibliographie	

Annexe

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات المكتبة — BIBLIOTHEQUE المكتبة المحادثة المقاولة المحادثة المحادثة

# PARTIE THEORIQUE

#### INTRODUCTION GENERALE

Les divers types d'échangeurs de matière susceptibles d'être mis en jeu dans un procédé industriel sont généralement élaborés pour offrir une aire d'échange élevée tout en prenant en compte diverses contraintes spécifiques aux cas d'utilisation. La surface spécifique qui constitue une propriété intrinsèque de chaque échangeur, le mode de fonctionnement c'est-à-dire son hydrodynamique, ainsi que les spécificités des phases en contact revêtent une importance capitale pour l'obtention de bonnes performances.

Lorsqu'il est retenu de générer une grande surface d'échange par action sur une phase liquide et si les applications prévues s'accompagnent d'un effet thermique important, les appareils à film apparaissent comme une solution tout a fait adaptée. Les cas d'utilisation en sont nombreux : évaporation(concentration de solutions, dessalement d'eau de mer, désorption), absorption, condensation de vapeurs, etc.[1]

Des temps de résidence courts et des températures opératoires basses sont souvent demandées lorsque l'on doit traiter thermiquement des liquides. Les produits alimentaires où certains produits organiques se décomposent s'ils sont exposés trop longtemps à des températures élevées.

Dans le cas des réactions chimiques, spécialement les polymérisations, des sous produits non désirés sont obtenus si les conditions de réaction ne correspondent pas aux tolérances temps-température. Le temps de séjour peut être influencé aussi bien par la conception de l'appareillage que par le mode de fonctionnement. [2]

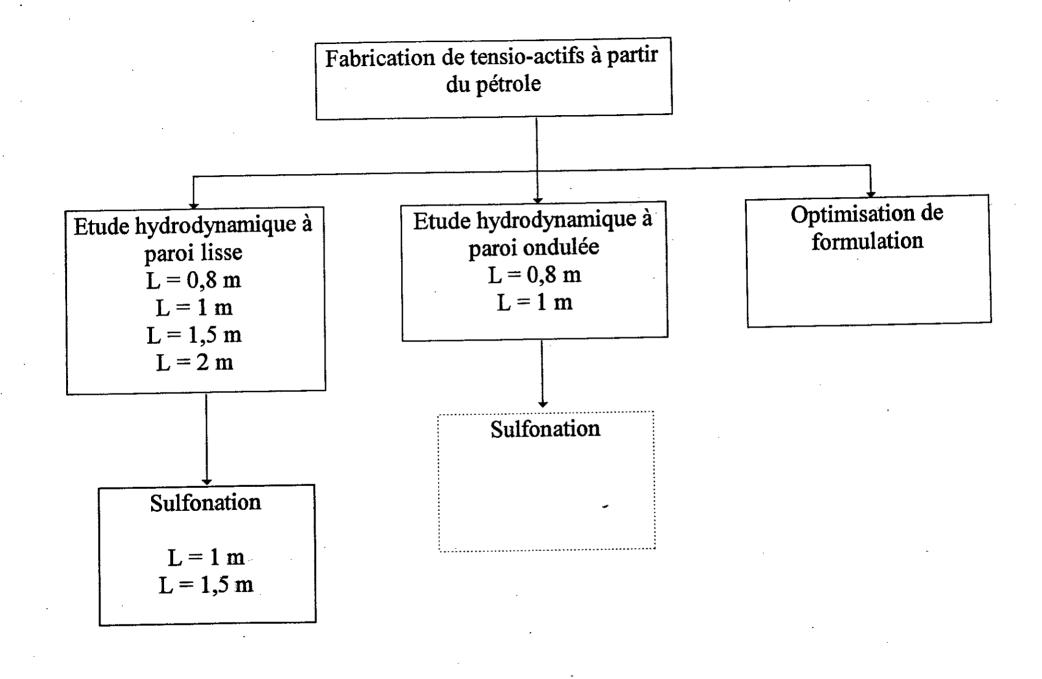
Le présent travail se limitera à un système isobare et isotherme, où seules les influences du débit d'alimentation, de la viscosité et de la longueur du réacteur ondulé, seront étudiées au moyen de la distribution des temps de séjour.

Du point de vue expérimental, le principe des mesures est l'analyse de la réponse impulsionnelle du réacteur ondulé en couche mince. L'impulsion est fournie par l'injection instantanée d'un colorant dans le fluide pénétrant dans l'appareil. La réponse est enregistrée par la méthode de colorimétrie à la sortie de l'appareil.

Un traitement mathématique des données expérimentales fournit alors les fonctions de distribution, dont il est question au chapitre IV.

Enfin, des calculs effectués sur ces fonctions et sur certains paramètres caractéristiques permettent d'évaluer l'influence des trois paramètres cités plus haut. Cette évolution peut être traduite de façon mathématique et ainsi donner lieu à une modélisation du système.

Notre travail se situe dans l'axe de recherche sur la synthèse des détergents par sulfonation des charges organiques dans les réacteurs à film tombant voir figure suivante).



# TECHNIQUE INDUSTRIELLE DE LA COUCHE MINCE

- I.1 Introduction
- I.2 Principes fondamentaux
- I.3 Géométrie des films
- I.4 Mécanique des écoulement en film
  - I.4.1 Film ruisselant (tombant)
  - I.4.2 Film mécaniquement agité
- 1.5 Conditions opératoires

# TECHNIQUE INDUSTRIELLES DE LA COUCHE MINCE

#### I.1- Introduction:

Les appareils à couche mince, quoique généralement conçus pour réaliser des opérations physiques d'évaporation, de distillation, d'absorption où de désorption, ont des caractéristiques particulières qui peuvent être exploitées dans le domaine du génie chimique.

Qu'ils soient du type à film tombant simple où à film agité au moyen d'un rotor, les caractéristiques essentielles de ces appareils peuvent être résumées en se référant à la figure II.1 [3] comme suit :

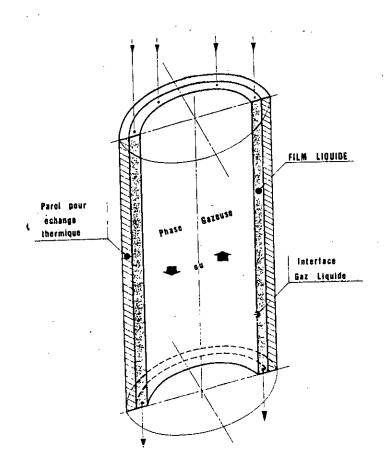


Figure II.1 : Caractéristiques principales d'un appareil à film mince.

- écoulement de haut en bas d'une phase liquide sous forme de film mince le long de la paroi ;
- écoulement d'une phase gazeuse dans la partie centrale du ou des tubes (de haut en bas ou de bas en haut) ;
- transfert de chaleur possible entre le film liquide et la paroi ;
- transfert de masse possible à l'interface gaz-liquide.

Ainsi caractérisé, ce type d'appareils peut donc être envisagé en tant que réacteur continu pour mettre en œuvre :

- soit des réactions homogènes en phase liquide( la phase gazeuse ne joue alors aucun rôle);
- soit des réactions hétérogènes gaz-liquide.

### 1.2- Principes fondamentaux:

Comme sa dénomination l'indique, la technique de la couche mince trouve son principe dans l'étalement d'une phase liquide en un film de faible épaisseur sur une surface solide tout en provoquant le déplacement de ce liquide soit par la pesanteur, soit par l'action d'organes mécaniques divers.

La surface solide supportant le film, par son chauffage ou son refroidissement, permet d'induire un phénomène de transfert thermique dans la liquide en écoulement tandis que la surface libre du film offre la possibilité d'un transfert de matière entre le liquide et son environnement immédiat, nécessairement gazeux.

La simultanéité de ces transfert provoque des modifications de nature ou de propriétés dans le liquide qui les subit et comme celui-ci est en mouvement, l'intensité de ces modifications peut être contrôlée par le temps durant lequel le liquide est en contact avec la surface solide sur laquelle il se déplace.

Les principes qui dirigent la technique de la couche mince s'analysent logiquement par une approche en trois étapes considérant successivement la géométrie, puis la mécanique d'écoulement et enfin la mise en œuvre des films.[4]

#### I.3- Géométrie des films :

Le trait majeur qui caractérise les liquides mis sous la forme de films est le rapport surface/volume élevé. Les valeurs prises par ce rapport, habituellement comprises entre 500 et  $2000m^2/m^3$ , sont intéressantes, du côté de la paroi supportant le film, pour la transmission thermique assurant le chauffage ou le refroidissement du liquide et, du côté de la face libre du film, pour des échanges de matière que peut avoir le film avec son environnement gazeux, puisque l'importance de ces échanges est notamment conditionnée par les aires au travers desquelles se font les transferts.[4]

La faible épaisseur du film joue aussi bien en faveur de ces mêmes mécanismes de transmission thermique et de transfert de matière.

En effet, puisque la couche de liquide est mince, elle ne peut constituer qu'une résistance réduite à ces transferts et les cœfficients correspondants prennent des valeurs élevées.

En conjuguant ainsi des aires volumiques et des cœfficients de transfert importants, la technique de la couche mince se range parmi les techniques à cinétique rapide.

Le volume du liquide contenu dans un appareil à couche mince est faible, ce qui entraîne, aux débits usuels, un temps de séjour moyen court des produits traités dans ce genre de matériel; cette caractéristique, particulière de la technique de la couche mince, est tantôt un avantage, tantôt un inconvénient, selon le genre d'opération effectuée mais, dans tout les cas, c'est une donnée importante et spécifique.

Enfin, on peut ajouter que la géométrie des liquides répartis en couche mince ne peut provoquer qu'une très faible pression hydrostatique; il y a donc moyen de réaliser des conditions de travail devant satisfaire à de sévères impératifs, par exemple en matière d'équilibre liquide-vapeur, en évitant des phénomènes de surchauffe locale dans le liquide.

Ces particularités, inhérentes à la géométrie des films, se trouvent en plus renforcées, par les effets bénéfiques de la mécanique d'écoulement des liquides répartis en couche mince.

#### I.4- Mécanique des écoulements en film :

Différentes propriétés des films liquides sont directement dépendantes de la mécanique de leur écoulement.

Ainsi l'écoulement de la phase liquide s'effectue en film mince le long d'une paroi verticale, généralement la paroi interne d'un tube cylindrique.[3] Pour être précis, on doit à ce niveau faire la distinction entre les deux types d'appareillages : film tombant simple et film agité.

#### I.4.1- Film ruisselant (tombant):

La principale propriété des écoulement en film est l'homogénéité du liquide. Pour les films ruisselants, appelés aussi films en chute libre ou flots tombants, c'est-à-dire pour ceux où le liquide descend sous l'effet de la gravité le long d'une paroi verticale, l'homogénéité du film, bien qu'étant influencée par le régime d'écoulement est bien meilleur que dans la plupart des cas où le liquide est traité en masse.[4]

La plus grande difficulté rencontrée dans la construction de l'exploitation des appareils à film ruisselant se présente au niveau de la distribution du liquide à l'intérieur des tubes où il importe que la répartition soit parfaitement uniforme afin d'utiliser pleinement la surface de chauffe et d'éviter l'apparition de points chauds.

Comme pour toute forme d'écoulement, on identifie les régimes laminaire, transitoire et turbulent par l'intermédiaire du nombre de REYNOLDS qui représente le rapport des forces d'inertie agissants sur un élément de fluide aux forces de viscosité s'appliquants à ce même élément de fluide. Pour les écoulements en couche mince, ce nombre de REYNOLDS est défini par : [4]

$$Re = \frac{u \times e}{v_L} \tag{I.1}$$

avec u : vitesse moyenne du liquide (m/s);

e : épaisseur du film liquide ;

v<sub>L</sub>: viscosité cinématique du liquide.

Soient  $q_v$  (m³/s) et  $Q_v$  (m³/s.m) respectivement le débit volumique du liquide traité et ce même débit rapporté à l'unité de longueur du périmètre mouillé de l'appareil supposé cylindrique et de diamètre  $\phi$  (m), le nombre de REYNOLDS s'écrira :

$$q_v = \pi.\phi.e.u = \pi.\phi. Q_v$$
 (I.2)

$$Re = \frac{Q_{\nu}}{v_l} \tag{1.3}$$

En première approximation, bien qu'avec une précision suffisante pour des calculs d'application, on admet que les différents régimes cités plus haut sont caractérisés comme suit : [3]

 $R_e \le 25$  régime laminaire  $25 < R_e \le 400$  régime transitoire  $R_e \ge 400$  régime turbulent

Pour un réacteur à paroi ondulée, un autre nombre de REYNOLDS a été défini : [1]

$$Re = \frac{4 \times Q_{\nu}}{\nu_{l}} \tag{1.4}$$

#### Epaisseur du film:

Il est évident que l'épaisseur est manifestement la caractéristique la plus importante d'un film tombant, puisque c'est elle qui conditionne le volume de l'appareil. NUSSELT, dans son essai d'analyse des phénomènes de transfert thermiques en film tombant vertical, présentait un des premiers travaux sur l'épaisseur d'un film et proposait une équation de la forme : [4]

$$e = \left(\frac{3 \times \sqrt{L}}{g}\right)^{\frac{1}{3}} \times Re^{\frac{1}{3}}$$
 (1.5)

valable pour Re < 400 (écoulement laminaire ou transitoire).

Pour des régimes turbulent, cette équation devient :

$$e = 0.302 \times \left(\frac{3 \times v_L^2}{g}\right)^{1/3} \times Re^{8/15}$$
 (I.6)

Il faut noter que le film liquide est le plus souvent d'épaisseur fluctuante du fait de la formation d'ondulations à la surface, aussi bien en régime laminaire qu'en régime turbulent. Ce phénomène ondulatoire est conditionné par la viscosité et la tension superficielle du liquide (une plus faible viscosité accentue ce phénomène ; au contraire, une faible tension superficielle le diminue). Ainsi, au cours d'essais entrepris avec de l'eau, les premières ondes sont observées dès que Re = 4. Au début, le film présente un front d'onde droit mais, au fur et à mesure que le nombre de REYNOLDS augmente, l'aspect de la couche liquide perd sa régularité et l'écoulement s'en trouve perturbé; pour Re >600, il se forme même des anneaux liquides qui semblent tomber plutôt que s'écouler le long de la paroi.

# I.4.2- Film mécaniquement agité:

La diversité des principes conceptuels des appareils à film mécaniquement agité est telle qu'il est impossible d'établir un modèle d'écoulement commun à tous. Ainsi le mécanisme pouvant être considéré comme classique dans la catégorie des appareils rotatifs à pales qui sont les plus utilisés. Dans ce cas, la différence entre les couches minces mécaniquement agitées et les films ruisselants réside essentiellement dans l'action tangentielle à laquelle le liquide est soumis de la part du dispositif d'agitation.

Cette action a un double effet en ce sens qu'elle impose au liquide une trajectoire hélicoïdale tandis que l'énergie communiquée au liquide par le rotor développe la turbulence du film en modifiant continuellement sa structure. Grâce au taux de cisaillement induit, l'agitation mécanique permet de réduire la viscosité apparente des

milieux traités, notamment des liquides non newtoniens, et ainsi de traiter des matières à forte viscosité, en particulier des polymères.

La mécanique d'écoulement des films est responsable de l'étroitesse du spectre de la distribution des temps de séjour et c'est là un avantage mis à profit, par exemple, en matière de réaction chimique.[4]

#### I.5- Conditions opératoires:

En tête de liste, on trouve la continuité des opérations, condition nécessaire désormais imposée à l'appareillage de l'industrie chimique moderne. Cette continuité d'opération s'assortit d'ailleurs d'une grande facilité de réglage.

Les appareils à couche mince sont d'un volume réduit et, par conséquent d'un encombrement réduit; Comme, en plus, ils ont presque toujours une forme cylindrique réputé pour sa bonne résistance aux contraintes mécaniques et dont l'étanchéité peut être facilement assurée, ils sont peu sensible aux effets de la pression et en particulier, tout à fait indiqués pour travailler sur des vides poussés (sous des pression absolues de l'ordre de 10<sup>-1</sup> Pa) et sous pression.

le tableau I-1 résume, en fonction de leurs effets et de leurs particularités d'application, les caractéristiques fondamentales de la technique des films.

Tableau I-1: Propriétés fondamentales de la technique de la couche mince. [4]

Particularités spécifiques	Effets	Applications
Géométrie du film et de l'appareillage	<ul> <li>Rapport surface/volume élevé.</li> <li>Faible résistance à la transmission thermique et au transfert de matière dans la phase liquide.</li> <li>Aires interfaciales paroi-liquide et liquide-gaz élevées.</li> <li>Faible pression hydrostatique.</li> <li>Temps de séjour court.</li> </ul>	<ul> <li>Opérations à cinétique rapide de transmission thermique et de matière liquide-gaz.</li> <li>Opérations devant se dérouler dans de strictes conditions d'équilibre.</li> <li>Traitement des produits labiles.</li> </ul>
Mécanique d'écoulement en films ruisselant et agité	<ul> <li>Homogénéité de composition et de propriétés.</li> <li>Turbulence.</li> <li>Diminution de la résistance à la transmission thermique et au transfert de matière dans la phase liquide.</li> <li>Etroitesse du spectre de distribution des temps de séjour.</li> <li>Amélioration des conditions d'écoulement (réduction de la viscosité).</li> <li>Nettoyage de la paroi de support du film.</li> </ul>	<ul> <li>Opération à cinétique rapide de transmission thermique et de matière paroi-liquide¹ ou paroi-liquide-gaz.</li> <li>Traitement des fluides à haute viscosité et non newtoniens.</li> <li>Réactions chimiques en phase homogène liquide ou en phase hétérogène liquide-gaz.</li> </ul>
Conditions opératoires	<ul> <li>Continuité des opérations avec un seul passage du liquide à travers l'appareil à couche mince.</li> <li>Facilité de réglage.</li> <li>Maintient de la pression.</li> <li>Faibles pertes de charge.</li> </ul>	<ul> <li>Opérations devant se dérouler dans de strictes conditions d'équilibre.</li> <li>Opérations sous vide ou sous pression.</li> </ul>

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>dans le cas de réactions chimiques en phase liquide

# ETUDE DE LA DISTRIBUTION DES TEMPS DE SEJOUR

- II.1 Introduction
- II.2 Définition du temps de séjour
- II.3 Principales fonctions de distribution
- II.4 Détermination expérimentale des fonctions de distribution
  - II.4.1 Réponse à un échelon = courbe F
  - II.4.2 Réponse à une impulsion = courbe C
- II.5 Fonction de distribution des divers types d'écoulement
  - II.5.1 Ecoulement piston
  - II.5.2 Ecoulement avec mélange parfait
  - II.5.3 Ecoulement quelconque
- II.6 Interprétation des mesures de DTS
- II.7 Modélisation des écoulement non idéaux
  - II.7.1 Modèle à dispersion axiale
  - II.7.2 Modèle des mélanges en cascade

#### ETUDE DE LA DISTRIBUTION DES TEMPS DE SEJOUR

#### II.1- Introduction:

Le but de ce chapitre est d'abord d'étudier les distributions des temps de séjour dans les systèmes en écoulement, de voir quelles informations on peut en tirer quant à leurs fonctionnement hydrodynamique et de rendre compte de ces distributions de temps de séjour au moyen de modèles représentatifs adaptés en particulier à l'extrapolation.

Dans tout ce qui suit, la notion de réacteur est prise dans un sens très large. Les méthodes que nous allons décrire s'appliquent en effet à toute portion d'espace traversée par des éléments mobiles qui séjournent pendant des durées variables.

C'est le mérite de DANCKWERTS en 1953 d'avoir proposé une approche systémique de ce problème en définissant des fonctions de distribution aisément accessibles à l'expérience. Ces mesures fournissent, sur la circulation du fluide dans le réacteur, une information beaucoup plus globale que celle que fournit l'approche analytique de la mécanique des fluides.[5]

#### 11.2- Définition du temps séjour :

La connaissance du temps de séjour de liquide dans un appareil à couche mince est de première importance, car il est le critère d'analyse de la dégradation du produit circulé dans l'appareil.

Connaissant la relation existant entre ce paramètre et les conditions opératoires, cellesci peuvent être fixées pour éviter tout désagrément dans le procédé.[6]

Toutefois, dans un réacteur réel, les molécules séjournent dans le volume réactionnel pendant des temps  $t_{moy}$  qui dépendent notamment du profil hydrodynamique et de la géométrie du réacteur.

Cette distribution a donc une influence directe sur les performances chimiques du réacteur et permet de se faire une image assez bonne des phénomènes d'écoulement et de mélange dans les réacteurs réels.

## II.3- Principales fonctions de distribution :

Considérons une molécule à l'intérieur d'un réacteur ouvert de section d'entrée E et de section de sortie S (figure II.1). [7]

On définit l'âge interne  $\alpha$  de la molécule comme le temps qui s'est écoulé depuis qu'elle a franchi la surface d'entrée E du réacteur, son espérance de vie  $\lambda$  comme le temps qui lui reste à passer dans le réacteur avant de franchir la surface de sortie S et son temps de séjour  $t_s$  comme le temps qu'elle aura passé au total dans le réacteur.

Ce temps n'est autre que l'âge dans le courant de sortie et l'on a d'une manière générale :

$$t_s = \alpha + \lambda$$
 (II.1)

Figure II.1: schéma du temps de séjour d'un élément de fluide dans un réacteur ouvert . [7]

Etant donné le grand nombre de molécules et leurs comportements différents liés au type d'écoulement, il existe des fonctions de distribution de ces caractéristiques. On a ainsi :

- $I(\alpha)$  la fonction de distribution des âges internes;
- E(t<sub>s</sub>) la fonction de distribution des temps de séjour.

 $I(\alpha).d\alpha$  représente donc la fraction de fluide à l'intérieur du volume V dont l'âge interne est compris entre  $\alpha$ et  $\alpha$ +d $\alpha$ .

De la même manière E(t<sub>s</sub>).dt<sub>s</sub> représente donc le flux sortant à la section S, la fraction du fluide dont le temps de séjour ou l'âge est compris entre t<sub>s</sub> et t<sub>s</sub>+dt<sub>s</sub>.(figure II.2) [5]

Par ailleurs, toute fonction de distribution est représentée sous forme normalisée, à savoir :

$$\int_{0}^{+\infty} I(\alpha) . d\alpha = 1 \tag{II.2}$$

$$\int_0^{+\infty} E(t_s) \cdot dt_s = 1 \tag{II.3}$$

on peut par ailleurs définir la distribution cumulative de la manière suivante :

$$F(t) = \int_0^t E(t_s) \cdot dt_s = F(\tau)$$
 (II.4)

Cette fonction représente dans le flux de sortie la fraction de fluide dont le temps de séjour est inférieur à t ou le temps de séjour réduit inférieur à  $\tau$ .

A partir de la distribution des temps de séjour on aura ainsi :

$$t_{moy} = \int_0^{+\infty} t_s \cdot E(t_s) \cdot dt_s \tag{II.5}$$

$$\sigma_t^2 = \int_0^{+\infty} (t_s - t_{moy})^2 \cdot E(t_s) \cdot dt_s$$
 (II.6)

Avec:

 $t_{moy}$  temps de séjour moyen des molécules dans le réacteur ;  $\sigma_t^2$ : la variance de la distribution qui caractérise son étalement.

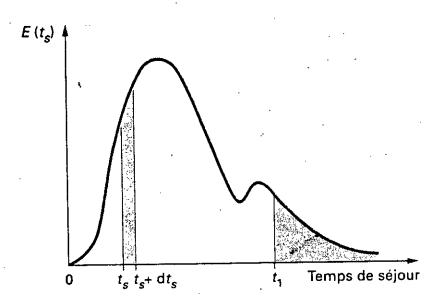


Figure II.2: distribution des temps de séjour. [7]

#### II.4- Détermination expérimentale des fonctions de distribution :

La méthode utilisée pour l'étude de la distribution des temps de séjour (DTS) dans un système, et particulièrement en génie chimique, repose toujours sur l'introduction d'un traceur ayant une propriété caractéristique supplémentaire à celle du fluide principal, toutes les autres caractéristiques restant inchangées. On applique, à l'aide d'un traceur, un certain signal à l'entrée du réacteur, de manière à ne pas perturber le régime d'écoulement, et on examine sa réponse à la sortie. Les signaux injectés dans le système peuvent être de forme quelconque; cependant on utilise plus souvent des signaux particuliers de formes telles que la réponse soit facilement exploitable. Ainsi on réalise le plus souvent des signaux du type échelon ou impulsion.[3]

#### II.4.1- Réponse à un échelon : courbe F

Dans une injection échelon, la concentration du traceur passe brusquement de 0 à  $C_0$  dans l'alimentation à l'instant t=0.

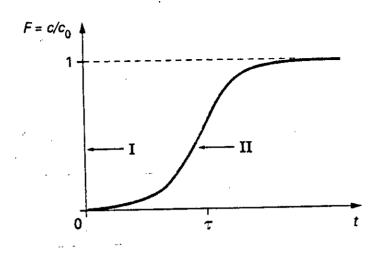
Soit C la concentration du traceur à la sortie après une injection échelon. La courbe donnant la fraction F=C/C<sub>0</sub> de fluide marqué en fonction du temps est, par définition, la courbe F (DANCKWERTS). (figure II.3) [7]

Supposons le fluide incompressible et plaçons-nous à un instant t après une injection échelon. Dans le courant de sortie, la fraction de débit marquée est celle qui a un

temps de séjour plus petit que t, soit  $\int_{0}^{t} E(t_s) dt_s$  d'où la relation :

$$E = \frac{dF}{dt_s} \tag{II.7}$$

avec: 
$$F = \int_0^t E(t_s) \cdot dt_s \tag{II.8}$$



I signal d'entrée

II réponse = courbe F

Figure III.3 réponse à une injection échelon : la courbe F. [7]

Du point de vue mathématique le signal échelon correspond à la fonction échelon unitaire, H(t), caractérisée de la manière suivante :

$$\begin{cases} H(t)=0 & pourt < 0 \\ H(t)=1 & pourt \ge 0 \end{cases}$$
 (II.9)

# II.4.2- Réponse à une impulsion : courbe C

L'expérience consiste à injecter une quantité donnée de traceur (n moles) à l'entrée du système durant un temps très court. Soit C(t) la concentration du traceur dans le flux de sortie. Pour un temps t compté à partir du moment de l'injection, la quantité de traceur sortie du réacteur peut s'exprimer à partir de la fonction de distribution des temps de séjour, soit :[3]

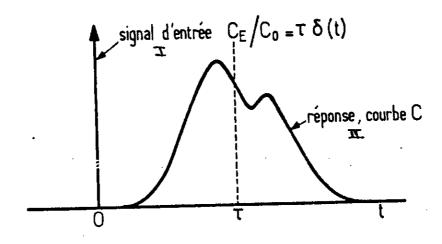
$$\int_0^t q_v \cdot C(t) \cdot dt = n \cdot \int_0^t E(t_s) \cdot dt_s$$
 (II.10)

on en déduit :

$$E(t) = \frac{q_{\nu}}{n} \cdot C(t) \tag{II.11}$$

posons  $c_0 = \frac{n}{V_R}$ , concentration qu'aurait le traceur uniformément réparti dans tout le volume, et introduisons, comme DANCKWERTS l'a proposé, la fonction  $C(t) = \frac{c}{c_0}$ . Nous obtenons la DTS:

$$E(t) = \frac{1}{\tau} \cdot C(t) \tag{II.12}$$



I : signal d'entrée

II réponse : courbe C

Figure II.4 Réponse à une injection-impulsion = la courbe C. [7]

Du point de vue mathématique le signal impulsion correspond à la fonction de Dirac  $\delta(t)$  qui est caractérisée de la manière suivante :

$$\begin{cases} \delta(t) = \infty \ pour \ t = 0 \\ \delta(t) = 0 \ pour \ t \neq 0 \end{cases}$$
 (II.13)

$$\int_{-\infty}^{+\infty} \delta(t)dt = 1 \tag{II.14}$$

#### II.5- Fonctions de distribution des divers types d'écoulement :

#### II.5.1- Ecoulement de type piston:

Un réacteur piston se comporte comme un retard pur. Toutes les molécules ont le même temps de séjour  $t_{moy} = \tau = \frac{V_R}{q}$  (II.15)

La DTS est un pic très étroit situé au temps τ, soit (figure II.5) [7]

$$E(t_s) = \delta(t_s - \tau) \tag{II.16}$$

La réponse à un échelon unité est un échelon décalé de  $\tau$  dans le temps, soit (figure II.6):

$$F(t_s) = H(t_{s-\tau}) \tag{II.17}$$

où H est la fonction échelon unité de Heaviside

#### II.5.2- Ecoulement avec mélange parfait :

Pour établir l'expression de E(t), cherchons la réponse à une injection-impulsion. Introduisons une bouffée de traceur dans le réacteur. La concentration monte instantanément à  $C_0$ , puis évolue suivant l'équation : [7]

$$V_R \cdot \frac{dc}{dt} + q \cdot c_0 = 0 \tag{II.18}$$

on en déduit :

$$C = \frac{c}{c_0} = exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \tag{II.19}$$

d'où l'on établit la DTS (figure II.5)

$$E(t_s) = \frac{1}{\tau} \cdot \exp\left(-\frac{t_s}{\tau}\right) \tag{II.20}$$

et la distribution intégrale (figure II.6)

$$F(t_s) = 1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \tag{II.21}$$

#### II.5.3- Ecoulement quelconque:

Dans un réacteur réel où l'écoulement est de type quelconque, on observe en générale des courbes intermédiaires entre les deux comportement limites (figures II.5 et II.6). Ainsi la connaissance des fonctions de distribution pour un système donné sera très importante en pratique, car, par comparaison avec les courbes correspondant aux systèmes idéaux, on pourra voir de quel type d'écoulement idéal le système considéré se rapproche le plus.

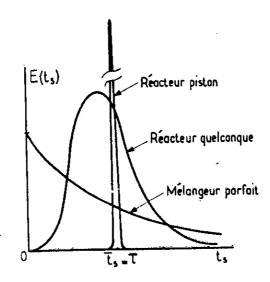


Figure II.5- Distribution des temps de séjour - Fonction de fréquence. [4]

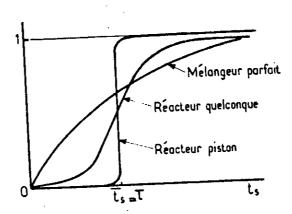


Figure II.6- Distribution des temps de séjour - Répartition intégrale. [7]

#### II.6- Interprétation des mesures de DTS:

On s'intéresse en pratique à des systèmes pour lesquels s'appliquent une ou plusieurs des hypothèses restrictives suivantes : [5]

- a) l'écoulement en régime permanent;
- b) l'écoulement est déterministe, c'est-à-dire qu'il ne fait pas intervenir de processus aléatoires macroscopiques comme des basculement de filets, des créations de tourbillons, du moins à grande échelle de temps et d'espace car il est clair qu'un processus aléatoire stationnaire rapide semblable à la turbulence sera perçu comme quasi-déterministe à l'échelle de l'expérimentateur;
- c) le fluide est incompressible;
- d) l'écoulement à travers les sections d'entrée E et de sortie S se fait uniquement par convection forcée, à l'exclusion de toute diffusion et de tout mélange en retour;
- e) les conduites d'entrée/sortie sont de petit diamètre devant les dimensions du réacteur et l'écoulement y est de type piston.

Supposons que les cinq hypothèses précédemment énoncées soient vérifiées. Si tout le volume interne  $V_R$  est accessible au fluide, le temps de passage  $\tau = \frac{V_R}{q_v}$  est égal au temps de séjour moyen  $t_{moy}$ .

Considérons maintenant une injection-impulsion dans un réacteur fermé à la diffusion et parcouru en régime permanent par un fluide incompressible. Soit Y(t) le relevé expérimental de la courbe C(t) en unités arbitraires, par exemple :

a) on ne connaît ni la quantité de traceur injectée, ni la concentration absolue à la sortie. On ne dispose que de Y(t), soit  $S = \int_{0}^{\infty} Y(t) \cdot dt$  la surface sous la courbe.

La DTS est obtenue par normation:

$$E(t) = \frac{Y(t)}{S} \tag{II.22}$$

On peut seulement en déduire le temps de séjour moyen :

$$t_{moy} = \frac{1}{S} \int_{0}^{\infty} t \cdot Y(t) \cdot dt$$
 (II.23)

b) on connaît, de plus, la quantité n de traceur injectée et le détecteur de sortie est étalonné en concentrations absolues :

$$Y(t) = C(t)$$

Du bilan de traceur  $n = \int_{0}^{\infty} q_{v} \cdot c \cdot dt$ , on déduit le débit volumique :

$$q_v = \frac{n}{S} \tag{II.24}$$

On calcul ensuite le volume accessible au fluide  $V_a$  à partir du temps de séjour moyen déterminé précédemment :

$$V_a = q_v t_{moy} (II.25)$$

c) on connaît, en outre, le volume de rétention  $V_R$  du réacteur et le débit  $q_v$  par des mesures directes.

On peut ainsi calculer  $\tau = \frac{V_R}{q_V}$  et le comparer à  $t_{moy}$ .

Si  $t_{moy} < \tau$ , ceci peut être l'indice de l'existence d'un volume mort ou stagnant  $V_m$  (figure II.7) tel que :

$$V_R = V_a + V_m \tag{II.26}$$

$$\frac{V_m}{V_R} = 1 - \frac{t_{moy}}{\tau} \tag{II.27}$$

S'il y a un lent échange de fluide entre le volume accessible et le volume stagnant, la courbe Y(t) présente une traînée, et la coupure entre  $V_a$  et  $V_m$  n'est pas franche :  $t_{moy}$  dépend de l'erreur de troncature commise en négligeant la portion finale de la traînée. A la limite, on devrait trouver  $t_{moy} = \tau$  si toute la traînée était parfaitement prise en compte.

Si  $t_{moy} > \tau$ , ceci peut signifier qu'il existe un court circuit (figure II.8), et que le pic initial correspondant au débit de court circuit  $q_c$  a échappé à l'enregistrement :

Il faut alors refaire l'injection en portant son attention sur les tout premiers instants de la réponse.

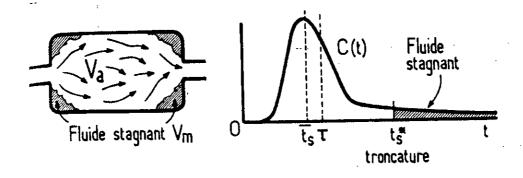


Figure II.7: Existence d'un volume mort. [5]

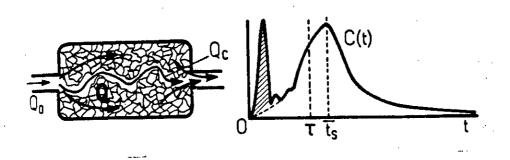


Figure II.8: Existence d'un court-circuit. [1]

# II.7- Modélisation des écoulements non idéaux :

Ayant obtenu, par la méthode des traceurs, une courbe expérimentale de distribution des temps de séjour (DTS), on se pose en général le problème de rendre compte de l'allure observée au moyen d'un modèle hydrodynamique simple.

# II.7.1- Modèle à dispersion axiale:

Le modèle d'écoulement piston avec dispersion axiale est généralement retenu pour décrire les phénomènes de rétromélange dans les films liquides; c'est l'un des modèles les plus utilisés pour décrire de façon globale les écoulements dans les réacteurs chimiques ou les unités de séparation impliquant des contacts entre phases.

Il consiste en la superposition d'un écoulement piston et d'un phénomène de dispersion axiale obéissant à la loi de FICK. La densité de flux molaire axial est donnée par :[5]

$$F = u \cdot c - D \frac{\partial c}{\partial t} \tag{II.28}$$

D est un cœfficient de dispersion phénoménologique qui dépend à la foi du fluide, du régime d'écoulement et de la structure géométrique du réacteur.

La conservation du traceur s'exprime par l'équation de la diffusion :

$$D \cdot \frac{\partial^2 c}{\partial Z^2} = u \cdot \frac{\partial c}{\partial Z} + \frac{\partial c}{\partial t}$$
 (II.29)

La solution de l'équation dépend des conditions aux limites, c'est-à-dire des hypothèses sur la dispersion qui règne en Z=0 et Z=L. On distingue essentiellement trois types de conditions (figure II.9) :

- a) le réacteur illimité, ou ouvert à la dispersion : il n'y a aucune discontinuité du flux de dispersion à l'entrée et à la sortie;
- b) le réacteur clos, ou fermé à la dispersion : en amont et en aval, le fluide n'est transporté que par convection pure;
- c) le réacteur semi-illimité, ou semi-ouvert à la dispersion soit vers l'amont, soit vers l'aval.

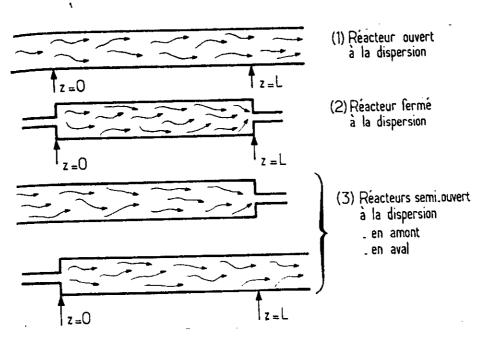


Figure II.9: Conditions aux limites du modèle à dispersion axiale. [5]

Les expressions obtenues sont souvent compliquées. La plus simple correspond à l'hypothèse a) ( réacteur illimité) pour une injection-impulsion :

$$E(t) = \frac{1}{2} \cdot \sqrt{\frac{Pe}{\pi \cdot \tau \cdot t}} \cdot exp \left[ -\frac{Pe(\tau - t)^2}{4 \cdot \tau \cdot t} \right]$$
 (II.30)

avec:

τ : temps de passage

Pe : nombre de PECLET

où  $Pe = \frac{u \cdot L}{D}$  est un paramètre adimensionnel caractérisant la dispersion.

La mise sous forme adimensionnelle en introduisant le temps réduit  $(\theta = \frac{t}{\tau})$ , l'expression de la DTS devient :

$$E(\theta) = \frac{1}{2} \cdot \sqrt{\frac{Pe}{\pi \cdot \theta}} \cdot exp\left[ -\frac{Pe(1-\theta)^2}{4 \cdot \theta} \right]$$
 (II.31)

Lorsque Pe est nettement inférieur à 100 ( disons vers Pe = 10), les conditions aux limites commencent à intervenir fortement, et il faut se reporter aux expressions exactes. Mais l'utilisation du modèle à dispersion axiale n'est pas toujours justifiée physiquement aux très petites valeurs de Pe. A noter que, dans les conditions du réacteur fermé à la dispersion,  $Pe = \infty$  correspond à l'écoulement piston (D = 0) et Pe = 0 correspond au mélangeur parfait  $(D = \infty)$ .

Donc pour chaque valeur de PECLET correspond une courbe E, la figure II.10 représente E(θ) pour différentes valeurs de Pe.

LEVENSPIEL [8] a définit la relation existant entre le nombre de PECLET (Pe) et la variance  $\sigma_i^2$  à partir des conditions aux limites, ce qui donne pour un réacteur ouvert à la dispersion :

$$\frac{\sigma_t^2}{t_{moy}^2} = \frac{2}{Pe} + \frac{8}{Pe^2} \tag{II.32}$$

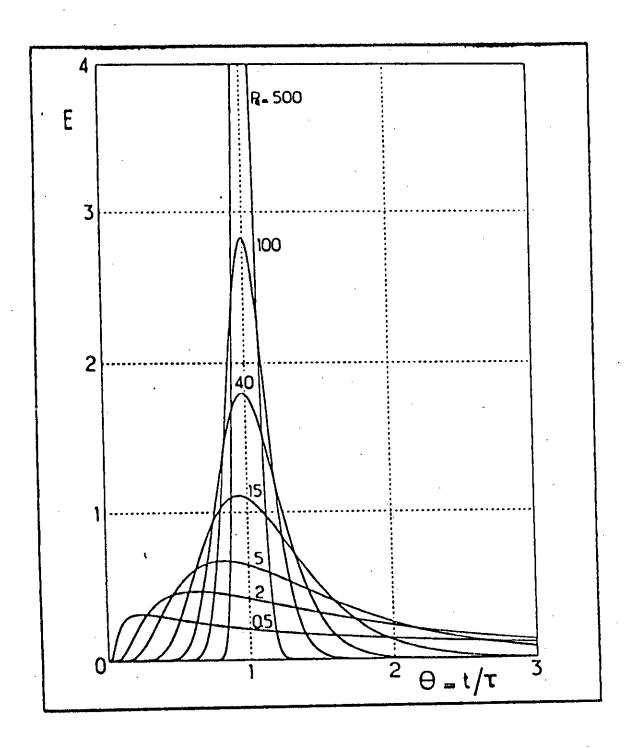


Figure II.10: Courbes de distribution des temps de séjour. Modèle d'écoulement piston à dispersion axiale. Réacteurs "ouverts à la dispersion". [5]

# II.7.2- Modèle des mélangeurs en cascade:

On peut tenter de représenter l'écoulement du fluide dans un réacteur réel en assimilant celui-ci à une cascade de J réacteurs agités en série de même volume. Le bilan transitoire dans un mélangeur de rang K de la cascade s'écrit :

$$q_{v}.c_{k-1} = q_{v}.c_k + \frac{V_R}{J} \cdot \frac{dc_k}{dt}$$
 (II.33)

ce qui correspond à la fonction de transfert :

$$\frac{c_k(s)}{c_{k-1}(s)} = g(s) = \left[\frac{(1+\tau.s)}{J}\right]^{-1}$$
 (II.34)

De proche en proche, pour toute la cascade :

$$G(s) = \left[\frac{1+\tau \cdot s}{J}\right]^{-J} \tag{II.35}$$

dont l'original dans le domaine du temps réel est la distribution des temps de séjour. C'est une distribution Gamma:

$$E(t) = \left(\frac{J}{\tau}\right)^{J} \cdot \frac{t^{J-1} \cdot exp(-\frac{J \cdot t}{\tau})}{(J-1)!}$$
(II.36)

La figure II.11 représente la DTS pour différentes valeurs de J.

J = 1 correspond au réacteur agité continu unique.

Lorsque J→∞, on se rapproche de l'écoulement piston et les courbes de la DTS sont voisines de Gaussienes symétriques.

Il est possible de généraliser cette formule au cas d'un paramètre J non entier. Il faut alors remplacer la factorielle (J-1)! par la fonction Gamma:

$$\Gamma(J) = \int_{0}^{\infty} e^{-x} \cdot x^{J-1} \cdot dx \tag{II.37}$$

D'après les figures II.10 et II.11 : le modèle à dispersion axiale et le modèle des mélangeurs en cascade sont d'essence différentes. En particulier, la matière peut remonter le courant par diffusion dans le premier alors qu'elle ne le peut pas dans le second. Néanmoins, surtout à J et Pe élevés, il est possible de faire coïncider partiellement les réponses et d'établir une équivalence entre les paramètres. En observant que Pe = 0 lorsque J = 1 dans le cas d'un réacteur fermé à la dispersion, on aboutit à une équivalence approximative entre les deux modèles :  $P \cong 2(J-1)$ . Cette équivalence donne de très bon résultats pour J > 100.

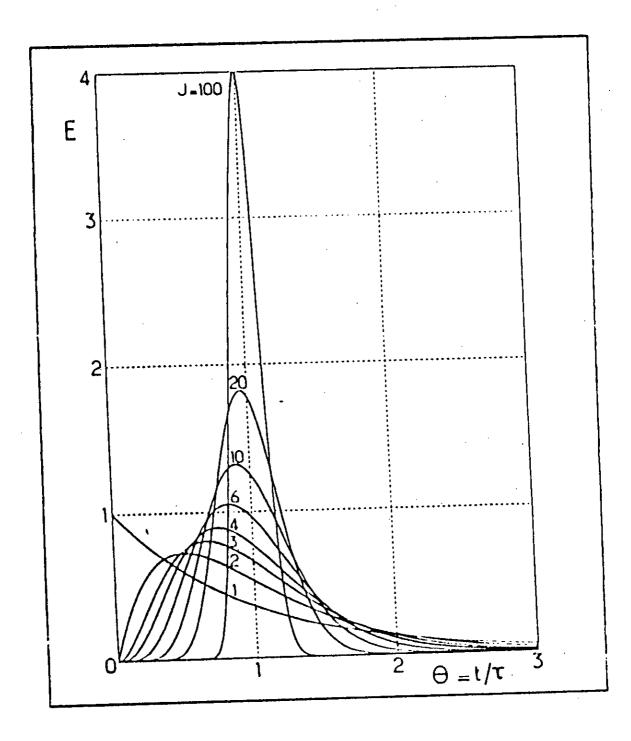


Figure II.11 : Courbe de distribution des temps de séjour. [5] Modèle des mélangeurs en cascade.

## PARTIE EXPERIMENTALE

#### ETUDE EXPERIMENTALE POUR LES REACTEURS A PAROIS ONDULEES DE LONGUEURS 0.8 ET 1M

III.1 Appareillage

III'2 Caractéristiques thermophysiques du mélange eauglycérine

III.3 Méthode de mesure, qualité du traceur

III.4 Mode opératoire

#### ETUDE EXPERIMENTALE DES REACTEURS A PAROIS ONDULEES DE LONGUEURS 0.8 ET 1M

#### III.1- Appareillage:

L'installation sur laquelle les essais ont été effectués est représentée par la figure III.1. Le réacteur, objet de notre étude, est constitué par un cylindre en verre à paroi ondulée, construit à partir d'un plan par NEOFLUX (Alger); figure II.2.

Le dispositif d'ensemble est muni d'une pompe doseuse, reliée à un réservoir de stockage, qui permet de régler le débit du liquide.

Un distributeur en verre, placé sur le sommet du réacteur, déverse le liquide de façon à former le film liquide à l'intérieur du tube ondulé.

Un collecteur de fractions constitué de flacons disposés sur un plateau tournant, sert à mesurer la distribution des temps de séjour (DTS).

#### III.2- Caractéristiques thermophysiques du mélange eau-glycérine :

Des mélanges de différentes compositions eau-glycérine ont été préparés, ensuite utilisés comme fluides de procédé. La glycérine, de formule CH<sub>2</sub>OH-CHOH-CH<sub>2</sub>OH, obtenue à partir de propylène, est un liquide qui, à température ambiante, présente une viscosité élevée. Cette denière convient particulièrement à l'étude entreprise ici grâce aux caractéristiques suivantes :

- elle est totalement soluble dans l'eau;
- présente un comportement rhéologique newtonien ;
- ne mousse pas;
- sa viscosité varie en fonction de la dilution entre 1260 cSt et 1 cSt à 25°C.

Dans notre étude, le domaine de la viscosité du liquide traité s'étend de 8 cSt (viscosité cinématique du Dodécyl-benzène avant sulfonation) à 290 cSt (viscosité de la charge organique sulfonée).

Les différentes solutions de glycérine simulent l'augmentation de la viscosité du produit de sulfonation obtenu, cette viscosité est cependant constante. Celle du produit est variable dans le temps et dans l'espace (tube du réacteur).

#### III.3- Méthode de mesure, qualité du traceur :

La méthode utilisée pour mesurer la distribution des temps de séjour dans un système et particulièrement en génie chimique, repose sur l'introduction d'un "traceur" ayant une propriété caractéristique supplémentaire à celle du fluide principal, toutes les autres caractéristiques restant inchangées.

Pour les mesures de la transmission du liquide, nous avons utilisé un colorimètre pour obtenir la réponse du signal impulsion à la sortie du réacteur.

Le colorant le mieux adapté étant une substance utilisée par les raffineurs pour le super carburant auto « rouge écarlate » (orthotoluène -azo- orthotoluène -azo- $\beta$ - naphtol ).

De plus, et vu le faible volume du traceur introduit (une goutte), ni la densité, ni la viscosité de celui-ci ne peuvent altérer les caractéristiques du fluide visqueux employé.

#### III.4- Mode opératoire:

Deux séries d'expériences ont été menées concernant respectivement les réacteurs à parois ondulées de longueurs 0.8 et 1m.

Dans chaque série d'expérience nous avons préparé six solutions de viscosité cinématique différentes (8; 61; 124; 175; 240 et 290 cSt), pour chacune des viscosités nous avons fait varié le débit d'alimentation (140; 275; 415 et 575 ml/h).

Au couple (viscosité, débit) fixé, nous avons suivi le protocole opératoire suivant :

- régler le débit désiré au moyen de la pompe doseuse ;

- attendre quelques minutes pour que le régime soit établi ;

- introduire très rapidement (injection-impulsion) une goutte de colorant à l'aide d'une aiguille seringue, juste à l'entrée du réacteur, dans le corps du liquide ;

- en même temps un chronomètre est déclenché;

- faire tourner le collecteur de fraction au moment où la goutte de colorant est injectée à l'entrée du réacteur, un certain nombre de fractions sont ainsi recueillis à intervalles de temps réguliers;

- mesurer la transmission de chacune des fractions au moyen du colorimètre.

La distribution des temps de séjour (DTS) est obtenue en portant la valeur de la fonction de distribution d'âge externe E(t) en fonction du temps.

Le volume de rétention (volume du liquide retenu par le réacteur) est mesuré en recueillant le liquide à la sortie du réacteur pendant 1h après avoir arrêté la pompe. Ce volume est utilisé pour calculer l'épaisseur expérimentale moyenne du film liquide.

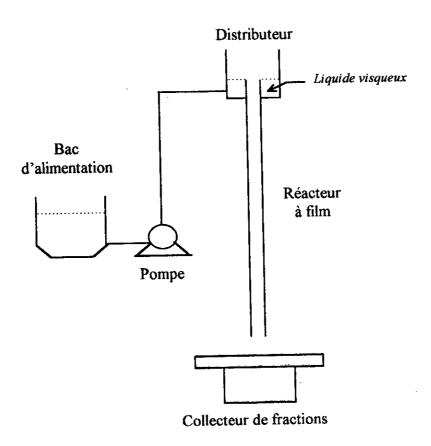


Figure III.1 : Schéma du dispositif expérimental.

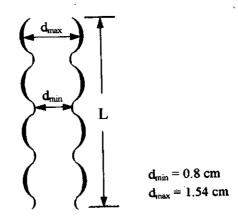


Figure III.2 : Schéma du réacteur à paroi ondulée.

### RESULTATS ET INTERPRETATION DES ESSAIS EXPERIMENTAUX

- IV.1 Méthode de calcul de la DTS
- IV.2 Discussion et interprétation
- IV.3 Modélisation des réacteurs

#### RESULTATS ET INTERPRETATION DES ESSAIS EXPERIMENTAUX

#### IV.1- Méthode de calcul de la DTS:

Pour accéder à la distribution des temps de séjour (DTS) nous utiliserons l'équation donnant la réponse impulsionnelle :

$$E(t_i) = \frac{c_i(t)}{\sum_{k=1}^{N} c_k(t) \cdot \Delta t_k}$$
 (IV.1)

où:

c<sub>i</sub>(t) est la concentration en traceur de la fraction i à la sortie du réacteur ;

N: le nombre de fractions.

D'après la loi de BEER-LAMBERT, la concentration en colorant, c(t) est proportionnelle à l'absorbance A(t):

$$c(t) = \alpha A(t)$$
 (IV.2)

avec:

α : facteur de proportionnalité.

L'expression de E(t<sub>i</sub>) devient alors :

$$E(t_i) = \frac{A_i(t)}{\sum_{k=1}^{N} A_k(t_k) \cdot \Delta t_k}$$
 (IV.3)

L'absorbance est obtenue par ailleurs à l'aide de la relation :

$$A = -log_{10}(\frac{T}{100}) \tag{1V.4}$$

avec:

T: la transmission (mesure expérimentale sur l'échantillon).

Aussi, d'autres paramètres hydrodynamiques peuvent être calculés :

- le temps de séjour moyen :

$$t_{moy} = \sum_{i=1}^{N} t_i \cdot E(t_i) \cdot \Delta t_i$$
 (IV.5)

- la variance de la distribution est définie comme suit :

$$\sigma_t^2 = \sum (t_i - t_{moy})^2 \cdot E(t_i) \cdot \Delta t_i$$
 (IV.6)

- le nombre de PECLET caractérisant la dispersion s'écrit :

$$Pe = \frac{8}{\sqrt{1 + 8 \cdot \frac{\sigma_t^2}{t_{moy}^2} - 1}}$$
 (IV.7)

- l'épaisseur expérimentale moyenne s'écrit :

$$e_{\text{exp}} = \frac{V_R}{\pi \cdot \phi_{\text{int}} L_{eq}}$$
 (IV.8)

avec:

φ<sub>int</sub>: diamètre intérieur du tube ondulé (8 mm);

V<sub>R</sub>: volume de rétention de l'appareil;

 $L_{eq}$ : longueur équivalente du réacteur (longueur que devrait présenter le tube si la paroi ondulée venait à se redresser pour devenir lisse).

- le volume actif (accessible) s'écrit : 
$$V_a = q_v t_{moy}$$
 (IV.9)

- le nombre de REYNOLDS est défini comme suit :

$$Re = 4 \times \frac{Q_{\nu}}{v_L} \tag{IV.10}$$

avec:

Qv : débit d'alimentation rapporté au périmètre mouillé de la section droite minimale  $(\phi_{min})$  du tube.

v<sub>1</sub>: viscosité cinématique du liquide traité (cSt)

Les calculs de ces paramètres hydrodynamiques ont été effectués en exploitant le logiciel EXCEL 5.0 sous environnement WINDOWS 3.1.

Nous présentons dans le tableau IV.1 les résultats expérimentaux de l'évolution du volume de rétention (en ml) en fonction du débit d'alimentation et de la viscosité. Nous avons de même présenté dans les tableaux de VI.2 à VI.7 les résultats des calculs effectués pour déterminer les différents paramètres considérés : l'épaisseur expérimentale, le volume actif, le temps de séjour moyen, la variance  $(\sigma_i^2)$ , les nombres de REYNOLDS et de PECLET, et ceci pour différentes viscosités et différents débits.

Nous avons de même porté sur les figures de IV.1 à IV.4 les courbes d'évolutions de l'épaisseur expérimentale du film en fonction du débit aux différentes valeurs de la viscosité, et en fonction de la viscosité aux différents débits d'alimentation pour les deux réacteurs ondulés (0.8m et 1m).

De même nous avons porté les courbes d'évolution du temps de séjour en fonction du débit aux différentes valeurs de la viscosité, et en fonction de la viscosité aux différents débits pour les deux longueurs (figures de IV.5 à IV.8).

Tableau IV.1 : Evolution du volume de rétention (ml) en fonction du débit d'alimentation et de la viscosité.

Γ	Débit	Viscosité (cSt).						
	(ml/h)	8	61	124	175	240	290	
	575	10,50	14,75	18,00	20,75	23,75	27,25	
Réacteur	415	8,00	11,75	14,25	17,75	20,25	23,00	
0,8m	275	5,75	9,75	12,25	15,25	17,25	20,00	
0,011	140	4,25	7,25	9,50	12,25	14,25	17,00	
	575	11,50	15,50	19,25	22,25	26,25	30,75	
Réacteur	415	9,50	13,50	16,25	19,75	22,25	26,00	
Im	275	8,00	11,00	14,50	16,75	19,25	22,50	
1,,,,	140	6,25	9,25	11,50	14,25	17,00	20,00	

Tableau IV.2 : Evaluation des paramètres hydrodynamiques de la viscosité 8 cSt.

[	Débit			Viscosii	té 8 cSt.		
Ì	(ml/h).	e <sub>exp</sub> (mm)	V <sub>a</sub> (ml)	t <sub>moy</sub> (s)	$\sigma_t^2(s^2)$	Pe	Re
	575	0,47	3,51	22	149	9	3,18
Réacteur	415	0,36	3,23	28	178	12	2,29
0,8m	275	0,26	2,90	38	. 451	9	1,52
0,077	140	0,19	2,18	56	1054	9	0,77
	575	0,42	7,35	46	2177	3	3,18
Réacteur	415	0,34	5,88	51	1140	7	2,29
lm	275	0,29	4,66	61	1540	7	1,52
1111	140	0,23	2,88	74	1085	13	0,77

Tableau IV.3: Evaluation des paramètres hydrodynamiques de la viscosité 61 cSt.

ſ	Débit			Viscosit	té 61 cSt		
1	(ml/h).	e <sub>exp</sub> (mm)	V <sub>a</sub> (ml)	t <sub>moy</sub> (s)	$\sigma_t^2(s^2)$	Pe	Re
	575	0,67	4,15	26	187	10	0,42
Réacteur	415	0,53	3,46	30	289	9	0,30
0,8m	275	0,44	3,21	42	625	8	0,20
0,011	140	0,33	2,45	63.	1189	10	0,10
	575	0,56	7,67	48	858	7	0,42
Réacteur	415	0,49	6,34	55	633	13	0,30
Im	275	0,40	4,81	63	992	11	0,20
1111	140	0,33	3,38	87	2003	10	0,10

Tableau IV.4: Evaluation des paramètres hydrodynamiques de la viscosité 124 cSt.

ſ	Débit			Viscosité	124 cSt.		
	(ml/h).	e <sub>exp</sub> (mm)	V <sub>a</sub> (ml)	t <sub>moy</sub> (s)	$\sigma_t^2(s^2)$	Pe	Re
	575	0,81	5,43	34	313	10	0,21
Réacteur	415	0,64	4,61	40	418	10	0,15
0,8m	275	0,55	3,90	51	520	13	0,10
-	140	0,43	2,96	76	2255	8	0,05
	575	0,70	9,58	60	896	11	0,21
Réacteur	415	0,59	7,49	65	1210	10	0,15
1m	275	0,52	5,81	76	1372	10	0,10
	140	0,42	4,04	104	1783	15	0,05

Tableau IV.5: Evaluation des paramètres hydrodynamiques de la viscosité 175 cSt.

Γ	Débit			Viscosité	175 cSt.		
	(ml/h).	e <sub>exp</sub> (mm)	V <sub>a</sub> (ml)	t <sub>moy</sub> (s)	$\sigma_t^2(s^2)$	Pe	Re
	575	0.94	6,39	40	475	10	0,15
Réacteur	415	0,80	5,42	47	642	10	0,11
0,8m	275	0,69	4,28	56	812	11	0,07
0,0	140	0,55	3,19	82	1836	10	0,04
	575	0,80	11,02	69	965	13	0,15
Réacteur	415	0,71	9,11	79	3214	8	0,11
1m	275	0,61	6,49	85	1520	12	0,07
1""	140	0,52	4,39	113	2177	15	0,04

Tableau IV.6 : Evaluation des paramètres hydrodynamiques de la viscosité 240 cSt.

ſ	Débit			Viscosité	240 cSt.		
	(ml/h).	e <sub>exp</sub> (mm)	V <sub>a</sub> (ml)	t <sub>moy</sub> (s)	$\sigma_t^2(s^2)$	Pe	Re
	575	1,07	7,19	45	813	8	0,11
Réacteur	415	0,92	6,34	55	846	10	0,08
0,8m	275	0,78	4,89	64	882	12	0,05
-,	140	0,64	3,38	87	1752	12	0,03
	575	0,95	11,98	75	2034	8	0,11
Réacteur	415	0,80	10,14	88	2920	8	0,08
1m	275	0,70	7,94	104	3432	9	0,05
	140	0,61	5,76	148	7502	9	0,03

Tableau IV.7: Evaluation des paramètres hydrodynamiques de la viscosité 290 cSt.

ſ	Débit	Ţ		Viscosité	§ 290 cSt.		
	(ml/h).	e <sub>exp</sub> (mm)	<b>V</b> , (ml)	t <sub>moy</sub> (s)	$\sigma_t^2(s^2)$	Pe	Re
	575	1,23	8,78	55	992	9	0,09
Réacteur	415	1,04	7,72	67	1209	10	0,06
0,8m	275	0,90	5,73	75	2144	8	0,04
0,0111	140	0,77	3,66	94	2016	12	0,02
	575	1,11	12,78	80	1200	14	0,09
Réacteur	415	0,94	10,61	92	2625	9	0,06
Im	275	0,81	8,40	110	2596	12	0,04
2111	140	0,72	6,07	156	7949	9	0,02

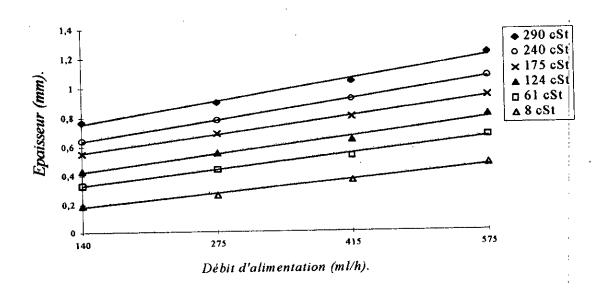


Figure IV.1 : Courbes d'évolution de l'épaisseur expérimentale du film en fonction du débit aux différentes valeurs de la viscosité pour le réacteur 80 cm.

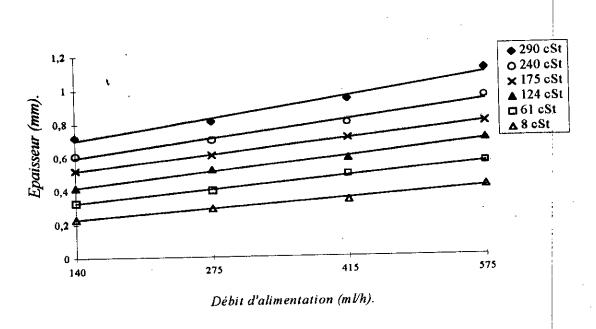


Figure IV.2 : Courbes d'évolution de l'épaisseur expérimentale du film en fonction du débit aux différentes valeurs de la viscosité pour le réacteur 1m.

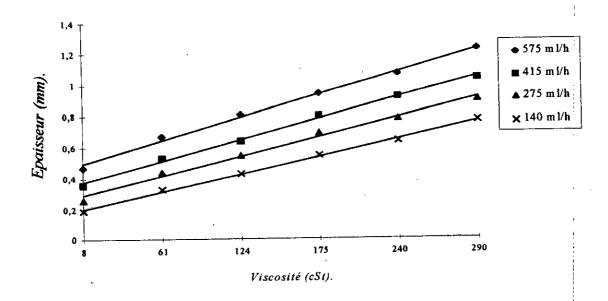


Figure IV.3: Courbes d'évolution de l'épaisseur expérimentale du film en fonction de la viscosité aux différents débits pour le réacteur 80 cm.

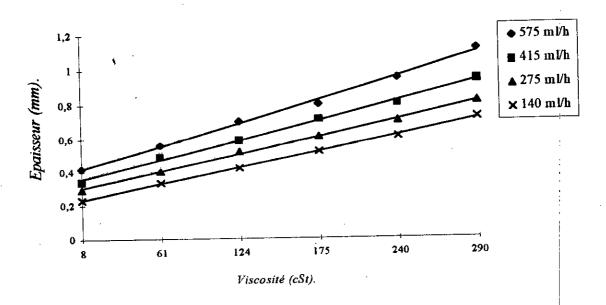


Figure IV.4 : Courbes d'évolution de l'épaisseur expérimentale du film en fonction de la viscosité aux différents débits pour le réacteur 1m.

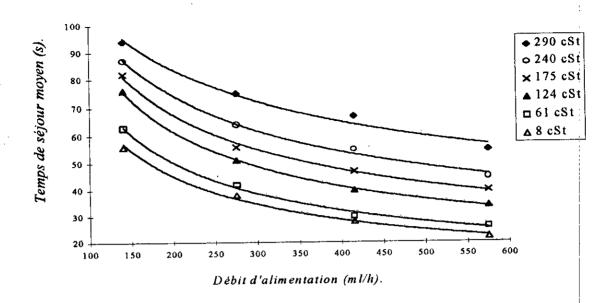


Figure IV.5 : Courbes d'évolution du temps de séjour moyen en fonction du débit aux différentes valeurs de la viscosité pour le réacteur 80 cm.

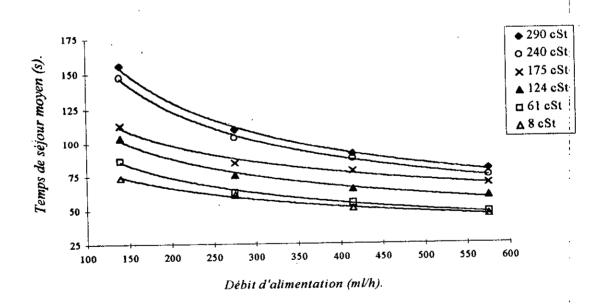


Figure IV.6 : Courbes d'évolution du temps de séjour moyen en fonction du débit aux différentes valeurs de la viscosité pour le réacteur 1m.

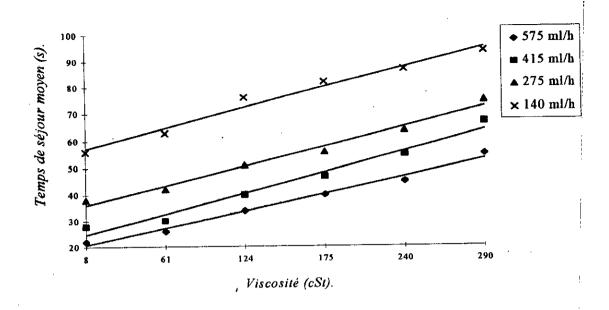


Figure IV.7 : Courbes d'évolution du temps de séjour moyen en fonction de la viscosité aux différents débits pour le réacteur 80 cm.

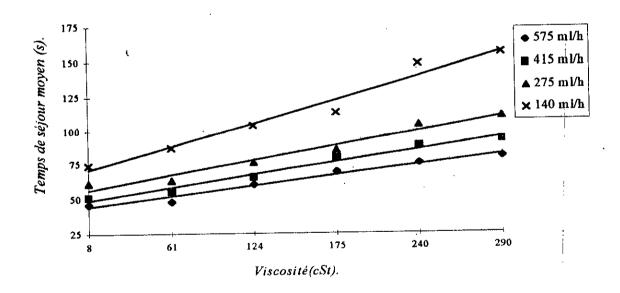


Figure IV.8 : Courbes d'évolution du temps de séjour moyen en fonction de la viscosité aux différents débits pour le réacteur 1m.

#### IV.2-Discussion et interprétation:

D'après les valeurs calculées du nombre de REYNOLDS qui ne dépasse pas 4, l'écoulement serait laminaire dans toutes les expériences que nous avons menées. Les débits du liquide utilisé sont relativement faibles et inférieurs à 600 ml/h, qui représente le débit utilisé au cours des sulfonations du DDB dans le laboratoire de sulfonation des charges organiques.

Le tableau IV.1 montre l'évolution du volume de rétention en fonction du débit d'alimentation à différentes valeurs de la viscosité. Il apparaît clairement que ce volume de rétention augmente avec le débit d'alimentation ainsi qu'avec la viscosité et la longueur du réacteur. En réalité, l'appareil qui est le siège de l'écoulement peut retenir plus de liquide lorsqu'il est alimenté par un débit élevé ou lorsque le liquide utilisé est visqueux ou lorsque le réacteur est long.

Les courbes des figures IV.3 et IV.4 illustrent l'évolution de l'épaisseur expérimentale du film en fonction de la viscosité aux différents débits d'alimentation et pour différentes longueurs du réacteur. Il vient que le film liquide présente une épaisseur qui augmente avec le débit d'alimentation et aussi avec la viscosité cinématique du fluide.

La comparaison entre les deux longueurs (0.8 et 1m) des tubes ondulés, nous permet de constater que l'épaisseur expérimentale du film diminue avec l'augmentation de la longueur. Ce phénomène s'expliquerait par le fait que le film "s'étire" plus dans le réacteur de 1m quelque soit le débit. En fait, ce résultat a été aussi observé dans le cas des réacteurs à paroi lisse [9] où l'épaisseur du film était de plus en plus faible lorsque la longueur du tube s'élevait.

L'augmentation du débit d'alimentation rend de plus en plus faible le temps de séjour des molécules à l'intérieur de l'appareil, ce résultat est en effet confirmé par les courbes tracées dans les figures IV.5 et IV.6. Au fur et à mesure que la viscosité cinématique du liquide augmente, le temps de séjour moyen croît, cette évolution est illustrée par les courbes des figures IV.7 et IV.8.

Enfin, l'examen des figures IV.7 et IV.8 nous permet de constater que le temps de séjour moyen des molécules est plus important dans le réacteur 1m que celui de 0.8m.

#### IV.3- Modélisation des réacteurs:

Après avoir obtenu les courbes de DTS pour les réacteurs étudiés, il serait intéressant, comme mentionné dans la partie théorique, d'établir un modèle hydrodynamique. Le choix du modèle du réacteur piston à dispersion axiale fût le mieux adapté pour les réacteurs à paroi lisse [9]. Concernant les réacteurs à paroi ondulée, et vu que les valeurs de PECLET faibles pour ce type de réacteur, le modèle des mélangeurs en cascade semble le plus adéquat.

Pour ce faire, nous avons pris comme exemple de modélisation le réacteur ondulé de 0.8m au débit de 415 ml/h en utilisant le liquide ayant la viscosité cinématique de 8 cSt. Cette modélisation consiste à superposer la courbe expérimentale E(t) avec la courbe théorique du modèle choisi (équation II.36). La valeur du nombre de réacteurs en cascade (J) qui donne la meilleure superposition des deux courbes est retenue.

Ainsi, pour notre exemple (voir figure IV.9), la valeur de J est de 6.

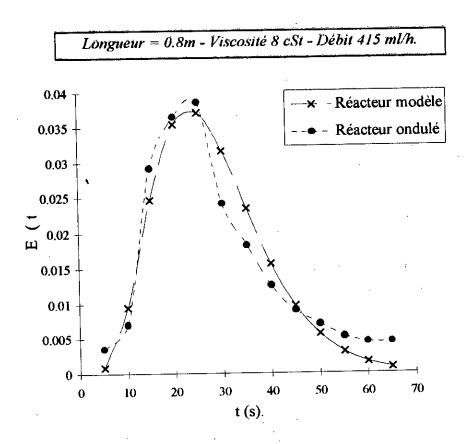


Figure IV.9 : Courbes de DTS du réacteur ondulé et du modèle.

# CORRELATIONS PREDICTIVES SUR LES REACTEURS A PAROIS ONDULEES DE LONGUEURS 0.8 ET 1M

- V.1 Corrélation sur l'épaisseur du film
- V.2 Corrélations sur le temps de séjour moyen

#### CORRELATIONS PREDICTIVES SUR LES REACTEURS A PAROIS ONDULEES DE LONGUEURS 0.8 ET 1M

Dans le but de "visualiser mathématiquement" les variations des différents paramètres intervenant dans cette étude hydrodynamique, il nous a paru intéressant de corréler ces différents paramètres de telle façon à étendre l'étude aux longueurs de réacteurs non réalisables.

Nous présentons des corrélations qui sont en principe prédictives ; elles permettent en effet de prédire l'épaisseur du film et le temps de séjour moyen pour n'importe quel débit considéré, et pour n'importe quelle viscosité du domaine étudié.

#### V.1- Corrélation sur l'épaisseur du film :

L'exploitation du logiciel TSP version 7.0 nous a permis de corréler nos résultats expérimentaux sur l'épaisseur du film en fonction du débit et de la viscosité.

L'examen des courbes de IV.1 à IV.4 permet de supposer une variation linéaire de l'épaisseur du film en fonction du débit d'alimentation et en fonction de la viscosité du liquide. Les corrélations proposées sont rassemblées dans le tableau V.1 suivies de leurs coefficients de détermination (R<sup>2</sup>) ainsi que les écarts absolus moyens (E), l'indice E est défini comme suit :

$$E = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} \frac{\left| V_{exp} - V_{cal} \right|}{V_{exp}}$$

avec:

V<sub>exp</sub>: valeur expérimentale;

V<sub>cal</sub>: valeur calculée par corrélation; N: nombre de points expérimentaux.

Tableau V.1 : corrélations de l'épaisseur du film en fonction du débit et de la viscosité.

Réacteur	Corrélation	$\mathbb{R}^2$	E(%)
0.8m	$\mathbf{e_{exp}} = 0,0008546 \times \mathbf{q_v} + 0,0022107 \times \mathbf{v_L} + 0,0406069$	0,984	4,94
1m	$\mathbf{e_{exp}} = 0,0006547 \times \mathbf{q_v} + 0,0019677 \times \mathbf{v_L} + 0,0826163$	0,983	4,34

#### V.2- Corrélations sur le temps de séjour moyen :

Concernant le temps de séjour moyen, l'analyse des figures IV.5 et IV.6 laisse supposer une variation en puissance de ce paramètre en fonction du débit d'alimentation et ceci pour les deux longueurs de réacteurs étudiés. Par contre, les courbes des figures IV.7 et IV.8 quant à elles laisse prédire une variation linéaire du temps de séjour moyen en fonction de la viscosité.

Des corrélation sont établies en utilisant les logiciels GRAPHER et EXCEL sous WINDOWS, leurs expressions sont reportées dans les tableaux V.2 à V.5.

Tableau V.2 : Corrélations du temps de séjour moyen en fonction du débit pour le réacteur 0.8m.

 $R^2$ E(%) Corrélation Viscosité (cSt)  $\mathbf{t_{moy}} = 1498,06469 \times \mathbf{q_v}^{-0,660891}$ 0.995 2,10 8  $t_{\text{moy}} = 1527,03648 \times q_v^{-0.644444}$ 2,43 0,993 61  $\mathbf{t_{moy}} = 1288,28392 \times \mathbf{q_v}^{-0,573926}$ 0,999 0,90 124  $\mathbf{t_{moy}} = 982,67937 \times \mathbf{q_v}^{-0.505209}$ 0,996 1,37 175  $\mathbf{t_{moy}} = 826,92335 \times \mathbf{q_v}^{-0,454733}$ 0.994 1,54 240  $\mathbf{t_{moy}} = 573,27814 \times \mathbf{q_v}^{-0,36322}$ 2,45 0,978 290

Tableau V.3: Corrélations du temps de séjour moyen en fonction de la viscosité pour le réacteur 0.8m.

Débit (ml/h)	Corrélation Corrélation	R <sup>2</sup>	E(%)
575	$t_{\text{moy}} = 0,1138997 \times v_{\text{L}} + 19,9530177$	0,985	2,98
415	$t_{moy} = 0,1385295 \times v_L + 23,7667585$	0,973	5,21
275	$t_{\text{moy}} = 0,1280306 \times v_{\text{L}} + 35,1714276$	0,982	2,76
140	$t_{\text{moy}} = 0,1341442 \times v_{\text{L}} + 56,2564173$	0,979	2,40

Tableau V.4 : Corrélations du temps de séjour moyen en fonction du débit nour le réacteur 1m.

Viscosité (cSt)	débit pour le reacteur 1m.  Corrélation	R <sup>2</sup>	E(%)
8	$t_{\text{moy}} = 405,287516 \times q_{\text{v}}^{-0,341875}$	0,993	1,32
61	$\mathbf{t_{moy}} = 674,792793 \times \mathbf{q_v}^{-0,417158}$	0,995	1,42
124	$t_{\text{moy}} = 723,298591 \times q_{\text{v}}^{-0.396295}$	0,987	2,38
175	$t_{\text{moy}} = 592,070576 \times q_{\text{v}}^{-0,338298}$	0,980	2,05
240	$t_{\text{moy}} = 1551,603868 \times q_{\text{v}}^{-0,477386}$	0,998	1,07
290	$\mathbf{t_{moy}} = 1600,388411 \times \mathbf{q_v}^{-0,473296}$	0,998	1,11

Tableau V.5 : Corrélations du temps de séjour moyen en fonction de la viscosité pour le réacteur 1m.

Débit (ml/h)	Corrélation	R <sup>2</sup>	E(%)
575	$t_{\text{moy}} = 0,1302786 \times v_L + 43,5016291$	0,977	2,79
415	$t_{\text{moy}} = 0,1592587 \times v_{\text{L}} + 47,8309548$	0,976	3,48
275	$t_{\text{moy}} = 0,1893014 \times v_{\text{L}} + 54,8345576$	0,971	3,89
140	$t_{\text{moy}} = 0.3023077 \times v_{L} + 68.4212874$	0,975	3,07

# ETUDE COMPARATIVE DES REACTEURS A PAROIS LISSES ET ONDULEES

- VI.1 Comparaisons des épaisseurs du film
- VI.2 Comparaisons des temps de séjour moyens
- VI.3 Comparaisons des rapports e<sub>lisse</sub>/e<sub>ond</sub> et t<sub>lisse</sub>/t<sub>ond</sub>

#### ETUDE COMPARATIVE DES REACTEURS A PAROIS LISSES ET ONDULEES

Tous nos essais ont été réalisés dans des réacteurs tubulaires à parois ondulées. Il nous a paru cependant intéressant, afin d'enrichir cette étude d'établir une comparaison entre les deux types de réacteurs; l'un à paroi lisse [9] et l'autre à paroi ondulée et de nous rendre compte ainsi de l'effet de la géométrie de la paroi supportant le film liquide et ceci en s'intéressant essentiellement à l'épaisseur expérimentale du film et aux temps de séjour moyens des molécules ainsi que les rapports (lisse/ondulé) des épaisseurs et des temps de séjour.

Tableau VI.1: Comparaison des épaisseurs du film lisse et ondulé (mm).

	Débit	Viscos	ité 8 cSt
	ml/h	Tube lisse	Tube ondulé
	575	0,40	0,47
Léacteur 0.8m	415	0,32	0,36
	275	0,29	0,31
-	140	0,22	0,23
	575	0,38	0,42
acteur	415	0,31	0,34
Im _	275	0,26	0,29
	140	0,20	0,23

Tableau VI.2: Comparaison des épaisseurs du film lisse et ondulé (mm).

T T	Débit	Viscosité 61 cSt	
	ml/h	Tube lisse	Tube ondulé
	575	0,61	0,67
acteur	415	0,52	0,53
0.8m	275	0,42	0,44
	140	0,31	0,33
	575	0,55	0,56
rataur	415	0,47	0,49
Réacteur Im	275	0,38	0,40
	140	0,31	0,33

Tableau VI.3: Comparaison des épaisseurs du film lisse et ondulé (mm).

ſ	Débit	Viscosit	é 124 cSt
ļ	ml/h	Tube lisse	Tube ondulé + -
	575	0,81	0,83
Réacteur	415	0,61	0,64
0.8m	275	0,47	0,55
	140	0,37	- 0,43
The state of the s	575	0,63	0,70
Réacteur	415	0,53	0,59
1m	275	0,43	0,52
	140	0,35	0,42

Tableau VI.4: Comparaison des épaisseurs du film lisse et ondulé (mm).

. [	Débit	Viscosite	175 cSt "
	ml/h	Tube lisse	Tube ondulé
	575	0,86	0,94
Réacteur	- 415	0,73	0,80
0.8m	275	0,61	. 0,69
0.0	140	0,46	0,55
	575	0,70	0,80
Réacteur	415	0,59	0,71
1m	275	0,49	- 0,61 +
	140	0,39	0,52

Tableau VI.5: Comparaison des épaisseurs du film lisse et ondulé (mm).

ſ	Débit	Viscosité 240 cSt	
<u> </u>	ml/h	Tube lisse	Tube ondulé
	575	0,98	1,07
éacteur	415	0,82	0,92
0.8m	275	0,70	0,78
	140	0,61	0,64
	575	0,87	0,95
acteur	415	0,72	0,80
lm	275	0,58	0,70
	140	0,49	0,61

Tableau VI.6: Comparaison des épaisseurs du film lisse et ondulé (mm).

	Débit	Viscosité 290 cSt	
	ml/h	Tube lisse	Tube ondulé
	575	1,16	1,23
Réacteur	415	0,94	1,04
0.8m	275	0,78	0,90
0.011	140	0,63	0,77
	575	1,09	1,11
Réacteur Im	415	0,89	0,94
	275	0,67	0,81
	140	0,52	0,72

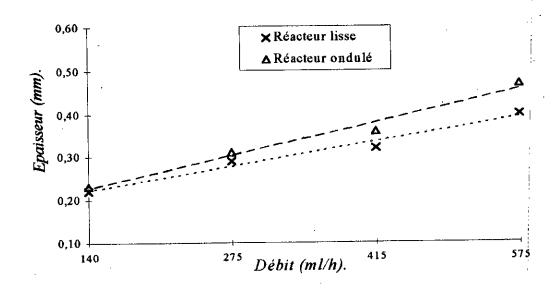


Figure VI.1 : Courbes de comparaisons de l'épaisseur du film pour la viscosité 8 cSt des réacteurs lisse et ondulé de longueur 80 cm.

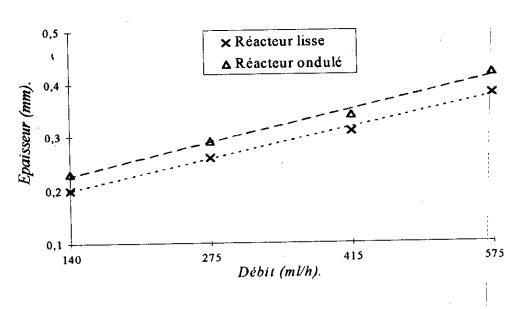


Figure VI.2 : Courbes de comparaisons de l'épaisseur du film pour la viscosité 8 cSt des réacteurs lisse et ondulé de longueur 1m.

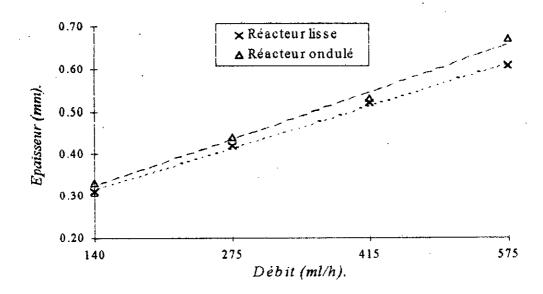


Figure VI.3 : Courbes de comparaisons de l'épaisseur du film pour la viscosité 61 cSt des réacteurs lisse et ondulé de longueur 80 cm.

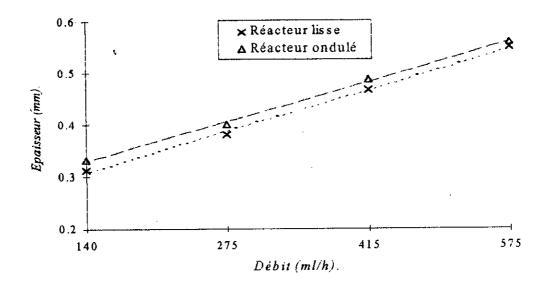


Figure VI.4 : Courbes de comparaisons de l'épaisseur du film pour la viscosité 61 cSt des réacteurs lisse et ondulé de longueur 1m.

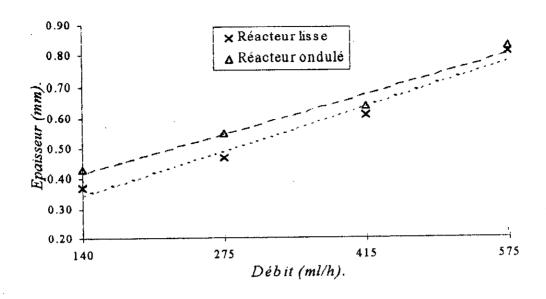


Figure VI.5 : Courbes de comparaisons de l'épaisseur du film pour la viscosité 124 cSt des réacteurs lisse et ondulé de longueur 80 cm.

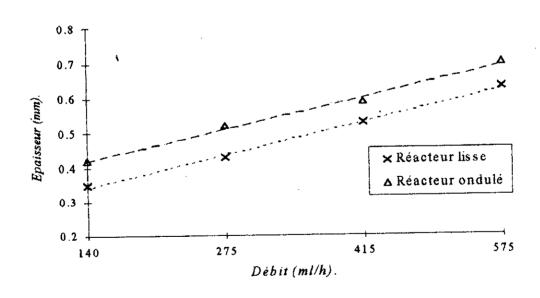


Figure VI.6 : Courbes de comparaisons de l'épaisseur du film pour la viscosité 124 cSt des réacteurs lisse et ondulé de longueur 1m.

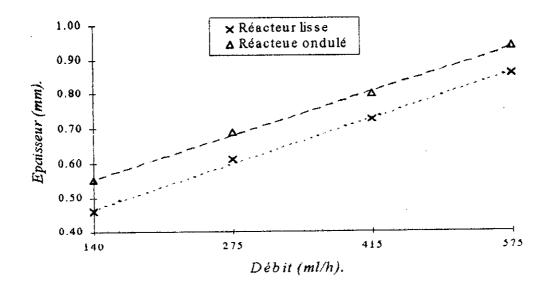


Figure VI.7 : Courbes de comparaisons de l'épaisseur du film pour la viscosité 175 cSt des réacteurs lisse et ondulé de longueur 80 cm.

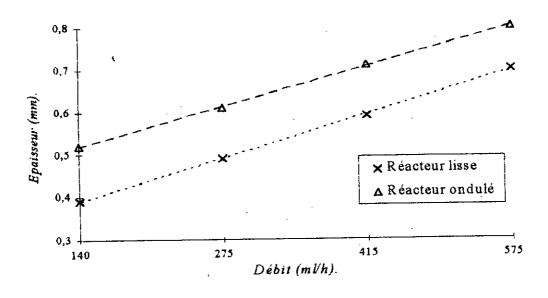


Figure VI.8 : Courbes de comparaisons de l'épaisseur du film pour la viscosité 175 cSt des réacteurs lisse et ondulé de longueur 1m.

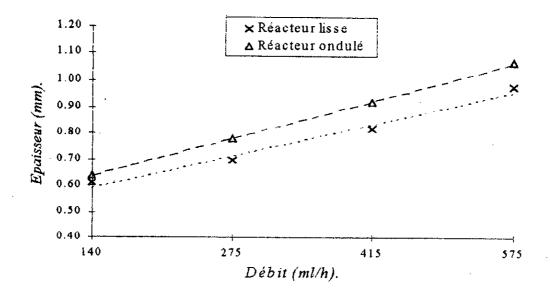


Figure VI.9 : Courbes de comparaisons de l'épaisseur du film pour la viscosité 240 cSt des réacteurs lisse et ondulé de longueur 80 cm.

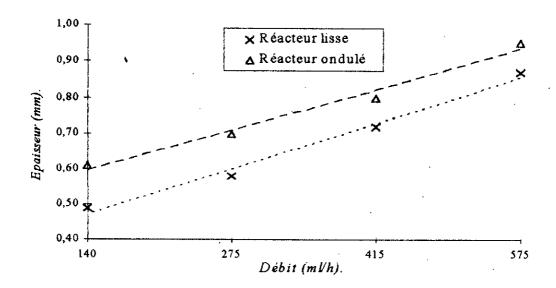


Figure VI.10 : Courbes de comparaisons de l'épaisseur du film pour la viscosité 240 cSt des réacteurs lisse et ondulé de longueur 1m.

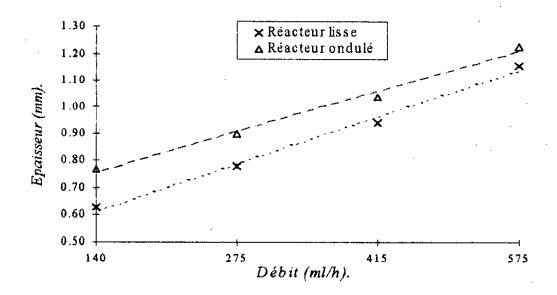


Figure VI.11 : Courbes de comparaisons de l'épaisseur du film pour la viscosité 290 cSt des réacteurs lisse et ondulé de longueur 80 cm.

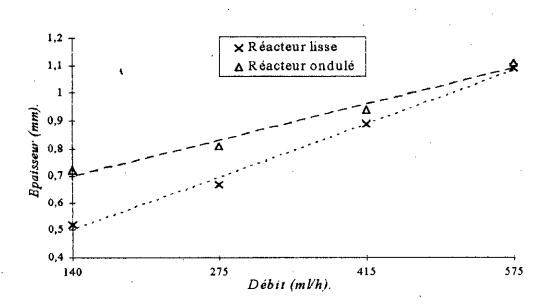


Figure VI.12 : Courbes de comparaisons de l'épaisseur du film pour la viscosité 290 cSt des réacteurs lisse et ondulé de longueur 1m.

Tableau VI.7: Comparaison des temps de séjour moyens du film lisse et ondulé (s).

	Débit	Viscosité 8 cSt	
	ml/h	Tube lisse	Tube ondulé
	575	45	22
acteur	415	49	28
0.8m	275	74	38
U.O	140	106	56
	575	48	46
acteur	415	68	51
lm	275	82	61
1""	140	112	74

Tableau VI.8: Comparaison des temps de séjour moyens du film lisse et ondulé (s).

Γ-	Débit	Viscosité 61 cSt	
	ml/h	Tube lisse	Tube ondulé
	575	66	26
Santaur	415	84	30
acteur	275	110	42
0.8m	140	143	63
	575	79	48
	415	94	55
Réacteur 1m	275	115	63
	140	182	87

Tableau VI.9: Comparaison des temps de séjour moyens du film lisse et ondulé (s).

ſ	Débit	Viscosité 124 cSt	
ļ	ml/h	Tube lisse	Tube ondule
	575	86	34
Réacteur	415	94	40
0.8m	275	114	51
	140	172	76
	575	92	60
éacteur	415	120	65
1m	275	124	76
	140	207	104

Tableau VI.10: Comparaison des temps de séjour moyens du film lisse et ondulé (s).

	Débit	Viscosité 175 cSt	
	ml/h	Tube lisse	Tube ondulé
	575	93	40
Réacteur	415	116	47
0.8m	275	146	56
J. 5	140	185	82
	575	98	69
acteur	415	137	79
Im _	275	156	85
	140	229	113

Tableau VI.11: Comparaison des temps de séjour moyens du film lisse et ondulé (s).

Γ	Débit	Viscosité 240 cSt	
	ml/h	Tube lisse	Tube ondulé
	575	113	45
Réacteur	415	124	55
0.8m	275	155	64
	140	234	87
	575	124	75
Réacteur	415	144	88
1m	275	163	104
	140	265	148

Tableau VI.12: Comparaison des temps de séjour moyens du film lisse et ondulé (s).

	Débit	Viscosii	té 290 cSt
1	ml/h	Tube lisse	Tube ondulé
	575	134	55
Réacteur	415	142	67
0.8m	275	180	75
	140	271	94
	. 575	165	80
Réacteur	415	184	92
Im	275	218	110
	140	306	156

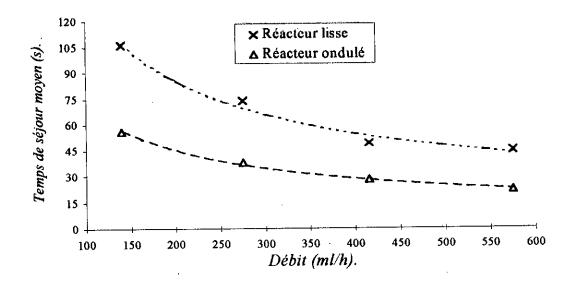


Figure VI.13 : Courbes de comparaisons des temps de séjour moyens pour la viscosité 8 cSt des réacteurs lisse et ondulé de longueur 80 cm.

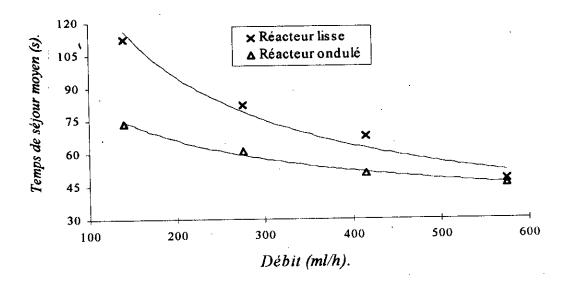


Figure VI.14 : Courbes de comparaisons des temps de séjour moyens pour la viscosité 8 cSt des réacteurs lisse et ondulé de longueur 1m.

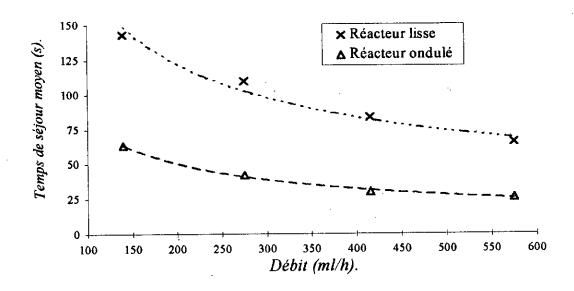


Figure VI.15 : Courbes de comparaisons des temps de séjour moyens pour la viscosité 61 cSt des réacteurs lisse et ondulé de longueur 80 cm.

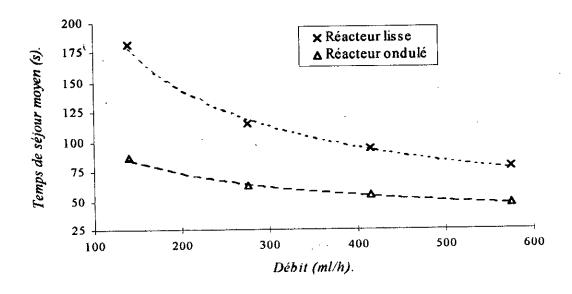


Figure VI.16 : Courbes de comparaisons des temps de séjour moyens pour la viscosité 61 cSt des réacteurs lisse et ondulé de longueur 1m.

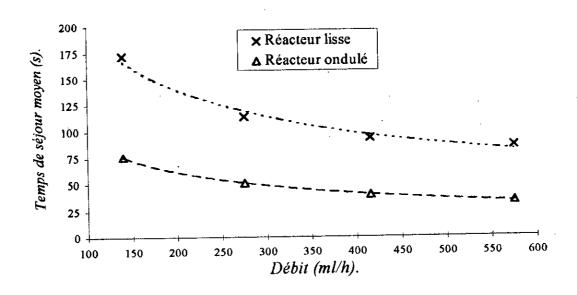


Figure VI.17 : Courbes de comparaisons des temps de séjour moyens pour la viscosité 124 cSt des réacteurs lisse et ondulé de longueur 80 cm.

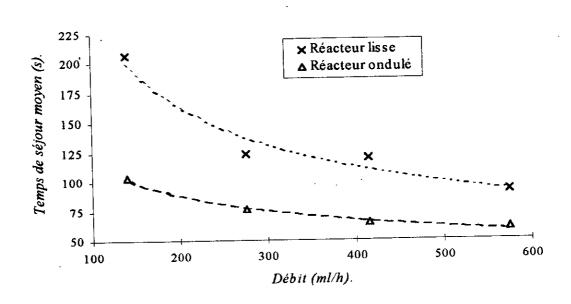


Figure VI.18 : Courbes de comparaisons des temps de séjour moyens pour la viscosité 124 cSt des réacteurs lisse et ondulé de longueur 1m.

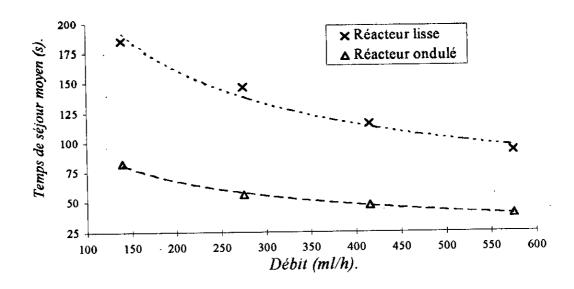


Figure VI.19 : Courbes de comparaisons des temps de séjour moyens pour la viscosité 175 cSt des réacteurs lisse et ondulé de longueur 80 cm.

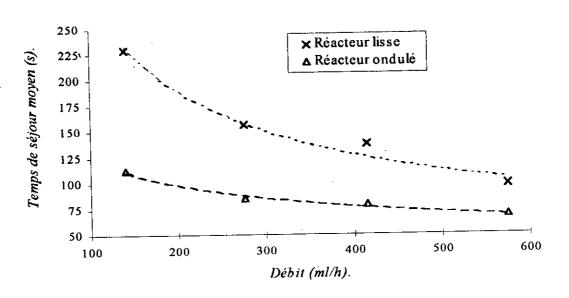


Figure VI.20 : Courbes de comparaisons des temps de séjour moyens pour la viscosité 175 cSt des réacteurs lisse et ondulé de longueur 1m.

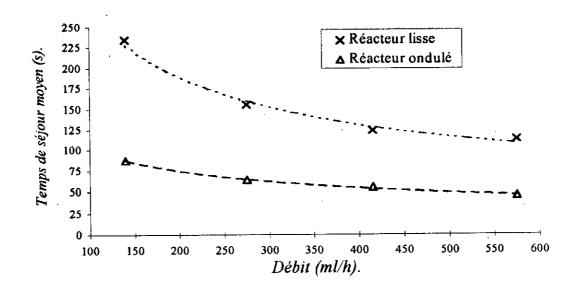


Figure VL21 : Courbes de comparaisons des temps de séjour moyens pour la viscosité 240 cSt des réacteurs lisse et ondulé de longueur 80 cm.

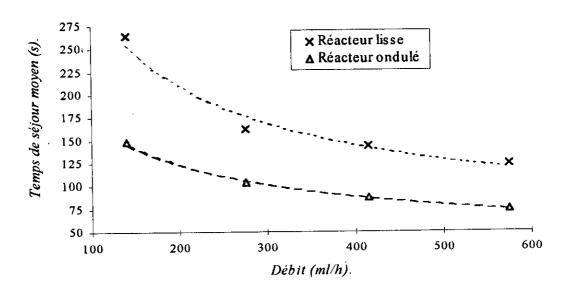


Figure VI.22 : Courbes de comparaisons des temps de séjour moyens pour la viscosité 240 cSt des réacteurs lisse et ondulé de longueur 1m.

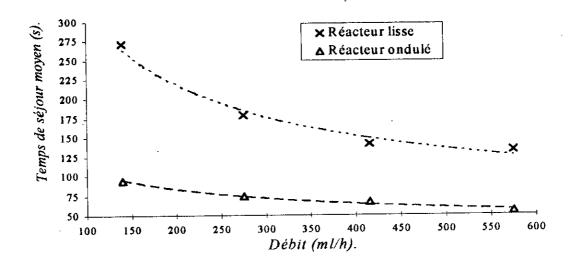


Figure VI.23 : Courbes de comparaisons des temps de séjour moyens pour la viscosité 290 cSt des réacteurs lisse et ondulé de longueur 80 cm.

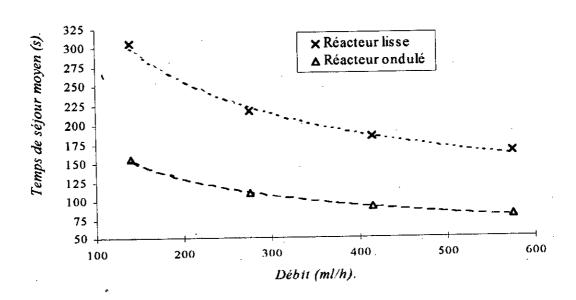


Figure VI.24 : Courbes de comparaisons des temps de séjour moyens pour la viscosité 290 cSt des réacteurs lisse et ondulé de longueur 1m.

#### VI.1- Comparaisons des épaisseurs du film:

Nous avons reporté dans les tableaux de VI.1 à VI.6 les valeurs des épaisseurs expérimentales en fonction du débit et de la viscosité à différentes longueurs des réacteurs. L'analyse de ces tableaux est rendue plus facile grâce aux courbes tracées dans les figures VI.1 à VI.6.

Nous remarquons le fait que pour les mêmes conditions expérimentales (débit, viscosité et longueur de réacteur), le film est plus épais lorsqu'il s'écoule dans un tube à paroi ondulée que dans un autre à paroi lisse. Rappelons cependant que l'épaisseur expérimentale est calculée à partir du volume de rétention mesuré. Les poches (boules) du tube à paroi ondulée vont retenir un peu plus de liquide par rapport au tube à paroi lisse, et de ce fait, le film du tube ondulé est plus épais, surtout pour les viscosités élevées qui aident à la stabilité de l'ancrage du film.

Ce résultat est vérifié cependant pour les deux longueurs des réacteurs (0.8m et 1m) et ceci pour toutes les viscosités. Par ailleurs la différence des épaisseurs expérimentales est de plus en plus grande pour les grands débits et les grandes viscosités.

### VI.2- Comparaisons des temps de séjour moyens :

Un autre paramètre à envisager est le temps de séjour moyen. Le temps de séjour moyen des deux types de parois est comparé en valeurs dans les tableaux de VI.7 à VI.12 construis pour chaque viscosité connue et pour les deux longueurs de réacteurs utilisés. Aussi, et afin de mieux schématiser cette comparaison, nous avons tracé des courbes donnant ce paramètre relatif aux deux types de parois en fonction du débit d'alimentation aux viscosités diverses et pour les deux longueurs 0.8 et 1m (voir figures de VI.7 à VI.12).

L'analyse de ces figures fait marquer le point relatif au temps de séjour moyen des molécules dans le cas du réacteur à paroi ondulée qui est inférieur à celui du réacteur à paroi lisse, et ceci aux mêmes conditions de débit, de viscosité et de longueur du tube.

Dans ce qui suit, nous donnerons ce qui nous semble comme raison à cet état de fait. D'une part, le fait que le liquide parcourt un chemin onduleux et vertical, les molécules arrivant au début de la poche, c'est à dire son toit, se trouvent ainsi moins attachées à la paroi qui ne peut les retenir devant la force de gravitation, elles auront donc tendance à s'arracher de la surface de la paroi. De ce fait, l'écoulement de la couche laminaire la plus éloignée de la paroi solide est plus rapide au niveau de ces poches.

Dans l'ensemble, et après avoir parcouru toute la longueur du réacteur, les molécules aurons un temps de séjour bref dans ce type d'appareil.

D'autre part, et en examinant les volume actifs des deux réacteurs à parois ondulées, nous constaterons l'existence d'un volume mort dans toutes les expériences. Cette fraction de liquide qui est mort ne participe donc pas à l'écoulement au régime permanent établi. Et en supposant que tout ce volume mort soit uniformément réparti sur la surface interne du tube ondulé, les molécules glissant en couches laminaires sur d'autres molécules qui forment le volume mort vont trouver une faible résistance à l'écoulement. Par conséquent, le liquide ne s'attarde pas à l'intérieur du réacteur et va posséder ainsi un temps de séjour moyen plus faible par rapport au liquide qui parcourt un réacteur ayant une paroi lisse.

De même, ce résultat est confirmé aussi bien pour le réacteur 0.8m que pour celui de lm.

## VI.3- Comparaisons des rapports elisse/eond et tlisse/tond:

Nous avons tenté de résumer ces comparaisons en reportant dans les tableaux VI.13 et VI.14 suivants (figures de VI.25 à VI.28) les rapports des épaisseurs et des temps de séjour en fonction du débit à différentes valeurs de viscosités. Dans l'impossibilité d'exploiter à fond ces données, nous ne pourrons signaler que des tendances.

Le rapport e<sub>lisse</sub>/e<sub>ond</sub> se retrouve aux erreurs d'expérience près, aussi bien pour le réacteur de 0.8m que pour celui de 1m quelque soit la viscosité, de 0.75 à 0.95. L'épaisseur étant toujours favorable aux réacteurs à parois ondulées.

Le rapport t<sub>lisse</sub>/t<sub>ond</sub> croît en fonction de la viscosité; la valeur maximale atteint 3 pour le réacteur de 0.8m et ce pour le plus faible débit (140 ml/h). Pour le réacteur de 1m le rapport est plus faible, la valeur maximale est de 2. Ces maximums sont observés pour la viscosité la plus élevée.

Cela veut dire qu'en définitive la longueur du réacteur amortie l'écart du temps de séjour; ceci est important industriellement, cependant l'étude ne serait complète que si on tient compte de l'efficacité de la réaction de sulfonation qui nous permettra d'opter avec moins d'incertitude sur le choix du réacteur à paroi ondulée ou lisse et sur le type de longueur approprié.

Tableau VI.13: Evaluation des rapports des épaisseurs du film: elisse/eond.

ſ	Débit			Viscosit	é ( cSt).		
	(ml/h).	8	61	124	175	240	290
	575	0,85	0,91	0,98	0,91	0,92	0,94
Réacteur	415	0,89	0,98	0,95	0,91	0,89	0,90
0,8m	275	0,94	0,95	0,85	0,88	0,90	0,87
<i>v,om</i>	140	0,96	0,94	0,86	0,84	0,95	0,82
	575	0,90	0,98	0,90	0,88	0,92	0,98
Réacteur	415	0,91	0,96	0,90	0,83	0,90	0,95
Im	275	0,90	0,95	0,83	0,80	0,83	0,83
	140	0,87	0,94	0,83	0,75	0,80	0,72

Tableau VI.14: Evaluation des rapports des temps de séjour moyens: t<sub>lisse</sub>/t<sub>ond</sub>.

Γ	Débit	viscosité ( cSt).					
	(ml/h).	8	61	124	175	240	290
	575	2,05	2,54	2,53	2,33	2,51	2,44
Réacteur	415	1,75	2,80	2,35	2,47	2,25	2,12
0,8m	275	1,95	2,62	2,24	2,61	2,42	2,40
U,OIII	140	1,89	2,27	2,26	2,26	2,69	2,88
	575	1,04	1,65	1,53	1,42	1,65	2,06
Réacteur	415	1,33	1,71	1,85	1,73	1,64	2,00
lm	275	1,34	1,83	1,63	1,84	1,57	1,98
	140	1,51	2,09	1,99	2,03	1,79	1,96

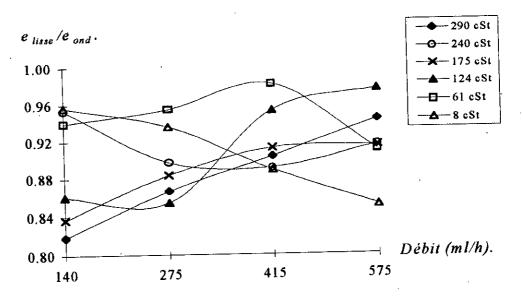


Figure VI.25 : Rapports des épaisseurs du film e<sub>lisse</sub>/e<sub>ond</sub> pour la longueur de réacteur 0.8m.

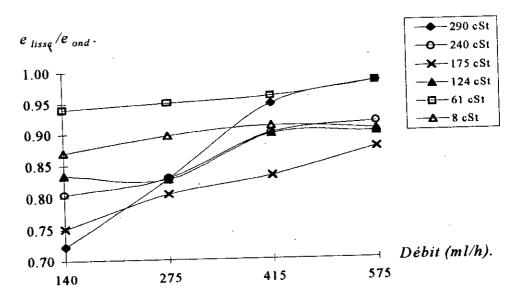


Figure VI.26 : Rapports des épaisseurs du film e<sub>lisse</sub>/e<sub>ond</sub> pour la longueur de réacteur 1m.

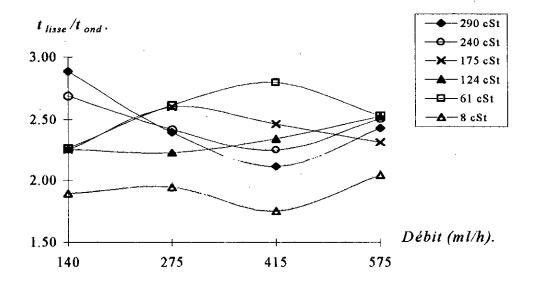


Figure VI.27 : Rapports des temps de séjour moyens  $t_{lisse}/t_{ond}$  pour la longueur de réacteur 0.8m.

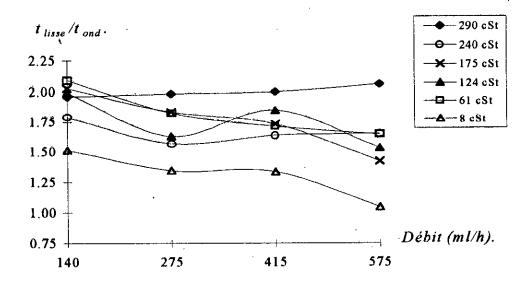


Figure VI.28 : Rapports des temps de séjour moyens  $t_{\text{lisse}}/t_{\text{ond}}$  pour la longueur de réacteur 1m.

# CONCLUSION GENERALE

#### **CONCLUSION GENERALE**

Le but de la présente étude était de réaliser une installation expérimentale avec deux réacteurs à film ondulés (0.8 et 1m) .Par la suite ,plusieurs expériences ont été réalisés, faisant varier des débits d'alimentation et des viscosités cinématique.

Les paramètres principaux ont été calculés (épaisseurs, volume actif, temps de séjour moyen, nombres de PECLET et REYNOLDS).

Les premières conclusions montrent que l'épaisseur expérimentale du film croît avec le débit d'alimentation et aussi avec la viscosité cinématique du liquide .Par contre elle décroît avec l'augmentation de la longueur du réacteur .

La distribution des temps de séjour montre que le temps de séjour moyen est plus faible pour les grands débits d'alimentation et au fur et a mesure que la viscosité du liquide augmente, le temps de séjour moyen augmente. Aussi ce dernier est plus important pour le réacteur 1m que celui de 0.8m.

Ensuite nous avons corrélé les résultats expérimentaux pour prédire des épaisseurs en fonction du débit et de la viscosité ,ainsi que le temps de séjour moyen en fonction du débit d'une part et en fonction de la viscosité d'une autre part ,et ce afin d'éviter de faire des calculs pour des viscosités et des débits intermédiaires .

Un autre volet de notre travail a concerné une étude théorique de comparaison des deux réacteurs (0.8 et 1m) à parois ondulées à deux réacteurs à parois lisses.Les conclusions montrent que pour les mêmes conditions opératoires (débit, viscosité, longueur), l'épaisseur du film dans le réacteur à paroi ondulée est plus importante que pour le réacteur à paroi lisse. Aussi le temps de séjour moyen des molécules dans le cas du réacteur à paroi ondulée est inférieur à celui du réacteur à paroi lisse. Ce qui est à priori normal, si on ne tient pas compte des forces de gravité qui doivent peser d'une façon plus conséquente que dans le réacteur à paroi lisse, dans ce dernier cas, ce sont plutôt les forces de tension superficielle qui prédominent

Il faut noter que la méthode de mesure de DTS par colorimétrie utilisée dans cette étude présente des inconvénients sur le plan pratique comme par exemple la diminution de la diffusion du colorant dans le liquide traité au fur et à mesure que la viscosité de ce dernier augmente

Enfin une telle méthode de mesure de la DTS pourrait être améliorée et surtout gagnerait en précision si l'on pouvait enregistrer en continu l'absorbance du produit à la sortie du réacteur

Cette étude, qui ne pouvait ni ne devrait être exhaustive, reste imparfaite car les limites imposées à ce travail nous ont obligé à négliger de nombreux paramètres.

Les influences respectives de la température et la pression n'ont pas été étudiées. Compte tenu des difficultés rencontrées lors des interprétations de résultats issus d'une démarche déjà éprouvée, la présente étude conduit à envisager l'utilisation de techniques autres afin d'aborder par une voie différente l'analyse d'un écoulement particulièrement complexe

Cependant l'étude ne serait complète que si on tient compte de l'efficacité de la réaction de la sulfonation qui nous permettra d'opter avec moins d'incertitude sur le choix de réacteur à paroi ondulée ou lisse et sur la longueur appropriée. Pour ce faire, l'étude gagnerait à être complète aussi par l'étude d'un réacteur à paroi ondulée de longueur supérieure à 1m (1.5 et 2m) comme était le cas pour les réacteurs à parois lisses.

Enfin, nous voulons insister sur le fait que si la conception d'un réacteur est basée avant tout sur des données techniques (thermodynamique, cinétique, transfert de chaleur et de matière), le choix final se fera à partir d'éléments économiques (investissement, coût opératoire) relatifs à l'ensemble de l'unité, sans oublier de tenir compte des observations faites par des exploitants utilisant des systèmes similaires depuis de nombreuses années.

# BIBLIOGRAPHIE

#### **BIBLIOGRAPHIE**

- [1] M.BOUROUIS, M. PREVOT: "Etude expérimentale de l'hydrodynamique du film liquide, isotherme, ruisselant à l'intérieur de colonnes tubulaires à paroi ondulée". Chemical Engineering Journal, 54, 1994.
- [2] D TAYEMANS: "Transfert de chaleur dans les appareils à couche mince mécaniquement agité". Thèse de doctorat en sciences appliquées, Université Catholique de Louvain, 1988.
- [3] P. TRAMBOUZE: "Les réacteurs chimiques: conception, calcul, mise en oeuvre". Technip, 1984.
- [4] R. LEENAERTS: "Technique industrielle de la couche mince". Techniques de l'Ingénieur, J2360.9, 1988.
- [5] J. VILLERMAUX: "Modélisation de la circulation et la mise en contact du mélange réactionnel dans les réacteurs réels". Technique de l'ingénieur, J4011, J4012.
- [6] D. TAYEMANS: "Etude de la distribution des temps de séjour dans les appareils à couche mince agitée". P.F.E, Université Catholique de Louvain, 1976.
- [7] J. VILLERMAUX : "Génie de la réaction chimique". Technique et documentation, 1993.
- [8] O. LEVENSPIEL: "Chemical reaction engineering". John Wiley and sons, 1972.
- [9] A. BOUMESHED: "Etude hydrodynamique d'un réacteur à film tombant". P.F.E, ENP, 1996.

ANNEXE

Viscosité 8 cSt Débit 575 ml/h

t(s)	A	<b>E(t)</b>		
3	0,00877	0,00555		
6	0,00877	0,00555		
9	0,00877	0,00555		
12	0,04096	0,02589		
15	0,06048	0,03823		
18	0,07572	0,04786		
21	0,09151	0,05784		
24	0,04096	0,02589		
27	0,03621	0,02289		
30	0,02687	0,01698		
33	0,01773	0,01121		
36	0,01773	0,01121		
39	0,02	0,01264		
42	0,02	0,01264		
45	0,01323	0,00836		
48	0,01547	0,00978		
51	0,01323	0,00836		
54	0,011	0,00695		

Viscosité 8 cSt Débit 415 ml/h

t(s)	A	E(t)
5	0,00877	0,0035
10	0,01773	0,00708
15	0,07314	0,0292
20	0,09151	0,03653
25	0,09691	0,03868
30	0,06048	0,02414
35	0,04576	0,01826
40	0,03152	0,01258
45	0,02228	0,00889
50	0,01773	0,00708
55	0,01323	0,00528
60	0,011	0,00439
65	0,011	0,00439

Viscosité 8 cSt Débit 275 ml/h

Debu 2/3 mi/n				
t(s)	A	E(t)		
5	0,00877	0,00306		
10	0,00877	0,00306		
15	0,08092	0,02824		
20	0,07314	0,02552		
25	0,06048	0,0211		
30	0,06048	0,0211		
35	0,05061	0,01766		
40	0,04096	0,01429		
45	0,03386	0,01181		
50	0,02228	0,00777		
55	0,02228	0,00777		
60	0,02	0,00698		
65	0,02	0,00698		
70	0,01547	0,0054		
75	0,01547	0,0054		
80	0,01323	0,00462		
85	0,01323	0,00462		
90	0,01323	0,00462		

Viscosité 8 cSt Débit 140 ml/h

100000				
t(s)	A	E(t)		
5	0,01773	0,00443		
10	0,01773	0,00443		
15	0,03152	0,00788		
20	0,07572	0,01893		
25	0,06048	0,01512		
30	0,05552	0,01388		
35	0,04335	0,01084		
40	0,04576	0,01144		
50	0,03858	0,00964		
60	0,03621	0,00905		
70	0,03152	0,00788		
80	0,02919	0,0073		
90	0,02687	0,00672		
100	0,02457	0,00614		
110	0,02228	0,00557		
120	0,01773	0,00443		

Viscosité 61 cSt Débit 575 ml/h

t(s)	Α	E(t)
5	0,01323	0,00376
10	0,08092	0,02299
15	0,13966	0,03968
20	0,10791	0,03066
25	0,08355	0,02374
30	0,07572	0,02152
35	0,07058	0,02006
40	0,04576	0,013
45	0,02687	0,00764
50	0,01773	0,00504
55	0,01547	0,0044
60	0,01323	0,00376
65	0,01323	0,00376

Viscosité 61 cSt Débit 415 ml/h

t(s)	Α	E(t)
5	0,00877	0,00238
10	0,05552	0,01507
15	0,14267	0,03873
20	0,11634	0,03158
25	0,07314	0,01986
30	0,0655	0,01778
35	0,06048	0,01642
40	0,05552	0,01507
45	0,04335	0,01177
50	0,02919	0,00792
55	0,02228	0,00605
60	0,01773	0,00481
65	0,01323	0,00359
70	0,01323	0,00359
75	0,011	0,00298
80	0,00877	0,00238

Viscosité 61 cSt Débit 275 ml/h

Debit 2/3 mi/n				
t(s)	A	$\mathbf{E}(\mathbf{t})$		
5	0,01773	0,0043		
10	0,01773	0,0043		
15	0,05799	0,01405		
20	0,12784	0,03098		
25	0,10513	0,02547		
30	0,0655	0,01587		
35	0,04576	0,01109		
40	0,05061	0,01226		
45	0,03621	0,00877		
50	0,03621	0,00877		
55	0,03621	0,00877		
60	0,03858	0,00935		
65	0,03621	0,00877		
70	0,02687	0,00651		
75	0,02457	0,00595		
80	0,02228	0,0054		
85	0,02	0,00485		
90	0,02	0,00485		
95	0,02	0,00485		
100	0,02	0,00485		

Viscosité 61 cSt Débit 140 ml/h

t(s)	A	E(t)
10	0,01323	0,00361
20	0,01323	0,00361
25	0,05552	0,01514
30	0,08619	0,0235
35	0,04576	0,01248
40	0,04096	0,01117
50	0,03621	0,00988
60	0,03152	0,00859
70	0,02687	0,00733
80	0,02457	0,0067
90	0,02228	0,00607
100	0,02457	0,0067
110	0,02228	0,00607
120	0,02	0,00545
130	0,01773	0,00483

Viscosité 124 cSt Débit 575 ml/h

t(s)	A	E(t)
5	0,01323	0,00279
10	0,01323	0,00279
15	0,08619	0,01818
20	0,18709	0,03947
25	0,1549	0,03268
30	0,10237	0,0216
35	0,08619	0,01818
40	0,0655	0,01382
45	0,05061	0,01068
50	0,04096	0,00864
55	0,03386	0,00714
60	0,03152	0,00665
65	0,02457	0,00518
70	0,02	0,00422
75	0,02	0,00422
80	0,01773	0,00374

Viscosité 124 cSt Débit 275 ml/h

	Debit 275 min				
t(s)	A	E(t)			
5	0,01773	0,0024			
10	0,01773	0,0024			
15	0,01773	0,0024			
20	0,02228	0,00302			
25	0,03152	0,00427			
30	0,18709	0,02537			
35	0,17393	0,02358			
40	0,16115	0,02185			
45	0,14267	0,01934			
50	0,12494	0,01694			
55	0,10237	0,01388			
60	0,08884	0,01205			
65	0,06803	0,00922			
70	0,05799	0,00786			
75	0,05061	0,00686			
80	0,04335	0,00588			
85	0,04096	0,00555			
90	0,03858	0,00523			
95	0,03386	0,00459			
100	0,02919	0,00396			
105	0,02457	0,00333			

Viscosité 124 cSt Débit 415 ml/h

t(s)	A	E(t)
	<u> </u>	
5	0,01323	0,00216
10	0,01323	0,00216
15	0,01323	0,00216
20	0,18709	0,03059
25	0,18376	0,03005
30	0,14874	0,02432
35	0,13371	0,02186
40	0,11919	0,01949
45	0,07831	0,0128
50	0,07831	0,0128
55	0,06298	0,0103
60	0,03386	0,00554
65	0,02919	0,00477
70	0,02	0,00327
75	0,01773	0,0029
80	0,02	0,00327
85	0,01547	0,00253
90	0,01547	0,00253
95	0,01323	0,00216
100	0,01323	0,00216
105	0,01323	0,00216

Viscosité 124 cSt Débit 140 ml/h

t(s)	A	E(t)
5	0,01773	0,00261
10	0,01773	0,00261
15	0,01773	0,00261
20	0,01773	0,00261
30	0,11351	0,01669
40	0,11919	0,01753
50	0,04576	0,00673
60	0,04096	0,00602
70	0,03152	0,00463
80	0,03152	0,00463
90	0,03621	0,00533
100	0,03621	0,00533
110	0,03152	0,00463
120	0,02687	0,00395
130	0,02457	0,00361
140	0,02228	0,00328
150	0,02228	0,00328
160	0,02228	0,00328
170	0,02	0,00294
180	0,02	0,00294

Viscosité 175 cSt Débit 575 ml/h

t(s)	A	E(t)
5	0,00877	0,00262
10	0,00877	0,00262
15	0,01323	0,00395
20	0,10791	0,03218
25	0,08884	0,0265
30	0,10237	0,03053
35	0,05552	0,01656
40	0,05061	0,01509
45	0,04096	0,01222
50	0,03152	0,0094
55	0,02919	0,00871
60	0,02228	0,00664
65	0,01773	0,00529
75	0,01773	0,00529
85	0,01547	0,00461
95	0,01323	0,00395

Viscosité 175 cSt Débit 415 ml/h

t(s)	Α	E(t)
5	0,01323	0,00291
10	0,01323	0,00291
15	0,01323	0,00291
20	0,1107	0,02435
25	0,10791	0,02373
30	0,08619	0,01895
35	0,07058	0,01552
40	0,06048	0,0133
45	0,05061	0,01113
50	0,03621	0,00796
55	0,04335	0,00953
65	0,05061	0,01113
75	0,04576	0,01006
85	0,02228	0,0049
95	0,01773	0,0039
105	0,01547	0,0034

Viscosité 175 cSt Débit 275 ml/h

t(s)	` A	E(t)
5	0,01323	0,0026
10	0,01323	0,0026
15	0,01323	0,0026
20	0,02228	0,00439
25	0,03621	0,00713
30	0,07572	0,01491
35	0,13668	0,02691
40	0,10237	0,02015
45	0,08619	0,01697
50	0,07314	0,0144
55	0,0655	0,01289
60	0,05061	0,00996
70	0,03621	0,00713
80	0,03152	0,0062
90	0,02919	0,00575
100	0,02687	0,00529
110	0,02228	0,00439
120	0,01773	0,00349

Viscosité 175 cSt Débit 140 ml/h

t(s)	Α	E(t)
5	0,01773	0,00232
10	0,01773	0,00232
20	0,01773	0,00232
30	0,03152	0,00412
40	0,1107	0,01447
50	0,08092	0,01058
60	0,08092	0,01058
70	0,05306	0,00694
80	0,05552	0,00726
90	0,06048	0,00791
100	0,04096	0,00535
110	0,03621	0,00473
120	0,03386	0,00443
130	0,03386	0,00443
140	0,02919	0,00382
150	0,02457	0,00321
160	0,02228	0,00291
170	0,01773	0,00232
180	0,01773	0,00232

Viscosité 240 cSt Débit 575 ml/h

t(s)	A	E(t)
5	0,01323	0,00403
10	0,01323	0,00403
15	0,05552	0,01693
20	0,13668	0,04167
25	0,04576	0,01395
30	0,03621	0,01104
35	0,03621	0,01104
40	0,03152	0,00961
45	0,02457	0,00749
50	0,03386	0,01032
55	0,03152	0,00961
60	0,02919	0,0089
65	0,02687	0,00819
70	0,02228	0,00679
80	0,02	0,0061
90	0,01323	0,00403
100	0,01323	0,00403
110	0,01323	0,00403

Viscosité 240 cSt Déhit 275 ml/h

Debii 2/3 mi/n		
t(s)	A	$\mathbf{E}(\mathbf{t})$
5	0,01773	0,00271
10	0,01773	0,00271
15	0,01773	0,00271
20	0,01773	0,00271
25	0,04096	0,00626
30	0,05552	0,00848
35	0,08619	0,01316
40	0,15181	0,02318
45	0,12494	0,01908
50	0,10237	0,01563
55	0,08355	0,01276
60	0,06803	0,01039
70	0,05552	0,00848
80	0,04335	0,00662
90	0,03858	0,00589
100	0,03152	0,00481
110	0,02687	0,0041
120	0,02228	0,0034
130	0,02228	0,0034
140	0,02228	0,0034

Viscosité 240 cSt Débit 415 ml/h

t(s)	A	E(t)
5	0,00877	0,00167
10	0,00877	0,00167
15	0,00877	0,00167
20	0,10791	0,02058
25	0,14874	0,02837
30	0,10237	0,01952
35	0,08355	0,01593
40	0,0655	0,01249
45	0,05306	0,01012
50	0,04096	0,00781
55	0,03858	0,00736
60	0,03386	0,00646
70	0,03152	0,00601
80	0,02687	0,00513
90	0,02457	0,00469
100	0,02228	0,00425
110	0,02	0,00381
120	0,01773	0,00338
130	0,01547	0,00295
140	0,01547	0,00295

Viscosité 240 cSt Débit 140 ml/h

Deou 140 min		
t(s)	A	$\mathbf{E}(\mathbf{t})$
5	0,01773	0,0023
10	0,01773	0,0023
20	0,01773	0,0023
30	0,01773	0,0023
40	0,03621	0,0047
50	0,1107	0,01438
60	0,08092	0,01051
70	0,08092	0,01051
80	0,05306	0,00689
90	0,05552	0,00721
100	0,06048	0,00785
110	0,04096	0,00532
120	0,03621	0,0047
130	0,03386	0,0044
140	0,03386	0,0044
150	0,02919	0,00379
160	0,02457	0,00319
170	0,02228	0,00289
180	0,01773	0,0023

Viscosité 290 cSt Débit 575 ml/h

t(s)	A	E(t)
10	0,01773	0,0029
20	0,01773	0,0029
30	0,18709	0,03064
40	0,08619	0,01411
50	0,06048	0,0099
60	0,05061	0,00829
70	0,04096	0,00671
80	0,03152	0,00516
90	0,02919	0,00478
100	0,02687	0,0044
110	0,02228	0,00365
120	0,02	0,00327
130	0,02	0,00327

Viscosité 290 cSt Débit 415 ml/h

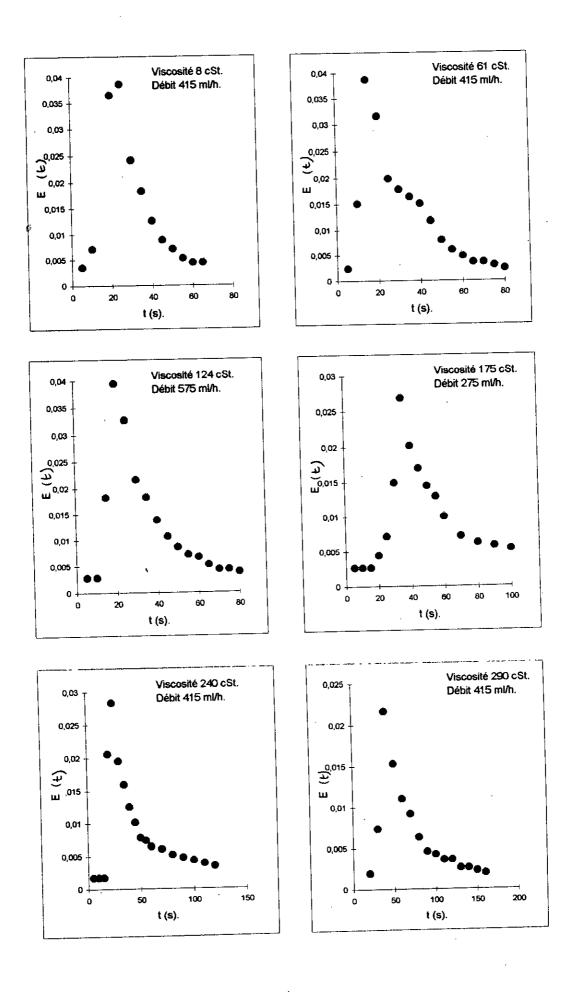
	150011 110 111111		
t(s)	A	E(t)	
20	0,01323	0,00193	
30	0,05061	0,00737	
40	0,14874	0,02165	
50	0,10513	0,0153	
60	0,07572	0,01102	
70	0,06298	0,00917	
80	0,04335	0,00631	
90	0,03152	0,00459	
100	0,02919	0,00425	
110	0,02457	0,00358	
120	0,02457	0,00358	
130	0,01773	0,00258	
140	0,01773	0,00258	
150	0,01547	0,00225	
160	0,01323	0,00193	

Viscosité 290 cSt Débit 275 ml/h

Deon are man		
t(s)	\ <b>A</b>	$\mathbf{E}(\mathbf{t})$
10	0,01323	0,00177
20	0,01323	0,00177
30	0,12784	0,01709
40	0,1107	0,0148
50	0,07572	0,01012
60	0,0655	0,00876
70	0,05552	0,00742
80	0,03621	0,00484
90	0,03152	0,00421
100	0,03386	0,00453
110	0,02919	0,0039
120	0,02687	0,00359
130	0,02457	0,00328
140	0,02	0,00267
150	0,01773	0,00237
160	0,01547	0,00207
170	0,01773	0,00237
180	0,01773	0,00237
190	0,01547	0,00207

Viscosité 290 cSt Débit 140 ml/h

Deon 140 min		
t(s)	A	E(t)
20	0,01773	0,00259
30	0,01773	0,00259
40	0,01773	0,00259
50	0,03621	0,00529
60	0,12784	0,01869
70	0,05552	0,00812
80	0,05061	0,0074
90	0,04576	0,00669
100	0,04096	0,00599
110	0,03858	0,00564
120	0,03621	0,00529
130	0,03386	0,00495
140	0,03152	0,00461
150	0,03152	0,00461
160	0,02457	0,00359
170	0,02	0,00292
180	0,02	0,00292
190	0,02	0,00292



Viscosité 8 cSt Débit 575 ml/h

t(s)	Α	E(t)
10	0,00877	0,001
20	0,20066	0,02293
30	0,14874	0,017
40	0,10791	0,01233
50	0,08619	0,00985
60	0,05552	0,00635
70	0,04096	0,00468
80	0,03621	0,00414
90	0,03386	0,00387
100	0,03152	0,0036
110	0,02687	0,00307
120	0,02228	0,00255
130	0,02	0,00229
140	0,02	0,00229
150	0,01773	0,00203
160	0,01773	0,00203

Viscosité 8 cSt Débit 415 ml/h

t(s)	A	E(t)
10	0	0
20	0,18709	0,02042
30	0,18046	0,0197
40	0,16115	0,01759
50	0,11351	0,01239
60	0,07058	0,00771
70	0,04096	0,00447
80	0,03621	0,00395
90	0,02687	0,00293
100	0,02228	0,00243
110	0,01323	0,00144
120	0,01323	0,00144
130	0,011	0,0012
140	0,00877	0,00096
150	0,01323	0,00144
160	0,00656	
170		
180	0,00436	0,00048

Viscosité 8 cSt Débit 275 ml/h

t(s)	A	E(t)
10	0	0
20	0,14267	0,01263
30	0,20066	0,01776
40	0,16749	0,01483
50	0,14569	0,0129
60	0,10237	0,00906
70	0,07058	0,00625
80	0,06048	0,00535
90	0,04096	0,00363
100	0,03621	0,00321
110	0,03152	0,00279
120	0,02228	0,00197
130	0,01773	0,00157
140	<del></del>	0,00197
150	0,02228	0,00197
. 160	<u> </u>	0,00157
170	0,01547	0,00137
180	0,01323	0,00117

Viscosité 8 cSt Débit 140 ml/h

t(s)	A	E(t)
20	0,01773	0,0021
30	0,01773	0,0021
40	0,06048	0,00717
50	0,15802	0,01874
60	0,14267	0,01692
70	0,10237	0,01214
80	0,09151	0,01086
90	0,05061	0,006
100	0,03386	0,00402
110	0,03152	0,00374
120	0,02919	0,00346
130	0,02687	0,00319
140	0,02228	0,00264
150	0,02	0,00237
160	0,02	0,00237

Viscosité 61 cSt Débit 575 ml/h

t(s)	A	E(t)
10	0,01323	0,00178
20	0,19382	0,02602
30	0,16115	0,02164
40	0,09691	0,01301
50	0,05552	0,00745
60	0,04096	0,0055
70	0,03621	0,00486
80	0,03152	0,00423
90	0,02687	0,00361
100	0,01773	0,00238
110	0,02	0,00268
120	0,01773	0,00238
130	0,01547	0,00208
140	0,01773	0,00238

Viscosité 61 cSt Débit 415 ml/h

t(s)	A	E(t)
20	0,02228	0,00203
30	0,21467	0,01957
40	0,19382	0,01767
50	0,17393	0,01585
60	0,16115	0,01469
70	0,12494	0,01139
80	0,07058	0,00643
90	0,02687	0,00245
100	0,02457	0,00224
110	0,01773	0,00162
120	0,01773	0,00162
130	0,01323	0,00121
140	0,01323	0,00121

Viscosité 61 cSt Débit 275 ml/h

t(s)	\ <b>A</b>	E(t)
10	0,01773	0,00198
20	0,01773	0,00198
30	0,0655	0,00732
40	0,20761	0,02321
50	0,14874	0,01663
60	0,12494	0,01397
70	0,07058	0,00789
80	0,05061	0,00566
90	0,04096	0,00458
100	0,03621	0,00405
110	0,02687	
120	. /	
130		
140	0,02	
150	0,01773	0,00198

Viscosité 61 cSt Débit 140 ml/h

250011 2 10 100111		
t(s)	A	E(t)
10	0,01323	0,00174
20	0,01323	0,00174
30	0,01323	0,00174
40	0,02687	0,00353
50	0,16749	0,022
60	0,08619	0,01132
70	0,0655	0,00861
80	0,05306	0,00697
90	0,05061	0,00665
100	0,04335	0,0057
110	0,03621	
120		
130	0,03152	0,00414
140	0,02457	
150	0,02228	
160	0,02	
170	0,02228	
180	0,02	
190	0,01773	0,00233

Viscosité 124 cSt Débit 575 ml/h

t(s)	A	E(t)
10	0,01773	0,00172
20	0,01773	0,00172
30	0,20761	0,02018
40	0,1549	0,01505
50	0,13371	0,01299
60	0,11919	0,01158
70	0,09963	0,00968
80	0,08619	0,00838
90	0,05061	0,00492
100		
110		
120		0,00284
130		
140	0,01773	0,00172

Viscosité 124 cSt

VISCOSITE 124 CDI		
Débit 275 ml/h		
t(s)	A	E(t)
20	0,01773	0,00154
30	0,01773	0,00154
40	0,18709	0,01628
50	0,17718	0,01542
60	0,1549	0,01348
70	0,11919	0,01037
80	0,09691	0,00843
90	0,07058	0,00614
100	0,05552	
110		
120		
130		
140		
150		
160		
170		
18	0 0,0177	0,00154

Viscosité 124 cSt Débit 415 ml/h\_

t(s)	A	E(t)
20	0,01323	0,00104
30	0,21467	0,01692
40	0,20412	0,01609
50	0,17718	0,01397
60	0,14569	0,01149
70	0,14267	0,01125
80	0,08884	0,007
90	0,05799	0,00457
100		0,00323
110		0,00285
120	1	
130		
140		
150		
160		
170	0,01773	0,0014

Viscosité 124 cSt Débit 140 ml/h

170011 1 10 1111		
t(s)	A	E(t)
20	0,01323	0,001
30	0,01323	0,001
40	0,01773	0,00134
50	0,02228	0,00168
60	0,05552	0,0042
70	0,20761	0,0157
80	0,16115	0,01219
90	0,14267	0,01079
100	0,13077	0,00989
110	0,10791	0,00816
120	0,07831	0,00592
130	0,07572	0,00573
140	0,0655	
150	0,05552	0,0042
160	0,04576	
170	0,03152	
180		
190		
200		
210	0,01773	0,00134

Viscosité 175 cSt Débit 575 ml/h

t(s)	A	E(t)
20	0,00877	0,00102
30	0,00877	0,00102
40	0,18709	0,02175
50	0,1549	0,01801
60	0,10791	0,01254
70	0,09151	0,01064
80	0,07058	0,0082
90	0,05552	0,00645
100	0,04096	0,00476
110	0,03621	0,00421
120	0,02919	0,00339
130	0,02687	0,00312
140	0,01773	0,00206
150	0,01547	0,0018

Viscosité 175 cSt Débit 275 ml/h

t(s)	A	E(t)
20	0,02228	0,00169
30	0,03621	0,00274
40	0,06048	0,00458
50	0,21467	0,01624
60	0,1549	0,01172
70	0,13077	0,00989
80	0,10791	0,00816
90	0,09151	0,00692
100		0,00652
110		0,00573
120	0,0655	0,00496
130		0,00573
140		0,00458
150		0,00346
160		0,00203
170		0,00169
180	0,02228	0,00169

#### Viscosité 175 cSt Débit 415 ml/h

t(s)	A	E(t)
20	0,00877	0,00077
30	0,00877	0,00077
40	0,19382	0,01703
50	0,18046	0,01586
60	0,14267	0,01254
70	0,11919	0,01047
80	0,09691	0,00852
90		0,00757
100	0,05552	0,00488
110	0,04096	0,0036
120	0,03152	0,00277
130		0,00256
140	0,02687	0,00236
150	0,02228	
160	0,02	
170	0,02	
180	0,01773	
190	0,01547	
200		
210		
220		
230	0,01323	0,00116

Viscosité 175 cSt Débit 140 ml/h

Débit 140 ml/h		
t(s)	Α	E(t)
20	0,00877	0,00064
30	0,00877	0,00064
40	0,00877	0,00064
50	0,03621	0,00263
60	0,04576	0,00332
70	0,18046	0,01308
80	0,1549	0,01123
90	0,14267	0,01034
100		0,00948
110		0,00782
120	0,09691	
130	0,07058	0,00512
140	0,06048	0,00438
150	0,05061	0,00367
160	0,04576	0,00332
170	0,04335	
180	0,04096	
190		
200		
210		
220		
230	0,02228	0,00162

Viscosité 240 cSt Débit 575 ml/h

		70(4)
t(s)	<u> </u>	E(t)
10	0,01323	0,00098
20	0,08092	0,00602
30	0,20066	0,01492
40	0,1549	0,01152
50	0,13668	0,01016
60	0,11919	0,00886
70	0,10791	0,00802
80	0,08619	0,00641
90	0,07572	0,00563
100	0,06048	0,0045
110	0,04576	0,0034
120	0,04096	0,00305
130	0,03858	0,00287
140	0,03621	0,00269
150	0,03152	
160	0,02919	0,00217
170	0,02919	
180		
190	0,01773	0,00132
200	0,01773	0,00132

Viscosité 240 cSt Débit 275 ml/h

t(s)	A	E(t)
20	0,03152	0,00158
30	0,03152	0,00158
40	0,22185	0,01109
50	0,20066	0,01003
60	0,1549	0,00774
70	0,14267	0,00713
80	0,12494	0,00625
90	0,11919	0,00596
100	0,11351	0,00567
110	0,10237	0,00512
120		0,00484
130		0,00379
140		0,00353
150		0,00302
160		0,00278
170		
180		0,00253
190		0,00253
200	4	
210	<del></del>	0,00203
230		
240		

#### Viscosité 240 cSt Débit 415 ml/h

Denit 415 mon		
t(s)	A	E(t)
10	0,01323	0,00093
20	0,01323	0,00093
30	0,19382	0,01364
40	0,18046	0,0127
50	0,14267	0,01004
60	0,11919	0,00839
70	0,09691	0,00682
80	0,08619	0,00607
90	0,05552	0,00391
100	0,0655	0,00461
110	0,03152	0,00222
120	0,04576	0,00322
130	0,04096	0,00288
140	0,04335	0,00305
150	0,05061	0,00356
160	0,05552	
170	0,05061	0,00356
180		
190	0,03621	
200		
210	0,02687	0,00189

#### Viscosité 240 cSt Débit 140 ml/h

t(s) A E(t)		
t(s)		0,00064
20	0,01323	
40	0,01323	0,00064
60	0,09151	0,00441
80	0,20761	0,01
100	0,16115	0,00776
120	0,09691	0,00467
140	0,07572	0,00365
160	0,07058	0,0034
180	0,04096	0,00197
200		0,00186
220	0,03621	0,00174
240	0,03621	0,00174
260	0,02687	0,00129
280	0,02457	0,00118
300	0,02687	0,00129
320	0,02228	
340	0,02	
360	0,01773	
380	0,01773	0,00085

Viscosité 290 cSt Débit 575 ml/h

t(s)	A	E(t)
20	0,01773	0,00147
30	0,02228	0,00184
40	0,0655	0,00542
50	0,21467	0,01776
60	0,16115	0,01333
70	0,14874	0,0123
80	0,11919	0,00986
90	0,09151	0,00757
100	0,0655	0,00542
110	0,07572	0,00626
120	0,06048	0,005
130	0,04576	0,00378
140	0,03152	0,00261
150	0,02228	0,00184
160	0,02687	0,00222
170	0,02228	0,00184

#### Viscosité 290 cSt Débit 275 ml/h

t(s)	A	E(t)
20	0,02228	0,00134
30	0,02228	0,00134
40		0,00134
50		0,00134
60		0,01245
70		0,01082
80		0,00967
90		0,00784
100		
110		
120		0,00549
130		0,00485
140		0,00485
150	0,07572	
160	0,0655	
170	0,05061	
180	0,04096	
190	0,03621	
200		
210		
220		
230		
240	0.0245	7 0,00147

#### Viscosité 290 cSt Débit 415 ml/h

Deoit 415 men			
t(s)	A	E(t)	
20	0,02228	0,00153	
30	0,02228	0,00153	
40	0,02228	0,00153	
50	0,20761	0,0143	
60	0,19382	0,01335	
70	0,14874	0,01025	
80	0,13077	0,00901	
90	0,10791	0,00743	
100	0,09151	0,00631	
110		0,00594	
120	0,08092	0,00558	
130	0,0655	0,00451	
140	0,05061	0,00349	
150	0,04576	0,00315	
160	0,03621	0,00249	
170	0,03152	0,00217	
180	0,02919	0,00201	
190			
200	0,02687		
210	0,02457		
220	0,02228		
230	0,02228	0,00153	

#### Viscosité 290 cSt Débit 140 ml/h

t(s)	A	E(t)
20	0,01773	0,00072
40	0,04096	0,00165
60	0,10237	0,00413
80	0,22185	0,00896
100	0,11351	0,00458
120		0,00424
140	0,09151	0,00369
160	0,08092	0,00327
180	0,07572	0,00306
200	0,07058	0,00285
220	0,06048	
240	0,05061	0,00204
260	0,04096	
280	0,03621	0,00146
300	0,03386	
320		
340	<del></del>	
360		
380	0,01773	0,00072

