

Expérience relative aux réacteurs de génie chimique

DÉTERMINATION DE LA DISTRIBUTION DU TEMPS DE SÉJOUR DANS UN RÉACTEUR TUBULAIRE CONTINU ET DANS UNE CUVE AGITÉE CONTINUE

1. Principe

Ce laboratoire est consacré à l'étude des écoulements dans les réacteurs réels : la Distribution des Temps de Séjour (DTS). Il s'agit en réalité d'une notion applicable à bien d'autres cas que les réacteurs chimiques : appareillages de l'industrie chimique, réseaux urbains d'évacuation des eaux usées... La détermination de la DTS est extrêmement importante car elle permet d'obtenir des informations nécessaires sur l'écoulement afin de prévoir leur capacité de production et détecter d'éventuels défauts.

Les réacteurs utilisés en pratique pour réaliser les réactions chimiques sont de deux types : le réacteur à cuve agitée (utilisé exclusivement en phase liquide) et le réacteur tubulaire (utilisé en phase gazeuse ou en phase liquide). Dans la pratique, on idéalise souvent les systèmes en termes d'hydrodynamique pour faciliter les calculs de performances et de dimensionnement. Des modèles idéalisés sont donc utilisés pour simuler les divers transports du fluide réactionnel :

- Les modèles à écoulement piston, qui servent à étudier les transports du fluide réactionnel dans un tube. L'écoulement est considéré comme rigide, c'est-à-dire que chaque tranche de fluide circule dans le tube à la manière d'un piston dans un cylindre. Donc toutes les propriétés physico-chimiques du fluide réactionnel sont constantes dans une section droite du tube et il n'y a pas d'interactions entre les sections.
- Les modèles à mélangeage parfait, qui servent à étudier les transports du fluide réactionnel dans les cuves agitées continues ou discontinues. Le mélangeage est parfait et instantané. Les propriétés physico-chimiques du fluide réactionnel sont constantes dans toute l'étendue du système. C'est un modèle à gradients nuls.

Un grand nombre de situations réelles sont susceptibles d'être approximées par ces modèles hydrodynamiques idéalisés. Cependant, des écarts plus conséquents à l'idéalité des écoulements peuvent être observés. S'ils sont significatifs, il est nécessaire de les prendre en compte pour modéliser le réacteur. En effet, ces écarts auront une influence directe sur la distribution des temps de séjour et sur les performances du réacteur.

De plus, des défauts d'écoulement peuvent être présents dans un réacteur. Ces défauts sont de trois types :

- Si certains éléments de fluide passent directement de l'entrée à la sortie, on parlera de court-circuit.
- Si certains éléments de fluide y séjournent plus longtemps, on parlera de zones de recirculation.

- Si certains éléments de fluide sont immobiles, on parlera de zones mortes. Ces défauts modifient l'allure générale de la DTS.

Ainsi, la courbe de DTS permet de caractériser l'hydrodynamique d'un réacteur chimique. L'objectif de ce laboratoire est d'établir les courbes de DTS pour un réacteur à cuve agitée et pour un réacteur tubulaire, dans des conditions opératoires données, de calculer le temps de séjour moyen et d'en déduire la présence d'éventuels défauts dans les écoulements.

2. Méthode des traceurs

Pour tracer ces courbes de DTS, la méthode des traceurs sera utilisée. Elle consiste à "marquer" des molécules entrant dans le système, et à les dénombrer dans le courant de sortie en fonction du temps. Ainsi on applique, à l'aide d'un traceur, un certain signal à l'entrée du système et on examine sa réponse en sortie, pour en déduire des renseignements sur le comportement interne du fluide. Dans le cadre de ce laboratoire, l'introduction du traceur, qui ne doit pas perturber l'écoulement dans le milieu étudié, sera réalisée par impulsion. L'injection impulsion consiste à introduire N moles de traceur pendant un temps très court. Le volume de traceur introduit doit être très faible par rapport au volume V du système afin de ne pas perturber son écoulement. On note $C_0 = N/V$, la concentration qu'aurait le traceur uniformément réparti dans tout le volume du réacteur. La réponse $C(t_s)$ en sortie du système, une fois normalisée par son intégrale, correspond à la fonction de distribution E :

$$E(t_s) = \frac{C(t_s)}{\int_0^{\infty} C(t) * dt}$$

Avec cette fonction de distribution, il est possible de calculer le temps de séjour moyen. En effet, le moment d'ordre 1 de cette fonction représente la moyenne de la distribution qui se trouve être le temps de séjour moyen :

$$t_{sm} = \int_0^{\infty} t_s^1 * E(t_s) * dt_s$$

Notons que, dans le cas d'un traceur, il n'y a pas de réaction chimique, et donc pas de variation du débit volumique. Le temps de séjour moyen est donc égal au temps spatial rapporté aux conditions d'entrée du réacteur :

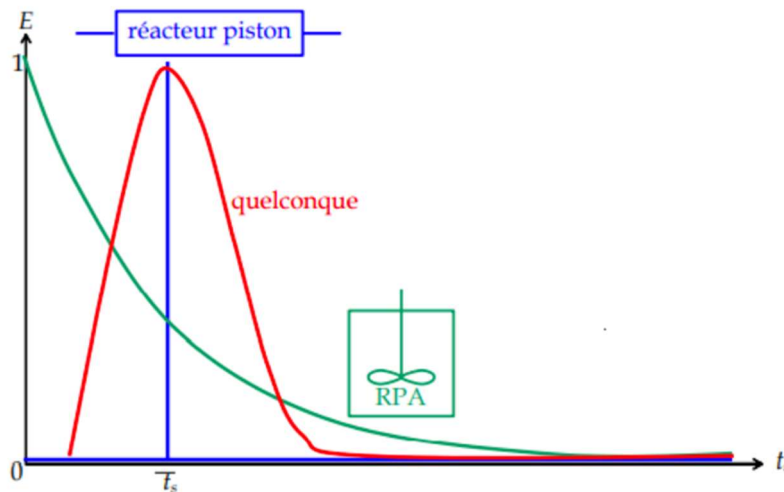
$$t_{sm} = \tau = V/\bar{v} \quad \text{où } \bar{v} \text{ représente le débit volumique.}$$

Plusieurs facteurs opératoires influencent le temps de séjour, notamment le débit d'alimentation du fluide et le volume du réacteur. Dans le cas d'un réacteur à cuve mélangée, la vitesse d'agitation du mélange influence également le temps de séjour.

Afin de déterminer la courbe de distribution du temps de séjour, on utilisera comme traceur conductimétrique une solution saturée en chlorure de sodium que l'on injectera instantanément (impulsion) dans l'alimentation du réacteur

constituée d'eau de ville. La conductivité est mesurée en sortie de réacteur au cours du temps. Une simple conversion de la conductivité en concentration du traceur permettra d'obtenir la DTS et de calculer le temps de séjour moyen.

3. DTS pour les réacteurs idéaux et pour les réacteurs réels



DTS pour un réacteur piston, pour une cuve parfaitement mélangée et pour un réacteur réel

Pour un réacteur piston, on considère que tous les éléments de fluide d'une même tranche avancent à la même vitesse dans la direction axiale. Le temps de séjour est donc le même pour tous les éléments de fluide. L'injection impulsion du traceur correspond donc à une impulsion de Dirac comme signal de sortie (temps de séjour unique).

Mathématiquement, un réacteur piston produit seulement un retard de temps $t_s = \tau$. Sa réponse est donc :

$$C = C_0 \cdot \delta(t_s - \tau)$$

$$\delta(x) = \begin{cases} 1 & \text{pour } x = 0 \\ 0 & \text{pour } x \neq 0 \end{cases}$$

Pour visualiser l'écoulement dans un réacteur piston, une vidéo est disponible sur la page HELMo Learn du laboratoire. Elle présente un test avec du colorant.

Sur la figure ci-dessus, la courbe bleue représente la fonction de distribution du temps de séjour d'un réacteur piston.

Dans un réacteur à cuve parfaitement mélangée, le mélange est considéré comme étant parfait et le milieu comme parfaitement homogène. Cela implique que la concentration est la même partout dans le réacteur. Dans le cas d'une injection de traceur par impulsion, sa concentration aura comme valeur initiale $C_0 = N/V$, N étant le nombre de moles de traceur et V étant le volume du réacteur.

La concentration décroît alors depuis cette valeur initiale jusqu'à devenir nulle. Mathématiquement, on a :

$$C = C_0 * \exp(-t_s/\tau)$$

et $t_{sm} = \tau = V/\bar{v}$ où \bar{v} représente le débit.

La DTS correspond à une exponentielle décroissante.

Pour visualiser l'écoulement dans un réacteur à cuve parfaitement mélangée, une vidéo montrant un test avec un colorant est disponible sur la page HELMO Learn du laboratoire.

Sur la figure ci-dessus, la courbe verte représente la fonction de distribution du temps de séjour d'un réacteur à cuve parfaitement mélangée.

Dans un réacteur réel, l'écoulement n'est pas parfaitement idéal, et la courbe de distribution des temps de séjour ne correspond pas aux courbes idéales verte et bleue, mais plutôt une courbe quelconque comme la rouge sur la figure ci-dessus.

Cette courbe s'obtient en portant en graphique la concentration en traceur déterminée expérimentalement, et normée par son intégrale :

$$E(t_s) = \frac{C(t_s)}{\int_0^{\infty} C(t) * dt}$$

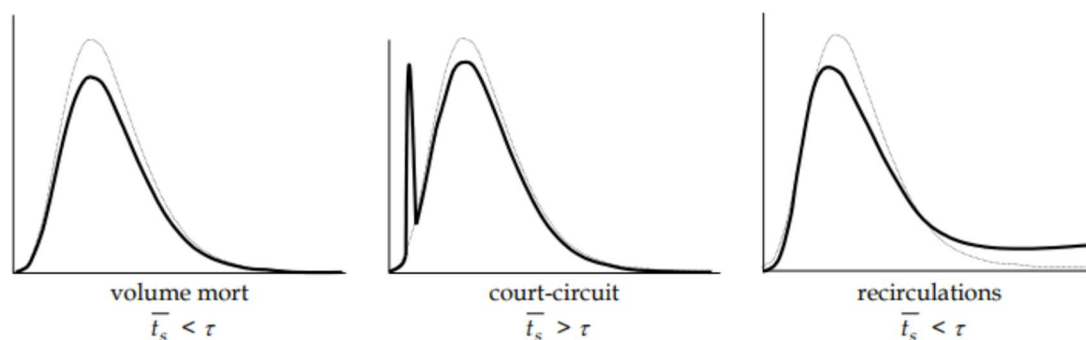
Comme expliqué ci-dessus, le temps de séjour moyen s'obtient par calcul et correspond au moment d'ordre 1 de la fonction de distribution :

$$t_{sm} = \int_0^{\infty} t_s^1 * E(t_s) * dt_s$$

Le temps de séjour moyen sera égal au temps spatial s'il n'y a pas de défaut d'écoulement :

$$t_{sm} = \tau = V/\bar{v} \quad \text{où } \bar{v} \text{ représente le débit}$$

En revanche, si en plus de la non-idéalité à l'hydrodynamique, un défaut d'écoulement est présent dans le réacteur, l'allure de la DTS sera modifiée et le temps de séjour moyen déterminé expérimentalement sera le temps de séjour moyen apparent $(t_{sm})_a$. Dans ce cas, il différera du temps spatial. L'allure de la courbe, ainsi que la comparaison entre $(t_{sm})_a$ et τ , permet de déterminer la nature du défaut présent dans le réacteur, comme le montre la figure suivante (cfr cours théorique) :



4. Matériel nécessaire

Il faut prévoir :

Un réacteur piston (0,5L, 0.7L ou 1L)

Un réacteur cuve (1L ou 2L)

Une balance (trébuchet), un berlin de 600 mL et un tube gradué de 2 L

Un aquarium rempli d'eau désionisée

Une pompe à débit variable

Une seringue (5mL)

Un barreau magnétique + agitateur

Un conductimètre et sa sonde conductimétrique + une solution standard de conductimétrie (KCl 0,01 M de 1,28 $\mu\text{S}/\text{cm}$ à 20 °C et 1,41 $\mu\text{S}/\text{cm}$ à 25 °C)

Un erlenmeyer de 100 mL

Un élastique

Des tuyaux de 1cm de diamètre intérieur et de différentes longueurs ; le petit pour la sortie du réacteur (voir tableau) et le long (environ 140 cm) pour l'entrée du réacteur

Un chronomètre

Un smartphone pour filmer l'évolution de la conductivité au cours de l'écoulement

Un essuie

Un multi-prises

5. Réactifs nécessaires

Solution saturée en chlorure de sodium (NaCl 360 g/L)

6. Mode opératoire

Ce laboratoire s'étend sur 2 séances de 3h. A la première séance, le professeur responsable vous attribuera deux réacteurs tubulaires ou deux réacteurs agités de volumes donnés et différents. A la deuxième séance, vous recevrez l'autre type de réacteur. D'une part, l'idée est d'expérimenter l'impact d'une variation de débit pour le réacteur tubulaire et d'une variation de vitesse d'agitation pour le réacteur cuve sur la distribution des temps de séjour. D'autre part, il faudra tester l'impact de la taille des réacteurs (tubulaire et agité) sur la DTS.

Les photos suivantes illustrent le dispositif à mettre en place, quel que soit le type de réacteur étudié.

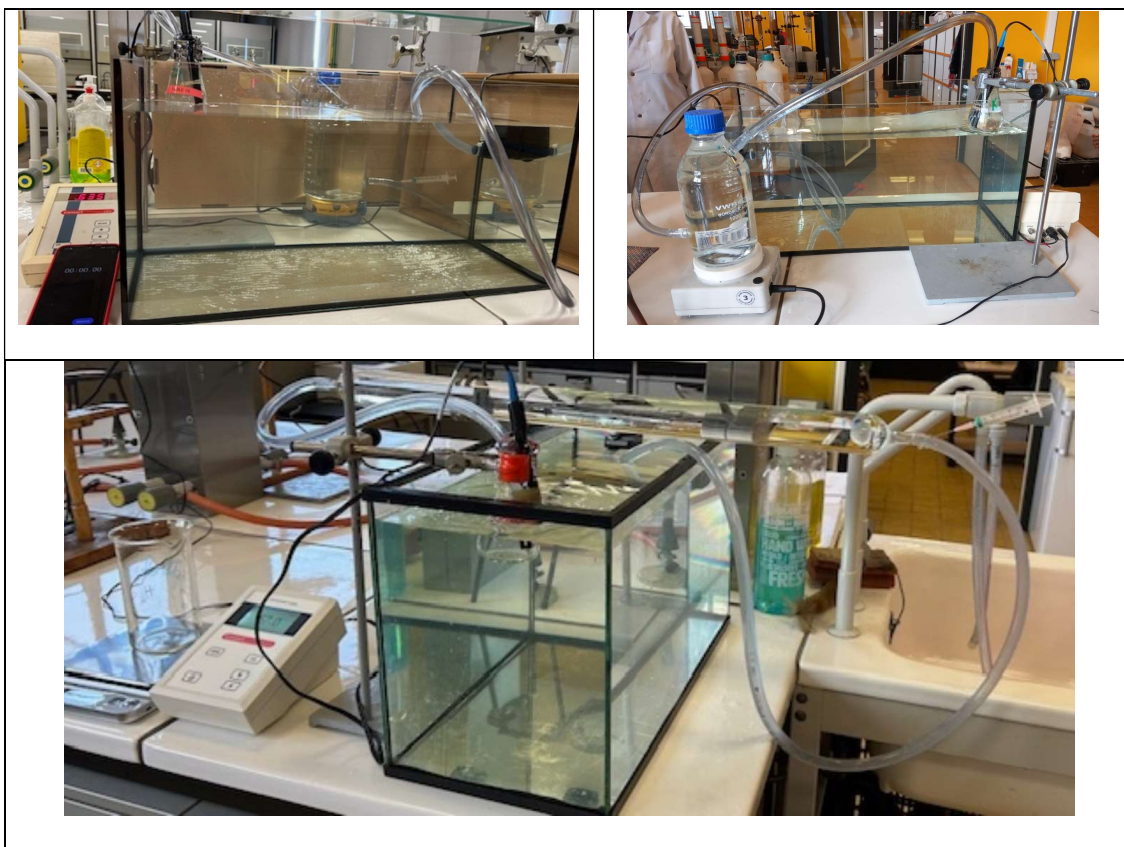


Schéma de principe de l'installation

On connecte l'entrée du réacteur à la sortie de la pompe par le long tuyau. Le petit tuyau de sortie du réacteur, doit être plongé dans un erlenmeyer, maintenu au-dessus de l'aquarium par une pince. Une mesure de débit de la pompe avant la manipulation est nécessaire. Pour cela, on prélève un grand volume d'eau sortant du réacteur pendant un temps mesuré et on le pèse sur un trébuchet, préalablement taré. Ce volume d'eau doit être remis dans l'aquarium afin de garder le volume total constant.

La sonde du conductimètre doit être également placée dans l'erlenmeyer afin d'être directement en contact avec le flux de sortie du réacteur. Pour ce faire, on fixe la sonde du conductimètre au tuyau de sortie à l'aide d'un élastique, tout en veillant à laisser un petit décalage d'un centimètre entre la sonde et le tuyau¹. Il faut étalonner la sonde à l'aide de la solution standard.

On remplit la seringue de la solution saturée en chlorure de sodium avant de l'enfoncer dans le tuyau d'entrée du réacteur, au plus proche de l'entrée de ce dernier. Pour les essais suivants, il faut laisser l'aiguille dans le tuyau pour éviter les fuites.

¹ L'idée est d'avoir la sonde qui mesure la conductivité de l'eau qui sort à chaque instant du tuyau.

Une fois l'installation faite, on remplit alors lentement le réacteur d'eau en le tenant incliné de manière à ce qu'il se remplisse « **de bas en haut** », afin de ne laisser aucune bulle d'air dans le réacteur. S'il s'agit d'un réacteur cuve, il faut placer le barreau aimanté à l'intérieur de celui-ci avant remplissage.

La prise de mesure doit commencer exactement au moment où la solution d'eau salée saturée dans la seringue est injectée. Afin d'avoir des mesures plus précises, il est conseillé d'utiliser un chronomètre et de le placer à côté du conductimètre. Une astuce pour pouvoir exploiter les mesures par la suite est de filmer avec un smartphone l'ensemble conductimètre et chronomètre. La vidéo permettra de faire des arrêts sur image et de noter la conductivité de l'eau en sortie de réacteur à un instant t .

Pour chaque taille de réacteur tubulaire testé, il vous sera demandé de travailler à 2 débits suffisamment différents afin de mesurer l'impact de celui-ci sur la distribution du temps de séjour. Le débit de la pompe sera préalablement réglé par l'enseignant responsable. Ce débit devra être mesuré au début de chaque expérience comme expliqué précédemment. Il est important de souligner que le débit doit rester le plus constant possible au cours d'une expérimentation, dès lors que son influence est étudiée.

Pour chaque taille de cuve agitée testée, il vous sera demandé de travailler à 2 vitesses d'agitation suffisamment différentes à débit constant afin de mesurer l'impact de celle-ci sur la distribution du temps de séjour. Le débit de la pompe sera préalablement réglé au maximum par l'enseignant responsable. La vitesse d'agitation est réglée à l'aide du curseur de l'agitateur magnétique. Le débit devra également être mesuré au début de chaque expérience comme expliqué précédemment.

Notons que les valeurs des volumes des réacteurs (0.5L, 0.7L, 1L et 2L) sont données à titre indicatif. Il est primordial de déterminer expérimentalement par pesée le volume réel.

Il est nécessaire de soustraire le volume du tuyau de sortie du réacteur du volume réellement mesuré.

7. Rapport

Le rapport contiendra les courbes DTS de chacun de vos essais ainsi qu'une comparaison avec la courbe théorique préalablement établie.

Une analyse des écarts à l'idéalité sera également fournie. Enfin, il faudra expliciter l'impact des paramètres étudiés (débit ou agitation et taille) sur la DTS. Le rapport sera complété dans un fichier Excel en ligne accessible durant le laboratoire ainsi qu'entre les deux séances mais sans modification possible des résultats bruts une fois ceux-ci encodés.

Il est impératif de faire les calculs dans ce fichier et de ne pas arrondir les résultats intermédiaires.

8. Références

S. PIRARD

« Génie chimique industriel » (IND-C1-B3-UE07), HELMo Gramme

Et « Podcast non idéalité des réacteurs »