

CARELLE MALENDOMA

**DETERMINATION DU COEFFICIENT DE TRANSFERT DE
CHALEUR DANS UN LIT DE PARTICULES AVEC AGITATION: CAS
PARTICULIER DES PNEUMATIQUES USAGES**

Mémoire
présenté
à la Faculté des études supérieures
de l'Université Laval
pour l'obtention
du grade de maître ès sciences (M.Sc.)

Département de génie chimique
FACULTÉ DES SCIENCES ET GÉNIE
UNIVERSITÉ LAVAL

SEPTEMBRE 1997

© Carelle Malendoma, 1997



National Library
of Canada

Acquisitions and
Bibliographic Services

395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Bibliothèque nationale
du Canada

Acquisitions et
services bibliographiques

395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Your file Votre référence

Our file Notre référence

The author has granted a non-exclusive licence allowing the National Library of Canada to reproduce, loan, distribute or sell copies of this thesis in microform, paper or electronic formats.

The author retains ownership of the copyright in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque nationale du Canada de reproduire, prêter, distribuer ou vendre des copies de cette thèse sous la forme de microfiche/film, de reproduction sur papier ou sur format électronique.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur qui protège cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

0-612-25662-6

Canada

AVANT-PROPOS

Je veux, tout d'abord, rendre grâces à Dieu, le Père de mon Seigneur Jésus-Christ, pour les habiletés et l'énergie qu'Il me donne chaque jour. C'est d'abord à Lui que je dois l'accomplissement de ce travail.

J'aimerais ensuite remercier, du fond du coeur, toutes les personnes qui ont participé à chacune des étapes de mon projet de maîtrise. Au Dr Roy: votre oeil méticuleux et parfois paternaliste a supervisé avec soin l'ossature de mon travail de recherche. Au Dr Yang: votre douceur et votre disponibilité accompagnent de manière charmante votre perspicacité et votre rigueur scientifique. Aux hommes de l'Unité de Développement de Procédé (Daniel Blanchette, Bruno De Caumia, Denis Lapointe, Patrice Lavoie et Jean-Marc Roy, par ordre alphabétique): j'ai apprécié chaque jour passé dans le charbon, grâce à votre aide, votre patience et nos rires. L'expérience que j'ai acquise au cours de ce travail de recherche va au-delà du génie chimique, c'est certain.

Je ne saurais terminer sans adresser des remerciements spéciaux et chaleureux à ceux qui sont très chers à mon coeur: à la maisonnée de Québec pour son amour et ses encouragements répétés, à mes parents, frères et soeurs pour leur soutien moral et matériel (je t'aime très fort Maman) ainsi qu'à tous les autres qui, un jour, ont dit: "Bon courage".

RESUME

Ce mémoire porte sur la détermination du coefficient de transfert de chaleur entre un fluide caloporteur et un lit agité de particules de pneus soumis à une dégradation thermique.

La méthodologie adoptée comportait une approche expérimentale et une approche théorique. L'approche expérimentale visait à obtenir des valeurs expérimentales pour le coefficient de transfert de chaleur entre le caloporteur et le lit de particules pour différentes vitesses d'agitation. La seconde approche a permis de comparer les prédictions théoriques et les valeurs expérimentales.

Les coefficients de transfert de chaleur expérimentaux varient entre 30 et 300 $\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ pour des vitesses d'agitation du lit de particules allant de 2 à 40 rpm. Il y a une assez bonne correspondance entre les résultats expérimentaux et théoriques. Cependant, à haute vitesse, les valeurs expérimentales sont beaucoup plus élevées que les valeurs prédites. Cela suggère d'approfondir les recherches pour mieux cerner les phénomènes thermiques impliqués dans le procédé.

Carelle Malendoma

Christian Roy

TABLE DES MATIERES

RESUME	II
AVANT-PROPOS	III
TABLE DES MATIERES	IV
LISTE DES FIGURES ET TABLEAUX	VI
LISTE DES SYMBOLES	X
CHAPITRE 1 PROBLEMATIQUE ET OBJECTIFS	1
CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE	4
2.1 LA PYROLYSE DES PNEUS.....	4
2.2 LE TRANSFERT DE CHALEUR EN MILIEU GRANULAIRE	9
CHAPITRE 3 METHODOLOGIE	15
3.1 DESCRIPTION DE L'UNITE PILOTE DE PYROLYSE.....	16
3.2 MéCANISMES DE TRANSFERT DE CHALEUR DANS LE REACTEUR	20
3.3 APPROCHE EXPERIMENTALE	23
3.3.1 <i>Déroulement des expériences</i>	25
3.3.2 <i>Mesure de température dans le lit</i>	26
3.3.3 <i>Traitement des données expérimentales</i>	27
3.4 APPROCHE THEORIQUE	28
3.4.1 <i>Détermination des propriétés thermiques et mécaniques</i>	29
3.4.1.1 Masse volumique.....	29
3.4.1.2 Capacité calorifique	30
3.4.1.3 Conductivité thermique.....	30
3.4.1.4 Résistance de contact.....	36
3.4.1.5 Facteur de renouvellement de surface.....	40
3.4.2 <i>Calcul du coefficient de transfert de chaleur entre le sel et le lit</i>	42
3.5 CAS DES PNEUS CEINTURES D'ACIER.....	43
CHAPITRE 4 RESULTATS ET DISCUSSION	45
4.1 APPROCHE EXPERIMENTALE	45
4.1.1 <i>Mesures de température dans le réacteur</i>	49
4.1.2 <i>Calcul des flux de chaleur dans le réacteur</i>	56
4.1.3 <i>Calcul du coefficient de transfert de chaleur</i>	61
4.2 APPROCHE THEORIQUE	76
4.2.1 <i>Propriétés thermiques et mécaniques</i>	76
4.2.2 <i>Calcul des coefficients de transfert de chaleur</i>	79
4.3 INFLUENCE DE LA RADIATION	88

4.3.1 <i>Approche expérimentale</i>	90
4.3.2 <i>Approche théorique</i>	96
4.4 CAS DES PNEUS CEINTURES D'ACIER.....	97
CHAPITRE 5 CONCLUSIONS	103
5.1 PROPOSITION D'UNE METHODE DE DETERMINATION DU COEFFICIENT DE TRANSFERT DE CHALEUR	103
5.2 RECOMMANDATIONS	106
5.2.1 <i>Causes d'erreur</i>	106
5.2.2 <i>Elargissement de l'étude</i>	107
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	108
ANNEXE A: PROPRIÉTÉS DU SEL HITEC	112
ANNEXE B: PROFILS DE TEMPÉRATURES MESURES	113
ANNEXE C: ANALYSE GRANULOMÉTRIQUE	124
ANNEXE D: CALCUL D'ERREUR	126

LISTE DES FIGURES ET TABLEAUX

Figure 2-1 Schéma d'une particule de pneu cylindrique dans un milieu chaud: trois zones se développent durant la pyrolyse.....	6
Figure 3-1 Schéma du réacteur prototype en mode d'alimentation discontinue.	17
Figure 3-2 Schéma illustrant les phénomènes de transfert de chaleur dans le réacteur de pyrolyse.....	22
Figure 3-3 Position des thermocouples dans le réacteur batch.....	24
Tableau 3-1 Facteurs de forme et aires de contact entre particules.....	33
Figure 3-4 Montage utilisé pour la détermination de la conductivité thermique et de la résistance de contact.....	35
Tableau 3-2 Description des composantes du montage expérimental de mesure de conductivité thermique.....	36
Figure 3-5 Orientation aléatoire de deux particules sur une paroi.....	38
Figure 3-6 Schéma de la "raclette".....	41
Tableau 4-1 Conditions opératoires des expériences effectuées sur les pneus Scopcat.....	46
Tableau 4-2 Hauteur du lit de particules avant et après la pyrolyse en fonction de la vitesse d'agitation.....	49
Figure 4-1 Evolution des températures mesurées dans le réacteur.....	50
Figure 4-2 Profil mesuré et profil extrapolé de la température du lit de particules..	53
Figure 4-3 Profils mesurés de la température du lit pour les deux tests pseudo-statiques.....	55
Tableau 4-3 Valeurs du facteur de pertes de chaleur pour les six essais de pyrolyse.	57

Figure 4-4 Evolution de la puissance nette transférée du sel vers le lit de particules lors des six essais de pyrolyse.....	59
Figure 4-5 Valeurs instantanées des coefficients de transfert de chaleur dans le réacteur en fonction du temps: pyrolyse L10; $t_{mix} = 2,55$ s.	64
Figure 4-6 Valeurs des coefficients de transfert de chaleur partiels entre le sel et le lit en fonction du temps caractéristique de mélange.	67
Tableau 4-4 Valeurs des coefficients de transfert de chaleur pour les six essais de pyrolyse de particules de pneus.	71
Tableau 4-5 Moyenne des coefficients de transfert de chaleur instantanés pour les six essais de pyrolyse de pneus Scopcat.	71
Tableau 4-6 Valeurs des coefficients de transfert de chaleur entre le sel et le lit pour les quatre tests de mise en température pour les pneus Scopcat.	73
Tableau 4-7 Moyenne des coefficients de transfert de chaleur instantanés pour les quatre tests de mise en température.	73
Figure 4-7 Erreur associée aux valeurs instantanées du coefficient de transfert de chaleur entre le sel et le lit en fonction du temps: pyrolyse L10; $t_{mix} = 2,55$ s.	75
Tableau 4-8 Propriétés physiques et thermiques du caoutchouc et du noir de carbone pyrolytique.	77
Tableau 4-9 Valeurs du facteur de renouvellement de surface en fonction de la vitesse d'agitation.	79
Tableau 4-10 Valeurs des coefficients de transfert de chaleur dans le bain de sel et dans la paroi métallique du réacteur.	80
Tableau 4-11 Coefficients de transfert de chaleur expérimentaux et théoriques pour les tests de mise en température.	83
Tableau 4-12 Comparaison des coefficients de transfert de chaleur expérimentaux et théoriques pour les trois phases de la pyrolyse.....	83
Figure 4-8 Valeurs expérimentales et théoriques des coefficients partiels de transfert de chaleur entre le sel et le lit pour la phase de caoutchouc.	84
Figure 4-9 Valeurs expérimentales et théoriques des coefficients partiels de transfert de chaleur entre le sel et le lit pour la phase de noir de carbone.....	85

Tableau 4-13 Écart entre les valeurs théoriques et expérimentales des coefficients de transfert de chaleur (sur la base des valeurs expérimentales).....	87
Figure 4-10 Evolution des flux de chaleur échangés dans le réacteur en fonction du temps.....	89
Figure 4-11 Evolution des coefficients de transfert de chaleur par conduction et par radiation en fonction du temps: pyrolyse L11	93
Figure 4-12 Evolution des coefficients de transfert de chaleur par conduction et par radiation en fonction du temps: pyrolyse L7	94
Figure 4-13 Evolution des coefficients de transfert de chaleur par conduction et par radiation en fonction du temps: pyrolyse L10.....	95
Figure 4-14 Profils des températures mesurées lors de la pyrolyse des pneus réguliers en lit statique.....	99
Figure 4-15 Profils des températures mesurées lors de la pyrolyse des pneus ceinturés d'acier en lit statique.....	100
Figure 4-16 Evolution en fonction du temps du flux de chaleur du sel vers le lit pendant les deux pyrolyses de pneus réguliers et de pneus ceinturés d'acier	101
Tableau 4-14 Propriétés thermiques mesurées des particules de pneus réguliers et ceinturés d'acier.....	102
Tableau A-1 Propriétés physiques et thermiques du sel fondu Hitec®.....	112
Figure B-1 Profils des températures mesurées lors de la pyrolyse L11	114
Figure B-2 Profils des températures mesurées lors de la pyrolyse L7.....	115
Figure B-3 Profils des températures mesurées lors de la pyrolyse L8.....	116
Figure B-4 Profils des températures mesurées lors de la pyrolyse L9.....	117
Figure B-5 Profils des températures mesurées lors de la pyrolyse L10.....	118
Figure B-6 Profils des températures mesurées lors de la pyrolyse L13.....	119
Figure B-7 Profils des températures mesurées lors du test de mise en température L17	120
Figure B-8 Profils des températures mesurées lors du test de mise en température L18	121

Figure B-9 Profils des températures mesurées lors du test de mise en température L19	122
Figure B-10 Profils des températures mesurées lors du test de mise en température L20	123
Tableau C-1: Détails de l'analyse granulométrique pour les particules de caoutchouc.....	124
Tableau C-2: Détails de l'analyse granulométrique pour les particules de noir de carbone pyrolytique.	125

LISTE DES SYMBOLES

A	surface d'échange (m^2)
C_{FORM}	facteur de forme des particules (-)
C_p	capacité calorifique ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)
d_p	diamètre de particule (m)
Gr	nombre de Grashoff (-)
ΔH	variation d'enthalpie (J)
M	masse (kg)
N_{mix}	nombre de mélange, paramètre empirique (-)
Nu	nombre de Nusselt (-)
Pr	nombre de Prandtl (-)
R_{FORM}	facteur de forme des particules (-)
P	pression (Pa)
Q	(ou q) flux de chaleur (W)
R	résistance thermique ($m^2.K.W^{-1}$) ou électrique (Ω)
R_p	rayon de la particule (m)
s_r	rugosité de la surface d'échange (m)
T	température (K)
t_{mix}	= 60/rpm; constante caractéristique du système d'agitation (s)
t	temps (s)
U	tension électrique (V)
x	position dans un milieu solide (m)
X	profondeur de pénétration (m)

Lettres grecques

α	coefficient de transfert de chaleur ($W.m^{-2}.K^{-1}$)
β	facteur de renouvellement de surface (-)
Δ	libre parcours moyen des molécules de gaz (m)
λ	conductivité thermique ($W.m^{-1}.K^{-1}$)
κ	diffusivité thermique ($m^2.s^{-1}$)
ρ	masse volumique ($kg.m^{-3}$)
σ	libre parcours moyen modifié des molécules de gaz (m)
γ	coefficient d'accommodation (-)
ψ	fraction de vide du lit de particules (-)
ϕ_K	aire de contact plane des particules (-)

Indices

G	gaz
w	paroi métallique côté lit de particules
s	surface du lit en contact avec la paroi métallique chauffante
m	paroi métallique côté sel fondu
b	lit de particules
p	particule individuelle
f	bain de sel fondu
rad	radiation
w,rad	radiation de la paroi métallique chauffante

Les combinaisons d'indices se lisent par association. Par exemple:

wp de la paroi métallique à la particule adjacente

CHAPITRE 1

PROBLÉMATIQUE ET OBJECTIFS

La quantité de pneumatiques usagés rejetés chaque année est estimée à 2,5 Mt en Amérique du Nord, 1,5 Mt dans la Communauté Européenne et 0,5 Mt au Japon. La majorité de ces pneus est acheminée vers des sites d'enfouissement ou vers des dépotoirs à ciel ouvert, malgré les risques d'incendie que cela comporte. De plus, ces méthodes d'élimination ne tirent pas avantage du potentiel énergétique que représentent les pneus. Parallèlement à l'incinération, la pyrolyse se présente comme une méthode de recyclage à cause de la valeur des produits de la réaction: en effet, les huiles sont combustibles et renferment des composés chimiques recherchés, les gaz peuvent servir de combustible et le solide résiduel est utilisable comme combustible, charbon activé ou noir de carbone. Les travaux de Roy et al. [1995] sont, dans ce domaine, parmi les plus avancés au stade de la recherche et du développement.

Pour que la pyrolyse sous vide des pneus devienne une avenue commerciale fiable, il est nécessaire que le procédé industriel soit viable, ce qui passe par un design adéquat des équipements de transformation dont le réacteur est le principal élément.

Un réacteur de pyrolyse sous vide en mode d'alimentation continue a été développé en 1996 par l'équipe du professeur Roy à l'Université Laval. Il s'agit d'un réacteur à plateaux horizontaux dans lequel circule un fluide caloporteur qui chauffe un lit de particules en mouvement. Les études préliminaires [Roy *et al.*, 1996] ont prouvé que cette configuration

permet d'atteindre une qualité de transfert de chaleur supérieure à celle obtenue avec les réacteurs classiques comme le four à soles multiples et les fours rotatifs. Cette amélioration notable du transfert de chaleur est essentiellement imputable à deux facteurs. D'une part, le sel fondu est un fluide caloporteur très intéressant en ce sens qu'il possède une capacité calorifique élevée et permet d'opérer à haute température. D'autre part, le système d'agitation du réacteur a été conçu de manière à continuellement enlever de la surface des plateaux horizontaux chauffants les particules chaudes pour les remplacer par d'autres particules plus froides.

Il demeure toutefois que la mise à l'échelle du procédé requiert de la part des ingénieurs une connaissance approfondie des différents paramètres reliés à l'opération du réacteur. La difficulté est double: il y a d'une part l'étude du transfert de chaleur associé à une réaction chimique complexe et d'autre part, la compréhension des mécanismes de mouvement de particules solides soumises à une agitation mécanique. Il est important, pour des raisons économiques évidentes, de pouvoir calculer avec une bonne précision la taille du réacteur, *i.e.* la surface totale requise des plateaux chauffants. Le paramètre dans le réacteur qui détermine la surface d'échange nécessaire est le coefficient global de transfert de chaleur, *i.e.* la capacité à transférer la chaleur nécessaire à la pyrolyse d'une charge de pneus donnée par unité de surface d'échange et par unité de temps. Tout excès d'optimisme ou de pessimisme au moment de la conception sera lourd de conséquences.

Il n'existe malheureusement pas dans la littérature, comme c'est le cas pour les échangeurs de chaleur par exemple, de méthode reconnue permettant de déterminer le coefficient de transfert de chaleur pour un système similaire au réacteur présenté ci-dessus. Cette étude se veut donc une contribution au travail de mise à l'échelle du procédé de pyrolyse utilisant le réacteur horizontal à lit mobile. Les objectifs spécifiques du travail sont les suivants:

1. Élaborer une méthode expérimentale et une méthode théorique permettant de déterminer le coefficient de transfert de chaleur entre le bain de sel fondu et le lit de particules pour un réacteur de pyrolyse à lit mobile et en mode d'alimentation discontinue.

2. Etudier l'effet de la vitesse d'agitation sur la valeur du coefficient de transfert de chaleur lors de la pyrolyse atmosphérique des vieux pneumatiques.

Un prototype rotatif du réacteur horizontal a été construit à des fins expérimentales. Ce dernier réacteur utilise également du sel fondu comme fluide caloporteur et possède le même mécanisme d'agitation; on peut donc observer les mêmes phénomènes de transfert de chaleur dans l'un comme dans l'autre. Fonctionnant à pression atmosphérique et en mode d'alimentation discontinu, le prototype rotatif est plus facile à opérer. Les résultats obtenus dans le prototype rotatif en mode d'alimentation discontinue seront transposables dans le cas d'un plus grand réacteur en mode d'alimentation continue et fonctionnant sous vide car l'influence de la pression sur les phénomènes thermiques qui sont en jeu peut être considérée comme négligeable.

La méthodologie adoptée comporte donc deux volets: une approche expérimentale et une approche théorique. La première approche permet d'obtenir rapidement des résultats utilisables; elle sert également à valider les modèles théoriques explorés. L'approche théorique aide à comprendre les mécanismes du transfert thermique observés durant l'opération du réacteur. Elle mène à des équations mathématiques utilisables pour prédire les valeurs des coefficients de transfert de chaleur sous des conditions opératoires variables. On espère que ces deux approches vont converger vers un résultat unique qui permettra de caractériser de manière quantitative le procédé de pyrolyse. Depuis une vingtaine d'années, les fabricants de pneus insèrent des fibres d'acier dans les pneumatiques pour accroître leur résistance mécanique. Puisque les pneus envoyés aujourd'hui au rebut contiennent dans leur grande majorité des fibres d'acier, il faut tenir compte de la présence du métal dans l'évaluation économique du procédé. Il est certain que le déchiquetage des pneus entiers et la séparation du métal engendrent des coûts additionnels. Par contre, s'il était prouvé que la présence du métal dans le caoutchouc améliorerait le transfert de chaleur dans la particule, on pourrait se contenter d'un déchiquetage moins poussé et donc plus économique. La comparaison préliminaire de la qualité du transfert de chaleur lors de la pyrolyse des pneus ceinturés d'acier et des pneus réguliers constitue donc un sous-objectif de notre étude.

CHAPITRE 2

REVUE DE LITTÉRATURE

La difficulté inhérente à l'étude d'un procédé en développement est bien souvent le manque de données pertinentes et fiables. La littérature fournit une certaine quantité d'informations relatives à la pyrolyse des pneus d'une part et au transfert de chaleur en milieu granulaire d'autre part. Ces deux éléments ayant lieu simultanément dans le réacteur de pyrolyse développé par Roy *et al.* [1996], il est important de combiner adéquatement les connaissances existantes afin d'aboutir à une compréhension globale des phénomènes reliés à la pyrolyse de particules de pneus déchiquetés.

2.1 La pyrolyse des pneus

La pyrolyse consiste à élever la température d'une substance en l'absence d'oxygène de manière à dégrader ses composants organiques. Les réactions de dégradation impliquées dans la pyrolyse sont d'une grande complexité et ne sont jusqu'ici connues qu'en partie.

Un pneu (sur une base de caoutchouc sans acier) est composé d'élastomères (50 à 60 %), de noir de carbone (25 à 30 %), d'huile d'extension (5 à 10 %) et de certains additifs variables selon le manufacturier [Ohm, 1990]. Cette composition change selon les différentes parties du pneu (semelle ou flanc). Le noir de carbone est utilisé pour renforcer le caoutchouc et accroître ainsi sa résistance à l'abrasion. L'huile d'extension est un

mélange d'hydrocarbures aromatiques servant à réduire la viscosité et améliorer la flexibilité des élastomères [Vanderbilt, 1990]. En ce qui concerne les additifs, les fibres d'acier ou de verre procurent la force mécanique au pneumatique; le soufre est utilisé pour lier les chaînes de polymères à l'intérieur du caoutchouc et pour prévenir la déformation excessive à haute température; l'oxyde de zinc et le plomb accélèrent le procédé de vulcanisation du caoutchouc [Hofmann, 1989]. En Amérique du Nord, les trois élastomères le plus souvent utilisés pour la fabrication des semelles et flancs de pneus sont le caoutchouc naturel (NR), le polybutadiène (BR) et surtout le butadiène-styrène (SBR). Chacun des élastomères possède des propriétés mécaniques et une résistance thermique qui lui sont propres.

La pyrolyse des pneus produit des hydrocarbures liquides, des gaz et un résidu solide composé essentiellement de noir de carbone. Les produits de la pyrolyse dépendent essentiellement de la nature des élastomères et autres ingrédients du pneu ainsi que des conditions opératoires. Des échantillons de pneus provenant de différentes compagnies ou de portion de pneus différentes peuvent avoir des compositions différentes et par conséquent montrer des comportements distincts pendant la pyrolyse. Les proportions typiques des produits de la pyrolyse sous vide de pneus sont de 57 % pour l'huile (vapeurs organiques condensées), 38 % pour le noir de carbone et les matières inorganiques et de 5 % pour les gaz [Roy *et al.*, 1987]. En général, la pyrolyse des pneus à pression atmosphérique produit 40-45 % d'huiles pyrolytiques, 45-50 % de noir de carbone et 10-15 % de gaz [Bouvier *et al.*, 1987].

Le transfert de chaleur constitue l'élément contrôlant de la pyrolyse des pneus usés. Les phénomènes de transfert de chaleur à l'extérieur de la particule sont déterminés par la configuration du réacteur de pyrolyse tandis que le transfert à l'intérieur de la particule est dépendant des propriétés thermiques. Selon le ratio du temps caractéristique du transfert de chaleur et de la pyrolyse [Yang, 1995], le procédé peut être contrôlé soit par le transfert de chaleur soit par la cinétique de réaction soit par les deux.

Le processus de la pyrolyse d'un morceau de caoutchouc peut être décrit (figure 2-1) par trois zones à l'intérieur de la particule: une zone vierge, une zone réactionnelle et une zone

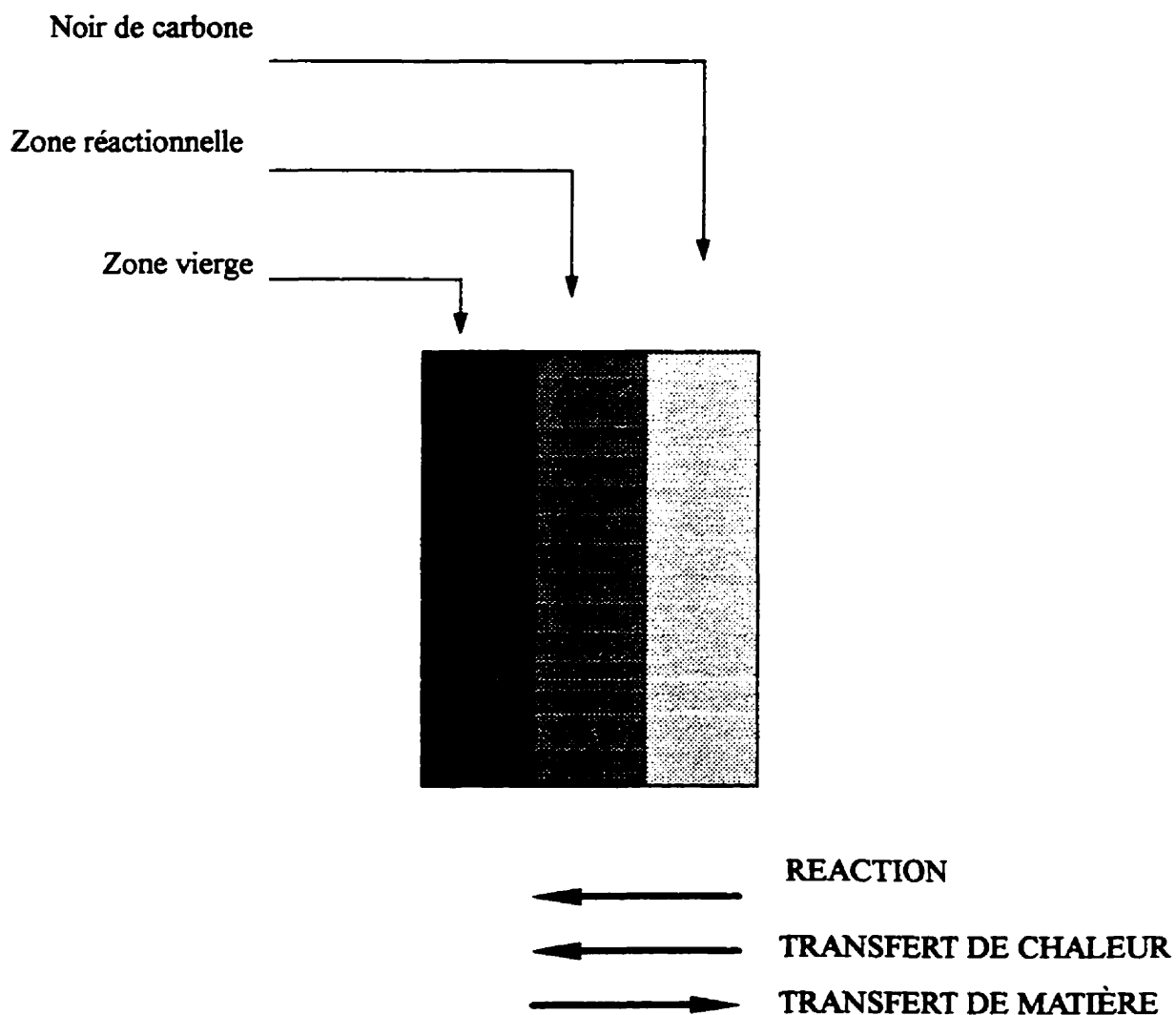


Figure 2-1 Schéma d'une particule de pneu cylindrique dans un milieu chaud: trois zones se développent durant la pyrolyse.

post réactionnelle [Yang, 1995]. Dans la zone vierge, la température n'est pas assez haute pour initier les réactions de décomposition ($T < 200$ °C). Le transfert de chaleur entre les particules se fait essentiellement par conduction.

Dans la zone de réaction ($T > 200$ °C), des changements à la fois dans la composition chimique et dans la structure physique de la particule de caoutchouc surviennent. D'abord, l'huile d'extension et les ingrédients à faible point d'ébullition sont évaporés entre 200 et 300 °C. Ensuite, les composés organiques à longue chaîne se décomposent en molécules radiculaires comprenant des gaz (environ 5 %) et des liquides (environ 60 %). L'accumulation de ces produits de pyrolyse liquéfie partiellement la particule de pneu. A mesure que la température augmente, les produits liquides sont évaporés, formant des bulles de gaz. Celles-ci sont transportées vers la surface de la particule; la phase liquide finit par disparaître autour de 500 °C et il ne reste alors qu'une structure solide composée de noir de carbone et de matières minérales. Dans la zone réactionnelle, la contribution de la radiation au transfert de chaleur augmente considérablement et devient éventuellement le mode de transfert dominant. Le passage des matières volatiles dans les pores du pneu produit de la convection mais celle-ci est, à basse pression, négligeable devant la conduction et la radiation. Selon les conditions opératoires de la pyrolyse, la liquéfaction et la vaporisation peuvent survenir en une ou deux étapes [Yang, 1995].

La décomposition des élastomères s'accompagne d'un dégagement de chaleur (environ 560 kJ/kg d'élastomère) tandis que l'évaporation des produits est endothermique (requiert environ 180 kJ / kg soit 20 % de la demande énergétique totale) [Yang, 1995]. Ces chiffres correspondent au SBR qui est le principal constituant des élastomères du pneu.

Il est important de mentionner que les phénomènes de transfert de chaleur à l'intérieur des particules, entre les particules de même qu'entre l'environnement et les particules sont influencés de manière significative par la taille des particules, la température, la vitesse de chauffage et la pression d'opération.

Un modèle mathématique a été développé par Yang [1995] pour permettre, entre autres, de prédire la distribution de température et le taux de conversion de la réaction dans un lit stagnant de particules de pneus de même que la consommation d'énergie, la variation de masse et de pression dans le réacteur.. Le modèle de Yang a été validé à partir de particules cylindriques de diamètre compris entre 5 et 12 mm et provenant du flanc de pneus réguliers.

Dans le même sens, les échanges de chaleur dans un réacteur de pyrolyse sous vide de vieux pneumatiques ont fait l'objet d'une étude [Labrecque, 1987] au cours de laquelle a été développé un modèle mathématique permettant de calculer les flux thermiques échangés dans le réacteur. Le modèle de Labrecque ne considère que l'échange radiatif entre les parois métalliques du réacteur et le lit de particules mises en mouvement par un bras racleur. En effet, le réacteur utilisé a une configuration totalement différente de celui qui fait l'objet de la présente étude.

Les travaux de Labrecque constituent une source importante d'informations sur le comportement des pneus pendant la pyrolyse. L'auteur obtient déjà 8 % d'huile pyrolytique à 250 °C; ceci indique que la phase réactionnelle a déjà débuté. L'auteur a également observé que la majeure partie des transformations physiques du pneu s'effectue sous vide entre 350 et 400 °C. La demande énergétique mesurée est d'environ 706 kJ / kg de pneus; ainsi, la pyrolyse sous vide serait légèrement endothermique. La perte de masse du pneu pendant la pyrolyse varie entre 60 et 70 %. Yang obtient expérimentalement une demande énergétique globale de 905 kJ / kg.

Ainsi, la pyrolyse des pneumatiques est une combinaison de réactions très complexes encore méconnues sous bien des aspects. Celles-ci s'accompagnent de variations importantes des propriétés physiques et thermiques du solide initial ainsi que d'une baisse de volume et de masse.

2.2 Le transfert de chaleur en milieu granulaire

Le transfert de chaleur entre un matériau granulaire en mouvement et une surface est un processus intéressant car des taux de transfert de chaleur très élevés peuvent être obtenus. On réfère ici aux procédés dans lesquels les particules sont en contact les unes avec les autres et le gaz interstitiel n'a pas de mouvement relatif significatif par rapport aux particules. Ceci est en contraste avec les procédés de lits fluidisés dans lesquels le gaz est propulsé à l'intérieur du lit. La littérature scientifique est malheureusement assez pauvre en relations empiriques ou analytiques utilisables par les ingénieurs pour le type de procédés ici considérés.

Comme la plupart des auteurs qui traitent d'échange de chaleur entre une paroi et un lit mélangé mécaniquement, Antonishin *et al.*[1993] associent le taux de transfert thermique à la durée d'exposition des particules à la surface chaude. Les auteurs supposent un temps d'exposition adimensionnel obéissant à une loi de distribution gamma d'ordre zéro. Le coefficient moyen de transfert de chaleur entre la paroi et le lit mélangé est ensuite exprimé à partir du nombre de Nusselt (Nu). La relation permettant de calculer le nombre de Nusselt contient de nombreux paramètres empiriques dont la signification physique n'est pas très évidente et la manipulation fastidieuse pour des besoins d'ingénierie.

Les travaux de Schlünder sont d'un grand intérêt en ce qui a trait à la détermination des coefficients de transfert de chaleur en milieu granulaire. Ces travaux ont l'avantage de proposer des concepts relativement simples et des paramètres facilement manipulables. L'auteur décrit le transfert de chaleur entre un lit agité et une surface immergée (plateau métallique chauffant) en prenant en compte les trois mécanismes fondamentaux suivants [Schlünder, 1982]:

- Transfert de chaleur entre les particules et le plateau chauffant
- Conduction de chaleur dans le lit de particules
- Convection dans le lit causée par le mouvement des particules

Schlünder considère que l'échange de chaleur dans un lit de particules solides est limité par deux résistances: une résistance de contact entre la paroi chauffante et la première couche de particules d'une part; une résistance thermique entre cette première couche et le reste du lit d'autre part [Schlünder, 1984]. La résistance thermique est l'inverse du coefficient de transfert de chaleur.

$$R_{wb} = R_{ws} + R_{sb} \quad (2-1-a)$$

$$\frac{1}{\alpha_{wb}} = \frac{1}{\alpha_{ws}} + \frac{1}{\alpha_{sb}} \quad (2-1-b)$$

où α_{wb} est le coefficient de transfert de chaleur entre la surface du plateau métallique et l'intérieur du lit.

Il est possible de réduire considérablement la résistance au transfert de chaleur dans le lit de particules en augmentant l'intensité du mélange ou en réduisant l'épaisseur du lit, auquel cas on peut considérer le mélange dans le lit comme étant idéal. Le coefficient de transfert de chaleur global du lit devient alors très proche du coefficient d'échange à la paroi, lequel représente en fait la valeur maximale que peut atteindre le coefficient global de transfert dans le lit α_{wb} .

L'auteur reconnaît que la difficulté principale pour l'expérimentateur est liée au dernier phénomène, à savoir la convection due à l'agitation dans le lit; ceci est imputable au fait que les mécanismes du mouvement des particules ne sont généralement pas très bien connus. Pour surmonter cette difficulté, Schlünder scinde le transfert de chaleur dans le lit en un problème de conduction d'une part et un problème de mouvement de particules d'autre part. Le procédé est assimilé à une succession de périodes statiques et de périodes de mélange très rapides.

Pendant la période statique fictive, les particules sont en contact avec la paroi. Schlünder applique l'équation de la conduction pour un transfert transitoire unidimensionnel dans un solide homogène [Carslaw, 1959]:

$$\frac{dT}{dt} = \kappa \frac{d^2T}{dx^2} \quad (2-2-a)$$

$$\text{avec } \kappa = \frac{\lambda}{\rho C_p} \quad (2-2-b)$$

Les hypothèses de l'équation de conduction sont les suivantes [Carslaw, 1959]:

1. Le solide (ici le lit de particules) est un milieu homogène et isotrope (ses propriétés sont identiques dans toutes les directions)
2. Les propriétés du solide sont indépendantes de la température.
3. Il n'y a pas de génération de chaleur à l'intérieur du lit de particules.

Schlünder considère alors le lit comme un milieu solide semi-infini avec des propriétés propres. On qualifie de semi-infini un milieu solide borné sur une face uniquement et de longueur "infinie" dans la direction opposée. La face bornée est celle qui est en contact avec la paroi métallique. La chaleur pénètre au travers de cette frontière solide avant de diffuser vers le coeur du solide. L'hypothèse du solide semi-infini permet de simplifier la résolution de l'équation de Fourier: en effet, on peut appliquer la théorie de pénétration pendant la période statique fictive. Cette théorie conduit à la solution suivante de l'équation différentielle:

$$T(x,t) = C * \operatorname{erf}\left(\frac{x}{\sqrt{4\kappa t}}\right) \quad (2-3)$$

où C est une constante d'intégration

x est une position dans le solide

L'hypothèse du solide semi-infini est vérifiée lorsque la profondeur X est inférieure à la moitié de la plus petite dimension d_p des particules [Beek, 1975]:

$$X < \frac{d_p}{2}$$

La distance X est appelée profondeur de pénétration: c'est la distance au-delà de laquelle la différence de température entre la paroi et "l'infini" a baissé de 80 % par rapport à sa valeur initiale [Beek].

$$X = \sqrt{\pi \frac{\lambda}{\rho C_p} t} \quad (2-4)$$

où t est la durée d'exposition du solide à la surface chaude.

Le coefficient de transfert de chaleur dans le lit de particules s'écrit alors [Beek, 1975]:

$$\alpha_b = \sqrt{\frac{\lambda \rho C_p}{\pi t}} \quad (2-5)$$

où t est le temps de contact relatif du lit au niveau de la paroi

En incluant une résistance thermique à l'interface du lit et de la paroi métallique (appelée résistance de contact), Schlünder déduit une expression pour le coefficient global moyen de transfert de chaleur dans un lit mélangé. Rappelons que, selon la simplification de Schlünder, les périodes statiques sont suivies d'un mélange quasi-instantané du lit de particules.

$$\frac{\alpha_{wb}}{\alpha_{ws}} = \frac{1}{1 + \frac{\sqrt{\pi}}{2} \sqrt{\frac{\alpha_{ws}^2 t_{mix}}{\lambda \rho C_p}} N_{mix}} \quad (2-6)$$

t_{mix} est un temps caractéristique du système d'agitation

N_{mix} est un paramètre empirique supérieur à 1; c'est une propriété mécanique du système, indépendante des propriétés thermiques.

Il faut mentionner que le travail expérimental de Schlünder a été effectué sur des matériaux inertes (métal, verre, etc.), avec des particules de forme régulière et de diamètre compris entre 0.25 et 3.1 mm. La pression d'opération se situait entre 0.001 et 760 mm Hg selon les expériences.

La zone d'ombre dans le modèle de Schlünder est la signification physique et la détermination du nombre de mélange N_{mix} . Dans l'équation 2-6, N_{mix} est un paramètre libre obtenu par régression linéaire. Il représente le nombre de révolutions du système d'agitation nécessaires pour atteindre un mélange idéal du lit de particules. Ainsi, des valeurs élevées de N_{mix} indiquent un mélange moins efficace. Pour pallier à cet inconvénient il a été apporté une modification à cette expression [Roy et al., 1996]. Le nombre de mélange N_{mix} a été remplacé par un facteur β représentant l'enlèvement des particules du plateau chauffé. N_{mix} se trouve alors être l'inverse de ce facteur de renouvellement de surface β .

Le coefficient moyen de transfert de chaleur entre la paroi et le lit s'écrit maintenant :

$$\frac{\alpha_{wb}}{\alpha_{ws}} = \frac{1}{1 + \frac{\sqrt{\pi}}{2} \sqrt{\frac{\alpha_{ws}^2 t_{mix}}{\lambda \rho C_p \beta}}} \quad (2-7)$$

t_{mix} est le temps requis pour un tour du système d'agitation;

β est la fraction des particules adjacentes au plateau chauffé qui sont enlevées après un tour du système d'agitation.

L'avantage principal de ce modèle modifié est la possibilité de déterminer expérimentalement le facteur β en utilisant des traceurs [Malendoma, 1996]. De cette façon, celui-ci a une signification physique beaucoup plus évidente. Le facteur β rend compte de la capacité du système d'agitation à remplacer les particules reposant sur le plateau par des particules plus froides provenant de l'intérieur du lit de particules. Tout comme N_{mix} , β est une propriété mécanique du système, indépendante des propriétés thermiques. Les résultats des expériences menées sur un lit de particules inertes (lits de

pierres et de sable) coïncident bien avec les prédictions de l'équation modifiée [Roy *et al.*, 1996].

Plusieurs chercheurs se sont inspirés des travaux de Schlünder pour dériver des expressions permettant de calculer un coefficient moyen de transfert de chaleur dans un lit mélangé. Abe *et al.* [1984] ont présenté une théorie de renouvellement de surface pour le cas du transfert de chaleur par conduction dans un réacteur horizontal agité. Cette théorie considère la distribution transitoire des temps de séjour des particules en contact avec la paroi chaude.

De leur côté, Cook & Cundy [1995] ont développé un autre modèle qui décrit le transfert de chaleur entre la paroi d'un four rotatif et le lit adjacent de particules mouillées. Les auteurs incorporent le phénomène d'évaporation en divisant le lit en trois sections: une zone sèche près de la paroi, une zone réactionnelle en phase évaporation et une zone encore humide. Dans ce dernier modèle, les propriétés physiques et thermiques sont indépendantes de la température.

Aucun des auteurs mentionnés ci-haut ne s'est toutefois penché sur l'étude du transfert de chaleur en milieu granulaire associé à une réaction chimique. Lors de la pyrolyse, les propriétés du milieu changent avec la température; il y a génération de chaleur à un moment de la réaction puis consommation d'énergie (réaction exothermique puis endothermique). Il n'est plus possible d'obtenir une solution analytique de l'équation générale de conduction de chaleur; il faudrait résoudre le problème avec des méthodes numériques. Cependant, avant de se lancer dans une programmation fastidieuse, il est préférable d'essayer des méthodes plus simples et plus maniables

Pour cette raison, le modèle modifié de Schlünder sous-tend l'aspect théorique des présents travaux. Les expériences qui seront présentées plus loin visent à tester un ensemble d'expressions théoriques pour le transfert de chaleur sous des conditions de pyrolyse.

CHAPITRE 3

MÉTHODOLOGIE

Le premier objectif du travail est d'obtenir une méthode de détermination du coefficient de transfert de chaleur entre le bain de sel fondu et le lit de particules lors de la pyrolyse de particules de pneus. Le second est d'obtenir des valeurs de coefficients de transfert de chaleur correspondant à des intensités de mélange différentes.

La démarche méthodologique comporte deux volets: une approche expérimentale et une approche théorique. La première approche privilégie l'expérimentation comme moyen pour obtenir des valeurs de coefficients de transfert de chaleur pour une configuration de réacteur donnée. Dans cette optique, il faut effectuer des mesures de températures dans le réacteur puis définir une méthode adéquate de traitement pour les données expérimentales de manière à obtenir des chiffres fiables. L'approche théorique tend à limiter le nombre d'expériences nécessaires grâce à des outils mathématiques permettant de prédire les valeurs des coefficients de transfert de chaleur dans le réacteur de pyrolyse. L'élément-clé de l'approche théorique est le modèle de Schlünder modifié. Celui-ci sera combiné à d'autres expressions mathématiques puis comparé aux résultats expérimentaux. On évaluera ainsi la validité des équations théoriques proposées dans le cadre de la pyrolyse des pneus. Pour chacune des deux approches, la variable étudiée est l'intensité de l'agitation mécanique dans le réacteur de pyrolyse.

Par ailleurs, on étudiera de manière sommaire l'influence de la présence du métal dans les pneus sur le transfert de chaleur sans tenir compte cette fois de l'effet de la vitesse d'agitation du lit.

3.1 Description de l'unité pilote de pyrolyse

Toutes les expériences ont été effectuées dans le prototype du réacteur en mode d'alimentation discontinue. Un schéma du réacteur rotatif est présenté à la figure 3-1. Les différentes composantes de l'unité expérimentale sont décrites ci-dessous:

Réacteur rotatif

Le réacteur discontinu, entièrement construit en acier inoxydable, est composé de trois parties: la cuve de sel fondu, la cuve renfermant le stock de particules et le "couvercle-cheminée".

La cuve de sel fondu est un bassin cylindrique d'environ 1.2 m de diamètre. Elle contient à chaud environ 13 cm de sel fondu, soit une masse de 285 kg. Les côtés et le fond de la cuve sont recouverts d'isolant haute température Fiberfrax®. Le tout est placé dans un caisson cubique en tôle mince.

La cuve de stock est un cylindre de 1.1 m de diamètre intérieur et de 25 cm de hauteur reposant sur des pieds hauts de 14 cm. Le fond de ce cylindre constitue la surface d'échange de chaleur durant la pyrolyse. Pendant les tests, le sel fondu remonte autour de la cuve à environ 2.5 cm au-dessus du fond.

Le couvercle est une plaque de 1.3 cm d'épaisseur sur laquelle sont installées une sortie de gaz et une colonne d'alimentation du stock appelée cheminée (diamètre de 33 cm). Une manivelle permet d'actionner de l'extérieur une trappe pour ouvrir ou fermer l'alimentation. La face inférieure de la trappe est recouverte d'une généreuse épaisseur d'isolant.

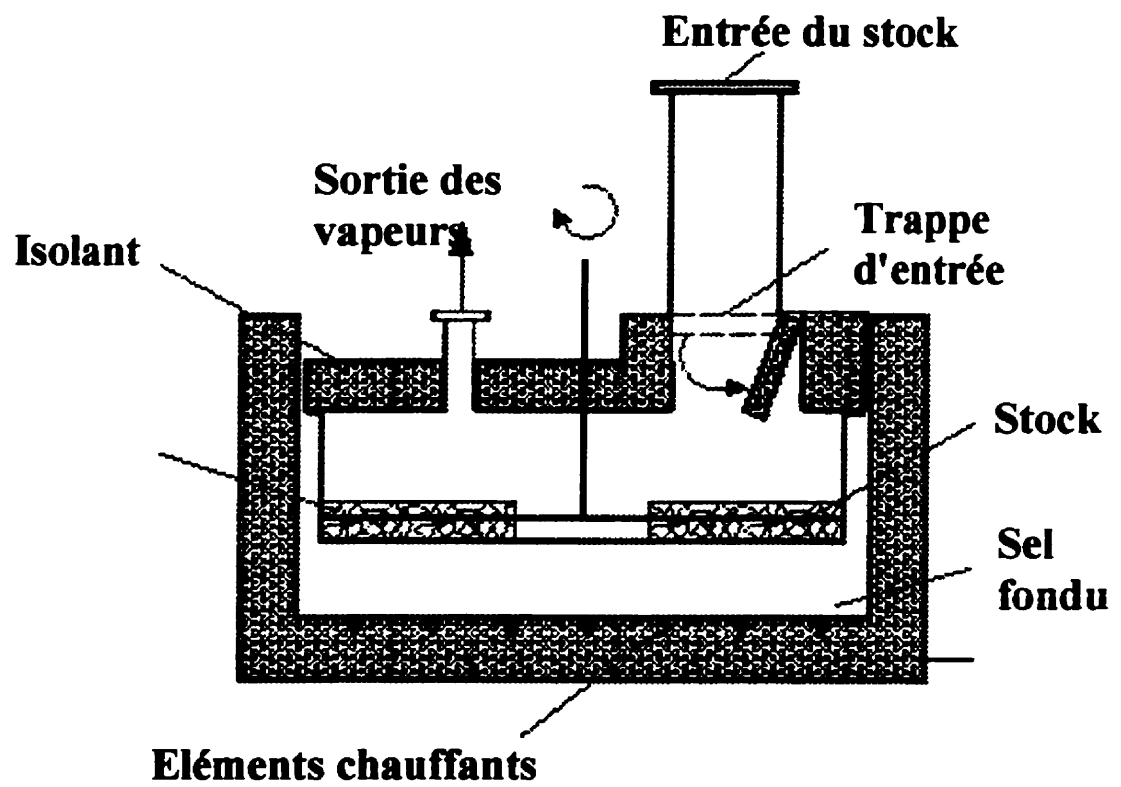


Figure 3-1 Schéma du réacteur prototype en mode d'alimentation discontinue.

Fluide caloporteur

Le sel fondu, utilisé comme fluide caloporteur, est un produit développé par la compagnie duPont de Nemours et actuellement vendu par Coastal Chemical sous la marque de commerce HITEC ®. C'est un mélange eutectique de nitrite de sodium NaNO_2 (40 %), de nitrate de sodium NaNO_3 (7 %) et de nitrate de potassium KNO_3 (53 %). Le sel est facilement obtenu en mélangeant les composants solides dans les proportions massiques indiquées plus haut et en y ajoutant de l'eau; cette eau s'évapore lors du chauffage du sel.

Le sel subit une certaine dégradation thermique autour de 482 °C mais celle-ci demeure négligeable et lente même à 538 °C; les nitrites se dégradent alors en nitrates, en oxyde de sodium et en azote.

Les propriétés physiques du sel Hitec sont présentées au tableau A-1 en annexe. La tension de vapeur du mélange eutectique est quasiment nulle.

Système de chauffage

Le sel Hitec est chauffé à l'aide de six résistances électriques de 2000 W chacune. Chaque résistance est connectée à un disjoncteur; ceci permet de faire varier la vitesse de chauffage du sel lorsque cela est nécessaire en branchant une ou plusieurs résistances. La sécurité du système est assurée par un contrôle électronique couplé à un relais mécanique qui ouvre le circuit électrique lorsque la température de sel excède une certaine valeur définie par l'utilisateur.

Système d'agitation

L'équivalent des pales sur un agitateur classique est, dans notre configuration, une série de doigts métalliques fixés à barres rigides appelées "travers". Les doigts sont en fait des tiges cylindriques ayant un diamètre de 2.5 cm et une longueur de 11 cm. Après un tour de l'axe de rotation, les doigts ont balayé toute la surface utile du réacteur. Les procédures d'obtention d'un brevet pour le système de transport ont été entamées de sorte qu'il n'est pas possible de présenter ici un schéma de l'agitateur.

La température du lit de particules est mesurée au moyen d'un thermocouple placé dans une gaine rigide fixée sur un doigt à 1 cm environ de l'extrémité inférieure de celui-ci; le thermocouple peut ainsi tourner au rythme des doigts en demeurant à l'intérieur du lit. Les fils électriques du thermocouple sont insérés dans l'arbre de rotation et ressortent au-dessus du couvercle du réacteur. Les fils sont reliés à un connecteur standard de thermocouple par l'intermédiaire d'un connecteur au mercure; sans ce dispositif, il n'aurait pas été possible d'éviter la torsion des fils lors de la rotation.

Le travers portant le thermocouple du lit porte également un «grattoir métallique»: cette pièce racle en tournant la paroi latérale du réacteur, évitant ainsi l'accumulation de particules sur la paroi qu'engendrerait la force centrifuge. L'axe de rotation est actionné par un moteur hydraulique. Ce moteur est relié à un bloc hydraulique délivrant une pression d'huile d'environ 14 000 kPa. Il faut noter que cette pression ne permet pas de faire tourner pendant une longue période l'arbre à une vitesse inférieure à 8 rpm; ceci est dû à la résistance qu'opposent les doigts à la rotation. Par contre, le bloc hydraulique est assez puissant pour tourner à très haute vitesse.

Système d'aspiration et de refroidissement des vapeurs

Les vapeurs produites pendant la pyrolyse atmosphérique sont retirées de l'enceinte réactionnelle au moyen d'une soufflerie d'une puissance de 3.0 HP permettant un débit de 0.22 m³/s, ce qui est largement suffisant pour les besoins expérimentaux. La sortie de la soufflerie est reliée à une hotte qui évacue les gaz non condensables vers l'extérieur.

Les vapeurs sortant du réacteur sont évidemment refroidies avant d'atteindre la soufflerie. Plusieurs systèmes ont été employés pour le refroidissement: d'abord une série de deux colonnes de lavage; ensuite un échangeur tubulaire associé à une série de deux trappes; puis finalement deux séries de deux trappes disposées en parallèle. Seul le dernier système sera décrit ici puisqu'ayant été le plus utilisé et s'étant avéré le plus adéquat. Il est indispensable d'installer un train de refroidissement d'au moins deux étages pour permettre à la fois la condensation des composés très volatils et des composés plus lourds. On a donc installé

quatre trappes cylindriques en acier inoxydable en parallèle deux à deux pour contenir les vapeurs condensées et éviter toute condensation dans la soufflerie. Chaque trappe est installée dans un bassin d'eau froide. Pour éviter le réchauffement des bassins, on provoque une circulation d'eau en y introduisant une entrée d'eau de sorte que le bassin déborde continuellement; la température de l'eau des trappes est donc maintenue à environ 6 °C.

3.2 Mécanismes de transfert de chaleur dans le réacteur

On retrouve à la figure 3.2 un schéma illustrant les phénomènes de transfert de chaleur qui surviennent dans notre système. Plusieurs modes de transfert de chaleur sont présents:

- convection naturelle dans le fluide caloporteur et à la paroi métallique en contact avec le fluide
- conduction dans le plateau métallique séparant le sel du lit de particules
- radiation des parois métalliques du réacteur vers le lit de particules
- conduction et radiation à l'interface entre le plateau métallique chauffant et la première couche (inférieure) de particules
- conduction et radiation à l'intérieur du lit de particules
- pertes de chaleur du bain de sel par convection vers l'extérieur et par radiation vers les surfaces avoisinantes.

Lorsqu'on fait un bilan d'énergie sur le lit de particules, on se rend compte que le stock à pyrolyser reçoit d'une part un flux de chaleur venant du sel et un flux de chaleur provenant des parois latérales du réacteur par radiation:

$$Q_{reçue} = Q_{sel} + Q_{radiation} \quad (3-1)$$

Q_{sel} représente la chaleur cédée par le sel moins les pertes de chaleur. Les deux flux de chaleur de l'équation 3-1 fournissent l'énergie nécessaire pour amener le lit de pneus à la température de début de pyrolyse puis pour compléter la pyrolyse. Nous voulons évaluer le potentiel du réacteur à transférer la chaleur du sel fondu vers le stock à pyrolyser à travers

une surface d'échange en fonction de l'intensité de l'agitation mécanique. L'échange de chaleur radiatif se fait au niveau d'une surface d'échange différente de la première: c'est la face supérieure du lit. Ainsi, pour obtenir rigoureusement le coefficient global de transfert de chaleur dans le réacteur de pyrolyse, on devrait déterminer deux coefficients de transfert de chaleur: un pour la conduction et un autre pour la radiation puis combiner les deux valeurs obtenues. Le cas de la radiation sera discuté dans le chapitre suivant.

L'échange thermique entre le sel et le lit de particules, caractérisé par le coefficient de transfert de chaleur α_{fb} , est conditionné par la présence de plusieurs résistances en série, dans le sel, dans la paroi métallique et dans le lit (équation 3-2):

$$\frac{1}{\alpha_{fb}} = \frac{1}{\alpha_{fm}} + \frac{1}{\alpha_{mw}} + \frac{1}{\alpha_{wb}} \quad (3-2)$$

α_{wb} est la somme de la résistance de contact à la surface du plateau chauffant et de la résistance thermique dans le lit tel qu'indiqué par l'équation 2-1-b.

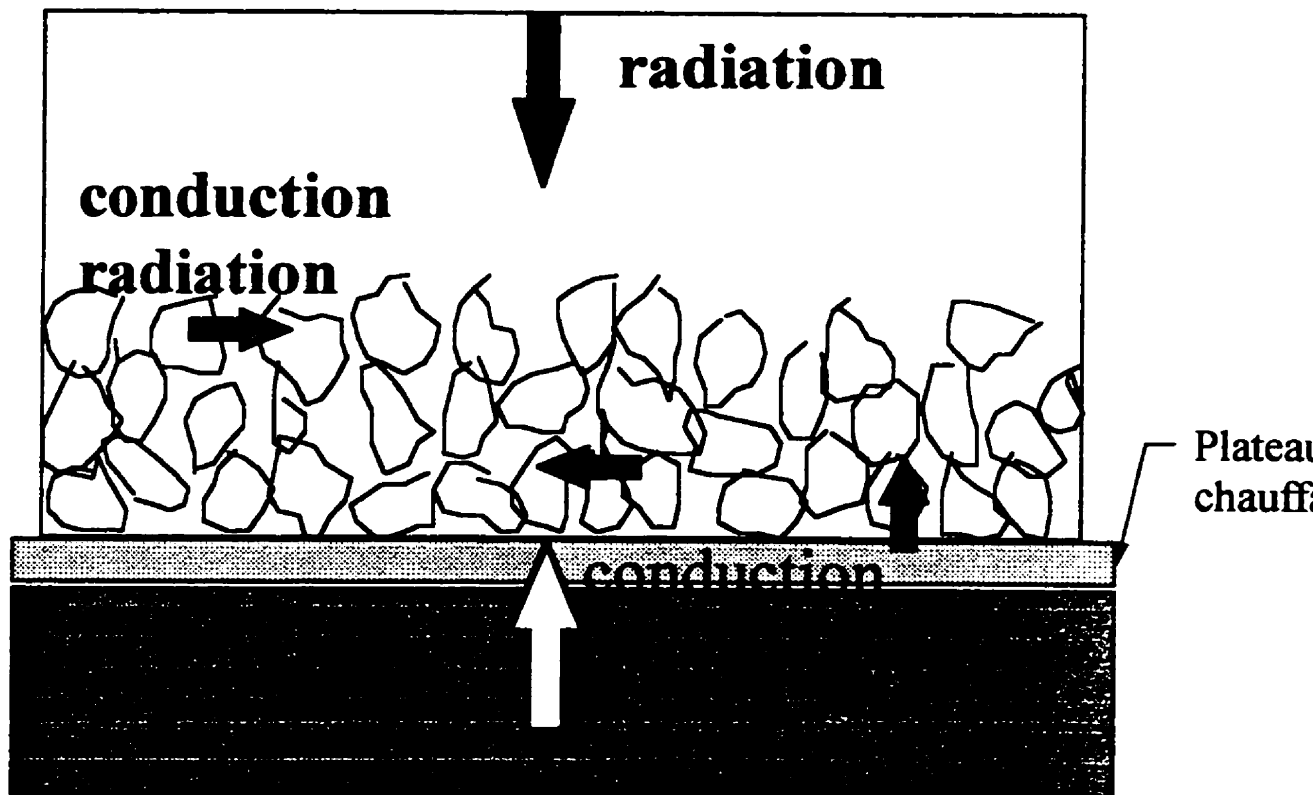


Figure 3-2 Schéma illustrant les phénomènes de transfert de chaleur dans le réacteur de pyrolyse.

3.3 Approche expérimentale

Cette approche utilise l'expérimentation comme méthode pour obtenir des valeurs de coefficient de transfert de chaleur α_b entre le bain de sel et le lit de particules sous des conditions de pyrolyse données. Pour chaque test, le coefficient de transfert de chaleur est calculé à partir des mesures de température du sel, des parois, du couvercle et du lit de particules. On a donc installé dans le réacteur discontinu neuf thermocouples tel qu'indiqué à la figure 3-3: trois à différentes hauteurs dans le sel (numérotés 5, 6 et 7); trois à différents endroits sur la paroi côté sel (numérotés 2, 3 et 4); deux sur le couvercle intérieur (numérotés 8 et 9) et un dans le lit de particules (#1).

On s'intéresse ici au cas des particules de pneus usés. La masse de pneus traités a été dans tous les tests d'environ 15 000 g \pm 300 g. Les expériences ont été effectuées sur des particules de pneus déchiquetés provenant de la compagnie Scopcat, d'où leur appellation tout au long de cette étude. Ces pneus proviennent de voitures et de petits camions et ne contiennent ni métal ni fibre.

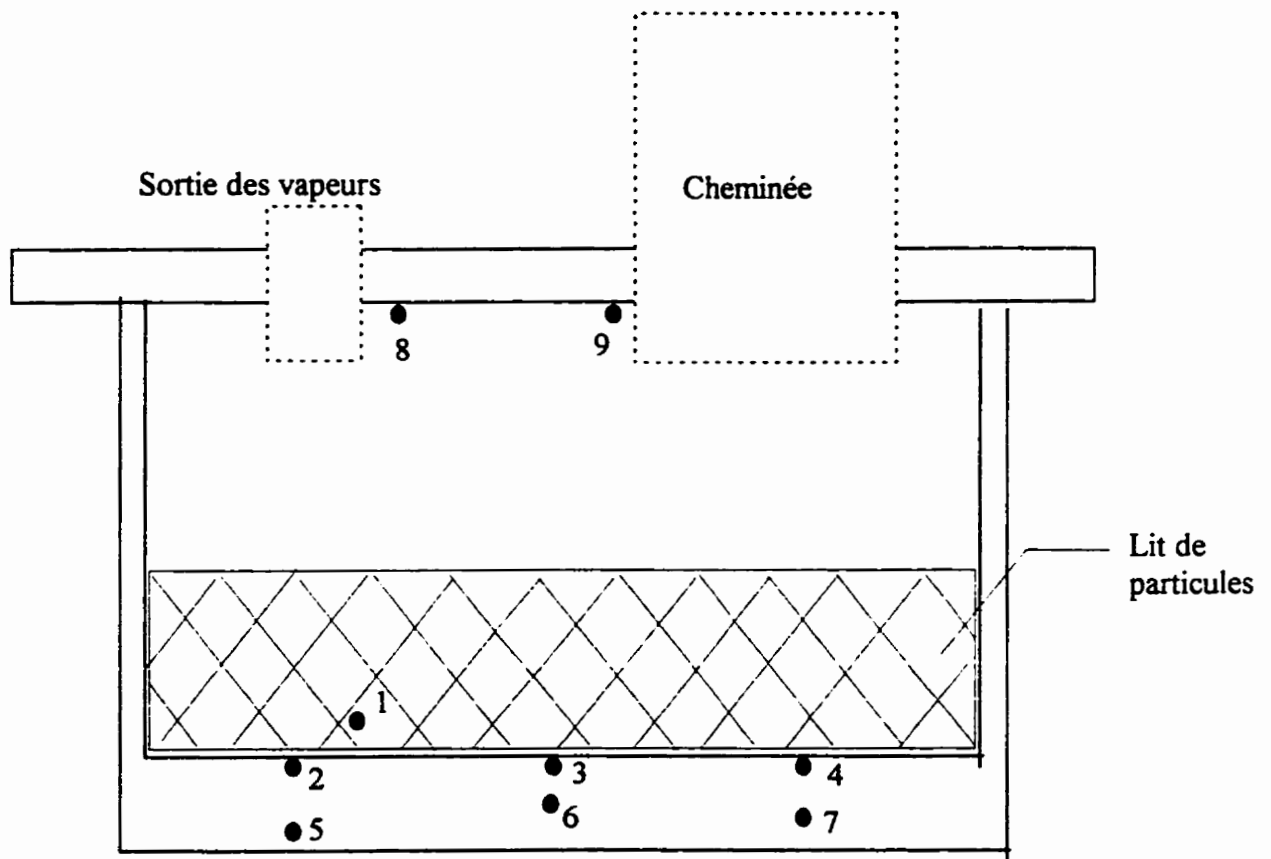


Figure 3-3 Position des thermocouples dans le réacteur batch.

3.3.1 Déroulement des expériences

On a effectué six essais de pyrolyse à pression atmosphérique de particules de pneus en faisant varier uniquement la vitesse d'agitation. Les essais sont numérotés de L7 à L13 (les résultats du test L12 n'ont pas été conservés). Pour les mêmes vitesses, on a effectué quatre tests de "pré-pyrolyse" (de L17 à L20) aussi appelés tests de mise en température car la chaleur transférée est utilisée uniquement pour élever la température du milieu, il n'y a pas de changement de phase et de réaction. Le stock de pneus pour cela est placé dans le bain de sel à température réduite de manière à recueillir plus de détails sur le comportement thermique du lit de particules de pneus avant le début des transformations chimiques du caoutchouc.

Les deux types de tests se déroulent de la manière suivante:

- Le réacteur vide est installé à l'aide d'une chèvre pneumatique dans la cuve de sel plusieurs heures avant le début du test (en fait dès que le sel est complètement fondu).
- Les thermocouples sont branchés aux connecteurs installés sur le réacteur peu de temps avant le début de l'acquisition de données. Le programme d'acquisition de données fonctionne sur un PC 386. Une fois que l'exécution du programme est lancée, il est possible de voir à l'écran l'évolution des températures lues par les thermocouples. L'intervalle d'acquisition des lectures des thermocouples devient plus court au fur et à mesure que la vitesse d'agitation augmente (il varie entre 2 et 15 secondes).
- L'alimentation électrique du chauffage du sel est interrompue juste avant de débiter l'acquisition des données; la température du sel se situe alors entre 520 °C et 540 °C pour les essais de pyrolyse et autour de 340 °C pour les tests de mise en température. Dans les deux cas, on laisse le sel refroidir pendant environ 10 minutes pour évaluer ses pertes de chaleur en vérifiant que la trappe de la cheminée soit bien fermée.
- Avant d'introduire le stock, on met en marche le système d'agitation et la soufflerie. Une fois que toute la quantité de pneus a pénétré dans la cheminée, la trappe est ouverte pour laisser tomber le stock. On referme ensuite la trappe ainsi que le couvercle de la cheminée.

L'expérience s'achève lorsque les températures du sel et du lit ne varient presque plus. On arrête alors l'agitation et l'acquisition de données. La soufflerie peut fonctionner quelques temps encore pour éliminer les dernières vapeurs. Le réacteur est ensuite déposé hors de la cuve de sel pour refroidir; il faut prendre soin de boucher la sortie de gaz pour éviter la combustion du charbon qui est très réactif à haute température. Lorsque le réacteur est refroidi, on démonte le couvercle puis on mesure la hauteur de lit de charbon.

3.3.2 Mesure de température dans le lit

Dans le cas des matériaux granulaires, la mesure de la température est un exercice épineux. Il l'est davantage lorsque les particules sont en mouvement. Lorsqu'on utilise un thermocouple, le problème principal est celui du contact entre la jonction du thermocouple et le lit de particules. Ce problème est considérablement atténué si le lit est compact, comme dans le cas des poudres ou du sable que l'on peut alors assimiler à un milieu solide continu. A mesure que la taille des particules augmente, cette hypothèse est de moins en moins vérifiée. En effet, statistiquement, la fraction de temps pendant laquelle le thermocouple n'est pas en contact avec une particule devient plus importante.

Nous avons fait l'acquisition d'un senseur à infrarouge (modèle MX6I15-01) pour mesurer la température des particules de pneus en mouvement dans le réacteur. Ce type de senseurs possède une lentille opaque capable de capter les radiations émises par un corps chaud. L'énergie reçue par la lentille est ensuite convertie en signal électrique de manière analogique au thermocouple. L'avantage principal de ce type d'équipement est de permettre une mesure de température sans nécessiter de contact physique avec l'objet. Le problème ici rencontré dans le cas d'une pyrolyse est de savoir quelle température exactement est indiquée par le senseur. En effet, les radiations émises par le lit se mêlent à celles des vapeurs de pyrolyse qui ont une émissivité différente et qui peuvent absorber une partie de ces radiations. Le lecteur de température à infrarouge a été utilisé à deux reprises; à chaque fois, la lentille s'est rapidement recouverte de vapeurs condensées; c'était à prévoir puisque la lentille était plus froide que les vapeurs. Le senseur utilisé n'était pas conçu pour

fonctionner dans un environnement sale. Il aurait fallu aménager une zone chaude à proximité de la lentille pour éviter la condensation des vapeurs de pyrolyse. Cela n'était pas possible sous peine d'endommager les circuits électroniques internes du senseur [Linear Laboratories, Manuel de l'opérateur]. Au contraire, il a fallu refroidir la lentille au moyen d'un courant d'azote en cherchant la configuration adéquate pour effectuer une double tâche: refroidir la face exposée de la lentille et repousser les vapeurs sales.

Finalement, toutes les mesures de température ont été prises avec des thermocouples.

3.3.3 Traitement des données expérimentales

La chaleur est transmise du bain de sel vers le lit de pneus essentiellement par conduction. La chaleur cédée au lit comprend la variation d'enthalpie du bain de sel:

$$Q_{sel} = \frac{\Delta H_{sel}}{\Delta t} - Q_{pertes} \quad (3-3)$$

et
$$\frac{\Delta H_{sel}}{\Delta t} = (MCp)_{sel} \frac{\Delta T_{sel}}{\Delta t} \quad (3-4)$$

où Q est un flux de chaleur (W)

ΔH est une variation d'enthalpie (J)

M est la masse de sel dans le réacteur (kg)

Cp est la capacité calorifique du sel Hitec™ (J. kg⁻¹.K⁻¹)

T est la température moyenne du sel (K)

Δt est l'intervalle de temps entre les températures considérées (s)

Le calcul des pertes de chaleur est présenté à la section 4.1.2.

Le coefficient de transfert de chaleur entre le sel et le lit s'écrit de manière générale:

$$\alpha_{fb} = \frac{Q_{sel}}{A (T_{sel} - T_{lit})} \quad (3-5)$$

où A est l'aire de la surface d'échange (m²)

Les méthodes de calcul détaillées des différents flux de chaleur et celle du coefficient de transfert de chaleur vont être présentées dans le chapitre suivant (section 4.1).

pproche théorique

L'équation 3-2 énonce les différentes résistances thermiques associées au calcul du coefficient de transfert de chaleur entre le sel et le lit. L'approche théorique vise à obtenir une expression mathématique pour chacune de ces résistances. On envisage de calculer le coefficient de transfert de chaleur entre le plateau chauffant et le lit de particules à l'aide de l'équation de Schlünder modifiée (équation 2-7).

Les hypothèses qui sous-tendent le modèle de Schlünder n'autorisent pas son application sous des conditions de réaction chimique, lorsqu'il y a génération de chaleur et variation des propriétés physiques des particules. Le modèle n'est donc applicable que lors des périodes non réactionnelles, *i.e.* la phase de chauffage des pneus avant la pyrolyse et la phase de noir de carbone à la fin de la réaction.

L'utilisation de l'équation 2-7 requiert la détermination des propriétés du lit de particules suivantes:

1. Conductivité thermique λ
2. Masse volumique ρ
3. Capacité calorifique C_p
4. Résistance de contact $1 / \alpha_{wn}$
5. Facteur de renouvellement de surface β

Les calculs théoriques s'effectuent avec les propriétés du lit de particules et non avec celles des particules individuelles. On s'intéresse aux propriétés du pneu de départ (caoutchouc) ainsi que du résidu solide final obtenu (noir de carbone).

3.4.1 Détermination des propriétés thermiques et mécaniques

Parmi les propriétés énoncées ci-dessus, la masse volumique et la capacité calorifique peuvent s'obtenir facilement. En ce qui concerne la conductivité thermique et la résistance de contact, on est confronté à la difficulté inhérente à la caractérisation d'un lit de particules de forme géométrique irrégulière. Lorsqu'elles existent, les expressions permettant de calculer la conductivité thermique et la résistance de contact requièrent à leur tour la détermination d'un grand nombre de paramètres empiriques dont la signification physique est souvent floue.

3.4.1.1 Masse volumique

Il est important de faire la distinction entre les concepts suivants (surtout pour les solides poreux) :

$$\text{masse volumique réelle} = \frac{\text{masse de la particule}}{\text{volume de la particule sans les pores}}$$

$$\text{masse volumique effective} = \frac{\text{masse de la particule}}{\text{volume de la particule avec les pores}}$$

$$\text{masse volumique apparente} = \frac{\text{masse du lit de particules}}{\text{volume du lit}}$$

La masse volumique apparente est la propriété utilisée dans l'équation 2-7; elle est essentiellement fonction de la masse volumique réelle des particules individuelles et de la manière dont celles-ci se compactent naturellement ; cependant, d'autres éléments peuvent

entrer en ligne de compte tels l'humidité, les vibrations et même la proximité des parois d'un contenant [Rhodes].

La masse volumique apparente est déterminée expérimentalement pour les lits de particules de caoutchouc et de noir de carbone de la manière suivante: on introduit une masse connue de particules dans un cylindre gradué puis on lit le volume occupé; il est évident que la lecture varie en fonction de la compaction du lit. Il faut donc éviter de faire vibrer le cylindre pour ainsi avoir la hauteur maximale correspondant à la masse volumique minimale. Les mesures ont été faites avec un cylindre de 500 ml.

3.4.1.2 Capacité calorifique

On peut assimiler la capacité calorifique du lit à celle des particules individuelles sans risquer de commettre une grande erreur. Les valeurs de capacité calorifique utilisées proviennent de la littérature.

3.4.1.3 Conductivité thermique

La conductivité thermique est le flux de chaleur qui traverse une surface unitaire lorsque le gradient de température est égal à l'unité [De Vriendt, 1982]. Le transfert de chaleur par conduction unidimensionnel stationnaire en coordonnées cartésiennes est décrit par la loi de Fourier:

$$q = -\lambda A \frac{dT}{dz} \quad (3-6)$$

où q est le flux de chaleur (W)

λ est la conductivité thermique du matériau ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)

A est l'aire d'échange (m^2)

dT est la variation de température dans le sens du flux de chaleur (K)

dz est la distance entre les deux points de mesure de température (m)

Pour un matériau poreux ou, par extension, un lit de particules, on parle de conductivité effective. Celle-ci est, à cause de la faible conductivité des gaz compris dans les vides, en général plus basse que celle du solide homogène constituant la phase solide.

Il existe des expressions analytiques permettant de calculer la conductivité thermique effective d'un lit de particules de forme régulière. C'est le cas du lit de noir de carbone dont les particules peuvent être considérées sphériques; on utilisera donc une expression présentée par Schlünder pour calculer λ_{∞} dans le cas du lit de noir de carbone. Cette expression est présentée ci-dessous. Pour le lit de pneus par contre, il est préférable de procéder à la détermination expérimentale de la conductivité thermique effective puisque les particules ont une forme irrégulière; la procédure expérimentale employée est décrite plus loin.

Schlünder présente une série de relations complexes permettant de prédire la conductivité effective λ_{∞} du lit [Bauer & Schlünder, 1978]. Celle-ci dépend de plusieurs éléments:

- λ_S la conductivité thermique des particules
- λ_G la conductivité thermique du gaz ambiant
- λ_R la conductivité thermique équivalente due à la radiation,
- λ_D la conductivité équivalente due au mouvement moléculaire
- d le diamètre des particules,
- ψ la fraction de vide du lit
- ϕ_K l'aire de contact plane des particules
- C_{FORM} le facteur de forme des particules.

$$\frac{\lambda_{so}}{\lambda_G} = (1 - \sqrt{1 - \psi}) \left[\frac{\psi}{\psi - 1 + \lambda_G / \lambda_D} + \psi \frac{\lambda_R}{\lambda} \right] + \sqrt{1 - \psi} \left[\varphi_K \frac{\lambda_S}{\lambda_G} + (1 - \varphi_K) \frac{\lambda_{so}}{\lambda_G} \right] \quad (3-7)$$

$$\frac{\lambda'_{so}}{\lambda_G} = \frac{2}{K} \frac{B \left(\lambda_S / \lambda_G + \lambda_R / \lambda_G - 1 \right) \left(\lambda_G / \lambda_D \right) \left(\lambda_G / \lambda_S \right)}{K^2} * \ln \frac{\lambda_S / \lambda_G + \lambda_R / \lambda_G}{B \left[1 + \left(\lambda_G / \lambda_D - 1 \right) \left(\lambda_S / \lambda_G + \lambda_R / \lambda_G \right) \right]} + \frac{B+1}{2B} \left[\frac{\lambda_R}{\lambda_G} \frac{\lambda_G}{\lambda_D} - B \left(1 + \left(\frac{\lambda_G}{\lambda_D} - 1 \right) \frac{\lambda_R}{\lambda_G} \right) \right] - \frac{B-1}{K} \frac{\lambda_G}{\lambda_D} \quad (3-8)$$

Les paramètres K et B sont définis comme suit:

$$K = \frac{\lambda_G}{\lambda_D} \left[1 + \left(\frac{\lambda_R}{\lambda_G} - B \frac{\lambda_D}{\lambda_G} \right) \frac{\lambda_G}{\lambda_S} \right] - B \left(\frac{\lambda_G}{\lambda_D} - 1 \right) \left(1 + \frac{\lambda_R}{\lambda_G} \frac{\lambda_G}{\lambda_S} \right) \quad (3-9)$$

$$B = C_{FORM} \left(\frac{1 - \psi}{\psi} \right)^{10/9} f(\xi) \quad (3-10)$$

$f(\xi_i)$ est la fonction de distribution granulométrique des particules dans le lit; elle est égale à l'unité si les particules sont de dimension uniforme.

$$\frac{\lambda_R}{\lambda_G} = \frac{4C_s}{2/\varepsilon - 1} T^3 \frac{x_R}{\lambda} \quad (3-11-a)$$

$$\text{avec } x_R = R_{FORM} d \quad (3-11-b)$$

$$\frac{\lambda_G}{\lambda_D} = 1 + \frac{2\Delta}{x_D} \left(\frac{2}{\gamma} - 1 \right) \quad (3-12-a)$$

$$\text{avec } x_D = D_{FORM} d \quad (3-12-b)$$

R_{FORM} et D_{FORM} sont des facteurs de forme respectifs pour le transport d'énergie interstitiel par radiation et par flux moléculaire; C_{FORM} est le facteur de forme de la particule.

Les paramètres contenus dans la corrélation sont donnés au tableau 3-1 [Bauer & Schlünder, 1978]. On constate qu'il y a certaines inconnues concernant les particules de forme arbitraire. Les équations 3-7 à 3-12 sont utilisées pour prédire la conductivité thermique du lit de noir de carbone.

Tableau 3-1 Facteurs de forme et aires de contact entre particules.

Forme des particules	C_{FORM}	R_{FORM}	D_{FORM}	ϕ_K	Remarques
Sphères	1.25	1	1	0.0077	céramique
				0.0013	acier
				0.0253	civre
Cylindres	2.5	1	n/d	n/d	n/d
Forme arbitraire	1.4	1	n/d	0.001	sable

n/d : non disponible

En ce qui concerne le lit de particules de pneus (caoutchouc), on procède expérimentalement. La conductivité thermique est mesurée à l'aide d'un montage simple (Figure 3-4): on installe une résistance circulaire de 30 Ω sous une plaque d'acier dont les caractéristiques sont indiquées au tableau 3-2; le tout repose sous environ 15 cm d'isolant

de construction. Sur la plaque est installé un cylindre en carton de 25 cm de diamètre dans lequel on place une certaine hauteur du matériau à étudier (entre 10 et 12 cm). De plus, le cylindre est entouré d'une épaisseur de 15 cm du même isolant. Le lit est recouvert par une plaque mince d'aluminium. Les dimensions du cylindre (ratio du diamètre sur la hauteur grand) sont telles que l'on peut ignorer le transfert de chaleur dans la direction radiale; ainsi, la chaleur se propage dans le sens axial ascendant à l'intérieur du lit de particules. Deux thermocouples sont installés sur la plaque d'acier: un au centre et un autre près du bord extérieur. Ces deux lectures permettent de vérifier si la température de la plaque est uniforme. On place un troisième thermocouple au centre de la plaque d'aluminium sur le dessus du lit. La résistance chauffante est connectée à un rhéostat permettant de faire varier la tension à ses bornes de 0 à 120 V. Les mesures ont été faites à 30 % de la tension maximale, ce qui correspond à une puissance fournie de 43.2 W; c'est également le flux de chaleur.

La puissance électrique (en W) fournie par l'élément chauffant est donnée par:

$$q = \frac{U^2}{R} \quad (3-13)$$

où U est la tension aux bornes de la résistance (V)

R est la résistance électrique de l'élément chauffant (Ω)

On utilise pour les calculs les températures correspondant au régime permanent (lorsque les températures sont constantes). La conductivité thermique effective est finalement obtenue comme suit:

$$\lambda_{so} = \frac{U^2 H_{lit}}{RA(T_{fond} - T_{dessus})} \quad (3-14)$$

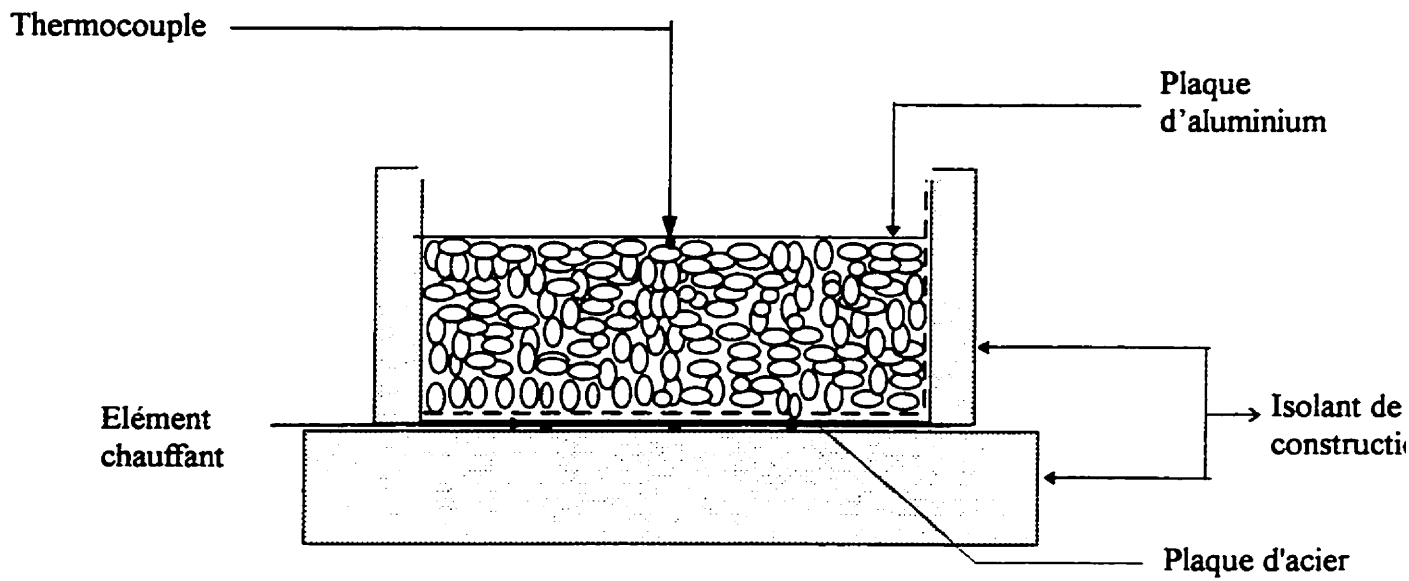


Figure 3-4 Montage utilisé pour la détermination de la conductivité thermique et de la résistance de contact.

Tableau 3-2 Description des composantes du montage expérimental de mesure de conductivité thermique.

	Epaisseur (mm)	Conductivité thermique $W.m^{-1}.K^{-1}$
Isolant : -latéral	15	0.04
-fond	15	0.04
Plaque d'acier	6.62	54
Plaque d'aluminium	1.34	236

3.4.1.4 Résistance de contact

Le transfert de chaleur à l'interface du lit et du plateau chauffant est limité par une résistance appelée résistance de contact que Schlünder attribue à la présence de gaz interstitiel entre la surface et les particules individuelles. Il existe des expressions analytiques permettant de calculer la résistance de contact pour certaines particules de forme régulière. Dans le cas des particules de noir de carbone qui sont à peu près sphériques, le calcul est simple. Pour les pneus, il est nécessaire de procéder expérimentalement dans un premier temps afin d'obtenir une valeur de résistance de contact qui permettra de définir la morphologie des particules parmi les formes documentées dans la littérature [Malhotra, 1990]; on pourra ensuite utiliser les expressions analytiques appropriées pour calculer la résistance de contact des particules de caoutchouc sous les conditions opératoires de la pyrolyse.

Il faut distinguer le coefficient de transfert de chaleur α_{wp} entre la surface et une particule adjacente et le coefficient de transfert de chaleur α_{ws} entre la surface et la couche adjacente de particules. La relation liant ces deux propriétés est la suivante [Schlünder, 1982]:

$$\alpha_{ws} = \varphi_A \alpha_{wp} + (1 - \varphi_A) \frac{\lambda_G}{\sqrt{2R_p} + \sigma} + \alpha_{w,rad} \quad (3-15)$$

où φ_A est la fraction de la surface d'échange couverte par les particules et peut être estimé pour les particules sphériques par l'expression suivante [Malhotra, 1990]:

$$\varphi_A = (1 - \psi)^{2/3} \quad (3-16)$$

où ψ est la porosité moyenne du lit.

φ_A est en général de l'ordre de 0.8.

La contribution de la radiation dans la résistance de contact est représentée par $\alpha_{w,rad}$ [Schlünder, 1982]:

$$\alpha_{w,rad} = 4 \frac{Cs}{\frac{1}{\varepsilon_w} + \frac{1}{\varepsilon_{so}} - 1} T_m^3 \quad (3-17)$$

Pour les formes géométriques usuelles (sphères, cylindres, pavés, etc.), il existe des expressions mathématiques permettant de calculer le coefficient de transfert de chaleur entre la paroi et une particule adjacente [Malhotra, 1990].

Pour les particules sphériques par exemple :

$$\alpha_{wp} = \frac{4\lambda_G}{d_p} \left[\left(\frac{2(\sigma + s_r)}{d_p} + 1 \right) \ln \left(\frac{d_p}{2(\sigma + s_r)} + 1 \right) - 1 \right] \quad (3-18)$$

où d_p est le diamètre de la sphère

En ce qui concerne les particules non-sphériques, la résistance de contact dépend de leur orientation sur le plateau, tel qu'illustré à la figure 3-5. En effet, le transfert de chaleur est favorisé par une surface de contact plane. Par exemple, pour des particules en forme de pavé, l'expression de la résistance de contact varie selon leur position par rapport à la paroi.

Il y a seulement 2 points
de contact avec la paroi

Il y a toute une surface de
contact avec la paroi



Figure 3-5 Orientation aléatoire de deux particules sur une paroi.

Si la particule repose sur son arête, on a:

$$\alpha_{wp} = \frac{\sqrt{2}}{a} \lambda_G \ln \left(\frac{a\sqrt{2}}{2(\sigma + s_r)} + 1 \right) \quad (3-19-a)$$

où a est la largeur du pavé de section carrée

Par contre, pour une particule en forme de pavé reposant sur une face plate, on a:

$$\alpha_{wp} = \frac{\lambda_G}{\sigma + s_r} \quad (3-19-b)$$

σ est appelé libre parcours moyen modifié des molécules de gaz et s'écrit:

$$\sigma = 2\Delta \frac{(2-\gamma)}{\gamma} \quad (3-20)$$

Le libre parcours moyen des molécules de gaz à la température T est:

$$\Delta = 10^{-2} \left(\frac{T}{T+132.5} \right) \frac{1}{P} \quad (3-21)$$

où P est la pression totale externe en Pa

et T est la température en K

Le coefficient d'accommodation γ tient compte de l'inélasticité des collisions moléculaires et peut être estimé par:

$$\gamma = 8.3 T^{-0.42} \quad (3-22)$$

Le calcul d'une résistance de contact nécessite de connaître la dimension caractéristique des particules. Le diamètre des particules plus ou moins sphériques est aisément déterminé par analyse granulométrique. On a donc effectué le tamisage des particules de pneus et de charbon. Les détails de l'analyse granulométrique sont disponibles à l'annexe C.

On utilise le montage de mesure de la conductivité thermique pour déterminer la résistance de contact des particules. On mesure en fait un coefficient de transfert de chaleur entre le plateau métallique et une particule adjacente. La température du plateau étant mesurée, on insère un thermocouple à l'intérieur (au centre de préférence) d'une particule en contact avec la paroi du fond; il est certain que la lecture obtenue dépend de l'orientation de la particule lorsque celle-ci n'est pas sphérique ainsi que de la position du thermocouple dans la particule; il faudrait idéalement avoir deux lectures correspondant à deux particules orientées différemment. Pour insérer le thermocouple à l'intérieur d'une particule, on y fait une entaille à l'aide d'une perceuse électrique.

Le transfert de chaleur à la surface du plateau chauffant est régi par l'équation suivante :

$$q = \alpha_{wp} A (T_w - T_p) \quad (3-23)$$

où q est le flux de chaleur (calculé avec l'équation 3-13) traversant la plaque de métal (W)

A est l'aire de la plaque d'acier, c'est aussi la section du cylindre (m^2)

T_w est la température de la paroi métallique ($^{\circ}C$)

α_{wp} est le coefficient de transfert de chaleur à la surface ($W.m^{-2}.K^{-1}$)

La mesure de α_{wp} est utilisée pour situer les particules de pneus employés parmi les formes caractéristiques retrouvées dans la littérature [Malhotra, 1990]. On calcule la résistance de contact des particules de pneus sous nos conditions opératoires ($T = 100 \text{ }^{\circ}C$; $P = 1 \text{ atm}$) avec les différentes équations disponibles (pavé, sphère, cylindre, etc.). On choisira ensuite l'expression qui donne la valeur de résistance de contact la plus proche de la valeur expérimentale. Cette expression sera utilisée pour calculer la résistance de contact des particules sous les conditions de température et de pression de la pyrolyse.

3.4.1.5 Facteur de renouvellement de surface

Tel que mentionné dans le chapitre précédent, la notion d'efficacité de renouvellement de surface β a été introduite en remplacement du nombre de mélange de Schlünder [Roy et al., 1996]: β représente le pourcentage de particules de la couche inférieure du lit qui est enlevée à chaque balayage complet de la surface d'échange. On parle de balayage complet lorsque toute la surface utile du plateau a vu passer un doigt du système d'agitation une fois. L'efficacité de renouvellement de surface est reliée à une distribution des temps de résidence des particules à la paroi chaude. Elle dépend de la configuration du réacteur et des propriétés physiques du stock [Malendoma, 1996].

$$\beta = f(d_p; \rho; h_{lit}; d_f; N_f)$$

N_f et d_f sont respectivement le nombre et le diamètre des doigts de l'agitateur.

La détermination du facteur de renouvellement de surface s'effectue à froid dans le réacteur discontinu pour les mêmes vitesses d'agitation que lors de la pyrolyse. Les tests sont menés de la manière suivante: on place sur le plateau une certaine quantité de traceurs (particules de pneus enduites de peinture) correspondant à une "monocouche" (couche d'épaisseur égale à la dimension caractéristique des particules). Après un tour du système d'agitation (ce qui, dans le réacteur discontinu, correspond à un balayage complet de la surface du plateau par les doigts), on mesure la masse de traceurs résiduels dans la monocouche inférieure (à la surface du plateau). Pour isoler la monocouche inférieure du reste du lit après agitation, on utilise une *raclette*; c'est en fait une tôle métallique repliée à chaque extrémité et de largeur sensiblement égale à celle du plateau. Le schéma 3.6 ci-dessus montre l'allure de cette plaque vue de face:

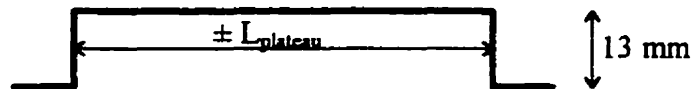


Figure 3-6 Schéma de la "raclette"

Après avoir isolé cette monocouche, on sépare manuellement les particules colorées du mélange. On peut ainsi déterminer la fraction massique résiduelle de traceurs dans la monocouche. La quantité manquante correspond aux particules qui ont été enlevées du plateau au passage de l'agitateur:

$$\beta = 1 - \text{fraction résiduelle}$$

3.4.2 Calcul du coefficient de transfert de chaleur entre le sel et le lit

Dans l'approche théorique, on cherche à exprimer chacune des résistances énoncées dans l'équation 3-2 de manière mathématique. Le coefficient de transfert de chaleur dans le bain de sel se calcule à partir des corrélations développées pour la convection naturelle dans un fluide en contact avec une paroi solide [Burmeister, 1993]:

$$Nu = \frac{\alpha_{fm} L}{k} = 0.14 (Gr Pr)^{1/2} \quad (3-24)$$

pour $2 \cdot 10^7 < Gr \cdot Pr < 3 \cdot 10^{10}$

La grandeur L est une dimension caractéristique du milieu; selon Burmeister, lorsque la paroi solide est un disque circulaire, on utilise $L = 0.9 \varnothing$ (\varnothing étant le diamètre du disque).

$$\text{avec } Gr = \frac{g \beta \rho^2 (T_w - T_\infty) L^3}{\mu^2} \quad (3-25)$$

$$\text{et } Pr = \frac{C_p \mu}{\lambda} \quad (3-26)$$

La résistance thermique du plateau chauffant métallique s'exprime de la manière suivante:

$$\alpha_{mw} = \frac{\lambda_m}{e_m} \quad (3-27)$$

où λ_m est la conductivité thermique du métal

e_m est l'épaisseur du plateau

L'équation de Schlünder modifiée 2-7 est appliquée dans les deux phases pour lesquelles les propriétés du lit de particules peuvent être déterminées, *i.e.* la phase pré-réactionnelle correspondant au caoutchouc puis la phase post-réactionnelle correspondant au noir de carbone. Pendant la phase réactionnelle, les transformations survenant dans le lit sont trop

nombreuses et trop complexes pour permettre de déterminer précisément les propriétés du lit de particules.

Le coefficient de transfert de chaleur théorique à l'intérieur d'un lit de particules statique est calculé à partir de l'équation suivante [Wunschmann, 1974]:

$$\alpha_{sb} = \frac{3\lambda_{lit}}{H_{lit}} \quad (3-28)$$

où H_{lit} est la hauteur du lit de particules.

Pour un lit statique, la baisse de hauteur est très peu marquée: on a donc utilisé la hauteur initiale du lit de pneus. Pour obtenir le coefficient de transfert de chaleur entre le sel et le lit statique, on applique encore l'équation (3-2).

3.5 Cas des pneus ceinturés d'acier

Les pneus ceinturés d'acier utilisés proviennent de la sortie primaire d'un déchiqueteur opéré par la compagnie Pelletier Equipement au Nouveau-Brunswick et ont été gracieusement fournis par la compagnie Enviropneus située sur la rive sud de Québec. Les pneus d'origine sont un mélange de pneus d'automobiles et de petits camions. Au premier étage de déchiquetage (primaire), la technique de coupe droite permet de camoufler le métal à l'intérieur des morceaux de pneus de sorte que ceux-ci comportent très peu de fibres métalliques extérieures.

Il y a lieu de penser que la présence du métal dans le caoutchouc améliorera le transfert de chaleur à l'intérieur de la particule. Il faut mentionner que le procédé industriel de pyrolyse de pneus sera probablement alimenté avec des particules contenant du métal; d'où l'intérêt de connaître le comportement d'un tel stock lors de la pyrolyse et de vérifier si la pyrolyse de pneus ceinturés d'acier peut être simulée expérimentalement de manière rigoureuse avec des pneus réguliers. C'est sur ce phénomène que l'on se penche en comparant les

comportements de particules de morphologie similaires avec et sans acier durant la pyrolyse en lit statique.

Pour comparer le comportement thermique des particules de pneus réguliers et ceinturés d'acier, on utilise des particules de morphologie similaire. Notre choix s'est porté sur des morceaux de forme irrégulière dont la dimension caractéristique varie entre 7 et 11 cm. La masse de pneus pyrolysés est également de 15 kg.

CHAPITRE 4

RESULTATS ET DISCUSSION

L'objectif principal de la présente étude est d'obtenir une méthode expérimentale ou théorique de détermination du coefficient de transfert de chaleur entre un bain de sel fondu et un lit de particules dans un réacteur de pyrolyse en mode d'alimentation discontinue. On a pour cela comparé les résultats des deux approches afin de valider les équations mathématiques.

On a, du même coup, rencontré l'autre objectif de ce travail en obtenant des valeurs de coefficient de transfert de chaleur à différentes vitesses d'agitation; ces valeurs expérimentales permettent d'évaluer les potentialités du prototype discontinu et d'anticiper celles du réacteur continu.

4.1 Approche expérimentale

Rappelons que cette approche utilise l'expérimentation comme préalable nécessaire à l'obtention de valeurs de coefficients de transfert de chaleur sous des conditions données. L'approche expérimentale présente l'avantage de permettre l'observation des phénomènes qui surviennent lors de la pyrolyse d'un lit de particules de pneus soumis à différentes vitesses d'agitation.

Le tableau 4-1 présente les conditions opératoires des différents tests effectués. Le temps caractéristique d'agitation est le temps nécessaire pour effectuer un tour du système d'agitation; cela correspond à un balayage complet de la surface d'échange tel que mentionné dans la section 3.4.1.5.

Tableau 4-1 Conditions opératoires des expériences effectuées sur les pneus Scopcat.

Essai	Vitesse d'agitation (rpm)	Temps caractéristique d'agitation (s)	Température initiale du sel ⁽¹⁾ (°C)	Température initiale du plateau ⁽²⁾ (°C)
Essais de pyrolyse				
L11	0	22.5 ⁽³⁾	527	518
L7	0	6.1 ⁽³⁾	514	510
L8	9.8	6.2	508	506
L9	17.5	3.41	514	504
L10	23.5	2.55	518	514
L13	41.4	1.45	514	502
Tests de mise en température				
L17	9.8	6.2	327	317
L18	17.5	3.41	368	360
L19	23.5	2.55	342	332
L20	41.4	1.45	333	328

⁽¹⁾ C'est la température du bain de sel au moment de la chute du stock dans le réacteur.

⁽²⁾ C'est la température du plateau au moment de la chute du stock dans le réacteur.

⁽³⁾ La période de mélange a duré six minutes.

Les tests L7 et L11 mentionnés au tableau 4-1 correspondent à deux pyrolyses en lit statique. A cause du dispositif d'alimentation du matériel à pyrolyser dans le réacteur (la cheminée d'alimentation est décrite au chapitre précédent), les particules tombent en bloc sur une petite portion de la surface du plateau chauffant. Dans le but de permettre un étalement uniforme des particules sur le plateau du réacteur, le système d'agitation a fonctionné après l'introduction du stock pendant 6 minutes à 2,6 rpm ($t_{\text{mix}} = 22.5$ s) pour le test L11 et à 10 rpm ($t_{\text{mix}} = 6.1$ s) pour le test L7. A cause de cette brève période d'agitation en début de test, les essais de pyrolyse L7 et L11 sont appelés pseudo-statiques. La température initiale du bain de sel variait entre 514 et 520 °C lors des essais de pyrolyse tandis qu'elle variait entre 327 et 368 °C dans les tests de mise en température. Pour des fins de comparaison entre les expériences, il a fallu établir un critère établissant la fin de la pyrolyse. A la lumière des données opératoires du tableau 4-1, il apparaît d'autant plus important de ne pas choisir la température finale du lit comme critère de fin de réaction que la température du bain de sel au moment de l'entrée du stock n'est pas constante pour toutes les expériences. Il n'était pas pertinent non plus d'utiliser la durée de la réaction qui est également variable selon les expériences. On a donc choisi comme critère de fin de pyrolyse la quantité nette d'énergie cédée au lit de particules par le sel fondu. Ainsi, on estime que la pyrolyse est achevée lorsque celle-ci atteint $9,00 \cdot 10^6$ J (en incluant les pertes de chaleur), ce qui correspond à une demande énergétique de 600 kJ/kg pour 15 kg de pneus. Toutes les expériences de pyrolyse ont été soumises à ce critère à l'exception de l'expérience L8 pour laquelle le flux échangé n'a été que de $7,99 \cdot 10^6$ J. Rappelons que les travaux antérieurs indiquent une demande énergétique pour la pyrolyse sous vide d'environ 706 [Labrecque, 1987] et 930 kJ/kg de pneus [Yang, 1995]. La différence entre ces valeurs et le critère actuel s'explique par le fait que la température des pneus en fin de pyrolyse était dans les cas susmentionnés supérieure à nos expériences, soit d'environ 550 °C contre 475 °C en moyenne dans notre cas. D'autre part, notre critère ne tient compte que de l'énergie cédée au lit par le sel tandis que l'énergie totale effectivement fournie au lit comprend également le flux de chaleur radiatif.

Le critère de comparaison le plus rigoureux serait vraisemblablement la concentration des matières volatiles dans les particules à la fin de la pyrolyse. Il n'a malheureusement pas été possible de mesurer celle-ci au moment exact de la fin de la réaction puisque la production de matières volatiles du pneu se poursuit dans le réacteur chaud même une fois hors du bain de sel, le réacteur n'étant vidé de son contenu en noir de carbone que plusieurs heures après la fin de l'expérience.

Pour délimiter chacune des phases de la pyrolyse, il a également été défini des critères énergétiques à partir de la chaleur nette cédée au lit de particules par le sel fondu. On a ainsi fixé les critères à 3,18, 3,05 et 2,77 MJ pour la phase de mise en température, la phase réactionnelle et la phase d'obtention de noir de carbone, respectivement (le total étant le critère énergétique total de 9 MJ pour 15 kg de pneus). La phase de mise en température du pneu a la plus forte demande énergétique. Les critères d'énergie ont été définis à partir de l'expérience L11 en lit statique dans laquelle les trois zones de la pyrolyse étaient assez distinctes; ce point sera discuté parallèlement lors de l'analyse des profils de température mesurés. Le critère choisi pour les tests de mise en température est donc de $3,18 \cdot 10^6$ J. Cette valeur correspond à l'énergie requise pour amener le lit de pneus de la température de la pièce à la température de début de pyrolyse.

Certaines observations peuvent être faites à la suite des différentes expériences. D'abord, le mouvement mécanique des doigts dans le réacteur a pour effet, entre autres, de séparer les particules entre elles et de les diviser. En effet, les morceaux de pneus pyrolysés à vitesse faible ou nulle ont sensiblement conservé à la fin de la réaction leur forme et leur taille; on retrouve en fin d'expérience des particules agglomérées, liées par des vapeurs de pyrolyse condensées. Par contre, à mesure que la vitesse de mélange augmente, les particules s'effritent et sont réduites en poudre; par conséquent, le volume du lit (la hauteur) diminue comme l'indiquent les données du tableau 4-2.

Tableau 4-2 Hauteur du lit de particules avant et après la pyrolyse en fonction de la vitesse d'agitation.

Vitesse (rpm)	0	17.5	23.5	41.4
Hauteur initiale du lit (cm)	3.4	3.4	3.4	3.4
Hauteur finale du lit (cm)	2.9	2.1	2.1	1.6

Par ailleurs, la force centrifuge dans le réacteur mélangé occasionne une répartition granulométrique particulière sur le plateau: les plus grosses particules se retrouvent à la périphérie de même que dans la zone morte au centre du réacteur. Ainsi, la hauteur de lit finale mentionnée au tableau 4-2 est en fait une moyenne calculée à partir des différentes hauteurs sans tenir compte des particules situées au centre du plateau. Le centre du plateau est une zone morte sans agitation dans laquelle une faible quantité de particules se retrouve à cause de la force centripète engendrée par la rotation des doigts de l'agitateur.

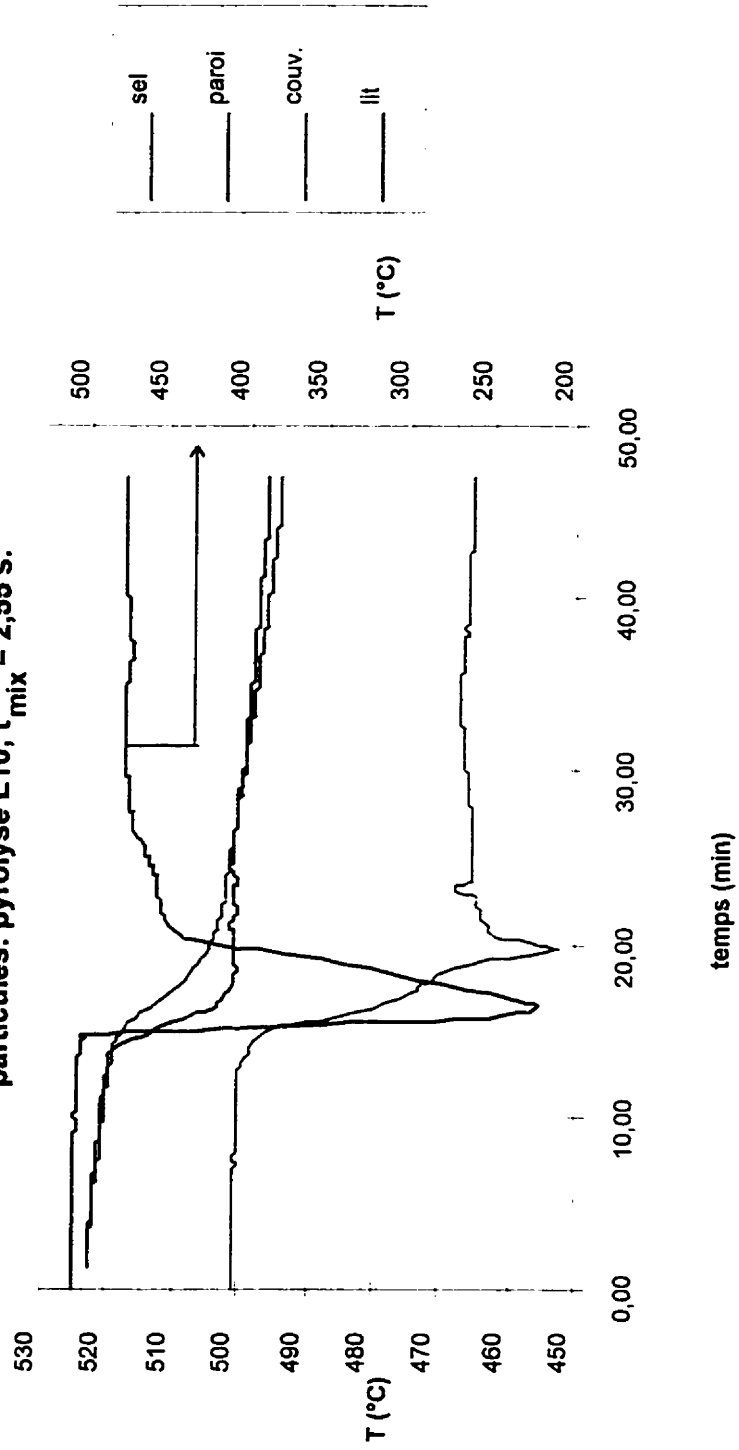
4.1.1 Mesures de température dans le réacteur

Les températures mesurées dans le réacteur constituent la base pour les calculs de flux de chaleur, puis pour le calcul des coefficients de transfert de chaleur.

La figure 4-1 présente les profils typiques des températures mesurées dans le réacteur pour l'expérience L10: ce sont celles du bain de sel, du plateau chauffant, du couvercle et du lit de particules. Les profils de températures du sel et des parois métalliques (couvercle et plateau) ont été lissés avant les calculs. Le lissage équivaut à faire une moyenne de cinq ou six mesures de température consécutives afin d'atténuer les perturbations des lectures (voir en annexe un exemple des profils avant et après lissage).

Figure 4-1 Evolution des températures mesurées dans le réacteur pour le sel, le plateau, le couvercle et le lit de

particules: pyrolyse L10; $t_{mix} = 2,55$ s.



La lecture du thermocouple placé dans le lit de particules est considérée comme étant la température moyenne des pneus. Cette hypothèse est parfaitement plausible pour un lit mélangé [Malhotra *et al.*, 1992] car l'agitation mécanique réduit la résistance thermique à l'intérieur du lit de particules. Ainsi, le gradient de température entre le fond et la surface du lit tend à disparaître au fur et à mesure que la vitesse augmente. A la limite, la résistance thermique du lit s'annule lorsque le mélange est parfait. Dans un lit statique par contre, le gradient de température existe bel et bien. On fait cependant l'hypothèse pour les tests pseudo-statiques que le gradient interne du lit de particules est assez petit pour que la notion de température moyenne du lit reste valable. Considérant la faible hauteur du lit de pneus (3.8 cm maximum), cette hypothèse est également justifiée. D'autre part, puisque les dimensions des particules de pneu Scopcat autorisent un bon contact entre les particules et le thermocouple du lit, il est justifié de penser que les lectures sont fiables et représentent bien l'histoire de la température du lit pendant l'expérience.

D'après la figure 4-1, le système est quasi-stationnaire avant l'introduction du stock de pneus: toutes les températures mesurées baissent lentement à cause des pertes de chaleur. On peut situer approximativement la fin de la pyrolyse au moment où le système retrouve cet état quasi-stationnaire; les pentes des différentes courbes redeviennent alors pratiquement nulles.

On observe sur le graphique une chute brusque sur toutes les courbes de température au moment de l'introduction du stock à pyrolyser dans le réacteur. Toutes les températures mesurées ne baissent pas toutefois exactement en même temps: on observe d'abord la température du couvercle puis celle de la surface d'échange et finalement celle du bain de sel fondu.

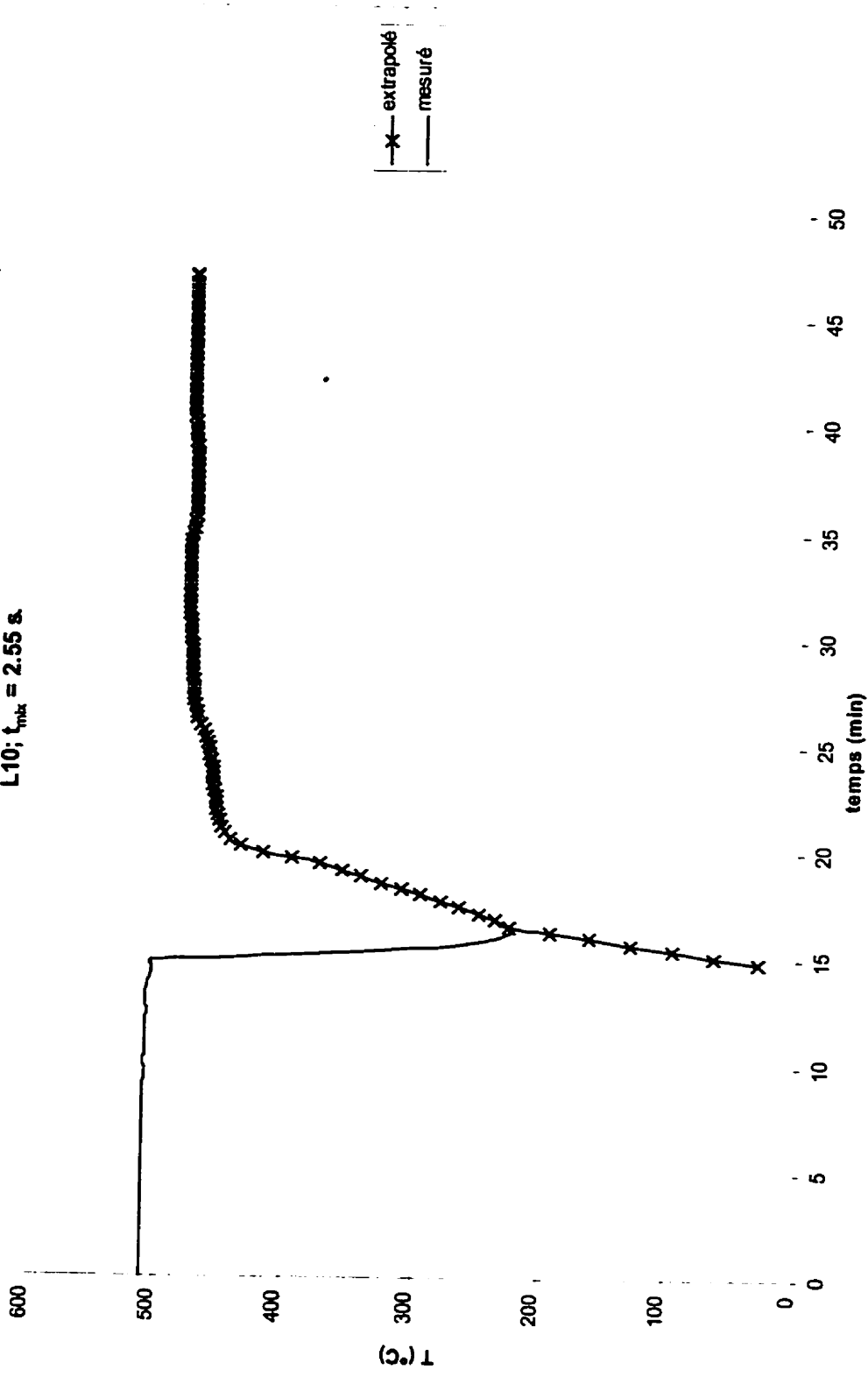
D'après le profil de température du lit, on serait porté à croire que les particules sont refroidies avant d'être chauffées. Ce n'est évidemment pas le cas: en fait, la vitesse de réponse du thermocouple plongé dans le lit de particules est trop lente pour laisser observer la première phase de chauffage des pneus. Ce thermocouple étant solidaire du système

d'agitation, il indique au début de la période d'acquisition de données la température de l'intérieur du réacteur. Il est ensuite refroidi au contact des particules alimentées dans le réacteur jusqu'à ce que l'équilibre thermique entre le thermocouple et le lit de particules soit atteint; à partir de ce moment, les lectures du thermocouple correspondent réellement à la température du lit de particules. On a donc supposé, pour les fins des calculs, une évolution linéaire de la température du lit de pneus jusqu'à la première lecture effective de la température du lit qui est le minimum de la courbe de température des pneus; au-delà de ce minimum, les températures mesurées sont vraiment celles du lit de particules. Les données de température du lit utilisées pour les calculs résultent de cette extrapolation linéaire tel qu'indiqué sur le graphique 4-2. Cette astuce permet de débiter les calculs dès l'introduction du stock dans le réacteur malgré l'absence de mesures réelles de température du lit. On a fixé à 30 °C la température initiale des pneus en contact avec le plateau du réacteur.

On remarque que les températures du plateau chauffant (qui est le fond de la cuve de stock) et du bain de sel sont proches l'une de l'autre. Ceci est normal puisque les thermocouples placés sur la surface d'échange sont du côté du sel fondu et non du côté du lit de particules, tel qu'indiqué à la figure 3-3. Lorsque les pneus tombent dans le réacteur, la chute de température du sel est moins marquée que celle de la paroi parce que le bain de sel a une inertie plus grande: on introduit 15 kg de pneus dans un bain de 285 kg de sel. Le sel réagirait plus vite si la masse de pneus était plus élevée. La paroi métallique par contre reçoit directement le stock à pyrolyser; son temps de réponse est donc plus court.

La température de la face intérieure du couvercle du réacteur évolue de manière curieuse. Elle baisse lorsque le stock est introduit dans le réacteur puis monte à nouveau pour finalement se stabiliser en même temps que les autres courbes. La baisse de température du couvercle est causée par le flux radiatif émis vers le lit froid. La hausse de température survient lorsque le lit de particules indique une température d'environ 350 °C; cela correspond au pic exothermique de la pyrolyse des pneus. Il est probable que le couvercle reçoive alors de la chaleur du lit de particules.

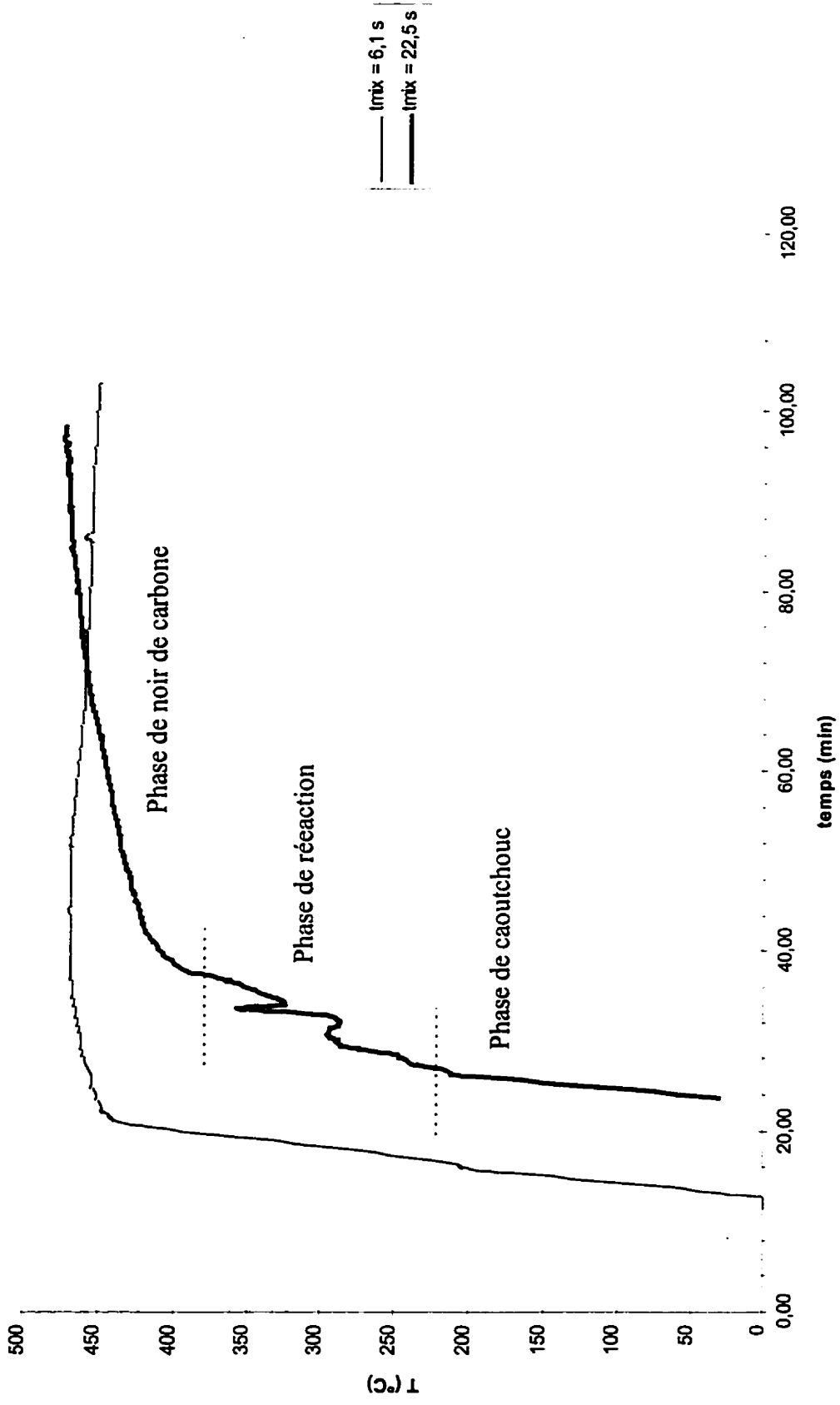
Figure 4-2 Profil mesuré et profil extrapolé de la température du lit de particules: expérience L10; $t_{mix} = 2.55$ s.



Lorsqu'on se penche sur le profil de température des particules en lit statique dans l'expérience L11 présenté à la figure 4-3, on remarque un saut de température entre 300 et 350 °C; ces températures sont proches de celles du pic exothermique observé à 373 °C lors de la pyrolyse sous vide d'une large particule de caoutchouc [Yang, 1995]. L'exothermicité est associée à la destruction des longues chaînes d'élastomères composant le pneu. Le saut de température observé n'est pas décelable sur le profil de température du lit de particules pendant la pyrolyse L7, ni sur celui du lit pendant la pyrolyse L10 (figure 4-2), ni pendant aucune autre pyrolyse d'ailleurs. Il apparaît donc difficile au-delà d'une certaine intensité d'agitation mécanique dans le lit de situer avec précision le moment de la libération d'énergie thermique puisque la température du lit de particules n'est pas un indicateur très fiable de l'état de progression de la réaction. Lors du test pseudo-statique L11, les effets dynamiques de l'agitation ont été beaucoup moins marqués puisque le temps caractéristique de mélange au début du test était plus élevé ($t_{\text{mix}} = 22,5$ secondes au lieu de 6,1 secondes pour le test L7). Il a donc été possible de délimiter les trois grandes périodes de la pyrolyse. Ainsi, pour le test L11, la phase de mise en température est limitée à 250 °C (température du lit de pneus); la phase réactionnelle est limitée à 420 °C; et la réaction s'achève lorsque le stock atteint 450 °C. Cela correspond à des demandes énergétiques de 3.18, 3.05 et 2.77 MJ pour chaque phase respectivement.

On retrouve à l'annexe B les profils des températures mesurées dans le réacteur pour tous les tests effectués sur les particules de pneus.

Figure 4-3 Profils mesurés de la température du lit de particules lors des deux pyrolyses pseudo-statiques.



4.1.2 Calcul des flux de chaleur dans le réacteur

Les flux de chaleur échangés dans le réacteur sont calculés à partir des températures mesurées. Les valeurs de flux obtenues sont ensuite utilisées pour le calcul du coefficient de transfert de chaleur. On traitera ici de la chaleur échangée entre le sel et le lit de même que des pertes de chaleur au niveau du bain de sel. Le calcul des flux radiatifs sera discuté plus loin.

Pertes de chaleur

Il est important d'évaluer les pertes de chaleur du sel en fonction de sa température afin de mieux estimer la quantité de chaleur cédée au lit de particules (équation 3-3). Notons que la présence de matériau isolant (laine de verre) autour de la cuve de sel ainsi que la configuration du réacteur (la hauteur de lit est faible devant le diamètre de la cuve de stock) augmentent beaucoup la résistance thermique dans le fond et sur les côtés de la cuve de sel fondu. Il est donc raisonnable de ne considérer que le transfert de chaleur unidimensionnel dans le sens vertical ascendant.

Dans le réacteur vide, on suppose que les pertes de chaleur proviennent d'une part des pertes par convection entre le sel et les alentours du réacteur et d'autre part des pertes par radiation entre le plateau chauffant et la face inférieure du couvercle-cheminée. Les pertes par convection s'expriment comme étant le produit de la différence de température entre le sel et les alentours du réacteur par un facteur appelé facteur de pertes ($W.K^{-1}$). Ce facteur est équivalent au produit d'un coefficient de transfert de chaleur par une surface d'échange. On évalue l'échange radiatif entre le plateau et le couvercle grâce aux lectures des deux thermocouples installés sur le couvercle intérieur. On peut assimiler le couvercle intérieur à une paroi métallique peinte en noir à cause des dépôts de noir de carbone. Son émissivité est alors de 0.85 [Perry]. On constate qu'il y a un écart de température d'une dizaine de degrés environ entre les deux lectures de températures du couvercle; ceci s'explique par le fait que les jonctions des deux thermocouples ne se trouvent pas exactement à la même hauteur. On utilise la moyenne des deux mesures pour les fins du calcul.

L'expression des pertes de chaleur totales du sel est la suivante :

$$Q_{pertes}(t) = K * (T_{sel}(t) - T_{\infty}) + 0.85 * 0.0464 \sigma \left(T_{paroi}^4(t) - T_{couvercle}^4(t) \right). \quad (4-1)$$

où T_{∞} est la température ambiante de la pièce (25 °C).

Pour obtenir la valeur du facteur K , on calcule les pertes moyennes de chaleur du bain de sel au début du test dans le réacteur vide. Les pertes de chaleur sont alors égales à la baisse d'enthalpie du sel fondu:

$$Q_{pertes}(t) = \frac{\Delta H_{sel}}{\Delta t} = (MCp)_{sel} \frac{\Delta T_{sel}}{\Delta t} \quad (4-2)$$

On utilise ensuite l'outil de régression (appelé solveur) du logiciel Microsoft Excel pour faire coïncider les deux expressions des pertes de chaleur 4-1 et 4-2 en faisant varier la valeur de la constante K ; la consigne est de minimiser la somme des erreurs au carré. L'utilisation de cet outil est concluante dans la plupart des cas. Selon les tests, entre 40 et 110 points ou instants (t) ont été nécessaires pour ajuster la valeur du facteur de pertes.

Les valeurs du facteur K obtenues varient entre 1,1 et 2,5 selon les expériences. Elles sont présentées au tableau 4-3. Il est normal que les pertes de chaleur ne soient pas identiques pour tous les tests: en effet, la couche de laine de verre sur le couvercle du réacteur peut être plus ou moins compressée puisqu'il faut marcher dessus pour introduire le stock dans le réacteur. Ceci modifie la conductivité thermique de la couche de laine de verre et de fait la qualité de l'isolation.

Tableau 4-3 Valeurs du facteur de pertes de chaleur pour les six essais de pyrolyse.

Essai	L11	L7	L8	L9	L10	L13
Facteur K (W.K ⁻¹)	1.1	2.2	2.0	1.7	2.0	2.0

Les pertes de chaleur du sel sont calculées de cette manière jusqu'au moment de l'introduction du matériel à pyrolyser dans le réacteur. En effet, à partir de ce moment, le stock se comporte comme un écran pour les émissions radiatives du plateau chauffé; les pertes deviennent en partie des pertes utiles pour chauffer le stock. On soustrait alors de l'expression 4-1 le terme d'échange entre le plateau et le couvercle; on conserve la valeur du facteur de pertes. Dès ce moment, on a uniquement:

$$Q_{pertes}(t) = K * (T_{sel}(t) - T_{\infty}). \quad (4-3)$$

Chaleur cédée par le sel fondu

Le flux de chaleur Q reçu par le lit de particules est calculé à partir des variations de température du sel et des pertes. La température du sel est la moyenne des lectures des trois thermocouples placés dans le milieu de la cuve.

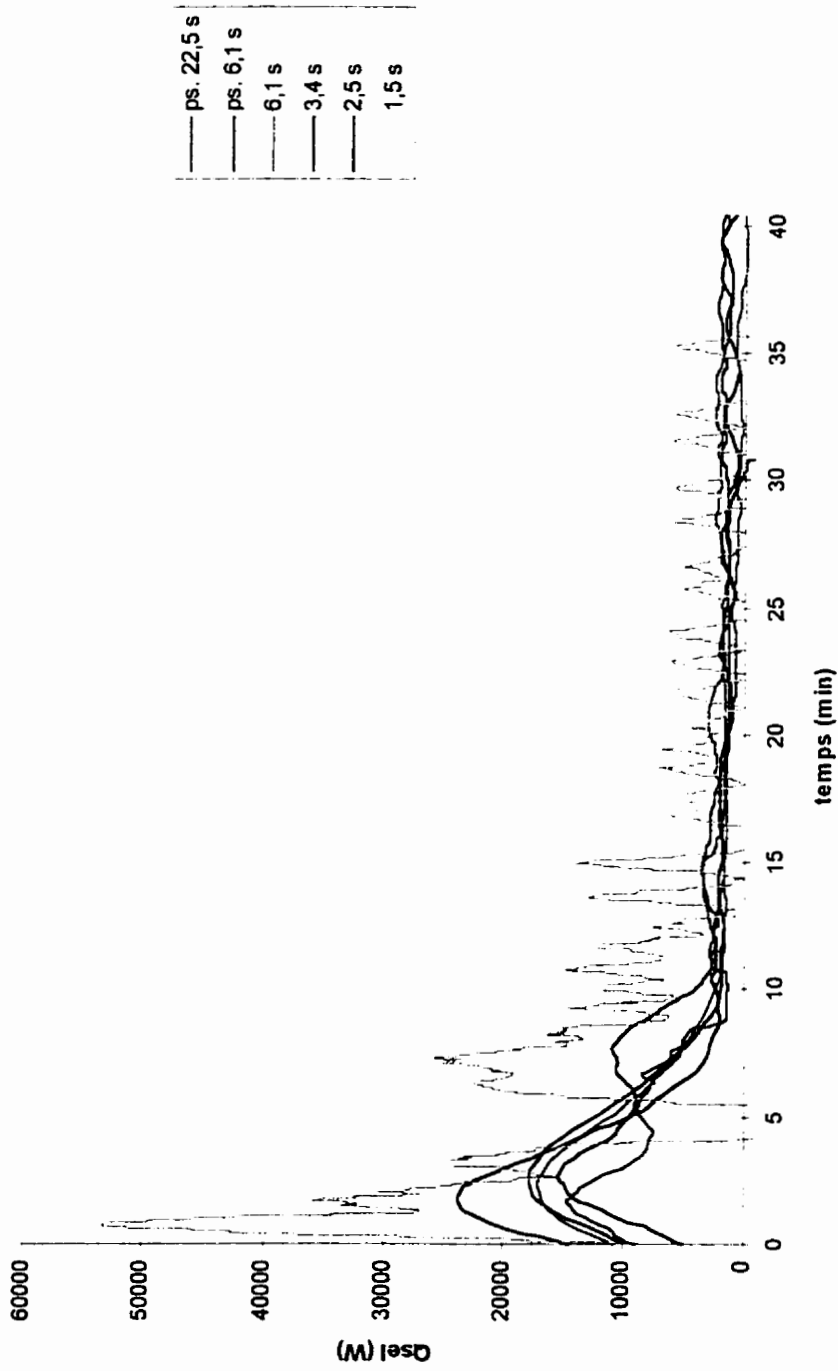
En développant les équations 3-3 et 3-4, on obtient:

$$Q_{sel}(t') = (MCP)_{sel} \frac{\sum_{i=2}^9 (T_{sel}(t^{i-1}) - T_{sel}(t^{i-1}))}{10 \Delta t} - Q_{pertes} \quad (4-4)$$

On choisit un intervalle de temps assez grand ($10 \Delta t$) pour réduire l'influence des perturbations dans les lectures de températures du sel.

La figure 4-4 illustre l'influence de la vitesse d'agitation sur le flux de chaleur cédé par le sel au lit de particules. L'énergie transférée est en fait représentée pour chacun des tests par l'aire sous chaque courbe de flux de chaleur en fonction du temps; l'aire sous les courbes est sensiblement constante puisque le critère de fin de pyrolyse est l'énergie transférée ($9,00 \cdot 10^6$ J). On voit clairement que la durée de la réaction diminue en même temps que le temps caractéristique de mélange. La différence entre les courbes est surtout marquée au début des tests lorsque le gradient de température entre le sel et le lit est grand: les pics

Figure 4-4 Evolution de la puissance nette transférée du sel vers le lit de particules lors des six essais de pyrolyse.



sont alors nettement visibles. C'est à ce moment que la plus grande partie de l'énergie est transférée du sel vers les pneus sous forme de chaleur sensible. A mesure que l'expérience évolue, la quantité de chaleur cédée par le sel baisse. En fin de test, l'influence de la vitesse d'agitation semble moins importante. Il est plutôt probable que le flux de chaleur du sel devient trop faible pour être évalué avec précision avec nos thermocouples.

La courbe de flux de chaleur relative au test L7 est plus proche de celle du test L8 qu'elle ne l'est de la courbe du test L11, qui est également pseudo-statique. Ceci permet d'apprécier l'importance de l'agitation sur le transfert de chaleur (même pour une brève période) et de confirmer que les résultats des essais effectués sont reproductibles. En effet, pour le même temps caractéristique d'agitation, le profil de flux de chaleur cédé par le sel est le même.

En fin de test, la courbe de L8 montre un flux de chaleur presque nul. Il est difficile de se fier à cette observation puisque les variations de température du sel à cette période sont très faibles. De plus, l'énergie totale cédée par le sel durant le test L8 n'a été que de 7.99 MJ au lieu de 9.00 MJ qui est le critère de fin de pyrolyse. Cela indique une anomalie liée au test L8 soit au niveau du déroulement de l'expérience soit au niveau de l'acquisition des données.

Lors de l'expérience L13, on a opéré dans les limites du système d'évacuation des vapeurs; la vitesse d'agitation élevée a entraîné la production d'un débit de vapeurs trop important pour la capacité du système de condensation. Il y a alors eu surpression dans le réacteur; les vapeurs accumulées sont finalement sorties du réacteur malgré les joints d'étanchéité et se sont enflammées au contact de l'air extérieur. Il a donc fallu arrêter l'agitation mécanique pendant quelques minutes pour ralentir la réaction. Cette perturbation explique l'allure de la courbe de Q_{sel} . Les profils des températures mesurées lors du test L13 sont présentés au graphique B-6 en annexe.

Il a été prouvé qu'il y a un clair avantage à mesurer un flux de chaleur plutôt que de calculer celui-ci à partir d'une température de surface [Diller, 1996]. Les fluctuations indésirables sur un profil de flux de chaleur mesuré avec un instrument approprié sont beaucoup plus faibles que celles observées sur un profil calculé à partir de mesures de température.

4.1.3 Calcul du coefficient de transfert de chaleur

Le coefficient de transfert de chaleur entre le bain de sel et le lit de particules a été calculé pour les différentes vitesses de mélange à partir des températures du bain de sel et du lit de particules ainsi que du flux de chaleur reçu par le stock à pyrolyser. Rappelons que le coefficient de transfert de chaleur entre le sel et le lit résulte d'une combinaison de coefficients de transfert de chaleur tel qu'énoncé par l'équation 3-2:

$$\frac{1}{\alpha_{fb}} = \frac{1}{\alpha_{fm}} + \frac{1}{\alpha_{mw}} + \frac{1}{\alpha_{wb}} \quad (3-2)$$

L'équation générale 3-5 a été appliquée sous plusieurs formes dans le but de recueillir le maximum d'informations sur le comportement du matériel à pyrolyser. Les différentes méthodes de calcul dérivées de l'expression (3-5) sont présentées ci-dessous:

Méthode 1: On calcule des coefficients en fonction du temps, $\alpha_b(t)$:

Rappelons qu'on observe dans le temps à l'intérieur du réacteur en mode d'alimentation discontinue ce qui se passe dans l'espace dans le réacteur continu. Le calcul des coefficients instantanés de transfert de chaleur entre le sel et le lit fournit donc des détails intéressants sur l'évolution des échanges thermiques au cours du procédé. Cette méthode utilise l'équation suivante:

$$\alpha_{fb}(t) = \frac{Q_{sel}(t)}{A (T_{sel}(t) - T_{lit}(t))} \quad (4-5-a)$$

On a calculé de la même manière les valeurs instantanées des coefficients de transfert de chaleur dans le lit et dans le bain de sel en faisant varier uniquement les gradients de température au dénominateur selon la section du réacteur étudiée.

Le coefficient expérimental de transfert de chaleur à l'intérieur du lit α_{mb} est en fait calculé entre la paroi inférieure du plateau métallique (du côté du sel) et l'intérieur du lit de particules. On se souvient que les thermocouples indiquant la température de la paroi sont en contact avec le bain de sel fondu (figure 3-3). Il n'est pas possible, à cause du mouvement de l'agitateur, d'installer des thermocouples sur la face du plateau métallique en contact avec le lit de particules. Le coefficient de transfert de chaleur calculé inclut donc la résistance thermique du métal qui est à toute fin utile négligeable. On utilise, pour calculer α_{mb} le gradient de température entre la paroi et le lit de particules.

$$\alpha_{mb}(t) = \frac{Q_{sel}(t)}{A (T_m(t) - T_{lit}(t))} \quad (4-5-b)$$

Le coefficient de transfert dans le sel α_{fm} rend compte de la résistance thermique à l'intérieur du bain de sel. On le calcule à partir du gradient de température entre la paroi inférieure du plateau métallique et l'intérieur du bain de sel.

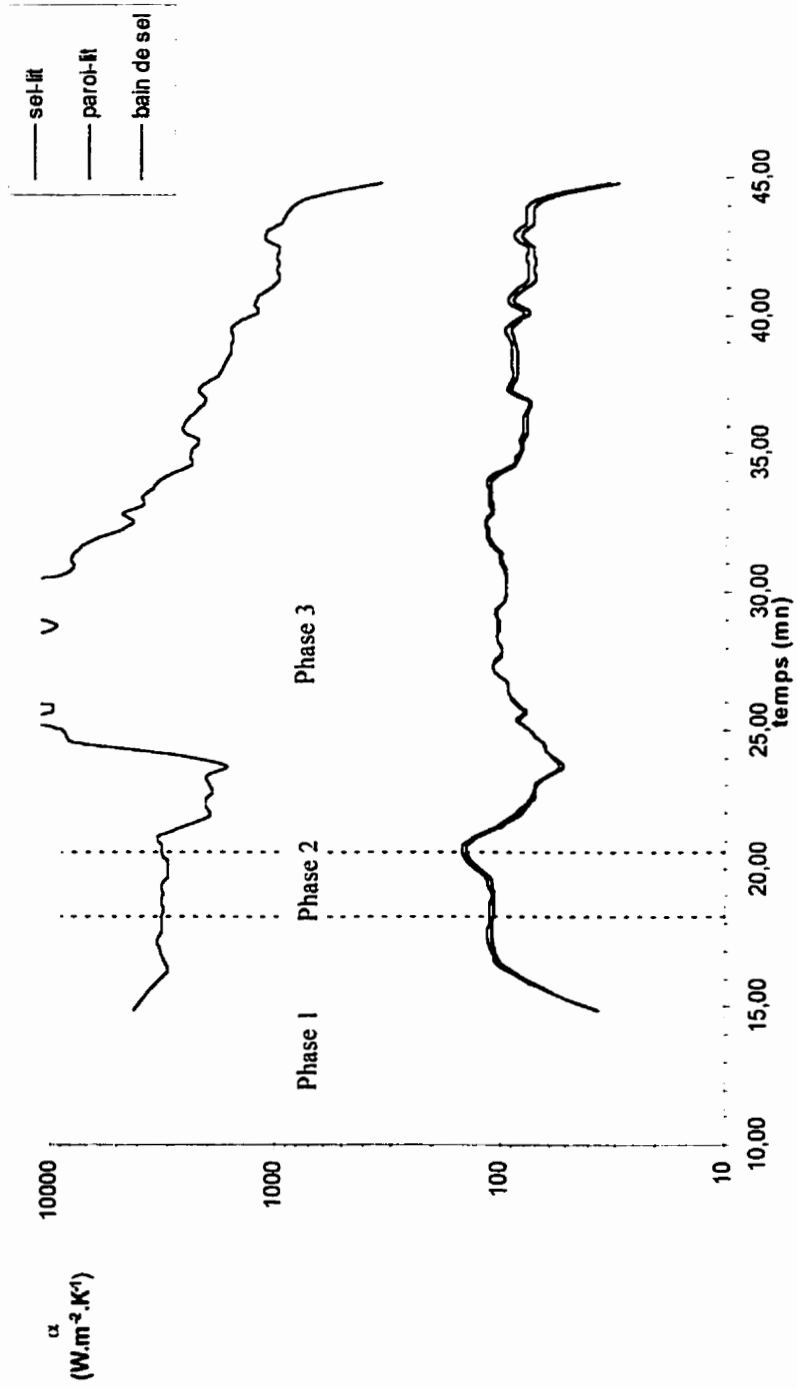
$$\alpha_{fm}(t) = \frac{Q_{sel}(t)}{A (T_{sel}(t) - T_m(t))} \quad (4-5-c)$$

La figure 4-5 présente le profil typique des coefficients de transfert de chaleur instantanés dans le réacteur. On constate que les profils de α_{fb} et α_{mb} sont presque confondus; c'est normal puisque le coefficient de transfert de chaleur dans le sel est très élevé. Puisque la résistance thermique à la surface du plateau métallique chauffant est négligeable (l'acier, comme tous les métaux, est un bon conducteur de chaleur), on peut avancer que le profil

de α_{mb} est très proche de celui de α_{wb} (α_{wb} est le coefficient de transfert de chaleur entre la surface du plateau exposée au stock et l'intérieur du lit de particules). Tout ceci mène à conclure que la résistance au transfert de chaleur est concentrée entre la surface du plateau et l'intérieur du lit de particules.

Il apparaît sur la figure 4-5 une augmentation des coefficients de transfert de chaleur α_b et α_{mb} en début de test. Cette hausse apparente est due à la méthode de calcul des coefficients de transfert de chaleur (équations 4-5-a et 4-5-b). En fait, lorsque les pneus froids sont introduits dans le réacteur, ils sont immédiatement en contact avec le plateau chauffant et reçoivent donc de la chaleur du métal; c'est d'ailleurs ce qu'indiquait la figure 4-1. L'importante masse de sel réagissant plus lentement, la faible variation de température du bain enregistrée et utilisée pour les calculs traduit mal la véritable quantité de chaleur reçue par le lit de particules. Ainsi, les réels coefficients de transfert de chaleur en début de test doivent être supérieurs à ceux qui ont été calculés et présentés sur la figure 4-5.

Figure 4-5 Valeurs instantanées des coefficients de transfert de chaleur en fonction du temps: pyrolyse L10; $t_{mix} = 2,55$ s



Méthode 2: On détermine des coefficients moyens partiels

Cette méthode permet d'évaluer la variation du coefficient de transfert de chaleur entre les différentes phases et de déterminer laquelle est la plus critique. On a calculé un coefficient de transfert de chaleur moyen entre le sel et le lit de particules pour chacune des phases de la pyrolyse auxquelles on a attribué un critère de demande énergétique, *i.e.* 3.18, 3.05 et 2.77 MJ pour la phase 1 de mise en température, la phase 2 de réaction et la phase 3 de charbon respectivement (le critère énergétique total étant de 9 MJ pour 15 kg de pneus). Chaque coefficient partiel de transfert de chaleur entre le sel et le lit se calcule comme suit:

$$\alpha_{pb} = \frac{\sum_{t_{i-1}}^{t_i} Q_{sel}(t) \Delta t}{A \sum_{t_{i-1}}^{t_i} (T_{sel} - T_{lit}) \Delta t} \quad (4-6)$$

t_i et t_{i-1} sont les temps qui délimitent les différentes phases de la pyrolyse (phase 1, 2 et 3; $i = 1, 2$ et 3)

La figure 4-6 présente les coefficients de transfert de chaleur moyens partiels entre le sel et le lit de particules pour les six essais de pyrolyse en fonction du temps caractéristique de mélange. Les deux tests pseudo-statiques ont été représentés avec leur temps caractéristique de mélange initial. La liaison des points expérimentaux a pour seule fonction de faciliter l'observation du graphique. De manière générale, les coefficients partiels évoluent de la même manière en fonction du temps caractéristique de mélange. Les valeurs de coefficients de transfert de chaleur obtenus dans la phase réactionnelle sont les plus élevées; elles sont suivies des coefficients partiels de la phase de noir de carbone puis de ceux observés dans la phase de mise en température des pneus. Il est probable que la chaleur libérée pendant la période exothermique de la pyrolyse justifie les valeurs élevées de coefficient de transfert de chaleur lors de la phase réactionnelle.

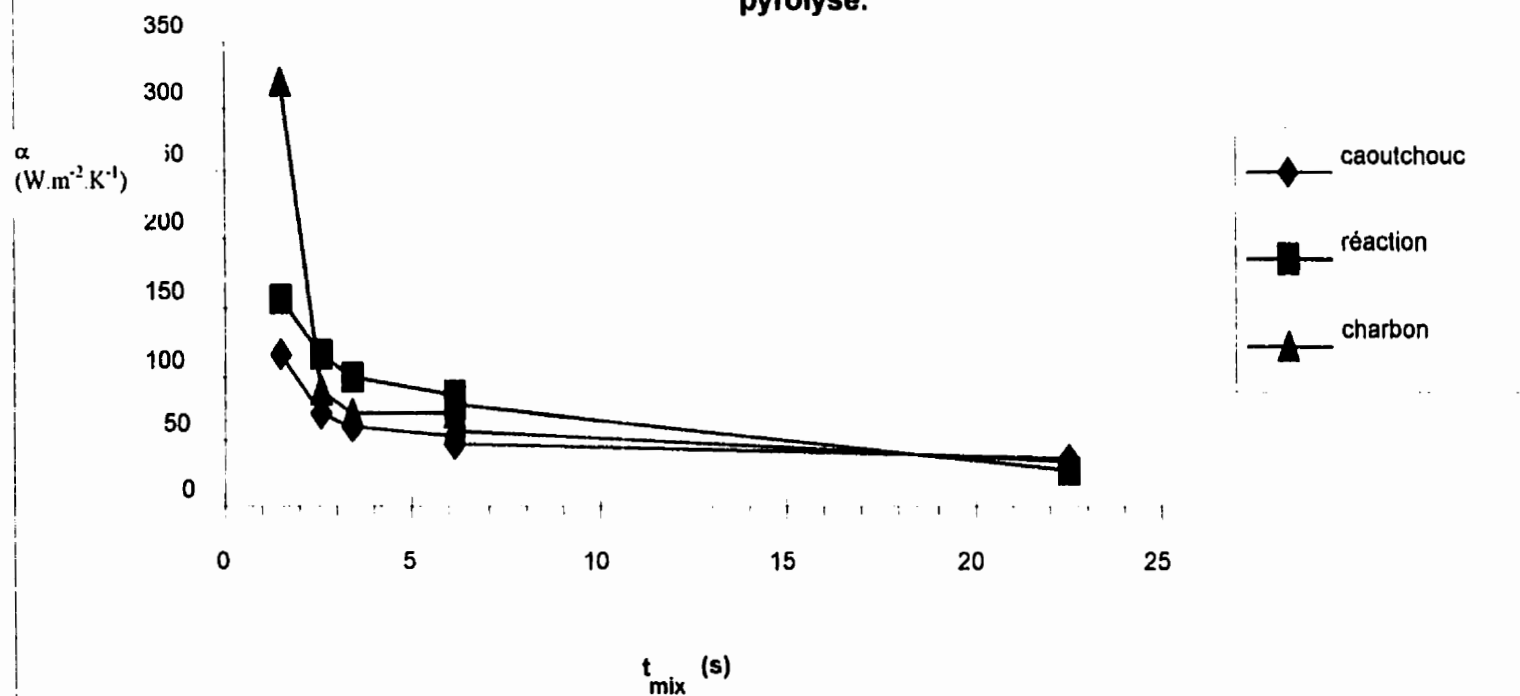
Les valeurs expérimentales de coefficient de transfert de chaleur pour la phase de noir de carbone comportent une inconsistance: on observe une cassure dans la courbe en question

sur le graphique 4-6. Le test L8 dont le temps caractéristique de mélange est de 6,1 s semble avoir un coefficient de transfert de chaleur plus élevé que le test L9 dont le t_{mix} est de 3.4 s. A partir des observations précédentes faites à la section 4.1.2, on comprend que les résultats obtenus dans cette expérience peuvent être légèrement biaisés.

L'idée de calculer des coefficients de transfert de chaleur partiels prendrait toute son importance lors de la conception d'un réacteur en mode d'alimentation continu. Connaissant, pour chaque phase, la demande énergétique du stock à pyrolyser et le coefficient de transfert de chaleur entre le sel et lit, les ingénieurs pourront orienter la conception du réacteur vers la période contrôlant le procédé. Par ailleurs, seuls les coefficients de transfert de chaleur partiels peuvent être utilisés pour servir de comparaison entre les valeurs expérimentales et les valeurs prédites par les équations mathématiques. En effet, ces dernières ne peuvent être appliquées sur l'ensemble de la réaction mais seulement dans les périodes où les propriétés du matériel à pyrolyser sont constantes, *i.e.* la phase initiale de chauffage du caoutchouc et la phase finale du noir de carbone pyrolytique.

A la lumière de ce qui a été dit jusqu'ici, on peut avancer que la conception d'un réacteur en mode d'alimentation continue pour la pyrolyse de pneus usés pourrait être basée sur le transfert de chaleur dans la phase pré-réactionnelle. En effet, celle-ci a le coefficient de transfert de chaleur le plus bas du procédé et la demande énergétique la plus grande; c'est donc la phase contrôlante du procédé de pyrolyse de pneus et celle qui devrait déterminer de façon conservatrice la surface d'échange nécessaire pour le réacteur de pyrolyse.

**Figure 4-6 Valeurs des coefficients de transfert de chaleur
partiels entre le sel et le lit en fonction du temps
caractéristique de mélange pour chaque phase de la
pyrolyse.**



Méthode 3: On calcule un coefficient moyen sur toute la réaction:

Il est possible de calculer une valeur moyenne du coefficient de transfert de chaleur entre le sel et le lit pour toute la durée de la réaction de pyrolyse (trois phases réunies). L'intérêt de cette méthode est de favoriser une conception plus réaliste du réacteur de pyrolyse. La méthode 2 est plus conservatrice en ce sens qu'elle oriente la conception à partir d'une seule phase de la réaction, la plus limitante. Il y aurait donc risque de surdimensionner le réacteur. Un coefficient moyen serait donc plus proche de la réalité. Il reste que l'on peut définir plusieurs manières de calculer un coefficient moyen de transfert de chaleur entre le sel et le lit pour toute la réaction. Celles-ci sont présentées ci-dessous:

1. Moyenne sur toute la réaction: on ne peut pas utiliser les expressions typiques aux échangeurs de chaleur incluant la moyenne logarithmique de température à cause des changements de phase et de la réaction chimique. On a donc choisi d'intégrer sur toute la durée de la réaction le flux net de chaleur cédé aux pneus ainsi que le gradient de température entre le sel et le lit de particules. Ce calcul est équivalent à celui de l'équation 4-6

$$\alpha_{\text{pb}} = \frac{\sum_{t=0}^{t_{\text{fin}}} Q_{\text{sel}}(t) \Delta t}{A \sum_{t=0}^{t_{\text{fin}}} (T_{\text{sel}} - T_{\text{ht}}) \cdot \Delta t} \quad (4-7)$$

2. Moyenne des coefficients partiels: on attribue à chacun des trois coefficients de transfert de chaleur partiels (calculés avec l'équation 4-6) un poids correspondant à l'énergie échangée dans sa phase. On peut ainsi obtenir une valeur moyenne représentative de l'importance de chaque phase de la pyrolyse des pneus en termes de demande énergétique.

$$\alpha_{\text{pb}} = \frac{E_1 \alpha_{\text{pb}1} + E_2 \alpha_{\text{pb}2} + E_3 \alpha_{\text{pb}3}}{E_1 + E_2 + E_3} \quad (4-8)$$

$$E_i = (\Delta H_{sel})_i - \sum_{t_{i-1}}^{t_i} Q_{partic}(t) \Delta t \quad (4-9)$$

L'indice i représente la phase de la réaction ($i = 1, 2$ ou 3); t_i et t_{i-1} sont les temps qui délimitent chacune des phases.

3. Moyenne des coefficients instantanés pondérés avec l'énergie: on attribue à chaque valeur instantanée un poids correspondant à la chaleur transférée du sel vers le lit. Ceci est équivalent au calcul précédent (équation 4-8)

$$\alpha_{fb} = \frac{\sum_{t=0}^{t_{final}} \alpha_{fb}(t) E(t)}{\sum_{t=0}^{t_{final}} E(t)} \quad (4-10)$$

4. Moyenne arithmétique des coefficients instantanés: on attribue ici un poids identique à chaque valeur instantanée; c'est la manière la plus classique de calculer une moyenne de différentes valeurs.

$$\alpha_{fb} = \frac{\sum_{t=0}^{t_{final}} \alpha_{fb}(t)}{\text{Nombre de valeurs}} \quad (4-11)$$

L'emploi de ces différentes expressions du coefficient moyen de transfert de chaleur entre le sel et le lit de particules permet d'évaluer la sensibilité des résultats obtenus par rapport à méthode de calcul. Il y avait un certain effort exploratoire à faire puisque, rappelons-le, il n'existe pas de méthode de calcul reconnue pour obtenir expérimentalement le coefficient de transfert de chaleur dans un réacteur de ce type.

Les tableaux 4-4 à 4-7 présentent les valeurs des coefficients moyens de transfert de chaleur entre le sel et le lit obtenus pour toutes les expériences effectuées.

Le tableau 4-4 montre les résultats obtenus avec les différentes expressions de calcul du coefficient moyen de transfert de chaleur entre le sel et le lit de particules. Les valeurs varient de 30 à 320 lorsque le temps caractéristique de mélange varie de 22,5 à 1,5 secondes. On constate que le test pseudo-statique L7 donne des résultats plus proches de ceux du test L8 que de ceux du test L11, pseudo-statique également. La brève période d'agitation ($t_{\text{mix}} = 6,1$ s) au début du test L7 semble avoir influencé le comportement thermique des pneus pour toute la durée de l'expérience. Si tel n'était pas le cas, le coefficient moyen de transfert de chaleur entre le sel et le lit aurait été sensiblement le même pour les deux tests pseudo-statiques. Il apparaît que l'influence de t_{mix} sur le coefficient de transfert de chaleur n'est pas linéaire: l'importance de t_{mix} devient plus grande au fur et à mesure que la vitesse de mélange augmente. En effet, les résultats du test L13 sont nettement plus élevés que ceux du test L10 quelle que soit la méthode de calcul.

A la lumière des données du tableau 4-4, on peut avancer que les différentes méthodes de calcul du coefficient moyen de transfert de chaleur entre le sel et le lit s'équivalent sensiblement en terme de précision puisque les quatre valeurs obtenues pour chaque test sont très proches les unes des autres. On remarque toutefois une certaine tendance: de la colonne de gauche vers celle de droite, les coefficients de transfert de chaleur sont croissants. Les coefficients obtenus en calculant une moyenne des valeurs instantanées pondérée avec l'énergie sont en général les plus élevés tandis que les coefficients moyens sont les plus faibles; les résultats des autres équations se situent entre ces deux extrêmes.

Le tableau 4-5 présente pour chaque expérience les coefficients moyens (moyenne arithmétique) de transfert de chaleur: α_{fb} entre le sel et l'intérieur du lit de particules, α_{mb} entre la paroi métallique et l'intérieur du lit et α_{fm} entre le milieu du bain et la paroi métallique. Les résultats confirment que la résistance thermique dans le sel est très faible. Celle-ci devrait en toute logique être constante; les écarts entre les valeurs de α_{fm} de chaque test sont attribuables aux lectures des thermocouples.

Tableau 4-4 Valeurs des coefficients de transfert de chaleur pour les six essais de pyrolyse de particules de pneus.

Essai	tmix (s)	Coefficient de transfert de chaleur entre le sel et le lit α_{fb} (W.m ⁻² .K ⁻¹)			
		Moyenne sur toute la réaction	Moyenne des coefficients partiels	Moyenne arithmétique des valeurs instantanées	Moyenne des valeurs instantanées pondérées avec l'énergie
L11	22,5 ⁽¹⁾	31	32	31	35
L7	6,1 ⁽¹⁾	58	61	61	64
L8	6,1	66	69	73	73
L9	3,4	68	73	75	81
L10	2,5	88	92	93	95
L13	1,5	161	192	322	228

⁽¹⁾ La période de mélange a duré 6 minutes.

Tableau 4-5 Moyenne des coefficients de transfert de chaleur instantanés pour les six essais de pyrolyse de pneus Scopcat.

Essai	Moyenne arithmétique des valeurs instantanées des coefficients de transfert de chaleur (W m ⁻² K ⁻¹)		
	α_{fb}	α_{fm}	α_{mb}
L11	31	487	34
L7	61	2941	58
L8	73	2160	66
L9	75	522	91
L10	93	2914	93
L13	322	1877	438

Les résultats des tests de mise en température présentés dans les tableaux 4-6 et 4-7 sont assez différents de ceux obtenus lors de la pyrolyse pour une même vitesse d'agitation. Les valeurs des coefficients moyens de transfert de chaleur entre le sel et le lit obtenus pour le test L17 sont beaucoup plus faibles que ceux obtenus pour le test L8 (même temps d'agitation caractéristique de 6.1 s). En ce qui concerne les résultats obtenus pour les autres vitesses d'agitation, il est difficile de conclure d'autant plus que le tableau 4-6 indique des disparités notables entre les valeurs calculées à partir des différentes expressions du coefficient moyen de transfert de chaleur entre le sel et le lit de particules. Il faut mentionner qu'on avait installé dans le bain de sel un thermocouple de fabrication-maison lors des tests L19 et L20: il s'agissait d'un fil de thermocouple à haute température standard inséré dans un tube d'acier de 6.4 mm de diamètre; la jonction du fil était soudée à une extrémité du tube. On a constaté plus tard que cette soudure n'était pas étanche, de sorte que le sel aurait pu monter par capillarité à l'intérieur du tube provoquant ainsi un faux contact loin de la jonction du thermocouple. Si c'était le cas, la température mesurée ne correspondrait pas à celle du bain de sel. Finalement, la fiabilité des résultats des tests de mise en température est discutable, particulièrement pour les expériences L19 et L20.

Le niveau de confiance des résultats expérimentaux est indissociable de la précision des lectures de thermocouples. On a utilisé dans toutes les expériences des thermocouples standards qui offrent une précision équivalente à 0.75 % de la lecture ou à ± 2.2 °C selon la valeur la plus élevée [Omega]. Cela signifie que le thermocouple commet une erreur de 3.75 °C à 500 °C, contre une erreur de 2.2 °C à 200 °C. Les gradients de températures entre la paroi et l'intérieur du bain de sel étant de l'ordre d'une dizaine de degrés seulement, on comprend pourquoi les valeurs de coefficient de transfert de chaleur dans le bain de sel α_{fm} sont plus sensibles à la précision des thermocouples et donc sujettes à une plus grande incertitude.

En effectuant un calcul d'erreur dont le détail est présenté à l'annexe C, on obtient un pourcentage d'erreur sur les valeurs instantanées des coefficients de transfert de chaleur qui varie entre 1 et 40 %. La figure 4-7 illustre la variation en fonction du temps de l'erreur (en

Tableau 4-6 Valeurs des coefficients de transfert de chaleur entre le sel et le lit pour les quatre tests de mise en température pour les pneus Scopcat.

Essai	t_{mix} (s)	Coefficient global de transfert de chaleur (U_1) α_{fb} ($W m^{-2} K^{-1}$)		
		Moyenne sur toute la réaction	Moyenne arithmétique des valeurs instantanées	Moyenne des valeurs instantanées pondérées avec l'énergie
L17	6.1	44	45	49
L18	3.4	86	89	109
L19	2.5	96	117	218
L20	1.5	72	76	90

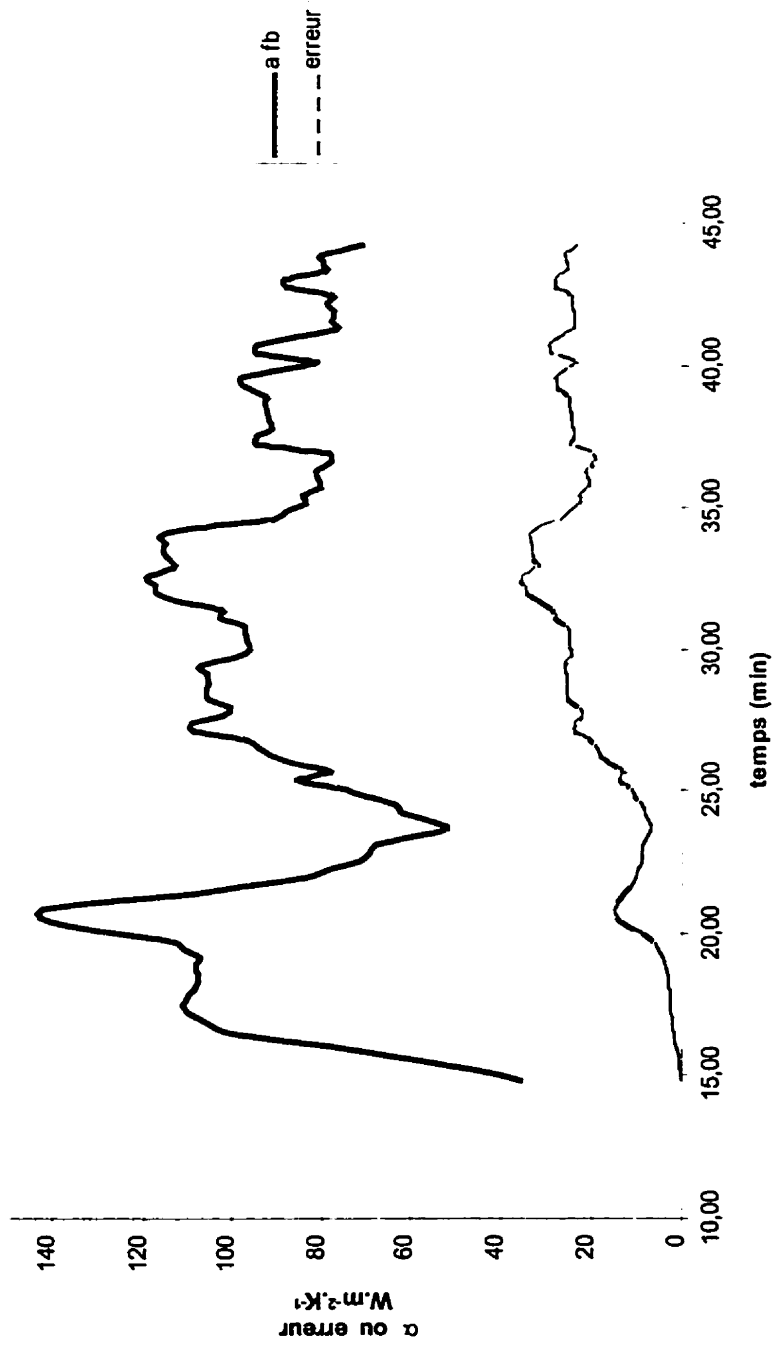
Tableau 4-7 Moyenne des coefficients de transfert de chaleur instantanés pour les quatre tests de mise en température.

Essai	Moyenne arithmétique des coefficients de transfert de chaleur instantanés ($W m^{-2} K^{-1}$)		
	α_{fb}	α_{fm}	α_{mb}
L17	45	646	49
L18	89	5197	91
L19	117	1935	124
L20	76	1016	83

$\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$) associée au coefficient de transfert de chaleur entre le sel et le lit pour l'expérience L10. En début de test, l'incertitude est d'environ $2 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ sur un coefficient de transfert de chaleur d'environ $110 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$; cela correspond à un pourcentage d'erreur négligeable de $\pm 1,8 \%$. Par contre, le niveau de confiance des résultats baisse considérablement vers la fin de la pyrolyse lorsque les variations de températures du sel et du lit deviennent faibles: on a alors une incertitude d'environ $35 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ sur une valeur de $95 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ (erreur de $\pm 37 \%$). Ceci est significatif: la détermination expérimentale d'un coefficient de transfert de chaleur requiert l'emploi d'outils de mesure de température plus précis si l'on doit percevoir de petites différences de températures comme c'est le cas en fin de pyrolyse. Il demeure que le pourcentage d'erreur considéré globalement (il est d'environ 20% sur l'ensemble de la réaction) est acceptable sur le plan de l'ingénierie.

Notons que l'erreur liée à l'appareil d'acquisition n'est pas incluse dans le calcul d'erreur effectué. En effet, les lectures des thermocouples fournies par le système d'acquisition de données étant exprimées en degrés entiers, elles sont donc implicitement précises au dernier chiffre significatif près, soit au degré près. Par exemple, une lecture de $450 \text{ }^\circ\text{C}$ doit se lire $450 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$. Il faudrait imposer des lectures en dixièmes de degrés pour limiter l'incertitude inhérente au système d'acquisition de données.

Figure 4-7 Erreur associée aux valeurs instantanées du coefficient de transfert de chaleur entre le sel et le lit en fonction du temps: pyrolyse L10; t_{mix}=2,55 s.



4.2 Approche théorique

L'objectif de l'approche théorique était d'identifier une série d'équations mathématiques comme outils de détermination du coefficient de transfert de chaleur α_{fb} entre le bain de sel et le lit de particules dans le réacteur de pyrolyse. L'élément-clé des outils proposés est le modèle de Schlünder modifié. Pour rencontrer les objectifs du travail, les coefficients de transfert de chaleur entre le bain de sel et le lit obtenus expérimentalement ont été comparés aux valeurs prédites par les équations mathématiques. Le modèle de Schlünder modifié (équation 2-7) requiert toutefois la connaissance préalable de certaines propriétés physiques et thermiques qu'il a fallu déterminer pour les pneus utilisés.

4.2.1 Propriétés thermiques et mécaniques

Le tableau 4-8 présente les propriétés physiques et thermiques des particules de pneus usés employés. Les propriétés des particules individuelles y figurent à titre indicatif seulement. Les calculs ont été effectués avec les propriétés des lits de particules. Il n'a pas été possible de déterminer les propriétés du lit de particules au cours de la phase réactionnelle à cause des changements complexes associés à la réaction chimique. Toutes les propriétés du lit de pneus ont été estimées à une température moyenne de 140 °C tandis que celles du lit de noir de carbone ont été estimées à une température moyenne de 450 °C. En ce qui concerne la résistance de contact, on a tenu compte de la température du plateau chauffant plutôt que de celle du lit de particules.

Tableau 4-8 Propriétés physiques et thermiques du caoutchouc et du noir de carbone pyrolytique.

Matériau	Dimension caractéristique mm	Masse volumique kg . m ⁻³	Conductivité thermique W m ⁻¹ K ⁻¹	Capacité calorifique J kg ⁻¹ K ⁻¹	Résistance de contact m ² K.W ⁻¹
Caoutchouc: Particules Lit	5,71	1055 529	0,25 0,21	2300 2300	- 163 ⁽¹⁾ 115 ⁽²⁾
Noir de carb.: Particules Lit	0,6	1860 507	0,023 0,065	1172 1172	- 2074

(1) Valeur utilisée pour les essais de pyrolyse à 500 °C

(2) Valeur utilisée pour les tests de mise en température à 300 °C

Toutes les valeurs de masse volumique présentées ont été obtenues expérimentalement à l'exception de la masse volumique des particules individuelles de noir de carbone qui est tirée de la littérature [Kirk-Ohmer, 1964]. La porosité ψ du lit de pneus a été déduite des valeurs de masse volumique apparente du lit et de masse volumique des particules individuelles: elle a été estimée à 0,50 pour le lit de pneus et à 0,73 pour le lit de noir de carbone.

$$\psi = 1 - \frac{\rho_{lit}}{\rho_p}$$

La conductivité thermique à température ambiante des particules individuelles de caoutchouc [Sircar *et al.*, 1988] et de noir de carbone [Donnet *et al.*, 1993] a été tirée de la

littérature. Pour le lit de pneus, on a effectué une détermination expérimentale de la conductivité thermique à une température d'environ 80 °C. On a ensuite calculé par extrapolation la valeur à 140 °C à partir des données disponibles sur l'évolution de la conductivité des élastomères en fonction de la température [Sircar *et al.*, 1988]. La conductivité thermique du lit de noir de carbone a été calculée à partir des équations 3-7 à 3-12.

Les valeurs pour la capacité calorifique des particules individuelles proviennent de la littérature; elles correspondent à une température de 140 °C pour les pneus [Polymer letters, 1967] et de 500 °C pour le noir de carbone; on a assimilé la capacité calorifique du noir de carbone à celle du graphite [Polymer letters, 1967]. Cette hypothèse est justifiée lorsqu'on se limite aux propriétés physiques spécifiques, *i.e.* les propriétés exprimées par unité de masse [Kirk-Ohmer, 1964]. La capacité calorifique des lits de particules est assimilée à celle des particules individuelles.

La résistance de contact des particules de pneus a été mesurée à 100 °C environ (c'était la température du plateau chauffant dans le montage expérimental). La valeur obtenue expérimentalement a été comparée aux valeurs calculées dans les mêmes conditions avec les équations 3-18 et 3-19. Elle s'est avérée être plus proche de la valeur de résistance de contact prédite pour les particules en forme de pavé reposant sur l'arête. On a donc utilisé l'équation 3-19-a pour calculer la résistance de contact des pneus à 300 °C pour les tests de mise en température, puis à 500 °C pour les essais de pyrolyse. Les particules de noir de carbone pouvant être considérées sphériques, on a calculé la résistance de contact du lit de noir de carbone à 500 °C avec l'équation 3-18.

Il faut préciser que les propriétés des particules de pneus tirées de la littérature correspondent à celles des élastomères les plus fréquemment employés, *i.e.* le caoutchouc naturel NR, le polybutadiène BR et le butadiène-styrène SBR. La composition des particules de pneus utilisées étant inconnue, on a donc décidé d'employer une moyenne des propriétés de chaque élastomère, notamment en ce qui concerne la capacité calorifique.

Le tableau 4-9 donne les valeurs expérimentales du facteur de renouvellement de surface à différentes vitesses de mélange. La masse des pneus employés lors des mesures de β était de 15 kg comme pour les essais de pyrolyse. Ceci correspond à un ratio de 4,9 entre la hauteur du lit et le diamètre des particules. Il n'est pas possible avec la procédure expérimentale actuelle de mesurer le facteur de renouvellement de surface pour le noir de carbone car les particules sont trop petites pour être triées manuellement. On a donc supposé une valeur uniforme de 0.6 pour toutes les vitesses de mélange. Cette valeur, proche des résultats obtenus pour les particules de pneus, est vraisemblable si l'on se fie à la fluidité du lit de particules de noir de carbone.

Tableau 4-9 Valeurs du facteur de renouvellement de surface en fonction de la vitesse d'agitation.

t_{mix} s	β	
	Particules de pneus (valeurs mesurées)	Noir de carbone (valeurs présumées)
6,12	0,66	0,6
3,43	0,57	0,6
2,51	0,43	0,6
1,45	0,50	0,6

4.2.2 Calcul des coefficients de transfert de chaleur

On veut calculer le coefficient de transfert de chaleur entre le sel et le lit α_{fb} de manière théorique. L'équation de Schlünder modifiée 2-7 permet de calculer le coefficient de transfert de chaleur α_{wb} entre la surface d'échange métallique et le lit de particules. A partir

de cette valeur, on obtient le coefficient de transfert de chaleur entre le sel et le lit en utilisant l'équation 3-2.

Le tableau 4-10 présente les valeurs théoriques des résistances au transfert de chaleur dans le sel et dans le métal. Les résistances thermiques ont été calculées avec l'équation de convection naturelle (3-24) pour le bain de sel et avec l'équation de conduction (3-27) pour le plateau métallique chauffant. Puisque les coefficients de transfert de chaleur calculés sont élevés, on peut dire que la résistance au transfert de chaleur est concentrée dans le lit de particules. Ceci confirme la tendance des résultats présentés aux tableaux 4-5 et 4-7, quoique le coefficient théorique de transfert de chaleur dans le sel soit plus faible que les valeurs expérimentales; il demeure cependant bien supérieur au coefficient de transfert de chaleur dans le lit.

Tableau 4-10 Valeurs des coefficients de transfert de chaleur dans le bain de sel et dans la paroi métallique du réacteur.

Propriété	Sel Hitec	Acier inoxydable
Conductivité thermique ($W m^{-1} K^{-1}$)	0.61	16
Dimension caractéristique (cm)	(profondeur du bain de sel) 13	(épaisseur du plateau chauffant) 0,3
Coefficient de transfert thermique ($W m^{-2} K^{-1}$)	585	5134

Etant donné que l'équation de Schlünder modifiée ne s'applique pas pendant la phase réactionnelle de la pyrolyse proprement dit, on calcule les valeurs théoriques et expérimentales du coefficient de transfert de chaleur α_b entre le sel et le lit dans la phase initiale (caoutchouc) puis dans la phase finale (noir de carbone). Les résultats figurent au

tableau 4-11 pour les tests de mise en température et au tableau 4-12 pour les essais de pyrolyse. On peut dire que les tableaux 4-11 à 4-13 constituent l'aboutissement de l'approche théorique en ce sens qu'ils éprouvent la validité des équations mathématiques.

Après les observations faites au sujet des tests de mise en température, il est difficile d'accorder un poids très important au tableau 4-11, même si les valeurs théoriques et expérimentales semblent coïncider assez bien.

La résistance thermique dans le lit étant l'élément limitant du transfert de chaleur entre le bain de sel et le lit de particules, on se rend bien compte que les tableaux 4-12 et 4-13 permettent en fait de juger de l'applicabilité de l'équation de Schlünder modifiée dans le cas de particules de pneus soumises à une pyrolyse en lit mélangé. On doit pour cela concentrer l'analyse des résultats sur les quatre essais de pyrolyse en lit mélangé, *i.e.* les tests L8 à L13.

Les figures 4-8 et 4-9 illustrent les données du tableau 4-12 en présentant, pour la phase de caoutchouc et pour la phase de noir de carbone respectivement, les points expérimentaux et théoriques en fonction du temps caractéristique de mélange. On voit sur chaque graphique que les courbes expérimentale et théorique ont la même allure générale même si elles sont décalées l'une de l'autre.

Le tableau 4-12 montre que les valeurs théoriques des coefficients de transfert de chaleur entre le sel et le lit pour un lit statique sont beaucoup plus faibles que les valeurs expérimentales obtenues pour les deux essais pseudo-statiques. On peut trouver deux explications à cela: soit l'expression 3-27 n'est pas adaptée ici, soit la brève période de mélange au début des tests pseudo-statiques modifie complètement le transfert thermique dans la suite de l'expérience. Cette dernière hypothèse serait justifiée puisque l'on sait que la phase de caoutchouc est celle qui a la plus grande demande énergétique. Si l'on considère maintenant les résultats pour le lit mélangé (tests L8 à L13) dans la phase de caoutchouc, on constate que les valeurs expérimentales sont inférieures aux valeurs prédites par

l'équation de Schlünder modifiée. Le test L13 fait exception à ceci: les résultats dépassent considérablement les prédictions. Pour la phase de charbon, les valeurs expérimentales et théoriques semblent coïncider beaucoup mieux que dans la phase de caoutchouc puisque les pourcentages d'écarts sont plus faibles. Ceci est d'autant plus singulier que le niveau de confiance des résultats est plus bas en fin de pyrolyse, tel que mentionné dans la section 4.1.3. Ici bien plus que dans la phase de caoutchouc, le test L13 s'écarte des prédictions théoriques.

Il est intéressant de remarquer que le même phénomène est observé à haute vitesse d'agitation dans les travaux expérimentaux de Schlünder [1984]. Dans la plupart des expériences de Schlünder en lit agité sur des particules de verre, de bronze et de polystyrène, un "décrochage" survient lorsque le nombre thermique devient inférieur à 10. Rappelons que le nombre thermique, partie intégrante du modèle de Schlünder, est défini comme suit:

$$N_{therm} = \frac{\alpha_{ws}^2 t_{mix}}{(\rho C_p \lambda)_{lit}} \quad (4-12)$$

Dans le cas présent, le nombre thermique correspondant à un temps de mélange de 1.45 s est de 0.15 pour le lit de pneus et de 40 pour le lit de noir de carbone. En considérant que les propriétés du lit ne varient pas avec l'intensité de l'agitation mécanique, on peut présumer qu'il apparaît dans le lit de particules à haute vitesse d'agitation (faible temps caractéristique de mélange) un phénomène dynamique non expliqué par le modèle de Schlünder. Ce phénomène pourrait être lié à la taille et à la masse volumique des particules. D'ailleurs dans les expériences de Schlünder sur les particules de bronze, le décrochage est très faible et survient lorsque le nombre thermique est inférieur à 1. Il y a donc lieu de penser que cet effet dynamique est plus prononcé lorsque les particules sont de petite taille et que la masse volumique apparente du lit est faible. Ainsi, le décrochage surviendrait plus tôt dans le lit de noir de carbone que dans le lit de pneus: ceci expliquerait pourquoi l'écart entre la théorie et l'expérience est plus marqué dans la phase de noir de carbone pour le même temps caractéristique de mélange.

Tableau 4-11 Coefficients de transfert de chaleur expérimentaux et théoriques pour les tests de mise en température.

t_{mix}	Coefficient de transfert de chaleur $\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$	
	Exp.	Théo.
6.14	44	58
3.41	86	63
2.55	96	68
1.45	72	74

Tableau 4-12 Comparaison des coefficients de transfert de chaleur expérimentaux et théoriques pour les trois phases de la pyrolyse.

		Coefficient de transfert de chaleur $(U_2)\alpha_{fb}$ ($\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$)				
Essai	t_{mix} s	Phase de caoutchouc		Phase réactionnelle	Phase de noir de carbone	
		Exp.	Théo.	Exp.	Exp.	Théo.
	<i>Infini</i> ⁽⁰⁾	-	19	-	-	8
L11	22.5 ⁽¹⁾	36	50 ⁽²⁾	26	33	37 ⁽²⁾
L7	6.14 ⁽¹⁾	49	70 ⁽³⁾	77	57	66 ⁽³⁾
L8	6.14	53	70	86	72	66
L9	3.41	62	77	97	71	84
L10	2.55	72	85	116	89	95
L13	1.45	116	94	155	321	117

⁽⁰⁾ Valeurs correspondant au lit statique.

⁽¹⁾ Agitation pendant 6 minutes seulement.

⁽²⁾ Valeurs correspondant à un t_{mix} de 22,5 s.

⁽³⁾ Valeurs correspondant à un t_{mix} de 6.1 s.

Figure 4-8 Valeurs expérimentales et théoriques des coefficients partiels de transfert de chaleur entre le sel et le lit en fonction du temps caractéristique de mélange pour la phase de caoutchouc.

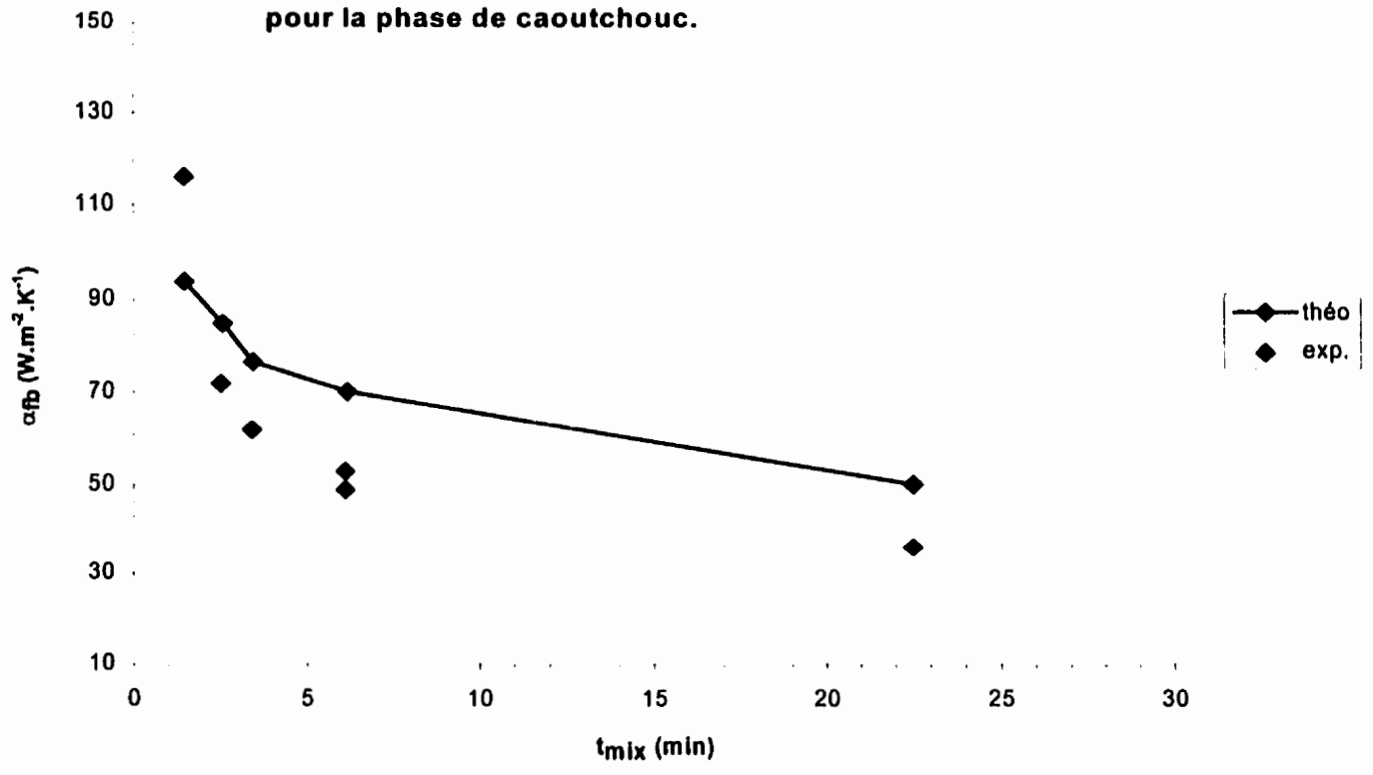
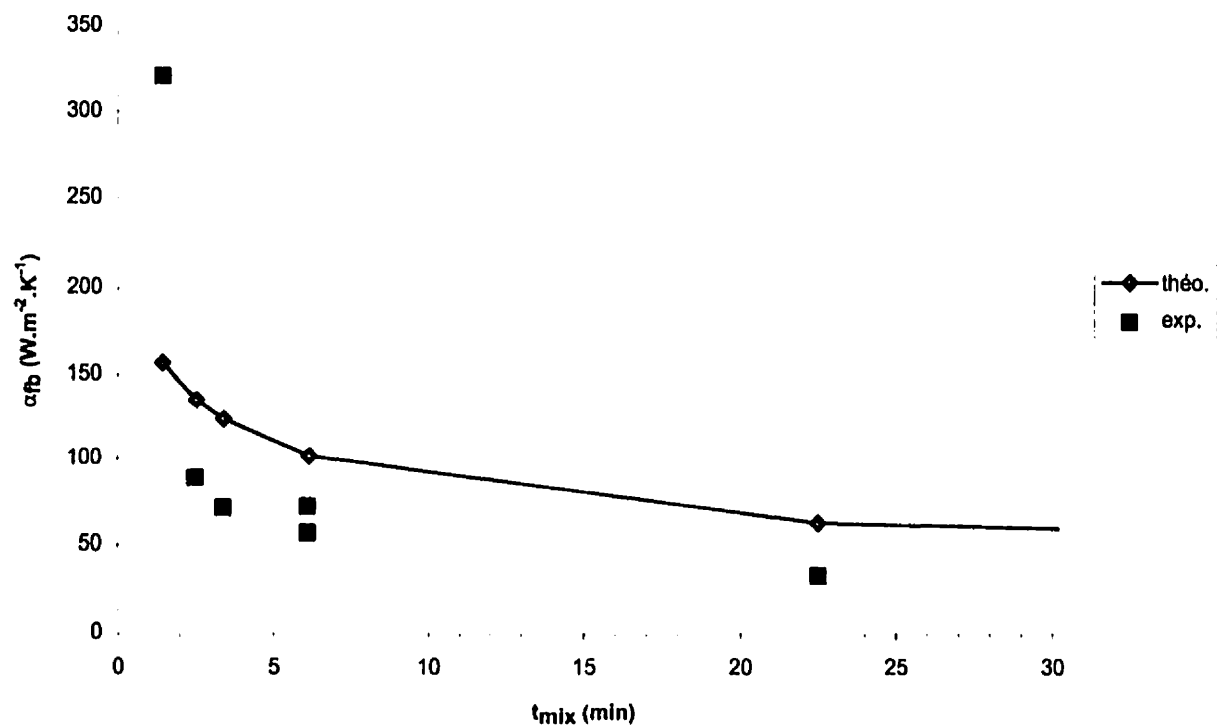


Figure 4-9 Valeurs expérimentales et théoriques des coefficients partiels de transfert de chaleur entre le sel et le lit en fonction du temps caractéristique de mélange pour la phase de charbon.



Dans le même ordre d'idée, Sullivan *et al.* [1975] prétendent qu'il existe deux différents régimes de transfert de chaleur correspondant respectivement à un comportement continu et discontinu du lit de particules. Il est possible effectivement qu'à haute vitesse d'agitation, l'hypothèse du milieu continu homogène ne soit plus vérifiée de sorte que la théorie de pénétration ne soit plus applicable. Rappelons que la théorie de pénétration présentée au chapitre 2 est à l'origine du modèle de Schlünder. Selon Sullivan, il pourrait se produire dans certaines conditions une sorte de fluidisation du lit de particules.

L'effet dynamique engendré à haute vitesse dans le réacteur est une arme à double tranchant pour ainsi dire. Il est vrai qu'il y a lieu d'en tirer profit puisque le transfert de chaleur peut ainsi être accru de manière considérable; par contre, on ne fonctionnerait plus dans ce cas à l'intérieur du domaine de validité du modèle de Schlünder, auquel cas il faudrait trouver un moyen de prédire et quantifier cet effet mécanique ou éventuellement apporter un facteur de correction à l'équation de Schlünder modifiée.

Le tableau 4-13 présente les pourcentages d'écart obtenus entre les valeurs théoriques et expérimentales; ils ont été calculés de la manière suivante:

$$\%erreur = \frac{\alpha_{exp} - \alpha_{théo}}{\alpha} * 100$$

Le dénominateur α est soit la valeur théorique, soit la valeur expérimentale; on choisit la plus faible des deux de manière à ne pas sous-estimer le pourcentage d'erreur. Les résultats obtenus sont acceptables du point de vue de l'ingénieur. En effet, une précision de 30 % est acceptable à l'étape du développement des procédés industriels. On peut remarquer que le pourcentage d'écart, d'abord négatif, semble se réduire (en valeur absolue) à mesure que la vitesse d'agitation augmente avant de devenir positif à haute vitesse. Il apparaît qu'un plus grand nombre de valeurs expérimentales aurait été souhaitable afin de mieux asseoir les conclusions des présents travaux.

On peut avancer que le modèle de Schlünder modifié est prometteur quant à la prédiction du coefficient de transfert de chaleur dans le lit de particules. C'est une voie que l'on gagnerait à explorer davantage en considérant d'éventuelles modifications afin de mieux représenter les phénomènes d'échange de chaleur présents dans le réacteur de pyrolyse. Il y a certes encore beaucoup d'effort à faire pour améliorer le niveau de précision tant au niveau de la démarche expérimentale qu'en ce qui concerne la détermination des propriétés thermiques et mécaniques du matériel à pyrolyser.

Tableau 4-13 Écart entre les valeurs théoriques et expérimentales des coefficients de transfert de chaleur (sur la base des valeurs expérimentales).

Essai	t_{mix} s	Pourcentage d'écart (%)	
		Caoutchouc	Noir de carbone
L11	22.5	-39	312 ⁽¹⁾ -12 ⁽²⁾
L7	6.14	-43	612 ⁽¹⁾ -16 ⁽²⁾
L8	6.14	-32	9.1
L9	3.41	-24	-18
L10	2.55	-18	-6.7
L13	1.45	23	176

⁽¹⁾ Comparaison avec les valeurs calculées pour le lit statique.

⁽²⁾ Comparaison avec les valeurs calculées pour le lit mélangé au t_{mix} correspondant.

4.3 Influence de la radiation

Les résultats présentés jusqu'ici étaient représentatifs du transfert de chaleur entre le bain de sel fondu et le lit de particules. Ni l'approche expérimentale ni l'approche théorique n'ont tenu compte de la radiation dans le réacteur de pyrolyse. Même si le bain de sel est la principale source de chaleur, la radiation contribue également à élever la température du lit de particules. Pour caractériser de manière rigoureuse l'échange global de transfert de chaleur entre le réacteur et le matériel à pyrolyser, il faudrait tenir compte de la radiation.

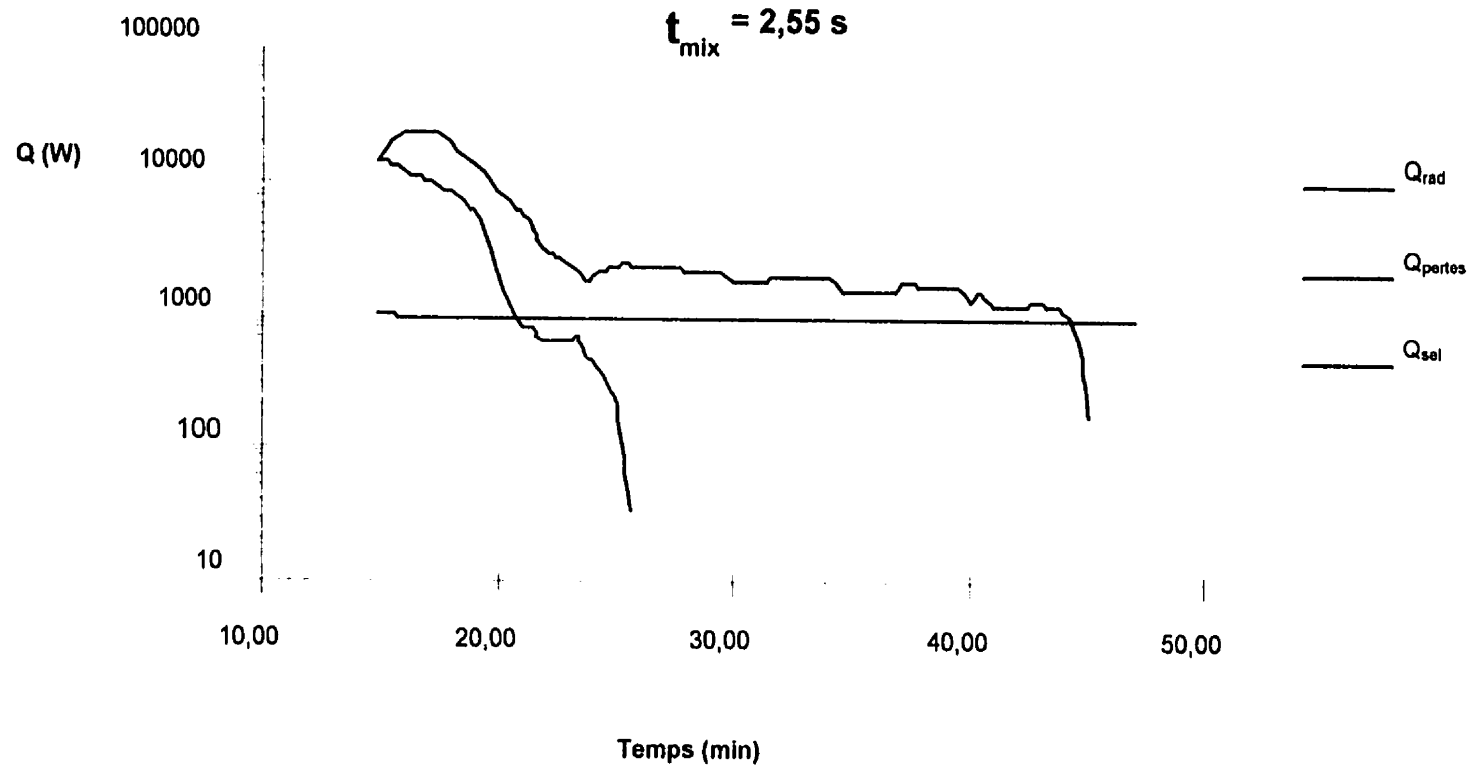
Le flux de chaleur provenant du sel est calculé selon l'équation 4-4; le flux de chaleur transmis au lit par radiation est obtenu à partir des mesures de températures du lit et du couvercle avec l'équation suivante [De Vriendt, 1982]:

$$Q_{rad} = \varepsilon \sigma A (T_{couvercle}^4 - T_{lit}^4) \quad (4-13)$$

La figure 4-10 montre l'évolution typique, à partir du moment de l'introduction du stock de pneus dans le réacteur, des flux de chaleur échangés entre le sel et le lit par conduction, entre le couvercle et le lit par radiation, ainsi que des pertes de chaleur du bain de sel. Le flux de chaleur provenant du sel fondu est en tout temps plus élevé que les autres. Ceci indique que le bain de sel est la principale source de chaleur dans le réacteur de pyrolyse. Le flux du sel diminue cependant assez rapidement et atteint un plateau lorsque la température du lit de particules rejoint celle du couvercle du réacteur. A ce moment, le gradient de température entre le sel et le lit de particules est devenu faible.

Q_{rad} résulte de l'addition des flux de chaleur radiatifs échangés du couvercle vers le lit d'une part et du lit vers le couvercle d'autre part. Lors de l'introduction du stock dans le réacteur, le couvercle et les autres parois intérieures du réacteur sont approximativement à la température du bain de sel, autour de 510 °C; toutes ces surfaces métalliques contribuent donc à augmenter la température du lit de particules. Le flux radiatif est maximal au début

Figure 4-10 Evolution des flux de chaleurs échangés dans le réacteur en fonction du temps: pyrolyse L10;



de l'expérience lorsque le stock est froid. A mesure que la température des pneus s'élève, Q_{rad} baisse, puis devient nul et finalement devient négatif. A ce moment, le lit de particules, plus chaud que le couvercle, se met à son tour à lui fournir de la chaleur par radiation.

Les pertes de chaleur baissent tranquillement au fur et à mesure que le bain de sel se refroidit. L'importance des pertes est faible par rapport aux autres flux de chaleur, particulièrement au début du test.

En suivant la méthodologie du coefficient de transfert de chaleur entre le sel et le lit, on peut approcher la caractérisation de l'échange global de transfert de chaleur dans le réacteur de pyrolyse de manière expérimentale et de manière théorique.

4.3.1 Approche expérimentale

Le point de départ de l'approche expérimentale demeure la mesure des températures du bain de sel, de la paroi d'échange, du lit de particules et du couvercle du réacteur au dessus du lit. Les températures du couvercle servent à quantifier les pertes de chaleur du bain de sel et à calculer le flux de chaleur échangé entre le lit de particules et les parois intérieures du réacteur. En fait, pour être rigoureux, on devrait inclure dans ce calcul les températures de toutes les parois intérieures participant à l'échange de chaleur radiatif, *i.e.* les parois latérales et le couvercle. Cependant, à cause de leur orientation par rapport au lit de particules, les parois latérales participent beaucoup moins que le couvercle à l'échange de chaleur radiatif. Le couvercle, dont la surface est parallèle à celle du lit de particules, possède le facteur de vue par rapport au lit le plus élevé. Pour ces raisons, le transfert de chaleur radiatif a été restreint à l'échange entre le couvercle et le lit de particules.

Les deux principaux mécanismes de transmission de chaleur vers le lit de particules peuvent être représentés par deux coefficients de transfert de chaleur: un pour la conduction à partir du bain de sel et un autre pour la radiation à partir du couvercle. Le premier est obtenu

selon les équations présentées dans la section 4.1, tandis que le second est calculé avec l'expression suivante:

$$\alpha_{rad} = \frac{Q_{rad}}{A (T_{couvercle} - T_{lit})} \quad (4-14)$$

Il est difficile de parler de coefficient global de transfert de chaleur pour le réacteur de pyrolyse dans la mesure où les gradients de température utilisés pour la détermination de α_{fb} et α_{rad} sont différents.

Les figures 4-11, 4-12 et 4-13 présentent l'évolution lors de la pyrolyse des valeurs instantanées des coefficients de transfert de chaleur par conduction α_{fb} et par radiation α_{rad} pour les deux tests pseudo-statiques L7 et L11 ainsi que pour le test L10. Le coefficient α_{rad} a été calculé avec l'équation 4-14 tandis qu'on a utilisé l'équation 4-5-a pour α_{fb} .

Pour le test L11 (figure 4-11), on constate que le coefficient de radiation est environ deux fois plus élevé que le coefficient de transfert de chaleur entre le sel et le lit pendant la plus grande partie de l'expérience.

Dans le second test pseudo-statique (figure 4-12), les deux coefficients de transfert de chaleur sont sensiblement du même ordre de grandeur. Rappelons que le test L7 a une période initiale d'agitation plus intense que l'essai L11.

La figure 4-13 montre par contre que le test L10 est dominé par le transfert de chaleur entre le sel et le lit; la contribution de la radiation est beaucoup moindre que dans les essais de pyrolyse précédents.

Il est intéressant de remarquer que le profil du coefficient de radiation est constant dans les différentes expériences. En effet, la courbe des valeurs instantanées du coefficient radiatif conserve la même allure sur les trois graphiques observés. De plus, la valeur moyenne du

coefficient de radiation demeure proche de $80 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ dans tous les tests. Cela indique que le transfert de chaleur radiatif pendant la pyrolyse ne subit pas l'influence de la vitesse d'agitation comme c'est le cas pour les échanges de chaleur entre le sel et le lit. Ainsi, l'importance relative de la radiation dans l'échange de chaleur global diminue en même temps que le temps caractéristique de mélange du lit de particules.

Figure 4-11 Evolution des coefficients de transfert de chaleur par conduction et par radiation en fonction du temps; pyrolyse pseudo-statique L11; $t_{mix} = 22,5$ s.

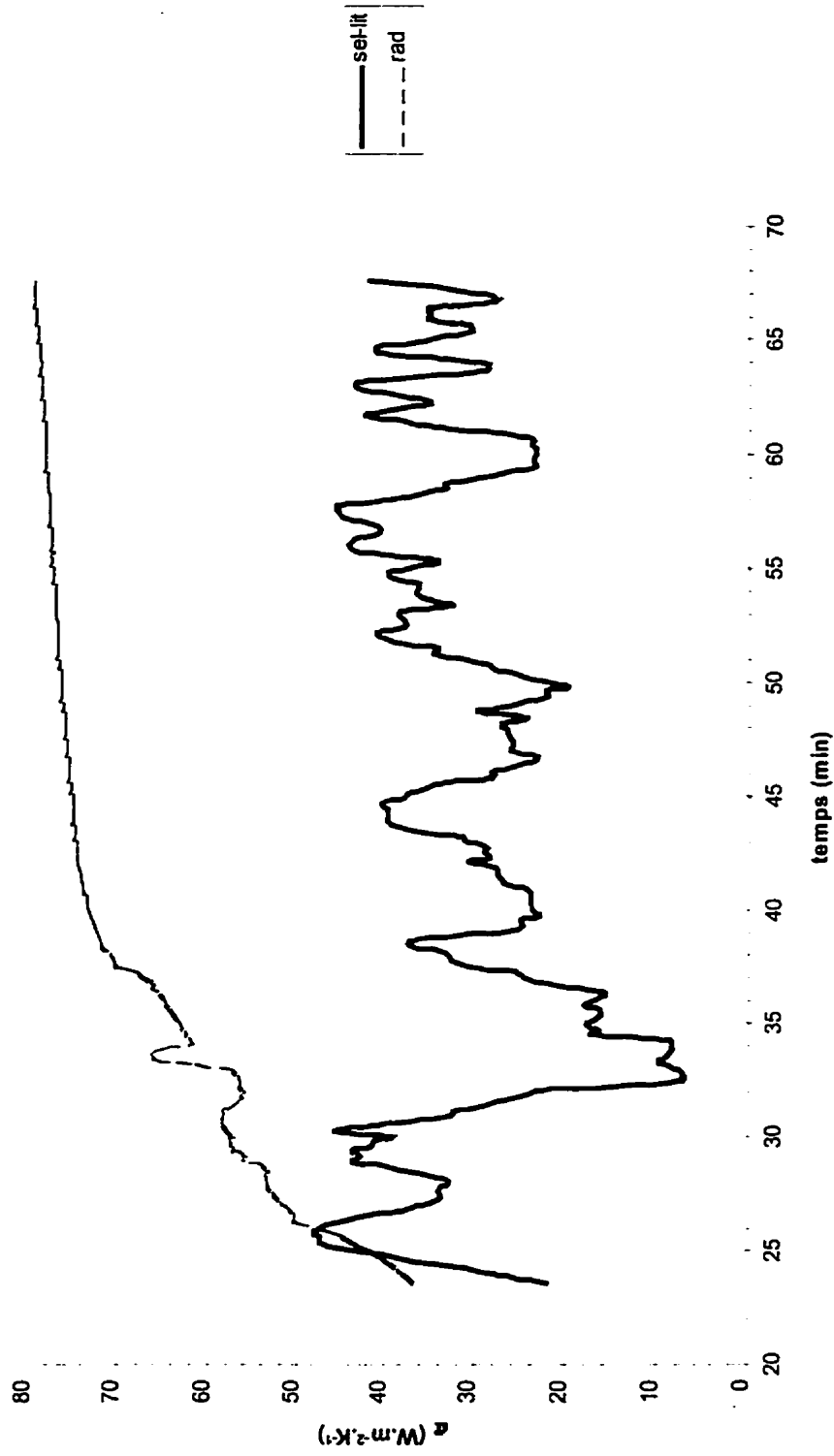


Figure 4-12 Evolution des coefficients de transfert de chaleur par conduction et par radiation en fonction du temps; pyrolyse pseudo-statique L.7; $t_{mix} = 6,1$ s.

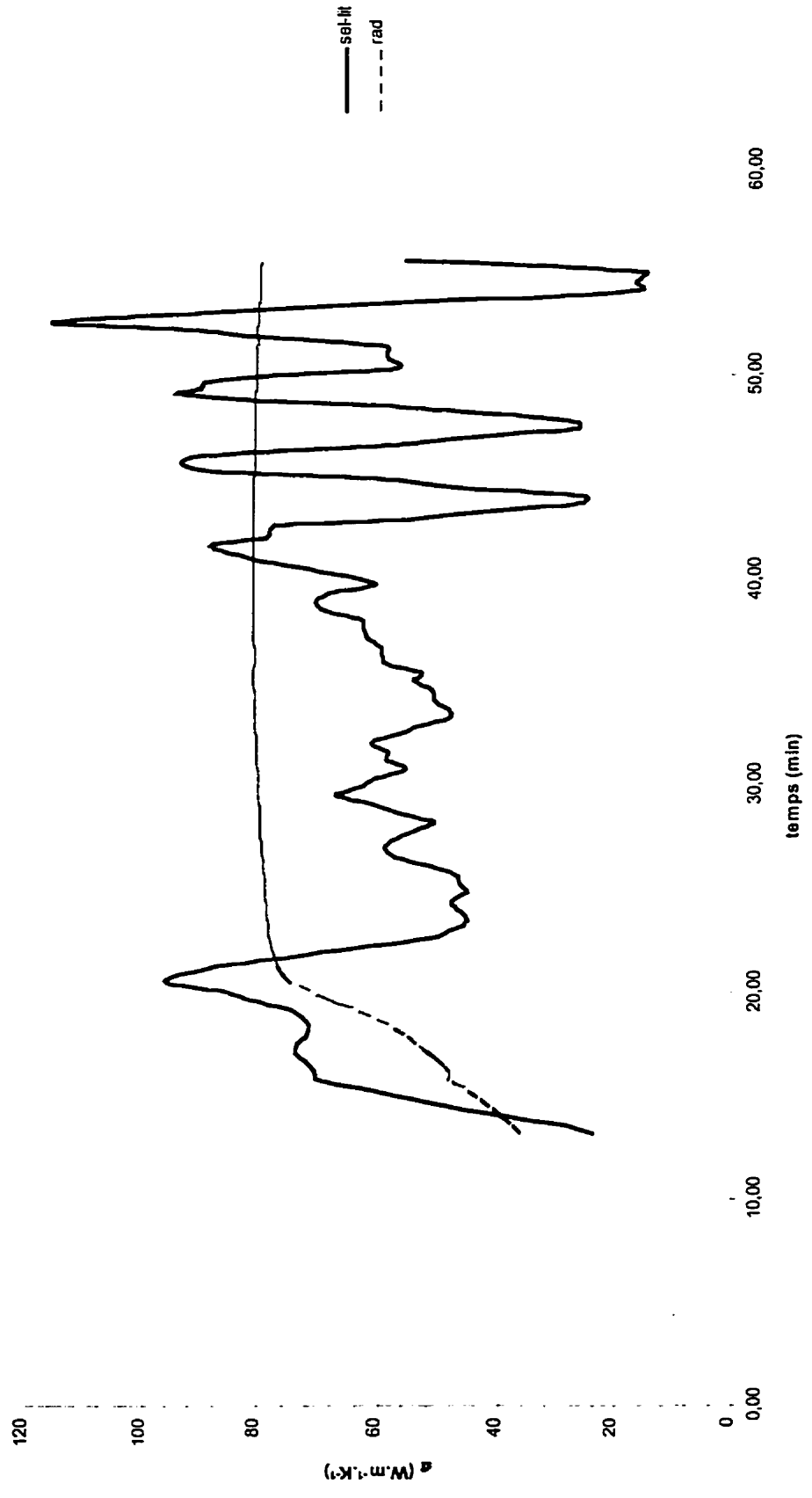
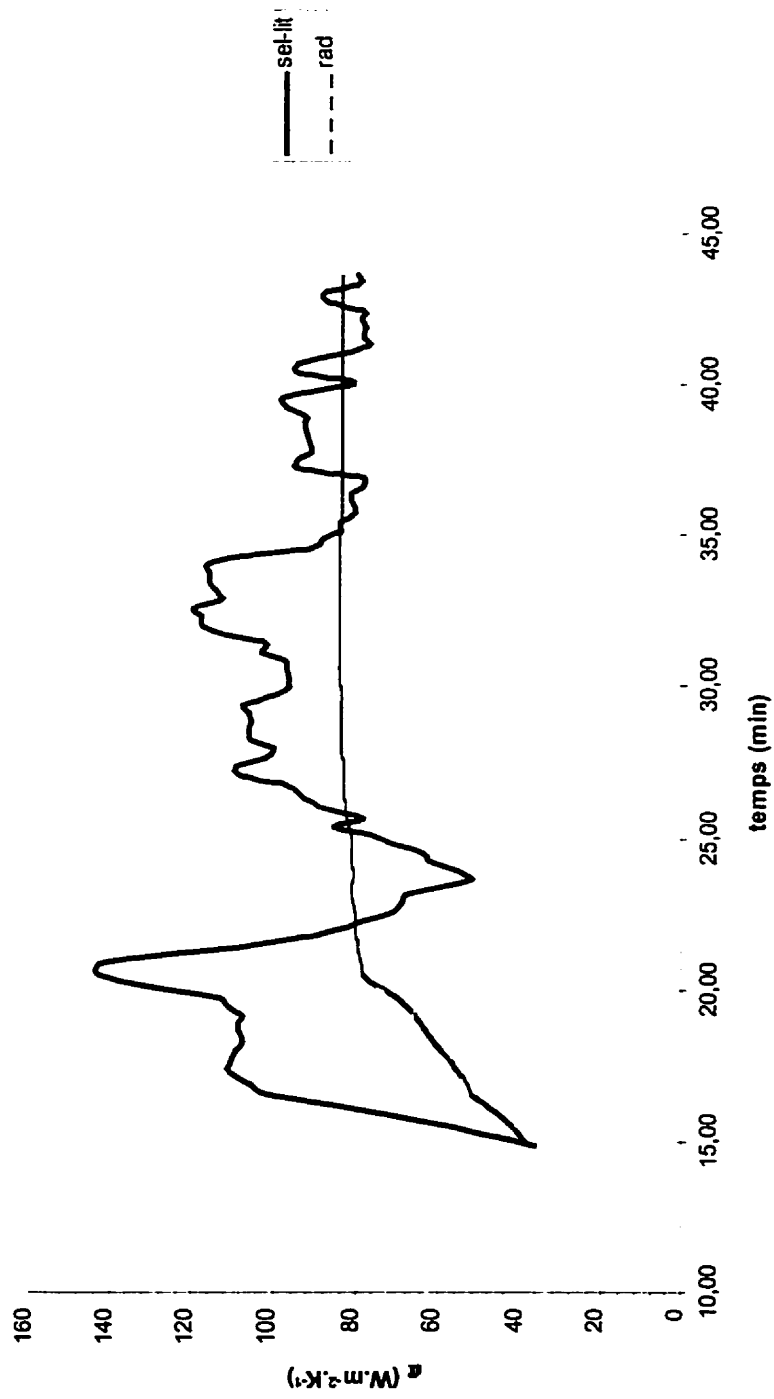


Figure 4-13 Evolution des coefficients de transfert de chaleur par conduction et par radiation en fonction du temps; expérience L10; $t_{mix} = 2,55$ s.



4.3.2 Approche théorique

Sous les conditions expérimentales qui ont permis de valider l'équation de Schlünder 2-6, l'influence de la radiation était négligeable [Wunschmann, 1980]. En effet, la température maximale du plateau chauffant lors des expériences était de 60 °C. Le modèle de Schlünder ne tient compte que d'une surface d'échange au niveau de laquelle survient un échange de chaleur par conduction essentiellement, même s'il est vrai que la résistance de contact des lits de particules comporte un terme quantifiant la radiation entre le plateau et la première couche de particules (équation 3-15).

Il faut donc déterminer des expressions analytiques permettant de calculer le coefficient de transfert de chaleur par radiation. Il faudra éventuellement trouver un moyen de prédire l'évolution de la température du lit de particules pour pouvoir calculer le flux de chaleur radiatif. Par ailleurs, le coefficient de transfert de chaleur par radiation dépend des gradients de température entre les parois et le lit, des facteurs de forme et d'angle, de la configuration du réacteur et de l'émissivité des surfaces d'échange [Siegel, 1992] et des propriétés du milieu participant (atmosphère à l'intérieur du réacteur). Ainsi, les coefficients de transfert de chaleur radiatifs calculés ici ne seraient valables que pour le prototype en mode d'alimentation discontinue et non transposables dans le réacteur continu. Il n'est donc pas pertinent d'effectuer ici une modélisation des échanges de chaleur par radiation.

Cette section est intéressante dans la mesure où elle indique que l'utilisation du modèle de Schlünder menant à l'obtention du coefficient de transfert de chaleur entre le sel et le lit n'est pas invalidée par l'influence de la radiation. Les deux phénomènes peuvent et doivent être considérés individuellement.

4.4 Cas des pneus ceinturés d'acier

Dans le but de vérifier l'influence du métal sur le comportement thermique des pneus, on a effectué deux essais de pyrolyse en lit statique de particules (diamètre compris entre 7 et 10 cm) de pneus réguliers (sans acier) et de pneus ceinturés d'acier. Il y a eu dans les deux tests une brève période d'agitation à 2.5 rpm au début de la réaction pour étaler le stock de pneus sur le plateau.

Les expériences ont été effectuées en lit statique car il n'était pas possible d'obtenir des particules de taille acceptable. En effet, les morceaux disponibles sur le marché étaient soit trop grands soit trop petits. Or, la configuration du réacteur est telle que lorsqu'on traite des particules au delà d'un certain diamètre, il se produit un phénomène appelé "pontage": l'espace entre les doigts devient trop faible et ceux-ci entraînent les particules sans les mélanger; les particules forment une sorte de pont, de bloc mobile. La qualité du mélange est alors considérablement réduite. Par ailleurs, pour conserver une concentration en métal représentative du pneu entier, il était important de ne pas choisir des particules trop petites car leur déchiquetage élimine une bonne partie des fibres d'acier. Les deux stocks retenus sont composés de particules de forme irrégulière dont la dimension caractéristique varie entre 7 et 11 cm. Ce diamètre étant trop grand pour notre système d'agitation, il a fallu retirer tous les doigts de l'agitateur et ne conserver que le doigt portant le thermocouple du lit et le grattoir. Cela a au moins permis d'étaler le lit uniformément sur la surface du plateau au début du test avant d'arrêter le système d'agitation.

On retrouve aux figures 4-14 et 4-15 les profils des températures mesurées dans le réacteur pendant ces deux pyrolyses. Dans le cas des pneus réguliers, le thermocouple du lit n'a pas fonctionné normalement: la courbe de température des pneus aurait dû remonter. En ce qui concerne les pneus ceinturés d'acier, l'allure de la courbe de température du lit a l'air correcte mais il reste certain que la taille des particules ne permettait pas un contact adéquat entre les

particules et le thermocouple. Il est donc difficile de se fier aux lectures du thermocouple placé dans le lit et encore plus de calculer un coefficient de transfert de chaleur. Par contre, on a obtenu à partir de la température du bain de sel l'évolution du flux de chaleur cédé au lit de particules. Les flux de chaleur sont calculés avec l'équation 4-4.

La figure 4-16 met en parallèle les quantités de chaleur échangées entre le sel et le lit pour les deux pyrolyses. Il n'y a pas de différence notable entre les deux profils de flux de chaleur. Il semble donc que le comportement thermique du pneu ne soit pas affecté de manière significative par la présence du métal. Il faut toutefois préciser que les pneus ceinturés d'acier ont tendance à éclater pendant la pyrolyse puisque les particules sont chauffées de l'intérieur par les fibres métalliques. Cependant, à la lumière des résultats, ce phénomène n'a pas d'influence sur la qualité du transfert de chaleur.

Figure 4-14 Profil des températures mesurées lors de la pyrolyse des pneus réguliers en lit statique.

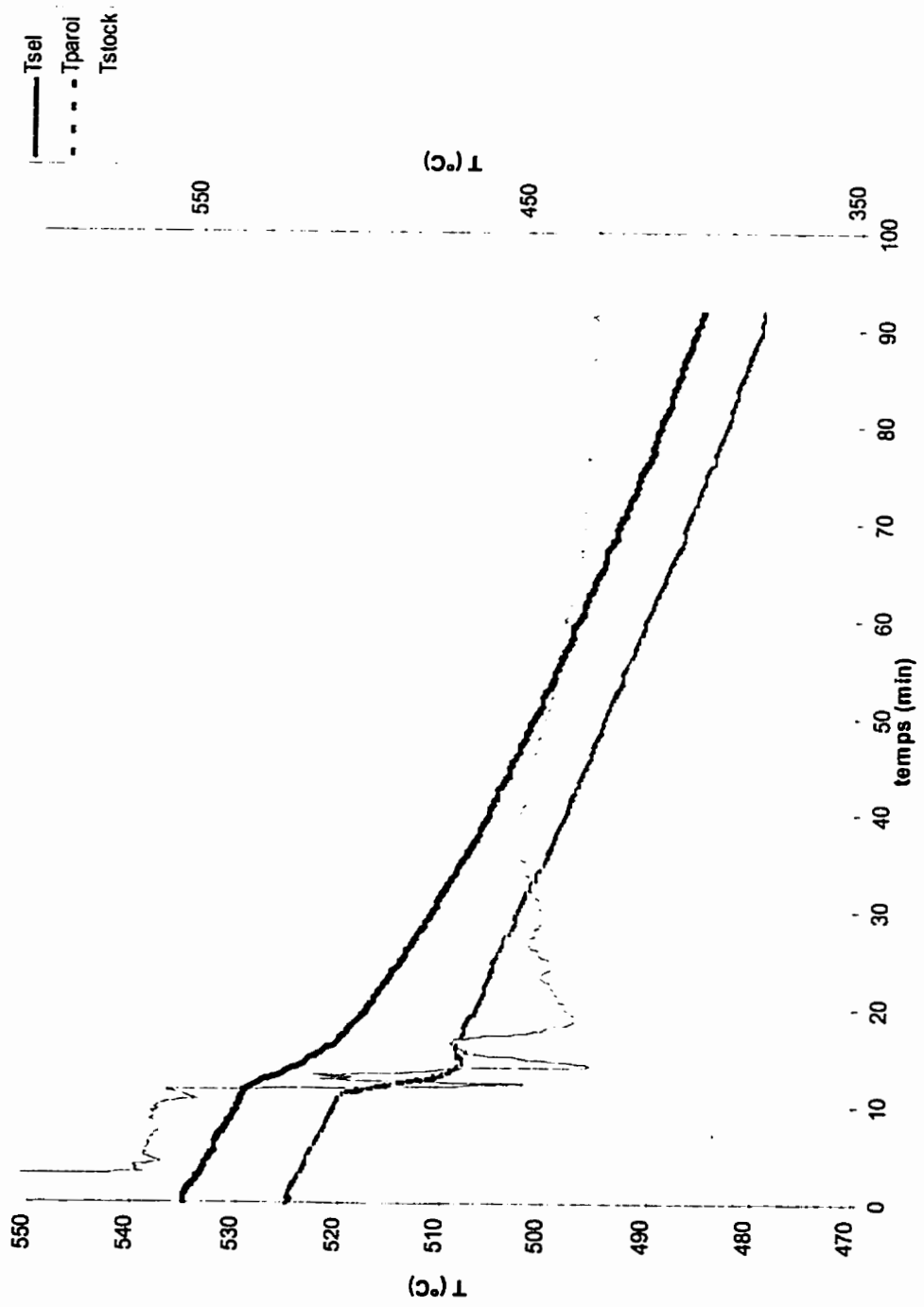


Figure 4-15 Profil des températures mesurées lors de la pyrolyse des pneus ceinturés d'acier en lit statique.

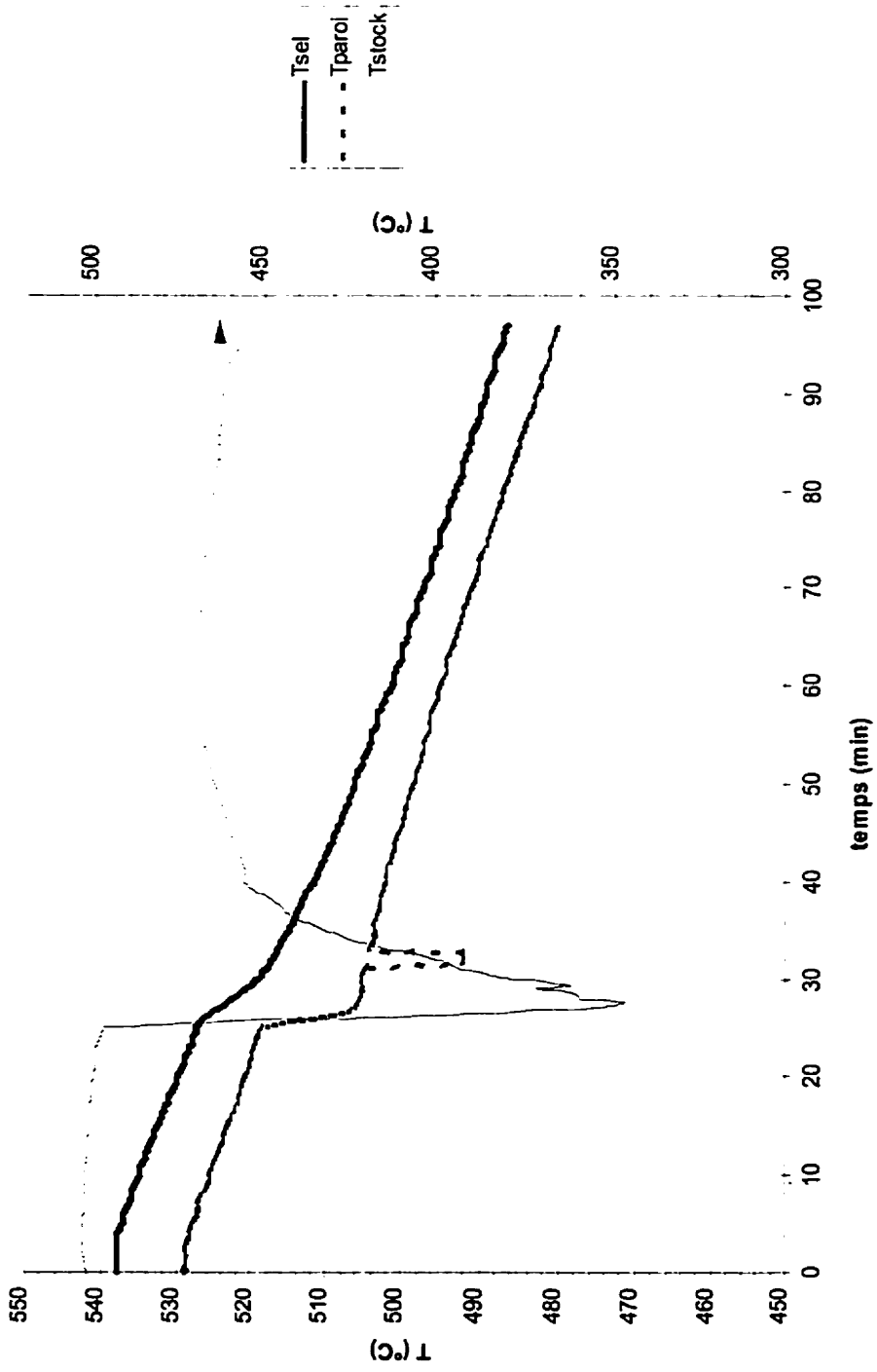
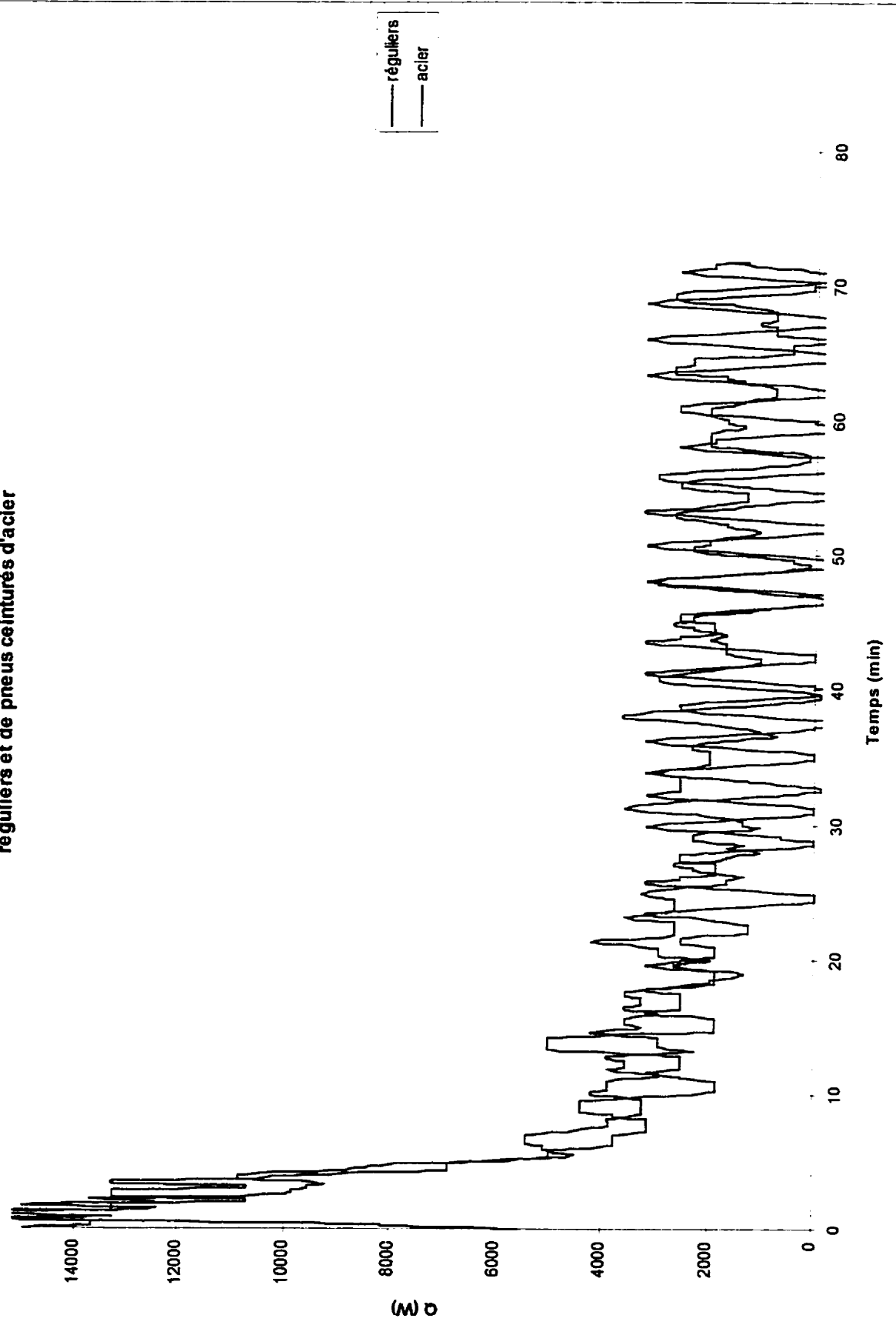


Figure 4-16 Evolution en fonction du temps du flux de chaleur du sel vers le lit pendant les pyrolyses de pneus réguliers et de pneus ceinturés d'acier



Pour aller plus loin dans la comparaison, on peut rappeler que des essais comparatifs entre pneus réguliers et pneus ceinturés d'acier ont été menés pour étudier les rendements en huile (Labrecque, 1987). Il en ressort que la présence des fibres d'acier n'influence pas les rendements en produits pyrolytiques lorsque ceux-ci sont calculés sur une base organique.

Ces résultats sont d'ailleurs corroborés par les propriétés thermiques présentées au tableau 4-14: la conductivité thermique et la résistance de contact des deux types de pneus sont très semblables. Ces propriétés ont été mesurées autour de 70 °C à l'aide du montage utilisé pour les pneus employés au cours de nos essais.

Notons que la question de l'isotropie des pneus ceinturés d'acier devient singulièrement importante lorsqu'on parle de conductivité thermique. Dans une particule de pneu ceinturé d'acier, les fibres métalliques sont placées selon une direction donnée et cette direction varie selon la provenance de la particule sur le pneu entier. Il est certain qu'une telle particule est anisotrope. Par contre, de manière statistique, on peut considérer que la conductivité thermique du lit est la même dans toutes les directions étant donné que l'arrangement des particules est aléatoire.

Tableau 4-14 Propriétés thermiques mesurées des particules de pneus réguliers et ceinturés d'acier.

Propriété	Pneus ceinturés d'acier	Pneus réguliers
Conductivité thermique $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$	0,67	0,64
Résistance de contact $W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}$	38	31

CHAPITRE 5

CONCLUSIONS

L'objectif principal de ce travail était d'obtenir, par une approche expérimentale et théorique, une méthode permettant de déterminer le coefficient de transfert de chaleur entre un bain de sel fondu et un lit de particules solides dans un réacteur de pyrolyse en mode d'alimentation discontinue. On a, dans ce cadre, obtenu des valeurs expérimentales de coefficient de transfert de chaleur pour la pyrolyse de morceaux de pneus qui ont été comparées aux prédictions théoriques afin d'éprouver la validité du modèle mathématique proposé.

5.1 Proposition d'une méthode de détermination du coefficient de transfert de chaleur

Nous avons obtenu des valeurs expérimentales du coefficient de transfert de chaleur entre le bain de sel fondu et le lit de particules selon trois méthodes de calcul. D'abord, en calculant des valeurs instantanées, on a été en mesure de cerner l'évolution du coefficient de transfert de chaleur en fonction du temps et de s'apercevoir que celui-ci diminue en fin de pyrolyse. On a ensuite calculé, pour chaque essai effectué, des coefficients moyens partiels correspondant à chacune des trois phases de la pyrolyse; on s'est rendu compte que le transfert de chaleur est maximal pendant la phase réactionnelle; la phase contrôlante est celle de mise en température.

Finally, on a obtenu pour chaque test une valeur moyenne pour toute la durée de la réaction. Les coefficients moyens varient entre 30 et 300 $\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ pour des temps caractéristiques de mélange allant de l'infini (lit statique) à 1,5 s; on a ainsi vérifié qu'il est possible d'atteindre une très bonne qualité de transfert de chaleur en augmentant l'intensité de l'agitation dans le lit de particules.

La validation du modèle de Schlünder modifié découle de la comparaison des valeurs expérimentales et théoriques des coefficients de transfert de chaleur entre le sel et le lit dans la phase de caoutchouc et dans la phase du noir de carbone. Rappelons que le modèle de Schlünder n'est pas applicable pendant la phase réactionnelle à cause des hypothèses du modèle qui n'y sont pas respectées et des propriétés thermiques du lit de particules qui sont inconnues pendant cette phase. Des écarts de 9 à 40 % entre les valeurs expérimentales et théoriques ont été obtenus pour les différents essais de pyrolyse pour les deux phases confondues.

On s'est rendu compte qu'il y avait des difficultés et des avantages inhérents à chacune des approches expérimentale et théorique. L'expérimentation permet d'identifier durant la pyrolyse des phénomènes qui ne seraient pas connus autrement. On pense notamment à l'effet dynamique engendré à haute vitesse d'agitation dans le lit de particules. Ce type d'observations est particulièrement important pour une meilleure connaissance des réactions de pyrolyse. Par contre, l'approche expérimentale, étant directement reliée à l'outil principal de travail qu'est le réacteur discontinu, nécessite que cet outil soit le plus précis possible. Il est donc primordial que les équipements de mesure de température soient bien développés.

L'approche théorique, d'autre part, présente l'avantage de réduire le nombre d'expériences nécessaires pour obtenir une valeur de coefficient de transfert de chaleur. Cependant, celle-ci requiert la détermination des propriétés physiques et thermiques des stocks utilisés, dont le niveau de précision influence directement les prédictions théoriques. On se rend rapidement compte que les données de la littérature ne correspondent pas toujours exactement au matériel

à pyrolyser. Il peut donc être nécessaire de procéder à une détermination expérimentale des propriétés thermiques, auquel cas s'impose l'acquisition des instruments de mesure adéquats. Cela implique des coûts non négligeables.

Il est difficile, à ce stade des recherches, de privilégier l'une ou l'autre des deux approches. Toutes deux doivent encore cheminer main dans la main jusqu'à ce que des travaux plus avancés permettent clairement de faire peser la balance en faveur de l'une ou de l'autre.

La notion de coefficient global de transfert de chaleur permet d'évaluer la capacité totale du réacteur à transférer de la chaleur au stock à pyrolyser à partir de deux sources distinctes: le bain de sel fondu et les parois chaudes du réacteur. Ce coefficient global est la somme du coefficient de transfert de chaleur entre le sel et le lit de particules d'une part, et du coefficient de transfert de chaleur radiatif d'autre part. On a constaté que ce dernier ne dépend pas de la vitesse d'agitation mais est constant dans une configuration de réacteur donnée; ainsi, dans le prototype de réacteur en mode d'alimentation discontinue, le coefficient radiatif s'élève à environ $80 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$. Les valeurs de coefficients de transfert de chaleur entre le sel et le lit obtenues sont par contre applicables au réacteur continu pour des temps caractéristiques de mélange équivalents.

La question de l'influence du métal à l'intérieur du pneu sur le comportement thermique des particules a été résolue de manière sommaire. Les résultats de la pyrolyse de morceaux de pneus réguliers et de pneus ceinturés d'acier indiquent que la présence du métal ne modifie pas la qualité du transfert de chaleur.

Les présents travaux sont satisfaisants en ce sens qu'ils ont ouvert la voie menant vers des méthodes fiables de détermination du coefficient global de transfert de chaleur dans un cadre pratique et réel. Forts d'une meilleure compréhension des phénomènes thermiques et mécaniques impliqués dans la pyrolyse des particules de pneus en lit mélangé, les ingénieurs de

conception pourront poser un pas de plus vers une conception élaborée du réacteur de pyrolyse développé par l'équipe de recherche du professeur Roy.

5.2 Recommandations

Les propos qui suivent visent à améliorer la démarche méthodologique employée dans le cadre de cette étude et à poser les jalons pour les travaux futurs.

5.2.1 Causes d'erreur

Pour limiter les incertitudes liées à l'outil de travail, il serait préférable d'utiliser des thermocouples plus précis. La compagnie Omega fournit des thermocouples spéciaux qui offrent une précision de $1,1\text{ °C} / 0,4\%$ contre $2,2\text{ °C} / 0,75\%$ pour les thermocouples standards utilisés dans nos travaux.

Une autre alternative serait de mesurer directement le flux de chaleur échangé au niveau de la paroi entre le sel et le lit de particules à l'aide d'un instrument adéquat, au lieu de le calculer à partir des mesures de températures. Les fluctuations indésirables dans les lectures sont énormément atténuées lors des mesures de flux de chaleur.

En ce qui concerne la procédure expérimentale, il serait profitable de débiter tous les tests de pyrolyse avec la même température initiale de sel. On s'assurerait ainsi d'une uniformité des conditions opératoires, particulièrement en ce qui concerne les flux de chaleur radiatifs.

Pour des particules de grande taille, il pourrait exister une autre résistance au transfert de chaleur à l'intérieur même des particules individuelles. C'est particulièrement le cas pour les pneus car le caoutchouc est un bon isolant thermique. Dans le cadre de cette étude, ce

paramètre n'a pas été considéré à cause de la petite taille des particules. S'il existait une résistance au transfert de chaleur à l'intérieur de la particule, la température extérieure des particules mesurée par le thermocouple ne représenterait pas l'état réel de progression de la réaction.

5.2.2 Elargissement de l'étude

Il est important à ce stade-ci de parler de l'influence de la pression d'opération sur la qualité du transfert de chaleur dans le réacteur. Le réacteur en mode d'alimentation discontinue sert uniquement de support expérimental pour le réacteur continu de pyrolyse sous vide. Le prototype est opéré à pression atmosphérique pour en faciliter l'utilisation. Abstraction faite des phénomènes cinétiques et chimiques, la pression exerce une influence notable sur deux paramètres en termes de transfert de chaleur: la convection causée par les vapeurs de pyrolyse dans le lit de particules et la résistance de contact. Il est évident que la convection des vapeurs est négligeable à basse pression. Ainsi, puisque le transfert de chaleur convectif n'est déjà pas dominant dans le réacteur à pression atmosphérique, il n'y a pas lieu de considérer cet élément lors de la transposition des résultats du prototype discontinu vers le réacteur continu. Par ailleurs, la conductivité du gaz interstitiel présent autour des particules au niveau de la surface d'échange varie avec la pression d'opération et, ce faisant, modifie la résistance de contact. Si le coefficient de transfert de chaleur de contact est plus faible à basse pression, alors le coefficient de transfert de chaleur entre le sel et le lit le sera aussi.

Il faut ajouter que nous avons travaillé sur des stocks dont la dispersion granulométrique était négligeable. Les particules de pneus notamment étaient toutes de dimensions sensiblement égales; il n'y avait pas de fine poudre de caoutchouc. Le comportement thermique d'un stock des mêmes particules contenant plus de poudre pourrait varier considérablement à cause de la résistance thermique de contact.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Abe Satoru, Akao Takeshi, Indirect heating of solid particles, 4th Int. Drying Symp. (Proc.), Kyoto, Japan, July 9th-12th, pp 487-499, (1984)
- Antonishin, N.V., Luschikov, V.V., Heat transfer between a wall and an agitated (fluidized) bed of granular material, Heat Transfer Research, Vol 25, No 1, pp 1-4, (1993)
- Barkhurst, C.R., Manning, W.P., Hitec® heat transfer fluid; Coastal Chemical Company, P.O. Box 820; Abbeville, LA 75811, U.S.A.
- Bauer, R., Schlünder, E.U., Effective radial thermal conductivity of packings in gas flow. Part 2. Thermal conductivity of the packing fraction without gas flow, Int. Chem. Eng., Vol 18, No 2, pp 189-204, (1978)
- Beek, W.J., Mutzall, K.M.K., Transport Phenomena, John Wiley & Sons, pp 156-160, 1975
- Bouvier, J.M., Charbel, F., Gelus, M., Gas-solid pyrolysis of tire wastes- Kinetics and material balances of batch pyrolysis of used tires, Resources and Conservation, vol. 15, pp 205-214, (1987)
- Burmeister, L.C., Convective Heat Transfer, 2e édition, John Wiley & Sons, p. 424 (1993)
- Carslaw, H.S., Jaeger, J.C., Conduction of heat in solids, 2^e édition, Oxford University Press, pp. 2-10, (1959).
- Cook, C.A., Cundy, V.A., Heat transfer between a rotating cylinder and a moist granular bed, Int. J. Heat Mass Transfer. Vol. 38, No 3, pg 419-432, (1995)
- De Vriendt, A.B., La transmission de la chaleur, vol. 1.1, Gaetan Morin, Québec, pp. 18, 73-78, (1982)
- Donnet, J.B., Bansal, R.C., Wang, M.J., Carbon black science and technology, 2^e éd., Marcel Dekker, pp 156-157, (1993)

Diller, T.E., Methods of determining heat flux from temperature measurements, Proc. Int. Instrum. Symp. 96, pp. 251-262, (1996)

Hofmann, W., Rubber Technology Handbook, Oxford University Press, pp. 221, 245 (1988)

Kirk-Ohmer, Encyclopedia of Chemical Technology, vol. 4, 2^e ed., pp 142, John Wiley & Sons, pp. 639-652 (1964)

Labrecque, B., Étude du transfert de chaleur par radiation thermique dans un réacteur de pyrolyse sous vide des vieux pneumatiques, Mémoire de maîtrise, Université de Sherbrooke (1987)

Linear Laboratories, MX Series Operator manual (manuel de l'utilisateur), 5696 Stewart Avenue, Fremont, CA 94538, USA

Malendoma, C., Évaluation des paramètres mécaniques importants pour le transport et l'agitation des particules dans le réacteur de pyrolyse sous vide, Institut Pyrovac, Rapport interne et confidentiel, Québec (1996)

Malhotra, K., Mujumdar, A.S., Effect of particle shape on particle-surface thermal contact resistance, Journal of Chemical Engineering of Japan, Vol. 23 (4), pp 510-512, (1990)

Malhotra, K., Mujumdar, A.S., Particle flow and contact heat transfer characteristics of stirred granular beds, Dryng Technology, Vol. 10 (1), pp 51-80, (1992)

Ohm, R.F., The Vanderbilt rubber handbook, R.T. Vanderbilt Company Inc., Norwalk, pp 603-605, (1990)

Omega Engineering Inc., Catalogue Temperature, Volume 29, pg. Z-181

Perry, R.H., Chilton, C.H., Chemical Engineer's Handbook, 5th ed., McGraw-Hill, p. 10-52 (1973)

Polymer Letters, Specific heat of natural rubber and other elastomers above the glass transition temperature, Vol. 5, pp 169-175, (1967)

Rhodes, M.J., Principles of powder technology, John Wiley & Sons, England, (1990)

Richard, P., Raghavan, G.S.V., Heat transfer between flowing granular materials and immersed objects, Transactions of the ASAE, page 1564, (1980)

- Roy, C, Labrecque, B., Sicotte, J., Upgrading of scrap tires by vacuum pyrolysis process, Proc. 6th Canadian bioenergy R&D Seminar, Richmond, British Columbia, (February 1987)
- Roy, C., Darmstadt, H., Benallal, B., Chaala, A. And Schwerdtfeger, A.E., Vacuum Pyrolysis of used tires, Proc. International Conference on composite materials and energy, Montreal, pg 441-448, (May 1995)
- Roy, C., Yang, J., Blanchette, D., Korving, L., De Caumia, B., Development of a Novel Vacuum Pyrolysis Reactor with Improved heat transfer potential, Developments in Thermochemical Conversion, Banff, Canada (1996)
- Schlünder, E.U., Particle Heat Transfer, 7th Int Heat Transfer Conf (Proc.), vol. 1, pp 195-211 (1982)
- Schlünder, E.U., Mollekopf, N., Vacuum contact drying of free flowing mechanically agitated particulate material, Chem. Eng. Process, Vol. 18, pp. 93-111 (1984)
- Schlünder, E.U., Heat transfer to packed and stirred beds from the surface of immersed bodies, Chem. Eng. Process., Vol. 18, pp 31-53 (1984)
- Siegel, R., Howell, J.R., Thermal radiation heat transfer, Hemisphere Publishing Corporation, pp. 6, 11, 193 (1992)
- Sircar, A.K., Wells, J.L., Thermal conductivity of elastomer vulcanizates by differential scanning calorimetry, Rubber Chemistry Technology, Vol 55 (1), pp 191-207 (1988)
- Sullivan, W.N., Sabersky, R.H., Heat transfer to flowing granular media, Int. Journal Heat Mass Transfer, Vol. 18, No. 1, pp 97-106 (1975)
- Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, vol. A5, VCH Publishers, NY, p. 252 (1986)
- Vanderbilt, R.T. Company, The Vanderbilt Rubber Handbook, 13e ed., p. 286, (1990)
- Williams, P.T., Besler, S. & Taylor, D.T., The pyrolysis of scrap automotive tyres - the influence of temperature and heating rate on product composition, FUEL, vol. 69, pp 1474-1481, December (1990)
- Wunschmann, J., Schlünder, E.U., Heat transfer from heated plates to stagnant and agitated beds of spherical shaped granules under normal pressure and vacuum, Proc. 5th Int Heat Transfer Conf, vol. 5, Tokyo, pp 49-53 (1974)

Wunschmann, J., Schlünder, E.U., Heat transfer from heated surfaces to spherical packings, *Int. Chem. Eng.*, Vol 20 (4), pp 555-563 (1980)

Yang, J., Thermal and kinetic study of used tires vacuum pyrolysis, Thèse de doctorat, Université Laval (1995)

ANNEXE A: PROPRIÉTÉS DU SEL HITEC

Le tableau A-1 ci-dessous présente les propriétés du sel fondu utilisé comme fluide caloporteur dans le réacteur de pyrolyse. Les données proviennent intégralement de la compagnie manufacturière, soit Coastal Chemical [Barkhurst & Manning].

Tableau A-1 Propriétés physiques et thermiques du sel fondu Hitec®

Température °F	Masse volumique lb/pi ³	Chaleur spécifique Btu/lb °F	Conductivité thermique Btu/h pi °F	Viscosité lb/h pi	ρ Cp Btu / pi ³ °F
300	123.1	0.373	0.350	42.8	45.9
400	120.6	0.373	0.350	18.0	45.0
500	118.0	0.373	0.350	10.41	44.0
600	115.5	0.373	0.350	6.90	43.1
700	112.9	0.373	0.350	5.08	42.1
800	110.4	0.373	0.350	3.99	41.2
900	107.9	0.373	0.350	3.15	40.2
1000	105.3	0.373	0.350	2.66	39.3
1100	102.8	0.373	0.350	2.32	38.3

ANNEXE B: PROFILS DE TEMPÉRATURES MESURES

On présente ici les profils des températures mesurées pour les six essais de pyrolyse et les quatre tests de mise en température avec les pneus Scopcat: température du bain de sel, température de la paroi métallique séparant le sel du lit de particules, température du lit de particules et température de la paroi intérieure du couvercle du réacteur.

Sur les graphiques B-1 à B10, la courbe ascendante est la courbe de température du lit de particules; elle est associée à l'axe secondaire des ordonnées (à droite). En ce qui concerne les trois autres courbes, on retrouve dans l'ordre des températures croissantes: la courbe de température du couvercle, puis celle du plateau chauffant et enfin celle du bain de sel.

Figure B-1 Profils des températures mesurées dans le réacteur: pyrolyse pseudo-statique
L11; $t_{mix} = 22.5$ s.



**Figure B-2 Profils des températures mesurées lors de la pyrolyse L7; test pseudo-statique;
 t_{mix} = 6.1 s.**

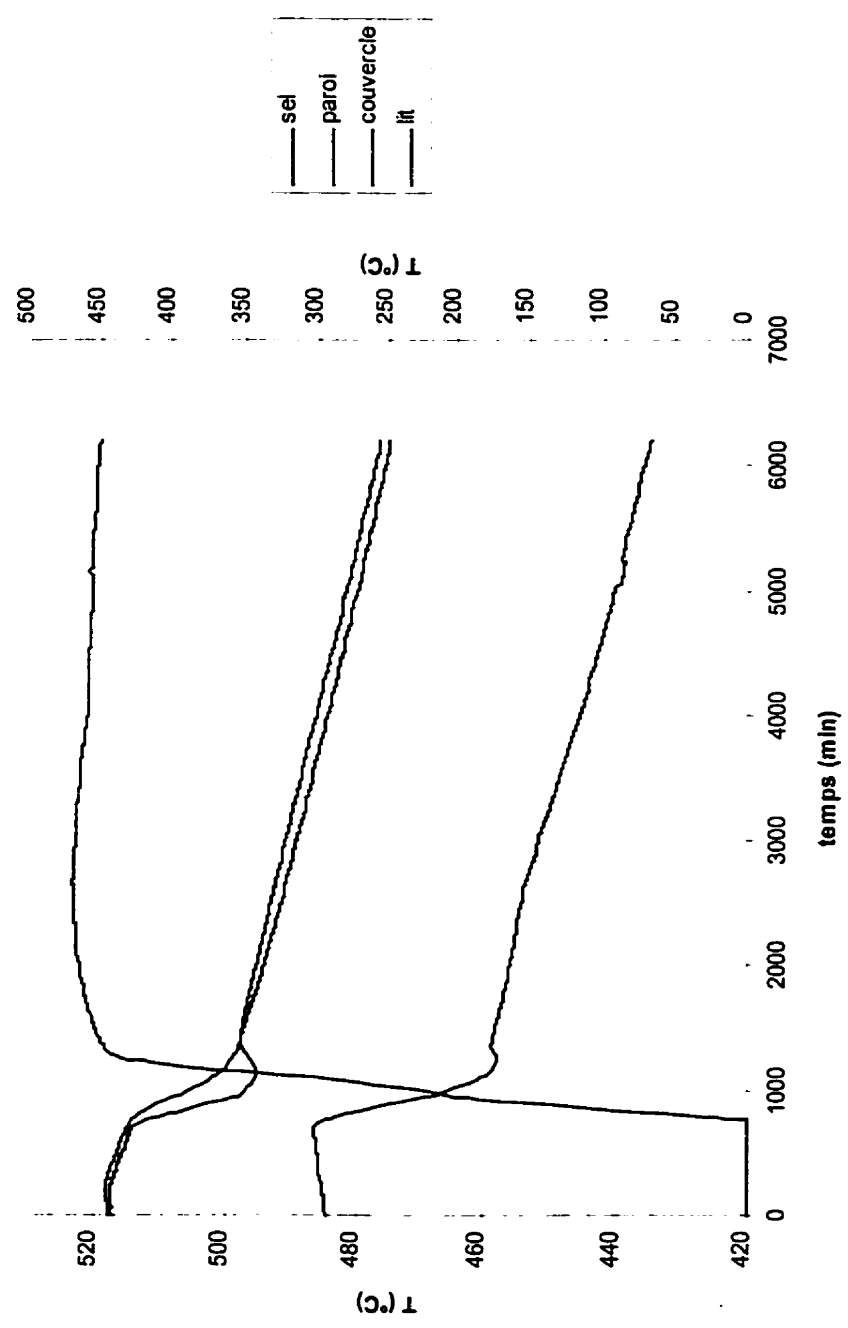


Figure B-3 Profils des températures mesurées lors de la pyrolyse L8; $t_{mix} = 6,1$ s.

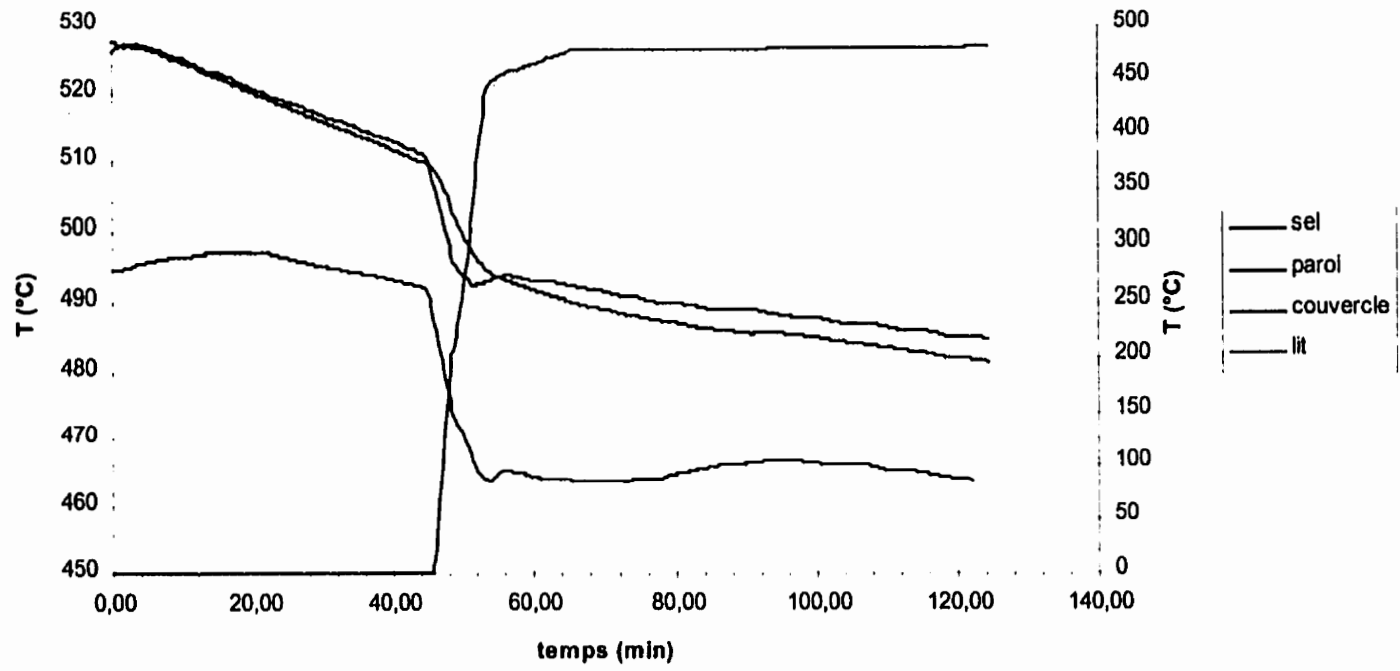


Figure B-4 Profils des températures mesurées lors de la pyrolyse L9; t_{mix} = 3.4 s.

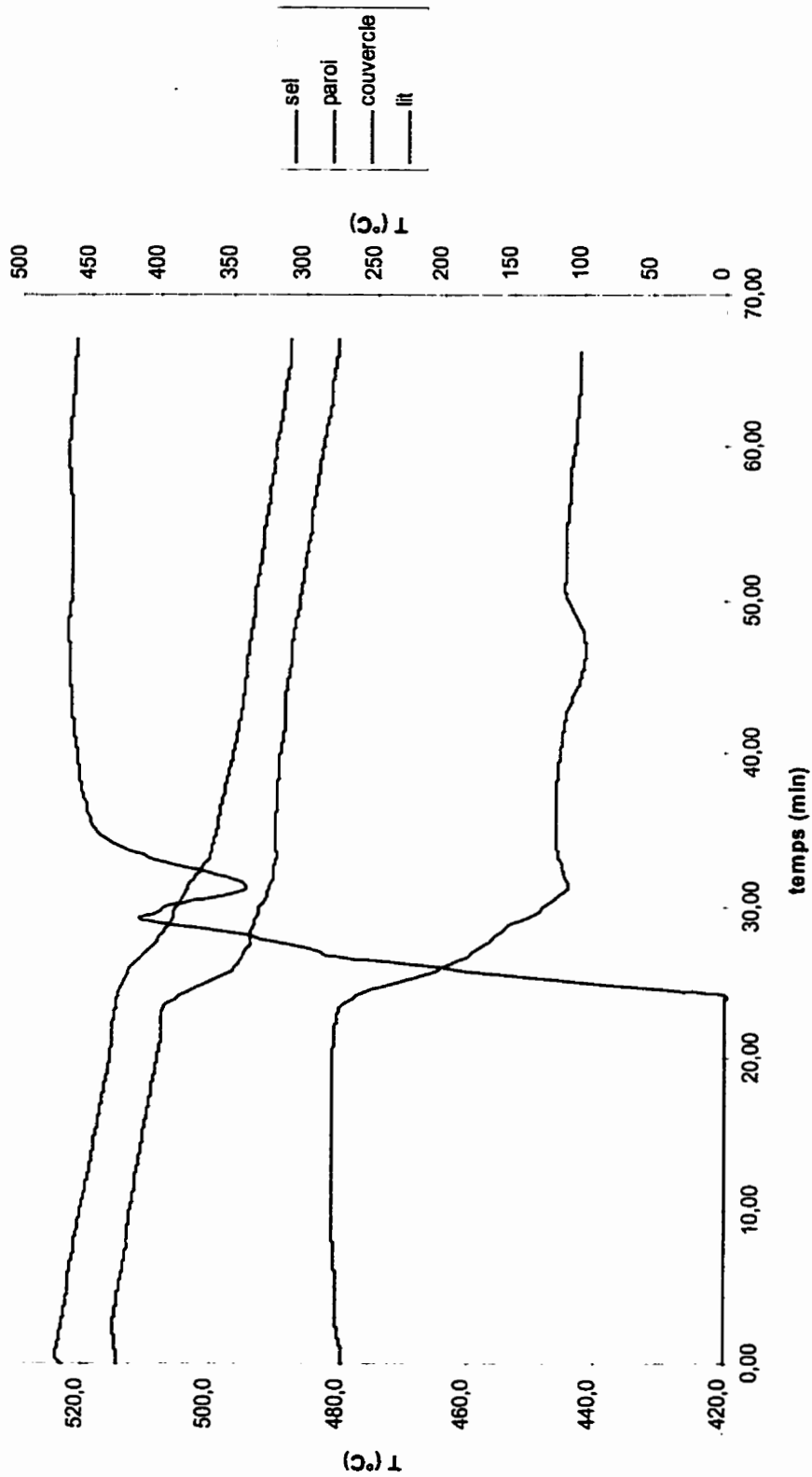


Figure B-5 Profil des températures mesurées pendant la pyrolyse L10; $t_{mix} = 2,55$ s.

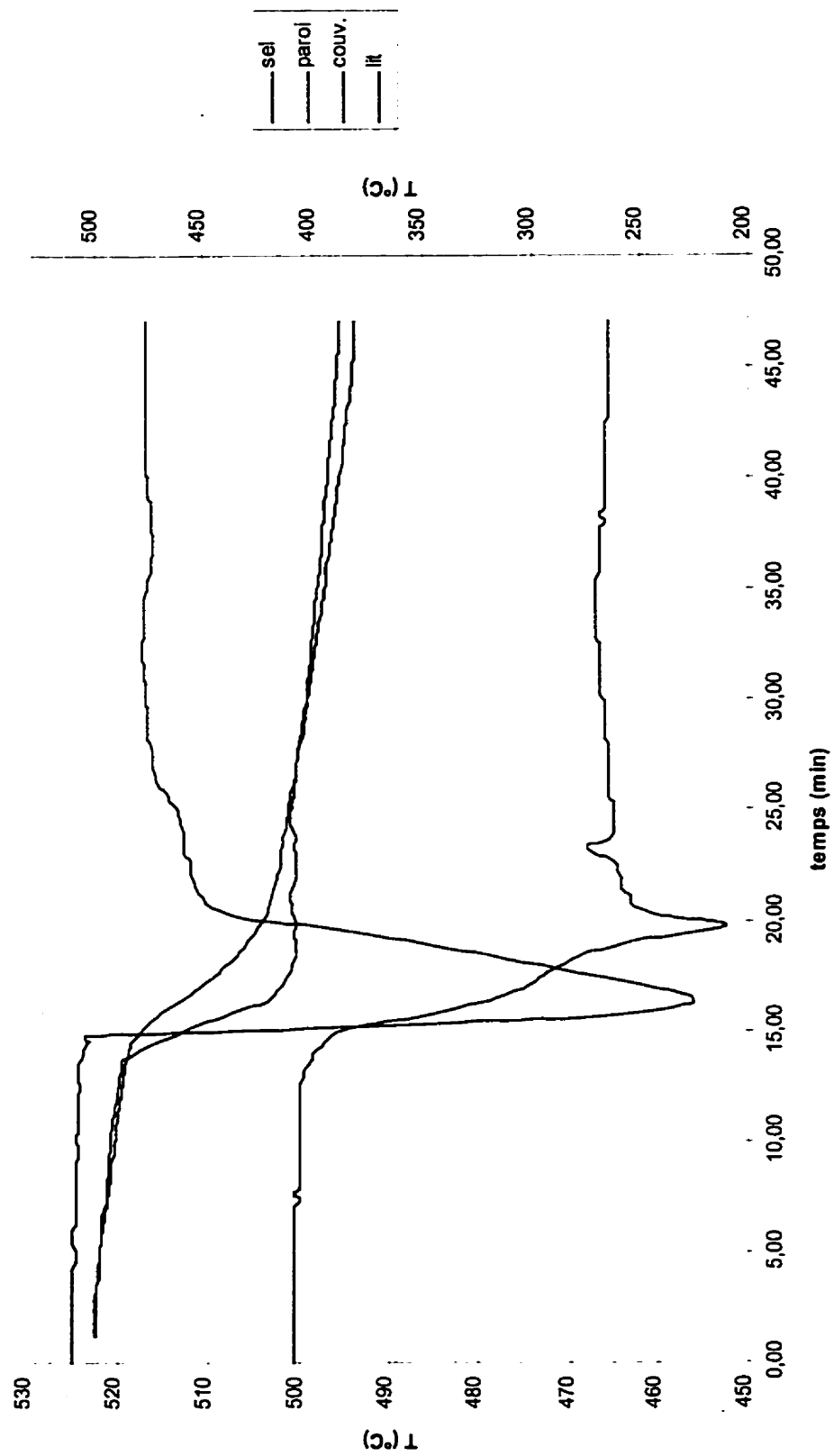


Figure B-6 Profils des températures mesurées lors de la pyrolyse L13; $t_{mix} = 1,45$ s.

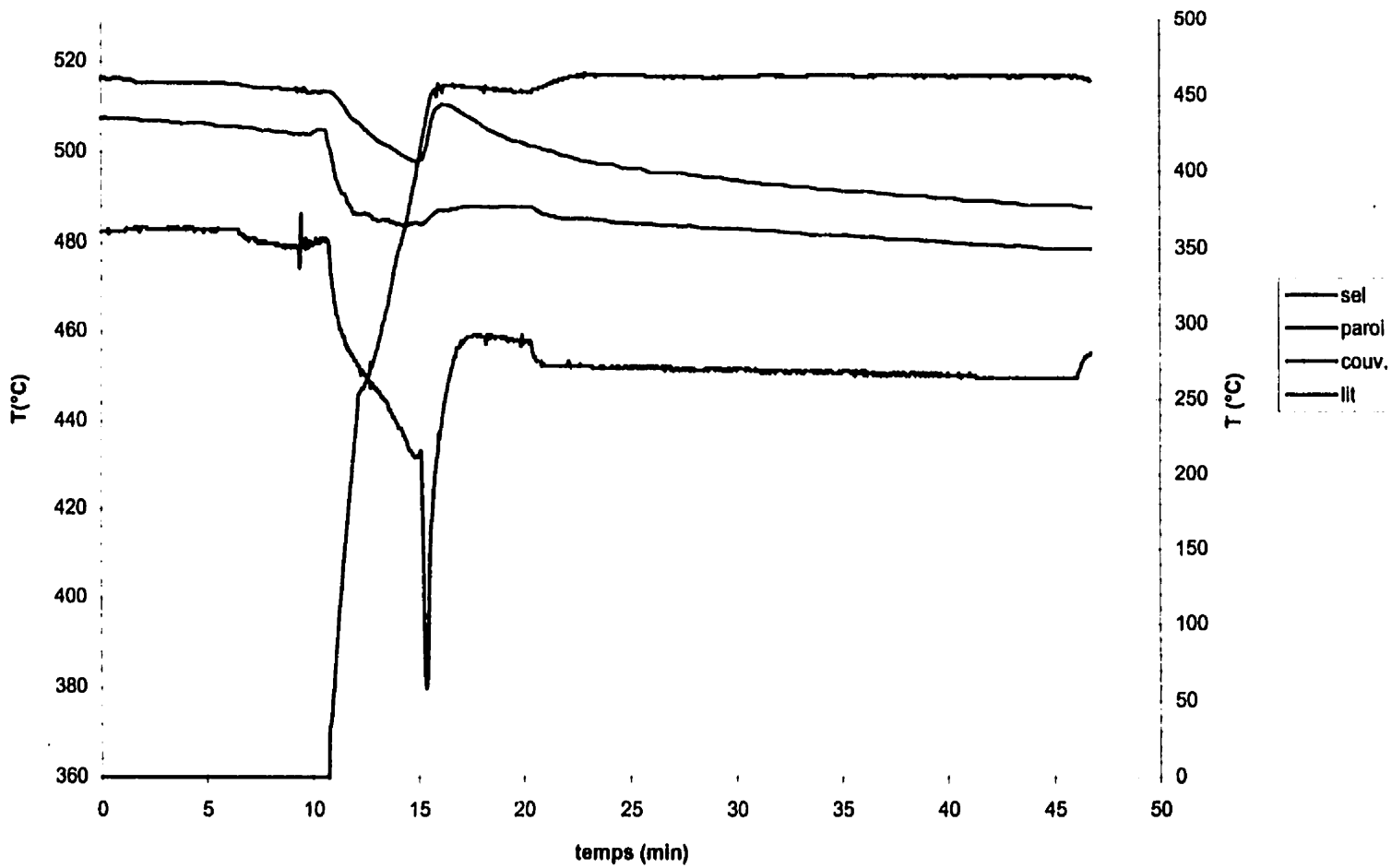


Figure B-7 Profils des températures mesurées lors du test de mise en température L17; tmix = 6.1 s.

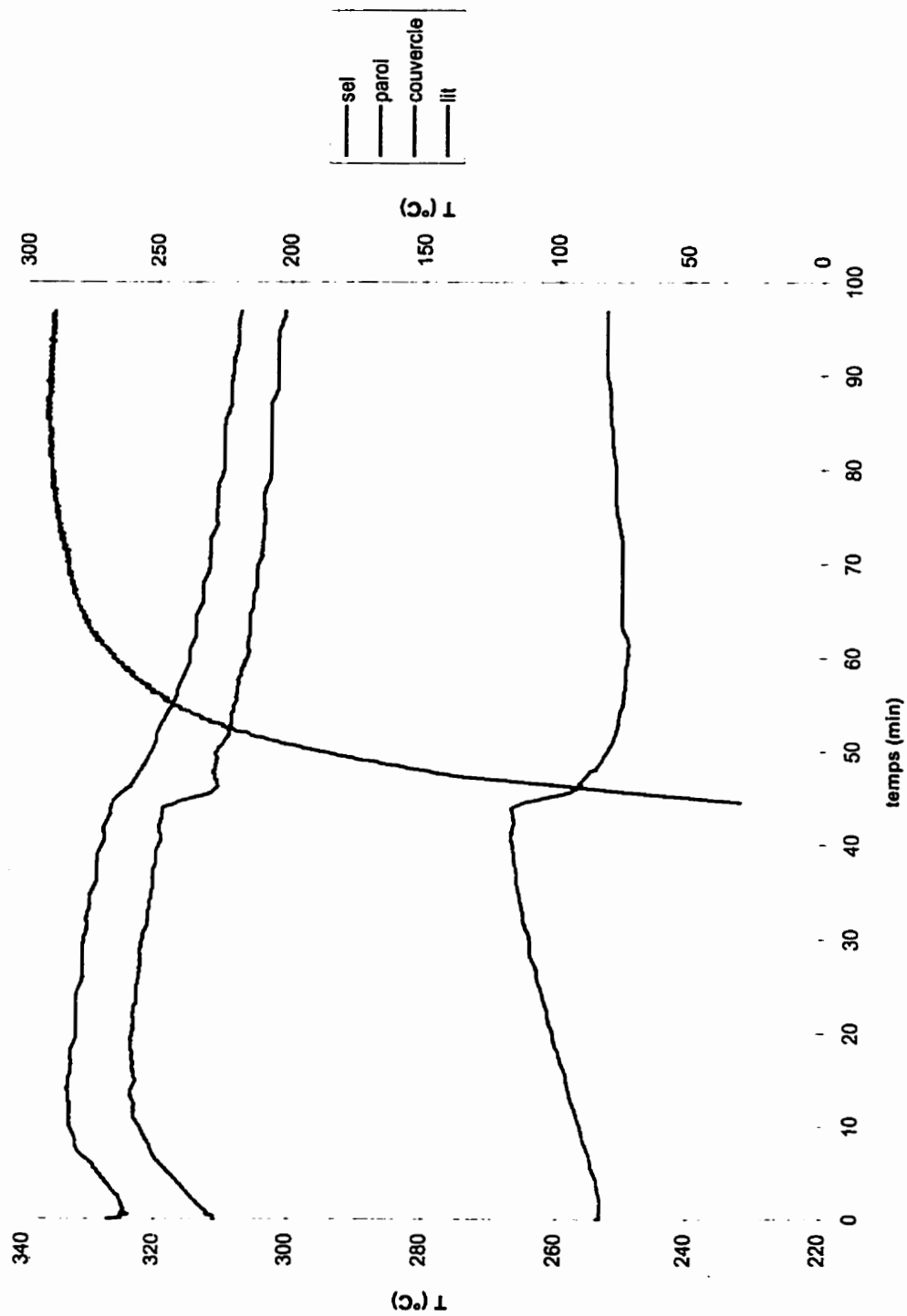


Figure B-8 Profils des températures mesurées lors du test de mise en température L.18; $t_{mix} = 3.4$ s.

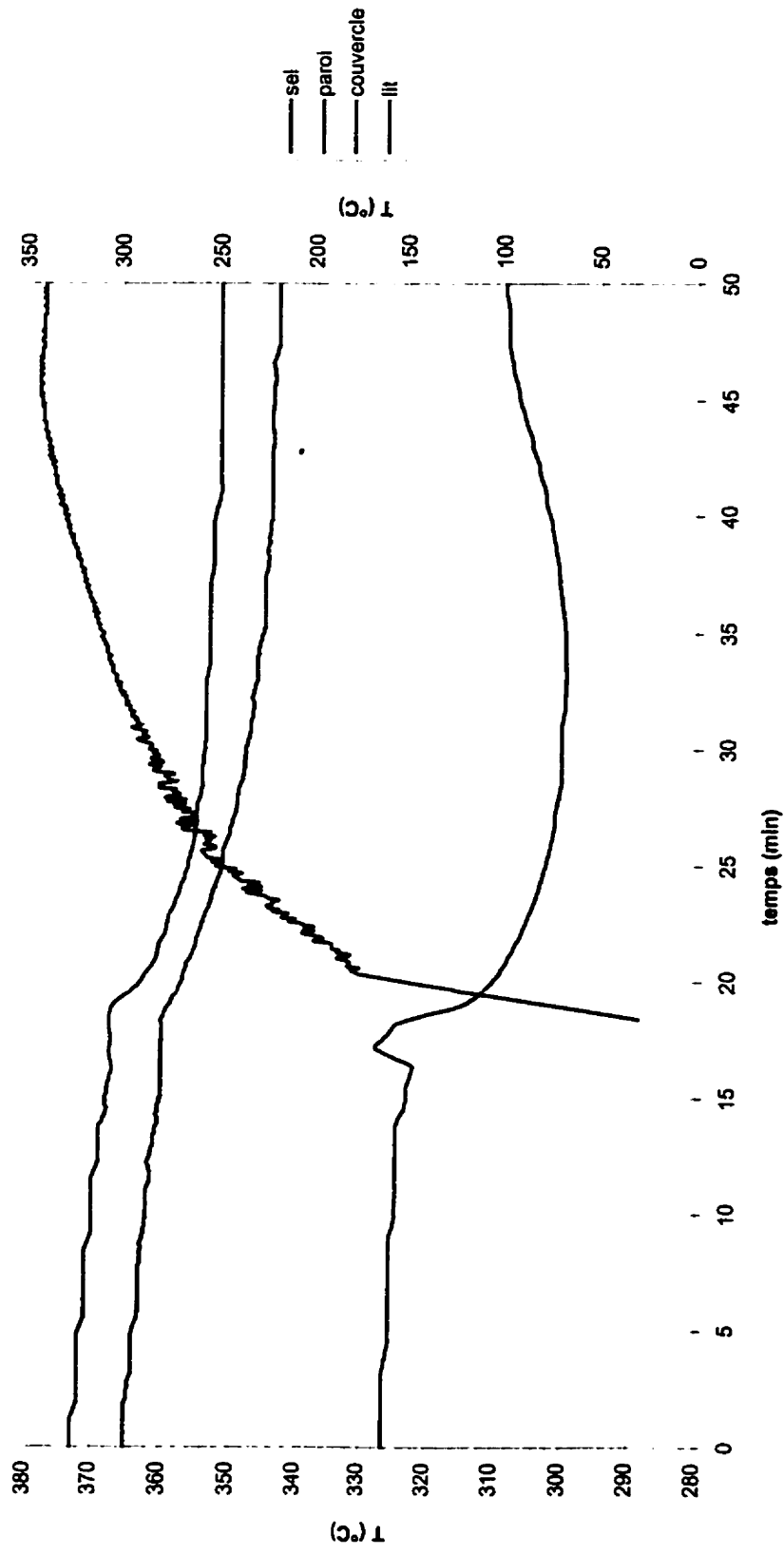


Figure B-9 Profils des températures mesurées lors du test de mise en température L19; $t_{mix} = 2.5$ s.

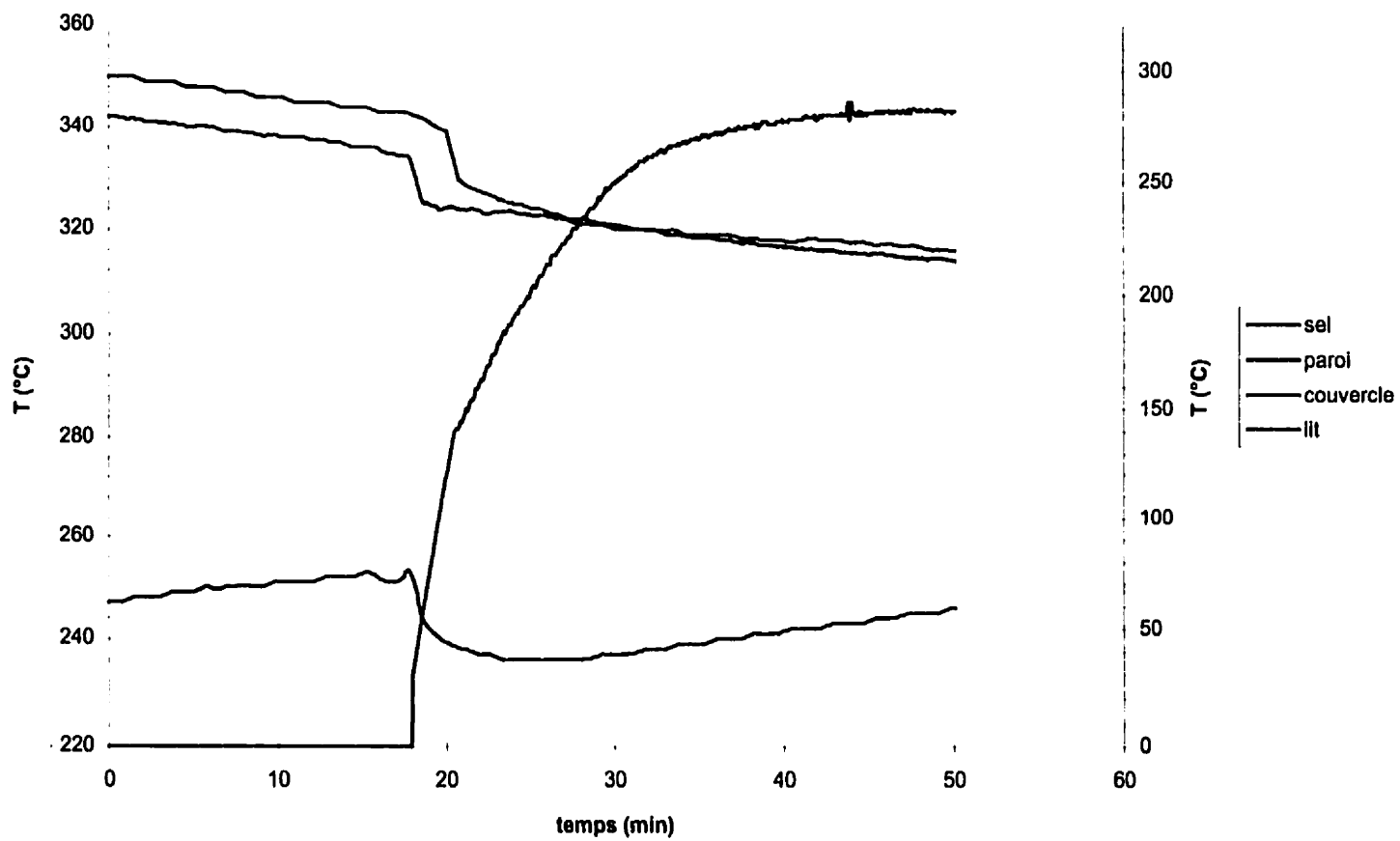
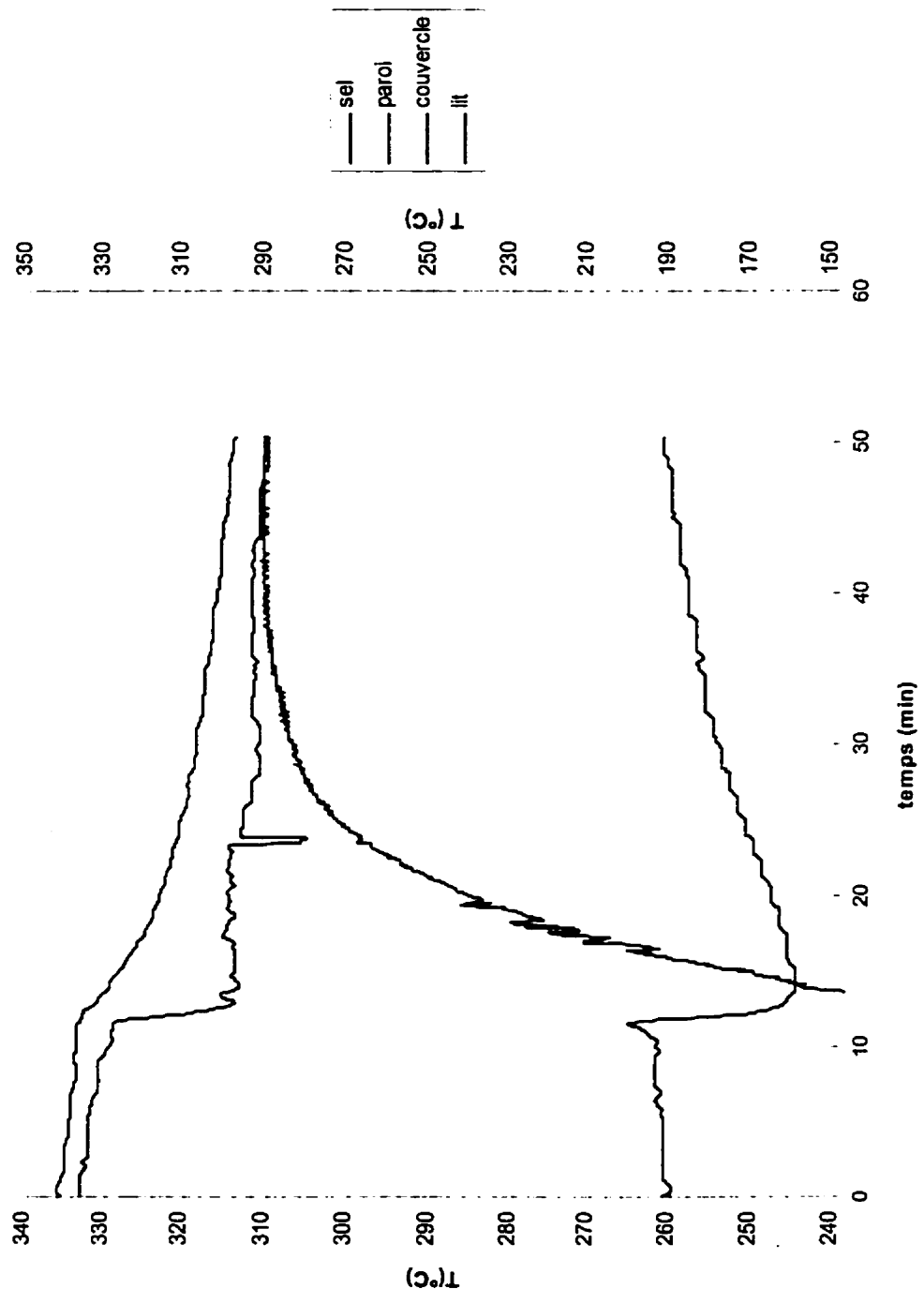


Figure B-10 Profils des températures mesurées lors du test de mise en température L20;
 $t_{mix} = 1,45 \text{ s}$.



ANNEXE C: ANALYSE GRANULOMÉTRIQUE

On a effectué le tamisage par refus des particules de pneus particules et des particules de noir de carbone. Le diamètre moyen des particules est obtenue à partir de l'expression suivante:

$$d_{\text{moy}} = \frac{\sum_{i=1}^N m_i d_i}{\sum m_i}$$

où m_i est la masse de particules demeurées dans le tamis i (la somme des m_i représente la masse initiale de particules)

d_i est l'ouverture du tamis i

Pneus particules Scopcat

La masse de l'échantillon de départ est de 256.3 g. A cause de la taille des particules de pneus, on a utilisé des tamis maison dont le fond est composé d'une grille à mailles régulières. Les résultats du tamisage sont présentés au tableau C-1 ci-dessus.

Tableau C-1: Détails de l'analyse granulométrique pour les particules de caoutchouc

Tamis	Ouverture cm	Refus	
		m_i (g)	x_i (%)
1	0.952	1.4	0.55
2	0.635	93	36.3
3	0.337	139.7	54.5
Fond	0.000	19.3	7.53
Total	-	253.4	98.88

$$d_{\text{moy}} = 0.571 \text{ cm}$$

Particules de noir de carbone

On a utilisé des tamis standards. Les résultats du tamisage sont présentés au tableau C-2 ci-dessous:

Tableau C-2: Détails de l'analyse granulométrique pour les particules de noir de carbone pyrolytique.

# Mesh	Ouverture mm	Refus	
		m_i (g)	x_i (%)
8	2.36	74.2	10.06
10	1.65	31.1	4.22
20	0.833	72	9.76
40	0.425	263	35.66
60	0.250	143.1	19.40
325	0.045	151.5	20.54
Fond	0.000	2.7	0.37
Total	-	737.6	100.01

$$d_{\text{moy}} = 0.60 \text{ mm}$$

ANNEXE D: CALCUL D'ERREUR

On veut évaluer l'erreur ε associée à chaque valeur de coefficient de transfert de chaleur entre le sel et le lit de particules. On utilise pour cela les règles usuelles de calcul d'incertitude:

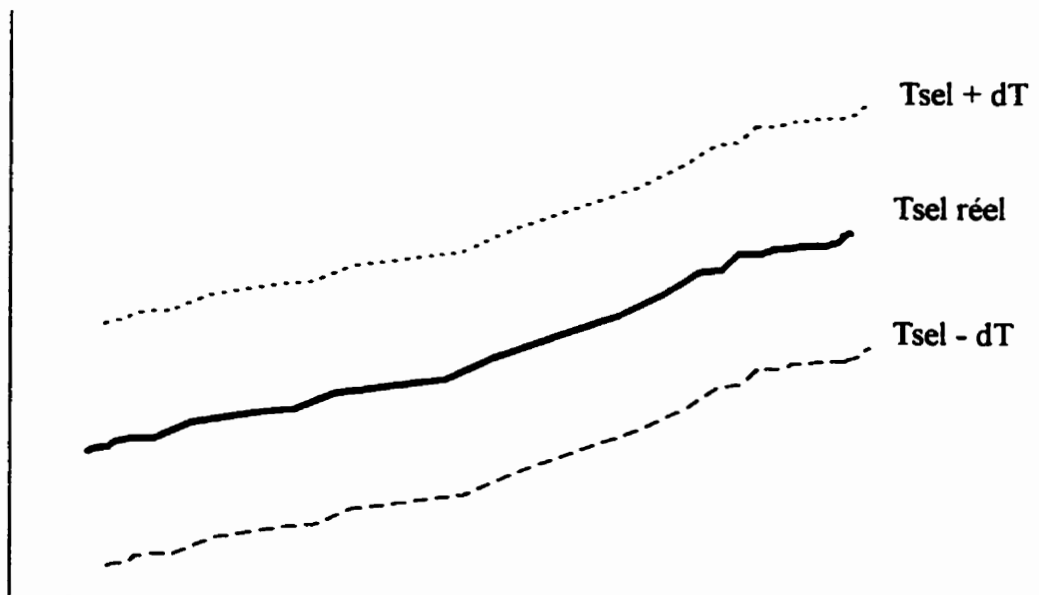
$$\varepsilon(a + b) = \varepsilon(a) + \varepsilon(b) \quad (D-1)$$

$$\frac{\varepsilon\left(\frac{a}{b}\right)}{\frac{a}{b}} = \frac{\varepsilon(a)}{a} + \frac{\varepsilon(b)}{b} \quad (D-2)$$

On a vu que le coefficient de transfert de chaleur instantané s'écrit:

$$\alpha_{pb} = \frac{MC_p (T_{sel} - T_{sel}^i)}{A(T_{sel} - T_{lit})} = K \frac{\Delta T_{sel}}{T_{sel} - T_{lit}} \quad (D-3)$$

Pour mieux comprendre le développement qui va suivre, il est utile de représenter schématiquement les lectures d'un thermocouple standard.



Les lectures que donne un thermocouple quelconque se situent toujours entre les deux courbes en pointillés. Deux lectures successives d'un même thermocouple se situent du même côté de la courbe de température réelle de sorte que chaque mesure obtenue comporte un biais soit négatif soit positif. Par contre, la différence de deux valeurs biaisées comporte une erreur nulle si l'on suppose que chacune de ces deux valeurs a exactement le même biais. En pratique, ce n'est pas tout à fait le cas mais l'on peut faire cette hypothèse ici pour simplifier les calculs. Il demeure que l'erreur sur la différence de deux lectures successives d'un même thermocouple est beaucoup plus faible que celle prédite par l'expression générale C-1; on supposera ici qu'elle est nulle. On peut maintenant appliquer les règles de calcul d'incertitude à l'équation C-3.

$$\frac{\varepsilon(\alpha_{fb})}{\alpha_{fb}} = \frac{\varepsilon(\Delta T_{sel})}{\Delta T_{sel}} + \frac{\varepsilon(T_{sel} - T_{lit})}{T_{sel} - T_{lit}} \quad (D-4)$$

$$\text{D'où } \frac{\varepsilon(\alpha_{fb})}{\alpha_{fb}} = \frac{\varepsilon(\Delta T_{sel})}{\Delta T_{sel}} + \frac{\varepsilon(T_{sel}) + \varepsilon(T_{lit})}{T_{sel} - T_{lit}} \quad (D-5)$$

On a vu que l'erreur $\varepsilon(\Delta T_{sel})$ est négligeable.

Les thermocouples standards utilisés comportent une erreur de 0.75 % ou 2.2 °C selon la plus grande valeur: cela signifie qu'on associe à la mesure une incertitude de 0.75 % de la lecture tant que l'erreur résultante est supérieure à 2,2 °C; sinon, l'incertitude associée à la mesure de température est de 2,2 °C.

Supposons le cas de figure suivant:

$$T_{sel} = 500 \text{ °C} \Rightarrow \varepsilon(T_{sel}) = 0.0075 * 500 = 3.75 \text{ °C}$$

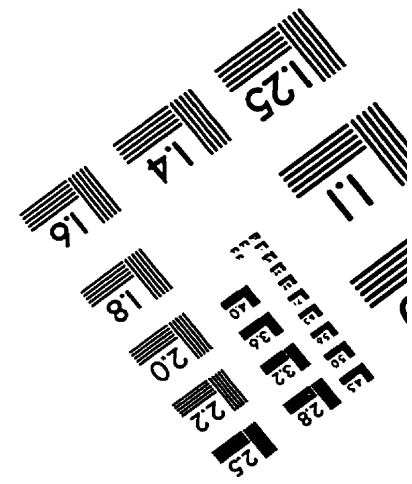
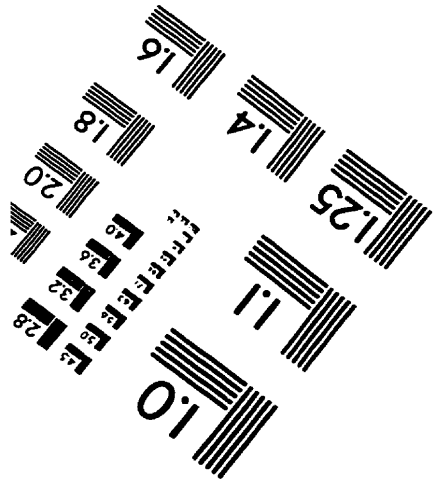
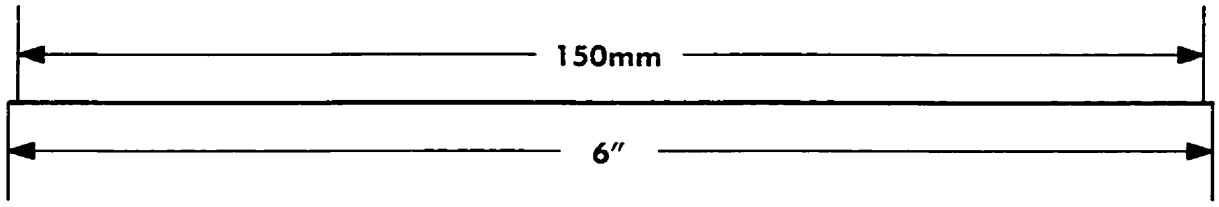
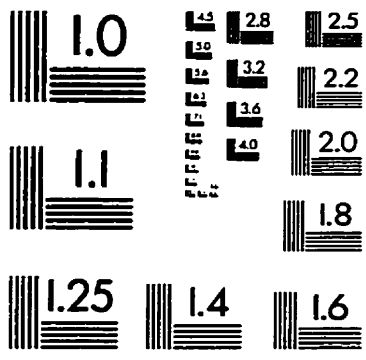
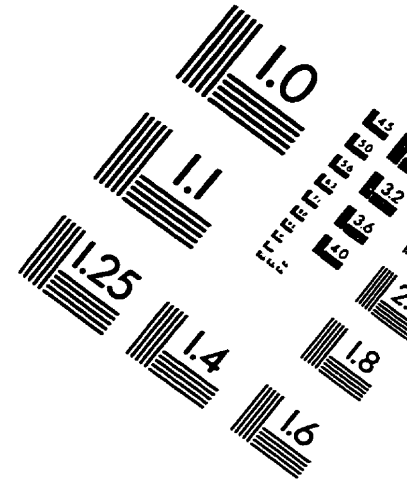
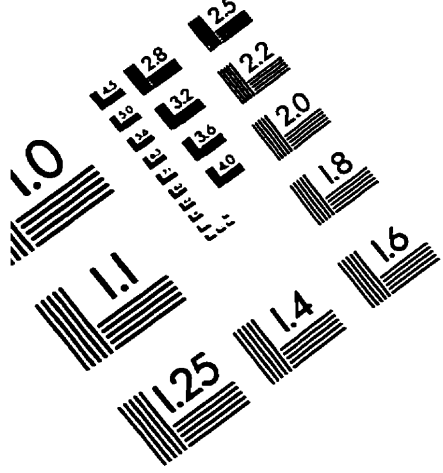
$$T_{lit} = 180 \text{ °C} \Rightarrow \varepsilon(T_{sel}) = 2.2 \text{ °C (puisque } 0.0075 * 180 = 1.35 \text{ °C)}$$

En appliquant l'équation D-5, on obtient:

$$\frac{\varepsilon(\alpha_{fb})}{\alpha_{fb}} = 0 + \frac{3.75 + 2.2}{500 - 180}$$
$$\Leftrightarrow \varepsilon(\alpha_{fb}) = 0.018 * \alpha_{fb}$$

C'est de cette manière qu'a été calculée l'incertitude associée à chaque valeur de coefficient de transfert de chaleur entre le sel et le lit.

TEST TARGET (QA-3)



APPLIED IMAGE . inc
1653 East Main Street
Rochester, NY 14609 USA
Phone: 716/482-0300
Fax: 716/288-5989

© 1993, Applied Image, Inc., All Rights Reserved