La valorisation et le développement de la recherche publique vers l’industrie empruntent des modalités variées telles que le transfert de droits de propriété intellectuelle des laboratoires vers l’industrie, la coopération scientifique entre la recherche publique et la recherche privée, le partenariat industriel **[V. 1]**.

Dans le cadre du thème "*technologie des milieux granulaires*", on considère à la fois le comportement de la poudre dans son ensemble et les caractéristiques des grains qui la composent. C'est ainsi que ce thème se subdivise en deux sous-thèmes, le premier relatif à *la rhéologie des milieux granulaires* et le deuxième à *la maîtrise de la réactivité des milieux granulaires*. Dans les deux cas, les études menées visent à caractériser et modéliser les phénomènes mis en jeu tant au niveau de l’élaboration et de la mise en forme des poudres qu’au niveau de leur comportement vis-à-vis de leur environnement.

Les opérations unitaires utilisant les matériaux granulaires ne sont encore que partiellement maîtrisée dans les filières industrielles.

*i) Rhéologie en milieux granulaires;*

Les écoulements dans les milieux granulaires présentent une grande variété de comportements qui fascine depuis longtemps les physiciens: avalanches, ségrégation, coexistence de comportements solides, liquides ou gazeux, … etc **[V. 2].**

L’objectif des recherches réalisées dans le cadre de ce sous-thème est de caractériser et modéliser le comportement des milieux granulaires soumis à des sollicitations thermiques, hydriques et/ou mécaniques et d’étudier l’effet sur ce comportement non seulement des paramètres du procédé mais aussi des caractéristiques physico-chimiques de la matrice. Les deux aspects "*matériaux*" et "*procédés*" rentrent ainsi en ligne de compte dans le cadre de ces travaux. De grands progrès ont été notamment faits lors des dernières années dans la compréhension de la rhéologie de ces matériaux. Un domaine relativement inexploré est celui du mélange dans les matériaux granulaires: avec quelle dynamique un grain se sépare-t-il de ses voisins pour rencontrer d’autres grains initialement éloignés? Et quel est l’impact de ceci sur le traitement thermique par mélange à chaud entre deux milieux granulaire à températures différentes?

*ii) Maîtrise de la réactivité des milieux granulaires;*

L'élaboration de particules de taille et/ou de forme contrôlées est généralement une préoccupation industrielle importante, ces facteurs conditionnant en effet la réactivité du milieu granulaire ainsi que les conditions d'utilisation de celle-ci. Ceci conduit le plus souvent à la mise en place de *procédés* d'élaboration particuliers (procédés sol-gel, fluide supercritique,…) ou d'opérations de traitement (thermique, mécanique, chimique,…) permettant d'assurer la maîtrise de ces caractéristiques **[V. 3]**.

Les études menées dans le cadre de ce thème visent à maîtriser la morphologie des poudres et leur réactivité par la modélisation de l’influence des paramètres d’élaboration sur ces caractéristiques.

# V. 1- principes directeurs de la méthodologie d’extrapolation

**Objectif:** Quel lien peut-on faire entre *l’échelle de laboratoire* et *l’échelle industrielle*, entre les chercheurs scientifiques et les ingénieurs de procèdes?

*Qu’y a t’il de la chercheur scientifique dans le génie des procèdes?*

Lors de la mise au point et *développement d’un nouveau procédé*, un des problèmes, qui mérite beaucoup d’attention et qui s’avère souvent difficile, est celui de l’extrapolation de *l’échelle de pilote* à *l’échelle industriel*. Ceci est particulièrement vrai pour les industries phosphatiers, caractérisée par un gégantisme non égalé et permettent de mettre sur le marché des produits à des prix relativement bas et souvent sans concurrence. Ici nous nous intéresserons plus particulièrement aux processus chimiques rencontrés dans les industries des phosphates. Néanmoins les problèmes à résoudre sont de même nature pour tous les procédés de transformation de la matière qu’ils soient, et la méthodologie que nous présenterons peut donc s’appliquer également aux cas des industries chimiques ou parachimiques (fabrications de pâtes à papier, traitement des minerais, valorisation de pétrole, élaboration des métaux, procédés biochimiques; traitement des eaux, … etc.).

**V. 1. 1- Développement et extrapolation;**

En quoi consiste exactement le développement d’un *procédé chimique*?

C’est de:«Développer ou mettre au point un procédé industriel est une activité de création, qui a pour but de rechercher et de coordonner toutes les informations et données nécessaires à la conception, au dessin, à la construction et démarrage d’une unité industrielle nouvelle, en vue d’en assurer une marche économiquement rentable» **[V. 4]**.

Le point de départ consiste généralement en résultats de *laboratoire*, relatifs à une transformation chimique et dont la traduction en termes économiques paraît intéressante. Le développement du *procédé* devra permettre de traîner *industriellement* des quantités de matières premières se comptant en tonnes ou centaines de milliers de tonnes, alors qu’au *laboratoire* on aura mis en œuvre des grammes ou des kilogrammes de ces mêmes matières. C’est là que se situe le changement *d’échelle* ou *l’extrapolation*. Le problème est de reproduire à *grande échelle* les résultats obtenus au *laboratoire*, c'est-à-dire, réaliser les mêmes conversions, rendements et sélectivités, dans certains cas il n’est pas exclu d’améliorer ces résultats.

Le passage direct du *laboratoire* à l’échelle *industrielle* sera rarement réalisable; le plus souvent une ou plusieurs expérimentations complémentaires seront nécessaires. Le problème est justement de définir ces travaux complémentaires, de manière à collecter toutes les informations nécessaires et ce, au coût minimum et dans un delà aussi court que possible. C’est à ce niveau que la méthodologie du développement des *procédés*, donc de *l’extrapolation*, devient décisive pour assurer le succès de l’opération.

On distingue parfois différentes phases dans la mise au point d’un *procédé* en se référant à la taille à laquelle l’expérimentation est réalisée. On trouve ainsi des vocables tels que *bench scale, pilote, quart de grand, demi-grand, unité de démonstration, … etc* appellations variant souvent d’une compagnie à une autre. Si la taille à la quelle est réalisée une expérimentation à son importance, ne serait ce que par le coût qui en découle, celle-ci ne nous paraît pas essentielle du point de vue méthodologique.

Pour notre part et pour fixer les idées, nous ferons référence à trois types d’expérimentations:

i) *Expérimentation* *de type* *laboratoire*, au cours de laquelle on étudie certains aspects du procédé, en manipulant des quantités relativement faibles de matières premières, de manière à réduire au minimum les *contraintes matérielles*. L’énergie étant disponible en quantités illimitées -ou presque- il n’a pas de questionnement sur la consommation qu’il en fait ou de celle qu’il jette dans l’évier ... etc. Cependant, les contingences environnementales étant devenues ce qu’elles sont, il est amené de plus en plus fréquemment à réfléchir, par exemple, sur la disposition des produits dangereux. Il y a donc une sensibilisation de plus en plus grande sur les côtés des réactions chimiques réalisées au *laboratoire*.

ii) *Expérimentation* en *unité pilote*, dont l’échelle peut varier dans de larges proportions, mais au cours de laquelle toutes les *contraintes industrielles* sont prises en compte: impuretés des matières premières, fonctionnement pendant de longues périodes, matériaux, fiabilité de matériels, …etc. c’est dans le cadre des *expérimentations* en unité pilote que les problèmes d’extrapolation devront être abordés. Nous verrons cependant que ce type *d’expérimentation* n’est pas capable de donner toutes les réponses pour résoudre le problème de *l’extrapolation*, et que des expériences complémentaires sont nécessaires.

iii) *Expérimentation* au niveau d’une *unité de démonstration*. Il s’agit dans de cas de la réalisation d’une première *unité de production*, mais dont la taille reste modeste, environ de 1/10 de celle qui serait requise pour une *production industrielle*. Ce type d’expérimentation est très onéreux et n’est que rarement indispensable pour établir les règles d’extrapolation. De toute façon tous les efforts faits au niveau du développement du *procédé* visent à éviter cette étape qui, en plus d’être onéreuse, retarde de plusieurs années la *réalisation industrielle* du *procédé*. Cependant, dans certains cas très particuliers, nous verrons que cette étape peut se révéler indispensable.

À *l’échelle industrielle*, donc dans une entreprise qui doit faire des profits, le coût des matières premières, de l’énergie, de la main d’œuvre, de la disposition ou de l’élimination des sous-produits (déchets) - ou même de leur valorisation- deviennent une préoccupation majeure. Bien entendu chacun des procédés unitaires doit viser à atteindre un rendement maximum et le recyclage des produits, y compris de l’eau, doit être à son maximum **[V. 5]**.

**V. 1. 2- Méthodologie du développement;**

Cette méthodologie met en œuvre les méthodes générales d’analyse des systèmes complexe. En effet un procédé de transformation de la matière est typiquement un système complexe, en ce sens qu’il est formé d’un grand nombre d’éléments, interconnectés entre eux par des variables nombreuses.

Un système, tel que nous considérons, est caractérisé par un assemblage d’éléments reliés entre eux par des flux communs de matière, d’énergie et d’informations.

La caractérisation détaillée d’un système est obtenue à travers l’ensemble des variables d’état (température, pression, débits, concentrations, … etc.) en chaque point du système.

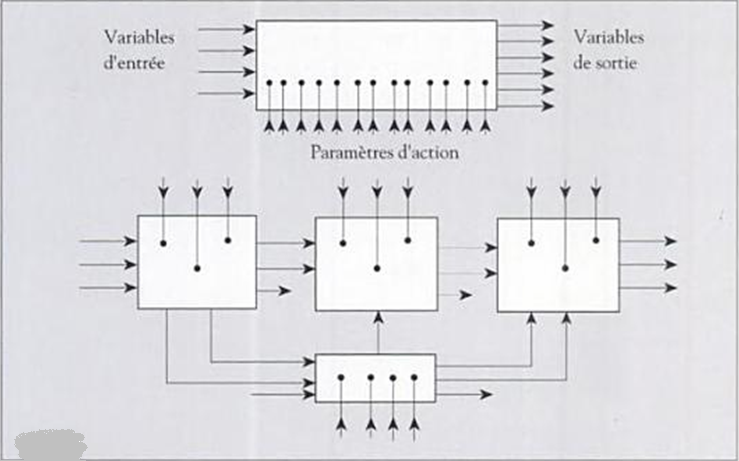
Parmi toutes ces variables d’état on en distingue certaines, qui jouent un rôle particulier:

- les variables d’entrée, imposée au système;

- les paramètres d’action, pouvant être fixés dans certaines limites;

- les paramètres de sortie, résultant du fonctionnement du processus.

Un système complet peut souvent être décomposé en sous-systèmes plus simples ***(figure V.1)****.*



***Figure V.1:*** *schématisation d’un système et sa décomposition en sous-systèmes*

Il paraît évident qu’au niveau de l’étude *expérimentale* on aura intérêt à décomposer le système en *sous-ensembles*, qui seront étudiés séparément. Cette décomposition a cependant ses limites, car les *sous-ensembles* considérés doivent pouvoir être étudiés indépendamment les uns des autres.

D’une manière générale deux systèmes sont indépendants si les liaisons (variable d’entrée du système i = variable de sortie du système j) n’existent que dans un seul sens (j vers i).

Par ailleurs, parmi les éléments constitutifs du système complet, on peut identifier ceux qui sont bien connus et qui donc ne nécessitent pas d’études. Il s’agit des pompes, compresseurs, *échangeurs de chaleurs*, *fours*, colonne à distiller, ballons séparateurs. Le seul élément qui nécessitera une étude particulière est le *réacteur*. Néanmoins, nous venons de voir qu’il ne peut pas être étudié seul, puisqu’il est inclus dans un *sous-système* non scindable en parties indépendantes.

De ce fait la taille de l’équipement dans lequel se déroule le processus a un effet différent suivant le phénomène considéré. On peut facilement connaître l’influence de la taille sur quelques géométrique. L’influence de certains paramètres pouvant être très forte sur les phénomènes importants du processus (par exemple, vitesse linéaire sur tous les phénomènes de transfert). On comprend que globalement l’échelle puise avoir une influence marqué sur le processus.

C’est là la place privilégiée de l’intervention de *l’ingénieur de procèdes* unitaires, il établit (calcule, prévoit,...) une série de bilans que l’on peut classer en deux catégories: ils sont de matières ou massiques et thermiques ou énergétiques. Par ailleurs, la vitesse de chacun des processus est un élément fondamental à considérer. Plus l’ensemble des *processus réactionnel* conduisant aux produits recherchés est rapide et moins les inventaires seront importants **[V. 5]**. Pour analyser plus en détail le comportement des systèmes considérés, on est amené à construire un modèle mathématique décrivant ces systèmes sous divers aspects qui nous intéressent. Ces modèles sont à la base constitués d’équations de bilans traduisant trois lois fondamentales de la physique, à savoir:

- conservation de la masse;

- conservation de l’énergie;

- conservation du moment cinétique;

*i) Les bilans de matières*

Ces bilans reposent sur le principe de la conservation de la matière. En ce domaine:

***Rien ne se perd, rien ne se crée!***

Une conséquence de ce principe est qu’un **système ouvert** (ou globalement ouvert) est un système qui échange de la matière avec l'environnement extérieur. On dit qu'un système est localement ouvert si au moins certaines de ses parties ont cette propriété. Rappelons cependant qu’un système fermé n’est pas nécessairement isolé: il peut donc échanger de l’énergie avec l’extérieur. Le système isolé n’échange ni matière, ni énergie avec l’extérieur.

Soit par exemple un calcinateur, par exemple, est une opération vise à griller la matière organique existant dans les sédiments carbonaté: phosphates.

Par ailleurs, la quantité de phosphate qui entre dans le calcinateur doit être égale à la quantité qui en sort, soit en produit fini soit dans les volatils.

En complément à cette unité de base d’un processus complexe, on peut penser que la calcination pourra être précédée d’une unité de *l’échange thermique*: elle sera vraisemblablement recyclée en amont du *procédé* de manière à en *optimiser le rendement global.*

*ii) Les bilans d’énergie*

À nouveau, rien ne se perd, rien ne se crée! Dans l’exemple précédent. Il y a une quantité d’énergie qui est transférée vers le phosphate à calciner. On calcule donc par unité de temps, la quantité d’énergie perdue par le carburant et celle gagnée par le phosphate à calciner. Le calcul de bilan d’énergie nous oblige les quantités de matières, les températures d’entrée et de sortie et de connaître les capacités calorifiques.

*iii) La cinétique*

Un second élément tout aussi important est la connaissance de la vitesse des processus, qu’ils soient physiques ou chimiques. La vitesse de transfert de chaleur dans un *réacteur* ou *échangeur* n’est pas immédiate. Le temps nécessaire à ce transfert entraîne la mise en forme d’un équipement de dimensions convenables. Les coefficients de transfert de chaleur à travers les matériaux utilisés sont donc extrêmement importants. Les mélanges mettant en présence des quantités importantes de réactifs exigent aussi des installations performantes. Il en est de même des *processus réactionnels*: ils peuvent être très rapides, très lents et souvent incomplets (réactions équilibrées,...). Tous ces facteurs exigent l’élaboration de design d’équipements certainement beaucoup plus complexes, plus élaborés que ce que laisse croire la manipulation de ces réactions à *l’échelle du laboratoire*. C’est là tout le défi associé à la pratique du *génie des procèdes.*

**V. 2- Calcination des phosphates**

Les minerais de phosphate subissent des opérations d’enrichissement physiques qui consistent essentiellement l’épierrage, le criblage, tamisage, lavage, séchage, l’enrichissement à sec, séparation magnétique, flottation et la calcination et chimiques (attaque du minerai par l’acide sulfurique). Ces opérations nécessitent des investissements importants et une maîtrise de ces technologies. Il en résulte différents produits: phosphates de calcium, acide phosphorique, anhydride phosphorique et toute une gamme d’engrais phosphatés répondant aux normes et besoins de l’agro-industrie … etc. Nous nous intéressons par la suite aux traitements thermiques des phosphates, en particulier la calcination, qui joue un rôle primordial aux processus des transformations ultérieur. Ce qui exige une maîtrise globale des procédés de traitement thermique des phosphates ainsi que les différentes disciplinent qui interviennent.

La calcination en four à lit fixe de laboratoire nous a permis d’étudier les comportements physico-chimiques du sédiment pendant le traitement thermique. On a pu confirmer la dégradation des matières organiques, déterminant le temps de séjour et la température de calcination, mettre en évidence le frittage thermique de la matrice minérale pendant la calcination et focalisons notre vue sur le mélange à chaud à cause de leur potentialité. Les évolutions structurales du sédiment, notamment, la surface spécifique, la porosité, la densité et la granulométrie, en fonction du temps de séjour et de la température de calcination dans le cas de traitement par calcination et en fonction du phosphate ajouté dans le cas de traitement par mélange à chaud ont été suivies. Notre objectif est de montrer la variabilité de ces propriétés pour pouvoir les contrôler à une échelle plus grande et proche des conditions et des réalités industrielles. Le contrôle de ces propriétés nous amène à proposer des produits variés prêts pour les différentes filières de valorisation. Dans ce chapitre, Nous allons proposer un bref rappel sur la technologie des procédés qui se basent sur des calcinateurs à base de lit fluidisé ou d’un four tournant.

V. 2. 1- Notion de base sur le calcul du bilan thermique

La combustion des matières organiques apporte une grande part de l’énergie nécessaire à la décomposition des carbonates, à l’élimination de l’eau de constitution à la formation des silicates, et à la combustion des sulfures, le supplément est apporté par un carburant.

* *Dans le calcinateur*

Ce réacteur engendre plusieurs réactions chimiques on distingue:

* Les réactions exothermiques
* Les réactions endothermiques

## i) Réactions exothermiques

Il s’agit des réactions qui libèrent de l’énergie sous forme de chaleur

*a- pouvoir calorifique d’un carburant*

La combustion du fuel dégage une quantité de chaleur de 9650 Kcal/kg

Cette combustion se réalise suivant les réactions élémentaires suivantes :

C + O2 CO2

H2 +1/2O2 H2O

S + O2 SO2

Cette combustion apporte le complément de chaleur nécessaire pour la calcination du phosphate.

*b- pouvoir calorifique des matières organiques*

Cette chaleur, conditionne une consommation raisonnable en fuel

La combustion est une réaction chimique exothermique d'oxydoréduction. L’agent oxydant est le dioxygène (O2), on l’utilise plus généralement dans l’air. La combustion peut être lente ou rapide, complète ou non pour former de l’eau et du dioxyde de carbone suivant la réaction générale:

CxHyOzSt+ (x+y/4 + t-z/2) O2 x CO2 + y/2 H2O +.t.SO2

Cette combustion fournie une énergie de 227 000 Kcal par tonne calciné.

*c- chaleur de combustion des sulfures minéraux*

On considère que les pyrites sont les sulfures minéraux les plus importantes à une température inférieur à 800°C deux réactions sont possibles.

* une réaction de combustion

FeS2 +5/2 O2 FeO + 2SO2 H = -163,2kcal/mol

* une réaction de formation de CaS

FeS2  + CaO FeO +2CaS +1/2 O2 H = 52Kcal /mol

*d- chaleur de formation des silicates de calcine*

Les principales réactions concernant essentiellement la formation de la wollastonité CaSiO3 et la larnite Ca2SiO4.

- SiO2 +CaO CaSiO3 H=-21kcal/mol de CaSiO3

- SiO2+2CaO Ca2SiO4 H= -29 kcal/mol de Ca2SiO4

### **ii) Réactions endothermiques**

Il s’agit des réactions chimiques qui nécessitent un apport calorifique.

*a- la décomposition des carbonates*

Le phosphate de Youssoufia présente trois types de carbonates.

* Calcite: Ca(CO3)
* Magnésite: Mg(CO3)
* Dolomite: CaMg(CO3)

Seules les réactions de la décomposition de la dolomite et la calcite sont connues. Ces réactions s’effectuent à des températures supérieures à700°C.

* de composition de la dolomite

CaMg(CO3)2 CaO +MgO + 2CO2 H = 710 kcal/kg CO2

* décomposition de la calcite

CaCO3 CaO + CO2 H = 965kcal/kg CO2

*b- Le déshydratation*

A la température de calcination; il y a élimination totale de l’eau de constitution estimée à 0,9%

H2O hydratation H2O vapeur

**V. 2. 2- Calcination en four tournant**

**V. 2. 2. 1- Généralités sur la technologie des fours tournants industriels;**

*i) Principe global de fonctionnement des fours tournants;*

Les *fours tournants* constituent une technologie de choix dans des nombreux procédés chimiques mais aussi métallurgiques, tels que le séchage dans l’industrie agroalimentaire, la calcination dans les cimenteries, la calcination de coke de pétrole, la calcination des phosphates….

La plupart des fours tournants sont conçus sur une base technologique très simple; un cylindre allongé est faiblement incliné par rapport à l’horizontale et entraîné en rotation à l’aide d’un moteur.

Le solide à traiter est introduit par un système d’alimentation, puis sous l’action combinée de la rotation et de l’inclinaison, il s’écoule à travers l’intérieur du tube. Différents systèmes de chauffe permettent d’amener le produit à la température où débuteront les processus physico-chimiques correspondant à l’application recherchée (réactions chimiques, séchage, pyrolyse,…).

Le résidu solide est ensuite récupéré à la sortie du cylindre et peut être dirigé vers divers systèmes de post-traitement. Les fumées sont également récupérées en sortie du four et sont traitées pour répondre aux normes d’émissions en espèces polluantes.

*ii) Les différents types de tube tournant;*

Les dimensions et la géométrie du tube rotatif sont des caractéristiques techniques particulièrement importantes pour le dimensionnement des installations industrielles. Ils conditionnent, avec les valeurs des paramètres opératoires, les temps de séjour, les taux de remplissage mais aussi la gamme de débit que va pouvoir traiter l’installation.

La majorité des fours industriels est constituée d’un tube cylindrique revêtu sur sa paroi interne d’un matériau réfractaire.

Les fours sont souvent équipés de révélateurs placés à l’intérieur du tube pour assurer le mélange et pour éviter le glissement du lit des produits. La taille et la forme de ces révélateurs ont assez peu d’influence sur le temps de séjour et sur les taux de remplissage du produit **[V. 6]**. Néanmoins, des diaphragmes de dimensions variables sont souvent utilisés pour augmenter le temps de séjour du produit dans le four. Dans plusieurs utilisations industrielles, les diaphragmes sont seulement placés en entrée et/ou en sortie du tube. La géométrie des diaphragmes est assez variée, selon leur utilisation: circulaire, conique, cylindrique, ou en créneau. La géométrie du tube rotatif est généralement cylindrique, toutefois dans l’industrie, des tubes coniques sont également utilisés, ils favorisent l’écoulement du produit dans le sens axial et de ce fait diminuent les temps de séjour.

Il existe également des fours de conception encore plus spécifique, certains tubes sont par exemple conçus de manière à permettre l’injection de gaz sur toute la longueur.

*iii) Les différents systèmes de chauffage des fours tournants;*

On distingue principalement deux modes de chauffage, le chauffage direct et le chauffage indirect.

***- Le chauffage direct*** consiste à envoyer des gaz chauds à *co-courant* ou à *contre-courant* du sens de la progression du solide. Un ou plusieurs brûleurs est (sont) donc placé(s) à l’entrée ou à la sortie du four et les gaz chauds qu’ils produisent parcourent l’intérieur du tube afin de chauffer le solide. Sur des fours de très grandes longueurs, une série de brûleurs est disposée tout au long du tube rotatif.

***- Le chauffage indirect*** consiste à chauffer les parois du tube rotatif. Dansl’industrie, plusieurs moyens sont utilisés: des rampes de brûleurs pour chauffer la paroi externe du tube, de l’air chaud qui circule au sein d’une double enveloppe, des résistances électriques boudinés autour de la paroi. Cette dernière technologie est particulièrement adaptée aux fours de petites dimensions. Le chauffage indirect a l’avantage de permettre un meilleur contrôle du profil de température au sein du four.

*iv- Etudes théoriques du transport du solide granulaire dans les fours tournants;*

L’étude de l’écoulement du solide granulaire à travers le cylindre rotatif revêt une grande importance parce que le type de mouvement va fortement influencer le mélange, ce qui conditionnera l’intensité des transferts de chaleur et de masse et finalement aura un impact considérable sur le rendement de la calcination.

*a- Description qualitative du régime d’écoulement;*

Des différents modes de transport existants ont été étudié et identifié qualitativement par divers auteurs **[V. 7; V. 8]**. Ces différents mouvements peuvent être regroupés en trois grandes classes:

- Le slipping (glissement);

- Le cascading (avalanche);

- Le cataracting (cataracte);

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Basic form | Subtype | Schematic |
| Slipping motion | Sliding |  |
| Surging |  |
| Cascading (tumbling) motion | Slumping |  |
| Rolling |  |
| Cascading |  |
| Cataracting motion | Cataracting |  |
| Centrifuging |  |

***Tableau V. 1****: Les différents types d’écoulements dans un cylindre rotatif* ***[V. 6]***

* **Le régime de glissement**

Le «slipping» ou glissement comprend deux types de mouvement: le «sliding» et le «surging». Le «sliding» se produit quand la surface interne du tube est trop lisse, la charge glisse en un seul bloc le long du four et n’opère aucun mouvement de rotation. Avec l’augmentation du frottement entre la paroi et le solide, le «sliding» devient le «surging»: la charge adhère à la paroi jusqu’à un certain angle de déflexion, puis glisse en masse jusqu’à revenir à sa position initiale. Ces deux mouvements sont caractérisés par un mauvais mélange de la charge.

* **Le régime d’avalanche**

Quand on augmente de manière artificielle la rugosité de la paroi, par ajout de releveur, par exemple, le mouvement de glissement peut être transformé en «slumping»: lorsque la charge adhère sur la paroi et suit le tube dans son mouvement de rotation jusqu’à ce qu’elle atteigne un certain angle (angle de repos dynamique ou angle de talus), elle s’écoule alors à travers une couche (couche active) au-dessus de la zone où les particules sont en mouvement de rotation (couche passive).

Quand on augmente la vitesse de rotation on passe au mouvement de «rolling»: la vitesse aide à alimenter de manière continue la couche active, le mouvement observé devient alors continu. Mais quand on augmente encore la vitesse de rotation, les particules arrivant en haut du talus parviennent à décoller légèrement de la couche active, à ce moment là, on passe du «rolling» au «cascading». Le régime d’avalanche est caractérisé par un mélange transversal important **[V. 9]**.

La plupart des procédés industriels fonctionnent dans ce régime d’écoulement.

* **Le régime de cataracte**

Quand on augmente davantage la vitesse de rotation, certaines particules se détachent du lit et sont projetées dans la phase gazeuse après leur passage dans la couche passive sous l’effet de la rotation: le régime d’avalanche devient alors le «cataracting». Lorsque la vitesse est très élevée, il se produit le phénomène de «centrifuging», c’est le cas extrême: la charge est centrifugée sur la paroi du cylindre rotatif. Ce type de régime est très peu utilisé en *industrie*.

*b- Description théorique du régime d’écoulement;*

Après la description qualitative, des auteurs ont proposé des méthodes de calcul des transitions entre les différents types de mouvement **[V. 7; V. 8]**. Ainsi l’utilisation des nombres sans dimension suivants s’est avérée pertinente **[V. 8]**:

**- Le nombre de Froude:** il est basé sur la vitesse de rotation du tube.

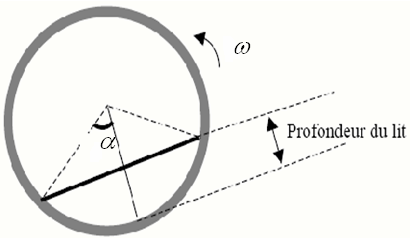


 désigne la vitesse de rotation.

**- Le taux de remplissage local:**

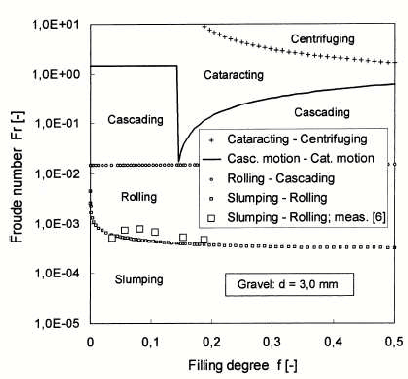
****

α désigne le demi-angle de la section occupée par le lit, montré sur ***la figure V. 3****.*



***Figure V. 2****: Le demi-angle de la section occupée par le lit des particules dans un cylindre rotatif*

A partir des calculs effectués entre les transitions de régimes, plusieurs diagrammes, indiquant les régimes d’écoulement, ont été dressé en fonction du nombre de Froude et du taux de remplissage, et pour différents produits **[V. 8]**. Le diagramme suivant montre les différents régimes obtenus à partir de l’écoulement des gravillons (3 mm de diamètre):



***Figure V. 3****: Diagramme de comportement du lit de particules de Mellmann* ***[V. 8]***

*c- Estimation théorique du temps de séjour;*

La littérature nous livre une quantité impressionnante de relations aussi bien expérimentale que théorique, donnant accès à des grandeurs très importantes soit pour la conduite du four en générale ou tout simplement pour la compréhension des phénomènes qui se réalisent à l’intérieur, comme le temps de séjour, la vitesse axiale, le profil de chargement, le taux de remplissage volumique et le débit volumique du four.

Nous regroupons dans *le* ***tableau V. 2*** les relations permettant d’estimer *empiriquement* ou *semi-empiriqement* le temps de séjour à partir d’autres paramètres de fonctionnement du four **[V. 10]**.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Auteur | Expression | date |
| Sullivan et al [136] |  | 1927 |
| Zablotny et al [137] |  | 1965 |
| Hehl et al [138] |  | 1978 |
| Chatterjee et al [139] |  | 1983 |
| Sai et al [140] |  | 1990 |
| Nicole [141] |  | 1995 |
| Ang et al [142] |  | 1998 |

***Tableau V. 2:*** *Relations empiriques ou semi-empirique reliant le temps de séjour moyen à différents paramètres de fonctionnement du four* ***[V. 10]***

*d- Les phénomènes physiques présents dans les fours tournants pendant la calcination;*

Pendant la calcination, plusieurs phénomènes physico-chimiques ont lieu simultanément dans le tube cylindrique: le solide suit un mouvement dynamique complexe pendant l’écoulement et *des échanges de chaleurs* se réalisent entre ces particules en mouvement et la paroi du four à différents niveaux. L’écoulement du lit conditionne directement l’efficacité des transferts de chaleur, ce qui influence instantanément la calcination du solide pendant l’opération.

Les transferts de chaleur dans un four tournant s’effectuent par trois modes de transmission de chaleur: *la conduction, la convection et le rayonnement*. La chaleur est transférée au solide à traiter par le biais de deux surfaces: ’interface entre le solide et le gaz et la surface du lit qui recouvre la paroi interne du cylindre rotatif. Sur la face supérieure du lit, le solide reçoit ou perd de l’énergie par rayonnement et convection tandis que sur la surface en contact avec la paroi, il échange uniquement par un phénomène de conduction instationnaire.

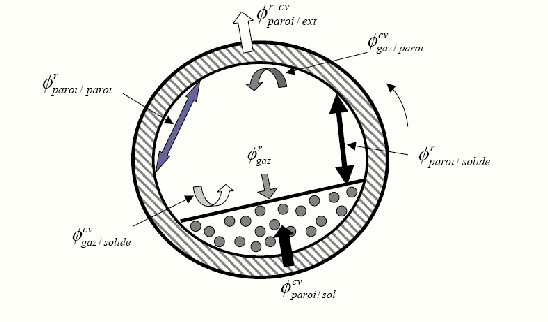
Les flux radiatifs à l’intérieur du cylindre se décomposent en trois contributions. La paroi peut rayonner sur elle-même ou le solide, tandis que le gaz peut absorber et émettre une partie du flux radiatif en fonction de sa composition et de la quantité de poussières présentes dans cette phase **[V. 11]**.

Il faut également tenir compte des *échanges thermiques* et du couplage avec la paroi du tube rotatif, cette dernière exerçant un effet «transfert de chaleur régénérateur». Durant la rotation, une portion de la paroi va successivement être en contact soit avec le gaz soit avec le solide. Lorsqu‘elle est en contact avec le gaz chaud, elle reçoit de l’énergie. Cette énergie s’accumule alors (effet dynamique) et une partie est ensuite cédée au solide quand la portion de paroi considérée se retrouve en contact avec le lit granulaire plus froid.

L’échange avec le milieu extérieur peut se faire par rayonnement ou convection.

Le mode de chauffage *(direct ou indirect)* ne modifie pas les phénomènes mis en jeu, il influence surtout le sens et l’intensité des différents transferts de chaleur au sein du système.

Ce schéma représente les flux thermiques mis en jeux au niveau du système paroi du tube rotatif/solide/gaz:



***Figure V. 4****: Représentation selon une section transversale des flux thermiques mis en jeu dans le four tournant* ***[V. 10]***

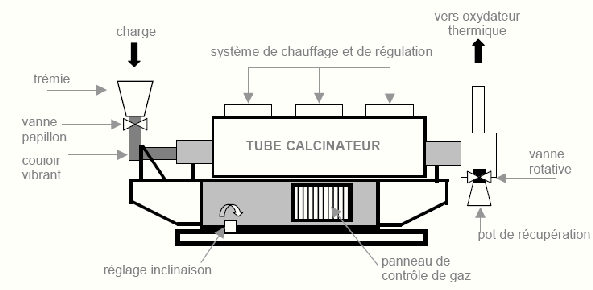
La montée en température du produit se traduit par l’apparition de nombreuses réactions chimiques hétérogènes qui dégradent une partie de la matière solide en gaz. Un important transfert de masse s’en suit, et l’apparition de nouvelles espèces chimiques dans la phase gazeuse s’accompagne de réactions qui peuvent être causées par des phénomènes d’oxydation. La phase solide est aussi le siège de nombreux phénomènes de transfert de chaleur et de masse, que ce soit entre particules, dans la porosité externe et interne.

Il faut noter que la complexité et le nombre de phénomènes mis en jeu pendant la calcination fait que le *savoir-faire industriel* en four tournant est essentiellement empirique et difficilement accessible par l’expérience. Techniquement, la mise en place des systèmes de mesures permettant la quantification et le contrôle de ces phénomènes sont problématiques.

**V. 2. 2. 2- Calcination en four tournant pilote;**

Les fours tournant pilote sont constitués avec respect des paramètres de marche à l’échelle industriel.

Les différentes parties du four sont schématiquement représentées sur la ***Figure IV. 5***qui le schéma simplifié d’un *four tournant* pilote.



***Figure V. 5****: Schéma simplifié d’un four tournant pilote*

Avant les expériences de calcination, comme pour tout nouveau produit, des essais à froid ont été réalisés afin d’étudier le comportement du solide pendant son écoulement dans le four. Cette étape préliminaire consiste à vérifier l’écoulement du solide dans le cylindre. L’objectif est de déterminer les différents paramètres de fonctionnement du four pour se rapprocher de l’écoulement «rolling» selon le diagramme de Mellmann **[V. 8]**.

Les paramètres du four pour l’obtention du mode d’écoulement sont le débit de chargement, la vitesse de rotation et l’inclinaison du four sont des essais préliminaires avant la calcination.

Les essais réalisés, par J. Ramaroson **[V. 12]**, ont pour objectif d’étudier les évolutions des propriétés physico-chimiques du milieu granulaire pendant la calcination en fonction des paramètres de fonctionnement du four.

On a vu au chapitre précédent que pendant la calcination en four à lit fixe, les propriétés physico-chimiques du sédiment dépendent de la température et du temps de calcination. Dans le cas de la calcination en four tournant, on fait varier ces deux paramètres principaux et déterminer leurs influences sur les propriétés des sédiments calcinés. Donc on doit modifier l’une du paramètres en en gardant l’autre fixe. Pour cela, les paramètres de fonctionnement comme le débit de chargement, l’angle d’inclinaison, le débit d’air de balayage, la vitesse de rotation du cylindre seront maintenus constants.

*Pour l’influence de la température sur la calcination en four tournant***,** deux options de chauffage ont été choisies pour les expériences:

- **Chauffage uniforme**: le four est chauffé d’une manière constante et uniforme sur toute sa longueur, ce choix de chauffage est généralement typique des fours tournants électriques, où l’intérêt est de garder la même température sur toute la longueur du cylindre.

- **Chauffage non uniforme**: le chauffage du four est différent sur la longueur du four Ce type de chauffage est semblable à la configuration chauffage «*contre-courant*» fréquemment rencontrée en industrie, où le brûleur du four se situe à la sortie du cylindre. Ensuite, le four est aussi chauffé d’une manière décroissante sur: la température est plus élevée à l’entré du four et progressivement réduite vers la sortie. Ce choix de chauffage est typique des *fours industriels* chauffés en mode «*co-courant*», dans ce cas, le brûleur est placé à l’entrée du cylindre.

*Pour l’influence du temps de séjour sur la calcination en four tournant***;** ces expériences, les milieux granulaires sont calcinés à des temps de séjours différents et les températures de calcination sont maintenues uniformes sur toute la longueur du four. Le choix de faire varier la vitesse est avant tout technique puisque son changement est possible et précis, contrairement au débit. En effet, la précision sur le débit de chargement est limitée car le four ne peut pas accepter un débit élevé à cause du débordement des produits à l’entrée du cylindre. La contribution de la modification de l’angle d’inclinaison est minime sur le temps de séjour.

**V. 2. 3- Calcination en lit fluidisé**

La calcination sur lit fluidisé est une technique efficace et peu polluante. Un courant d’air est injecté sur les matériaux dans le sens de la réception. Elle consiste à mélanger les matières primaires, concassés dans la plupart des cas, avec des matériaux inertes pour former un lit qui brûle à une température de 800 à 850 °C. La température relativement basse du procédé donne la garantie que les cendres ne sintérisent pas et donc que les métaux lourds ne sont pas liés en grandes quantités. La combustion donne un mélange turbulent de gaz et de solides (lit fluidisé). Ce lit fluidisé encourage les réactions chimiques et assure un transport efficace de la chaleur. La technologie de calcination sur lit fluidisé a été mise au point en particulier pour contrôler l'émission de polluants dans des conditions telles que les mesures extrêmement coûteuses de prévention, par exemple par lavage, sont superflues ou réduites à un minimum.

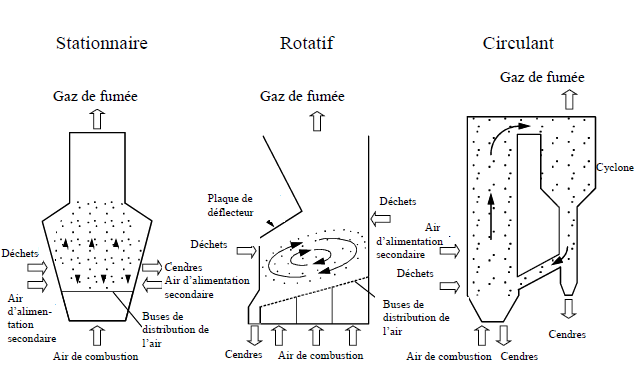
Il existe deux grandes catégories de systèmes de calcination sur lit fluidisé : les systèmes à air atmosphérique (FCB) et les systèmes fonctionnant sous pression (PFBC). Ce dernier consiste à injecter une pression élevée pour provoquer un courant d’air pressurisé entraînant une turbine à gaz. L’air chaud produit par la chaleur du lit fluidisé est dirigé pour préchauffer les matériaux. Il s’agit donc d’un système fermé d’une grande efficacité.

Il existe trois possibilités pour le lit fluidisé:

- Lit fluidisé stationnaire;

- Lit fluidisé rotatif;

- Lit fluidisé circulant;



***Figure. V. 6:*** *Les différents lits fluidisés.*

* Sur le *lit fluidisé stationnaire*, la hauteur du lit est constante. Il n’y a pratiquement pas de transport axial sur le lit fluidisé. On utilise principalement le lit fluidisé stationnaire pour les boues de décantation et il est particulièrement recommandé pour la calcination des déchets de pouvoir calorifique faible (6,5 à 13 MJ/kg). Il est aussi possible de calciner avec cette technique, sous certaines conditions, les déchets de pouvoir calorifique plus élevé (jusqu’à 18 MJ/kg).
* Le *lit rotatif* est lui aussi fixe dans le sens de passage. La rotation du lit sur son axe provoque un mélange axial. La technique du lit fluidisé rotatif est adaptée pour les déchets de pouvoir calorifique élevé (7 jusqu’à 20 MJ/kg maximum), mais aussi pour les boues.
* Avec le *lit fluidisé circulant*, la hauteur du lit est variable; les cendres et le sable dans le lit sont expulsés continuellement hors du four par l’air à grande vitesse. Les matériaux du lit sont séparés dans un cyclone et dirigés pour la plupart vers la combustion. La vitesse de l’air injecté et des tourbillons expliquent que cette technique soit utilisée pour les déchets de pouvoir calorifique élevé (7 à 22 MJ/kg).

###### **V. 2. 3. 1- principe de la calcination par fluidisation**

Le procédé utilisé pour la calcination du phosphate de Youssoufia est basé sur la mise en œuvre du principe de la fluidisation.

Les opérations sont effectuées dans trois sections:

* Section de préchauffage et de classification;
* Section de calcination;
* Section de refroidissement.

V. 2. 3. 2- Notion sur la fluidisation;

*i) Définition;*

La fluidisation consiste essentiellement en la mise en suspension des matériaux granulaires dans un courant ascendant de gaz; celui-ci à un double rôle:

* La fluidisation du lit;
* *L’échange thermique* ou de matière avec la phase solide.

Les solides fins et poussières qui peuvent être produits par abrasion et attrition dans le réacteur, sont entraînées par les gaz et récupérés par des cyclones placés à la sortie du réacteur.

*ii) Fluidisation solide – gaz;*

# *a- Mise en évidence du phénomène de fluidisation* [V. 13];

On considère une couche de particules solides sphériques identiques reposant sur une grille poreuse horizontale à l'intérieur d'une colonne assimilable à un cylindre vertical. On suppose qu'on fait circuler un gaz à travers la couche dans le sens ascendant. On démarre l'expérience avec une vitesse de gaz nulle puis on augmente progressivement cette valeur (on fait varier en fait le débit de gaz). On réalise alors successivement les observations suivantes:

* pour les plus faibles vitesses, la couche de solides restes sur la grille sans mouvements visibles. Si on augmente encore la vitesse, on observe des vibrations de particules.
* pour une vitesse Umin (vitesse minimale de fluidisation), on note une expansion de la couche: on atteint ainsi la transition entre l'état fixe et l'état fluidisé du lit de particules.
* en augmentant encore la vitesse, le lit poursuit son expansion: on peut alors décrire l'état fluidisé. Les particules sont indépendantes les unes des autres. Elles sont soumises à des mouvements désordonnés de faible amplitude. On ne note aucun mouvement de translation de l'ensemble par rapport au fluide. La surface supérieure du lit est pratiquement nette et horizontale. Le lit est assimilable à un liquide.
* à partir d'une certaine vitesse du gaz, des hétérogénéités apparaissent dans le lit avec des phénomènes de bullage (création dans le lit de cavités de fluide qui grossissent et s'élèvent à la surface). L'aspect de la surface du fluide est alors celui d'un liquide à l'ébullition.
* quand la vitesse du gaz est approximativement égale à la vitesse limite de chute des particules dans le gaz au repos, l'ensemble des particules est alors expulsé hors de la colonne: c'est le phénomène d'entraînement. L'application de ce phénomène est le transport mécanique des solides pulvérulents.

## b- vitesse minimale de fluidisation et stabilité du lit fluidise

La vitesse minimale de fluidisation est la vitesse du fluide à partir de laquelle le lit fluidisé s'établit.

On note U la vitesse apparente du gaz. Il s'agit du rapport entre le débit de gaz et la section totale de la colonne vide. Cette vitesse ne correspond pas à la vitesse réelle du gaz dans le lit qui est supérieure du fait d'une section de passage plus faible (présence des particules). La vitesse apparente est facile à utiliser car elle se calcule facilement à partir d'une mesure de débit.

On définit aussi d'autres grandeurs:

d: diamètre des particules assimilées à des sphères

: Viscosité dynamique du gaz

l: hauteur du lit

S: section du lit donc section de la colonne

et : Masses volumiques des particules et du gaz

C: constante donnée dans la littérature voisine de 160

ψ: facteur de forme (ψ = 1 pour des sphères); ce facteur correctif est introduit pour prendre en compte des formes de particules différentes.

: Porosité du lit; la porosité correspond à la fraction de vide et se définit comme le rapport entre le volume libre du lit et le volume total du lit. On a.

Dans l'état de fluidisation les particules sont soumises à leur poids, à la poussée d'Archimède et aux forces de frottement avec le gaz. Quand on atteint la vitesse minimale de fluidisation Umin, ces forces s'équilibrent.

On écrit l'expression du module F de la résultante du poids et de la poussée d'Archimède:



Le module Ffrott des forces de frottement subies par les particules correspond en fait au produit de la perte de charge du gaz à la traversée de la colonne et de la section S du lit (la perte de charge ΔP est égale à Ffrott / S). On montre que dans les cas habituels de fluidisation avec de fines particules, on a la relation suivante valable pour un régime laminaire:



Quand la vitesse du gaz augmente, seules les forces de frottement subies par les particules (elles ont naturellement tendance à tomber car le poids est supérieur à la poussée d'Archimède) augmentent. On finit par atteindre une vitesse telle que la relation suivante soit vérifiée:



On en déduit: 

Ce calcul est valable quand la section du lit reste très grande par rapport au diamètre des particules.

Il reste à expliquer pourquoi un tel régime est stable quand on dépasse cette vitesse minimale: on observe que la perte de charge ΔP est en effet constante.

L'expression de la vitesse du gaz est toujours donnée par la même expression littérale que pour la vitesse minimale car on a toujours la même relation entre les forces. Comme U augmente, le seul facteur qui change est le terme qui doit aussi augmenter pour vérifier l'égalité. On en déduit que ε augmente et par conséquent comme la masse de particules du lit et la section du lit sont constantes, le lit se dilate quand on augmente le débit du gaz.

Quand le débit du gaz est tel que la vitesse est supérieure à la vitesse limite de chute des particules dans le gaz au repos, l'égalité précédente ne peut plus s'établir: le phénomène perd sa stabilité et on assiste alors à l'entraînement des particules.

*- Vitesse minimale de fluidisation Umf*

La vitesse minimale de fluidisation correspond à la vitesse des gaz au moment ou les particules commencent à bouger et ne sont plus supportées par la voûte du réacteur.

Dans la littérature, cette vitesse s’écrit

 Pour Re< 10

dp: diamètre moyen des particules en m

ρs: densité du solide en Kg/m3

ρf: densité du fluide en Kg/m3

μf: viscosité dynamique en pl

Umf: vitesse minimale de fluidisation en m/s

Re: nombre de Reynolds

*- Vitesse maximale de fluidisation*

La vitesse maximale de fluidisation correspond à la vitesse pour laquelle les particules solides sont entraînées par le gaz ascendant.

Cette vitesse est donnée par les relations suivantes :

(1)  pour Re<0.2

(2)  pour 0.25< Re<1000

(3)  pour Re>1000

## c- Problèmes pratiques de la fluidisation

Dans la pratique quatre phénomènes sont fréquents dans le fonctionnement d'un lit fluidisé:

* le bullage: des bulles se forment dans la région de la grille de distribution de gaz au bas de la colonne, s'élèvent dans le lit, grossissent par coalescence et viennent finalement éclater en surface comme dans le cas d'un liquide à ébullition.

En réalité ce phénomène est très complexe et très étudié. La plupart des réacteurs fonctionnent sous ce régime.

* le pistonnage: le diamètre des bulles atteint cette fois des dimensions comparables à celles de la colonne. Il y a alternance dans le lit de passage de grosses bulles et de lit stable. La surface du lit se soulève et retombe de manière très régulière.
* le renardage: les particules s'accolent et créent des passages préférentiels pour le gaz.
* l'entraînement de particules: dans le cas d'un lit catalytique, l'érosion mécanique et les contraintes thermiques finissent par aboutir à la formation de particules plus fines même si initialement la distribution était uniforme. Ces particules peuvent donc être entraînées hors du lit.

En résumé les poudres qui se prêtent bien aux lits fluidisés ont les caractéristiques suivantes:

* solide très sec pour éviter l'agglomération des particules
* solide de diamètres entre 50 µm et 1 mm pour éviter l'agglomération des particules
* solide ayant une bonne résistance à l'attrition
* distribution de taille pas très importante (rapport de 15 entre les diamètres extrêmes)

V. 2. 4- Avantage et inconvénient de la fluidisation

La fluidisation apparaît aujourd’hui comme étant une technique fort prometteuse, vu ses aspects hydrodynamiques ou ses caractéristiques de transfert très favorables sur le plan énergétique. En plus, on une faible dégagement de substances toxiques par la combustion à une température relativement basse et donc suppression presque totale de l’élimination de l’azote et une investissement moins élevé que pour les autres techniques.

Mais n’empêche, elle présente quelques inconvénients

* L’existence des zones mortes ou mal fluidisées
* Les solides friables sont pulvérisés et entraînés par les gaz. Un dispositif de dépoussiérage est donc nécessaire à la sortie du réacteur. On note aussi que cette technique a un rendement moins élevé que les autres et la maîtrise moins poussée par rapport aux autres techniques.

Il y a toujours quelques réticences à abandonner un procédé maîtrisé pour l’inconnu. Il arrive, notamment, que les décisions cruciales de changement significatif et innovant de filière échoient à des personnes ayant acquis dans leur passé professionnel un savoir-faire technique important sur le procédé à remplacer. Elles sont donc, parfois, peu enclines à basculer vers un autre procédé qu’elles ne connaissent pas ou ne comprennent pas. Mais les exemples heureux de passage à la fluidisation, ou tout simplement le souhait de rester dans la course sans passer à côté d’une rupture technologique importante, conduisent ces mêmes décideurs à développe des programmes de recherche et développement dont les objectifs sont généralement de démontrer — ou d’infirmer — la faisabilité de la fluidisation pour une production donnée. Pour ceux qui, au contraire, auront fait le saut et capitalisent une première à l’échelle industrielle jugée satisfaisante, l’une des difficultés majeures qui se présentent à eux est l’extrapolation du procédé à un autre cas ou à une autre taille. En effet, les règles de l’art de l’extrapolation en fluidisation restent hautement empiriques (pour se contenter d’un euphémisme...). Ces heureux pionniers décident alors de comprendre de façon détaillée ce qui a permis le premier succès, et par conséquent conçoivent des programmes de recherche et développement. D’autres se contentent de expliquer l’existant à moindre risque et de juxtaposer des installations pour atteindre la production demandée.

*V. 2. 5-* Propriétés fondamentales de la fluidisation

Dans un réacteur à lit fluidisé, lorsqu’un courant ascendant de gaz traverse la couche des particules, on observe suivant la vitesse des gaz, trois phases différentes:

*i) Lit fixe*

A faible débit de gaz, les particules sont immobiles, la perte de charge ΔP que subit le gaz de fluidisation, en traversant le lit, augmente avec le débit. Cette perte de particules et exprime par le relation d’ERGUN.



Z : hauteur de la couche des particules

 : porosité du lit

ρg , μg: masse volumique et viscosité du gaz

Uf : vitesse du gaz

*ii) Lit fluidisé*

Les particules se mettent en mouvement lorsque la vitesse des gaz atteint la vitesse minimale de fluidisation (Umf)



MP: masse du produit dans le lit

S: section du réacteur

*iii) Lit entraîné*

Lorsque la vitesse des gaz dépasse la vitesse maximale de fluidisation, toute la couche de particules est entraînée hors du lit.

**V. 3- L’opération du mélange à l’échelle industrielle**

Plus généralement, de nombreux procédés industriels mettent en jeu des opérations de mélange de solides divisés (poudres ou matériau granulaire). On peut également citer les industries cosmétiques, pharmaceutiques, céramiques, agro-alimentaire, ciments, matières plastiques, industries phosphatiers … Dans l’industrie pharmaceutique, un comprimé est obtenu à partir du mélange d’un principe actif (sous forme cristalline, de sels ou d’hydrates) et d’excipients, adjuvants de compression, correcteurs de goût… L’industrie cosmétique cherche également à fabriquer des produits de maquillage par mélange d’une poudre siliceuse à des pigments et des agents texturants **[V. 14]**. Dans tous les cas, on cherche à obtenir un produit final homogène par mélange de plusieurs constituants.

Comme c’est le cas pour d’autres opérations unitaires mettant en jeu des solides divisés, les connaissances scientifiques de base sont encore insuffisantes pour expliciter clairement la phénoménologie du mélange, cela étant probablement le fait de la nature mésoscopique de ces milieux. Dans le cadre d’une approche systémique de cette opération, il est cependant possible de prendre en compte certains aspects dynamiques classiques (cinétique de mélange, distribution des temps de séjour, variation de la température...) en «génie des procédés» et de modéliser globalement l’opération. Enfin, il est nécessaire de considérer que la notion de qualité de mélange doit être intégrée au niveau de l’ensemble d’un procédé, la présence d’étapes induisant la ségrégation (transports, stockages...) pouvant faire évoluer l’homogénéité d’un mélange après sa sortie d’un mélangeur.

**V. 3. 1- Le rôle de mélange**

Les malaxeurs présentent l’avantage de pouvoir opérer avec des poudres dont la distribution granulométrique est très large, et de permettre une bonne distribution des liants très visqueux **[V. 15]**. Ceci est d’autant plus vrai dans le cadre de l’utilisation de mélangeurs à haut cisaillement qui se différencient des mélangeurs à faible cisaillement par une vitesse de rotation des mobiles très supérieure (>10 m.s-1). De nombreux types de malaxeurs sont utilisés industriellement **[V. 16]**. A l’échelle du laboratoire, en revanche, le type le plus souvent retenu est le mélangeur à mouvement planétaire, apprécié pour sa souplesse d’utilisation. Le rôle du malaxeur peut en fait être schématisé par la *figure V. 7*.



***Figure V. 7****. Rôle du malaxeur* ***[V. 17]***

Il a pour double mission (i) de *bousculer* l’ordre des constituants afin de former des volumes unitaires contenant chacun une partie homothétique des entités présentes dans la cuve et (ii) de les *rapprocher* afin de donner au matériau des propriétés homogènes.

**V. 3. 2. Les différents types des mélangeurs;**

Pour les milieux granulaires, il existe de nombreuses géométries de mélangeurs et de nombreux systèmes d’agitation (mélangeurs à pales, à vis, à haut cisaillement, à tambour, en lit fluidisé, en silo…). Les mouvements induits par ces appareils sont souvent trop «systématiques» pour permettre une bonne dispersion et un mélange à faible échelle d’une part et d’autre part, leur développement est toujours basé sur des méthodes intuitives. C’est pourquoi il y a un réel besoin de relier les caractéristiques des produits, les mécanismes de mélanges et le système d’agitation. Dans ce contexte, l’apport d’outils du *génie des procédés* comme les corrélations entre *nombres dimensionnels* devrait sans doute apporter une avancée considérable. De ce point de vue, les mélangeurs utilisés dans l’industrie sont de trois principaux types, selon que l’agitation est produite par un mobile interne (mélangeurs convectifs), par la rotation de la cuve (mélangeurs à tambour), ou bien encore par l’écoulement propre du matériau (mélangeurs statiques). On peut employer aussi bien des procédés de mélange en continu qu’en discontinu, le choix s’effectuant selon les contraintes de production classiques et l’usage des différents secteurs d’activité. Les règles de dimensionnement de ces appareils sont toutefois essentiellement basées sur l’empirisme et restent, dans une large mesure, l’apanage des constructeurs d’équipements.

Les mélangeurs industriels sont généralement de type mélangeur à chute libre (ou à retournement) qui consiste en une enceinte close qui tourne sur elle même selon un mouvement plus ou moins complexe, ou de type mélangeur malaxeur dans lequel les produits sont malaxés par des bras. Dans certaines conditions, essentiellement pour les poudres non cohésives, on observe non pas un mélange mais un «dé-mélange» (ségrégation) des constituants lors de cette opération. Les particules migrent dans des zones différentes du mélangeur en fonction de leurs caractéristiques (taille, densité, forme…). Cette ségrégation peut également se produire lors des manutentions ultérieures comme la vidange ou le transport.

Les mélangeurs sont caractérisés par les différents nombres adimensionnels (Nombre de Froude ou le Nombre de Puissance…), caractérisant ainsi les différents régimes du mélangeur, dans lesquels interviennent des caractéristiques d’écoulement du solide dans le mélangeur utilisé. Ainsi, la littérature est assez pauvre sur ce sujet, on peut cependant citer Miyanami **[V. 18]** et les corrélations de Sato et al. pour un mélangeur à tambour horizontal **[V. 19]**, ou à ruban, d’Entrop **[V. 20]** pour un mélangeur à vis, de Werther **[V. 21]** pour un lit fluidisé, … etc.

**V. 3. 3. mélange granulaire et l’écoulement;**

Le mélange des milieux granulaires est fortement dépendant des propriétés d’écoulement des constituants, elles mêmes liées directement aux caractéristiques des poudres, telles que:

* Distribution granulométrique: Ségrégation par la taille, les fines occupent les interstices laissés par les particules plus grosses. C’est pour cela que les grosses particules remontent à la surface d’un mélange lors de vibrations par exemple. Plus l’écart de taille entre les particules est grand, plus le phénomène de ségrégation est important.
* Densité vraie et apparente: comme dans le cas précédent, une différence de densité vraie entre les constituants est défavorable au mélange.
* Forme et propriétés de surface des particules: elles influent directement sur les caractéristiques d’écoulement des produits.
* Friabilité: la formation de poussière est gênante dans plusieurs procédés, le choix du mélangeur doit donc tenir compte de la friabilité des poudres.

**V. 4- Conclusion**

Si le chercheur dans le domaine industriel calcule et prévoit comment un mélange réactionnel va se comporter, il ne se préoccupe guère de la mise en œuvre des réactions et des procédés de synthèses, de transformations industrielles. L’ingénieur de procèdes adapte les réacteurs et les appareils aux réalités de la production en milieu industriel C’est moins un chercheur et beaucoup plus un ingénieur de construction. Dans le développement d’un procédé industriel, il effectue la suite logique des travaux entrepris par les chercheurs scientifiques.

[V. 1] P. Brenet, (2004), «Financer l’innovation», in L’innovation à l’ère des réseaux, ouvrage collectif sous la direction de RICHIR, SAMIER, Hermès Science.

[V. 2] J. Rajchenbach, Granular flows, Adv. Phys., 49 (2000) p. 229.

[V. 3] C. Voivret, Texture et comportement des matériaux granulaires à grande polydispersité, thèse, Montpellier 2 (2008).

[V. 4] [P. Trambouze](http://www.google.co.ma/search?hl=fr&sa=X&rlz=1W1SKPB_fr&q=inauthor:%22Pierre+Trambouze%22&ei=JGJwTOiXJIuQOKrtybAL&ved=0CA4Q9Ag), [J. P. Wauquier](http://www.google.co.ma/search?hl=fr&sa=X&rlz=1W1SKPB_fr&q=inauthor:%22Jean-Pierre+Wauquier%22&ei=JGJwTOiXJIuQOKrtybAL&ved=0CA8Q9Ag) , [Le développement des procédés de raffinage et de pétrochimie](http://books.google.co.ma/books?id=UPoxJUa1tBsC&printsec=frontcover&dq=inauthor:%22Pierre+Trambouze%22&source=bl&ots=Ke_dKVJdkE&sig=OveK9IxOy9O4mvFRZvu8P70Ilvk&hl=fr&ei=dmJwTP-aEY2UOKKYwIQL&sa=X&oi=book_result&ct=result&resnum=3&ved=0CA0Q6AEwAg) ,( 1975) p. 242.

[V. 2] H. Fauduet, Principes fondamentaux du génie des procédés et de la technologie chimique, Lavoisier TEC-DOC, Paris (1977).

[V. 3] S. Q. Li, J. H. Yan, R. D. Li, Y. Chi, K. F. Cen, Axial transport and residence time of MSW in rotary kilns Part II. Theoretical and optimal analyses. Powder Technology, 126 (2002) 217-227.

[V. 4] H. Henein, J.K. Brimacombe, A.P. Watkeson, The modelling of transverse solids motion in rotary kilns. Metallurgical Transactions B. 14 (1983) 207- 220.

[V. 5] J. Mellmann. The transverse motion of solids in rotating cylinders -forms of motion and transition behaviour, Powder Technology, 118 (2001) 251-270.

[V. 6] J. Lehmberg, M. Hehl, K. Schugerl. Transverse mixing and heat transfer in horizontal rotary drum reactors. Powder Technology, 18 (1977) 149-179.

[V. 7] N. Desco1ns, Outils de simulation des fours tournant dédiés â la pyrolyse de déchets modélisation dynamique du couplage transport de la charge — transfert de chaleur — réactions chimiques. Thèse de Doctorat de 1’EP de Toulouse (2003).

[IV. 8] J.P. Gorog, J.K. Brimacombe, T.N. ADAMS, Radiative heat transfer in rotary kilns, Metallurgical Transactions, 12B (1981) 55-70,.

[V. 9] J. Lehmberg, M. Hehl, K. Schugerl. Transverse mixing and heat transfer in horizontal rotary drum reactors. Power Technolpgy, 18 (1977) 149-179.

[V. 10] N. Descooins, outils de simulation des fours tournant dédiés à la pyrolyse de déchets: modélisation dynamique du couplage transport de la charge-transfert de chaleur – réaction chimique. These de Doctorat de l’INP de Toulouse (2003).

[V. 11] J. P. Gorog, J. K. Brimacombe, T. N. Adams, Radiative heat transfer in rotary kilns, Metallurgical transactions.

[V. 12] = [III. 60] Jocelym RAMAROSON

[V. 13] Techniques de l'ingénieur: articles relatifs à la fluidisation solide - gaz

[V. 14] A. *Barois*-*Cazenave,* P. Marchal, V. Falk, L. Choplin, Experimental study of powder rheological behaviour, Powder Technology, 103 (1) (*1999)* 58-64 (7).

[V. 15] P.C. Knight, Instone, T., Pearson, J.M.K, Hounslow, M.J. (1998). An investigation into the kinetic of liquid distribution and growth in high shear mixer agglomeration. Powder technology, 97, 246-257.

[V. 16] B. Castel. Mise en forme des solides, Procédés et appareils. Techniques de l’Ingénieur, traité Opération unitaires, 3 (1996) p. 382.

[V. 17] Y. Charonnat, (1999), Fabrication du béton hydraulique. Techniques de l’Ingénieur, C 2 225.

[V. 18] K. Miyanami, Mixing Powder Technology Handbook. Linoya – Gotoh – Higashitani éditeurs, NY, (1991) 595-612.

[V. 19] M. Sato, Y. Abe, K. Ishii, T. Yano, , J. Soc. Powder Technol. Jpn., 14 (1977) p.411.

[V. 20] W. Entrop, International Symposium on Mixing, (1978) 1-14, Mons.

[V. 21] W. Werther, Chem. Eng. Tech., 46 (1976) p. 339.