
Dispositifs expérimentaux de caractérisation des coulis

Le comportement rhéologique des coulis obtenus par cristallisation joue un rôle important pour le dimensionnement, à terme, de la boucle secondaire de transport du froid.

Afin de caractériser ce comportement, nous avons adopté une méthode *in-situ* basée sur une mesure de perte de charge. En effet, les viscosimètres classiques *ex-situ* introduisent un certain nombre d'incertitudes sur la mesure de la viscosité d'une suspension de cristaux. Celles-ci sont liées à des problèmes de fusion des cristaux soumis à un fort cisaillement, de stratification éventuelle conduisant à des inhomogénéités, ou bien de glissement des particules aux parois.

1. Principe du dispositif expérimental

Le dispositif expérimental est présenté sur la Figure 2.3-1. Les coulis, de glace ou d'hydrates, sont générés dans un réacteur à double enveloppe à surface brossée ①. Ils sont ensuite mis en circulation au moyen d'une pompe à engrenages, fournie par la société GOTEC® ②, et dont la fréquence d'entraînement est imposée grâce à un variateur de tension. Deux conduites cylindriques, de diamètres intérieurs $D = 0,016\text{ m}$ et $D = 0,0094\text{ m}$, sont placées en aval de deux régions d'établissement du régime. Ces conduites sont instrumentées de capteurs de pression différentielle et de sondes de température Pt 100 ($\pm 0,1^\circ\text{C}$) (T2, T3, T6, T7). L'étalonnage de ces sondes de température a été réalisé sur de la glace fondante.

La mesure du débit est effectuée à l'aide d'un débitmètre à effet Coriolis ③, adapté à des mesures sur fluides diphasiques liquide/solide.

Deux autres sondes de température Pt 100 sont situées dans le réacteur (T1) et en sortie de la pompe (T5). L'acquisition des données est réalisée à l'aide du logiciel LabVIEW®.

L'ensemble de l'installation est isolé avec de la mousse Insultube, de façon à limiter les transferts thermiques avec l'ambiance et la fusion des cristaux transportés dans la boucle.

Deux installations différentes sont présentées : la première permet des mesures de pertes de charge sur des conduites horizontales ; dans la seconde, les conduites sont disposées verticalement. Les différents éléments de ce dispositif sont décrits plus en détail ci-après.

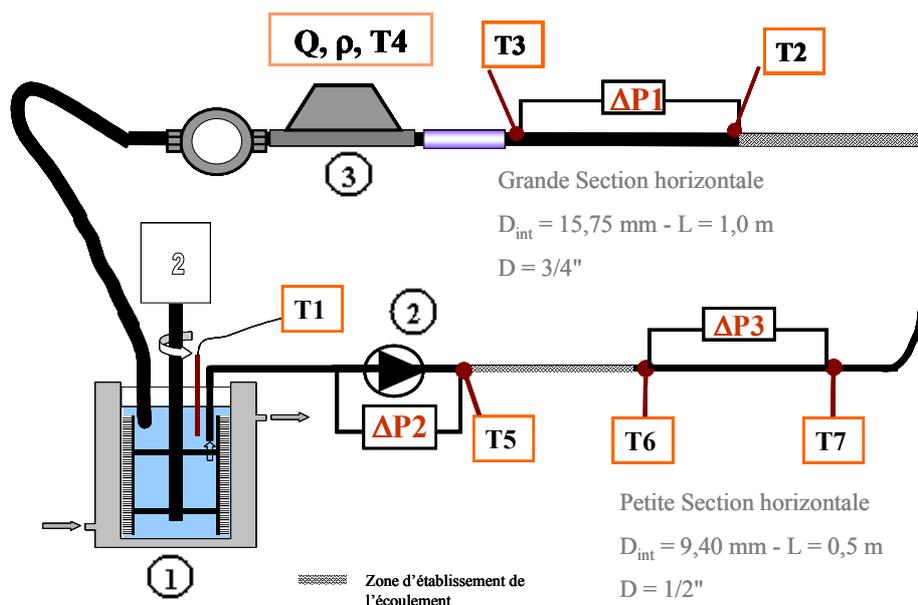


Figure 2.3-1 : Schéma du dispositif expérimental avec conduites horizontales

2. Génération de coulis

Les coulis sont créés par refroidissement de solutions liquides dans un réacteur à surface brossée.

2.1. Cryostat

Le refroidissement du réacteur double enveloppe se fait par circulation d'éthanol pur dans la double enveloppe. La température de l'éthanol est régulée à l'aide d'un cryostat HUBER « unistat control V3.7.1 » programmable (Figure 2.3-2). Il est alors possible d'imposer des plateaux de température, ainsi que des rampes de montée ou descente en température.



Figure 2.3-2 : Cryostat utilisé

Nous avons utilisé ce cryostat avec de l'éthanol pur. Dans ses propriétés sont récapitulées dans le Tableau 2.3-1.

	0 °C	2,3 kW
Puissance frigorifique (avec éthanol)	-20 °C	2,3 kW
	-40 °C	2,0 kW
	-60 °C	1,2 kW
	-80 °C	0,3 kW
Tmin		-85 °C
Tmax		+150 °C
Régulation de température		± 0,02 °C
Sonde de température		Pt100
Débit de la pompe	0,1 bar	20 l/min
	0,5 bar	15 l/min

Tableau 2.3-1 : Propriétés du cryostat utilisé.

▪ Réacteur à surface brossée

Le réacteur est en acier inoxydable et de géométrie cylindrique. Son diamètre intérieur est 125 mm et sa hauteur 250 mm. Sa capacité est alors de l'ordre de 3 litres.

Les parois du réacteur, qui sont les points les plus froids, sont le lieu privilégié de la cristallisation. Afin d'éviter une accumulation des cristaux sur ces parois et, par conséquent, la création d'une couche compacte isolante, la surface interne est brossée en permanence à l'aide des balais représentés sur la Figure 2.3-3.



Figure 2.3-3 : Balais « maison » utilisés pour le brossage des parois

Le système de brossage est une confection « maison » comportant trois balais (fournis par HeatCraft Refrigeration) fixés sur une armature en inox. Ceux-ci sont entraînés par un moteur, à une vitesse constante de l'ordre de 50 tr/min (± 2 tr/min).

3. Caractérisation du coulis : une méthode indirecte

La caractérisation rhéologique des coulis étudiés est faite par l'intermédiaire de mesures de débit et de pressions différentielles sur des écoulements en conduites cylindriques. Il s'agit donc d'une méthode *in-situ* qui nous permet réaliser des essais expérimentaux dans des conditions proches des conditions de fonctionnement réelles.

3.1. Mise en mouvement du fluide

Le fluide, prélevé dans le cristalliseur, est mis en mouvement à l'aide d'une pompe à engrenages spécialement développée pour les coulis de glace par la société GOTEC, partenaire du projet européen ICE-COOL.

Ce type de pompe est composé de deux roues dentées dont l'une, interne, est en rotation. A chaque tour, un petit volume de fluide (2 ml) est emprisonné entre les parties fixe et en rotation et acheminé à l'autre extrémité de la pompe (Figure 2.3-4).

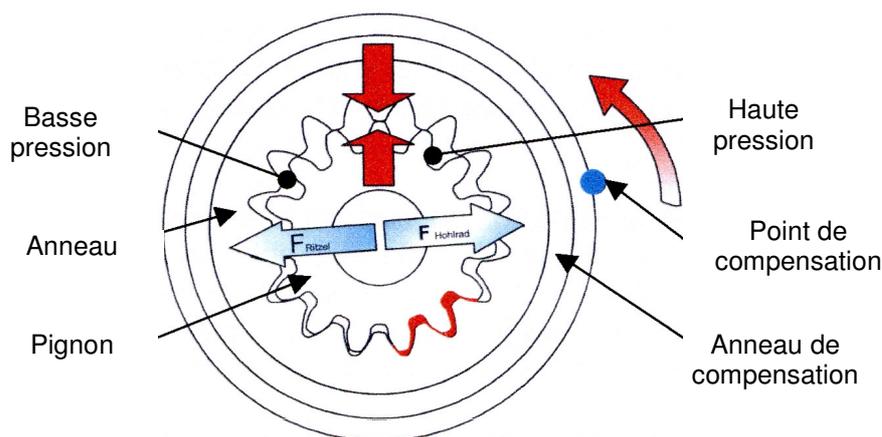


Figure 2.3-4 : Principe de fonctionnement d'une pompe à engrenages (GOTEC)

Le moteur de cette pompe est branché sur un variateur de fréquence pouvant balayer le domaine 0 - 50 Hz. Celui-ci nous permet de faire varier la vitesse de rotation de la pompe et, par conséquent, le débit de fluide circulant dans la boucle de mesure.

On peut alors imaginer que les cristaux, aussi bien d'hydrates que de glace, vont être broyés à la traversée de cette pompe, ce qui peut avoir un effet bénéfique sur la transportabilité du coulis.

3.2. Mesure de débit

3.2.1 Propriétés du débitmètre

Les mesures de débit sont réalisées à l'aide d'un débitmètre à effet Coriolis Série R de chez Micro Motion®. Ses conditions d'utilisation sont détaillées dans le Tableau 2.3-2.

Grandeur mesurée	Domaine de validité	Précision
Débit	0 – 500 l/h	± 0,03%
Température	0 – 125°C	± 0,03%
Masse volumique	0 – 1500 kg/m ³	± 0,03%

Tableau 2.3-2 : Propriétés du débitmètre Coriolis

La Figure 2.3-5 présente un schéma de ce débitmètre. Il s'agit d'un débitmètre massique. Le fluide, qui circule dans un tube en forme de trapèze (ou de U) sans obstacle, est mis en vibrations. Le principe est alors de mesurer la déformation de tube en U résultant de la mise en vibrations du fluide en écoulement.

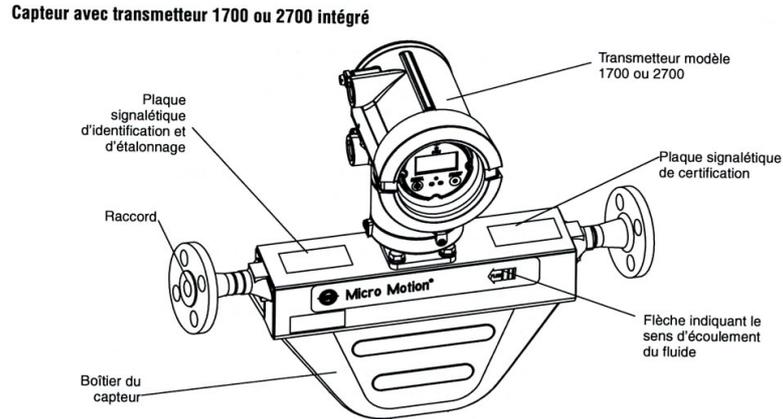


Figure 2.3-5 : Schéma du débitmètre Coriolis (notice d'utilisation)

3.2.2 Principe de fonctionnement du débitmètre

Le débitmètre Coriolis est un débitmètre massique. Le fluide traverse un tube en U qui est mis en vibration à la fréquence de 140 Hz, comme représenté sur la Figure 2.3-6a. Ce tube reçoit alors une poussée verticale dirigée vers le bas pendant la première demi-période, et vers le haut pendant la seconde demi-période. Cette réaction du fluide sur le tube en mouvement induit une torsion du tube.

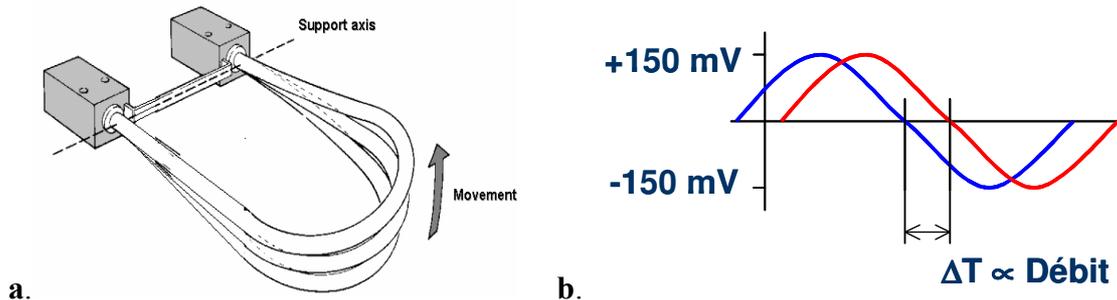


Figure 2.3-6 : Principe de fonctionnement du débitmètre Coriolis

On mesure alors le déphasage entre le signal d'entrée (vibration imposée au tube en U), et le signal de sortie, (force de torsion exercée par réaction du fluide sur le tube). Ce déphasage, représenté sur la Figure 2.3-6b, est directement proportionnel à l'inertie du fluide (masse et vitesse)

3.3. Conduites cylindriques

Les mesures de perte de charge sont réalisées sur deux conduites en inox d'épaisseur de 0,065'' que l'on notera par la suite Conduite 1/2 '' et Conduite 3/4 '', et dont les propriétés sont détaillées dans le Tableau 2.3-3.

Chaque conduite est instrumentée en entrée et en sortie de sondes de température Pt 100 ($\pm 0,1^{\circ}\text{C}$), et d'un capteur de pression différentielle de chez KELLER.

Chaque conduite est précédée d'une section permettant à l'écoulement de s'établir. On peut alors supposer que le profil de vitesse est invariant selon toute la longueur de la conduite étudiée. Cette condition est nécessaire pour accéder à une viscosité apparente à partir d'une

mesure de perte de charge. Les longueurs respectives de ces sections sont également données dans le Tableau 2.3-3. Elles ont été dimensionnées à l'aide de la formule empirique donnée en Eq. 2.3- 1 (Midoux, 1993). Les nombres de Reynolds maximaux autorisés pour que le régime soit établi dans les conduites de caractérisation sont également reportés dans le Tableau 2.3-3.

$$\frac{L}{D} = 0,0575 Re \quad \text{Eq. 2.3- 1}$$

Notation	Epaisseur de l'inox (m)	Diamètre interne (m)	Longueur (m)	Longueur de la section d'établissement amont (m)	Nombre de Reynolds maximal	Epaisseur de l'inox (m)	Capteur de pression différentielle
Conduite 3/4"	$1,65 \cdot 10^{-3}$	$15,8 \cdot 10^{-3}$	1,03	0,50	552	$1,65 \cdot 10^{-3}$	0 – 500 mbar
Conduite 1/2"	$1,65 \cdot 10^{-3}$	$9,4 \cdot 10^{-3}$	0,50	0,45	833	$0,09 \cdot 10^{-3}$	0 – 2 bar

Tableau 2.3-3 : Propriétés et instrumentation des conduites

4. Acquisition de données

Les grandeurs mesurées sont affichées sur une baie par l'intermédiaire d'afficheurs WEST. A l'aide d'une carte d'acquisition RS 232, elles sont également transmises au logiciel d'acquisition de données LabVIEW (Figure 2.3-7).

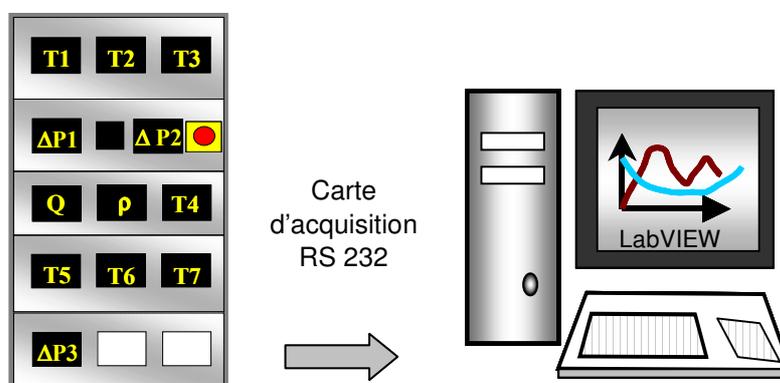


Figure 2.3-7 : Système d'acquisition de données

Ce logiciel permet le suivi en temps réel des différentes grandeurs mesurées et l'enregistrement des valeurs mesurées dans un fichier. En fonction de la rapidité des phénomènes à observer ; nous avons travaillé avec des pas d'acquisition compris varie entre 10 s et 120 s.

5. Dispositif expérimental avec conduites verticales

Un deuxième dispositif expérimental a été réalisé avec les mêmes éléments que celui décrit précédemment. En revanche, les conduites cylindriques de mesure de pertes de charge ont été disposées verticalement. Leurs caractéristiques restent celles explicitées dans le Tableau 2.3-3.

Dans ce dispositif, les conduites ne sont plus disposées en série, mais en parallèle, pour des raisons de puissance de pompe. Le choix de la conduite parcourue par le fluide se fait à l'aide de vannes disposées aux entrée et sortie de chaque branche. Ce dispositif est représenté sur la Figure 2.3-8.

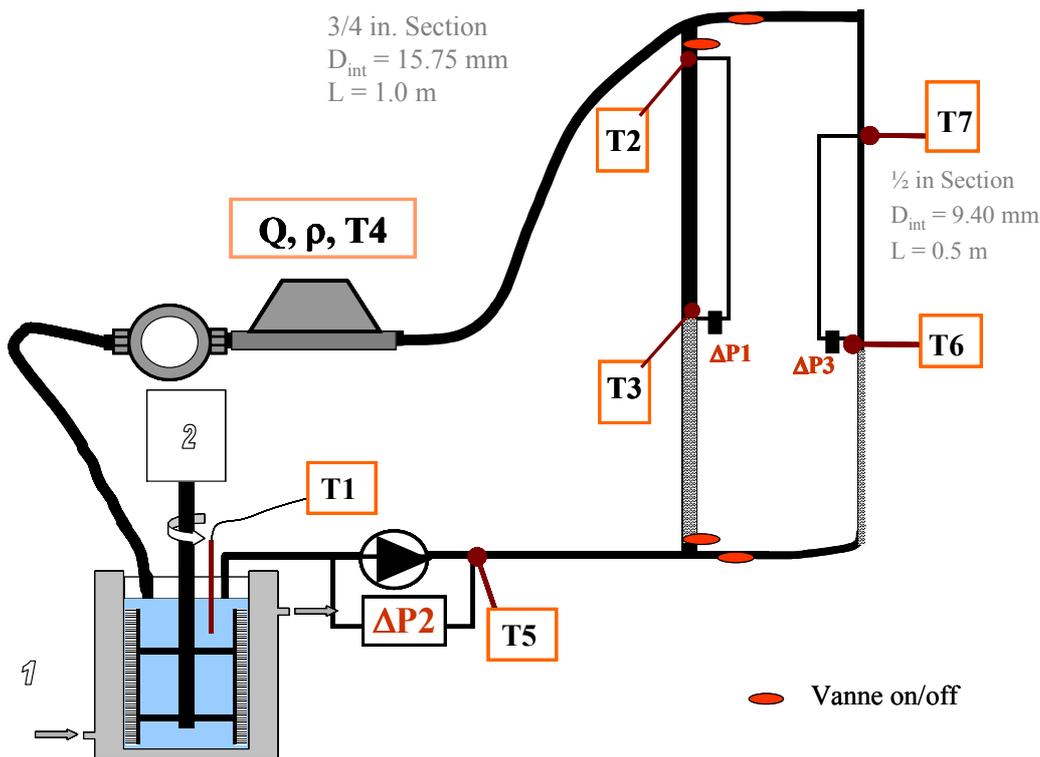


Figure 2.3-8: Schéma du dispositif expérimental avec conduites verticales

Nous avons élaboré ce deuxième dispositif expérimental en espérant nous affranchir des éventuels phénomènes de stratification dans les conduites. Cependant, nous n'avons pas pu exploiter les résultats dans la mesure où, dans ce cas, les fluctuations sur les mesures de pertes de charge sont très importantes.

Protocole expérimental

1. Etapes du protocole expérimental

Quel que soit le dispositif utilisé, à conduites horizontales ou verticales, le protocole expérimental est le suivant :

Etape :

1- Lancement du programme d'acquisition

2- Mise en route de la pompe et des balais

Pour tous les essais, la fréquence de rotation des balais est de 50 rpm.

3- Mise en route du cryostat

Un refroidissement progressif et lent de la solution est imposé. L'objectif est de réaliser la cristallisation tout en minimisant le phénomène de sursaturation, qui entraîne l'apparition très rapide d'une grande quantité de cristaux. Un refroidissement lent permet alors d'avoir accès à de très faibles teneurs en cristaux.

Dans un premier temps, la descente en température permet uniquement le refroidissement de la solution. Ensuite la cristallisation commence et le coulis se forme. Celui-ci s'enrichit alors peu à peu en cristaux.

4- Variation rapide du débit à température constante

Cette étape 4 est renouvelée pour différentes températures de coulis, c'est-à-dire différentes teneurs en cristaux d'hydrates.

Pour une température donnée, constante au cours de cette étape, la vitesse de rotation de la pompe est modifiée par paliers successifs. Ceux-ci sont d'amplitude 5 Hz et de durée de l'ordre de 35 s environ, de façon à balayer une gamme de fréquence comprise entre 5 et 50 Hz.

La perte de charge et le débit sont enregistrés en continu, avec une période d'acquisition de 5 s.

5- Arrêt du dispositif

2. Evolution des différentes grandeurs mesurées au cours d'un essai

Les Figure 2.4-1 et Figure 2.4-2 explicitent le déroulement d'un essai et l'évolution générale des différentes grandeurs mesurées. Elles correspondent à un essai réalisé avec une solution aqueuse de TBAB 35% (Solution aqueuse de fraction massique en TBAB $x_0=0,35$).

Sur la Figure 2.4-1 sont représentées les températures mesurées dans le réacteur (T1), ainsi que les températures moyennes dans les deux conduites définies de la manière suivante :

$$T_{moy3/4''} = \frac{T_2 + T_3}{2}$$

$$T_{moy1/2''} = \frac{T_6 + T_7}{2}$$

Le début de la cristallisation est repéré par le saut de température au temps $t = 7100$ s. Ce saut de température est très légèrement différé lorsque l'on se déplace dans le sens de l'écoulement du fluide (Observé sur T1, puis $T_{moy1/2''}$, puis $T_{moy3/4''}$).

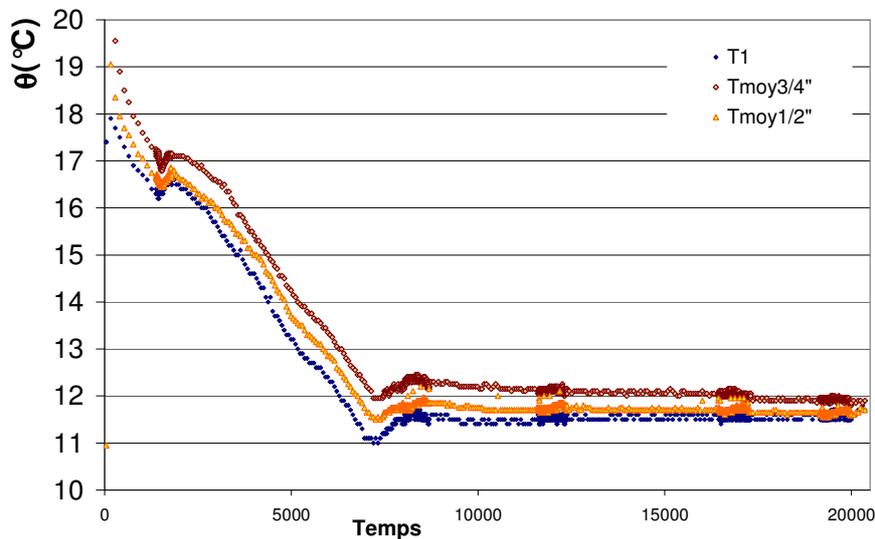


Figure 2.4-1 : Evolution de la température en différents points de la boucle au cours d'un essai.

La Figure 2.4-2 représente, quant à elle, l'évolution du débit (imposé par l'utilisateur) et des pertes de charge dans les conduites de diamètres 3/4" et 1/2" au cours du même essai.

Encore une fois, la cristallisation des premiers hydrates est facilement repérable à la forte augmentation de la perte de charge ($t = 7100$ s) dans chaque conduite. De plus, au fur et à mesure que le coulis s'enrichit en cristaux d'hydrates, les pertes de charge mesurées augmentent pour un débit constant. La viscosité des coulis augmente donc progressivement avec la teneur en particules solides.

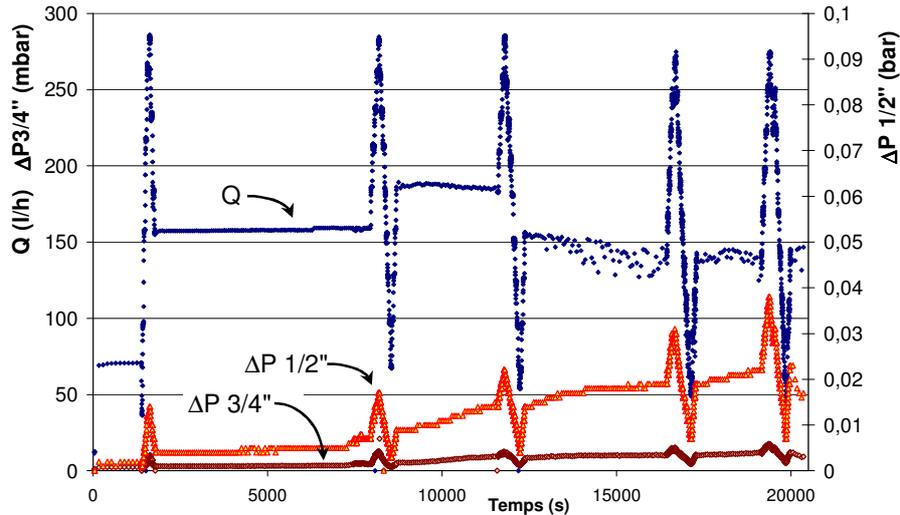


Figure 2.4-2 : Evolution du débit et des pertes de charge dans chaque conduite au cours d'un essai

Les pics de débit et de pressions différentielles qui apparaissent sur cette Figure 2.4-2 correspondent aux étapes 4 décrites dans le protocole expérimental. Le déroulement de l'une de ces étapes 4 est détaillé sur la Figure 2.4-3, sur laquelle sont tracées les courbes d'évolution du débit volumique, des températures moyennes, et des pertes de charge dans chaque conduite au cours du temps. On vérifie tout d'abord que la température moyenne dans chaque conduite reste bien constante au cours de cette étape.

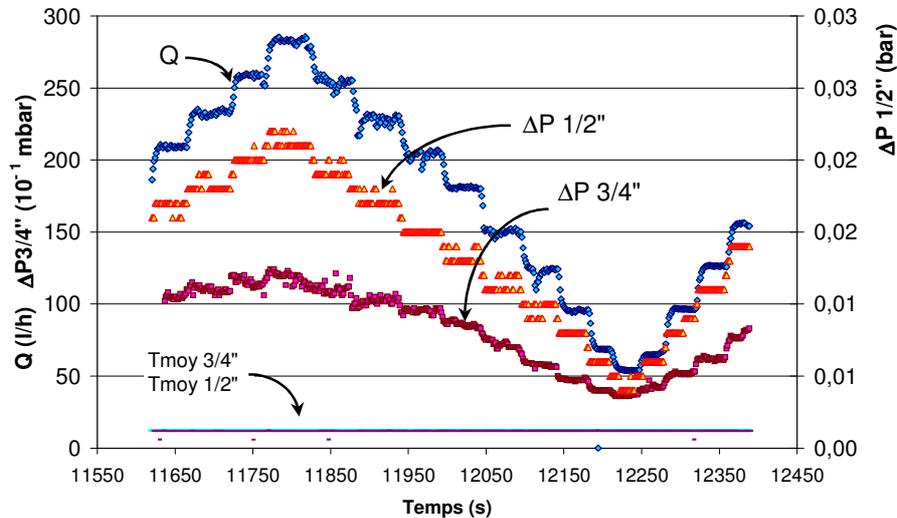


Figure 2.4-3 : Evolution de la température, du débit et de la perte de charge au cours de l'étape 4 du protocole expérimental

Ensuite, lorsque l'on fait varier le débit, les pertes de charge dans chaque conduite varient également. Elles sont d'autant plus importantes que le débit est important. Ce type de données nous permettra, par la suite, de tracer l'évolution de la perte de charge en fonction du débit pour différentes températures et, par conséquent, différentes concentrations en cristaux.

Les valeurs retenues pour les débits et pertes de charge sont les valeurs moyennes obtenues au milieu de chaque plateau.

