



HAL
open science

Étude de la rhéologie de poudres de bois en vue de leur valorisation énergétique

Florent Thevenon

► **To cite this version:**

Florent Thevenon. Étude de la rhéologie de poudres de bois en vue de leur valorisation énergétique. Génie des procédés. Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, 2021. Français. NNT : 2021EMAC0017 . tel-03617291

HAL Id: tel-03617291

<https://theses.hal.science/tel-03617291v1>

Submitted on 23 Mar 2022

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



THÈSE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

délivré par

IMT – École Nationale Supérieure des Mines d'Albi-Carmaux

présentée et soutenue par

Florent THEVENON

le 30 novembre 2021

Titre :

Etude de la rhéologie de poudres de bois en vue de leur valorisation énergétique

École doctorale et discipline ou spécialité :

MEGEP : Génie des Procédés et de l'Environnement

Unités de recherche :

Centre RAPSODEE, UMR CNRS 5302, IMT Mines Albi
LITEN/DTCH/SCPC/Laboratoire Réacteurs et Procédés, CEA Grenoble

Directeur de thèse :

Alain DE RYCK, Professeur, IMT Mines Albi

Autres membres du jury :

Véronique FALK, Professeure, Université de Lorraine, Rapporteur
François PUEL, Professeur, Université Paris Saclay, Rapporteur
Olivier BONNEFOY, Professeur, EMSE, Président
Capucine DUPONT, Senior Lecturer, IHE Delft, Examinatrice
Muriel MARCHAND, Ingénieure de Recherche, CEA Grenoble, Examinatrice
Thierry MELKIOR, Ingénieur de Recherche, CEA Grenoble, Examinateur



Etude de la rhéologie de poudres de bois en vue de leur valorisation énergétique

Study of the rheology of wood powders for the purpose of energy recovery

Dirigée par : Pr. Alain de Ryck (RAPSODEE)

Et encadrée par : Dr. Thierry Melkior et Dr. Muriel Marchand (CEA Liten)

Ce travail de recherche a été cofinancé par l'Agence De l'Environnement et de la Maîtrise de l'Énergie (ADEME) et le Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives (CEA)

A mon oncle Jo

REMERCIEMENTS

Il y a des jours que l'on aimerait pouvoir filmer dans leur intégralité pour être certain d'en conserver les moindres détails. Dans mon cas, le jour de la soutenance de thèse en est assurément un, comme l'aboutissement de trois années de travail. Ce mémorable moment a été possible grâce au concours de nombreuses personnes que je tiens à remercier ici.

En tout premier lieu, je remercie vivement mes encadrants de thèse. Thierry, il n'est pas possible de te dire tout ce que je te dois en seulement quelques lignes, mais, comme tu me l'as souvent dit, je serai synthétique. Tout d'abord, je te remercie de la confiance et de l'autonomie que tu m'as accordées tout au long de cette thèse, et auparavant lors de mon stage de fin d'étude. J'ai beaucoup appris à tes côtés sur le fond et la forme de la recherche. Je te suis sincèrement reconnaissant du temps que tu as pris à écouter mes oraux et relire mes écrits. Si je suis satisfait de cette thèse aujourd'hui, c'est en grande partie grâce à toi. J'adresse également tous mes remerciements à Muriel. J'ai beaucoup apprécié nos discussions, en particulier sur le pilote IRIS. Merci également pour ta bonne humeur et ton soutien quotidien qui réconfortent quand la thèse nous fait douter. Et enfin, mais non des moindres, je te suis reconnaissant de toute l'aide que tu m'as apportée sur le plan administratif, qui n'est pas simple à gérer dans un organisme de recherche aussi important que le CEA...

Je souhaite exprimer toute ma gratitude à Alain. Je vous remercie pour nos discussions scientifiques passionnantes et pour vos conseils précieux. Bien qu'Albi soit loin de Grenoble, je tiens à saluer votre grande réactivité et disponibilité tout au long de ces trois ans. Enfin, je vous remercie sincèrement pour votre accueil lors de mes deux séjours à RAPSODEE.

J'adresse toute ma reconnaissance aux membres du jury : M. Olivier Bonnefoy qui a présidé ce jury, Mme Véronique Falk et M. François Puel qui ont rapporté cette thèse, et Mme Capucine Dupont. Je vous remercie pour vos examens attentifs de ces travaux de thèse et vos nombreuses remarques constructives. Les discussions que nous avons eues à l'issue de la présentation ont été très riches, et ont permis d'améliorer ce manuscrit.

Je remercie le CEA et l'ADEME d'avoir financé ce travail de thèse. Participer aux journées doctorales de l'ADEME restera un très bon souvenir, pour les rencontres que ces journées permettent et l'ouverture intellectuelle qu'elles procurent. Au sein de l'ADEME, je remercie M. Bruno Gagnepain, Mme Aïcha El Khamlichi et Mme Aurélie Bichot d'avoir assuré le suivi de ces travaux, et Mme Valérie Pineau et Mme Maguy Favrelière, de la cellule Thèse, pour leur aide administrative et leur grande disponibilité.

J'ai pris beaucoup de plaisir à travailler au labo biomasse du CEA LITEN, dans une ambiance très humaine et chaleureuse. Je présente mes remerciements à toute l'équipe pour son accueil et les discussions riches et variées, scientifiques ou non. Ces trois années en votre compagnie resteront pour moi de très bons souvenirs. Je remercie en particulier toutes les personnes impliquées de près ou de loin dans mes travaux, qui m'ont apporté une aide précieuse. Je remercie Laurent, chef du laboratoire, qui a permis que ces travaux soient menés dans les meilleures conditions possibles. J'adresse mes sincères remerciements à : André,

Remerciements

Maguelone, Elvira, Hary, Nicolas (merci pour le broyage !), Boris, Sylvie, Thierry C., Julien, Seb, Michael, Françoise, Gilles, Snoop, Anne, Geert, Bruno, H el ene, Maria, Marine, Guillaume, Philippe, Serge, Marc, Isabelle, Pierre, Thomas, Olivier, Christian. J'esp ere n'avoir oubli e personne...

Je remercie  galement les membres du laboratoire RAPSODEE pour leur accueil lors de mes deux s ejours. Je garderai un tr es bon souvenir de ces deux passages. Je remercie bien  videmment Bharath Devulapalli Venkata et G oknur Esra Hasbay pour leurs tr es bons travaux de stage. Le chapitre III de ce manuscrit vous est d edi e.

J'adresse toute ma gratitude   M. Sylvain Salvador pour les discussions que nous avons eues lorsque j' tais alors jeune  tudiant ing nieur. Elles ont  t e les  l ements d eclencheurs de mon introduction dans l'univers de la recherche sur la conversion thermochimique de la biomasse. Pour cela, je lui en suis extr emement reconnaissant.

J'adresse  galement mes remerciements   M. Nicolas Gondrexon, M. Giovanni Ghigliotti et Mme Isabelle Pernin Wetzel pour la confiance qu'ils m'ont accord e lors de mes enseignements dans le master G enie des Proc ed es et des Bioproc ed es de l'Universit e Grenoble Alpes. Cette exp erience p edagogique m'a  t e tr es enrichissante.

Ces trois ann ees de th ese ont permis de belles rencontres. Ce paragraphe est d edi e aux « non-permanents » du labo, que j'ai eu le bonheur de c otoyer, et qui sont devenus des amis : Maria, Cl ement, Tilia, Carolina, Morgane, Oscar,  mile, Lucie, Victor, Hala, Elie. J'ai une pens ee  galement pour ceux dont le s ejour fut plus bref, lors de stages ou d'int erims. Merci pour les pauses caf e, les repas au H  , les sorties au bar et au restau, les sessions de grimpe, les balades dans les massifs grenoblois, les concerts, les soutiens mutuels,...

Je tiens   remercier mes amis qui, sans forc ement s'en rendre compte, ont  t e des soutiens essentiels   la r ealisation de cette th ese. Ainsi, je remercie mes colocs de la Bajati ere (merci d'avoir rendu les confinements moins p enibles ;)) : Matthieu, Hugo, Geoff, Julie et ceux qui se sont succ ed e plus rapidement. Je garderai  galement de bons souvenirs des repas hebdomadaires rue L eon Jouhaux avec Teddy, Sarah, Ange, Hadrien et Tim. Je remercie  galement mes amis des Mines venus   Grenoble : Geoffrey, Alex, Ana is et Pauline. J'ai   ce moment-l a une pens ee pour les Saka et nos retrouvailles annuelles. Je termine par remercier mes amis de Saint-Etienne (et de Lyon !) pour tous les bons moments pass es ensemble depuis d ej a plus d'une dizaine d'ann ees et ceux   venir : Simon, Matthieu, Fanny, Thibaut, Ya elle, Marine, Ga etan, Lisa, Marcelline.

Enfin, et SURTOUT, un IMMENSE merci   mes parents, mon fr ere, ma s œur et ma grand-m ere pour leur soutien ind efectible, condition sine qua non de la r eussite de cette th ese.

Bonne lecture...

SOMMAIRE

Remerciements	i	
Sommaire	iii	
Table des Figures	v	
Liste des tableaux	xi	
Liste des abréviations et acronymes	xii	
Nomenclature	xiii	
Introduction générale	1	
Chapitre I	État de l'art	5
1. La biomasse		7
2. Mécanique du milieu granulaire		18
3. Caractérisation des poudres		31
4. Facteurs d'influence sur l'écoulement des poudres		42
5. Procédés		49
6. Conclusion		75
Chapitre II	Production et caractérisation des poudres de bois	77
1. Matériels et méthodes		80
2. Étapes de prétraitement détaillées		98
3. Bilans globaux en énergie et en matière		112
4. Caractérisation des poudres produites		119
5. Conclusion et perspectives du chapitre		134
Chapitre III	Comportement mécanique des poudres de bois sous faibles contraintes	137
1. Matériels et méthodes		139
2. Coefficient dynamique de frottement		144
3. Essais d'arrêt et de reprise du cisaillement		147
4. Relaxation et fluage des poudres sous faibles contraintes		149
5. Conclusion et perspectives du chapitre		171
Chapitre IV	Injection des poudres de bois à l'échelle pilote	173
1. Matériels et méthodes		175
2. Études préliminaires		185
3. Influence du remplissage de la trémie supérieure		191
4. Influence de la morphologie des particules		196
5. Coulabilité de la poudre		205
6. Essai de gazéification en réacteur à flux entraîné		215

7. Conclusion et perspectives du chapitre	217
Conclusion générale et perspectives	219
Bibliographie	225
Annexes	235
Annexe I – Fiches de caractérisation des poudres	236
Annexe II A – Calcul des contraintes normale et tangentielle d’une mesure de cisaillement en cellule de Schulze.....	244
Annexe II B – Table de données thermochimiques des gaz de combustion et de torréfaction...	245
Annexe II C – Données utilisées pour le calcul des besoins en ressource.....	246
Annexe II D – Propriétés d’écoulement des poudres de bois	249
Annexe III A – Paramètres d’ajustement pour décrire la relaxation de la contrainte tangentielle et le fluage du lit de poudre.....	252
Annexe IV A – Convergence statistique lors des essais avec IRIS	256
Annexe IV B – Signal de puissance de la vis	257
1. Détermination de la gamme d’étude de la fréquence de rotation du moteur de la vis	257
2. Oscillations du signal de puissance.....	258
Abstract.....	b
Résumé	b

TABLE DES FIGURES

Figure 1 – Exemples de biomasses lignocellulosiques. De haut en bas et de gauche à droite : plaquettes de bois, bois B, paille de blé, miscanthus.	8
Figure 2 - Schéma des étapes clés de la conversion biochimique de la biomasse lignocellulosique en bioéthanol. Extrait de la thèse de Z. Menana [9].	10
Figure 3 - Chaîne de production de biocarburants à partir de biomasse lignocellulosique (projet BioTfuel)[14].	11
Figure 4 - Schémas d'un réacteur de gazéification à flux entraîné [17].	12
Figure 5 - Vue en coupe transversale d'un tronc d'arbre [19].	14
Figure 6 - Structure multi-échelle du bois de résineux [19].	15
Figure 7 - Polymères constituant la biomasse lignocellulosique [22].	16
Figure 8 - Modes de fissure à l'échelle cellulaire (a) pour des bois peu denses, (b) pour des bois denses. Adapté de [24].	17
Figure 9 - Ordre de grandeur des forces inter partielles et de gravitation entre deux grains sphériques en fonction de leur diamètre. Les lignes en pointillés indiquent des contacts avec présence d'aspérités à la surface des grains (0.1 μm) [30].	19
Figure 10 - Expérience du patin glissant sur le sol. T désigne la force de traction et N le poids du patin. ...	21
Figure 11 - Vue schématique d'un tas de sable en équilibre. Extrait du cours Sciences et Technologies des Poudres, IMT Mines Albi [36].	22
Figure 12 - Interprétation physique du paramètre I en termes de temps de confinement et de temps de déformation. Extrait de [37].	23
Figure 13 - Cube autour d'un point M d'arête a.	24
Figure 14 - Écoulement de matière le long de l'axe x.	25
Figure 15 - Rupture le long d'un plan de cisaillement. Extrait du cours Sciences et Technologies des Poudres, IMT Mines Albi [36].	26
Figure 16 - Contrainte de cisaillement τ au cours du cisaillement, selon l'état initial de l'échantillon. A: Sur-consolidé, C : à l'état critique, B : sous-consolidé. Adapté de [41].	27
Figure 17 - Procédure de Jenike pour construire le lieu cinématique de rupture avec une cellule de cisaillement annulaire [44].	28
Figure 18 - Cercles de Mohr obtenus à partir d'un lieu de cinématique de rupture linéaire [41].	29
Figure 19 – Quelques exemples de forme de particules de biomasse [46].	31
Figure 20 - Diamètres de Féret maximal, F_{max} , et minimal, F_{min} , d'une particule [48].	33
Figure 21 - Dimensions caractéristiques d'une particule de biomasse. l désigne la longueur de la particule, et b correspond au diamètre de la particule [51].	34
Figure 22 - Angle de repos en fonction de la taille des particules pour des biomasses agricoles : SS = paille de soja, CS = paille de blé, RS = paille de riz, et RH = coque de riz [77].	42
Figure 23 - Valeur de l'indice d'Hausner en fonction de la fraction massique de trois classes granulométriques (A) $d=550 \mu\text{m}$ (B) $d=400 \mu\text{m}$ et (C) $d=225 \mu\text{m}$ pour du marc de café [76].	44
Figure 24 - Courbes calculées à partir des modèles Sandwich de Zimmermann et 3 points de Meyer et exprimant l'intensité des forces de Van der Waals en fonction de la taille des nanoparticules, pour une poudre constituée de particules micrométriques [84].	45
Figure 25 - Particules de pin après passage au broyeur à marteaux [70].	45
Figure 26 - Intensité des forces de Van der Waals en fonction de la taille des aspérités de surface calculée à partir des modèles de Rumpf, d'Eber et de Zimmermann (modèle Sandwich) [84].	47
Figure 27 - Schéma de fonctionnement d'un broyeur à couteaux [98].	49
Figure 28 - Broyeur vibrant avec des barres d'aluminium.	50
Figure 29 - Comparaison de la consommation énergétique d'un broyeur à couteaux et d'un broyeur à marteaux [107]. Axe de gauche : Energie de broyage ($\text{kJ.kg}^{-1}\text{DM}$). Axe de droite : Rapport entre énergie de broyage et énergie contenue dans la biomasse (%).	51
Figure 30 - Influence du taux d'humidité de la biomasse entrante sur la consommation énergétique du broyeur [105]. Taux d'humidité H. H1 = 5 %, H2 = 10 %, H3 = 15 %, H4 = 20 %	52
Figure 31 - Fonctions d'écoulement pour 8 poudres de biomasse. C = Broyeur à couteaux, H = Broyeur à marteaux [62].	53
Figure 32 – Changements chimiques dans la biomasse à différentes températures de séchage et de torréfaction. Extrait de [113].	55
Figure 33 - Energie de broyage de plaquettes d'épicéa et de hêtre torréfiées à différentes intensités [119]. ...	56
Figure 34 - Particules de biomasse observées au microscope. (A) Poudre brute, (B) Poudre torréfiée à 300°C pendant 4.5 minutes et (C) Poudre torréfiée à 340°C pendant 4.5 minutes [123].	58

Figure 35 - Vue simplifiée du mécanisme de broyage de la biomasse brute et de la biomasse torréfiée. D'après Bergman et al. [112].	59
Figure 36 - Granulométrie des particules après broyage avec broyeur à couteaux (C) et broyeur à marteaux (H) pour du charbon (Charcoal), de l'épicéa (Spruce), de l'épicéa torréfié (Torrefied) et du roseau alpiste (RCG) [62].	60
Figure 37 - Fonctions d'écoulement de poudres de résineux torréfiés à différentes intensités [83].	61
Figure 38 - Évolution du débit massique de décharge d'une poudre en fonction de sa durée de stockage préalable [134]. Légende : Les symboles a, b et c et I, II et III correspondent respectivement à différents échantillons de charbon et paille de riz, de différentes morphologies.	62
Figure 39 - Lock-hoppers [136].	63
Figure 40 - Vanne rotative d'injection [137].	64
Figure 41 - Vis d'injection [67].	64
Figure 42 - Contrainte verticale appliquée sur la poudre de calcaire lors de sa mise sous pression à 30 bars, calculée en différents points : 1 à 5 [140].	66
Figure 43 - Injection de gaz de pressurisation dans un lock-hopper [139].	67
Figure 44 - Profils d'écoulement : (a) Écoulement en masse, (b) Écoulement en noyau et (c) Écoulement en noyau avec des zones mortes dans la partie basse de la trémie. Extrait du cours Sciences et Technologies des Poudres, IMT Mines Albi [36].	70
Figure 45 - Vue schématique d'un système d'injection de biomasse avec lock-hopper et vis d'injection, à l'échelle laboratoire [152].	71
Figure 46 - Surfaces de contact du matériau compris dans un pas de vis : (a) cinq surfaces et (b) deux régions. Extrait de [165].	73
Figure 47- Photo du four de torréfaction CENTORRE (Dominique GUILLAUDIN/CEA (Malverpix No Comment Studio)).	82
Figure 48 - Temps de séjour des plaquettes de bois $t_{s\text{éjour}}$ en fonction de la vitesse de rotation de l'arbre central du four ω_{arbre} .	84
Figure 49 - Schéma de l'installation CENTORRE, incluant la postcombustion et l'échangeur thermique.	85
Figure 50 - Description schématique de la postcombustion et de l'échangeur thermique.	86
Figure 51 - Broyeur à couteaux Forplex. Extrait de la thèse de C. Vanneste-Ibarcq [3].	87
Figure 52 - a) Vue externe du broyeur vibrant et b) vue interne de la chambre de broyage remplie avec les corps broyants.	88
Figure 53 - Principe de mesure du module X-Jet du Camsizer XT' (extrait de la documentation technique).	89
Figure 54 - Tambour rotatif et dispositif d'analyse Revolution [3].	91
Figure 55 - Exemple de mesure de l'angle d'avalanche.	91
Figure 56 - Présentation globale du dispositif expérimental de cisaillement annulaire de Schulze (adaptée de la norme de Schulze).	93
Figure 57 - Cellule de cisaillement de Schulze.	93
Figure 58 - Lieu cinématique de rupture, données expérimentales et ajustement avec la relation de Warren-Spring. Le point de préconsolidation, les deux cercles de Mohr décrivant la contrainte de clé de voûte f_c et la contrainte principale maximale σ_1 , la cohésion c et l'angle de frottement interne Φ sont représentés. Poudre de bois torréfié grossière. Contrainte de préconsolidation : $\sigma_c = 2.7$ kPa.	96
Figure 59 - Équipements du FT4. De gauche à droite : Hélice, tête de cisaillement, piston, disque rugueux.	97
Figure 60 - Photos des plaquettes de bois brut (à gauche) et des plaquettes de bois torréfié (à droite).	100
Figure 61 - Bilans de masse et d'énergie de la torréfaction. Les rendements en espèces condensables sont obtenus en bouclant les bilans.	101
Figure 62 - Débit massique des gaz secs de torréfaction en sortie de four $Q_{m\text{gaz secs}}$. Moyenne sur les deux jours de torréfaction T1 et T2.	102
Figure 63 - Bilan énergétique net de la torréfaction. Comparaison entre la puissance apportée par la combustion du gaz naturel et la puissance nécessaire pour chauffer le solide et l'eau et évaporer l'eau. T1 : Jour 1 de la torréfaction ; T2 : Jour 2 de la torréfaction.	103
Figure 64 - Bilan énergétique de la postcombustion.	106
Figure 65 - Indices de broyage, net et total, pour le broyage de bois brut et de bois torréfié au broyeur à couteaux avec une grille de 5 mm (BC – 5 mm) et au broyeur vibrant (BV). Note : les valeurs retenues pour le broyage au broyeur vibrant ne prennent pas en compte le broyage préalable au broyeur à couteaux.	110
Figure 66 - Flux de matière (sur base sèche) et d'énergie dans les trois chaînes de production considérées ; DG : Séchage + Broyage au broyeur à couteaux, DTG : Séchage + Torréfaction + Broyage au broyeur à couteaux et DGV : Séchage + Broyage au broyeur à couteaux + Broyage au broyeur vibrant.	112
Figure 67 - Coût énergétique de production d'une tonne de poudre sèche pour chacune des chaînes de	

préparation considérées. DG : Séchage + Broyage au broyeur à couteaux, DTG : Séchage + Torréfaction + Broyage au broyeur à couteaux, DTG+Hi : Séchage + Torréfaction + Broyage au broyeur à couteaux avec Intégration énergétique et DGV : Séchage + Broyage au broyeur à couteaux + Broyage au broyeur vibrant. (tdp = ton on a dry basis).....	113
Figure 68 –Flux de matière (sur base sèche) et d'énergie dans la chaîne de production DTG+Hi : Séchage + Torréfaction + Broyage au broyeur à couteaux, avec Intégration énergétique.	116
Figure 69 - Besoins en plaquettes de bois humides (taux d'humidité de 52 % sur base humide) pour produire une tonne de poudre de bois sèche et pour alimenter la chaudière, pour les trois configurations considérées. La courbe indique la part de bois à brûler en chaudière pour la configuration B uniquement. H désigne le taux d'humidité.....	118
Figure 70 - Observations au stéréomicroscope des particules de bois. a-b : Raw5, c-d : Tor5, e-f : RawVib.	120
Figure 71 - Distribution volumique cumulée du diamètre minimal d des particules des poudres Raw5, Tor5 et RawVib, après tamisage à 1 mm.	121
Figure 72 - Facteur d'aspect AR des particules en fonction de leur diamètre minimal d. Poudres : Raw5, Tor5 et RawVib, après tamisage à 1 mm.	122
Figure 73 - Distribution volumique cumulée du facteur d'aspect AR des particules. Poudres : Raw5, Tor5 et RawVib, après tamisage à 1 mm.	123
Figure 74 – Surface des particules des poudres Raw5 et Tor5 observées au microscope électronique à balayage avec trois grossissements différents : x80, x250 et x800.	125
Figure 75 - Surface des particules de la poudre RawVib observée au microscope électronique à balayage avec deux grossissements différents : x80 et x800.....	126
Figure 76 - Distribution en nombre cumulée de : a) l'angle d'avalanche θ_{av} et b) du temps entre deux avalanches successives t_{av} des poudres : Raw5, Tor5 et RawVib, après tamisage à 1mm.	126
Figure 77 - Photos de la poudre avant une avalanche. a) Raw5, b) Tor5, c) RawVib.	128
Figure 78 - Fonctions d'écoulement de la poudre de bois torréfié Tor5, obtenues grâce à la cellule de Schulze et grâce au rhéomètre FT4.	129
Figure 79 - Fonctions d'écoulement des poudres de bois : Raw5, Tor5 et RawVib. Grande cellule de Schulze.....	130
Figure 80 - Contrainte tangentielle τ_s et hauteur relative Δh du couvercle de la cellule. Expérience menée avec la poudre Raw5. Contrainte de pré consolidation : $\sigma_c = 10.5$ kPa.	131
Figure 81 - Lieu cinématique de rupture adimensionnel de la poudre Raw5. Grande cellule de Schulze. ...	132
Figure 82 - Lieu cinématique de rupture adimensionnel de la poudre Tor5. Grande cellule de Schulze.....	132
Figure 83 - Lieu cinématique de rupture adimensionnel de la poudre RawVib. Grande cellule de Schulze.	133
Figure 84 - Synthèse comparative des principales caractéristiques des poudres tamisées (Raw5, Tor5 et RawVib) et de leur coût respectif (en énergie et en matière). Les données de ce graphique sont normalisées par les données correspondant à la poudre Raw5. * Le coût énergétique ne prend pas en compte l'énergie électrique requise pour le tamisage et la rotation du four de torréfaction. ** Les données sont celles du scénario DTG+Hi.	134
Figure 85 - Chaînes de production des poudres étudiées dans le chapitre III.....	139
Figure 86 - Exemple d'un essai d'arrêt et de reprise du cisaillement. Le coefficient dynamique de frottement μ est tracé en fonction du temps t. Dans cet exemple, les temps de repos t_{repos} sont successivement : 1 s, 3 s, 10 s, 30 s, 60 s et 100 s.....	141
Figure 87 - Organisation des essais de relaxation de la poudre Tor5. Grande cellule.	142
Figure 88 - Procédure V1. Évolution de la contrainte tangentielle τ (courbe noire) et de la hauteur du lit de poudre h (ou changement relatif de volume de poudre $\Delta V/V$) (courbe bleue) en fonction du temps. Avant le temps de maintien de la contrainte de cisaillement (« hold »), l'échantillon est cisailé à vitesse constante. La dernière partie est réalisée en déchargeant le système. Poudre : Tor5, $\sigma = 1.8$ kPa. Grande cellule.....	143
Figure 89 - Lieu d'écoulement dynamique de la poudre de bois brut, Raw1. $\omega = 7.3$ mrad.s ⁻¹ . Les symboles correspondent aux points expérimentaux.....	144
Figure 90 - Écart entre la valeur maximale τ_{max} et la valeur minimale τ_{min} de la contrainte tangentielle enregistrée pendant 55s. Poudre : Raw1. $\omega = 7.3$ mrad.s ⁻¹	145
Figure 91 - Lieu d'écoulement dynamique de la poudre de bois brut, Raw1. Contrainte normale σ croissante. Les symboles correspondent aux points expérimentaux.....	146
Figure 92 - Écart entre le coefficient dynamique de frottement μ avant et après le temps d'arrêt du cisaillement t_{repos} . Grande cellule.	147
Figure 93 - Relaxation de la contrainte tangentielle (courbes noires) et de la compaction du lit de poudre (courbes bleues) lors de la phase « hold ». Poudre : Tor5. Grande cellule et petite cellule de Schulze. L'ajustement des données expérimentales est tracé en trait pointillé rouge.....	149

Figure 94 - Relaxation de la contrainte tangentielle $\Delta\tau$ en fonction du temps t , pour différentes contraintes normales, et différents états du lit. Poudre : Tor5. Grande cellule. Note : les courbes expérimentales sont organisées comme la légende.	151
Figure 95 – Tassement du lit de poudre Δh en fonction du temps t , pour différentes contraintes normales, et différents états du lit. Poudre : Tor5. Grande cellule.	152
Figure 96 - Facteur pré logarithmique C_τ en fonction de la contrainte appliquée sur le lit σ . Grande cellule.	153
Figure 97 - Facteur pré logarithmique C_h en fonction de la contrainte appliquée sur le lit σ . Grande cellule.	154
Figure 98 - Relaxation de la contrainte tangentielle après 30 min, C_τ/σ , en fonction de la déformation du lit après 30 min normalisée par la hauteur de la cellule, $C_h/h_{cellule}$. Rond noir : Grande cellule, Triangles bleus : petite cellule. État initial du lit lâche.	156
Figure 99 - Évolution temporelle a) du coefficient dynamique de frottement et b) de la déformation du lit de poudre lors de la phase de maintien de la contrainte tangentielle, et c) de la déformation du lit lors de la compression œdométrique. $\sigma = 10.5$ kPa. Procédure V1.	158
Figure 100 - Exemple d'évaluation du tassement du lit lors d'un réarrangement soudain de particules δh (en rouge) et entre deux réarrangements Dh (en bleu). Poudre : Tor5, $\sigma = 10.5$ kPa. Grande cellule. Procédure V1.	160
Figure 101 - Exemple d'un tassement en deux étapes du lit. Le tassement du lit au cours d'une étape est encadré par les croix bleues. Le rond bleu indique la vitesse maximale de tassement. Le tassement global du lit est encadré par les carrés verts, et la hauteur moyenne du lit est indiquée par un carré vert. Poudre : Tor5. $\sigma = 1.8$ kPa. Grande cellule. Procédure V0.	161
Figure 102 - Tassement du lit lors d'un réarrangement δh en fonction du temps écoulé depuis le début du fluage, en l'absence de contrainte tangentielle. $\sigma = 5.3$ kPa.	162
Figure 103 - Tassement du lit entre deux réarrangements Dh en fonction du temps écoulé depuis le début du fluage, en l'absence de contrainte tangentielle. $\sigma = 5.3$ kPa.	163
Figure 104 – a) Tassement du lit du lit lors d'un réarrangement δh_m et b) Tassement du lit entre deux réarrangements Dh_m en fonction de la contrainte normale appliquée σ	164
Figure 105 - a) Tassement du lit du lit lors d'un réarrangement δh_m et b) Tassement du lit entre deux réarrangements Dh_m en fonction de la contrainte normale appliquée σ	164
Figure 106 – En ordonnées : tassement moyen du lit δh_m durant un réarrangement. En abscisses : tassement moyen du lit entre deux réarrangements Dh_m . $\sigma = 1.0$ kPa. État du lit lâche ou dense.	165
Figure 107 - Nombre de réarrangements consécutifs de grains $N_{réarrangements}$ observés pendant 20 minutes de fluage du lit de poudre en fonction de la porosité moyenne du lit ϵ . L'état initial du lit est soit lâche, soit dense.	166
Figure 108 - Tassement du lit lors d'un réarrangement δh en fonction du tassement du lit depuis le précédent réarrangement Dh . Grande cellule. Procédure V1. Légende : Rond marron : Tor5, carré rouge : Tor1, triangle jaune : Raw5, losange vert : RawVib, hexagone violet : Raw1 fine. Les ronds et traits noirs indiquent respectivement les valeurs moyennes et écarts-type, pour chaque poudre.	168
Figure 109 - Tassement moyen du lit entre deux réarrangements $\langle Dh_m \rangle$ en fonction du diamètre d_{90} de la poudre. Procédures V1 et V0.	169
Figure 110 - Tassement moyen lors d'un réarrangement $\langle \delta h_m \rangle$ en fonction du diamètre d_{90} de la poudre. Procédures V1 et V0.	170
Figure 111 - Chaînes de production des poudres étudiées dans le chapitre IV.	175
Figure 112 - Installation expérimentale d'injection de poudre à échelle pilote IRIS.	177
Figure 113 - Synoptique de l'installation IRIS. Note : les dimensions ne sont pas à l'échelle.	177
Figure 114 - Vis sans fin GERICKE.	178
Figure 115 - Vue schématique et photo d'un injecteur. Note : l'anneau visible autour de l'injecteur sur la photo est indépendant du tube. Il est présent pour des raisons pratiques. Extrait de [3].	178
Figure 116 - Graphique type issu de l'exploitation d'un essai IRIS. Exemple présenté pour la poudre Tor5Vib.	180
Figure 117 - Vue schématique du système d'injection du réacteur à flux entraîné GIROFLE.	181
Figure 118 - Photo du système d'injection du réacteur à flux entraîné GIROFLE.	182
Figure 119 - Photo de la vis sans fin de GIROFLE. Extrait de [3].	182
Figure 120 - Compressibilité des poudres étudiées en fonction de la contrainte normale σ	187
Figure 121 - Vue schématique et dimensions de la trémie supérieure IRIS utilisées pour les calculs réalisés avec SiloStressTool. Note : l'échelle n'est pas respectée.	187
Figure 122 - Contrainte normale σ estimée à différentes hauteurs H dans la trémie supérieure. Poudre : Raw1. Remplissage initial : 4.46 kg.	188
Figure 123 - Contrainte normale σ estimée au niveau de la vis Gericke en fonction du volume de poudre V_{poudre} dans la trémie supérieure (TS). Le volume de la section verticale inférieure est indiqué en trait continu violet.	189

Figure 124 - Vue schématique et dimensions d'un lock-hopper de GIROFLE utilisées pour les calculs réalisés avec SiloStressTool. Note : l'échelle n'est pas respectée.	190
Figure 125 - Contrainte verticale exercée par la poudre le long de l'axe vertical du lock-hopper. Poudre : Tor5. $m = 6.2$ kg.	190
Figure 126 - Variation relative du débit massique d'injection $\Delta Q_m/Q_m0$ en fonction de la masse de poudre m_i initialement présente dans la trémie. Q_m0 correspond au débit massique mesuré pour la masse de poudre testée la plus faible. En trait pointillé : valeurs estimées à partir des mesures de compressibilité. $\omega_{vis} = 31$ rpm.	191
Figure 127 - Écart-type des fluctuations S_{fluc} en fonction de la masse de poudre m_i initialement présente dans la trémie. $\omega_{vis} = 31$ rpm.	193
Figure 128 - Puissance nette P_{nette} requise par la vis en fonction de la contrainte normale σ . Poudre : Tor5Vib. $\omega_{vis} = 31$ rpm.	194
Figure 129 - Puissance nette P_{nette} requise par la vis en fonction de la contrainte normale σ . $\omega_{vis} = 31$ rpm.	196
Figure 130 - Energie requise pour injecter un kilogramme de poudre $E_{inj,nette}$ en fonction de la contrainte normale σ	198
Figure 131 - Energie nette requise pour l'injection d'un kilogramme de matière en fonction de : a) diamètre médian des particules d_{50} et b) du facteur d'aspect médian AR_{50}	198
Figure 132 - Débit volumique d'injection Q_v en fonction de la vitesse de rotation de la vis ω_{vis} . La contrainte normale estimée σ est 0,45 kPa.	200
Figure 133 - Rendement volumique de la vis η_v en fonction de la vitesse de rotation de la vis ω_{vis} . La contrainte normale estimée σ est 0.45 kPa.	201
Figure 134 - Rendement volumique moyen de la vis $\eta_{v,m}$ en fonction de l'étendue des distributions de diamètre et de longueur des particules (span).	202
Figure 135 - Écart-type des fluctuations S_{fluc} exp en fonction de l'inverse du débit massique $1/Q_m$. La contrainte normale estimée σ est 0.45 kPa.	203
Figure 136 - Puissance requise par la vis et masse injectée au cours du temps. Poudres : a) Tor5Vib, b) RawVib2, c) Tor1, d) Raw5 e) Raw1 et f) Tor5. Contrainte normale $\sigma \sim 0.45$ kPa. Le régime stable est indiqué par des croix rouges. La période de calcul de la puissance à vide est indiquée par des croix vertes.	205
Figure 137 - a) Puissance nette P_{nette} et b) masse de poudre injectée m au cours du temps t pour différents volumes de remplissage de la poudre Raw1. Les cassures des voûtes sont signalées par des symboles. Le symbole X correspond aux voûtes rompues d'elles-mêmes, le symbole - correspond à la voûte cassée manuellement.	207
Figure 138 - Longueur de cohésion en fonction de la contrainte normale σ . Valeurs mesurées pour 2.7 kPa $< \sigma < 10.5$ kPa. Valeurs extrapolées pour $\sigma < 2.7$ kPa.	209
Figure 139 - Débit massique d'injection au cours du temps. Poudre : Tor5. Volume initial $V = 38$ L. Vitesse de rotation de la vis : $\omega_{vis} = 25$ tr.min ⁻¹ . Moyenne glissante sur 1 minute.	210
Figure 140 - a) Distribution volumique de diamètre d , et, b) distribution volumique de facteur d'aspect AR , des poudres Tor5 et Tor5Vib.	212
Figure 141 - Débit massique d'injection au cours du temps. Poudre : Tor5Vib. Volume initial $V = 69$ L. Vitesse de rotation de la vis : $\omega_{vis} = 18$ tr.min ⁻¹ . Moyenne glissante sur 1 minute.	213
Figure 142 - Débit massique d'injection au cours du temps. Poudre : Tor5Vib. Volume initial $V = 63$ L. Vitesse de rotation de la vis : $\omega_{vis} = 25$ tr.min ⁻¹ . Moyenne glissante sur 1 minute. Note : les instabilités du débit sont dues à un problème mécanique sur la vis d'injection.	214
Figure 143 - Rendements en gaz majoritaires $Q_{v,gaz}$ exprimés en Nm ³ produit par kg de biomasse sèche et sans cendre (kgdaf) au cours de l'essai. Seuls les gaz majoritaires (H_2 , CH_4 , CO et CO_2) sont indiqués.	216
Figure 144 - Convergence statistique du débit massique moyen $Q_{m,moyen}$ et de l'écart-type des fluctuations S_{fluc} . Poudre : Tor5Vib. Pas de temps d'exploitation des fichiers $tp = 20$ s.	256
Figure 145 - Puissance totale à vide P_{tot} requise par le moteur de la vis d'injection, en fonction du temps t . Les symboles triangle noir indiquent la valeur moyenne, et les barres d'erreur indiquent l'écart-type, en fonction de la fréquence de rotation du moteur $f_m = 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 99$ Hz.	257
Figure 146 - Puissance totale à vide P_{tot} au cours du temps pour différents pas de temps d'acquisition des données. Pas de temps d'exploitation = 20 s. Les courbes 0.5 s et 2 s sont espacées arbitrairement de ± 20 W pour faciliter la lecture graphique.	258
Figure 147 - Puissance nette P_{nette} requise par la vis lors de l'injection de Tor5Vib au cours du temps pour différentes vitesses de rotation de la vis. Pas de temps d'exploitation = 20 s. Les courbes sont espacées arbitrairement de 10 W pour faciliter la lecture graphique.	259
Figure 148 - Puissance nette P_{nette} au cours du temps pour différentes poudres, $f_m = 20$ Hz. Pas de temps d'exploitation $tp = 20$ s. Les courbes sont arbitrairement espacées de 20 W pour améliorer la lecture	

Table des figures

du graphique.	260
--------------------	-----

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 - Avantages et inconvénients d'un RFE [16].....	13
Tableau 2 - Descripteurs morphologiques.	34
Tableau 3 - Avantages et inconvénients des techniques d'analyse granulométrique.....	35
Tableau 4 - Signification physique de la valeur de la fonction d'écoulement.....	40
Tableau 5 - Géométrie des cellules de cisaillement disponibles. Extrait de la norme de Schulze.....	94
Tableau 6 - Contraintes normales de pré consolidation et contraintes normales choisies pour les essais de cisaillement avec la cellule annulaire de Schulze, grande cellule.	95
Tableau 7 - Paramètres opératoires en fonction du temps de séjour des plaquettes dans le sécheur.....	98
Tableau 8 - Coût énergétique de séchage, total et net, en fonction du temps de séjour.	99
Tableau 9 - Caractéristiques granulométriques, chimiques et thermiques du bois brut et du bois torréfié.	100
Tableau 10 - Coût énergétique de la torréfaction, total et net.	104
Tableau 11 - Gaz provenant du four de torréfaction. Valeurs moyennes sur les deux jours de torréfaction.	105
Tableau 12 - Quantité de gaz dans la postcombustion déterminée à partir du débit d'entrée de gaz naturel (associé à du méthane) et du débit d'entrée d'air. PC = Postcombustion.	106
Tableau 13 - Paramètres opératoires pour l'opération de broyage au broyeur à couteaux.	108
Tableau 14 - Coût énergétique de broyage, total et net, avec le broyeur à couteaux pour le bois brut et le bois torréfié.	108
Tableau 15 - Coût énergétique de broyage du bois brut, net et total, avec le broyeur vibrant pour le bois brut et le bois torréfié.	111
Tableau 16 - Gaz issus du four de torréfaction et entrant dans la postcombustion, dans le scénario DTG+Hi.	115
Tableau 17 - Quantité de gaz estimé dans la postcombustion à partir du débit d'entrée de gaz naturel (associé à du méthane) et du débit d'entrée d'air, dans le cas du scénario DTG+Hi. PC = Postcombustion.....	115
Tableau 18 - Tableau comparatif des descripteurs retenus pour caractériser l'écoulement des poudres en tambour tournant.	127
Tableau 19 - Caractéristiques des particules et du lit des poudres étudiées.	140
Tableau 20 - Masse volumique du lit de poudre. Grande et petite cellules.....	157
Tableau 21 - Caractérisations morphologiques des poudres d'étude. d = diamètre, l = longueur, AR = facteur d'aspect.....	176
Tableau 22 - Dimensions de la vis sans fin GERICKE.	178
Tableau 23 - Dimensions de la vis de GIROFLE.	183
Tableau 24 - Propriétés des poudres testées avec l'installation IRIS.	186
Tableau 25 - Angle minimal de stabilité, ou angle de repos dynamique, mesuré en tambour tournant. La valeur retenue est la médiane de 150 avalanches.	204
Tableau 26 - Coefficient de la fonction d'écoulement FFC, obtenu à partir du lieu cinématique de rupture adimensionnel.....	206
Tableau 27 - Essais d'injection de la poudre Tor5 dans les lock-hoppers de GIROFLE.....	210
Tableau 28 - Coefficients a et b pour le calcul de la capacité thermique molaire des principaux gaz considérés dans ce manuscrit.	245
Tableau 29 - Configuration A : plaquettes de bois humides (52% d'humidité sur base humide).	246
Tableau 30 - Configuration B : Plaquettes de bois sèches (11 % d'humidité sur base humide).....	247
Tableau 31 - Configuration C : Plaquettes de bois torréfié (perte de masse de 11 %).	247
Tableau 32 - Propriétés d'écoulement des poudres Raw5, Tor5 et RawVib, mesurées avec la grande cellule de Schulze.	249
Tableau 33 - Propriétés d'écoulement des poudres Raw1, Tor1 et Raw1 fine mesurées avec la grande cellule de Schulze.	250
Tableau 34 - Propriétés d'écoulement des poudres Tor5Vib, Tor5 et RawVib2 mesurées avec le rhéomètre FT4.....	251
Tableau 35 - Paramètres d'ajustement utilisés pour décrire la relaxation de la contrainte tangentielle. Lorsque les essais sont répétés, la valeur indiquée correspond à la valeur moyenne et la valeur indiquée entre parenthèses indique l'écart maximal entre les répétabilités.....	252
Tableau 36 - Paramètres d'ajustement utilisés pour décrire la déformation du lit de poudre. Lorsque les essais sont répétés, la valeur indiquée correspond à la valeur moyenne et la valeur indiquée entre parenthèses indique l'écart maximal entre les répétabilités.....	254

LISTE DES ABRÉVIATIONS ET ACRONYMES

ADEME : Agence De l'Environnement et de Maitrise de l'Energie
ATEX : ATmosphère EXplosive
CEA : Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives
CI: Carr Index
DEM: Méthode des Éléments Discrets
FFC: Flow Function Coefficient
GC-FID: Gas Chromatography – Flame Ionization Detection
GENEPI: Gasification Equipment for New Energy dedicated to a Platform of Innovation
HR : Hausner Ratio
IRIS : Injection gRavitaire de bIomaSse
LITEN : Laboratoire d'Innovation pour les Technologies des Energies nouvelles et les Nanomatériaux
LH : Lock-Hopper
LRP : Laboratoire Réacteurs et Procédés
MEB : Microscope Electronique à Balayage
ONRB : Observatoire National des Ressources en Biomasse
PC : Postcombustion
PCI : Pouvoir Calorifique Inférieur
PCS : Pouvoir Calorifique Supérieur
RAPSODEE : Recherche d'Albi en génie des Procédés des Solides Divisés, de l'Energie et de l'Environnement
RFE : Réacteur à Flux Entraîné
RFID : Radio Frequency Identification
SEC : Specific Energy Consumption
TS : Trémie Supérieure de l'installations IRIS
UYS: Unconfined Yield Strength
 μ GC: Micro-Gas Chromatography

NOMENCLATURE

Notation	Désignation	Unité usuelle
Lettres latines		
AR	Facteur d'aspect des particules (<i>Aspect ratio</i>)	-
AR ₅₀	Facteur d'aspect médian des particules	-
c	Cohésion	Pa
C _p	Capacité thermique massique	J.kg ⁻¹ .K ⁻¹
C _{p,m}	Capacité thermique molaire	J.mol ⁻¹
Dh	Tassement du lit entre deux réarrangements de particules	µm
d	Diamètre des particules	µm
d ₁₀	Diamètre pour lequel 10% des particules ont un diamètre inférieur	µm
d ₅₀	Diamètre médian des particules	µm
d ₉₀	Diamètre pour lequel 90% des particules ont un diamètre inférieur	µm
E	Consommation énergétique	kWh.t ⁻¹
e _{plaquette}	Épaisseur d'une plaquette	mm
f _c	Contrainte de clé de voûte	Pa
F _i	Débit molaire de l'espèce i	mol.h ⁻¹
Fluc	Fluctuations du débit massique	%
g	Constante de pesanteur	m.s ⁻²
h	Hauteur du lit de poudre	mm
h _{lit,plaquettes}	Hauteur du lit de plaquettes de bois	m
H _{vap}	Enthalpie de vaporisation de l'eau	MJ.kg ⁻¹
h _{cellule}	Hauteur de la cellule de cisaillement de Schulze	mm
L _{cellule}	Largeur de la cellule de cisaillement de Schulze	mm
l	Longueur de cohésion	cm
L _{plaquette}	Longueur d'une plaquette	mm
l _{plaquette}	Largeur d'une plaquette	mm
L _{sécheur}	Longueur du tapis du sécheur	m
l _{sécheur}	Largeur du tapis du sécheur	m
m	Masse de poudre	kg
N _{réarrangements}	Nombre de réarrangements consécutifs de grains pendant 20 minutes de fluage	-
n	Indice de Warren-Spring	-
P _i	Puissance. La lettre i indique la référence	kW
Q _m	Débit massique moyen	kg.h ⁻¹
Q _{v,i}	Débit volumique. La lettre i indique la référence	Nm ³ .h ⁻¹
r _{av}	Linéarité de surface après une avalanche	-
rpm	Rotations par minute	
S _{cellule}	Section transversale de la cellule de cisaillement	m ²
S _{fluc}	Ecart-type des fluctuations	%
Span	Étalement de la distribution granulométrique	-
T	Résistance à traction	Pa
T _i	Température. La lettre i indique la référence	°C
T _{PC}	Température de la postcombustion	°C
T _{torrefaction}	Température de la torréfaction	°C

Nomenclature

t	Temps	s
t_{av}	Temps entre deux avalanches consécutives	s
tms	Tonne de matière sur base sèche	t
tmh	Tonne de matière sur base humide	t
tps	Tonne de poudre sur base sèche	t
t_p	Pas de temps pour l'exploitation des résultats IRIS	s
t_{repos}	Temps de repos lors des tests d'arrêts et de reprise du cisaillement	s
$t_{séjour}$	Temps de séjour	s
V	Volume	m^3 ou L
$V_{cellule}$	Volume interne de la cellule de cisaillement	m^3

Lettres grecques

δh	Tassement du lit lors d'un réarrangement de particules	μm
ϵ	Porosité du lit de poudre	-
η_v	Rendement volumique de la vis	-
μ	Coefficient dynamique de frottement	-
Θ_{av}	Angle d'avalanche	°
Θ_{repos}	Angle de repos	°
$Q_{vrac,plaquettes}$	Masse volumique des plaquettes de bois en vrac	$kg.m^{-3}$
Q_{lit}	Masse volumique du lit de poudre	$kg.m^{-3}$
$Q_{particule}$	Masse volumique des particules	$kg.m^{-3}$
$Q_{aérée}$	Masse volumique aérée	$kg.m^{-3}$
Q_{comp}	Masse volumique compactée	$kg.m^{-3}$
σ	Contrainte normale	Pa
σ_c	Contrainte de preconsolidation	Pa
σ_1	Contrainte principale maximale	Pa
τ	Contrainte tangentielle	Pa
$\tau_{p,m}$	Contrainte tangentielle de preconsolidation moyenne	Pa
τ_p	Contrainte tangentielle de preconsolidation de l'essai	Pa
τ'_s	Contrainte tangentielle corrigée	Pa
τ_s	Contrainte tangentielle mesurée	Pa
φ_e	Angle de frottement interne	°
ω_{arbre}	Vitesse de rotation de l'arbre central du four CENTORRE	$rad.s^{-1}$ ou rpm
$\omega_{cellule}$ (ou ω_{cell})	Vitesse de rotation de la cellule de cisaillement	$rad.s^{-1}$ ou rpm
ω_{vis}	Vitesse de rotation de vis d'injection	$rad.s^{-1}$ ou rpm

Introduction générale

Les énergies renouvelables représentent environ 17 % de la consommation finale brute d'énergie en France en 2019, d'après les chiffres du Service des Données et Études Statistiques (SDES) [1]. Cette proportion est amenée à augmenter dans les prochaines années, dans un effort de lutte contre les émissions de gaz à effets de serre. La biomasse, c'est-à-dire l'ensemble de la matière organique d'origine végétale ou animale, est la source d'énergie renouvelable la plus exploitée actuellement en France. La biomasse est principalement valorisée sous forme de chaleur, mais elle peut également être valorisée sous forme d'électricité et de biocarburants. Les biocarburants de première génération sont produits grâce à des procédés biologiques et chimiques comme la fermentation pour la production d'éthanol ou la transestérification pour la production de diesel. Ces biocarburants sont contestés car ils sont produits à partir de cultures destinées traditionnellement à l'alimentation, comme la betterave, le blé, le maïs... Les recherches actuelles se concentrent sur la production de biocarburants de deuxième génération, produits à partir de biomasse lignocellulosique, et de troisième génération, produits à partir de microalgues.

La production de biocarburants de deuxième génération est possible via un procédé thermochimique, la gazéification, suivie d'une synthèse chimique des molécules d'intérêt comme le diméthyléther (DME), le diesel ou encore le kérosène. Le procédé de gazéification se déroule entre 800 °C et 1500 °C (selon la technologie de réacteur), jusqu'à des pressions de 50 bars et en défaut d'oxygène. La biomasse est convertie en un gaz de synthèse combustible constitué principalement d'hydrogène (H₂) et de monoxyde de carbone (CO), qui sont les « briques élémentaires » pour l'étape de synthèse qui suit (par exemple la synthèse de Fischer Tropsch). Une technologie de gazéifieur, les réacteurs à flux entraîné (RFE), nécessite de traiter la biomasse sous forme de poudre. En effet, le temps de séjour des particules dans le réacteur est court, ainsi, les particules doivent être les plus fines possibles pour être converties dans leur intégralité. Or les poudres fines sont fortement cohésives à cause de la présence de forces inter particulaires. De plus, les particules de bio ressources sont fibreuses et peu denses ce qui provoque des problèmes récurrents d'écoulement au cours du procédé, lors des étapes de stockage, de convoyage et d'injection. Cela constitue un verrou majeur au développement industriel de la filière.

Bien que de plus en plus de recherches se focalisent sur l'étude du comportement des poudres de biomasse, la connaissance de ces milieux est encore insuffisante pour garantir avec certitude le bon écoulement d'une poudre dans un procédé. La grande majorité des données publiées dans la littérature ont été obtenues avec des poudres idéales, comme les microbilles de verre, dont les caractéristiques morphologiques sont très éloignées de celles des poudres de biomasse.

De récents travaux de thèse menés sur les poudres de bois ont mis en évidence des liens entre les propriétés des particules et le comportement de la poudre à l'échelle laboratoire et à l'échelle pilote [2–4]. J. Dai (2008) a travaillé sur l'injection de poudre de bois grâce à une vis sans fin. Il a montré que les particules larges, irrégulières et avec une rugosité de surface importante augmentent le couple requis par la vis pour l'injection. Par ailleurs, la distribution de taille des particules joue un rôle significatif dans les propriétés d'écoulement de la poudre. La présence de particules fines entraîne des blocages plus fréquents dans la vis d'alimentation. C. Vanneste-Ibarcq (2018) a observé l'influence des propriétés physiques des particules sur l'écoulement de la poudre de bois. Les essais qu'il a réalisés à l'échelle pilote ont permis de proposer une relation entre le diamètre critique d'injecteur sous lequel la poudre ne s'écoule plus, la régularité de son

écoulement en l'absence de contrainte et le taux de particules fines. Enfin, il a observé que la torréfaction a un effet positif sur la coulabilité d'une poudre constituée de particules fines. J. Pachón-Morales (2019) a étudié l'effet de la torréfaction sur la coulabilité de la poudre de bois à l'échelle laboratoire. Plus le traitement thermique est intense, plus la coulabilité de la poudre est bonne. Il a proposé des corrélations entre l'écoulement de la poudre et la taille et la forme des grains. Il a également montré qu'une approche numérique par la méthode des éléments discrets permet de reproduire avec succès le comportement des poudres de bois, brut et torréfié.

Cependant, la compréhension du comportement d'une poudre dans les différentes étapes du procédé reste insuffisante. Elle ne permet pas encore de proposer un outil prédictif fiable pour anticiper les éventuelles difficultés liées à la coulabilité d'une poudre dans un procédé industriel. Les recherches menées au cours de ce travail doctoral visent à améliorer la connaissance de ces milieux granulaires particuliers que sont les poudres fines de bois. L'approche suivie est expérimentale et a été menée de l'échelle de la particule à l'échelle pilote.

Trois objectifs de recherche ont émergé au cours de ce travail :

- Quel est l'impact du prétraitement, thermique ou mécanique, sur le coût énergétique de production des poudres de bois et sur les caractéristiques des particules ?
- Comment les caractéristiques des particules fines de bois influent-elles sur le comportement de la poudre lors de son stockage ?
- Comment les caractéristiques des particules fines de bois influent-elles sur le comportement des poudres dans les différents organes d'un système d'injection dans un réacteur à flux entraîné ?

Ce travail de thèse s'intéresse aux opérations suivantes : le prétraitement thermique et mécanique de la poudre, son stockage, son convoyage et son injection grâce à une vis sans fin.

Le manuscrit est divisé en quatre chapitres. Comme les recherches ont été menées à des échelles variées, le matériel et les méthodes utilisés sont généralement propres à chaque chapitre. Dans un souci de cohérence du manuscrit, ils sont donc présentés au début de chaque chapitre de résultats.

Le Chapitre I présente un état de l'art général sur la biomasse et la mécanique des milieux granulaires. Il aborde également les principales techniques de caractérisation des poudres, ainsi que les paramètres qui exercent une influence sur l'écoulement de la poudre. Enfin, il comprend une section ciblée sur les opérations unitaires de préparation et de manipulation des poudres de biomasse.

Le Chapitre II présente la production des poudres de bois avec des dispositifs pilotes, avec des débits de plusieurs dizaines de $\text{kg}\cdot\text{h}^{-1}$. Un prétraitement thermique, la torréfaction, et un prétraitement mécanique, le broyeur vibrant, sont considérés. L'énergie, d'origine thermique ou électrique, requise pour la préparation des poudres est comparée. L'influence de ces prétraitements sur la morphologie des particules et la coulabilité de la poudre est étudiée.

Le Chapitre III s'intéresse au vieillissement des poudres de bois sous faibles contraintes à l'échelle laboratoire grâce à des essais de relaxation et de fluage. L'influence du temps de maintien sous contrainte de la poudre sur la reprise du cisaillement est également étudiée par des essais d'arrêt et de reprise du cisaillement.

Le Chapitre IV est consacré à l'injection de poudres de bois avec une vis sans fin à l'échelle pilote. Les essais sont réalisés essentiellement à pression atmosphérique. L'influence du remplissage de la trémie et de la morphologie des particules sur les performances de l'injection est regardée. La coulabilité des poudres de bois dans deux installations pilotes est testée. Enfin, un essai de gazéification en RFE est réalisé à l'échelle pilote à une pression de 7 bars et un débit d'entrée de 15 kg.h⁻¹.

Chapitre I État de l'art

Le premier chapitre de ce manuscrit présente une étude bibliographique réalisée d'une part sur les milieux granulaires, et, d'autre part, sur le procédé de conversion thermo-chimique.

La première partie de l'état de l'art présente sommairement la biomasse, avec un approfondissement apporté sur le matériau bois. La deuxième partie s'intéresse à la mécanique des milieux granulaire. Les techniques de caractérisation des poudres sont présentées dans une troisième partie. Cela permet de faire un lien avec la quatrième partie qui porte sur les facteurs exerçant une influence sur la coulabilité de la poudre. La cinquième partie est focalisée sur les procédés. Elle couvre les différentes étapes de prétraitement et de manipulation des poudres de biomasse.

1. LA BIOMASSE

La biomasse est « la fraction biodégradable des produits, déchets et résidus provenant de l'agriculture, y compris les substances végétales et animales, de la sylviculture et des industries connexes ainsi que la fraction biodégradable des déchets industriels et ménagers » [5]. C'est une ressource limitée mais abondante et constamment régénérée. La biomasse peut être valorisée en matière et en énergie. Sa valorisation énergétique existe sous différentes formes : chaleur, électricité, carburants gazeux et liquides.

La Stratégie Nationale Bas-Carbone (SNBC) prévoit que le besoin énergétique en 2050 en France soit d'environ 1060 TWh [6]. Sur ce total, 110 TWh seraient fournis par les combustibles solides, 100 TWh seraient fournis par des combustibles liquides, utilisant 140 TWh de biomasse brute, et 180 TWh seraient fournis par des combustibles gazeux, utilisant 200 TWh de biomasse brute. En 2050, la SNBC prévoit donc une mobilisation d'environ 450 TWh de biomasse brute pour une valorisation énergétique [6]. Si l'on considère que cette mobilisation est uniquement forestière, le pouvoir calorifique du bois valant environ 5 MWh.t⁻¹, cela représente une mobilisation de 90.10⁶ tonnes de ressource.

Les biocarburants de première génération sont produits à partir de biomasses agricoles traditionnellement utilisées à des fins alimentaires comme le colza ou la betterave. Cette compétition avec l'usage alimentaire soulève des critiques. Les recherches actuelles se tournent vers les biocarburants de seconde génération, produits à partir de biomasse lignocellulosique, et de troisième génération, produits à partir de microalgues. Cette partie se focalisera sur la biomasse lignocellulosique.

1.1. Gisements de biomasse lignocellulosique

La biomasse lignocellulosique est constituée par les résidus forestiers et agricoles, par les sous-produits de transformation du bois, ainsi que par les cultures énergétiques dédiées (Figure 1). L'observatoire national des ressources en biomasse (ONRB), créée par FranceAgriMer en 2009 est un outil de suivi des ressources en biomasse. Cet outil a pour objectif de déterminer la disponibilité des ressources et d'anticiper les concurrences d'usage [7].

- Les résidus forestiers

Les résidus forestiers proviennent de la partie non commercialisée du tronc et des branches des arbres. Ces résidus sont laissés sur place lorsque la partie commercialisable, le bois d'œuvre, a été prélevée. Il est estimé qu'approximativement 1 m³ de déchets est laissé sur place lorsqu'1 m³ de bois est exporté hors forêts [8]. D'après les données de l'ONRB publiées en 2016, la récolte nationale en bois représente au total 62.2 Mm³ en 2012. Cette récolte est répartie comme suit : 18.6 Mm³ en bois d'œuvre (BO), 11.3 Mm³ en bois d'industrie (BI), 5.6 Mm³ en bois énergie (BE) et 26.6 Mm³ en bois de chauffage consommé par les ménages. Un peu plus de la moitié de la récolte est donc destinée à l'énergie. Cette même étude indique une disponibilité supplémentaire en BIBE pour la période 2016-2020 entre 0.891 Mm³.an⁻¹ et 1.267 Mm³.an⁻¹. En tenant

compte d'un pouvoir calorifique inférieur moyen égal à $1,2 \text{ MWh.m}^{-3}$, le potentiel énergétique du bois dédié à l'énergie en 2020 est de 40 TWh.an^{-1} . Cela représente 3.5 Mtep.an^{-1} .



Figure 1 – Exemples de biomasses lignocellulosiques. De haut en bas et de gauche à droite : plaquettes de bois, bois B, paille de blé, miscanthus.

- Les sous-produits de l'exploitation du bois

Ce sont les sous-produits des industriels du bois ainsi que les produits en fin de vie. Les premiers sont les déchets du bois de sciage, des panneaux, des contreplaqués, des meubles... Ces déchets sont déjà valorisés en énergie ou en matière. Les produits en fin de vie comptabilisent les bois souillés (Bois B) issus du bâtiment, des emballages, ... Les sous-produits de l'exploitation du bois constituent un gisement potentiel estimé par l'ADEME à 1.2 Mtep.an^{-1} en France en 2010. L'Ademe estime que ce potentiel peut augmenter jusqu'à 3.4 Mtep.an^{-1} en 2030.

- Les résidus secs agricoles

Les plantes agricoles ne sont pas utilisées en totalité à des fins alimentaires. Il reste toujours des résidus, non comestibles, laissés sur place après la récolte. A titre d'exemple, il est possible de citer la paille de blé, la paille de colza ou encore la tige de tournesol [8]. En 2019, les résidus de cultures annuelles représentent un volume de 79 millions de tonnes de matière sèche par an, d'après les données de l'ONRB publiées en 2020 [7]. Considérant que le pouvoir calorifique de la paille de blé vaut 4.2 MWh.t^{-1} et que cette valeur soit représentative de l'ensemble des résidus agricoles, le potentiel énergétique de cette catégorie est de 332 TWh.an^{-1} , soit 29 Mtep.an^{-1} .

- Les cultures énergétiques dédiées

Elles sont divisées en trois catégories. Les cultures annuelles peuvent être valorisées sous forme de plante entière pour produire de l'énergie (par exemple le triticale). Elles se situent sur les terres en jachère. Ensuite, il y a les cultures pérennes dont la récolte est annuelle, comme c'est le cas pour le miscanthus dont

le rendement est élevé (jusqu'à 20 t matière sèche/ha). Enfin, il y a les cultures pérennes dont la récolte est plus espacée, tous les 7 ans pour les taillis à courte rotation (TCR) et tous les 2/3 ans pour les taillis à très courte rotation (TTCR). Elles se situent à l'interface entre la forêt et la culture agricole. Le peuplier, l'eucalyptus et le saule en sont de bons exemples [8]. Cette catégorie représente un volume total produit de 99 000 tonnes de matière sèche par an, d'après les données de l'ONRB publiées en 2020 [7]. Le pouvoir calorifique inférieur du miscanthus étant environ 5 MWh.t⁻¹ de matière sèche, les cultures énergétiques dédiées représentent un potentiel d'environ 500 GWh.an⁻¹, soit 43 ktep.an⁻¹.

1.2. Filières de production de biocarburants à partir de la biomasse lignocellulosique

Les biocarburants de deuxième génération peuvent être produits par voie biochimique ou par voie thermochimique.

1.2.1. Conversion biochimique

La biomasse peut être convertie en biocarburant par fermentation (Figure 2). Le procédé biochimique d'hydrolyse enzymatique permet la transformation de la biomasse en sucres à l'aide d'enzymes. Ces sucres proviennent de la fragmentation des polysaccharides qui composent la cellulose et l'hémicellulose. Les sucres produits sont ensuite transformés en éthanol par fermentation en présence de levures. Actuellement, la production d'éthanol cellulosique n'est pas encore industrialisée.

Le projet Futurol vise à développer et valider un procédé et des technologies permettant la production de bioéthanol à partir de la biomasse lignocellulosique. Ce projet, lancé en 2008, est porté par une association de 11 acteurs : ARD, CGB, Champagne Céréales, Crédit Agricole du Nord-Est, IFP, INRA, Lesaffre, ONF, Tereos, Total et Unigrains [10]. Après 10 ans de recherche, il est annoncé en 2019 que l'unité pilote Futurol a fait la preuve d'une production en continu d'éthanol à partir d'une tonne par jour de biomasse lignocellulosique.

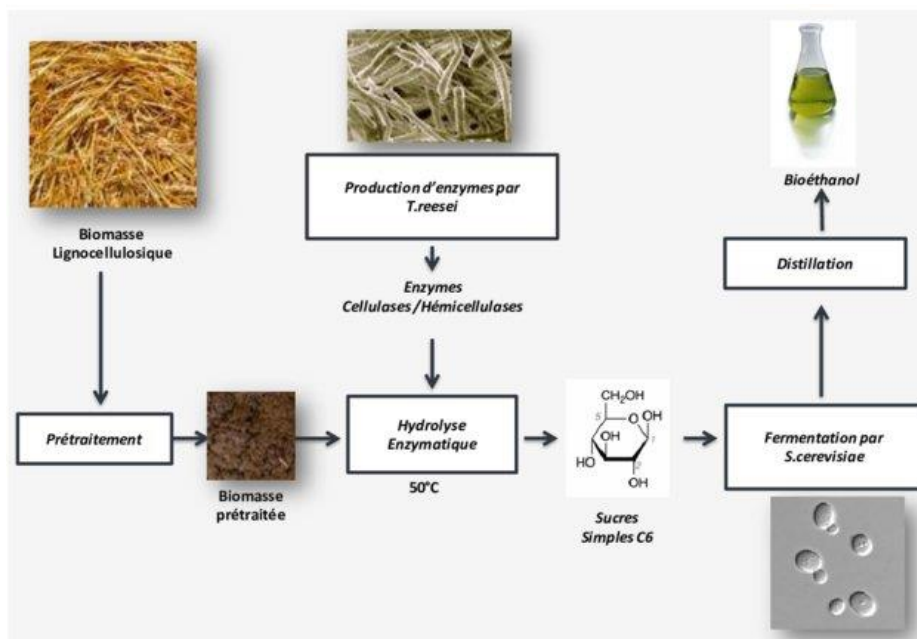


Figure 2 - Schéma des étapes clés de la conversion biochimique de la biomasse lignocellulosique en bioéthanol. Extrait de la thèse de Z. Menana [9].

1.2.2. Conversion thermochimique par voie humide

Les procédés hydrothermaux visent à convertir la biomasse en milieu aqueux. Ils sont donc particulièrement adaptés aux biomasses à fort taux d'humidité, telles les algues ou les résidus d'industries agroalimentaires. Les principaux procédés hydrothermaux sont les suivants [11] :

- La carbonisation hydrothermale est réalisée sous des températures modérées (< 200 °C) et sous faibles pressions (10-40 bars) pendant plusieurs heures. Le produit principal de ce procédé est un matériau solide carboné, appelé char ou biochar.
- La liquéfaction hydrothermale est utilisée afin de favoriser la production de bio huile, à fort pouvoir calorifique. Ce procédé se déroule à des températures généralement comprises entre 250 et 400 °C et à des pressions supérieures à la pression de vapeur saturante de l'eau [12].
- La gazéification hydrothermale est un procédé dans lequel la biomasse se décompose en composés liquides puis gazeux. Il est réalisé dans le domaine supercritique de l'eau, c'est-à-dire une température supérieure à 374 °C et une pression supérieure à 220 bars. Il permet de produire principalement du dioxyde de carbone, du méthane et de l'hydrogène. Les proportions des gaz varient selon la température et la présence ou non d'un catalyseur [13].

1.2.3. Conversion thermochimique par voie sèche

1.2.3.1. Présentation générale du procédé de gazéification

La production de biocarburants par voie thermochimique se déroule en plusieurs étapes. La biomasse est tout d'abord prétraitée, mécaniquement par le broyage ou pelletisation (mise sous forme de granulé), et/ou thermiquement par torréfaction. Elle est ensuite introduite dans un réacteur de gazéification où elle subit un traitement thermique entre 800 et 1500 °C dans une atmosphère appauvrie en oxygène. Le faible apport d'oxygène permet d'entretenir une combustion partielle dans le réacteur, qui apporte l'énergie nécessaire à la gazéification proprement dite. Les gaz valorisables obtenus sont principalement le monoxyde de carbone et l'hydrogène, aussi appelés gaz de synthèse. Ces gaz, après purification, sont convertis en hydrocarbures via une synthèse de Fischer-Tropsch (Figure 3).

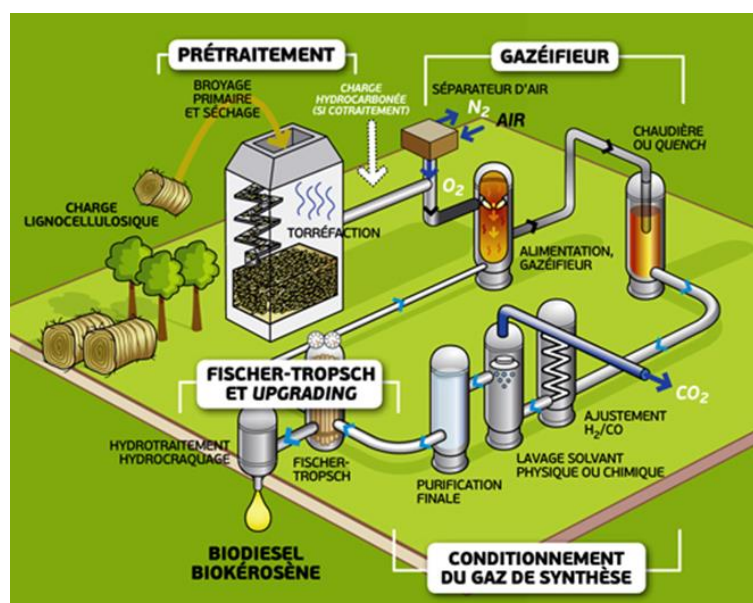


Figure 3 - Chaîne de production de biocarburants à partir de biomasse lignocellulosique (projet BioTfuelL)[14].

Le projet BioTfuelL, lancé en 2010, vise à tester, valider et optimiser une chaîne de production de biokérosène et biodiesels avancés à partir de biomasse lignocellulosique. Ce projet est piloté par Bionext et comprend six acteurs : IFP Energies nouvelles, CEA, Axens, Thyssenkrupp Industrial Solutions, Avril et Total [13]. En 2021, ce projet a permis de tester avec succès la chaîne de procédés à l'échelle semi-industrielle sur 4 types de biomasses. La mise sur le marché de la technologie BioTfuelL^R est annoncé pour début 2022 [15].

1.2.3.2. Technologies de réacteur de gazéification

Plusieurs technologies de réacteurs existent pour réaliser la gazéification de biomasse. Les principales technologies sont les réacteurs à lit fixe, les réacteurs à lit fluidisé et les réacteurs à flux entraîné. Chaque technologie se distingue par les conditions opératoires de la réaction (température, pression, temps de séjour

de la matière...). La forme de la matière première dépend de la technologie choisie. Ainsi, en fonction de ce choix, il peut être nécessaire de prétraiter la ressource. Seuls les réacteurs à flux entraîné sont considérés dans le cadre de cette thèse.

1.2.3.3. Les réacteurs à flux entraîné (RFE)

Les réacteurs à flux entraîné (RFE) sont particulièrement intéressants car ils permettent une bonne conversion de la ressource (Figure 4). Par ailleurs, les températures possibles pour la réaction de gazéification en RFE sont généralement comprises entre 1000 °C et 1500 °C [16], ce qui permet d'atteindre une bonne pureté du gaz de synthèse, riche en hydrogène (H₂) et pauvre en méthane (CH₄) [17]. Enfin, il convient de préciser que ce type de réacteur est déjà largement utilisé pour la gazéification du charbon [16].

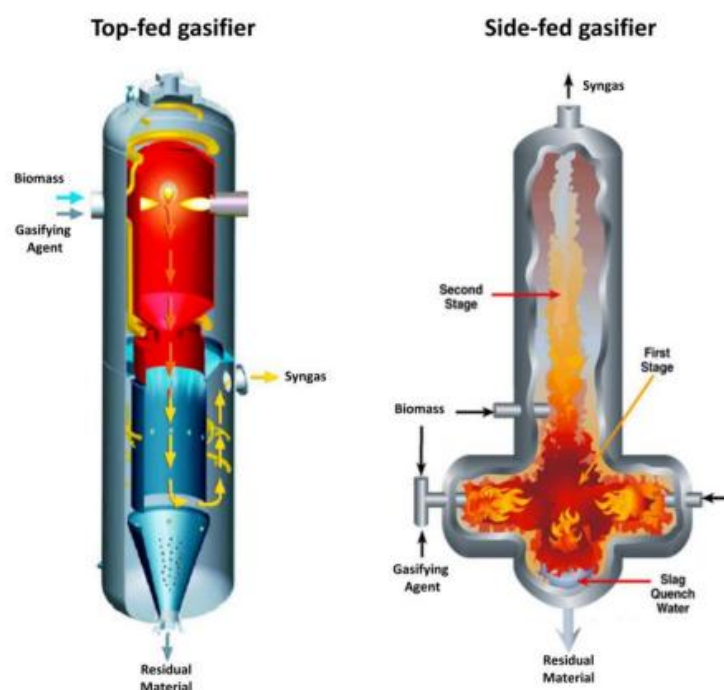


Figure 4 - Schémas d'un réacteur de gazéification à flux entraîné [17].

Cependant, le temps de séjour faible de la matière dans un RFE (quelques secondes) impose de traiter la biomasse sous la forme d'une poudre fine afin d'assurer sa conversion totale. Billaud et al. ont montré que des particules de bois de 1 mm de diamètre sont complètement converties à 1300 °C [18]. Ce fin broyage de la biomasse est très coûteux énergétiquement. Par ailleurs, la poudre de biomasse est difficile à injecter en continu dans le réacteur. Ces points sont détaillés plus loin dans le manuscrit.

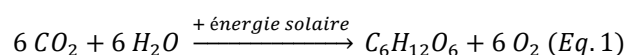
Les avantages et les inconvénients des RFE sont clairement indiqués dans la thèse de J. Billaud publiée en 2015 [16]. Ils sont repris dans le tableau suivant.

Tableau 1 - Avantages et inconvénients d'un RFE [16].

Avantages	Inconvénients
La conversion de la ressource est très bonne (> 98 % pour le charbon)	L'injection de la ressource dans le réacteur est très difficile et encore trop peu maîtrisée. En effet, la poudre fine de biomasse provoque des blocages récurrents dans les installations industrielles.
Le gaz de synthèse produit est riche en CO et H ₂ avec de faibles quantités de CH ₄ et de goudrons	La taille des particules doit être inférieures à 1 mm pour qu'elles soient consommées en un temps de séjour très court. Le coût de broyage est ainsi non négligeable.
Les capacités de production sont importantes, ce qui est mieux adapté à la production de biocarburants à grande échelle	La composition des cendres de biomasse n'est pas nécessairement adéquate.
Les cendres sont récupérées sous la forme d'un slag vitrifié inerte	Le rendement du procédé peut être diminué à cause de la production de particules de carbone (suies) à haute température. Ainsi, le procédé nécessite des étapes de séparation supplémentaires.
La pression de fonctionnement est élevée (30-80 bars) ce qui permet d'avoir des réacteurs compacts	

1.3. La biomasse comme puit de carbone

La biomasse permet d'accumuler le carbone, grâce à la photosynthèse, et de participer ainsi à la diminution du taux de CO₂ dans l'atmosphère. La réaction de photosynthèse permet de transformer le CO₂ en sucres, principalement sous forme de glucose, grâce à l'énergie solaire. Cette réaction implique la présence d'eau, de dioxyde de carbone capté dans l'air grâce aux pores des feuilles de l'arbre et d'énergie, celle du soleil interceptée grâce à la chlorophylle. Il en résulte ainsi du glucose et du dioxygène relâché dans l'air (Eq. 1). Le glucose sert en tant qu'énergie chimique pour les métabolismes du végétal pour créer des sucres, lipides, protides mais aussi des bio polymères fonctionnels ou structuraux pour la plante.



Le dioxyde de carbone rejeté dans l'air lors de la combustion de la biomasse correspond au dioxyde de carbone stocké durant la croissance de la biomasse. La biomasse est ainsi considérée comme une énergie renouvelable à condition de respecter une exploitation raisonnable de la ressource.

1.4. Le bois

Cette partie se concentre sur la structure macroscopique et microscopique du bois. Le bois est un matériau fortement anisotrope. Ses propriétés varient selon la direction, longitudinale ou transverse aux fibres.

1.4.1. Morphologie du bois

Chaque arbre peut être divisé en trois grandes parties, la cime, le tronc et les racines. Chacune de ces parties peut également être divisée en plusieurs tissus qui eux-mêmes sont constitués de nombreuses cellules individuelles. Les différents tissus présents dans le tronc d'un pin sont présentés dans la Figure 5. L'écorce assure la protection du tronc contre les dangers physiques, mécaniques et biologiques. Le liber est constitué de cellules mortes et sert à transporter la sève élaborée des feuilles jusqu'aux cellules du cambium. Le cambium représente la partie du tronc dans laquelle se produit la croissance radiale. L'aubier est la partie vivante du tronc, elle permet la circulation de la sève brute du sol vers les feuilles. Le duramen constitue la partie centrale du tronc, il est appelé bois parfait et est constitué de cellules mortes [19].

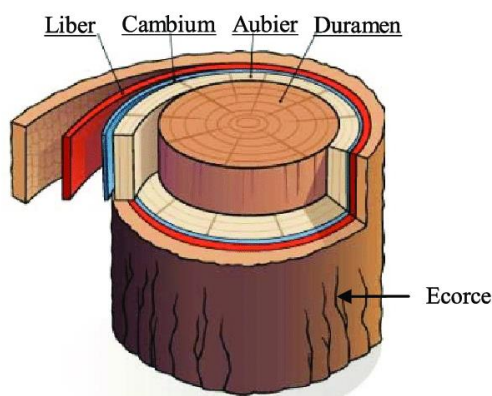


Figure 5 - Vue en coupe transversale d'un tronc d'arbre [19].

1.4.2. Organisation structurale, de l'échelle microscopique à moléculaire

La structure anatomique des feuillus diffère de celle des résineux. Ces derniers ont une structure plus simple que celles des feuillus, avec un nombre plus faible de type de cellules.

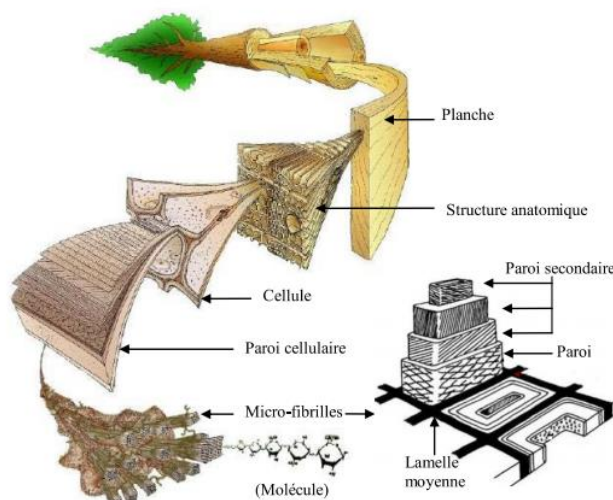


Figure 6 - Structure multi-échelle du bois de résineux [19].

Les tissus des résineux sont principalement constitués de trachéïdes (95 %) qui assurent la conduction de la sève brute et le soutien mécanique. La longueur des trachéïdes est de l'ordre de quelques millimètres et leur épaisseur est de l'ordre de quelques dizaines de micromètres. Les cellules de parenchyme constituent la majeure partie du reste de l'anatomie des résineux. Elles permettent la circulation de la sève dans le sens radial et permettent le stockage des nutriments [20].

Chez les feuillus, la conduction de la sève est principalement assurée par les vaisseaux (ou pores). Le soutien mécanique est quant à lui assuré par les fibres libriformes qui représentent le principal type de cellules (entre 30 et 75 %) [20].

Les parois des cellules de la biomasse lignocellulosique sont constituées principalement de trois polymères, la cellulose, l'hémicellulose et la lignine (Figure 7). Elles contiennent également une faible proportion d'extractibles organiques et d'éléments inorganiques. Les proportions de ces composants varient largement selon la nature de la biomasse. En moyenne, la cellulose représente entre 40 et 50 % en masse, les hémicelluloses entre 20 et 30 % et la lignine entre 25 et 30 % [19,21].

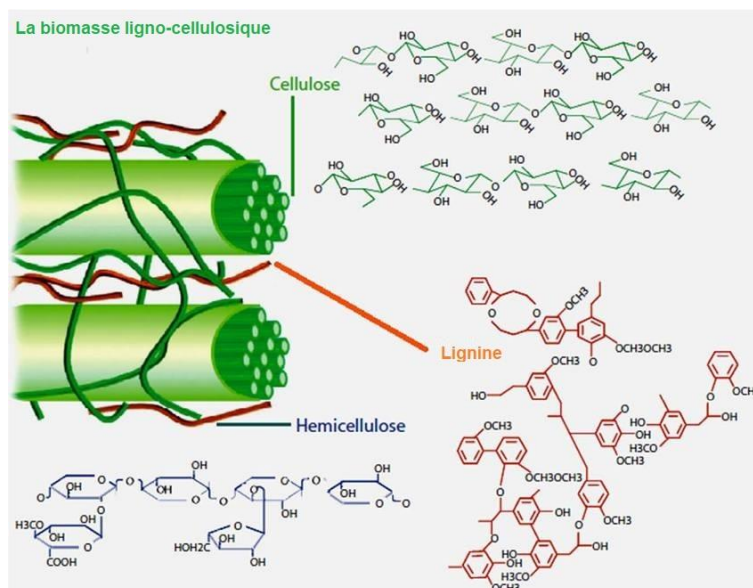


Figure 7 - Polymères constituant la biomasse lignocellulosique [22].

La cellulose est le composé organique le plus courant dans la nature. Les parois cellulaires des plantes sont principalement constituées de cellulose [23]. La cellulose est un polysaccharide linéaire constitué de monomères de beta-D-glucopyranose. Son poids moléculaire est élevé, la cellulose du bois a un degré de polymérisation d'environ 8000 [23]. Le degré de polymérisation correspond au rapport entre le poids moléculaire d'une chaîne de cellulose et le poids moléculaire d'une unité de glucose, monomère de la cellulose. Les fibrilles de cellulose sont regroupées en micro fibrilles grâce à des liaisons hydrogène [19]. Ces structures cristallines de micro fibrilles sont ordonnées et contribuent à la résistance et la rigidité du matériau dans la direction longitudinale [24].

Les hémicelluloses sont des carbohydrates et sont chimiquement et structurellement proches de la cellulose.

La lignine est un polymère amorphe qui joue le rôle de liant entre la cellulose et les hémicelluloses. Son degré de polymérisation est très dispersé, ce qui indique la présence d'un mélange de longues chaînes et de chaînes plus courtes [24]. Elle constitue à 70 % la lamelle moyenne qui assure le liant entre les cellules (Figure 6).

1.4.3. Mécanismes de fracture du bois

Une revue des différents mécanismes de fracture du bois est proposée par Conrad et al. [24]. Le bois est un matériau anisotrope. La résistance à la rupture du matériau dans le sens perpendiculaire aux fibres est supérieure d'un ordre de grandeur par rapport au sens parallèle [24,25]. Cette plus forte résistance est due à l'orientation dans le sens longitudinal des microfibrilles de cellulose constituant la paroi cellulaire. Ensuite, la résistance à la cassure augmente avec la densité du bois. En effet, la fissure doit passer à travers une plus importante quantité de cellulose [24]. Enfin, Erwing et Williams ont observé que la résistance à la fracture

est maximale avec un bois entre 6 % et 8 % d'humidité, et diminue lorsque le taux d'humidité augmente [26]. Dans leur revue de la littérature, Conrad et al. concluent qu'avec un taux d'humidité élevé, la structure cristalline des micro fibres est altérée par la présence d'eau [24].

Selon la densité du bois, deux modes de propagation des fissures sont observés à l'échelle cellulaire. Le premier est observé pour des bois peu denses ($\rho/\rho_s < 0.2$ avec ρ_s densité de la paroi cellulaire, environ 1500 kg.m^{-3}). Il consiste en une fracture des cellules. Le second, pour des bois denses ($\rho/\rho_s > 0.2$) consiste en une séparation des cellules [24] (Figure 8).

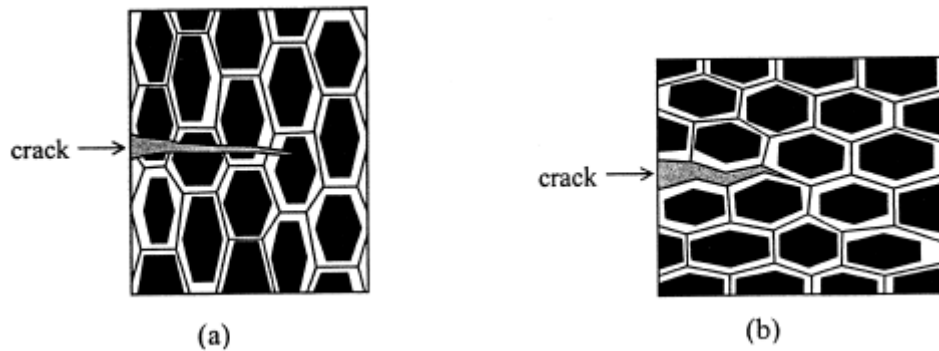


Figure 8 - Modes de fissure à l'échelle cellulaire (a) pour des bois peu denses, (b) pour des bois denses. Adapté de [24].

2. MÉCANIQUE DU MILIEU GRANULAIRE

2.1. Présentation d'un milieu granulaire

Par définition, un milieu granulaire est un milieu formé de petits grains. En toute rigueur, si la taille des grains composant ce milieu est inférieure à 100 μm , il s'agit d'une poudre. Les milieux granulaires se retrouvent dans de nombreux secteurs industriels. Les milieux granulaires se comportent comme un gaz, un solide ou un liquide selon les contraintes qui leurs sont appliquées. Certains chercheurs parlent d'un quatrième état de la matière.

Les milieux granulaires possèdent plusieurs spécificités [27] :

- Tout d'abord, il n'existe actuellement pas de loi de comportement universelle, comme la loi de Hook pour les solides élastiques, ou l'équation de Navier-Stokes pour les liquides.
- Les milieux granulaires sont également appelés solides divisés car ils comportent un très grand nombre de particules. Ce point pose des limites à la modélisation de tels milieux.
- La transition entre l'échelle microscopique et l'échelle macroscopique est difficilement identifiable.
- Les interactions de contact sont complexes.
- Le milieu est fortement dissipatif dû aux nombreux contacts entre les grains. Le milieu granulaire dissipe de l'énergie dans son environnement.
- La surface spécifique, définie comme la surface totale de solide accessible au milieu extérieur, est élevée. Plus la taille des grains est petite, plus cette surface est grande.

2.2. Interactions entre particules

2.2.1. Forces inter particulaires

Les particules sont soumises à plusieurs interactions qui augmentent la cohésion entre elles. Les principales interactions présentes entre les particules sont introduites dans les sections suivantes.

2.2.1.1. Les forces de Van der Waals

Ce sont des interactions d'origine électromagnétique de faible intensité entre particules. Elles sont les principales responsables de la cohésion entre petites particules.

Ces forces sont proportionnelles à la taille des particules et inversement proportionnelles à la distance entre les particules [28]. Les forces de Van der Waals s'expriment sous la forme suivante :

$$F_{VanDerWaals} = \frac{AR}{12a^2} \text{ (Eq. 2)}$$

$F_{VanDerWaals}$: Forces de Van der Waals (N)

A : Constante d'Hamaker (J)

a : Distance inter particulaire (m)

R : Rayon de la particule (m)

Elles ne sont pas négligeables pour les poudres très fines. Elles sont prédominantes sur la force de gravitation quand la distance inter particulaire est de l'ordre du nanomètre et que les particules ont une dimension maximale de 100 μm [29].

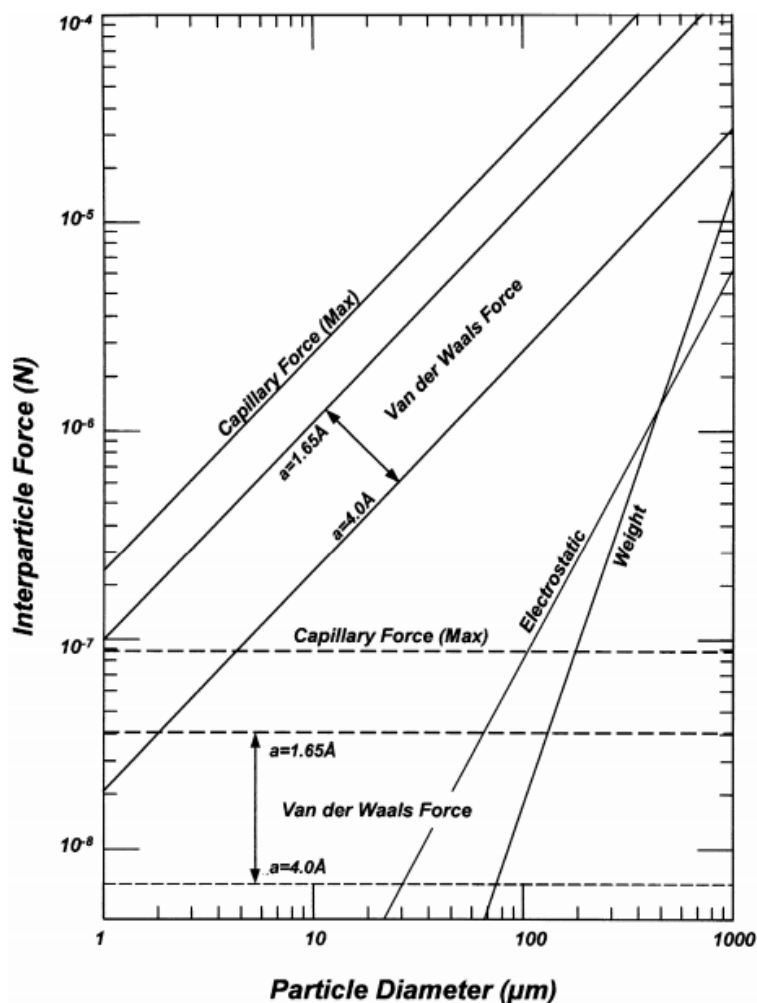


Figure 9 - Ordre de grandeur des forces inter particulaires et de gravitation entre deux grains sphériques en fonction de leur diamètre. Les lignes en pointillés indiquent des contacts avec présence d'aspérités à la surface des grains (0.1 μm) [30].

2.2.1.2. Les forces électrostatiques

Il existe une force d'interaction électrique entre deux particules chargées électriquement. Cette force est exprimée par la loi de Coulomb (1785) et s'exprime en fonction des charges électriques des deux corps. La force électrostatique F_{elec} exercée par une charge q_1 sur une charge q_2 séparées d'une distance r s'écrit :

$$F_{elec} = \frac{q_1 q_2}{4\pi\epsilon_0 r^2} \quad (Eq. 3)$$

q_i : Charge i (C)

r : Distance entre les charges (m)

ϵ_0 : Constante diélectrique, ou permittivité du vide $\approx 8.854 * 10^{-12} \frac{C^2}{N.m^2}$

Comme pour les forces de Van der Waals, plus les particules sont proches, plus la force électrostatique est importante. Les forces électrostatiques sont des forces non locales. Dans le cas d'un milieu granulaire en écoulement, les charges électriques sont générées par le choc des particules entre elles. A titre d'exemple, l'ordre de grandeur de densité de charge massique est de $10^3 \mu C.kg^{-1}$ à $10^{-1} \mu C.kg^{-1}$ lors du transport pneumatique d'une poudre à résistivité moyenne [31]. Afin de dissiper rapidement les charges électriques, les installations sont reliées à la terre.

2.2.1.3. Les forces capillaires

En présence d'humidité, un autre type d'interaction intervient : les forces capillaires. Elles participent également à la cohésion de la poudre ou du milieu granulaire.

La force exercée par un pont liquide liant deux particules sphériques s'exprime comme suit :

$$F_{cap} \approx 2\pi\gamma R \cos(\theta_Y) \left(1 - \frac{D}{2r}\right) \quad (Eq. 4)$$

γ : Tension superficielle du liquide ($N.m^{-1}$)

R : Rayon de la particule (m)

θ_Y : Angle de contact entre le liquide et le grain ($^\circ$)

D : Distance entre les particules (m)

r : Rayon de courbure du ménisque de liquide (m)

La force capillaire maximale est obtenue lorsque les deux particules sont en contact et elle ne dépend pas du volume de liquide.

La rugosité des particules affecte la formation de ponts capillaires [32,33]. Pour déterminer les forces capillaires le plus précisément possible, il est nécessaire de connaître les dimensions des aspérités à la surface des grains qui sont de l'ordre du nanomètre [32].

Les forces capillaires sont les principales responsables de la cohésion entre particules micrométriques seules, en environnement humide. D'après un calcul de Bocquet et al., dans le cas de l'eau, avec $\cos(\theta_Y) = 1$, les forces d'adhésion entre des billes de verre de rayon de 3 mm sont égales à leur poids [32]. La cohésion augmente quand la quantité d'eau dans les espaces interstitiels entre les particules augmente, créant ainsi des plus fortes liaisons aqueuses [34].

2.2.2. Frottements entre particules

La notion de frottement est fondamentale dans les milieux granulaires. Il est mis en évidence lorsqu'on observe une avalanche à la surface d'un tas de grains. A l'échelle macroscopique, les lois ont été déterminées par des expériences de patin glissant sur le sol [35]. La Figure 10 présente un schéma de l'expérience.

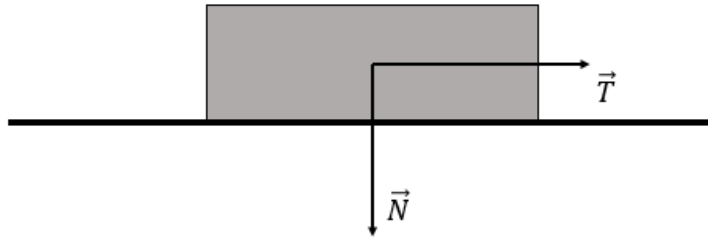


Figure 10 - Expérience du patin glissant sur le sol. T désigne la force de traction et N le poids du patin.

Il faut fournir une force de traction T suffisante pour entrainer le mouvement du solide. Cette force est linéairement proportionnelle au poids du solide et indépendante de la surface de contact. La relation entre la force de traction et le poids du patin lors de sa mise en mouvement s'exprime comme suit :

$$T_s = \mu_s N \text{ (Eq. 5)}$$

T_s : Force de traction nécessaire pour mettre en mouvement le patin (N)

N : Poids du patin (N)

μ_s : Coefficient de frottement statique (sans unité)

Lorsque le solide est en mouvement, la relation devient alors :

$$T_d = \mu_d N \text{ (Eq. 6)}$$

T_d : Force de traction nécessaire pour conserver le mouvement le solide (N)

N : Poids du solide (N)

μ_d : Coefficient de frottement dynamique (sans unité)

Le coefficient de frottement dynamique est toujours inférieur au coefficient de frottement statique.

En considérant à présent un empilement de grains en équilibre, il apparaît un angle maximal de stabilité, appelé angle de repos ou encore angle de talus (Figure 11). Coulomb est le premier à faire un lien entre l'angle maximal formé par un empilement de grains et les phénomènes de frottement entre les grains. Sur la Figure 11, le poids de la couche superficielle de grains est compensée par le frottement entre les grains [36]. La force de pesanteur des grains \vec{P} peut-être projetée le long d'un plan d'angle θ par rapport à l'horizontale. La projection \vec{T} parallèlement au plan est défini comme : $T = |\vec{P}| \sin(\theta)$, et la projection \vec{N}

perpendiculairement au plan est défini comme : $N = |\vec{P}| \cos(\theta)$. Par analogie à l'expérience du patin solide, le tas est un équilibre tant que $T < \mu N$, avec μ le coefficient de frottement apparent des grains. La limite de stabilité correspond à l'angle θ maximal, qui est généralement noté Φ (non représenté sur la Figure 11). Le coefficient de frottement statique du milieu s'exprime alors comme :

$$\mu_s = \tan(\theta_{\text{maximal}}) = \tan(\varphi) \text{ (Eq. 7)}$$

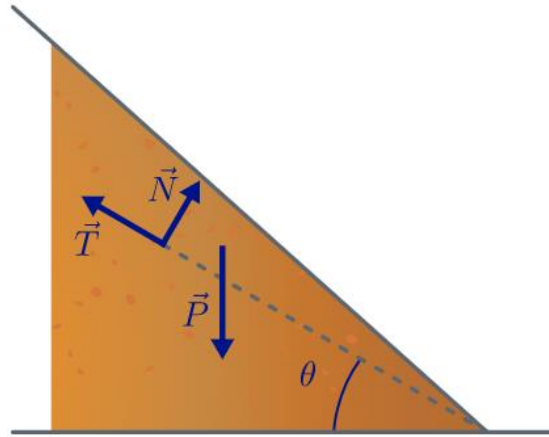


Figure 11 - Vue schématique d'un tas de sable en équilibre. Extrait du cours Sciences et Technologies des Poudres, IMT Mines Albi [36].

2.3. Écoulement granulaire

2.3.1. Classification des régimes d'écoulement

Le nombre inertiel, noté I , est un nombre sans dimension permettant de caractériser le régime d'écoulement. Physiquement, il s'agit du rapport entre le temps de réorganisation des grains T_c lorsqu'ils sont soumis à une pression de confinement P , et le temps de déformation $T_{\dot{\gamma}}$ lié au cisaillement du milieu [35].

$$I = \frac{T_c}{T_{\dot{\gamma}}} = \frac{\dot{\gamma} d}{\sqrt{\frac{P}{\rho_g}}} \text{ (Eq. 8)}$$

T_c : Temps de confinement (s)

$T_{\dot{\gamma}}$: Temps de déformation (s)

$\dot{\gamma}$: Taux de cisaillement (s^{-1})

d : Diamètre de la particule (m)

P : Pression de confinement ($kg \cdot m^{-1} \cdot s^{-2}$)

ρ_g : Masse volumique ($kg \cdot m^{-3}$)

Le temps de réorganisation dû à la pression de confinement est le temps que met une particule pour aller de son point le plus haut à son point le plus bas (Figure 12). Il est fonction du diamètre de la particule, de sa masse volumique et de la pression à l'origine de son déplacement. Le temps de déformation est le temps mis par la particule pour se déplacer d'une distance égale à son diamètre (par rapport aux particules de la couche inférieure) (Figure 12). Il s'exprime comme l'inverse du taux de cisaillement $\dot{\gamma}$.

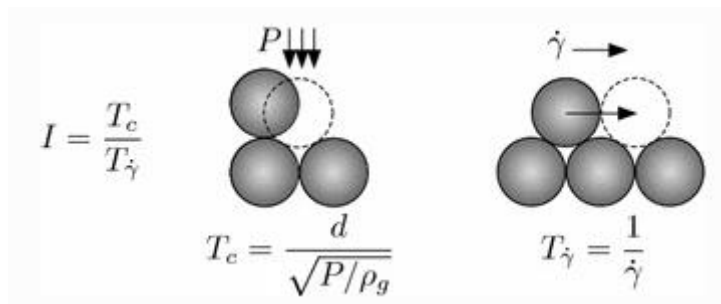


Figure 12 - Interprétation physique du paramètre I en termes de temps de confinement et de temps de déformation. Extrait de [37].

Il est possible de classer les régimes d'écoulement en fonction du paramètre I :

- Pour $I \ll 1$, le régime est dit quasi-statique. Le matériau est décrit comme un solide élasto-plastique.
- Pour $I \sim 1$, le temps de déformation est du même ordre de grandeur que le temps de confinement, c'est le début du régime collisionnel.
- Pour des valeurs de I intermédiaires, il s'agit du régime d'écoulement dense [35].

Les écoulements denses représentent la plupart des écoulements granulaires. Dans ces écoulements, la compacité du milieu est élevée et les grains sont presque toujours en contact entre eux. Cela correspond par exemple à l'écoulement de grains à la surface d'un tas de sable. Le milieu coule à la manière d'un liquide. Il existe des forces de frottement et des forces de collision entre les grains [35]. Le mouvement des grains est fortement contraint, les forces se transmettent à travers un réseau de contact maintenu. Dans les écoulements denses, les contraintes de contact dominant [38]. Toutefois, l'inertie des grains n'est pas négligeable [39].

Il est à noter que d'autres classifications des écoulements granulaires existent. Une revue des écoulements granulaires proposée par C.S. Campbell [38] divise les écoulements granulaires en deux régimes principaux : le régime élastique et le régime inertiel. Dans le régime élastique, les grains sont relativement proches les uns des autres. Il existe des chaînes de forces dans le milieu granulaire qui permettent la transmission de la force. Ces chaînes de forces sont modifiées en permanence lorsque le milieu est cisailé. Le régime élastique est l'équivalent du régime d'écoulement dense. Dans le régime inertiel, il n'y a pas de chaîne de force.

2.3.2. Etat des contraintes et rhéologie

Avant d'entrer plus en détail dans la rhéologie des milieux granulaires, il est nécessaire d'évoquer l'état des contraintes d'un milieu. Il permet de caractériser les forces s'exerçant sur ce milieu. Il est donné par le tenseur des contraintes qui est défini localement en un point M donné.

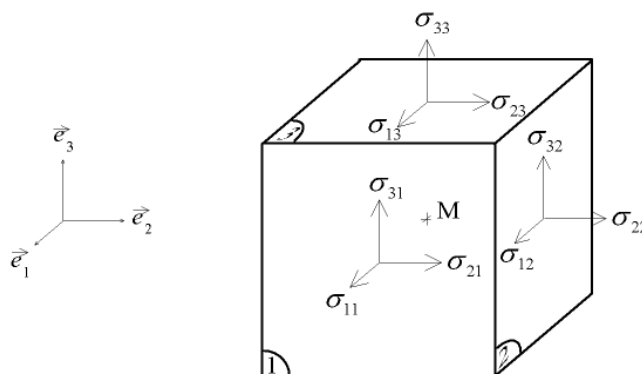


Figure 13 - Cube autour d'un point M d'arête a.

Supposons un cube de matière autour du point M, et une base orthonormée $(\vec{e}_1; \vec{e}_2; \vec{e}_3)$ (Figure 13). Chaque arête du cube est de longueur a. Sur chaque face j s'exerce une force \vec{F}_j qui a trois composantes dans les trois directions de l'espace (chaque direction est notée i).

$$\vec{F}_j = \begin{pmatrix} F_{1j} \\ F_{2j} \\ F_{3j} \end{pmatrix}$$

La surface de chaque face est a^2 . La contrainte sur une face j dans la direction i est donc donnée par :

$$\sigma_{ij} = \frac{F_{ij}}{a^2} \text{ (Eq. 9)}$$

Le tenseur des contraintes au point M s'écrit donc :

$$T(M) = \begin{pmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{21} & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ \sigma_{31} & \sigma_{32} & \sigma_{33} \end{pmatrix} \text{ (Eq. 10)}$$

Un écoulement est qualifié de local si le tenseur des contraintes à une position donnée est toujours fonction du taux de cisaillement. Le taux de cisaillement est le gradient de vitesse selon la direction perpendiculaire à l'écoulement. Prenons l'exemple d'un écoulement entre deux plaques séparées d'une distance e le long de l'axe x (Figure 14). La plaque supérieure se déplace à la vitesse V le long de l'axe x et la plaque inférieure est immobile. Le taux de cisaillement se définit alors comme :

$$\dot{\gamma} = \frac{dV}{dz} = \frac{V}{e} \text{ (Eq. 11)}$$

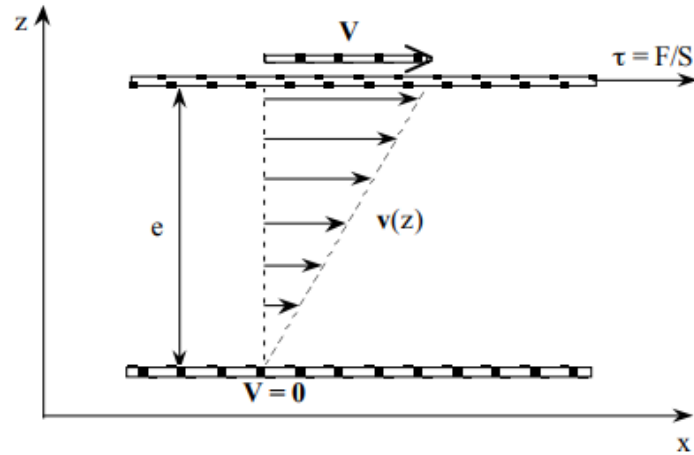


Figure 14 - Écoulement de matière le long de l'axe x .

La relation entre la contrainte et le taux de cisaillement est une relation linéaire pour les fluides visqueux, dont le coefficient de proportionnalité est la viscosité dynamique du fluide.

Cependant, la rhéologie locale présente des limites. Par exemple, le coefficient de frottement statique associé à la mise en écoulement d'un milieu granulaire sur un plan incliné est supérieur au coefficient de frottement dynamique associé au maintien de l'écoulement [35]. Une rhéologie non locale fait donc référence aux écoulements où le tenseur des contraintes à une position donnée ne peut pas s'exprimer seulement en fonction du taux de cisaillement à la même position [40].

2.4. Mécanique du milieu granulaire

2.4.1. Définition des éléments

2.4.1.1. Le critère de rupture de Mohr-Coulomb

Le critère de rupture de Mohr-Coulomb est une généralisation de la notion de frottement, introduite précédemment, à un milieu granulaire [36]. Lorsque qu'une contrainte est appliquée sur le milieu granulaire, il y a rupture du milieu en deux blocs rigides si la contrainte tangentielle et la contrainte normale le long du plan de glissement vérifient l'équation suivante (Figure 15):

$$\tau_{rupture} = \mu\sigma_N + c \quad (\text{Eq. 12})$$

$\tau_{rupture}$: Contrainte de cisaillement à la rupture (Pa)

σ_N : Contrainte normale (Pa)

c : Cohésion de la poudre (Pa)

μ : Coefficient de frottement interne (sans unité)

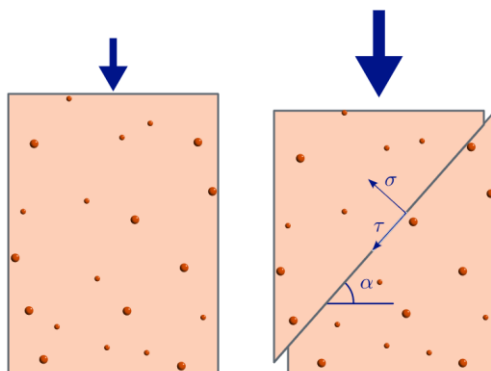


Figure 15 - Rupture le long d'un plan de cisaillement. Extrait du cours Sciences et Technologies des Poudres, IMT Mines Albi [36].

Cohésion :

La cohésion c représente la contrainte à appliquer pour mettre en écoulement la poudre en l'absence de consolidation. Elle est représentative des forces inter partuculaires [41]. La cohésion est nulle dans le cas des matériaux non cohésifs.

Coefficient de frottement interne :

Le coefficient de frottement interne correspond aux frottements entre les particules. Il est présenté dans la section 2.2.2 de ce chapitre.

2.4.1.2. État critique

L'état critique correspond à l'état de la poudre pour lequel le volume apparent ne varie pas. Afin de s'affranchir de l'historique des contraintes et de permettre la reproductibilité de la mesure, la poudre doit être dans l'état critique avant un essai de cisaillement. Il existe trois manières d'atteindre l'état critique, synthétisées dans la thèse de R. Condotta [41] :

- Si la poudre a subi préalablement une contrainte plus importante que la contrainte de cisaillement, le milieu est dans un état sur consolidé. Lors du cisaillement, le lit de particules se dilate, ce qui nécessite une contrainte de cisaillement importante. Une fois le milieu dilaté, la contrainte de cisaillement diminue pour atteindre l'état critique (τ_c). Cela correspond à la courbe A dans la Figure 16.
- Si la poudre est déjà dans l'état critique, la contrainte de cisaillement atteint directement l'état critique (τ_c). Cela correspond à la courbe C dans la Figure 16.
- Si la poudre est dans un état lâche (sous-consolidé), le milieu se compacte progressivement lors du cisaillement. La contrainte de cisaillement augmente progressivement jusqu'à atteindre l'état critique (τ_c). Cela correspond à la courbe B dans la Figure 16.

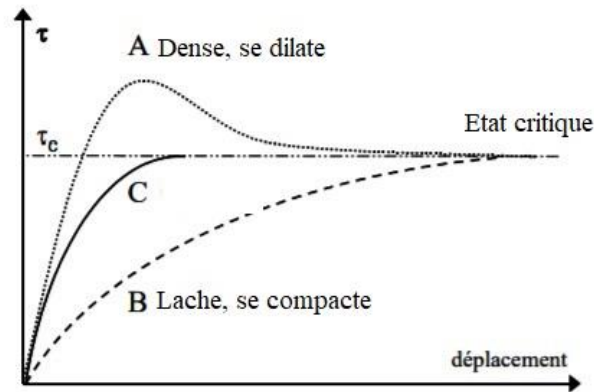


Figure 16 - Contrainte de cisaillement τ au cours du cisaillement, selon l'état initial de l'échantillon. A: Sur-consolidé, C : à l'état critique, B : sous-consolidé. Adapté de [41].

2.4.2. Construction du lieu cinématique de rupture

Le lieu cinématique de rupture (en anglais *yield locus*) permet de prévoir le comportement d'un milieu granulaire (effondrement ou stabilité), en connaissant l'état des contraintes appliquées sur la poudre. Il correspond à l'ensemble des points de rupture, c'est-à-dire l'ensemble des couples $(\sigma_N; \tau_{rupture})$, déterminés grâce aux essais de cisaillement. Le lieu cinématique de rupture est obtenu pour une consolidation donnée du milieu.

Un essai de cisaillement comporte deux étapes indispensables, la première consiste à consolider l'échantillon (étape de pré consolidation) et la seconde consiste à cisailier l'échantillon après avoir soumis le milieu à une contrainte normale [42]. Pour avoir une bonne reproductibilité, il est nécessaire d'atteindre l'état critique à la fin de la phase de pré consolidation. En effet, si cet état n'est pas atteint, il existe un effet de l'historique des contraintes qui impacte les résultats de cisaillement lors de la deuxième étape [42].

La procédure de Jenike, standardisée [43], respecte ces deux étapes distinctes.

Tout d'abord, l'échantillon de poudre, versé dans une cellule, est pré consolidé sous une contrainte normale maximale σ_c . La poudre atteint un état de consolidation qu'elle conserve durant le test. Ensuite, tout en maintenant la contrainte normale, la poudre est cisailée jusqu'à atteindre l'état critique de consolidation. Le cisaillement est maintenu jusqu'à ce que le régime stable soit atteint (la contrainte de cisaillement est alors constante et égale à τ_c).

Une fois la poudre pré consolidée, l'essai de cisaillement proprement dit est réalisé. La contrainte de cisaillement est réduite à 0, la contrainte normale est diminuée à $\sigma_{sh1} < \sigma_c$. Le milieu granulaire est ensuite cisailé. La contrainte de cisaillement augmente jusqu'à ce que le point de rupture correspondant au début de l'écoulement soit atteint. Cela permet de placer un premier point du lieu cinématique de rupture, de coordonnées $(\sigma_{sh1}; \tau_{sh1})$.

Après chaque test de cisaillement, il est nécessaire de pré consolider à nouveau l'échantillon afin que chaque essai de cisaillement soit mené dans les mêmes conditions.

L'essai suivant est mené sous une contrainte normale $\sigma_{sh2} < \sigma_{sh1}$. La contrainte normale durant le cisaillement est diminuée d'essai en essai.

Le nombre de couples acquis $(\sigma_{sh_i}; \tau_{sh_i})$ dépend du choix de l'opérateur. Cependant, les contraintes normales choisies ne doivent pas être trop importantes ni trop faibles [44].

Le point correspondant à l'état de pré consolidation $(\sigma_c; \tau_c)$ n'est placé qu'après avoir réalisé tous les essais de cisaillement à la rupture et est calculé comme la moyenne des valeurs obtenues lors des pré consolidations réalisées.

Le lieu cinématique de rupture est obtenu en reliant tous les points obtenus durant la procédure (Figure 17).

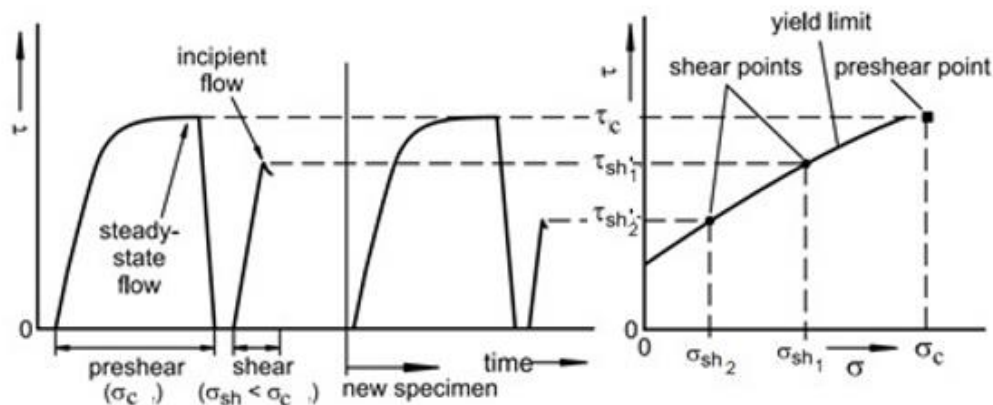


Figure 17 - Procédure de Jenike pour construire le lieu cinématique de rupture avec une cellule de cisaillement annulaire [44].

2.4.3. Analyse des cercles de Mohr

L'obtention du lieu d'écoulement permet de tracer les cercles de Mohr dans le plan (Figure 18). Le cercle de Mohr est une représentation graphique des états de contrainte à deux dimensions, proposée par Christian Otto Mohr en 1882. Chaque point obtenu par le test de cisaillement $(\sigma_{sh_i}; \tau_{sh_i})$ a un cercle de Mohr associé, qui passe par ce point et est tangent au lieu d'écoulement.

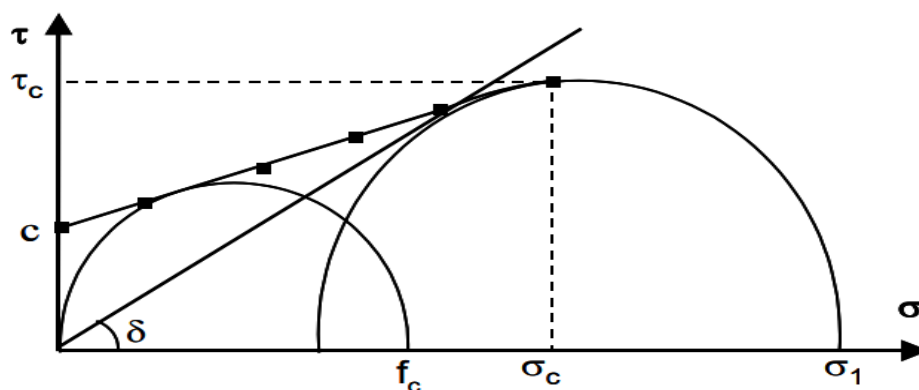


Figure 18 - Cercles de Mohr obtenus à partir d'un lieu de cinématique de rupture linéaire [41].

Il est possible de déterminer la contrainte de clé de voûte ainsi que la contrainte principale maximale à partir de la représentation des cercles de Mohr.

- Contrainte de clé de voûte (*Unconfined Yield Strength*, souvent abrégé UYS) : Physiquement, il s'agit de la contrainte en compression à appliquer sur une voûte pour la rompre [41]. Elle est obtenue graphiquement comme l'intersection entre l'axe des abscisses et le cercle de Mohr passant par l'origine. Elle est notée f_c sur la Figure 18.
- Contrainte principale maximale (*Major Consolidation Stress*) : Physiquement, elle correspond à la contrainte qui a pu s'exercer sur la poudre pour l'état de consolidation donné [41]. Graphiquement, elle est obtenue comme l'intersection entre l'axe des abscisses et le cercle de Mohr passant par le point de pré consolidation ($\sigma_c; \tau_c$). Elle ne peut être déterminée que lorsque le lieu d'écoulement est tracé [44]. Elle est notée σ_1 sur la Figure 18.

2.5. Grandeurs caractéristiques de la cohésion d'une poudre

2.5.1. Nombre de Bond granulaire cohésif

Le nombre de Bond granulaire cohésif Bo_g est un nombre adimensionnel permettant de quantifier la cohésion d'un matériau. Les nombres adimensionnels sont des grandeurs sans dimension qui permettent une première approche de modélisation du milieu. Ils peuvent permettre de simplifier un problème en évaluant les phénomènes prépondérants.

Le nombre de Bond granulaire cohésif est calculé comme le rapport entre les forces inter partielles et le poids de la particule :

$$Bo_g = \frac{F_a}{mg} \quad (Eq. 13)$$

F_a : Forces interparticulaires (N)

m: Masse de la particules (kg)

g: Constante de pesanteur ($m \cdot s^{-2}$)

Une valeur faible du nombre de Bond granulaire indique que le matériau n'est pas cohésif, le poids des particules prédomine sur les forces inter partuculaires. A l'inverse, les matériaux cohésifs ont un nombre de Bond granulaire élevé [45].

Les forces inter partuculaires correspondent à la somme des forces de Van der Waals, des forces électrostatiques et des forces capillaires principalement. Les forces électrostatiques peuvent être mesurées par tribo-électrification. Les forces de Van der Waals peuvent être déterminées théoriquement grâce à des modèles.

2.5.2. Longueur de cohésion

La longueur de cohésion l est une longueur caractéristique exprimant le rapport entre la cohésion de la poudre et son poids. La cohésion peut être déterminée à partir du lieu cinématique de rupture, introduit dans la section 2.4.2. La longueur de cohésion correspond à une estimation de la hauteur maximale d'un mur vertical que l'on peut former avec la poudre [3]. Plus la longueur de cohésion est élevée, plus la coulabilité de la poudre est mauvaise.

$$l = \frac{c}{\rho g} \quad (Eq. 14)$$

c: Cohésion ($kg \cdot s^{-2} \cdot m^{-1}$)

ρ : Masse volumique de la poudre ($kg \cdot m^{-3}$)

g: Constante de pesanteur ($m \cdot s^{-2}$)

3. CARACTÉRISATION DES POUDRES

3.1. Granulométrie et morphologie

Il existe plusieurs techniques d'analyse pour mesurer la taille et la forme des particules constituant une poudre. Les techniques les plus communes sont les suivantes : le tamisage, la diffraction laser, l'analyse d'image 2D et l'analyse d'image 3D.

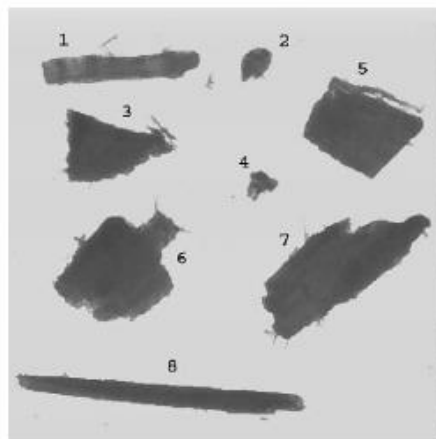


Figure 19 – Quelques exemples de forme de particules de biomasse [46].

3.1.1. Techniques d'analyse

3.1.1.1. Tamisage

Un échantillon de poudre est placé sur un empilement de tamis, de diamètre de maille décroissant. Le tamis au sommet de la pile correspond à celui ayant le diamètre de maille le plus grand. Les particules passent à travers les tamis si leur taille le permet. Afin de favoriser au maximum ce passage, les tamis sont soumis à des vibrations. La fraction des particules piégées dans chaque tamis est ensuite pesée, afin d'établir la distribution granulométrique massique de la poudre. Dans le cas des particules allongées, le tamisage trie les particules selon leur largeur et non pas leur longueur.

3.1.1.2. Diffraction laser

La technique d'analyse de diffraction laser fonctionne sur le principe de diffraction de la lumière à la rencontre d'une particule. Elle est basée sur la mesure de la variation angulaire de l'intensité lumineuse lorsqu'un faisceau laser rencontre un échantillon de particules poly dispersées. Cette interaction dépend de la forme, de la taille et de la rugosité des particules. L'angle de diffraction du laser ainsi que l'intensité du rayonnement diffracté permettent de mesurer la taille de la particule selon la théorie de Fraunhofer. Cette théorie est une approximation de la théorie de Mie qui suppose que la lumière est diffractée à la rencontre

d'une particule si la taille de cette dernière est supérieure ou égale à la longueur d'onde de la lumière incidente. La théorie de Mie remplace la théorie de Fraunhofer pour des tailles inférieures à 50 μm car l'approximation n'est plus valable. Plus la particule est petite, plus l'angle de diffraction est grand.

3.1.1.3. Analyse d'image 2D

L'analyse d'image 2D permet d'obtenir des informations sur la taille mais également sur la forme des particules (analyse granulométrique et morphologique). Les particules sont observées directement. Les principales étapes sont la préparation de l'échantillon, l'obtention d'une image, son traitement et l'analyse des résultats. La visualisation des particules est réalisée principalement à l'aide d'ondes électromagnétiques, transmises ou réfléchies sur les particules à examiner. L'image analogique est transformée en une image digitale puis est traitée. Cela consiste à identifier les particules et à les séparer de l'arrière-plan afin de permettre leur analyse. L'analyse fractale du contour de la particule peut être réalisée à différents niveaux de zoom. Les techniques d'analyse d'image statique fonctionnent par observation directe de particules dispersées sur une vitre. Les techniques d'analyse d'image dynamique fonctionnent par observation des particules lors de leur chute devant une caméra.

3.1.1.4. Analyse d'image 3D

Des techniques d'analyse d'image 3D, permettant d'analyser la forme des particules, se développent. Ces méthodes sont bien sûr plus coûteuses économiquement et en temps, mais elles sont plus précises que les analyses 2D pour connaître la forme d'une particule [3]. La technique la plus développée est la tomographie à rayons X. Le balayage optique 3D et la conception assistée par ordinateur sont également des techniques qui existent [47].

3.1.2. Descripteurs granulométriques

Le diamètre des particules non sphériques est plus compliqué à définir que le diamètre d'une sphère. Il n'existe pas un unique descripteur de taille des particules. Généralement, le diamètre d'une particule allongée se rapporte au diamètre d'une sphère équivalente. Les équivalences les plus utilisées sont le volume ou la surface [3].

Sans utiliser le concept de sphère équivalente, le diamètre peut être également considéré comme la plus grande dimension de la particule (entre les points les plus éloignés).

Les diamètres statistiques forment un autre groupe. Dans leur cas, une dimension linéaire est mesurée parallèlement à une direction fixe [36]. Le diamètre de Féret correspond à la distance entre deux tangentes sur des côtés opposés de la particule. Il existe le diamètre de Féret maximal et minimal (Figure 20). Le diamètre de Martin est la longueur d'une corde divisant la surface apparente de la particule en deux aires égales.

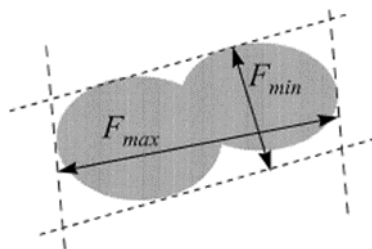


Figure 20 - Diamètres de Féret maximal, F_{max} , et minimal, F_{min} , d'une particule [48].

Comme les poudres sont constituées d'un grand nombre de particules, les indicateurs granulométriques couramment utilisés pour représenter l'ensemble des particules sont la médiane et la moyenne ou plus rarement le mode. Ces indicateurs peuvent être exprimés en nombre, en surface ou en volume. La technique d'analyse impose le plus souvent le choix de l'expression. Par exemple, la diffraction laser permet d'obtenir la distribution granulométrique en volume.

Il existe plusieurs expressions du diamètre moyen. Le diamètre moyen en nombre permet de donner la même importance à chaque particule, quelle que soit sa taille. Le diamètre de Sauter correspond au diamètre moyen basé sur la surface. Il est pertinent de l'utiliser quand la surface joue un rôle important dans le procédé (catalyseurs, ...). Il est sensible à la présence de petites particules. Le diamètre moyen volumique (auss appelé diamètre de De Brouckere moyen) est intéressant quand le volume (ou la masse) est important. D'après Lee et Yoon, il est sensible à la présence de grosses particules [49].

Le mode d'un ensemble de particules correspond à la taille ayant la plus grande occurrence dans l'échantillon.

3.1.3. Descripteurs morphologiques

Il existe plusieurs façons de décrire la forme des particules constituant un milieu granulaire ou une poudre (Tableau 2). Dans leur revue de la littérature publiée en 2013, Rodriguez et al. concluent qu'il n'est pas évident d'identifier le meilleur indicateur morphologique parmi ceux utilisés dans la littérature [50]. Par ailleurs, le nom des descripteurs de forme à l'échelle macroscopique varie selon les auteurs, il n'existe pas encore de lexique commun [50]. Il est donc important de toujours bien vérifier à quoi l'indicateur morphologique correspond [48]. La morphologie des particules peut être caractérisée à plusieurs échelles. A grande échelle, les descripteurs généralement utilisés sont la sphéricité et le facteur d'aspect. Ils permettent de décrire respectivement la similitude entre la particule et une sphère et l'élongation de la particule. A échelle moyenne, la circularité de la particule peut être utilisée. Ce descripteur permet de décrire l'aspect des coins des particules, arrondis ou anguleux. Il quantifie la similitude entre la particule et un disque. Enfin, à petite échelle, la texture de la surface des particules peut être caractérisée grâce à la rugosité [50].

Tableau 2 - Descripteurs morphologiques.

Nom	Définition/Commentaire
Facteur d'aspect	Il s'agit du rapport entre la largeur d'une particule et sa longueur (Figure 21). Il peut être également exprimé comme le rapport entre le diamètre de Féret minimal et le diamètre de Féret maximal.
Sphéricité (3D)	Il permet de quantifier la ressemblance de la particule à une sphère. Il existe plusieurs expressions selon la sphère équivalente utilisée.
Circularité (2D)	Il permet de quantifier la ressemblance d'une particule à un disque. Il existe plusieurs expressions selon le disque équivalent utilisé.
Facteur de rugosité	Il permet de quantifier la rugosité d'une particule. Il s'exprime en fonction du rapport entre le périmètre "lisse" d'une particule et son périmètre "rugueux".

La qualité de la résolution lors de l'analyse d'image est très importante puisqu'elle peut influencer la valeur du périmètre. Il faut donc bien s'assurer que la qualité de la résolution permet d'obtenir la précision voulue [50].

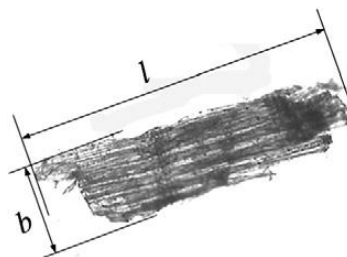


Figure 21 - Dimensions caractéristiques d'une particule de biomasse. l désigne la longueur de la particule, et b correspond au diamètre de la particule [51].

3.1.4. Avantages et inconvénients

Les avantages et les inconvénients de chaque technique d'analyse présentée dans la partie précédente sont synthétisés dans le tableau suivant (Tableau 3) :

Tableau 3 - Avantages et inconvénients des techniques d'analyse granulométrique.

Technique d'analyse	Taille/Nombre de particules	Avantages	Inconvénients	
Tamissage	De 100 μm au cm	Rapide Peu coûteuse [52]	Risque de colmatage des ouvertures [52] Taux de particules fines surévalué [51] Influence des vibrations (intensité, fréquence, durée) sur les résultats [46] Peu répétable [53] Fragilité des tamis [53] Phénomène d'attrition [53]	
Diffraction laser	50 nm environ à quelques mm Certaines technologies nano peuvent mesurer des particules encore plus petites	Rapide Reproductible [46] Voie sèche ou voie humide	Connaissance des propriétés optiques du matériau et de l'indice de réfraction du milieu Particules supposées sphériques [36] Plus d'importance donnée aux grosses particules, distribution granulométrique en volume [36]	
Analyse d'image 2D	Statique	10 μm à plusieurs mm 10 ³ à 10 ⁵ particules	Informations sur la taille et la forme des particules [48] Beaucoup de descripteurs morphologiques peuvent être évalués [46] Particules fines bien caractérisées car la distribution granulométrique est réalisée en nombre Technique de mesure directe [48]	Limite en taille des particules dû à la résolution [46,47] Fastidieuse pour le contrôle granulométrique à l'échelle industrielle [46] Ne donne pas d'information sur la variation de forme des particules [48] Traitement d'image subjectif [48] Choix délicat de la pression de dispersion de l'échantillon et du nombre de particules Peu de particules analysées [48]
		Dynamique	10 μm à plusieurs mm	Grand nombre de particules pouvant être analysées, statistiques plus fiables Analyse rapide Technique de mesure directe [48]
	Microscope optique	Echelle très petite	Informations sur la texture des particules [48] Pseudo 3D Echelle d'observation large (forme des particule) ou fine (rugosité des particules) [48] Technique de mesure directe [48]	Peu de particules observées Reproductibilité Echelle très petite : Il faut donc savoir ce que l'on veut chercher
Analyse d'image 3D	Limite basse en résolution: quelques dizaines de μm [47]	Très précise sur la description de la forme de la particule en 3D [47] Permet de cartographier également la densité de la particule (Tomographie à rayons X) [47] Reconstruction de la forme de la particule en 3D [47]	Appareil couteux Analyse longue Restreinte aux formes convexes (dans le cas du balayage optique 3D)	

3.2. Coulabilité

Ambrose et al. définissent la coulabilité d'une poudre comme sa capacité à se déplacer par écoulement [54]. La coulabilité peut être évaluée grâce à la mesure de plusieurs paramètres. Cette section s'intéresse aux techniques de caractérisation de la coulabilité des poudres.

Il est important de comprendre que la coulabilité des poudres change selon la contrainte qui est appliquée et donc varie au cours du procédé [54,55]. Les poudres peuvent se trouver sous trois principaux états de contrainte différents : état fluidisé, état libre, état compacté [55]. Il est difficile d'obtenir des corrélations entre les résultats de tests effectués sur des poudres sous différents états de contrainte [55].

Enfin, dans leur revue de la littérature, Ambrose et al. insiste sur l'impossibilité de caractériser l'écoulement d'une poudre à partir d'un seul et unique indicateur [54].

3.2.1. Mesures angulaires

La coulabilité d'une poudre à l'état libre, c'est-à-dire en l'absence de contrainte, est usuellement quantifiée grâce à des mesures angulaires. Plusieurs mesures angulaires, en régime statique ou en régime dynamique, sont réalisables sur une poudre.

Lorsqu'une poudre est versée en tas, l'angle que forme la surface avec l'horizontale est l'angle de repos statique. Plusieurs procédures de versement de la poudre ont été étudiées afin de minimiser les effets opérateurs.

L'écoulement d'une poudre cohésive en régime dynamique à l'état libre peut être caractérisé dans un tambour tournant, également appelé tambour rotatif [56–61]. Ce dispositif expérimental permet d'étudier le comportement des poudres soumises à un mouvement de rotation. Les avalanches de poudre, formées lors de la rotation du tambour, sont principalement considérées. Le phénomène d'avalanche est présent dans beaucoup d'applications industrielles, comme le remplissage d'une trémie [56], le convoyage ou l'injection à partir d'une vis sans fin [62]. Falk et al. ont conclu, grâce à une analyse en composantes principales, que les phénomènes d'avalanche sont la principale cause des fluctuations du débit d'injection avec une vis sans fin [62].

Plusieurs indicateurs peuvent être extraits des mesures en tambour rotatif. Le choix des indicateurs pertinents à considérer dans le cas des poudres cohésives est toujours à l'étude [4]. Un des indicateurs les plus communs consiste à mesurer l'angle que forme la surface de la poudre avec l'horizontale avant une avalanche. Cet indicateur est appelé angle d'avalanche, angle de repos supérieur ou angle maximal de stabilité comme il correspond à l'angle maximal que peut atteindre la poudre avant rupture [63]. L'angle formé par la surface de la poudre avec l'horizontale après une avalanche est appelé angle de repos inférieur [63]. Alexander et al. ont observé que les poudres cohésives se dilatent et forment des avalanches dont l'angle est contrôlé par l'intensité des forces de cohésion. Grâce à des expériences et des simulations, les auteurs ont conclu que plus la poudre est cohésive, plus la dilation du milieu granulaire et l'angle d'avalanche sont élevés. Par ailleurs,

les avalanches formées avec les poudres cohésives se détachent du lit par des mécanismes de fissure. Les angles d'avalanche sont plus grands lorsque la vitesse de rotation du tambour est faible [56].

Certains auteurs considèrent l'intensité de l'avalanche, grâce à la mesure du décalage du centre de gravité de la poudre contenue dans le tambour lors de sa rotation, à l'aide d'une cellule de charge [56,64]. Davies et al. ont montré que le changement de régime d'écoulement des grains lorsque la rotation du tambour augmente (de l'écoulement sous forme d'avalanche à un écoulement continu) peut être détecté grâce à la variance du signal. Une diminution de la variance du signal est corrélée à une diminution de la présence d'avalanche. Les auteurs ont vérifié cette observation pour deux diamètres de tambour rotatif, 1 m et 130 mm [64]. J. Pachón-Morales a également mis en avant la pertinence d'utiliser un indicateur de volume tel que le changement de centre de gravité de la poudre pour caractériser la coulabilité des matériaux cohésifs et non cohésifs [4]. Pachón-Morales et al. ont étudié plusieurs indicateurs pour décrire la coulabilité de poudres de bois, entre autres : l'angle maximal de stabilité, la rotation du tambour nécessaire pour déclencher une avalanche, la différence entre l'angle maximal et l'angle minimal de stabilité et la linéarité de surface. Les auteurs concluent que ces indicateurs permettent de distinguer clairement le comportement cohésif ou non de la poudre, et soulignent également l'importance de les considérer simultanément pour décrire au mieux la coulabilité de la poudre [4].

Enfin, le temps entre deux avalanches et l'écart-type du temps entre deux avalanches sont des indicateurs intéressants pour quantifier la régularité de l'écoulement. Dans le cadre de sa thèse, C. Vanneste-Ibarcq a observé une corrélation entre le diamètre critique d'injecteur, le taux de particules fines et l'écart-type du temps entre deux avalanches, pour différentes poudres de bois [3].

Les parois du tambour peuvent avoir un effet sur les mesures lorsqu'elles sont faiblement espacées. Koeppel et al. ont observé un effet de stratification lors du remplissage d'une cellule de Hele-Shaw avec un mélange binaire de particules de diamètre moyen de 400 μm et 800 μm pour des distances entre les plaques inférieures à 20 mm [65]. Alexander et al. indiquent utiliser un tambour de longueur 42 cm et de distance entre parois de 14 cm pour se prémunir des interactions avec les parois [56]. Les poudres testées par les auteurs ont un diamètre compris entre 40 μm et quelques millimètres.

La taille des particules n'a pas d'influence significative sur les angles d'avalanche et de repos, au contraire de la distribution granulométrique [66]. Robinson et al. ont observé que la porosité du lit des microbilles de verre présente un minimum pour une fraction volumique d'un tiers de petites billes dans le mélange. Par ailleurs, l'angle maximal de stabilité et l'angle de repos sont respectivement plus élevé et plus faible [66]. Cela est dû au phénomène de ségrégation, les particules les plus grosses se trouvent à la surface alors que les particules les plus petites se trouvent à la base du tas. Elles agissent alors comme des roulements à billes pour les particules les plus grosses situées au-dessus, ce qui diminue l'angle de repos.

3.2.2. Porosité, masse volumique et compressibilité des poudres

3.2.2.1. Porosité

La porosité d'un milieu granulaire est le rapport du volume de vide entre les particules sur le volume total du milieu granulaire. Elle s'exprime comme suit :

$$\varepsilon = \frac{V_{vide}}{V_{milieu}} \quad (Eq. 15)$$

ε : Porosité

V_{vide} : Volume du vide (m^3)

V_{milieu} : Volume total du milieu granulaire (m^3)

3.2.2.2. Masse volumique

La masse volumique des poudres est importante à connaître quand on s'intéresse à leur coulabilité. En effet, elle influe directement sur la force de pesanteur qui s'exerce sur une poudre [67]. Plus la masse volumique d'une poudre est élevée, plus cette force est importante, ce qui facilite l'écoulement gravitaire du milieu. La masse volumique dépend de l'état de contrainte dans lequel se trouve la poudre [67].

La masse volumique du lit de poudre est reliée à sa porosité, comme suit :

$$\rho = \rho_p * (1 - \varepsilon) \quad (Eq. 16)$$

ρ : Masse volumique en vrac ($kg.m^{-3}$)

ρ_p : Masse volumique de la particule ($kg.m^{-3}$)

ε : Porosité

Les variations de la masse volumique en vrac d'une poudre proviennent donc des variations de sa porosité.

3.2.2.3. Compaction d'une poudre

Il existe plusieurs modèles reliant l'état physique de la biomasse à la pression de consolidation mécanique appliquée. Ils permettent de prédire la masse volumique d'une poudre en fonction de la contrainte normale appliquée. Chevanan et al. ont travaillé avec des particules de biomasses agricoles de taille millimétrique. Ils ont étudié le compactage de ces biomasses à l'aide d'un piston ou par tassement à l'aide de vibrations. Les pressions de consolidation varient entre 5 et 120 kPa. Un compactage par piston présente deux phases. La première phase est celle du réarrangement des particules, le déplacement du piston augmente mais pas la contrainte appliquée. Lorsque le réarrangement est fini, la force subie par la poudre augmente brusquement, indiquant que la déformation élasto-plastique des particules est en cours [68].

3.2.2.4. Compressibilité

La compressibilité d'une poudre est exprimée par l'indice d'Hausner (généralement abrégé HR pour *Hausner Ratio*). Il s'agit du rapport de la masse volumique tassée sur la masse volumique apparente. La masse volumique tassée est obtenue en tassant la poudre sous son propre poids grâce à des vibrations verticales, jusqu'à que le volume soit stabilisé.

$$HR = \frac{\rho_t}{\rho_a} \text{ (Eq. 17)}$$

ρ_t : Masse volumique tassée ($kg.m^{-3}$)

ρ_a : Masse volumique apparente ($kg.m^{-3}$)

Plus l'indice d'Hausner est élevé, plus la poudre est compressible et plus sa coulabilité est faible.

L'indice d'Hausner permet de positionner les poudres dans la classification de Geldart. Cette dernière permet de classer les poudres selon leur capacité à se fluidiser. Il existe 4 classes de particules. Le groupe A est constitué de particules fines qui peuvent facilement se fluidiser. Les poudres constituant le groupe B sont plus grosses mais peuvent également se fluidiser (le sable par exemple). Le groupe C est constitué de particules très fines et très cohésives. Leur fluidisation est très difficile. Le dernier groupe D contient des grosses particules avec des masses volumiques élevées qui ont besoin d'une vitesse de gaz élevée pour se fluidiser.

Si HR est supérieur à 1.4, la poudre est considérée comme cohésive et appartient au groupe C de la classification de Geldart. Si HR est inférieur à 1.25, la poudre est peu cohésive et il est plus facilement possible de la fluidiser. Elle appartient alors au groupe A de la classification de Geldart. Lorsque HR est situé entre 1.25 et 1.4, la poudre a des propriétés mixtes au groupe A et C [69]. A titre indicatif, l'indice d'Hausner d'une poudre de pin a été mesuré à 1.57 par Rezaei et al. en 2018 indiquant une forte cohésion [70].

Il faut retenir que l'indice d'Hausner est indicatif de l'écoulement d'une poudre mais n'est pas suffisant pour le décrire complètement. Il est nécessaire de caractériser l'écoulement de la poudre par des techniques complémentaires.

Similairement, l'indice de Carr (IC) est une indication de la compressibilité d'une poudre. Il s'exprime en pourcentage comme suit :

$$IC = 100 * \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_t}\right) = 100 * \left(1 - \frac{1}{HR}\right) \text{ (Eq. 18)}$$

ρ_t : Masse volumique tassée ($kg.m^{-3}$)

ρ_a : Masse volumique apparente ($kg.m^{-3}$)

Cet indice s'exprime en fonction de l'indice d'Hausner. Plus ce dernier est important, plus l'indice de Carr est élevé. Lorsque l'indice de Carr est supérieur à 40 %, la poudre a une très mauvaise coulabilité. Au contraire, pour des valeurs entre 5 % et 15 %, la coulabilité est très bonne.

3.2.3. Fonction d'écoulement

La fonction d'écoulement FF est définie comme le rapport entre la contrainte de clé de voûte et la contrainte principale maximale, obtenues par l'analyse des cercles de Mohr présentée dans la section 2.4.3 de ce chapitre.

$$FF = \frac{f_c}{\sigma_1} \quad (Eq. 19)$$

f_c : Contrainte de clé de voûte (Pa)

σ_1 : Contrainte principale maximale (Pa)

La fonction d'écoulement indique la contrainte à appliquer sur la poudre pour qu'il y ait écoulement en fonction de la contrainte majeure qui a consolidé la poudre [41]. Elle permet de quantifier la coulabilité d'une poudre lorsqu'elle est dans un état contraint, similaire à celui rencontré par la poudre au fond d'une trémie à l'échelle industrielle.

Le Tableau 4 présente la signification physique de la valeur de la fonction d'écoulement FF [42].

Tableau 4 - Signification physique de la valeur de la fonction d'écoulement.

Valeur numérique de FF	Interprétation physique
$FF < 1$	Pas d'écoulement (<i>Not flowing</i>)
$1 < FF < 2$	Très cohésif (<i>Very cohesive</i>)
$2 < FF < 4$	Cohésif (<i>Cohesive</i>)
$4 < FF < 10$	Écoulement aisé (<i>Easy-flowing</i>)
$FF > 10$	Écoulement libre (<i>Free-flowing</i>)

Plus la fonction d'écoulement est élevée, plus la coulabilité du matériau est bonne.

3.2.4. Test d'écoulement hors silo

La pertinence des tests de cisaillement pour les poudres de biomasse est questionnée par plusieurs auteurs [68,72,73]. Ces matériaux sont compressibles et sont constituées de particules allongées, ce qui complique la formation d'un plan de cisaillement bien défini [72,73]. Par exemple, Miccio et al. ont observé que le pré cisaillement de poudres de biomasse (sciures et grignons d'olives broyés) n'a pas permis d'atteindre l'état critique de consolidation, comme le nécessite la procédure de Jenike lors de la construction du lieu cinématique de rupture [73]. Ils attribuent cela à l'élasticité importante du milieu et à la forme irrégulière des particules.

La méthode de Jenike est communément utilisée pour évaluer le diamètre critique d'une trémie afin de permettre l'écoulement d'un milieu granulaire [74]. Cependant, la validité de cette méthode dans le cas des poudres de biomasse n'est pas clairement établie [72]. Barletta et al. ont comparé les résultats de diamètre critique prédit par la procédure de Jenike avec leurs résultats expérimentaux obtenus avec un silo plan de 0.3 m³ [72]. Les auteurs concluent que la procédure de Jenike surestime le diamètre critique de sortie du silo pour les matériaux testés (plaquettes de bois, poudre de bois et alpiste roseau). Ils soulignent également le

besoin de mieux comprendre la relation entre la hauteur de remplissage et les dimensions de la trémie sur la formation de voûte [72].

4. FACTEURS D'INFLUENCE SUR L'ÉCOULEMENT DES POUDRES

4.1. Taille des particules

Les particules sont soumises aux forces inter partielles ce qui les rend cohésives et défavorisent leur écoulement. Xu et al. ont travaillé avec du bois torréfié et ont observé que plus les particules sont grandes, plus l'indice d'Hausner, l'indice de Carr, l'angle de repos et la cohésion diminuent, et plus la fonction d'écoulement augmente, indiquant un meilleur écoulement [75]. Sousa et al. ont travaillé avec du marc de café. Ils ont séparé la poudre en trois classes granulométriques. La plus mauvaise coulabilité, correspondant à un angle de repos et un indice d'Hausner élevés, a été obtenue pour la classe de particules les plus fines [76]. La surface spécifique est très importante pour des particules fines ce qui joue un grand rôle dans l'intensité des forces inter partielles [76]. Xu et al. ont étudié la coulabilité de plusieurs poudres de biomasse agricole. Les auteurs montrent qu'il existe une taille moyenne de particule critique pour optimiser la coulabilité de la poudre. Cette taille critique se situe autour de 150 μm [77] (Figure 22). Pour des particules plus petites, les forces inter partielles dominent ce qui réduit la coulabilité de la poudre. A l'inverse, lorsque la taille des particules augmente, les particules des biomasses agricoles étudiées (paille de blé, paille de soja, paille de riz, coque de riz) tendent à être plus allongées. Les plus grandes particules sont donc soumises à un plus grand entremêlement ce qui réduit également leur coulabilité [77].

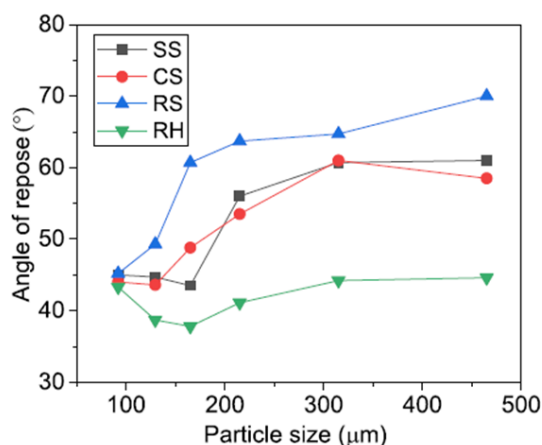


Figure 22 - Angle de repos en fonction de la taille des particules pour des biomasses agricoles : SS = paille de soja, CS = paille de blé, RS = paille de riz, et RH = coque de riz [77].

Shi et al. ont étudié le comportement de poudres de calcaire en cellule de cisaillement, en variant la taille médiane des particules. Ils distinguent deux régimes, en dessous et en dessus de 150 μm . Lorsque la taille médiane des particules est inférieure à 150 μm , la cohésion a un effet prédominant sur le comportement du lit. Lorsque la taille des particules augmente, les forces de cohésion deviennent négligeables. Le

comportement du lit est principalement contrôlé par l'entremêlement des particules dû à leur forme plus allongée et à leur rugosité de surface [78].

Plusieurs modèles ont été proposés pour relier la taille des particules et la contrainte de clé de voûte [79]. Ils prennent la forme suivante :

$$f_c = \frac{K}{d_p^n} \text{ (Eq. 20)}$$

f_c : Contrainte de clé de voûte (Pa)

K et n : Constantes qui dépendent des propriétés du matériau

d_p : Diamètre moyen des particules (m)

4.2. Distribution granulométrique

Hann et al. ont observé que plus la distribution granulométrique d'une poudre de calcaire est resserrée, plus l'écoulement de la poudre est bon [80]. La contrainte de clé de voûte augmente quand la dispersion de la distribution granulométrique augmente, indicatif d'une mise en écoulement plus difficile [80,81]. Sousa et al. ont étudié deux mélanges de poudres de marc de café, de même diamètre moyen mais de distribution granulométrique différente. Les auteurs ont observé que l'angle de repos et l'indice d'Hausner sont plus élevés pour la poudre présentant la distribution granulométrique la plus étendue. Le diamètre médian seul est insuffisant pour anticiper la coulabilité d'une poudre. Il est nécessaire de considérer également la distribution granulométrique [76].

Mullarney et al. ont proposé un modèle empirique qui prédit correctement la fonction d'écoulement d'une poudre pharmaceutique fine (de l'ordre de quelques dizaines de microns) à partir de 4 paramètres granulométriques : d_{10} , d_{50} , d_{90} et d [82].

$$FF = \exp(b_0 + b_1 \ln(d_{10}) + b_2 \ln(d_{50}) + b_3 \ln(d_{90}) + b_4 \ln(d)) \text{ (Eq. 21)}$$

d_{10} : Diamètre pour lequel 10 % des particules ont un diamètre inférieur (μm)

d_{50} : Diamètre pour lequel 50 % des particules ont un diamètre inférieur (μm)

d_{90} : Diamètre pour lequel 90 % des particules ont un diamètre inférieur (μm)

d : Diamètre volumique moyen (μm)

Les coefficients b_0 , b_1 , b_2 , b_3 et b_4 sont des paramètres d'ajustement.

Si le diamètre moyen des particules peut être déterminé pour un mélange de particules de différentes classes granulométriques grâce à leur fraction massique respective, Massaro Sousa et Ferreira propose la construction d'un diagramme ternaire afin d'évaluer les indices de coulabilité [76]. Comme mentionné précédemment, la fraction granulométrique la plus influente sur la coulabilité de la poudre est la classe granulométrique la plus fine (Figure 23).

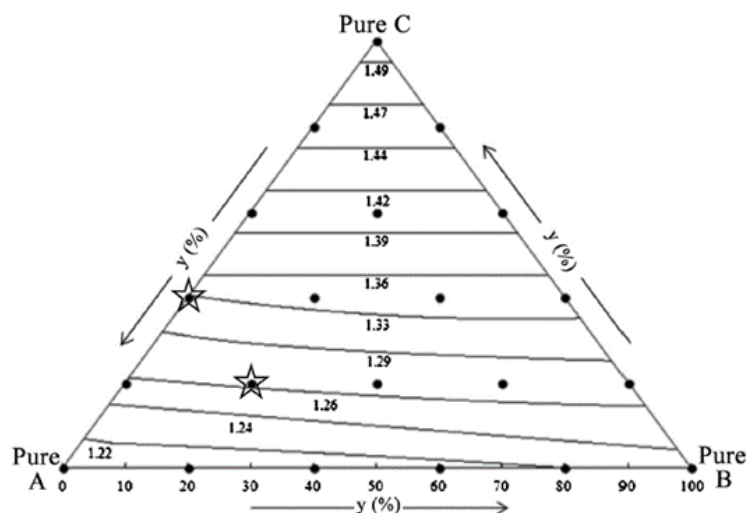


Figure 23 - Valeur de l'indice d'Hausner en fonction de la fraction massique de trois classes granulométriques (A) $d=550 \mu\text{m}$ (B) $d=400 \mu\text{m}$ et (C) $d=225 \mu\text{m}$ pour du marc de café [76].

Contrairement à ce qui est présenté précédemment, la présence de très fines particules peut favoriser l'écoulement d'une poudre. Pachón-Morales et al. expliquent la meilleure coulabilité de la poudre d'épicéa torréfié en comparaison de la poudre de peuplier torréfié par la présence d'un taux de particules fines plus élevé. Ces particules fines, de l'ordre du nanomètre, se glissent entre les vides créés entre les particules plus larges et empêchent le contact de leur surface, ce qui limite les forces inter-particulaires. Les auteurs n'ont cependant pas réalisé de validation à l'échelle nanométrique [83]. Par ailleurs, il est connu que l'ajout d'additifs permet d'améliorer la coulabilité des poudres. En effet, les nanoparticules permettent d'augmenter la distance entre les particules, ce qui réduit donc l'intensité des forces de Van der Waals qui prédominent entre les particules fines [84]. Dans leur revue de la littérature, Tomas et al. présentent la Figure 24 qui indique qu'une taille de particules de 10 nm est optimale pour diminuer les forces de Van der Waals entre des particules micrométriques.

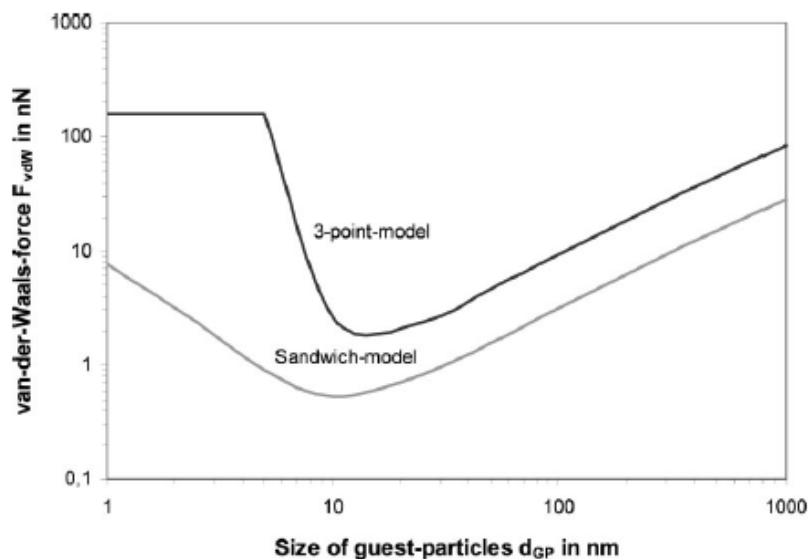


Figure 24 - Courbes calculées à partir des modèles Sandwich de Zimmermann et 3 points de Meyer et exprimant l'intensité des forces de Van der Waals en fonction de la taille des nanoparticules, pour une poudre constituée de particules micrométriques [84].

4.3. Forme des particules

Les particules de biomasse ont un facteur d'aspect (noté généralement AR) élevé, lorsque défini comme le rapport de la longueur des particules sur leur largeur. A titre d'exemple, Rezaei et al. ont mesuré le facteur d'aspect et la sphéricité de particules de pin après passage dans un broyeur à marteau (Figure 25). Les valeurs sont respectivement égales à 4.54 et 0.44 [70].

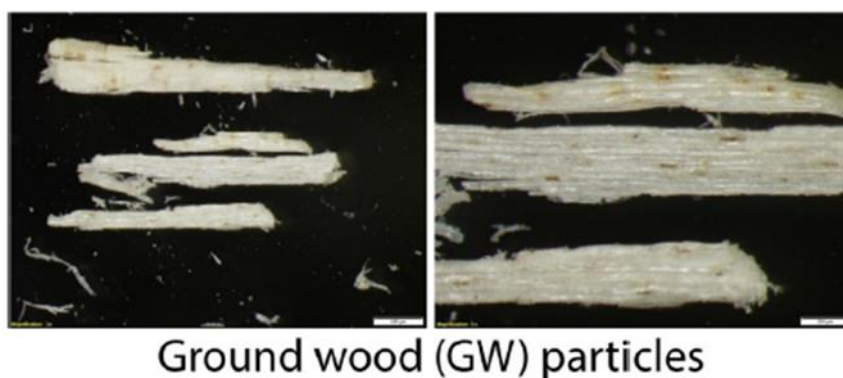


Figure 25 - Particules de pin après passage au broyeur à marteaux [70].

Le facteur d'aspect a tendance à diminuer lorsque la taille moyenne des particules diminue. Guo et al. ont observé que la réduction du facteur d'aspect est plus importante pour les biomasses agricoles en comparaison des biomasses ligneuses. Les auteurs expliquent cette constatation par la différence de structure de ces deux familles de biomasse. Le pin, biomasse ligneuse étudiée par Guo et al., a une anisotropie plus

faible que les biomasses agricoles, ce qui explique la réduction de taille plus homogène des particules [51]. Xu et al. observent également que plus les particules sont petites et plus elles sont sphériques (leur facteur d'aspect diminue). Ils ont travaillé sur des biomasses agricoles [77].

L'effet de la forme des particules sur la coulabilité d'une poudre n'est pas évident. Fu et al. ont montré que plus la circularité des particules de lactose est élevée, meilleure est la coulabilité de la poudre sous état contraint [85]. Hann et al. ont développé un dispositif expérimental permettant de modifier la forme des particules par attrition en limitant les modifications d'autres paramètres. La circularité des particules augmente à la suite de leur passage dans ce dispositif. Contrairement à ce qui est attendu, un mélange de particules fines avec des particules ayant subies l'attrition a une contrainte de clé de voûte plus importante qu'un mélange de particules fines et de particules brutes. Les auteurs en ont déduit que les particules plus rondes peuvent se rapprocher davantage les unes des autres ce qui augmente les forces de cohésion dans le matériau [80]. Les auteurs n'ont toutefois pas travaillé avec de la biomasse mais avec des particules de calcite. Vlachos et al. ont montré que l'addition de petites particules sphériques permet d'améliorer l'écoulement de particules allongées, pour des poudres d'aluminium [86].

L'angle de frottement interne est également fortement influencé par la forme des particules. Lee et al. ont observé que les grains de soja les plus grossiers ont un angle de frottement interne élevé. Ils expliquent cela par la forme allongée des particules [49].

Les études numériques sont très utiles pour étudier l'influence de la forme des particules sur la rhéologie de la poudre, en particulier depuis l'essor de la Méthode des Éléments Discrets (DEM). [87-91]. Cleary et al. ont montré que la forme allongée des particules peut conduire à une plus grande résistance au cisaillement à cause de l'entremêlement des particules [87]. L'équipe de recherche de Leeds a travaillé sur la modélisation du comportement des poudres dans un rhéomètre FT4, en lien avec les caractéristiques morphologiques des particules [90,91]. Leurs résultats montrent que la forme des particules exerce une influence importante sur l'écoulement de la poudre. Nan et al. observent un réalignement de l'orientation des particules quand le lit est cisailé par l'hélice. L'énergie requise pour déplacer une poudre constituée de particules fibreuses est significativement plus importante que celle requise pour déplacer des sphères. Les auteurs attribuent cela à un effet combiné du nombre de coordination et du volume d'exclusion autour des particules. Le nombre de coordination, exprimant le nombre de particules en contact avec une particule donnée, augmente lorsque le facteur d'aspect des particules augmente [90]. Vivacqua et al. ont montré que les particules de forme anguleuse (polyèdres entre 12 et 25 faces) ont besoin de plus d'énergie pour entrer en écoulement en comparaison de particules sphériques [91].

4.4. Rugosité des particules

Popov et al. observent que les aspérités à la surface de particules de cuivre ont une influence plus importante sur la coulabilité de la poudre que leur forme [92].

La Méthode des Eléments Discrets permet également d'étudier l'influence de la rugosité des particules sur l'écoulement. Pour un facteur d'aspect identique, plus la particule est rugueuse, plus le risque d'entremêlement est présent durant le cisaillement [93].

La Figure 26, extraite de la revue de la littérature proposée par Tomas et al., indique que, pour des particules micrométriques, la taille des aspérités de surface a une influence sur l'intensité des forces de Van der Waals [84]. Une taille de l'ordre de 10 nm permet de minimiser l'importance des forces de Van der Waals.

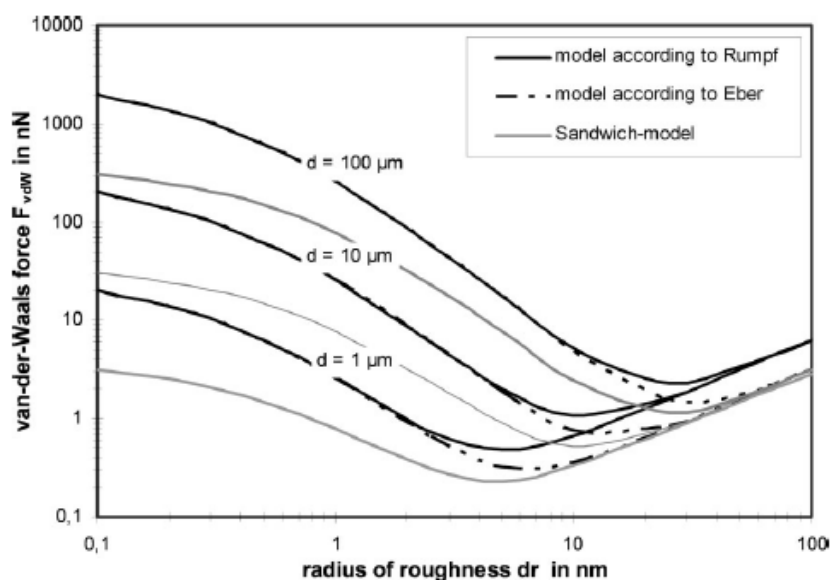


Figure 10. Calculated runs of van der Waals forces against the radii of asperities, $d_r = 2r$, by Eqs. (8), (12) and (13) ($\rho_s = 2.2 \text{ g/cm}^3$; $C_H = 6 \cdot 10^{-20} \text{ J}$; $a_0 = 0.4 \text{ nm}$).

Figure 26 - Intensité des forces de Van der Waals en fonction de la taille des aspérités de surface calculée à partir des modèles de Rumpf, d'Eber et de Zimmermann (modèle Sandwich) [84].

4.5. Humidité

L'humidité a une forte influence sur les forces d'interaction entre particules pour les principales raisons suivantes : Elle altère la conductivité électrique à la surface des particules ce qui influe sur les forces électrostatiques, elle est à l'origine de ponts capillaires entre particules lors de sa condensation et elle modifie l'énergie de surface des poudres [94]. L'énergie de surface est une mesure de l'attraction des molécules d'un matériau entre elles et entre les molécules d'autres matériaux. Les ponts capillaires apparaissent quand une monocouche de molécules de liquide à la surface des particules est formée.

L'ajout de liquide dans un milieu granulaire a deux effets contraires sur les interactions entre particules. Lorsque le taux d'humidité est faible, l'eau agit comme lubrifiant entre particules en diminuant leur rugosité. Lorsque le liquide recouvre toute la surface de la particule, les ponts capillaires apparaissent et augmentent la cohésion du milieu. Chen et al. ont travaillé avec un mélange charbon-biomasse et ont observé un angle de frottement minimal pour un taux d'humidité entre 8 et 10 % [95]. Jin et al. indiquent que pour des petites particules de lignite, l'addition d'eau diminue l'angle de repos de la poudre et améliore sa coulabilité [96].

La capacité de la poudre à absorber l'eau et retenir l'humidité provient principalement de la présence de particules fines. La surface spécifique désigne le rapport entre la superficie de la surface d'un objet et sa masse. La surface spécifique des particules est plus importante quand les particules sont petites. Dans le cas de grains sphériques, il peut être démontré que la surface spécifique est proportionnelle à l'inverse du rayon. Lorsque le rayon d'un grain sphérique diminue d'un facteur 10, la surface spécifique augmente d'un facteur 10. La surface spécifique des particules est donc plus importante quand les particules sont petites. Les ponts liquides liant les particules et assurant leur cohésion sont plus importants [80].

Les pores des bois de feuillus, permettant la circulation de l'eau, mesurent entre 50 et 200 μm . Lorsque le broyage est fin, ces pores sont détruits et l'eau forme directement des ponts capillaires à la surface des particules. Lorsque le broyage n'est pas suffisant pour détruire les pores, l'eau ajoutée remplit dans un premier temps ces pores avant de former des ponts capillaires dans un second temps. L'effet de l'humidité est donc plus important pour des poudres fines que pour des poudres grossières [3].

4.6. Température

Tomasetta et al. ont modifié une cellule de cisaillement annulaire de Schulze afin de conduire des essais sur des poudres inorganiques à haute température (entre 20 °C et 500 °C). La fonction d'écoulement des poudres inorganiques n'est pas affectée par la température [97].

5. PROCÉDÉS

5.1. Broyage

La biomasse est mise sous forme de poudre pour faciliter sa gazéification dans le réacteur.

5.1.1. Technologies de broyage

Il existe de nombreuses technologies de broyage. Les broyeurs à couteaux et les broyeurs à marteaux sont les technologies les plus utilisées pour la biomasse. Les broyeurs vibrants à barres ou à boulets peuvent également être utilisés. Les broyeurs à couteaux fonctionnent par effet de coupe et cisaillement [46] (Figure 27). Une grille en sortie permet d'assurer un contrôle granulométrique.

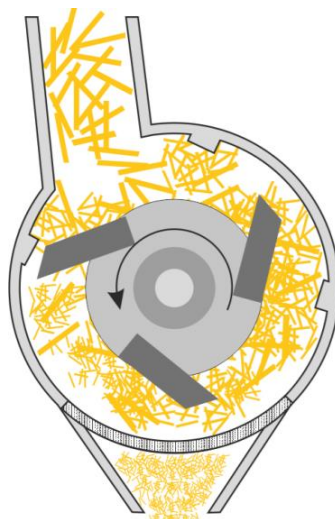


Figure 27 - Schéma de fonctionnement d'un broyeur à couteaux [98].

Les broyeurs à marteaux fonctionnent par impact, des marteaux viennent percuter la biomasse contre un blindage [99]. Temmerman, dans sa revue de la littérature, indique que les broyeurs à couteaux équipés de grilles se prêtent bien au broyage de la biomasse. La plupart des données de la littérature sur le broyage ont été obtenues avec ce type de broyeur [100].

Un broyeur vibrant est un broyeur à impact entre le matériau à broyer et une charge broyante, principalement des boulets ou des barres en aluminium [101,102]. Un exemple de broyeur vibrant est montré en Figure 28. Ce type de broyeur peut être utilisé pour le broyage fin de la biomasse pour des procédés de saccharification enzymatique ou de gazéification [103]. La réduction de taille des particules est causée par des impacts intenses lorsque la particule est prise en étau entre deux corps solides (boulets, barres...) [104].



Figure 28 - Broyeur vibrant avec des barres d'aluminium.

Les broyeurs universels permettent une modification du couple rotor-stator (couteaux, marteaux, broches, disques de cisaillement) ce qui permet une grande flexibilité quant à la distribution granulométrique qu'il est possible d'obtenir [99].

5.1.2. Paramètres d'influence sur la consommation énergétique

5.1.2.1. Influence du type de broyeur

La consommation énergétique de l'étape de broyage est souvent exprimée comme la consommation énergétique spécifique (notée SEC pour *Specific Energy Consumption*). La consommation énergétique nette est obtenue en soustrayant la puissance à vide du broyeur à la puissance totale. Elle permet de comparer les résultats de la littérature. En effet, la puissance à vide varie selon les unités de broyage [103].

Dans une revue de la littérature sur le broyage de la biomasse, Temmerman indique que le type de broyeur influence assez peu la consommation énergétique [100]. Cependant, dans d'autres études, il est observé que pour obtenir la même réduction de taille de particules d'épicéa, le broyeur à marteaux nécessite plus d'énergie que le broyeur à couteaux [105,106]. Miao et al. obtiennent des résultats inverses en étudiant le broyage de miscanthus et de panic raide (*switchgrass*) à l'aide d'un broyeur à couteaux et d'un broyeur à marteaux [107] (Figure 29). Pour différentes grilles de sortie testées (1 mm et 2 mm), le broyage des deux espèces à l'aide d'un broyeur à couteaux consomme au moins deux fois plus d'énergie qu'à l'aide d'un broyeur à marteaux.

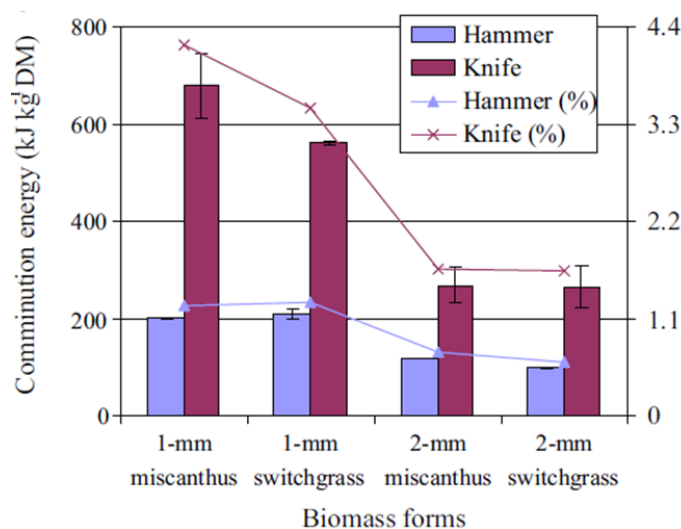


Figure 29 - Comparaison de la consommation énergétique d'un broyeur à couteaux et d'un broyeur à marteaux [107]. Axe de gauche : Energie de broyage ($\text{kJ.kg}^{-1}\text{DM}$). Axe de droite : Rapport entre énergie de broyage et énergie contenue dans la biomasse (%).

Le broyage requiert un coût énergétique important. La consommation énergétique du broyage de l'épicéa à l'aide d'un broyeur ultra-centrifuge (taille de grille de sortie de $500\ \mu\text{m}$) est estimée à $240\ \text{kWh.t}^{-1}$ [105]. Le broyage de l'épicéa avec un broyeur à marteaux, requiert entre 20 et $230\ \text{kWh.t}^{-1}$ selon la taille de la grille en sortie (entre 6 à 1 mm) alors que le broyage de la même ressource avec un broyeur à couteaux nécessite entre 23 et $85\ \text{kWh.t}^{-1}$ [105]. Ces résultats sont à prendre avec précaution car ces études ont été réalisées à l'échelle laboratoire. Il n'est pas évident d'extrapoler les valeurs de consommation énergétique à l'échelle industrielle.

Une optimisation de la chaîne de broyage a été proposée par Esteban et Carrasco en 2006. Leur optimisation prend en compte certaines conditions granulométriques, à savoir : 95 % de la masse du produit broyé doit être inférieur à 1 mm et 12 % doit être inférieur à $125\ \mu\text{m}$. Les auteurs ont travaillé avec plusieurs biomasses : des plaquettes de peuplier, des plaquettes de pin et des écorces de pin. Les broyeurs utilisés sont des broyeurs à marteaux. Les auteurs concluent que la meilleure solution consiste en un premier broyage grossier (grille de 4 mm) suivie d'une séparation dynamique par courant d'air. Les particules les plus grosses entrent alors dans le second broyeur et subissent un broyage plus fin (grille de 1.5 mm). A l'échelle de leur étude, le coût énergétique est de $113.2\ \text{kWh.t}^{-1}$ pour des plaquettes de pin. L'extrapolation à l'échelle industrielle donne le chiffre de $150\ \text{kWh.t}^{-1}$ [108].

Une étude a été menée par Kobayashi sur le broyage de l'épicéa à l'aide d'un broyeur vibrant. L'énergie totale consommée par la chaîne de broyage à l'échelle laboratoire, incluant également le convoyage et la compression, est de $800\ \text{kWh.t}^{-1}$ [101].

5.1.2.2. Influence de la charge

Les propriétés de la biomasse exerçant une influence significative sur son broyage sont : sa nature, son taux d'humidité, la granulométrie initiale et finale du produit. La consommation énergétique de broyage dépend de la charge à broyer [109]. Par exemple, le broyage des bois durs nécessite plus d'énergie que le broyage de la paille et des tiges de maïs [109]. La consommation énergétique nette a été mesurée à 450 kJ.kg⁻¹ pour les bois durs, contre 150 kJ.kg⁻¹ pour la paille et 50 kJ.kg⁻¹ pour les tiges de maïs. Ensuite, plus l'humidité de la biomasse est importante, plus l'énergie à fournir pour le broyage est importante. Godin et al. ont étudié le broyage de trois biomasses différentes avec un broyeur à couteaux : épicea, chêne et miscanthus avec différents taux d'humidité : de 5 % à 20 %. Les auteurs ont fait le choix de tracer les consommations énergétiques en fonction du facteur de réduction (Figure 30). Ce dernier est exprimé comme la différence entre la taille des particules en sortie x_2 et celle des particules en entrée x_1 : $\left(\frac{1}{x_2}\right) - \left(\frac{1}{x_1}\right)$. A même facteur de réduction (par exemple 1), l'énergie consommée par le broyage de plaquettes à 20 % d'humidité relative est 4 fois supérieure à celle consommée par le broyage de plaquettes à 5 % d'humidité relative [105] (Figure 30). Enfin, la consommation énergétique spécifique augmente exponentiellement lorsque la taille des particules produites diminue pour une charge avec un faible taux d'humidité (<10 %) [103].

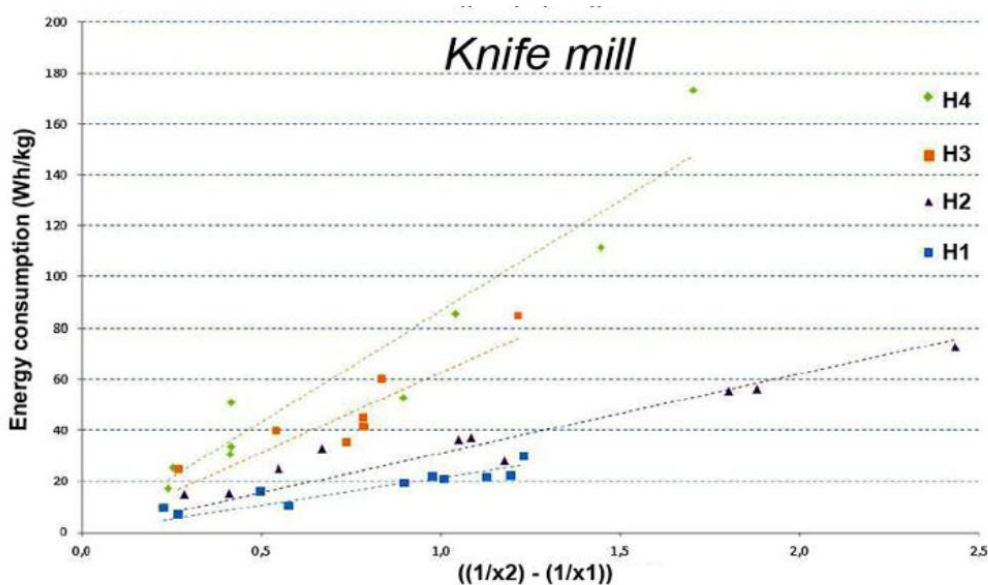


Figure 30 - Influence du taux d'humidité de la biomasse entrante sur la consommation énergétique du broyeur [105]. Taux d'humidité H. H1 = 5 %, H2 = 10 %, H3 = 15 %, H4 = 20 %.

5.1.3. Influence du type de broyeur sur les propriétés de la poudre

Les broyeurs à marteaux produisent des particules plus fines que les broyeurs à couteaux [46,62] (Figure 31). En outre, Paulrud et al. ont observé que les particules obtenues avec les broyeurs à marteaux sont plus allongées [46]. Dans la même étude, les auteurs observent également que les poudres obtenues par broyage avec un broyeur à marteaux ont une forte tendance à la formation de voûte lors de leur passage dans

un entonnoir. A titre d'exemple, le diamètre critique pour éviter la formation de voûte dans le cas des poudres broyées avec un broyeur à marteaux est de 13 cm, pour des particules de diamètre médian de 500 μm . Ce diamètre est compris entre 6 et 9 cm pour les poudres broyées avec un broyeur à couteaux [46]. Enfin, Falk et al. indiquent que les broyeurs à marteaux produisent généralement des poudres dont la masse volumique apparente du lit est plus faible que celle des poudres produites avec un broyeur à couteaux [62]. Plus les particules sont allongées, plus les particules s'entremêlent facilement ce qui libère plus de vide entre elles, et donc diminue la masse volumique de la poudre.

Falk et al. ont tracé les fonctions d'écoulement de poudres de bois brut broyées au broyeur à couteaux et à marteaux (dénommées respectivement C Spruce et K Spruce) dans la Figure 31). A nature de biomasse identique, les fonctions d'écoulement sont relativement indépendantes de la technologie de broyage employée [62].

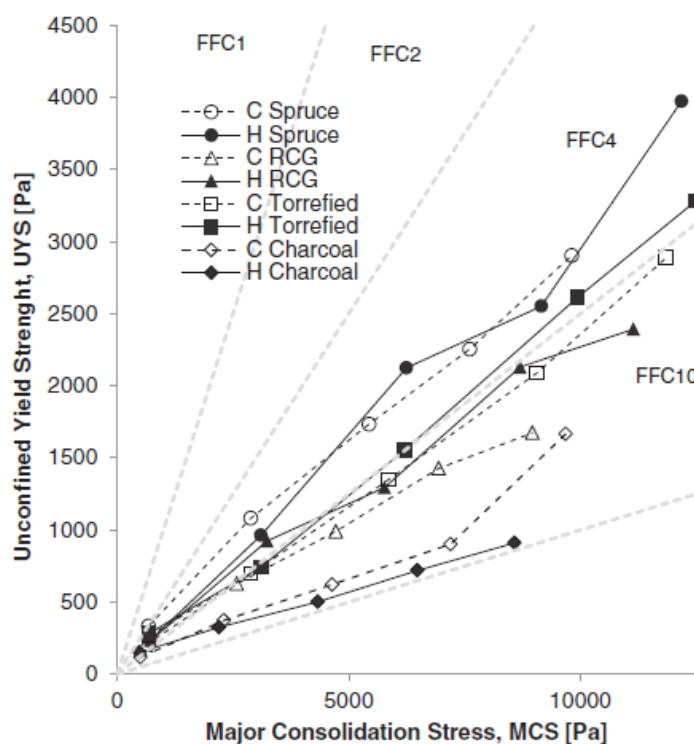


Figure 31 - Fonctions d'écoulement pour 8 poudres de biomasse. C = Broyeur à couteaux, H = Broyeur à marteaux [62].

Grâce à une étude menée sur des plaquettes d'épicéa, Kobayashi et al. concluent que les broyeurs vibrants permettent d'obtenir des particules plus rondes et plus lisses que les particules broyées par un broyeur à lames. 80 % des particules broyées par un broyeur vibrant ont un rapport d'aspect inférieur à 2, contre 20 % des particules broyées par un broyeur à lames [101]. Dû à la nature des impacts dans les broyeurs à corps broyants, une grande partie de l'énergie de l'impact est transmise à la particule ce qui cause un changement important de sa morphologie. Dans les broyeurs à impact simple, particule-particule ou

particule-solide, le mouvement des particules après un impact est plus libre, ainsi une part de l'énergie d'impact est utilisée pour l'accélération de la particule [104].

5.2. Torréfaction

5.2.1. Prétraitement thermique

La torréfaction est un procédé de prétraitement prometteur pour la biomasse avant son utilisation en gazéification ou en co-combustion. Plusieurs revues de la littérature ont été publiées à son sujet [110,111].

La torréfaction est un prétraitement thermique doux de la biomasse. Elle se déroule sous atmosphère inerte et à une température comprise entre 200 °C et 300 °C. Le temps de séjour varie entre quelques minutes et plusieurs dizaines de minutes. Le produit obtenu est proche du charbon, avec un taux de carbone est plus élevé que la biomasse brute. La torréfaction permet également d'augmenter la densité énergétique de la biomasse et d'augmenter son hydrophobie.

Cependant, la torréfaction résulte en une perte de masse du solide. En effet, ce traitement thermique dégrade les composants principaux de la biomasse, en particulier les hémicelluloses mais également la lignine. La cellulose reste le polymère le plus stable thermiquement.

Plusieurs réactions se déroulent durant la torréfaction. A faible température, entre 50 °C et 150 °C, la biomasse sèche et se rétrécit. A partir de 150 °C et jusqu'à 200 °C, les liaisons C-H commencent à se casser et la structure de la biomasse se déforme. Lorsque la température dépasse 200 °C, la destruction des liaisons C-O et C-C débute ce qui résulte en la formation d'espèces volatiles, condensables et non-condensables. Les principales espèces condensables émises durant la torréfaction sont l'eau, l'acide acétique, le méthanol, l'acide lactique, l'acide formique, le furfural, l'hydroxyacétone et le phénol. Les principaux gaz secs émis sont le CO₂ et le CO [112].

Les principaux polymères constituant la biomasse subissent donc des changements. Comme l'indique la Figure 32, les hémicelluloses sont les polymères les plus impactés par la dévolatilisation et la carbonisation lorsque la température de torréfaction atteint 250 °C. A cette température, la lignine et la cellulose subissent essentiellement un phénomène de dépolymérisation. Les phénomènes de dévolatilisation et de carbonisation impactent la lignine et la cellulose à des températures supérieures à 300 °C [111].

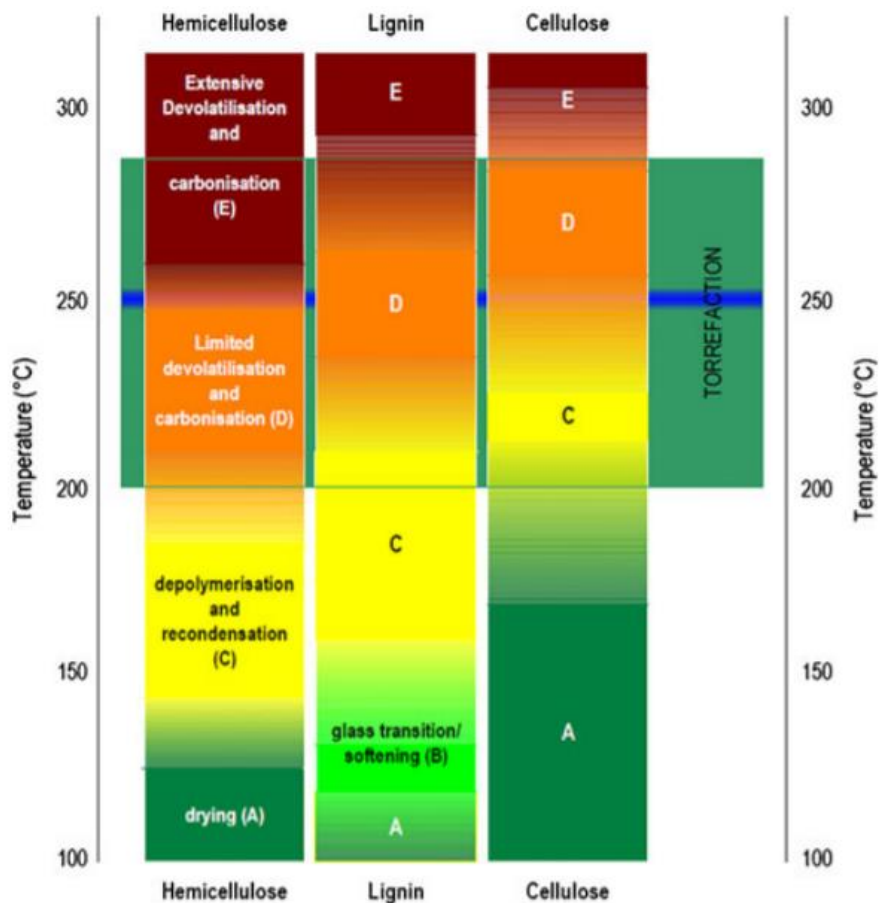


Figure 32 – Changements chimiques dans la biomasse à différentes températures de séchage et de torréfaction. Extrait de [113].

Les feuillus sont plus réactifs que les résineux en torréfaction car les hémicelluloses des feuillus sont constituées principalement de xylan, qui se dégrade intensément au cours de la torréfaction.

5.2.2. Enjeux technico-économiques de la torréfaction

D'après une analyse technico-économique réalisée par Peduzzi et al. en 2018 [114], l'utilisation de la torréfaction comme étape de prétraitement de la biomasse brute est pertinente économiquement et énergétiquement. La torréfaction diminue le rendement de conversion chimique (défini comme le rapport entre l'énergie des biocarburants produits et l'énergie de la biomasse entrante). Cependant, le broyage de la biomasse brute est plus énergivore que le broyage de la biomasse torréfiée ce qui décroît significativement le rendement énergétique global. Pour obtenir la même valeur de rendement, il faudrait réduire d'un facteur 5 l'énergie électrique du broyage [114]. Dans cette étude, les auteurs ont fixé la température de torréfaction à 250 °C et la perte de masse à 20 %.

5.2.3. Influence de la torréfaction sur l'énergie consommée pendant le broyage

La torréfaction permet de réduire le coût énergétique de l'étape de broyage [115–117]. Plus l'intensité de la torréfaction est importante, plus la biomasse est friable et pourra être broyée facilement [118,119]. A titre d'exemple, l'énergie de broyage de l'épicéa est divisée par 5 lorsque la température de traitement augmente de 200 à 300 °C [116].

Repellin et al. utilisent un critère de broyage qui exprime l'énergie nécessaire au broyage d'une certaine fraction volumique. Dans leur étude, ils expriment ce critère comme le rapport entre l'énergie requise par le broyage et la fraction volumique des particules inférieures à 200 µm. Plus ce rapport est faible, plus l'énergie que nécessite le broyage pour obtenir des particules inférieures à 200 µm est faible [119].

$$G = \frac{E}{X_{<200 \mu m}} \quad (\text{Eq. 22})$$

E: Energie nécessaire au broyage (J)

$X_{<200 \mu m}$: Fraction volumétrique des particules inférieures à 200 µm

Repellin et al. observent que le coût énergétique de broyage de l'épicéa ne diminue pas linéairement en fonction de l'intensité de torréfaction, quantifiée par la perte de masse du solide (Figure 33). Ils concluent qu'une perte de masse de 8 % serait une valeur optimale pour diminuer significativement l'énergie nécessaire au broyage tout en limitant la perte d'énergie dans le solide torréfié [119]. Manouchehrinejad et al. observent que la différence entre le coût énergétique de broyage des plaquettes torréfiées à 270 °C et celui des plaquettes torréfiées à 290 °C n'est pas significative. Ils ne mentionnent pas la valeur de perte de masse [120].

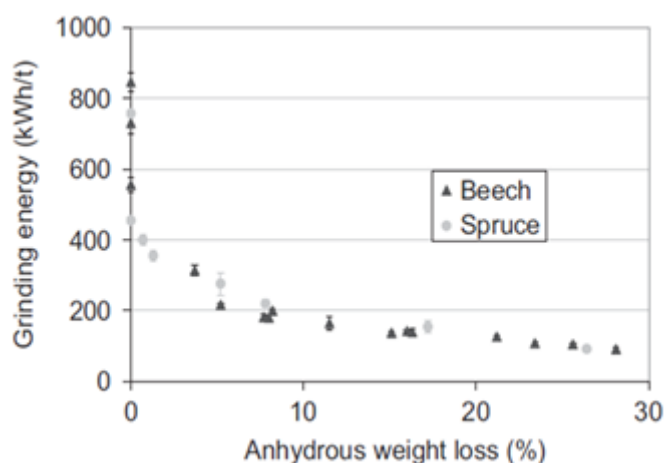


Figure 33 - Energie de broyage de plaquettes d'épicéa et de hêtre torréfiées à différentes intensités [119].

Bergman et al. expliquent la décroissance non linéaire de l'énergie de broyage en fonction de l'intensité de torréfaction par la cinétique de dégradation des hémicelluloses qui se déroule en deux étapes (mécanisme

de Di Blasi et Lanzetta, 1997). La première étape se déroule rapidement, tandis que la seconde est plus lente [112].

La torréfaction permet également d'augmenter la capacité de broyage du broyeur [112]. Pour une même taille de particule obtenue en sortie, Bergman et al. ont observé que la capacité du broyeur, exprimée en kWh, pouvait doubler entre des plaquettes de saule torréfiées à 230 °C pendant 30 minutes et d'autres torréfiées à 270 °C pendant 30 minutes.

5.2.4. Coût de la torréfaction

Un traitement de torréfaction intense réduit l'énergie nécessaire au broyage de la biomasse mais augmente également la perte de masse du solide ce qui entraîne une perte de rendement énergétique et une perte de matière de la biomasse. L'énergie contenue dans la biomasse torréfiée diminue linéairement avec la perte de masse [121–123]. Un optimum doit être trouvé entre l'énergie utilisée pour la réaction de torréfaction et celle gagnée sur l'étape de broyage. Mayer-Laigle et al. indiquent que le bilan énergétique peut devenir moins intéressant lorsque la température de torréfaction dépasse 260 °C [117]. Par ailleurs, le coût énergétique de la torréfaction dépend également de la durée du traitement.

Chen et al. montrent qu'un traitement de torréfaction à 250 °C pendant une heure augmente le pouvoir calorifique et la broyabilité des plaquettes de bois en évitant une perte de masse trop importante [124]. Grâce à une simulation d'un procédé de torréfaction, Maksi et al. concluent que, dans le cas d'une ressource peu humide (taux d'humidité entre 10 % et 20 %), la torréfaction doit être réalisée entre 240 °C et 260 °C pour minimiser le coût énergétique et maximiser le rendement énergétique de la biomasse torréfiée [125].

Peu d'études se focalisent sur le coût énergétique de la torréfaction. Les données sont rares dans la littérature [126–128]. Nanou et al. ont étudié la torréfaction à 260 °C d'épicéa humide (45 % d'humidité sur base humide) à l'échelle pilote. Ils indiquent que l'énergie nécessaire au pré séchage et à la torréfaction vaut 1000 kWh.t⁻¹ sur base sèche [126]. Doassans-Carrère et al. ont étudié la torréfaction de plaquettes de bois sèches avec un réacteur chauffé électriquement, nommé REVE (*Vibrating Electrical Elevator and Reactor*). Leurs résultats expérimentaux montrent que la torréfaction entre 230 et 250 °C nécessite 250 kWh.t⁻¹ sur base sèche [127]. Ciolkosz et al. indiquent dans leur revue de la littérature que le bénéfice énergétique de la torréfaction nécessite plus d'attention [128].

5.2.5. Influence de la torréfaction sur la morphologie des particules broyées

Plus le traitement de torréfaction est intense, plus les particules broyées sont fines et sphériques [116,118,122,123]. Wieland et al. ont observé cette modification morphologique après le broyage de plaquettes de résidus forestiers composés de pin, d'épicéa et de bouleau. Les plaquettes brutes et torréfiées ont été broyées à l'aide d'un broyeur à marteaux avec une grille de sortie de 0.75 mm [123] (Figure 34).

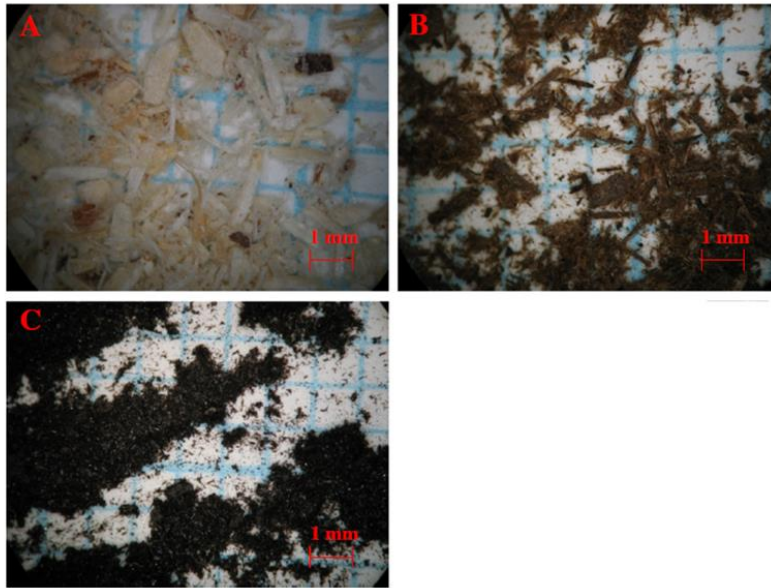


Figure 34 - Particules de biomasse observées au microscope. (A) Poudre brute, (B) Poudre torréfiée à 300°C pendant 4.5 minutes et (C) Poudre torréfiée à 340°C pendant 4.5 minutes [123].

Bergman et al. constatent également une augmentation de la sphéricité des particules après torréfaction. Ils expliquent cette observation comme suit. L'anisotropie de la biomasse vient de l'orientation des fibres. Après broyage de la biomasse brute, les particules se cassent dans le sens de la longueur, ce qui résulte en des particules allongées. La torréfaction entraîne une dépolymérisation de la cellulose. Les chaînes de cellulose sont donc plus courtes, et les fibres du bois sont donc plus fragilisées. Le broyage permet alors de casser les fibres dans le sens longitudinal mais également transverse [112] (Figure 35).

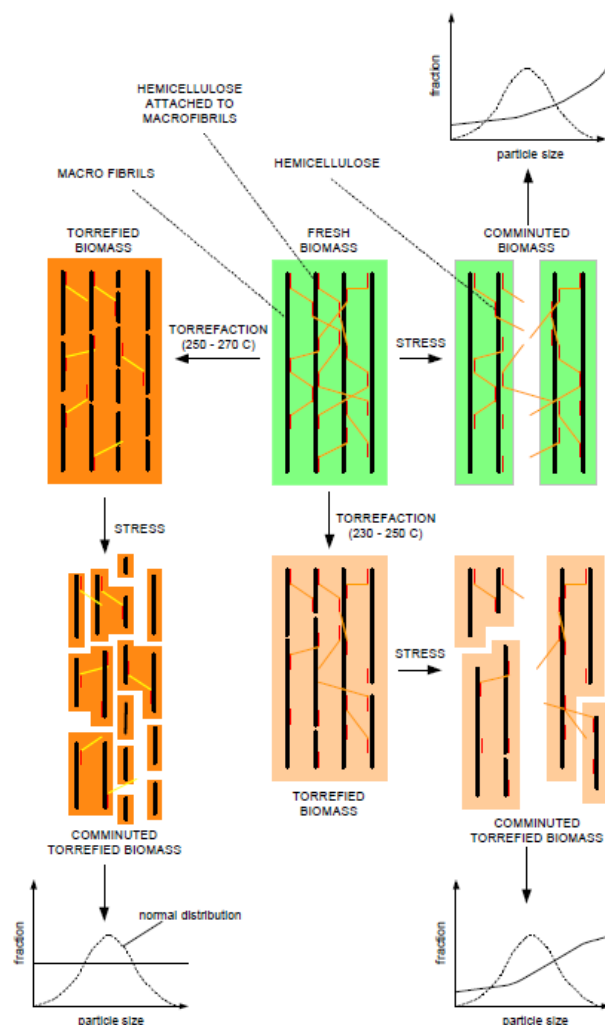


Figure 35 - Vue simplifiée du mécanisme de broyage de la biomasse brute et de la biomasse torréfiée. D'après Bergman et al. [112].

Plus la température de torréfaction est élevée, plus le taux de particules fines augmente [115,116]. Le taux de particules fines après torréfaction dépend de la nature de la biomasse. Pachón-Morales et al. observent que le taux de particules fines est plus élevé après le broyage de plaquettes de résineux torréfiées que celui de plaquettes de feuillus torréfiées [83].

La torréfaction affecte l'état de surface des particules. La surface est rendue hydrophobe. Or les groupes hydrophobes accumulent plus de charges électrostatiques que les groupes hydrophiles [129]. Les propriétés électrostatiques des particules torréfiées pourraient être plus intenses que celles de particules brutes [83].

5.2.6. Influence de la torréfaction sur le choix du broyeur

Il est présenté dans la section 5.1 que les broyeurs à marteaux produisent une poudre plus fine que les broyeurs à couteaux [46,62]. Cette constatation est moins évidente pour l'épicéa torréfié. Après

torréfaction (perte de masse de 24 %), la différence de granulométrie entre les particules broyées au broyeur à marteaux et celles broyées au broyeur à couteaux est plus faible [62] (Figure 36). Dans le cas de l'épicéa torréfié, le diamètre de Féret minimal est plus important pour les particules broyées avec un broyeur à marteaux.

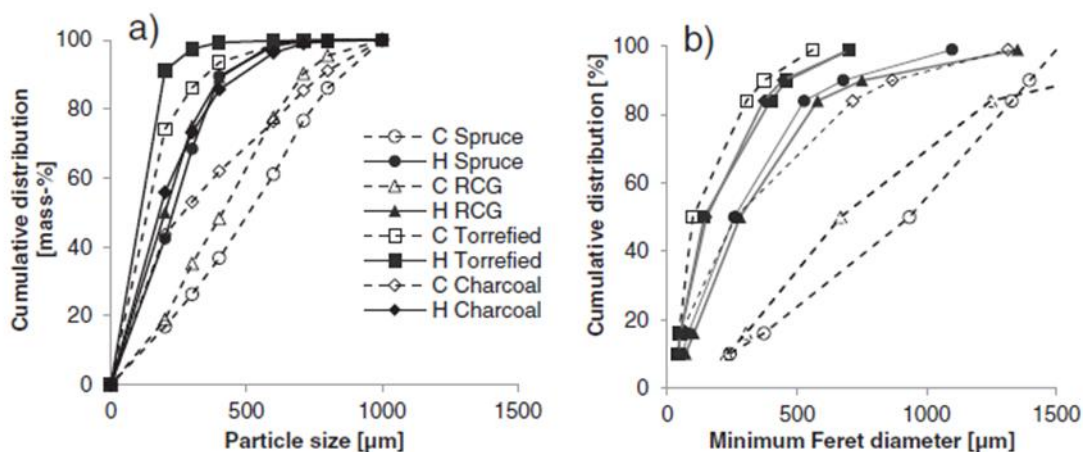


Figure 36 - Granulométrie des particules après broyage avec broyeur à couteaux (C) et broyeur à marteaux (H) pour du charbon (Charcoal), de l'épicéa (Spruce), de l'épicéa torréfié (Torrefied) et du roseau alpine (RCG) [62].

5.2.7. Influence de la torréfaction sur l'écoulement de la poudre

Le traitement thermique de torréfaction a un effet bénéfique sur l'écoulement des poudres de bois [77,130]. Plus l'intensité de torréfaction est élevée, plus la fonction d'écoulement de la poudre est bonne [83] (Figure 37). Dans les travaux de Pachón-Morales et al. [83], la meilleure coulabilité de la poudre est obtenue après un traitement réalisé à 280 °C pendant 5 h. Cependant, cela entraîne une perte de masse importante de 38.1 %. Les mêmes auteurs proposent une expression de la fonction d'écoulement de la poudre de bois torréfié FF en fonction de la fonction d'écoulement de la poudre de bois brut $FF_{untreated}$ et de la perte de masse ML lors de la torréfaction [83].

$$\frac{FF}{FF_{untreated}} = 1 + 2.81ML \quad (Eq. 23)$$

Pachón-Morales et al. expliquent l'amélioration de la coulabilité de la poudre de bois après torréfaction par l'augmentation de la circularité des particules ainsi que l'augmentation du taux de particules fines. Par ailleurs, la surface des particules torréfiées est plus régulière et présente peu d'aspérités ce qui peut également expliquer l'amélioration de la coulabilité [83].

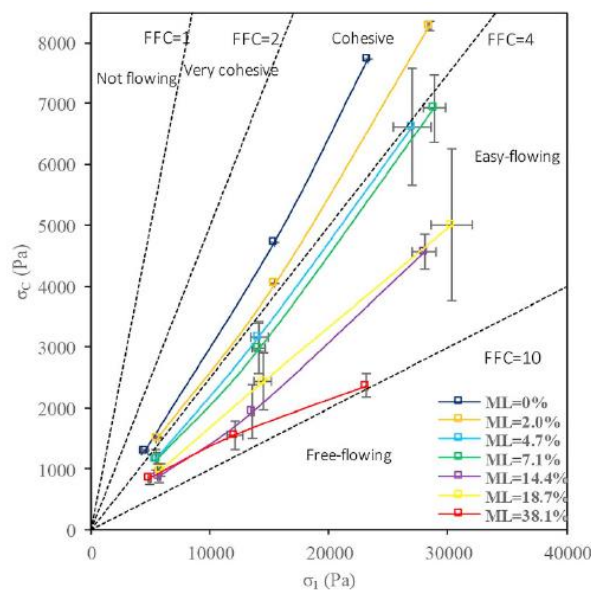


Figure 37 - Fonctions d'écoulement de poudres de résineux torréfié à différentes intensités [83].

5.2.8. Influence de la torréfaction sur l'étape de gazéification de la biomasse

Torréfier la biomasse permet de faciliter sa conversion en syngas [123,131].

Weiland et al. ont réalisé des essais de gazéification avec une biomasse brute et deux biomasses torréfiées. Le rendement énergétique sur gaz froids, défini avec le pouvoir calorifique inférieur, est maximal pour un traitement intermédiaire de torréfaction (300 °C durant 4.5 minutes, correspondant à 19.8 % de perte de masse) et vaut 76 %.

L'intensité du traitement de torréfaction affecte la composition des gaz produits par la gazéification (CO, CO₂ et CH₄). Plus l'intensité de torréfaction est importante, plus la concentration en méthane diminue. Cela peut-être dû à la température de flamme plus importante dans le cas de gazéification de biomasse torréfiée [123].

Chen et al. ont modélisé la gazéification de trois matériaux différents : du bambou, du bambou torréfié et du charbon. Le bambou torréfié se rapproche du charbon en termes de conversion carbone et rendement énergétique sur gaz froids, défini à l'aide du pouvoir calorifique supérieur. Le rendement maximal est de 29.0 %, de 54.5 % et de 80.8 % pour la biomasse brute, la biomasse torréfiée et le charbon respectivement [131].

La fraction molaire de H₂ dans les gaz est plus importante lorsque la biomasse a été torréfiée [131].

5.3. Stockage

L'effet des conditions de stockage d'une poudre sur ses caractéristiques a été étudié par plusieurs auteurs, en considérant des poudres alimentaires [132,133] ou des mélanges charbon-biomasse [134]. Les publications de ces auteurs indiquent que plus le temps de stockage est important, plus la capacité de la poudre à s'écouler diminue. Teunou et al. montrent que la masse volumique du lit et la cohésion de la farine et du perméat de lactosérum augmentent lorsque la durée de consolidation augmente. T. Iqbal et al. observent que les conditions de stockage, en particulier la température, l'humidité de l'air et le temps de stockage, exercent une influence significative sur les propriétés de poudres alimentaires. Ils concluent sur l'importance de prendre en considération des conditions représentatives du stockage lors de la caractérisation de la poudre en cellule de cisaillement.

Guo et al. ont réalisé des essais de décharge gravitaire d'un mélange charbon-biomasse. La biomasse considérée est de la paille de riz, en faible fraction massique dans le mélange (<10 %). Les particules de paille de riz ont une longueur moyenne entre 200 et 2400 μm et un diamètre moyen entre 100 et 400 μm . Les auteurs ont étudié l'impact du temps de stockage sur la porosité du lit de poudre qui est corrélée à sa décharge gravitaire. Les auteurs ont observé une baisse du débit de décharge et de la porosité en fonction de la durée de stockage jusqu'à une valeur minimale. Les auteurs définissent un « temps de relaxation », qui est le temps nécessaire pour que le débit de poudre déchargé devienne indépendant de la durée de stockage (Figure 38). Physiquement, ce temps de relaxation correspond au temps mis par la poudre pour atteindre sa porosité minimale. Cette diminution est expliquée par Guo et al. par la présence de gaz, de la compression du volume de poudre et du réarrangement des particules. Le temps de relaxation est déterminé par la cohésion et la perméabilité de la poudre. Ainsi, il augmente lorsque la taille des particules diminue [134].

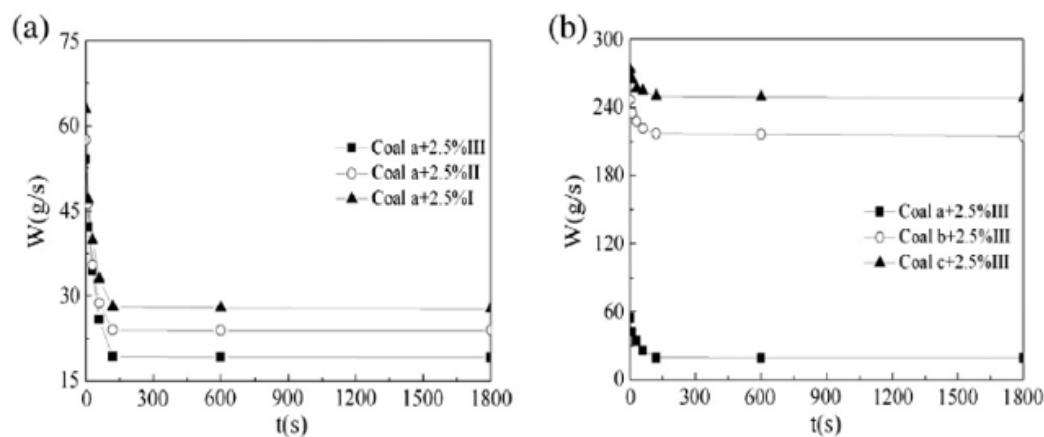


Figure 38 - Évolution du débit massique de décharge d'une poudre en fonction de sa durée de stockage préalable [134]. Légende : Les symboles a, b et c et I, II et III correspondent respectivement à différents échantillons de charbon et paille de riz, de différentes morphologies.

5.4. Convoyage

Le caractère fibreux et la grande distribution granulométrique des particules de biomasse sont problématiques pour leur convoyage. Afin d'éviter l'agglomération des particules ou la formation de bouchons au cours du convoyage pneumatique, il est nécessaire d'envoyer un débit élevé de gaz à travers la ligne de transfert. La distribution granulométrique et la forme des particules impactent l'écoulement de la poudre plus que la masse volumique du lit [135].

5.5. Pressurisation

La gazéification en réacteur à flux entraîné est réalisée à haute température (entre 1000 °C et 1500 °C) et à haute pression (environ 30 bars). Plusieurs technologies permettent d'injecter la ressource dans un réacteur pressurisé. Une synthèse est proposée par Dai et al. [67].

5.5.1. Technologies de pressurisation

5.5.1.1. Lock-hoppers

Les lock-hoppers permettent de pressuriser la poudre avant une injection (Figure 39). Ils fonctionnent préférentiellement à des pressions inférieures à 35 bars, la consommation de gaz inerte étant trop importante pour obtenir des pressions supérieures [136,137]. Le temps total de dépressurisation du lock-hopper, de son remplissage et de sa pressurisation ne doit pas excéder le temps de déchargement de la poudre. Afin de respecter ces conditions, deux lock-hoppers peuvent être utilisés en alternance afin que le système puisse fonctionner en continu [138].

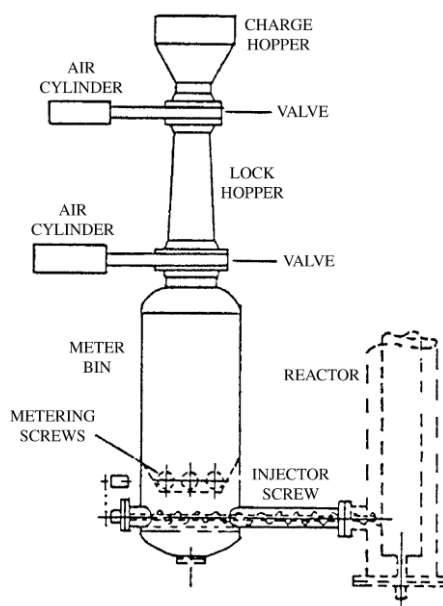


Figure 39 - Lock-hoppers [136].

5.5.1.2. Vanne rotative d'injection (Rotary-valve feeders)

Cette technologie fonctionne jusqu'à 15 bars [136]. Un rotor permet de convoyer la biomasse jusqu'au réacteur. La biomasse se situe alors entre les pales du rotor et le mur, ce qui permet sa pressurisation (Figure 40). Les inconvénients majeurs sont la possibilité d'un retour de gaz produits depuis le réacteur jusqu'au stockage de la poudre, un blocage du rotor dû à la poudre [136] ainsi qu'un déchargement incomplet de la poudre dans le réacteur [137].

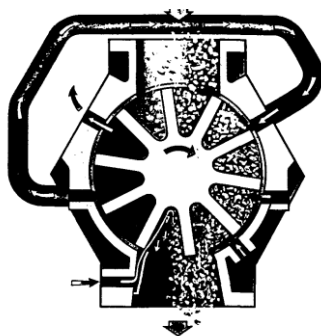


Figure 40 - Vanne rotative d'injection [137].

5.5.1.3. Piston d'injection (Piston feeders)

La biomasse est compressée à l'aide d'un piston dans un canal étroit. Elle est ensuite poussée dans le réacteur. La plage d'utilisation de ce type d'injecteur est importante; les pressions de fonctionnement vont de 45 à 150 bars et le débit varie de 11 à 115 m³.h⁻¹ [136,137].

5.5.1.4. Vis d'injection (Screw feeders)

Ce système permet de fonctionner avec des pressions de 5 à 15 bars (Figure 41). Il présente également l'avantage d'éviter le retour de gaz depuis le réacteur [137].

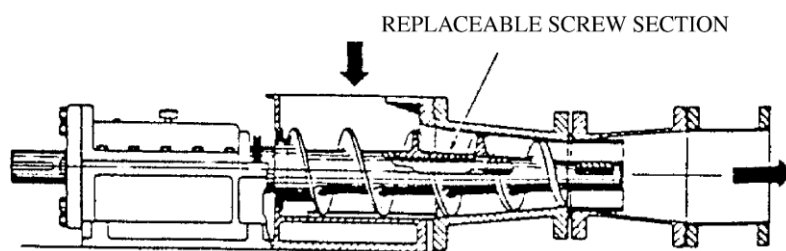


Figure 41 - Vis d'injection [67].

5.5.1.5. Système d'injection pneumatique (Pneumatic feeders)

La biomasse est entraînée par un flux de gaz dans un tuyau. Plusieurs régimes d'écoulement peuvent être définis. Ils dépendent principalement du ratio entre solide et gaz. Cette méthode d'injection permet de

convoyer la biomasse sur une grande distance, de l'ordre d'une centaine de mètres. Cette technologie nécessite cependant une grande énergie de fonctionnement ; il peut y avoir des problèmes de bouchage ; et le débit de biomasse convoyé n'est pas toujours constant [67].

Le choix de la technologie dépend de la pression de travail, de la configuration de l'injection et du débit de biomasse à fournir.

5.5.2. Effets de la pressurisation sur le milieu granulaire

Peu de publications portent sur la pressurisation de la poudre par injection de gaz comme cela est le cas dans les lock-hoppers.

La pression de la trémie exerce une influence significative sur le débit de sortie de solide. Il est plus compliqué de décharger de la poudre de charbon d'une trémie à pression atmosphérique que d'un lock-hopper pressurisé. Lu et al. présentent deux exemples. Pour une gazéification avec le procédé GSP (Gaskombinat Schwarze Pumpe), la décharge de poudre de charbon à pression atmosphérique prend 3 à 4 minutes contre 10 à 15 minutes à 45 bars (Shenhua Ningxia Coal Industry Group). Il n'y a pas d'information sur les quantités injectées ni sur les débits. Pour la gazéification avec le procédé Shell (Sinopec), les temps de décharge indiqués sont de 70 secondes à pression atmosphérique et 5 minutes à 47 bars [139].

D'après Jenike, les gradients de pression qui surviennent durant la phase de pressurisation augmentent la force de consolidation qui est appliquée sur la poudre. Cela s'accompagne également d'une augmentation de la masse volumique de la poudre. Les effets sont plus importants lorsque la mise sous pression est rapide [138]. La consolidation de la poudre peut entraîner la formation de voûte lors de son écoulement hors du lock-hopper. Jenike n'a cependant pas validé ses affirmations expérimentalement.

Les forces inertielles dues aux mouvements des particules sont responsables de la consolidation des solides compressibles. La plus grande consolidation a lieu à la base du lit de poudre [140]. Les forces dues au gradient de pression, et donc au flux de gaz, sont responsables de la consolidation pour les solides incompressibles [140]. Wiese et al. ont développé un modèle permettant de déterminer l'établissement de la pression dans le milieu granulaire ainsi que la contrainte verticale engendrée par la pressurisation dans le cas des solides incompressibles (Figure 42). Ce modèle n'est valable qu'à la condition que la porosité soit constante, il n'est donc pas adapté au cas des solides compressibles [140].

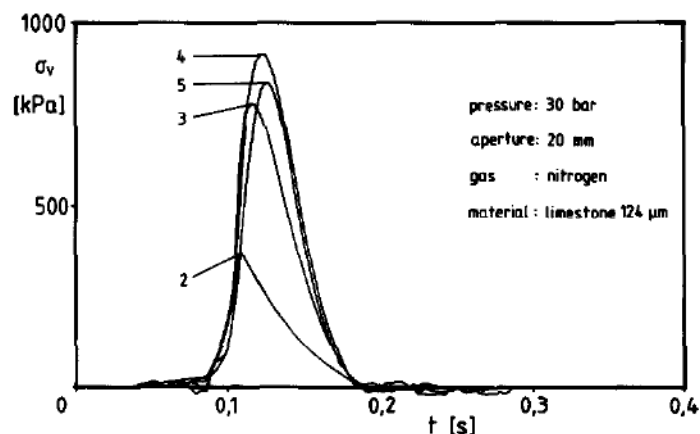


Figure 42 - Contrainte verticale appliquée sur la poudre de calcaire lors de sa mise sous pression à 30 bars, calculée en différents points : 1 à 5 [140].

La consolidation du solide augmente lorsque la taille des particules diminue, lorsque les pressions de gaz sont plus élevées, lorsque les vitesses de changement de pression de gaz sont plus élevées et lorsque la cohésion est plus importante dans le solide [140].

La consolidation de la poudre dépend également de l'endroit où le gaz de pressurisation est injecté [138,139]. Lorsque le gaz est introduit par le haut du lock-hopper, le flux de gaz est dirigé vers le bas, cela ajoute une force supplémentaire au poids des particules. La poudre se densifie et la porosité du milieu diminue [138]. À l'inverse, une injection de gaz par le bas du silo a tendance à fluidiser la poudre, si le débit est suffisamment important. Ce dernier point dépend également de la taille des particules constituant la poudre. Cette technique est plus coûteuse car cela nécessite d'avoir de l'espace disponible au sommet du lock-hopper. La répartition du gaz doit également être uniforme [139]. De plus, lorsque le débit de gaz est faible, le lit peut également être compacté. Le gaz va alors se frayer des chemins préférentiels à travers le milieu, ce qui résulte en une densification hétérogène [138].

La pressurisation fluidisée permet de créer un état initial de fluidisation de la poudre, avant son déchargement. L'écoulement d'une poudre fine cohésive en est amélioré. Avec cette méthode, l'augmentation de la pression dans le silo a un effet positif sur le déchargement de la poudre [139].

Il peut aussi être envisagé deux entrées de gaz, par le haut et par le bas du silo pour réaliser une pressurisation rapide. Lu et al. indiquent que le débit de gaz injecté par le haut ne doit pas excéder 30 % du débit total de gaz [139] (Figure 43).

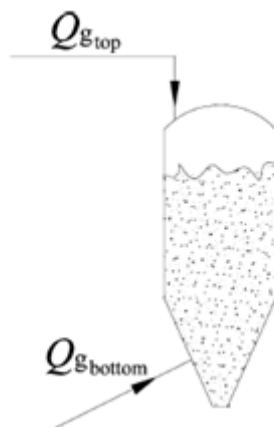


Figure 43 - Injection de gaz de pressurisation dans un lock-hopper [139].

Une pressurisation concentrique, avec une entrée de gaz sur les côtés des lock-hoppers, permet une densification faible de la poudre, bien que la pressurisation soit rapide [138]. Jenike a réalisé un modèle mathématique afin d'évaluer le temps de pressurisation. Il dépend du matériau utilisé et de sa taille. Pour du charbon, la durée de pressurisation de 50 à 5000 kPa varie entre 6 secondes et 8 minutes pour les particules les plus fines [138]. Il conclut également sur l'importance de connaître les gradients de pression dans les pores. Par exemple, les gradients de pression dominent les forces inertielles lors de la décharge de poudres fines [138].

Lorsque l'équipement de pressurisation est situé au-dessus du réacteur de gazéification, l'injection peut être gravitaire [136].

5.5.3. Risques de manipulation de la poudre

Wilén et al. ont publié un article sur l'importance de considérer le risque d'explosion de poussières et le risque d'ignition spontanée de la charge dans les procédés sous pression [137]. Ce risque est plus connu sous le nom de risque Atex, acronyme d'ATmosphère EXplosive. La poudre de biomasse est classifiée ST1, inflammable et capable de former une atmosphère explosive [72].

Le risque d'explosion est plus important en présence d'oxygène. Il est donc nécessaire de maintenir l'installation sous un taux d'oxygène suffisamment faible pour supprimer le risque. En pratique, une limite maximale de 2 % est généralement recommandée [137]. Augmenter la température réduit le taux d'oxygène nécessaire à une explosion de poussière [137].

La température d'ignition spontanée diminue avec l'augmentation de la pression. Il peut donc y avoir un échauffement thermique au sein du lock-hopper si la biomasse entrante est à haute température et si aucun système d'inertage n'est en place [137].

5.6. Injection

5.6.1. Écoulement gravitaire à partir d'un silo

L'écoulement de particules à travers l'orifice circulaire d'une trémie a été étudié par Beverloo en 1961. La loi de Beverloo permet de prédire le débit massique de la poudre en sortie de trémie si l'on connaît les caractéristiques du matériau ainsi que celles de la trémie [141]. Le débit massique s'exprime comme suit :

$$W = c\rho_b g^{\frac{1}{2}}(D_0 - kd)^{\frac{5}{2}} \text{ (Eq. 24)}$$

ρ_b : Masse volumique des grains ($kg.m^{-3}$)

g : Constante de la pesanteur ($m.s^{-2}$)

D_0 : Diamètre de l'orifice de la trémie (m)

d : Diamètre d'une particule (m)

$c = 0.58$ dans la corrélation de Beverloo

$k = 1.4$ dans la corrélation de Beverloo. Facteur qui dépend de la taille des particules

La hauteur de solide dans la trémie n'a donc aucune influence sur le débit massique en sortie, contrairement au cas des liquides [141,142]. À l'inverse, le diamètre d'ouverture et le diamètre des particules influent sur le débit massique de sortie. Beverloo apporte un facteur correctif égal à 1.4 fois le diamètre d'une particule afin d'ajuster les valeurs obtenues par le modèle avec celles obtenues expérimentalement [141]. Cette corrélation est valable pour des particules grossières ayant une bonne coulabilité.

Un facteur correctif est apporté pour les silos dont la paroi n'est pas verticale, pour des écoulements en masse. Cette correction prend en compte l'angle d'inclinaison de la paroi du silo [143]. Plus cet angle est important, plus le débit de décharge de la poudre sera élevé.

La corrélation proposée par Beverloo n'est plus valable pour des poudres fines, de diamètre inférieur à 500 μm [144–146]. Cela résulte de l'existence de gradients de pression du gaz dans les pores, dus aux mouvements relatifs de l'air et de la poudre. Cela crée une force de frottement entre solide et fluide qui tend à s'opposer à la force de pesanteur. Crewdson et al. ont apporté une modification à l'équation établie par Beverloo en prenant en compte les effets de pressions interstitielles [144] :

$$W = c\rho_b \left(g + \frac{1}{\rho_b} \frac{dp}{dr} \right)^{\frac{1}{2}} (D - kd)^{\frac{5}{2}} \text{ (Eq. 25)}$$

ρ_b : Densité du solide ($kg.m^{-3}$)

g : Constante de la pesanteur ($m.s^{-2}$)

D : Diamètre de l'orifice de la trémie (m)

d : Diamètre d'une particule (m)

$c = 0.58$ dans la corrélation de Beverloo

$k = 1.4$ dans la corrélation de Beverloo. Facteur qui dépend de la taille des particules

$\frac{dp}{dr}$: Gradient de pression ($kg \cdot m^{-2} \cdot s^{-2}$)

Le gradient de pression est obtenu grâce à l'équation de Carman-Kozeny qui prend en compte la porosité du solide et de la vitesse relative entre le gaz et le solide. L'équation de Carman-Kozeny est la suivante :

$$-\frac{dp}{dr} = \frac{K\mu(1-\varepsilon)^2 V_s}{d^2 \varepsilon^2} \quad (Eq. 26)$$

$\frac{dp}{dr}$: Gradient de pression ($kg \cdot m^{-2} \cdot s^{-2}$)

K : Constante de Kozeny, qui vaut 180 pour les sphères (sans unité)

μ : Viscosité dynamique du gaz interstitiel ($kg \cdot m^{-1} \cdot s^{-1}$)

ε : Porosité du lit de particules (sans unité)

d : Diamètre d'une particule (m)

V_s : Vitesse relative entre les particules et le milieu interstitiel ($m \cdot s^{-1}$)

Le point problématique souligné par Crewdson dans ses travaux est l'obtention d'une bonne corrélation entre la contrainte appliquée sur la poudre et sa porosité. Or cette dernière est très importante dans l'expression du gradient de pression du gaz, comme l'illustre l'équation ci-dessus (Eq. 26). Nedderman propose un facteur multiplicatif qui prend en compte les effets de pression [147].

$$F_B = \left(1 + \frac{\Delta P}{r_0 \rho_b g}\right)^{\frac{1}{2}} \quad (Eq. 27)$$

ΔP : Différence de pression entre le haut et le bas de la trémie (à l'orifice) ($kg \cdot m^{-1} \cdot s^{-2}$)

r_0 : Rayon entre le sommet du cône virtuel de la trémie formé par les parois inclinées et le bas réel de la trémie (m)

ρ_b : Densité du solide ($kg \cdot m^{-3}$)

g : Constante de la pesanteur ($m \cdot s^{-2}$)

Pour obtenir une bonne prédiction du débit de sortie du silo, il est nécessaire de prendre en compte la dilatation des solides car cela impacte le gradient de pression. Or, comme l'ordre de grandeur de cette dilatation est faible, il n'est pas aisé de la déterminer. Peu de bons modèles liant la porosité de la poudre avec la contrainte de consolidation existent [148]. Pour des faibles contraintes, la porosité est surestimée [144].

Le concept de "free fall arch" a été introduit par Brown et Richards en 1970. Il s'agit d'une surface dans une poudre en écoulement sous laquelle la poudre ne subit plus de contrainte et est en chute libre [149]. Donsi et al. ont développé un concept similaire. Ils font l'hypothèse d'une zone de transition où les particules passent d'un milieu granulaire dense à une suspension dans le gaz interstitiel. Cela est dû à l'expansion de

solide à une distance de l'ouverture de l'ordre de la moitié du diamètre de l'orifice. Il en résulte un saut de pression à l'orifice du silo [145].

Les poudres cohésives peuvent former des agglomérats, ce qui explique les mauvaises prédictions de débit de sortie de solide [139,150]. Donsi et Barletta indiquent que pour des poudres fines et cohésives de carbonate de magnésium, dont la taille des particules est de l'ordre de la dizaine de micromètres, la taille des agglomérats peut varier entre 1 et 6 mm [146,150]. Barletta et al. concluent qu'une meilleure prédiction du débit de sortie peut être obtenue en considérant les paramètres physiques des agrégats (masse volumique, diamètre, porosité) plutôt que ceux des grains [150].

5.6.2. Forme de l'écoulement

La poudre s'écoulant hors d'un silo peut avoir principalement deux configurations différentes (Figure 44).

- Ecoulement en masse (*mass flow*) : L'ensemble de la poudre s'écoule hors du silo ce qui assure un temps de séjour homogène des particules dans le silo. Les premières particules introduites dans le silo sont également les premières particules à en sortir [49].
- Ecoulement en noyau (*funnel flow*) : Seule la partie centrale s'écoule hors du silo. La poudre située en contact avec la paroi n'est pas mise en mouvement. Cela peut être intéressant si le temps de séjour n'est pas très important mais que l'on cherche à éviter la dégradation mécanique des particules causée par le frottement avec la paroi [71]. Ce type d'écoulement survient lorsque les parois du silo sont trop plates ou trop rugueuses [151].

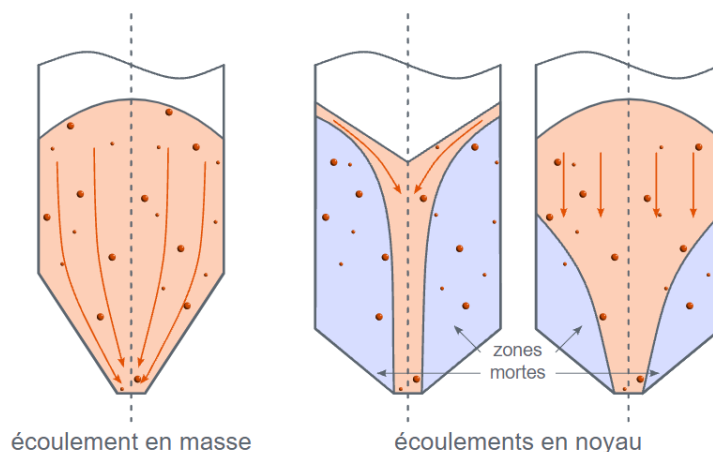


Figure 44 - Profils d'écoulement : (a) Écoulement en masse, (b) Écoulement en noyau et (c) Écoulement en noyau avec des zones mortes dans la partie basse de la trémie. Extrait du cours Sciences et Technologies des Poudres, IMT Mines Albi [36].

5.6.3. Injection grâce à une vis sans fin

Généralement, le système d'injection de poudre de biomasse dans un réacteur de gazéification se présente comme un couplage entre une trémie et une vis d'injection (Figure 45).

Les vis d'injection sont des outils volumétriques. Le débit massique est dirigé par la masse volumique de la poudre et la porosité du lit. Si le matériau est compressible, le débit massique peut varier au cours du temps [152]. Une revue de l'écoulement des milieux granulaires, et notamment des poudres de biomasse, dans une vis sans fin a été proposée récemment par Minglani et al. [153].

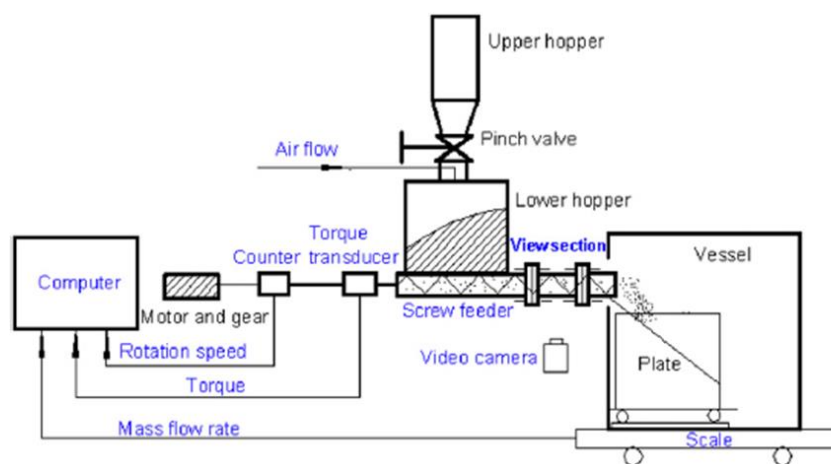


Figure 45 - Vue schématique d'un système d'injection de biomasse avec lock-hopper et vis d'injection, à l'échelle laboratoire [152].

Les performances d'un convoyeur à vis sont généralement caractérisées par le débit massique de la matière injectée et les fluctuations associées, le taux de remplissage de la vis sans fin et l'énergie nécessaire à l'injection. Les performances sont affectées par la géométrie de la vis, par les propriétés du milieu granulaire convoyé et par les paramètres opératoires comme par exemple la vitesse de rotation de la vis [154].

Les études portant sur l'injection de biomasse, sous la forme de poudre ou de plaquettes, sont de plus en plus nombreuses. Elles sont expérimentales [62,152,155–158] et numériques grâce à l'essor de la Méthode des Eléments Discrets (DEM) [159,160].

Quelques articles étudient l'influence des propriétés des poudres et des paramètres opératoires sur le débit massique d'injection et les fluctuations associées [62,152,155,156]. Falk et al. ont étudié expérimentalement l'injection de 8 poudres de biomasse avec une vis sans fin. Ils ont conclu de leurs essais que le débit massique est contrôlé par la densité du lit de poudre. Les fluctuations du débit massique sur 2 secondes, à vitesse de vis constante, sont corrélées avec l'angle de repos dynamique, alors que les fluctuations à plus court terme, sur 0.1 seconde, sont liées à la compressibilité du matériau [62]. Gil et al. ont réalisé des essais d'injection avec trois types de matériaux préparés à partir d'une biomasse herbacée. Qualitativement,

ils ont observé que l'allure fibreuse des particules est à l'origine de voûtes et de blocages lors de la décharge d'une trémie [155]. Dai et al. ont également observé la présence de blocages lors de l'injection de pellets de bois composés de grandes particules de forme irrégulière et de surface rugueuse [152]. Enfin, Joppich et al. ont mis en évidence l'intérêt d'un système vibrant pour réduire les fluctuations de débit lors de l'injection d'une poudre de bois fine [156].

Quelques auteurs se sont intéressés à la puissance et à l'énergie nécessaires au convoyage du matériau [152,157,158]. Zareiforoush et al. ont étudié l'injection de grains de riz avec une vis sans fin. Ils ont observé que le besoin en puissance augmente avec la vitesse de convoyage et le degré d'inclinaison du convoyeur. Ils concluent également que les performances des vis sans fin dépendent des propriétés des matériaux convoyés mais ils ne donnent pas de détail sur la morphologie des poudres utilisées dans leurs essais [158]. Miao et al. ont travaillé sur l'injection de particules millimétriques de miscanthus et de panic raide à l'aide d'une vis sans fin d'une longueur de 2 m. Ils ont observé que la consommation énergétique nette de la vis mesurée expérimentalement est sous-estimée par rapport aux modèles empiriques développés pour le maïs et le soja. Ils expliquent cet écart par un manque de considération de la taille et de la forme des particules dans ces modèles [157]. Dai et al. ont étudié l'injection de poudres de biomasse (pellets de bois, copeaux de bois, sciure) en variant le niveau de remplissage de la trémie et la vitesse de convoyage. Entre autres, ils ont mis en évidence que les particules grossières et allongées nécessitent un couple plus élevé que les particules fines et sphériques. Par ailleurs, un niveau de remplissage deux fois plus élevé double le couple moyen nécessaire [152]. Le couple de la vis d'injection est indépendant de la vitesse de la vis [152]. Enfin, Dai et al. ont également observé que la pressurisation de la trémie résulte en une décroissance du couple de la vis d'injection (donc un risque moins important de blocage) ainsi qu'en une augmentation du débit de décharge [152].

En parallèle des études expérimentales et numériques, quelques modèles ont été développés pour décrire le mouvement des particules et le couple à fournir pour le convoyage [153]. Certains modèles sont empiriques et reposent sur des données expérimentales obtenues avec des matériaux agricoles [154,161]. D'autres modèles reposent sur des bases théoriques [162–165]. Y.Yu et P.C. Arnold ont proposé un modèle analytique pour déterminer le couple requis par la vis lors de l'injection d'un matériau [165]. Les auteurs définissent cinq surfaces qui délimitent le pas de vis, présentées dans la Figure 46: le côté avant du pas de vis (*driving side*), le côté arrière du pas de vis (*trailing side*), la surface de cisaillement avec la poudre présente au-dessus de la vis (*shear surface*), la surface externe de l'arbre central (*core shaft*) et la paroi interne de l'enveloppe de la vis (*trough surface*). Ils spécifient deux régions : la région supérieure à l'arbre central où il y a un frottement entre la poudre convoyée par la vis et celle située au-dessus (*upper region*) ; et une région inférieure à l'arbre central, dans laquelle la poudre est confinée entre deux parois rigides (*lower region*).

Dans leurs travaux, les auteurs détaillent les forces de résistance axiales qui s'exercent sur les surfaces de la poudre contenue dans le pas de vis ainsi que la force tangentielle qui s'exerce sur le côté avant du pas de vis [165]. Les auteurs proposent une expression du couple requis par la vis en fonction de la géométrie de la vis, de la contrainte normale qui s'exerce sur la vis et de deux facteurs adimensionnels liés aux forces calculées analytiquement. L'expression est présentée ci-dessous :

$$T = K_s K_\sigma \sigma D^3 \text{ (Eq. 28)}$$

T : Couple (N.m)

σ : Contrainte exercée sur la vis (Pa)

D : Diamètre de la vis (m)

K_s : Un facteur adimensionnel obtenu à partir des forces tangentielles qui s'exercent sur le côté avant de la vis (driving side) (sans unité)

K_σ : Un facteur adimensionnel lié aux forces de résistance axiales s'exerçant sur les cinq surfaces décrites précédemment (sans unité)

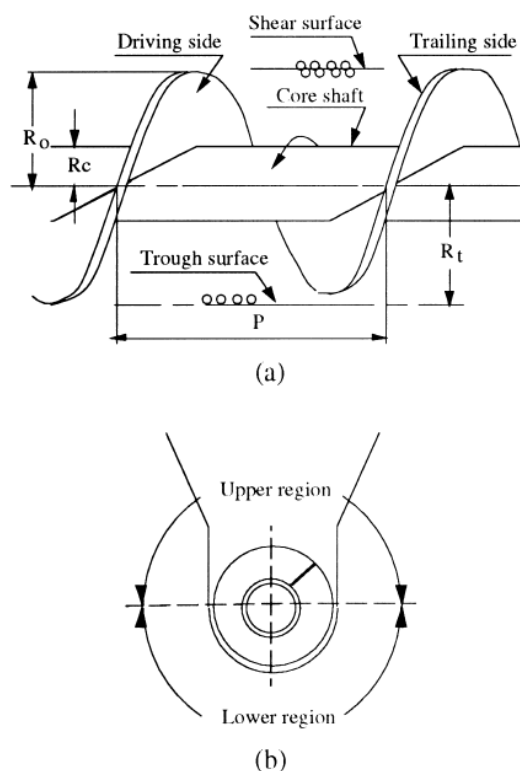


Figure 46 – Surfaces de contact du matériau comprises dans un pas de vis : (a) cinq surfaces et (b) deux régions. Extrait de [165].

K_s dépend de la géométrie de la vis, notamment du rapport entre le diamètre de l'arbre et le diamètre de la vis, et du rapport entre pas de vis et diamètre de la vis, ainsi que du coefficient de frottement entre la poudre et le filet de vis. L'équation 28 indique que le couple est proportionnel à la contrainte exercée par la vis et au cube du diamètre de la vis [165]. Dai et al. étendent ce modèle en considérant les effets de toutes les frontières sur le calcul du couple et en tenant en compte également de la compression du matériau dans la section d'étranglement de la vis. Ils différencient également le calcul du couple selon les conditions dans lesquelles se trouve le matériau : en état initial statique ou en cours d'injection. Cela influe sur la contrainte normale que le matériau exerce sur la vis [162]. Enfin, ils concluent que le convoyage du matériau dans la

section d'étranglement requiert un couple plus important que le convoyage dans la section de la vis située dans la trémie. Les prédictions données par le modèle étendu sont en bon accord avec leurs résultats expérimentaux obtenus pour différentes poudres de bois [162]. Le modèle proposé par Dai et al. néglige cependant la gravité, les forces centrifuges et la cohésion au sein de la poudre, et ne tient compte que des frottements au sein du matériau et entre le matériau et la paroi.

6. CONCLUSION

Les milieux granulaires sont complexes et se distinguent des solides, liquides et gaz par plusieurs caractéristiques présentées dans cet état de l'art. Ils sont constitués d'un nombre très élevé de particules, qui interagissent entre elles via des forces à distance et par frottement. Ces interactions influent sur la coulabilité du milieu, définie par sa capacité à se déplacer par écoulement.

Afin de comprendre leur comportement, la caractérisation des milieux granulaires doit être la plus complète possible, de l'échelle microscopique afin d'évaluer la morphologie des grains (taille, forme, surface...), jusqu'à l'échelle macroscopique afin d'évaluer le comportement du lit de poudre. Par ailleurs, la contrainte appliquée sur une poudre modifie sa coulabilité. Il est donc impossible de caractériser l'écoulement d'une poudre par un seul indicateur. Cet état de l'art met en évidence l'importance de caractériser les poudres à différentes échelles et sous différents niveaux de contrainte.

L'étude des facteurs influençant la coulabilité d'une poudre souligne le rôle important de la forme et de la surface des particules sur le comportement du milieu. Les particules de biomasse se caractérisent par une forme allongée. Les lits de poudres de biomasse sont également peu denses et fortement compressibles. Cela résulte en une mauvaise coulabilité de la poudre. Par ailleurs, ces spécificités remettent en question la validité des méthodes traditionnelles de dimensionnement de trémies dans le cas de la biomasse.

L'intérêt de la torréfaction pour améliorer la coulabilité des poudres de biomasse est mis en évidence par quelques travaux récents, réalisés principalement à l'échelle laboratoire. Plus l'intensité du traitement est élevée, plus la coulabilité de la poudre est bonne. La torréfaction permet également de réduire l'énergie nécessaire au broyage de la biomasse grâce à la dégradation des hémicelluloses. Cependant, la torréfaction implique un coût énergétique qui peut être important. Les études expérimentales de torréfaction à l'échelle pilote sont rares dans la littérature. La comparaison entre le gain énergétique réalisé sur l'étape de broyage et le coût énergétique de la torréfaction est peu documentée. Le broyeur vibrant est une technologie de broyage fonctionnant par impact entre la ressource et des corps broyants. Cette technologie est utilisée pour broyer finement la biomasse. Elle améliore la sphéricité des particules, ce qui permettrait d'améliorer la coulabilité de la poudre.

Peu de travaux s'intéressent à l'étude de la mise sous pression de la poudre sur son comportement, en particulier dans le cas des matériaux compressibles comme la biomasse. Or, la contrainte normale appliquée sur le milieu au cours de son stockage, ou de sa pressurisation, n'est pas négligeable et cause sa consolidation. Connaître les changements de porosité et de masse volumique de lit au cours du procédé est nécessaire pour évaluer les effets de la mise sous pression des poudres de biomasse sur leur coulabilité.

L'écoulement gravitaire d'une poudre à partir d'une trémie fait l'objet d'études depuis plusieurs décennies. Cependant, les travaux s'intéressant aux poudres de biomasse sont rares. L'injection de la ressource dans le réacteur de gazéification est réalisée généralement à l'aide d'une vis sans fin. L'injection des poudres de biomasse est compliquée à cause de la nature fibreuse des particules, ce qui provoque des blocages récurrents. Les méthodes traditionnelles utilisées pour la conception des trémies et des systèmes d'injection

ne sont pas fiables dans le cas des poudres de biomasse. Il est nécessaire de mieux comprendre le comportement de ces milieux dans les installations industrielles.

Ces constats amènent aux trois objectifs de recherche, présentés dans l'introduction générale et rappelés ci-dessous :

- Quel est l'impact du prétraitement, thermique ou mécanique, sur le coût énergétique de production des poudres de bois et sur les caractéristiques des particules ?
- Comment les caractéristiques des particules fines de bois influent-elles sur le comportement de la poudre lors de son stockage ?
- Comment les caractéristiques des particules fines de bois influent-elles sur le comportement des poudres dans les différents organes d'un système d'injection dans un réacteur à flux entraîné ?

Chapitre II

Production et caractérisation des poudres de bois

*Ce chapitre est la reprise d'une **communication orale à la conférence Venice 2020** (F. Thevenon, M. Marchand, M. Grateau, H. Demey, A. Chatroux, A. de Ryck et T. Melkior. Proc. Of the Venice 2020, CISA Publisher (2020)) et d'un article de journal : Florent Thevenon, Muriel Marchand, Maguelone Grateau, Hary Demey, André Chatroux, et al.. Energy requirements to produce fine powders of raw and torrefied wood at pilot scale, and characterization of their flowability. Biomass and Bioenergy, Elsevier, 2021, 152, pp.1-14/106196. {10.1016/j.biombioe.2021.106196}. {hal-03306896}*

Ce premier chapitre expérimental détaille la production de trois poudres à l'échelle pilote.

- La poudre de bois brut grossière, dénommée Raw5
- La poudre de bois torréfié grossière, dénommée Tor5
- La poudre de bois brut broyée plus finement avec un broyeur vibrant, dénommée RawVib

Bien que l'intérêt d'un traitement thermique comme la torréfaction pour améliorer la coulabilité de la poudre de biomasse ne soit plus à démontrer [77,83,130], peu d'études s'intéressent au coût énergétique que ce traitement représente. Les études expérimentales de torréfaction à l'échelle pilote sont rares dans la littérature scientifique, bien qu'elles permettent d'obtenir des données intéressantes pour le développement de cette technologie [126,127]. Par ailleurs, les broyeurs vibrants sont utilisés pour le broyage fin de la biomasse dans des procédés tels que la saccharification enzymatique et la gazéification [101,102]. Cette technologie permet de produire des particules plus sphériques que les broyeurs à couteaux [101]. Ainsi, comme il a été identifié dans la littérature que plus les particules sont sphériques, meilleure est la coulabilité de la poudre, un prétraitement mécanique au broyeur vibrant semble prometteur. Quatre chaînes de production ont été comparées, en termes de coût énergétique de production et de coulabilité de la poudre produite. Dans la suite, ces chaînes de production de poudres de bois seront nommées comme suit :

- La chaîne DG (Drying + Grinding) permet de produire la poudre Raw5. Comme son nom l'indique, cette chaîne comprend une étape de séchage, une étape de broyage au broyeur à couteaux et une étape de tamisage avec une grille de 1 mm.
- La chaîne DTG (Drying + Torrefaction + Grinding) permet de produire la poudre Tor5. Cette chaîne inclut une étape de torréfaction avant le broyage au broyeur à couteaux. Cette chaîne comprend également une étape de tamisage avec une grille de 1 mm.
- La chaîne DTG+Hi (Drying + Torrefaction + Grinding, with Heat integration) présente les mêmes étapes que la chaîne DTG, en supposant une intégration énergétique.
- La chaîne DGV (Drying + Grinding + Vibratory mill) permet de produire la poudre RawVib. Cette chaîne comprend une étape de séchage, une étape de broyage au broyeur à couteaux suivi d'un deuxième broyage avec un broyeur vibrant et d'une étape de tamisage avec une grille de 1 mm.

Cette étude est menée à l'échelle pilote afin d'obtenir des données les plus représentatives du procédé industriel. Comme il est souligné dans le chapitre I, les données obtenues à l'échelle pilote lors du broyage ou de la torréfaction sont rares.

La première partie de ce chapitre décrit les installations pilotes utilisées pour la production des poudres ainsi que les dispositifs de caractérisation à l'échelle laboratoire. Dans une deuxième partie, les étapes de préparation sont détaillées individuellement. La troisième partie de ce chapitre présente les besoins en énergie et en matière pour chacune des chaînes. Dans la quatrième partie, les caractérisations morphologiques et de coulabilité des poudres sont discutées. Enfin, la cinquième partie dresse une synthèse du chapitre.

1. MATÉRIELS ET MÉTHODES

1.1. Biomasse de référence

La biomasse utilisée dans le cadre de cette thèse est du bois de résineux. Il s'agit d'une ressource largement présente dans les environs de Grenoble. Par ailleurs, le bois de résineux est généralement moins dense que le bois de feuillus. Les poudres de bois de résineux posent plus de problèmes de coulabilité que les poudres de bois de feuillus, comme cela a été identifié au cours d'une thèse précédente [3].

Un seul lot de plaquettes de bois de résineux a été utilisé pour produire toutes les poudres présentées dans ce manuscrit. Les plaquettes de bois ont été fournies par l'entreprise Bois des Alpes située à Goncelin (Isère, France). Au total, 12 m³ ont été reçus afin de couvrir les besoins expérimentaux de la thèse. La composition en essence des plaquettes est de 70 % d'épicéa et 30 % de pin.

Les plaquettes ont une forme parallélépipédique, de 4.5 cm de long sur 2.5 cm de large, en valeurs médianes (Tableau 9). La pesée de trois sacs d'1 m³ chacun a permis de déterminer la masse volumique du lit de plaquettes humides, qui vaut 289 kg.m⁻³.

Enfin, il convient de préciser qu'une fraction minoritaire de plaquettes de bois (< 5 % en nombre) sont écorcées.

1.2. Installations pilotes utilisées pour la production des poudres

La plateforme GENEPI est située au Laboratoire Réacteurs et Procédés (LRP) du CEA LITEN. Elle est issue d'un projet regroupant le CEA, le Centre de Coopération Internationale en Recherche Agronomique pour le Développement (CIRAD) et le laboratoire RAPSODEE de l'École des Mines d'Albi-Carmaux.

Toutes les poudres de bois utilisées dans le cadre de cette thèse ont été préparées grâce aux installations de la plateforme GENEPI, présentées ci-après.

1.2.1. Sécheur

Les plaquettes de bois ont été reçues avec un taux d'humidité important (52 % sur base humide). Toutes les poudres de bois ont été produites à partir du même lot de plaquettes de bois de résineux. Afin d'éviter leur dégradation au cours du temps, il a été nécessaire de sécher les plaquettes de résineux dès leur réception. Le taux d'humidité du bois doit être inférieur à 20 % sur base humide afin d'éviter sa dégradation [166].

1.2.1.1. Description de l'installation

L'opération de séchage a été réalisée avec un sécheur à bandes à deux tapis, fourni par la société italienne SCOLARI (Paderno, Italie). La biomasse humide est convoyée par plusieurs tapis à bandes depuis

l'extérieur du bâtiment jusqu'à son introduction dans le sécheur. La matière arrive sur le tapis supérieur du sécheur. La montée en température de la biomasse ainsi que le processus d'évaporation commencent grâce à l'air provenant du tapis inférieur. Ensuite, la biomasse tombe sur le tapis inférieur, le processus d'évaporation continue jusqu'à sa sortie de l'installation. La biomasse sèche est alors récupérée dans un sac.

L'air entrant dans le sécheur est préchauffé à 60 °C à l'aide d'un brûleur alimenté en gaz naturel. La longueur cumulée des deux tapis de l'installation ainsi que leur largeur sont de 6.2 m et 0.85 m respectivement. La hauteur du lit de plaquettes est fixée par une guillotine en sortie de la trémie d'alimentation et vaut 0.1 m. Le temps de séjour des plaquettes dans le sécheur peut être ajusté entre 80 et 100 minutes en modifiant la fréquence des moteurs des tapis.

1.2.1.2. Instrumentation de l'installation

Le temps de séjour des plaquettes dans le sécheur est déterminé visuellement en utilisant des plaquettes colorées. La masse volumique du lit de plaquettes en vrac en entrée est déterminée en pesant 3 sacs d'1 m³. La masse volumique du lit de plaquettes en vrac en sortie de sécheur est mesurée en pesant 4 sauts de 5 litres, à différents moments du procédé. Les débits massiques d'entrée et de sortie des plaquettes sont déterminés à partir des masses volumiques du lit de plaquettes grâce à la formule suivante (Eq. 29) :

$$\dot{Q}_{biomasse} = \left(\frac{L_{sécheur}}{t_{séjour}} * l_{sécheur} * h_{lit} \right) * \rho_{lit\ plaquettes} \text{ (kg} \cdot \text{h}^{-1}\text{)} \text{ (Eq. 29)}$$

$L_{sécheur}$: Longueur totale des tapis du sécheur, soit 6.2 m

$l_{sécheur}$: Largeur du tapis du sécheur, soit 0.85 m

h_{lit} : Hauteur du lit de plaquettes, soit 0.1 m

$\rho_{lit\ plaquettes}$: Masse volumique en vrac du lit de plaquettes (kg.m⁻³)

$t_{séjour}$: Temps de séjour de la biomasse (h)

Cinq thermocouples mesurent la température des gaz chauds entrant, la température des gaz au niveau du tapis inférieur et au niveau du tapis supérieur, la température des gaz sortant ainsi que la température moyenne dans le lit de plaquettes.

Enfin, le débit de gaz naturel est enregistré. Le PCI du gaz naturel en France est de 41.04 MJ.Nm⁻³. La puissance du brûleur est calculée grâce à la formule suivante (Eq. 30) :

$$P_{bruleur} = Q_{v,gaz\ naturel} * \frac{PCI_{gaz\ naturel}}{3.6} \text{ (kW)} \text{ (Eq. 30)}$$

$Q_{v,gaz\ naturel}$: Débit volumique de gaz naturel entrant dans le brûleur (Nm³.h⁻¹)

$PCI_{gaz\ naturel}$: Pouvoir calorifique inférieur du gaz naturel (MJ.Nm⁻³), soit 41.04 MJ.Nm⁻³

1.2.2. Torréfacteur

La torréfaction des plaquettes de bois pour la production de la poudre Tor5 a été réalisée dans le four pilote de torréfaction, dénommé CENTORRE.

1.2.2.1. Description de l'installation CENTORRE

Le four de torréfaction CENTORRE est un four multi-plateaux vertical composé de six soles. Le diamètre intérieur du four est de 1.82 m et il comprend un axe rotatif de diamètre 0.42 m. Il a été fourni par l'entreprise John Cockerill (Seraing, Belgique). La Figure 47 montre une photo de l'installation. Une description du four est disponible dans les articles suivants [167,168].

Chaque sole est chauffée grâce à deux brûleurs alimentés en gaz naturel. Le four est mis en chauffe 24 h avant le début de l'injection pour que la température à l'intérieur du réacteur soit stabilisée à la température de consigne avant l'introduction de la matière.

Un système interne de dents de rablage permet le convoyage de la biomasse dans le four.



Figure 47- Photo du four de torréfaction CENTORRE (Dominique GUILLAUDIN/CEA (Malverpix No Comment Studio)).

La vitesse de rotation de l'axe central influe directement sur le temps de séjour de la biomasse dans l'installation. Des essais de convoyage à froid sont réalisés avant chaque campagne de torréfaction, d'une

part, pour s'assurer du bon convoyage des plaquettes dans le four et, d'autre part, pour déterminer le temps de séjour de la matière en fonction de la vitesse de rotation de l'axe central du four.

Après sa sortie du four, la biomasse torréfiée est convoyée jusqu'à un conteneur de collecte grâce à deux vis de convoyage. La biomasse est refroidie lors du transport. Le conteneur en sortie est maintenu sous atmosphère inerte par injection d'azote afin d'éviter un éventuel emballement thermique.

1.2.2.2. Instrumentation de l'installation

L'installation CENTORRE est largement instrumentée. Les paragraphes suivants détaillent seulement les mesures d'intérêt pour cette étude.

La température des parois et la température du gaz sont mesurées par des thermocouples dans chacune des six soles.

La trémie d'alimentation et le conteneur de sortie sont pesés en continu. Les débits d'alimentation de sortie de la biomasse sont ainsi connus, ce qui permet de calculer la perte de masse.

Le débit de gaz naturel alimentant les brûleurs est mesuré au cours de l'essai. La puissance fournie par les brûleurs du four peut alors être calculée à l'aide de l'équation 30 (Eq. 30).

1.2.2.3. Analyse des gaz

La composition des gaz est analysée en régime permanent grâce à un micro-chromatographe en phase gazeuse (μ GC) situé à la sortie du réacteur. Une analyse est réalisée toutes les trois minutes. La limite minimale de détection de chaque gaz est de 3 ppm. L'appareil de caractérisation est équipé avec quatre colonnes et permet la détection des composés suivants : He, H₂, O₂, N₂, CH₄, CO, CO₂, C₂H₂, C₂H₄, C₂H₆, C₃H₈, H₂S and COS.

Les goudrons sont capturés dans deux pièges froids en série et analysés par GC-FID (Gas Chromatography – Flame Ionization Detection). Le premier piège est refroidi à 0 °C et le second est refroidi à -30 °C. La ligne qui conduit les gaz du four jusqu'à la ligne de prélèvement est maintenue à 200 °C par un cordon chauffant pour éviter la condensation des espèces condensables avant leur analyse.

1.2.2.4. Essais à froid

Le temps de séjour de la biomasse dans le four est déterminé lors des essais de convoyage à froid. Dans cette étude, trois vitesses de rotation de l'arbre central ont été testées : 1.7 tr.min⁻¹, 2 tr.min⁻¹ et 2.3 tr.min⁻¹. Pour chaque vitesse, une cinquantaine de plaquettes représentatives du lot total sont équipées de radio-étiquettes RFID (*Radio Frequency IDentification* = identification par radiofréquence). Deux antennes de détection sont positionnées à l'entrée et à la sortie du four. Le temps de séjour de chacune des plaquettes est mesuré. Le temps de séjour retenu est la médiane des valeurs.

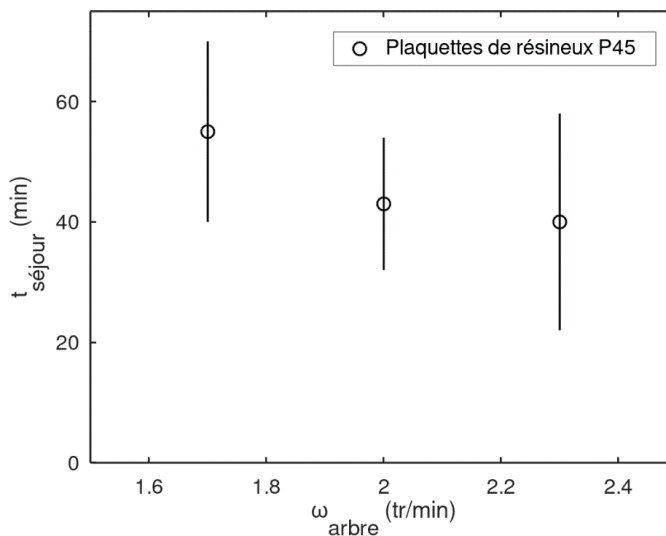


Figure 48 - Temps de séjour des plaquettes de bois $t_{\text{séjour}}$ en fonction de la vitesse de rotation de l'arbre central du four ω_{arbre} .

Le temps de séjour médian des plaquettes de bois de résineux est présenté en fonction de la vitesse de rotation de l'arbre central dans la Figure 48. Les écarts-type calculés pour chaque point sont indiqués par des traits noirs. Les écarts-type sont très importants, indiquant un étalement important de la distribution de temps de séjour. Ce résultat signifie que le traitement de torréfaction n'est pas identique pour toutes les plaquettes de bois.

1.2.2.5. Conditions opératoires

Dans cette étude, les conditions opératoires de la torréfaction sont choisies pour améliorer la coulabilité de la poudre tout en limitant la perte de masse et d'énergie au cours de cette étape, pour que le procédé soit envisageable industriellement. D'après les conclusions de l'étude bibliographique, et en considérant la nature de la matière première, la température de consigne est choisie à 250 °C et le temps de séjour est fixé à 55 minutes. La faible température de torréfaction permet également de limiter les élévations de température dans certaines régions localisées du lit causées par les réactions exothermiques de dégradation de la biomasse. La torréfaction a été réalisée sur deux jours, dénommés respectivement T1 et T2 dans la suite de ce chapitre.

1.2.3. Postcombustion et échangeur thermique

1.2.3.1. Description de l'installation

Les gaz en sortie du torréfacteur sont brûlés dans une unité de postcombustion conformément à la législation française [169]. La puissance nominale du brûleur est de 100 kW. Le débit de gaz naturel injecté dans le brûleur est régulé pour maintenir une température de 1000 °C dans la chambre de combustion. La combustion est réalisée en large excès d'air (facteur d'air de 1.5) afin d'éviter la production de CO et d'imbrûlés. Les gaz brûlés circulent ensuite dans un échangeur thermique fonctionnant avec l'air provenant

de l'extérieur. Le débit d'air extérieur entrant dans l'échangeur est régulé pour maintenir une température de l'air en sortie entre 120 et 150 °C.

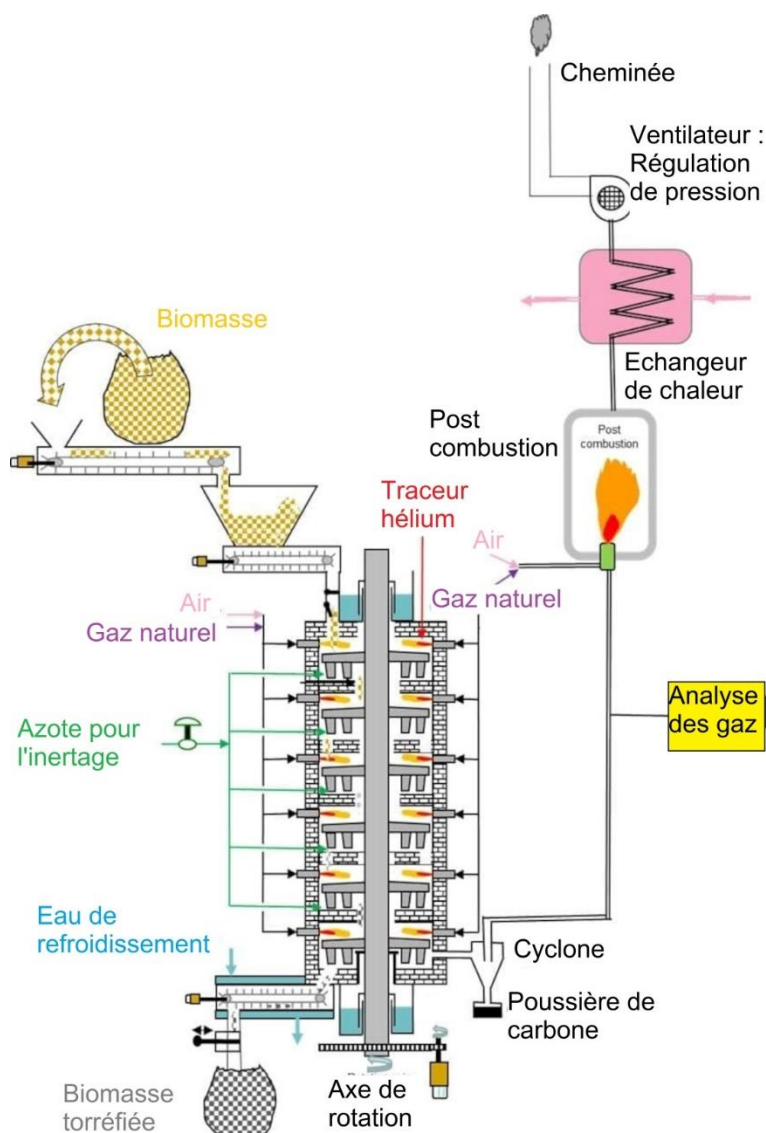


Figure 49 - Schéma de l'installation CENTORRE, incluant la postcombustion et l'échangeur thermique.

1.2.3.2. Instrumentation de l'installation

La Figure 50 présente une description schématique de l'ensemble post combustion et échangeur thermique. Les températures des gaz de torréfaction entrant ($T_{gaztorr}$), de l'air oxydant pour la combustion ($T_{aircomb}$), de l'intérieur du réacteur de la PC (T_{PC}), des gaz brûlés avant et après échangeur (respectivement $T_{f,entrée}$ et $T_{f,sortie}$) ainsi que de l'air avant et après échangeur (respectivement T_{ext} et $T_{airchaud}$) sont mesurées. Le débit volumique du gaz naturel ($Q_{vgaznat}$), de l'air comburant et de dilution (respectivement

Q_{vairdil} dans l'échangeur ainsi que l'air entrant dans l'échangeur thermique (Q_{vairext}) sont également mesurés. La quantité de gaz issus du réacteur de torréfaction est connue (section 1.2.2.3).

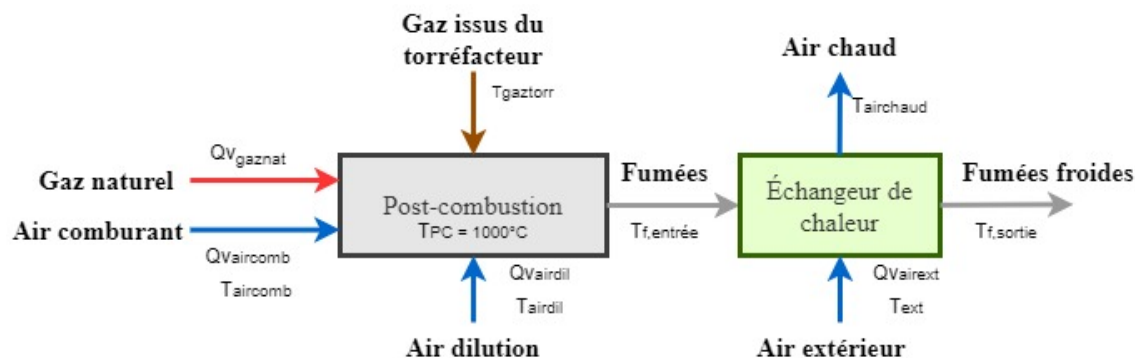


Figure 50 - Description schématique de la postcombustion et de l'échangeur thermique.

La mesure du débit de gaz naturel alimentant le brûleur permet de déterminer la puissance fournie par le brûleur, à partir de l'équation 30 (Eq. 30).

1.2.4. Broyeur à couteaux

1.2.4.1. Description de l'installation

Le broyeur à couteaux utilisé dans cette étude est un broyeur de type FL2 du constructeur FORPLEX (Béthune, France), de puissance nominale 11 kW. Une photo du broyeur est présentée en Figure 51. Il permet de réduire des plaquettes de bois en des particules submillimétriques. Les plaquettes de bois sont introduites dans une trémie d'alimentation. Cette dernière ne peut contenir qu'une dizaine de kilogrammes de plaquettes de bois environ. Après la mise en fonctionnement du broyeur, un tapis vibrant situé sous la trémie d'alimentation permet le convoyage des plaquettes jusqu'à la chambre de broyage. La fréquence de vibration du tapis et la vitesse de rotation des couteaux sont identiques pour tous les essais réalisés. La chambre de broyage est équipée d'une grille en sortie. Dans cette étude, une grille de 1 mm et une grille de 5 mm sont testées. Les particules suffisamment fines pour passer à travers les mailles de la grille sont alors récupérées dans un fut. Trois répétabilités sont réalisées pour chaque lot de plaquettes, brutes et torréfiées. Le broyeur est maintenu sous atmosphère inerte grâce à l'injection d'azote.

1.2.4.2. Instrumentation de l'installation

La puissance du broyeur est mesurée tout au long de l'essai. La puissance à vide du broyeur est mesurée pendant quelques minutes avant le démarrage du tapis vibrant. Elle est de 2.5 kW. La puissance nette de broyage peut ainsi être calculée comme la puissance requise par le broyeur en présence de la charge moins la puissance à vide. La puissance requise par le broyeur au cours de l'essai est mesurée en régime permanent.

Le fut de sortie est pesé en continu lors de l'essai afin de déterminer le débit massique instantané de poudre en sortie.

Le taux d'oxygène et la température en sortie de broyeur sont mesurés. Pour des raisons de sécurité, un taux d'oxygène supérieur à 8 % ou une température supérieure à 50 °C provoque l'arrêt immédiat de l'installation.

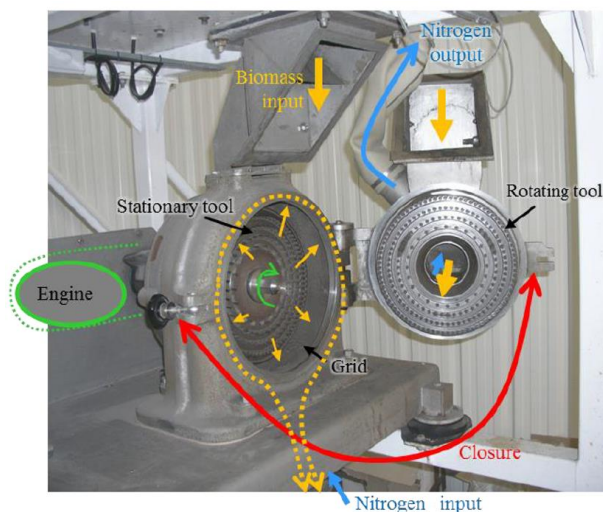


Figure 51 - Broyeur à couteaux Forplex. Extrait de la thèse de C. Vanneste-Ibarcq [3].

1.2.4.3. Broyage avec la grille de 1 mm

Le régime permanent n'a pas pu être atteint lors des essais de broyage du bois brut avec la grille de 1 mm à cause de blocages récurrents des plaquettes en entrée de la chambre de broyage. Par ailleurs, la poudre produite avec cette grille contient un pourcentage significatif de particules inférieures à 100 μm (61 % en volume). Les particules fines ont un rapport entre surface et volume important ce qui augmente l'importance des forces inter partielles entre les particules et donc la cohésion du milieu [55,170]. L'augmentation de la cohésion de la poudre peut avoir un impact négatif sur la coulabilité de la poudre. Ainsi, il a été préféré l'utilisation d'une grille de 5 mm.

1.2.5. Broyeur vibrant

1.2.5.1. Description de l'installation

Le broyeur vibrant utilisé dans cette étude est produit par l'entreprise RITEC (La Seyne sur Mer, France). Une photo de l'installation est présentée en Figure 52. Il s'agit d'un broyeur affineur qui est utilisé généralement après un premier broyage grossier de la biomasse [101]. Il permet de réduire la taille des particules du millimètre à quelques dizaines de micromètres, et améliore la sphéricité des particules [101].

La chambre de broyage contient des corps broyants qui assurent la réduction de taille et la modification de forme des particules. La configuration optimale, permettant une réduction de taille

significative sans consommer trop d'énergie, est un mélange de 12 barres cylindriques de 30 mm de diamètre et 15 barres cylindriques de 20 mm de diamètre.

Le broyeur vibrant est utilisé en fonctionnement continu. L'alimentation du broyeur vibrant est possible grâce à une vis sans fin, qui transfère la poudre de la trémie d'alimentation à un tube d'alimentation (\varnothing 60 mm et longueur de 1.8 m) relié à la chambre de broyage (Figure 52). La vitesse de rotation de la vis sans fin contrôle le débit massique d'entrée de la poudre. Dans cette étude, le débit d'entrée est maintenu faible (de l'ordre de quelques $\text{kg}\cdot\text{h}^{-1}$ de poudre), afin d'éviter le blocage des grosses particules dans le tube d'alimentation.

1.2.5.2. Instrumentation de l'installation

La poudre en sortie de broyeur est récupérée dans un fut pesé tout au long de l'essai. La puissance du broyeur est également mesurée. Le broyeur fonctionne quelques minutes avant l'introduction de la matière pour déterminer la puissance à vide. Enfin, comme pour le broyeur à couteaux, le broyeur est maintenu sous conditions inertes par injection d'azote.

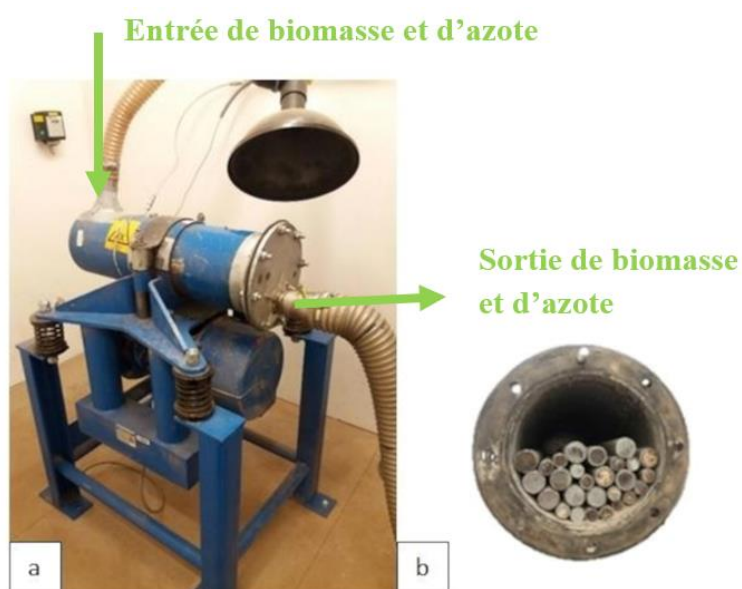


Figure 52 - a) Vue externe du broyeur vibrant et b) vue interne de la chambre de broyage remplie avec les corps broyants.

1.2.6. Tamiseuse

Les poudres d'étude sont tamisées avec une grille de 1 mm pour respecter la taille maximale d'entrée de particules dans un réacteur à flux entraîné [18]. Le tamisage est réalisé avec une tamiseuse en configuration batch.

1.3. Appareils de caractérisation à l'échelle laboratoire

1.3.1. Caractérisation de la morphologie

1.3.1.1. Taille et forme des particules

La distribution granulométrique des poudres de cette étude est mesurée avec l'analyseur dynamique d'images 2D, Camsizer XT (Retsch GmbH, Allemagne), dont le principe de mesure est montré en Figure 53. Cet appareil permet de mesurer la taille et la forme des particules. Il est équipé de deux caméras digitales. Une caméra permet de détecter et d'analyser les particules larges avec une résolution de 15 μm . La deuxième caméra permet de détecter et analyser les petites particules, de 1 à 30 μm , avec une résolution de 1 μm . La distribution granulométrique est exprimée en volume.

Pour les poudres cohésives, comme les poudres de biomasse, le module X-Jet est utilisé. Il utilise un système d'injection d'air comprimé afin de casser les agglomérats de particules. La pression reste cependant suffisamment faible pour éviter une destruction des particules élémentaires. Avec ce module, la plage de mesure de l'analyseur va de 1 μm à 1.5 mm.

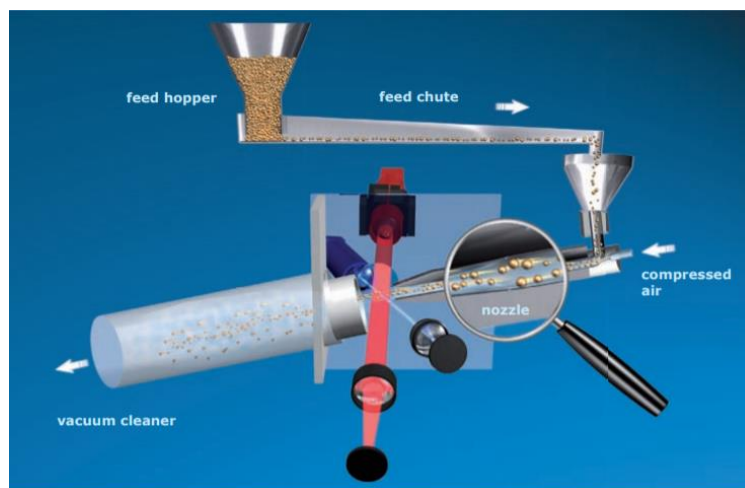


Figure 53 - Principe de mesure du module X-Jet du Camsizer XT (extrait de la documentation technique).

Cet appareil mesure le diamètre de corde minimal et le diamètre de Féret maximal d'une particule. Les particules de bois sont fibreuses et peuvent être considérées comme des cylindres. Ainsi, le diamètre de corde minimal correspond au diamètre du cylindre, tandis que le diamètre de Féret maximal correspond à la longueur du cylindre. Il mesure également le facteur d'aspect des particules, exprimé dans ce manuscrit comme le rapport entre le diamètre et la longueur. La valeur maximale du facteur d'aspect est 1, ce qui correspond à un disque.

Pour une poudre, chaque caractérisation est répétée trois fois avec trois prélèvements différents. La moyenne des trois distributions granulométriques est retenue.

1.3.1.2. Stéréomicroscope

Le stéréomicroscope SZX12 (Olympus, Japon) permet une observation directe des particules constituant les poudres. Il couvre une plage de grossissement de x7 à x90 avec son objectif x1.

1.3.1.3. Microscope électronique à balayage

La surface des particules des poudres d'étude est observée et étudiée grâce à un microscope électronique à balayage (MEB) Philips XL30.

1.3.2. Analyse thermique et analyse chimique

1.3.2.1. Mesure du pouvoir calorifique

Le pouvoir calorifique supérieur (PCS) du bois brut et du bois torréfié est mesuré grâce à une bombe calorimétrique PARR Instrument 6200 (Parr, Moline-Illinois, USA). Environ un gramme de biomasse, introduit sous la forme d'une poudre fine et sèche, est brûlé en excès d'oxygène pour assurer sa combustion complète. La bombe calorimétrique est placée dans un seau contenant un volume précis d'eau. L'élévation de la température à la suite de la combustion de la biomasse permet de déterminer la chaleur dégagée par la combustion. L'étalonnage est vérifié avant chaque mesure grâce à l'acide benzoïque (26.45 MJ.kg⁻¹). Le pouvoir calorifique inférieur (PCI) est calculé à partir du PCS comme suit :

$$PCI = PCS - \left(\frac{\left(10 * \frac{H}{2 * M(H)} * M(H_2O) \right)}{1000} * H_{vap} \right) (MJ.kg^{-1})(Eq. 31)$$

H: Taux massique d'hydrogène (en % massique)

M(H): Masse molaire de l'hydrogène, soit 1 g.mol⁻¹

M(H₂O): Masse molaire de l'eau, soit 18 g.mol⁻¹

H_{vap} : Enthalpie de vaporisation de l'eau à 100 °C, soit 2,257MJ.kg⁻¹

1.3.2.2. Analyse élémentaire et mesure du taux de cendres

La composition en éléments organiques (Carbone, Hydrogène, Azote, Soufre et Oxygène) du bois brut et du bois torréfié est déterminée à l'aide d'un analyseur élémentaire Vario ElCube (Elementar, Langensfeld, Germany). La composition en oxygène est ensuite déterminée par différence, après détermination de la composition en C, H, N et S et du taux de cendres. Le taux de cendres est mesuré selon la norme XP CEN/TS 14775, par combustion de l'échantillon à 550 °C.

Le principe de l'analyse élémentaire de l'échantillon consiste à brûler l'échantillon à 1150 °C, en excès d'oxygène et en présence d'un catalyseur, l'oxyde de tungstène. Les oxydes d'azote (NOX) et les oxydes de soufre (SOX) sont réduits dans un tube de réduction à 850 °C. Un catharomètre permet ensuite de détecter

les gaz de combustion : N₂, CO₂, H₂O et enfin SO₂. Préalablement à la mesure, un étalonnage est réalisé avec un étalon de sulfanilamide.

1.3.3. Caractérisation de la coulabilité

1.3.3.1. Tambour rotatif Revolution

La coulabilité des poudres en état dynamique avec surface libre est étudiée grâce à un tambour rotatif (Mercury Scientific Inc, Newtown, USA) (Figure 54). Le tambour utilisé a un diamètre de 10 cm et une longueur de 3.3 cm. Chaque analyse est réalisée avec 79 ml de poudre. Ce volume est mesuré grâce à une coupelle. Le tambour est mis en rotation à la vitesse de 0.6 rotations par minute (rpm) devant une caméra. Avant chaque analyse, le tambour tourne pendant 100 secondes afin de préparer la poudre et d'éliminer les effets opérateurs. Une avalanche est détectée quand plus de 0.65 vol% des pixels changent. L'analyse est terminée après la détection de 150 avalanches. Le protocole de mesure est lié au dispositif et n'a pas été modifié.



Figure 54 - Tambour rotatif et dispositif d'analyse Revolution [3].

Dans cette étude, trois indicateurs sont considérés :

- L'angle d'avalanche θ_{av} (°). Il correspond à l'angle que forme la moitié supérieure de la surface de la poudre dans le tambour avec l'horizontale, juste avant une avalanche (Figure 55).

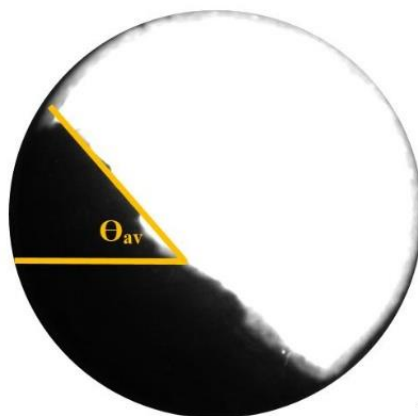


Figure 55 - Exemple de mesure de l'angle d'avalanche.

- Le temps entre deux avalanches consécutives t_{av} (s).
- La linéarité de surface r_{av} . Cet indicateur correspond au coefficient de corrélation linéaire de la surface de la poudre après une avalanche. Plus il est proche de 1, plus la surface de la poudre après une avalanche est linéaire.

La valeur retenue pour chacun des indicateurs est la médiane des valeurs obtenues pour 150 avalanches. Ce nombre d'avalanche est suffisant pour avoir des résultats reproductibles [3].

Chaque caractérisation est répétée avec un prélèvement différent de la même poudre pour vérifier la répétabilité de la mesure.

1.3.3.2. Cellule de cisaillement de Schulze

La caractérisation du comportement mécanique sous contrainte des poudres de bois est réalisée grâce au dispositif de cisaillement de Schulze disponible au laboratoire RAPSODEE. C'est une cellule de cisaillement annulaire. Un état de l'art détaillé sur les dispositifs de caractérisation mécanique est proposé dans le manuscrit de thèse de R. Condotta [41].

Le principal avantage de la cellule de Schulze est la possibilité de cisailer indéfiniment l'échantillon grâce au principe de rotation annulaire. La taille de la cellule n'est ainsi pas une limite à l'atteinte du régime permanent.

1. Présentation du dispositif

La norme Standard Shear Test Method for Bulk Solids Using the Schulze Ring Shear Tester, D 6773-02, décrit en détail le dispositif de cisaillement annulaire de Schulze [171]. Les principales composantes du dispositif sont rappelées ici. Le dispositif comprend un socle, un boîtier électrique, un système de contrepoids (1), une cellule de cisaillement (2), deux capteurs de force de part et d'autre de la cellule et reliés à cette dernière par une tige (3) et des poids qui permettent d'appliquer une contrainte normale sur la cellule (4) (Figure 56).

La Figure 57 présente la cellule de cisaillement. Le couvercle de la cellule est muni de dents régulièrement réparties sur sa surface qui pénètre de 4 mm le lit d'échantillon. Le cisaillement de l'échantillon est réalisé en mettant en rotation à une vitesse $\omega_{cellule}$ la base de la cellule tout en maintenant en position le couvercle. Le couvercle est relié aux capteurs de force par des tiges rigides ce qui permet de mesurer la force nécessaire pour maintenir en position le couvercle. La vitesse de rotation de la cellule $\omega_{cellule}$ est contrôlée par l'opérateur et varie entre 0.37 mrad.s^{-1} et 7.3 mrad.s^{-1} .

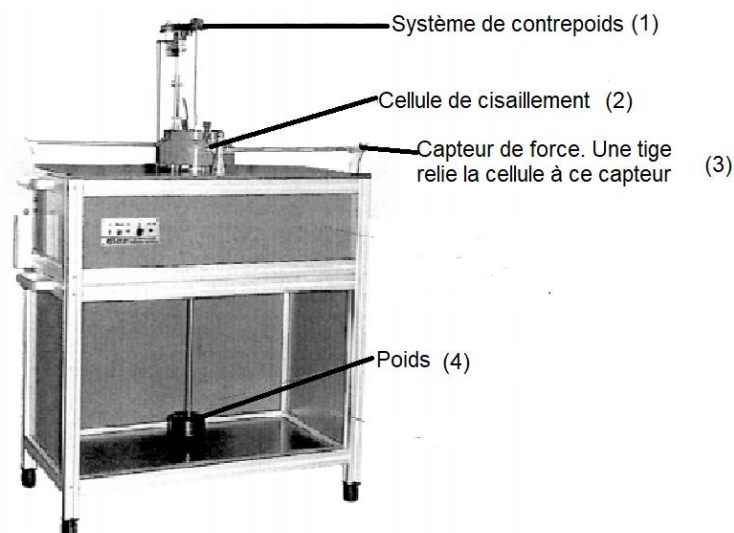


Figure 56 - Présentation globale du dispositif expérimental de cisaillement annulaire de Schulze (adaptée de la norme de Schulze).

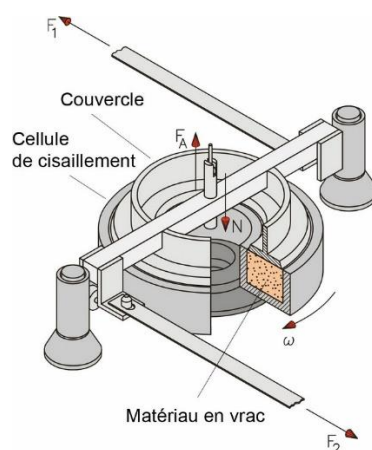


Figure 57 - Cellule de cisaillement de Schulze.

Le dispositif est également instrumenté avec un deuxième capteur qui enregistre le déplacement vertical du couvercle de la cellule. Il permet ainsi de mesurer les variations de hauteur du lit de l'échantillon.

Le laboratoire RAPSODEE possède deux cellules de Schulze : la cellule standard Type M et la petite cellule Type S. Le Tableau 5 synthétise les géométries des deux cellules. La cellule type M sera dénommée « grande cellule » tandis que la cellule type S sera abrégée « petite cellule » dans la suite de ce manuscrit. Il y a un espacement de 1 mm entre le rayon externe de la cellule et le rayon externe du couvercle, ainsi qu'un espacement de 1 mm entre le rayon interne de la cellule et le rayon interne du couvercle, afin d'éviter les frottements. La largeur de la cellule, notée L_{cellule} , désigne la distance entre les parois externe et interne de la cellule.

Tableau 5 - Géométrie des cellules de cisaillement disponibles. Extrait de la norme de Schulze.

	Cellule standard, Type M	Petite cellule, Type S
Volume interne $V_{cellule}$	Environ 900 cm ³	Environ 200 cm ³
Section transversale $S_{cellule}$	226 cm ²	79 cm ²
Rayon interne couvercle $r_{i,c}$	51 mm	31 mm
Rayon externe couvercle $r_{e,c}$	99 mm	59 mm
Rayon interne cellule $r_{i,s}$	50 mm	30 mm
Rayon externe cellule $r_{e,s}$	100 mm	60 mm
Hauteur $h_{cellule}$	40 mm	24 mm
Largeur cellule $L_{cellule}$	50 mm	30 mm

2. Calcul de la contrainte normale et de la contrainte tangentielle

La contrainte normale appliquée sur l'échantillon est calculée à partir de la masse appliquée sur le couvercle de la cellule ainsi que la surface de contact entre le couvercle et le lit de poudre.

La contrainte de cisaillement est calculée à partir de la force mesurée par les capteurs de force qui retiennent le couvercle.

Le calcul des contraintes normales et tangentielles lors d'un essai de cisaillement en cellule de Schulze est détaillé dans le manuscrit de thèse de R. Collet [172]. Ce calcul est simplement rappelé dans l'annexe II A de ce manuscrit.

3. Préparation de l'échantillon

L'échantillon de poudre est versé de manière homogène dans la cellule et arasé à l'aide d'une spatule. L'ensemble est pesé afin de déterminer la masse de poudre introduite. A partir de ce résultat, la densité initiale de l'échantillon est calculée.

4. Essai de cisaillement en régime quasi statique

Les essais de cisaillement en régime quasi statique permettent de caractériser la rupture d'une poudre, ce qui correspond à déterminer la contrainte tangentielle à exercer pour cisailer l'échantillon en fonction de la contrainte normale qu'il subit. Ces essais permettent de construire le lieu cinématique de rupture d'un échantillon pour une contrainte de pré consolidation donnée. A partir des lieux cinématiques de rupture, il est possible d'établir la fonction d'écoulement de la poudre. Le principe du test de cisaillement est présenté dans le chapitre I de ce manuscrit (section 2.4).

Les contraintes normales de pré consolidation et les contraintes normales choisies pour réaliser les essais de cisaillement sont présentées dans le Tableau 6. Les contraintes de pré consolidation sont représentatives de celles rencontrées par la poudre au fond d'une trémie.

Les essais de cisaillement sont réalisés avec la vitesse de cisaillement maximale de la cellule, soit $\omega_{cellule} = 7.3 \text{ mrad.s}^{-1}$.

Tableau 6 - Contraintes normales de pré consolidation et contraintes normales choisies pour les essais de cisaillement avec la cellule annulaire de Schulze, grande cellule.

Grande cellule	Contraintes normales de pré consolidation (kPa)			
	2.7	5.3	7.9	10.5
Contraintes normales des essais de cisaillement (kPa)	0.3	0.3	0.3	0.3
	0.5	0.5	0.5	0.5
	0.7	1.0	1.0	1.0
	1.0	1.8	2.3	2.7
	1.4	2.7	3.6	4.4
	1.8	3.6	4.9	6.2
	2.3	4.4	6.2	7.9
	2.7	5.3	7.9	10.5

Idéalement, la contrainte de pré consolidation imposée sur la poudre avant chaque essai de cisaillement devrait toujours être la même. Cela n'est pas le cas dans la réalité, la contrainte de pré consolidation peut varier entre les essais ce qui peut affecter la valeur de la contrainte de cisaillement mesurée. Afin de minimiser cet effet, la contrainte de cisaillement mesurée expérimentalement est corrigée. La valeur de la contrainte de cisaillement corrigée τ'_s est obtenue à partir de la valeur de cisaillement réellement mesurée τ_s et du rapport entre la contrainte de pré consolidation moyenne $\tau_{p,m}$ et la contrainte de pré consolidation de l'essai τ_p , grâce à l'équation suivante :

$$\tau'_s = \tau_s * \left(\frac{\tau_{p,m}}{\tau_p} \right) (Pa) \quad (Eq. 32)$$

Le lieu cinématique de rupture est représenté par la relation de Warren-Spring (Eq. 33). Cette relation peut être utilisée pour les poudres cohésives comme les poudres de bois [3]. En effet, les lieux cinématiques de rupture ne sont pas linéaires pour les poudres présentant une cohésion importante. Plusieurs auteurs ont montré que la relation de Warren-Spring permet de décrire correctement les données expérimentales obtenues sous faible contrainte pour les poudres fines et cohésives [173,174].

$$\left(\frac{\tau}{c} \right)^n = \frac{T + \sigma}{T} \quad (Eq. 33)$$

τ : Contrainte de cisaillement (Pa)

c : Cohésion (Pa)

n : Indice de Warren – Spring, variant entre 1 et 2

T : Résistance à la traction (Pa)

σ : Contrainte normale (Pa)

Pour utiliser l'équation de Warren-Spring, il est indispensable de déterminer tout d'abord un des trois paramètres : c , n ou T . Dans cette étude, la cohésion c est déterminée en ajustant les données expérimentales par un polynôme de second degré. Le paramètre n et la résistance à la traction T sont ensuite ajustés afin de correspondre au mieux aux données expérimentales [3,175,176].

La contrainte principale maximale σ_1 et la contrainte de clé de voûte f_c sont obtenues pour chaque contrainte de pré consolidation en traçant les cercles de Mohr associés au lieu d'écoulement de Warren-Spring.

Un exemple de détermination du lieu cinématique de rupture avec une contrainte de pré consolidation de 2.7 kPa est présenté dans la Figure 58.

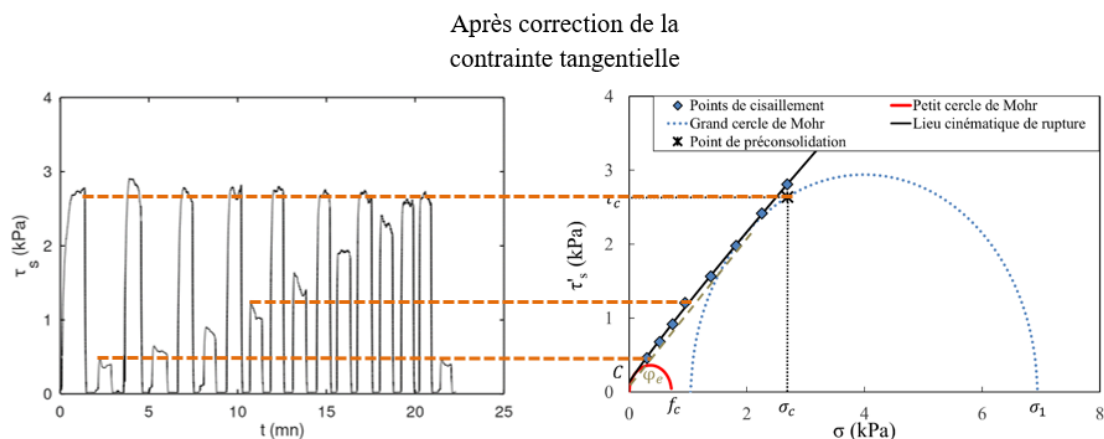


Figure 58 - Lieu cinématique de rupture, données expérimentales et ajustement avec la relation de Warren-Spring. Le point de préconsolidation, les deux cercles de Mohr décrivant la contrainte de clé de voûte f_c et la contrainte principale maximale σ_1 , la cohésion c et l'angle de frottement interne Φ_e sont représentés. Poudre de bois torréfié grossière. Contrainte de préconsolidation : $\sigma_c = 2.7$ kPa.

5. Acquisition et traitement des données

Les signaux correspondant à la force tangentielle et à la hauteur du lit de poudre, sont enregistrés sous la forme d'un signal analogique 0-10 V via une carte d'acquisition National Instrument modèle PCI-4451. Les fichiers de données sont ensuite traités grâce au logiciel Octave (logiciel similaire à Matlab).

1.3.3.3. Rhéomètre FT4

Le FT4 est un rhéomètre à poudre conçu par Freeman Tech (Welland, UK) [177]. Cet appareil permet de réaliser différentes caractérisations du milieu granulaire. Le principal atout de ce dispositif expérimental est l'automatisation des essais, ainsi que l'aération de l'échantillon à l'aide d'une hélice avant chaque mesure ce qui permet de limiter l'effet opérateur. Différents outils peuvent être équipés sur le FT4 (Figure 59) :

- Une hélice. Elle permet d'aérer et homogénéiser l'échantillon avant chaque essai.
- Une tête de cisaillement. Il s'agit d'un piston équipé de lamelles disposées régulièrement. Elle permet de cisailier l'échantillon et d'appliquer une contrainte normale dans le même temps.
- Un piston. Il permet d'appliquer une contrainte normale sur l'échantillon.
- La tête du piston peut être remplacée par un disque dont la rugosité est connue.



Figure 59 - Équipements du FT4. De gauche à droite : Hélice, tête de cisaillement, piston, disque rugueux.

La cellule utilisée est une cellule de 85 ml, fractionnable. Son diamètre est de 50 mm.

Similairement à la cellule de Schulze, le rhéomètre FT4 permet de réaliser des essais de cisaillement de poudre en régime quasi statique. Dans cette étude, la méthode standard du rhéomètre a été modifiée afin de reproduire les mêmes contraintes de pré consolidation et les mêmes contraintes normales que celles employées avec la cellule de Schulze, présentées dans le Tableau 6.

La procédure mise en œuvre avec le rhéomètre FT4 est similaire à celle employée avec la cellule de Schulze. Elle diffère cependant par la vitesse de cisaillement de l'échantillon ainsi que par la géométrie de la cellule de cisaillement. L'échantillon est cisailé à $18^{\circ}.\text{min}^{-1}$ ce qui correspond à $5.2 \text{ mrad}.\text{s}^{-1}$.

2. ÉTAPES DE PRÉTRAITEMENT DÉTAILLÉES

2.1. Séchage

L'influence du temps de séjour dans le sécheur sur le taux d'humidité des plaquettes en sortie est étudiée. Le temps de séjour est fixé en modifiant la vitesse des tapis de convoyage. Deux temps de séjour sont comparés, 78 minutes et 102 minutes. Chacun des deux temps de séjour est répété. Les mesures présentées sont obtenues en régime permanent.

Le Tableau 7 synthétise les résultats des mesures réalisées durant l'étape de séchage, selon le temps de séjour choisi.

Tableau 7 - Paramètres opératoires en fonction du temps de séjour des plaquettes dans le sécheur.

Paramètres	Valeur moyenne (écart-type)	
	78 minutes	102 minutes
Temps de séjour		
Humidité du bois en entrée (%)	52 (2.6)	
Débit d'entrée de biomasse sur base humide (kg.h ⁻¹)	117	90
Puissance du bruleur (kW)	33 (0.2)	32 (1.5)
Débit de sortie de biomasse sur base humide (kg.h ⁻¹)	75 (0.2)	55 (1.7)
Débit d'eau évaporé (kg.h ⁻¹) (calculé par différence)	42 (0.2)	35 (1.7)
Humidité du bois en sortie (%)	18 (0.5)	14 (2.8)

En fixant un temps de séjour de 78 minutes, le débit d'entrée de biomasse est de 117 kg.h⁻¹ sur base humide et le débit de sortie est de 75 kg.h⁻¹. En augmentant le temps de séjour à 102 minutes, le débit d'entrée diminue à 90 kg.h⁻¹ et le débit de sortie à 55 kg.h⁻¹. Ce résultat est logique comme la section de passage de la ressource reste fixe, une diminution de la vitesse de convoyage résulte en une diminution du débit massique en entrée. Le débit d'eau évaporée est calculé par différence, comme il n'y a pas d'accumulation de biomasse dans le sécheur. Il faut noter que, quel que soit le temps de séjour fixé, le taux d'humidité des plaquettes est réduit de 52 % à moins de 20 %, ce qui permet d'assurer son stockage sans risque.

Le coût énergétique net est calculé en sommant la consommation énergétique nécessaire à la chauffe des plaquettes de 20 °C à leur température de sortie du sécheur, mesurée à 45 °C, à la chauffe de l'eau de 20 °C à 45 °C et à son évaporation.

La consommation énergétique totale (et nette) selon le temps de séjour est présentée dans le Tableau 8. Une distinction est faite entre le séchage réalisé dans le sécheur afin d'atteindre un taux d'humidité en sortie de 18 % ou 14 %, et le séchage postérieur qui s'est effectué naturellement entre le séchage et la torréfaction. Dans cette étude, les essais de séchage et de torréfaction ont été espacés de trois mois. Le coût

énergétique associé au séchage dans le sécheur est déterminé expérimentalement alors que le coût énergétique associé au séchage naturel est calculé théoriquement.

Le coût énergétique total du séchage pour un temps de séjour de 78 minutes est de 596 kWh par tonne de matière sèche (tms). Cela correspond à 788 kWh par tonne d'eau évaporée, ce qui légèrement plus faible que les valeurs relevées dans la littérature. Dans une revue de la littérature, Ciolkosz et al. présentent des coûts énergétiques de séchage de bois vert entre 833 et 2500 kWh par tonne d'eau évaporée [128]. Le coût énergétique total augmente de 154 kWh.tms⁻¹ en augmentant le temps de séjour dans le sécheur de 78 minutes à 102 minutes. Cela correspond à une augmentation de 26 %.

Tableau 8 - Coût énergétique de séchage, total et net, en fonction du temps de séjour.

Coût énergétique (kWh.tms ⁻¹)	Valeur moyenne (écart-type)				
	Temps de séjour	78 minutes		102 minutes	
		De 52 % à 18 %	De 18 % à 11 %	De 52 % à 14 %	De 14 % à 11 %
Total		596 (4)	68	750 (35)	25
Net		545 (2)	68	574 (25)	25

Comme un taux d'humidité de 18 % en sortie de sécheur est suffisant pour éviter la dégradation de la ressource lors de son stockage, les valeurs retenues dans la suite de ce chapitre pour l'opération de séchage sont celles obtenues avec le temps de séjour de 78 minutes.

2.2. Torréfaction

2.2.1. Propriétés du bois torréfié

La Figure 60 montre un échantillon de plaquettes de bois brut et un échantillon de plaquettes de bois torréfié. Les caractéristiques des plaquettes de bois torréfié sont présentées et comparées avec celles des plaquettes de bois brut dans le Tableau 9.



Figure 60 - Photos des plaquettes de bois brut (à gauche) et des plaquettes de bois torréfié (à droite).

Tableau 9 - Caractéristiques granulométriques, chimiques et thermiques du bois brut et du bois torréfié.

Paramètres	Dénomination	Bois brut	Bois torréfié
Longueur d'une plaquette (mm),	$L_{\text{plaquette}}$	44.7 ± 13.3	38.9 ± 8.4
Largueur d'une plaquette (mm),	$l_{\text{plaquette}}$	24.4 ± 5.4	21.9 ± 5.6
Épaisseur d'une plaquette (mm),	$e_{\text{plaquette}}$	6.9 ± 1.9	6.8 ± 2.3
Composition élémentaire (sur base sèche)			
C (% massique)		46.3 (0.08)	49.9 (0.2)
H (% massique)		6.4 (0.02)	6.5 (0.2)
O (% massique) – par différence		46.8	43.0
N (% massique)		0.12 (0.00)	0.18 (0.01)
S (% massique)		0.07 (0.004)	0.05 (0.021)
Cendres (550 °C) (% massique)		0.3 (0.07)	0.4 (0.02)
Pouvoir calorifique (sur base sèche)			
PCS (MJ.kg ⁻¹)		18.4	19.5
PCI (MJ.kg ⁻¹)		17.1	18.2

Les dimensions moyennes des plaquettes torréfiées sont 38.9 (8.4) * 21.9 (5.6) * 6.8 (2.3) mm³. En moyenne, les dimensions des plaquettes torréfiées sont respectivement 87 % * 90 % * 99 % de celles des plaquettes brutes. Comme attendu, la taille des plaquettes diminue après la torréfaction. La longueur et la largeur des plaquettes sont réduites dans les mêmes proportions (environ 10 %).

Comme attendu également, le taux de carbone augmente de 46.3 % à 49.9 % (en masse) alors que le taux d'oxygène diminue de 46.8 % à 43.0 %. La concentration massique des autres éléments (H, N, S et les cendres) reste stable.

De ce fait, le pouvoir calorifique supérieure du bois (PCS) augmente de 18.4 MJ.kg⁻¹ pour le bois brut à 19.5 MJ.kg⁻¹ pour le bois torréfié. Le pouvoir calorifique inférieur (PCI) est calculé à partir du PCS en soustrayant l'énergie de vaporisation de l'eau (section 1.3.2.1). Il vaut 17.1 MJ.kg⁻¹ pour le bois brut et 18.2 MJ.kg⁻¹ pour le bois torréfié.

2.2.2. Rendements de la torréfaction

Le débit massique de plaquettes en entrée du four est 58 kg.h⁻¹ sur base sèche. Le débit massique de sortie des plaquettes torréfiées vaut 52 kg.h⁻¹. Les rendements en masse et en énergie, calculés à partir de ces données, sont présentés sur la Figure 61. 89.6 % de la masse et 95.3 % de l'énergie du bois brut sont récupérés dans le bois torréfié. Le rendement en énergie est calculé par rapport au PCI. Ces résultats sont en accord avec les résultats de Strandberg et al.. Les auteurs ont obtenu un rendement massique de 89 % et un rendement en énergie de 94 % après torréfaction d'un bois de résineux à 260 °C pendant 25 minutes [178].

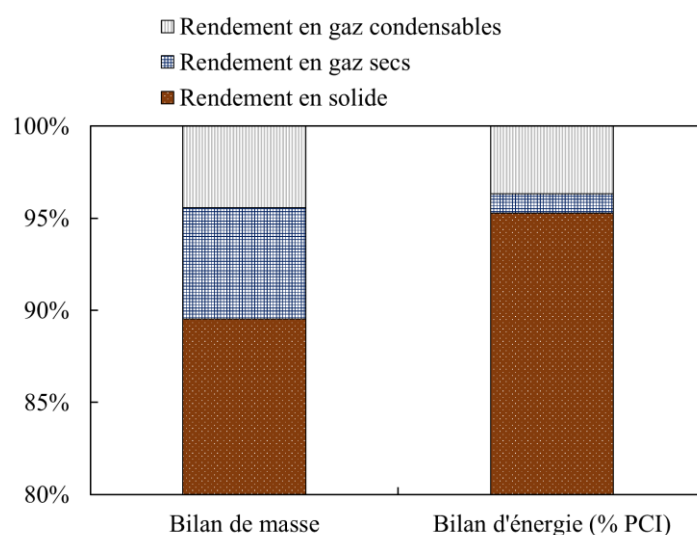


Figure 61 - Bilans de masse et d'énergie de la torréfaction. Les rendements en espèces condensables sont obtenus en bouclant les bilans.

Ensuite, 6.1 % de la masse initiale de solide est convertie en gaz secs. Ils contiennent 1.0 % de l'énergie contenue dans la biomasse initiale.

Enfin, les espèces condensables n'ont pas pu être identifiées ni quantifiées. Les rendements en masse et énergie de ces espèces sont donc obtenus en bouclant les bilans de masse et d'énergie, respectivement.

2.2.3. Analyse des gaz

La Figure 62 présente la composition des gaz secs en sortie de four. Les principaux gaz secs produits par la torréfaction sont le CO_2 et, dans une plus faible mesure, le CO . Les fractions massiques de ces gaz dans les gaz secs sont respectivement 0.81 et 0.18. Ce résultat était attendu [179]. Des faibles quantités de H_2 , CH_4 , C_2H_2 , C_2H_4 , C_2H_6 et C_2H_8 sont également identifiées.

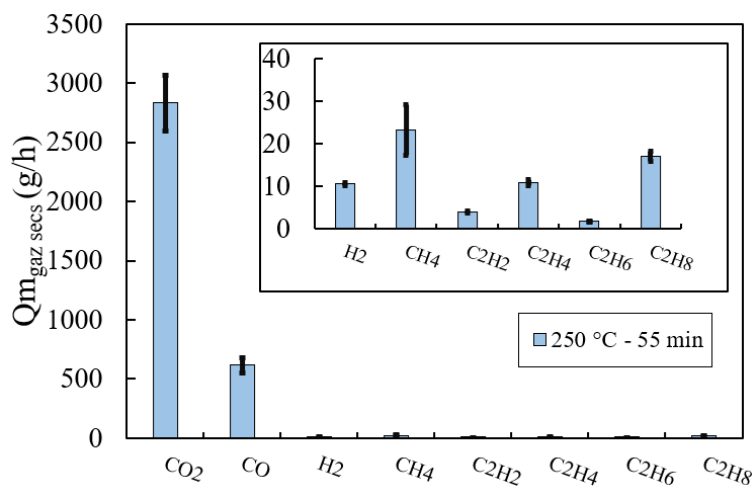


Figure 62 - Débit massique des gaz secs de torréfaction en sortie de four $Q_{m_{\text{gaz secs}}}$. Moyenne sur les deux jours de torréfaction T1 et T2.

Le PCI des gaz secs vaut 0.18 MJ par kilogramme de biomasse sèche en entrée (MJ.kgms^{-1}). Cela représente une puissance potentielle de 2.9 kW pour un débit d'entrée de biomasse de 58 kg.h^{-1} sur base sèche.

Comme évoqué dans le paragraphe précédent, les espèces condensables n'ont pas pu être identifiées. Cependant, en bouclant le bilan d'énergie, le PCI des gaz condensables est estimé à $0.63 \text{ MJ.kgms}^{-1}$. Cela représente une puissance potentielle de 10.1 kW.

2.2.4. Bilan énergétique de la torréfaction

Le bilan d'énergie de la torréfaction est présenté en Figure 63. La puissance apportée désigne la puissance fournie au four par les brûleurs. Elle est calculée à partir de la consommation nette de gaz naturel. Cette dernière est obtenue en soustrayant la consommation en gaz naturel lorsque le four est vide à la consommation en gaz naturel lorsque le four est plein. Ensuite, la puissance nécessaire pour chauffer la biomasse à 250 °C ($P_{\text{chauffe,biomasse}}$), pour chauffer l'eau jusqu'à 100 °C ($P_{\text{chauffe,eau} \rightarrow 100^\circ\text{C}}$), pour évaporer l'eau ($P_{\text{évaporation,eau}}$) et pour chauffer la vapeur d'eau jusqu'à 250 °C ($P_{\text{chauffe,eau} \rightarrow 250^\circ\text{C}}$) est calculée à partir des données expérimentales grâce aux équations suivantes :

$$P_{chauffe,biomasse} = \frac{[C_{p,biomasse} * Q_{biomasse,sec} * (T_{torrefaction} - T_{ext})]}{3.6} \quad (Eq. 34)$$

$$P_{chauffe,eau \rightarrow 100^{\circ}C} = \frac{[C_{p,eau\ liquide} * Q_{eau} * (100 - T_{ext})]}{3.6} \quad (Eq. 35)$$

$$P_{\acute{e}vaporation,eau} = \frac{[H_{vap} * Q_{eau}]}{3.6} \quad (Eq. 36)$$

$$P_{chauffe,eau \rightarrow 250^{\circ}C} = \frac{[C_{p,eau\ vapeur} * Q_{eau} * (T_{torrefaction} - 100)]}{3.6} \quad (Eq. 37)$$

$$C_{p,biomasse} = 1.3 \text{ kJ} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$$

$$C_{p,eau\ liquide} = 4.18 \text{ kJ} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$$

$$C_{p,eau\ vapeur} = 2 \text{ kJ} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$$

$$H_{vap} = 2257 \text{ kJ} \cdot \text{kg}^{-1}$$

$$T_{torrefaction} = 250 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$T_{ext} = 20 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$Q_{biomasse,sec} = 58 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$$

$$Q_{eau} = 7 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$$

Comme il est visible sur la Figure 63, la puissance nécessaire est supérieure à celle fournie par la combustion du gaz naturel. Ce surplus représente entre 3.6 kW pour le premier jour de torréfaction et 2.2 kW pour le second.

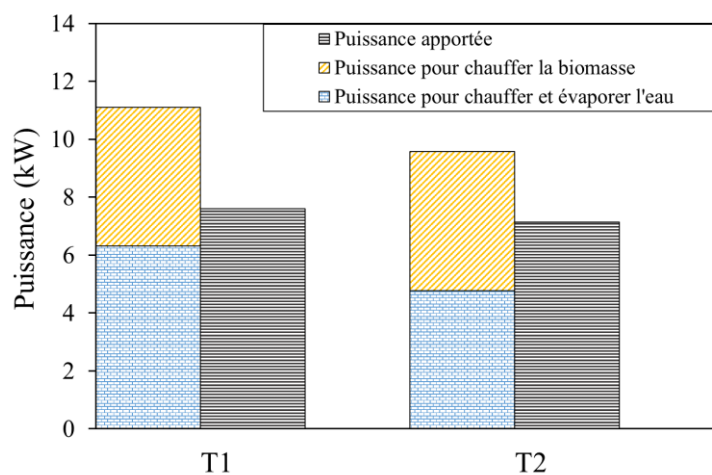


Figure 63 - Bilan énergétique net de la torréfaction. Comparaison entre la puissance apportée par la combustion du gaz naturel et la puissance nécessaire pour chauffer le solide et l'eau et évaporer l'eau. T1 : Jour 1 de la torréfaction ; T2 : Jour 2 de la torréfaction.

Cette différence est probablement expliquée par une sous-estimation de la puissance nette apportée par les brûleurs. En effet, lors des deux journées de torréfaction, le débit de gaz naturel et la température des

soles du four n'étaient pas encore totalement stabilisés lorsque l'injection de biomasse a débuté. Ainsi, la puissance apportée lorsque le four est vide pour maintenir les parois à la température de consigne est probablement surestimée, ce qui résulte en une sous-estimation de la puissance nette apportée en présence de biomasse. Afin d'estimer au mieux la consommation énergétique nette de la torréfaction, le bilan est bouclé en ajustant la puissance nette fournie par les brûleurs.

Il faut également noter qu'à faible température, la torréfaction du bois est faiblement endothermique avec une enthalpie de réaction de l'ordre de 100 kJ.kg^{-1} pour du bois de hêtre, ce qui correspond à 27.8 kWh.t^{-1} [180]. Comme cette valeur est du même ordre que l'écart mesuré entre les deux journées de torréfaction, l'enthalpie de réaction de la torréfaction n'est pas prise en compte dans la détermination de la consommation énergétique nette.

La consommation énergétique totale de la torréfaction est calculée à partir de la puissance totale des brûleurs avec l'équation 30 (Eq. 30).

En moyennant les résultats obtenus pour les deux jours de torréfaction, la consommation énergétique totale de la torréfaction est de 621 kWh.tms^{-1} (Tableau 10). La consommation énergétique nette de la torréfaction est de 178 kWh.tms^{-1} .

Tableau 10 - Coût énergétique de la torréfaction, total et net.

Coût énergétique (kWh.tms^{-1})	Valeur moyenne (écart-type)
Total	621 (108)
Net	178 (20)

2.3. Postcombustion et échangeur thermique

Les gaz issus du four de torréfaction sont brûlés en postcombustion à $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ avant d'être rejetés dans l'atmosphère.

2.3.1. Bilan énergétique de la postcombustion

Un bilan énergétique détaillé est réalisé sur l'unité de postcombustion. La puissance fournie par le brûleur est comparée à la puissance nécessaire pour chauffer les gaz à $1000 \text{ }^\circ\text{C}$, calculée théoriquement. Le bilan est réalisé en régime permanent, et une distinction est faite entre la nuit où le four est vide et le jour où la torréfaction a lieu.

Lorsque le four est vide, les gaz provenant du four de torréfaction sont le CO_2 , l' H_2O et le N_2 issus de la combustion des brûleurs du four de torréfaction, le N_2 lié au balayage du four ainsi que l' O_2 et le N_2 provenant des entrées d'air. En effet, le four est en dépression pour éviter le rejet de gaz dans la plateforme. Lorsque le four est plein, ces gaz sont complétés par les gaz issus de la torréfaction, présentés en section

2.2.3, ainsi que par la vapeur d'eau issue du séchage du bois. Les quantités de gaz sortant du four de torréfaction sont présentées en Tableau 11. Ce sont des moyennes calculées sur les deux jours de torréfaction.

Tableau 11 - Gaz provenant du four de torréfaction. Valeurs moyennes sur les deux jours de torréfaction.

	Nuit (four vide)	Jour (four avec charge)
Balayage N ₂ (Nm ³ .h ⁻¹)	2.4	2.4
Fuites air (Nm ³ .h ⁻¹)	12.4	12.5
CO ₂ brûleur (Nm ³ .h ⁻¹)	2.5	3.1
H ₂ O brûleur (Nm ³ .h ⁻¹)	4.9	6.2
N ₂ air brûleur (Nm ³ .h ⁻¹)	18.9	23.3
O ₂ air brûleur (excès) (Nm ³ .h ⁻¹)	0.05	0.05
Eau de séchage biomasse (kg.h ⁻¹)	-	7.0
CO ₂ issu de la torréfaction (kg.h ⁻¹)	-	2.9
Gaz énergétiques issus de la torréfaction (CO, H ₂ ...) (kg.h ⁻¹)	-	0.7

Dans un premier temps, le calcul théorique de la puissance nécessaire pour chauffer les gaz issus du torréfacteur est présenté.

La puissance nécessaire pour chauffer un gaz, indicé *i*, à la température de la postcombustion ($T_{PC} = 1000 \text{ °C}$) est déterminée par l'équation suivante :

$$P_i = \frac{\left(F_i * \int_{T_{gaz\ torr}}^{T_{PC}} c_{p,i}(T) dT \right)}{1000 * 3600} \text{ (kW)} \text{ (Eq. 38)}$$

F_i : Débit molaire de l'espèce *i* (mol. h⁻¹)

$c_{p,i}(T)$: Capacité thermique molaire de l'espèce *i* (J. mol⁻¹. K⁻¹), exprimée sous la forme $c_p(T) = a + b * T$ avec *T* la température (K) et *a* et *b* des coefficients présentés dans l'annexe II B

$T_{gaz\ torr}$: Température d'entrée des gaz de torréfaction dans la postcombustion (K)

T_{PC} : Température de la postcombustion, $T_{PC} = 1273.15 \text{ K}$

Ensuite, il convient de prendre en compte dans le bilan énergétique les produits de combustion du gaz naturel dans le brûleur de la postcombustion. La composition et la quantité des gaz produits par la combustion du gaz naturel sont déterminées théoriquement en connaissant le débit de gaz naturel ainsi que le débit d'air injecté dans le réacteur de post combustion. Le Tableau 12 présente ces gaz. La postcombustion fonctionne en large excès d'air pour assurer la complète oxydation des espèces. Le facteur d'air moyen est supérieur à 1.4.

Tableau 12 - Quantité de gaz dans la postcombustion déterminée à partir du débit d'entrée de gaz naturel (associé à du méthane) et du débit d'entrée d'air. PC = Postcombustion.

	Nuit (four vide)	Jour (four avec charge)
CO ₂ brûleur PC (Nm ³ .h ⁻¹)	9.2	9.4
H ₂ O brûleur PC (Nm ³ .h ⁻¹)	18.3	18.9
N ₂ air brûleur PC (Nm ³ .h ⁻¹)	99.7	107.0
Excès O ₂ brûleur PC (Nm ³ .h ⁻¹)	8.2	9.6
Air dilution PC (Nm ³ .h ⁻¹)	11.3	19.3

La puissance nécessaire pour chauffer ces gaz est alors calculée avec l'équation 38 (Eq. 38) et les données thermochimiques présentées dans l'annexe II B. La température initiale du gaz est fixée à 20 °C.

Les pertes thermiques du réacteur de postcombustion sont estimées en bouclant le bilan énergétique lorsque le four est vide. Elles représentent 29.7 kW. Il est supposé qu'elles soient identiques lors de la torréfaction.

La Figure 64 présente le bilan énergétique en moyennant les résultats obtenus sur les deux jours de torréfaction.

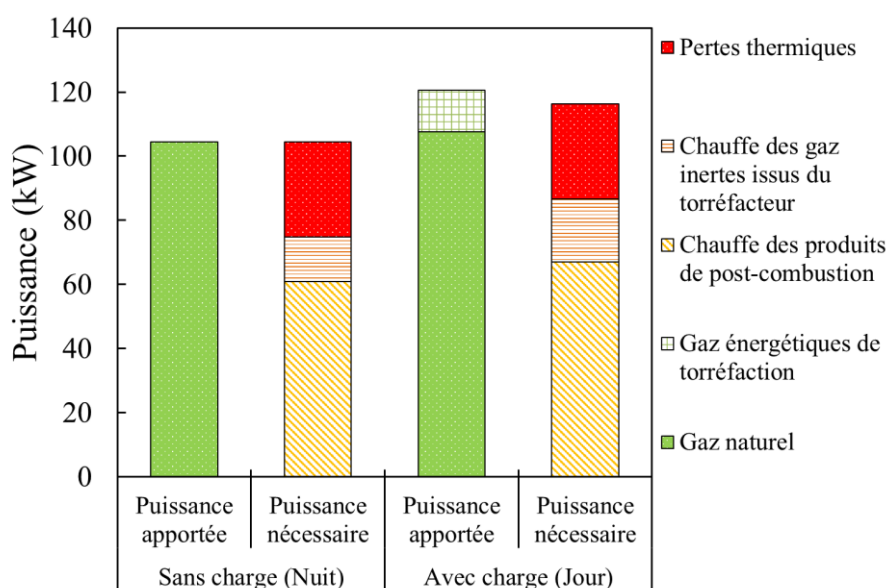


Figure 64 - Bilan énergétique de la postcombustion.

Il apparaît que la puissance apportée par les brûleurs est inférieure à la puissance nécessaire lorsque le four est plein. Cet écart peut être partiellement comblé en ajoutant la puissance apportée par les gaz énergétiques de torréfaction, secs et condensables, estimée dans la section 2.2.3.

Il faut noter que la puissance nécessaire pour chauffer le CO₂ et l'H₂O produits par la combustion des gaz énergétiques de torréfaction n'est pas prise en compte.

La puissance totale nécessaire à la post combustion augmente de 104 à 121 kW quand le four est chargé en biomasse. Une part importante de cette puissance (entre 56 % et 58 %) sert à chauffer les produits de la combustion du gaz naturel.

La post combustion des gaz de torréfaction représente un coût énergétique de 2086 kWh.tms⁻¹. Sur ce total, 1861 kWh.tms⁻¹ sont fournis par le gaz naturel (soit 89 %) et 225 kWh.tms⁻¹ sont fournis par les gaz issus de la torréfaction (soit 11 %).

2.3.2. Échangeur thermique

La mesure de la température de l'air avant et après l'échangeur et la mesure de son débit volumique permettent d'estimer la quantité d'énergie pouvant être récupérée grâce à l'échangeur thermique, en utilisant l'équation suivante :

$$P_{\text{récupérée}} = Q_{v,\text{airext}} * \left(\frac{P}{RT_{\text{ext}}}\right) * c_{p\text{mol,air}} * (T_{\text{airchaud}} - T_{\text{ext}}) \quad (\text{Eq. 39})$$

$Q_{v,\text{airext}}$: Débit volumique d'air entrant dans l'échangeur(m³.h⁻¹)

$\left(\frac{P}{RT_{\text{ext}}}\right)$: Loi des gaz parfaits pour exprimer le débit volumique en débit molaire. $P = 101325 \text{ Pa}$, $R = 8.314 \text{ J.K}^{-1}.\text{mol}^{-1}$ et $T_{\text{ext}} = 293 \text{ K}$

$c_{p\text{mol,air}}$: Capacité thermique molaire de l'air(J.mol⁻¹)

T_{airchaud} : Température de l'air en sortie d'échangeur(K)

T_{ext} : Température de l'air extérieur (K)

La puissance récupérée des gaz de combustion en sortie de postcombustion est 111 kW ce qui correspond environ à 93 % de la puissance apportée par le gaz naturel et par les gaz de torréfaction dans la postcombustion.

2.4. Broyage

2.4.1. Broyage avec le broyeur à couteaux

Les mesures relatives au broyage du bois brut et torréfié à l'aide du broyeur à couteaux sont présentées dans le Tableau 13.

Tableau 13 - Paramètres opératoires pour l'opération de broyage au broyeur à couteaux.

	Bois brut	Bois torréfié
Quantité de plaquettes initiale (kg)	19.2	21.6
Débit sortie poudre (kg.h ⁻¹)	59 (1.7)	181 (11.4)
Humidité biomasse en entrée (%)	11.7 (0.0)	6.0 (0.3)
Puissance du broyeur à vide (kW)	2.6 (0.1)	2.5 (0.1)
Puissance du broyeur plein (kW)	5.8 (0.2)	7.1 (0.3)

Le bois brut et le bois torréfié ont été broyés en gardant la même fréquence de vibration du tapis d'alimentation. Le débit d'entrée des plaquettes de bois brut est de 59 kg.h⁻¹ et le débit d'entrée des plaquettes de bois torréfié est de 181 kg.h⁻¹. Le débit d'entrée plus important des plaquettes de bois torréfié met en évidence qualitativement la broyabilité plus élevée du bois après torréfaction. Une vingtaine de kilogrammes de poudre est produite pour chacun des deux lots de plaquettes.

La consommation énergétique, nette et totale, associée au broyage au broyeur à couteaux est présentée dans le Tableau 14.

Tableau 14 - Coût énergétique de broyage, total et net, avec le broyeur à couteaux pour le bois brut et le bois torréfié.

Coût énergétique (kWh.tms ⁻¹)	Valeur moyenne (écart-type)	
	Bois brut	Bois torréfié
Total	112 (3)	42 (1)
Net	62 (3)	27 (1)

Un traitement modéré de torréfaction permet de diminuer la consommation énergétique nette de broyage du bois de 62 kWh.tms⁻¹ à 27 kWh.tms⁻¹. L'amélioration de la broyabilité du bois après un traitement thermique est largement étudiée dans la littérature [103,117]. Elle est principalement attribuée à la dégradation des hémicelluloses durant la torréfaction. Les hémicelluloses contribuent grandement à la résistance mécanique des parois des cellules. Après torréfaction, les fibres de cellulose sont plus facilement cassables à cause de la destruction des hémicelluloses [112].

Il n'est pas évident de comparer ces valeurs avec d'autres valeurs de la littérature car beaucoup de paramètres influent sur la consommation énergétique, tels que la taille et la forme de la ressource, sa résistance mécanique ou encore son taux d'humidité. Par ailleurs, les paramètres opératoires comme le taux de remplissage de la chambre de broyage, le régime moteur de l'outil de broyage et les caractéristiques de l'installation affectent également les résultats [181].

Dans cette étude, le traitement thermique modéré appliqué aux plaquettes brutes a permis de diminuer le coût énergétique net du broyage de 56 %. Des résultats similaires ont été obtenus par d'autres

auteurs pour une sévérité de torréfaction similaire [121,122,178]. Standberg et al. ont étudié la broyabilité de l'épicéa avec un broyeur centrifuge à l'échelle laboratoire. Ils ont évalué la diminution de l'énergie nette de broyage à 58 % après une torréfaction légère à l'échelle pilote (perte de masse de 11 %) [178]. Phanphanich ont broyé du pin brut et du pin torréfié (perte de masse de 11 %) avec un broyeur à couteaux à l'échelle laboratoire. Dans leur étude, la torréfaction a permis de réduire l'énergie nette de broyage d'un facteur 2.3 [122]. Enfin, Kokko et al. ont montré que l'énergie nette de broyage du pin écossais avec un broyeur centrifuge à échelle laboratoire diminue d'un facteur 2 après torréfaction à 250 °C durant 30 minutes (perte de masse de 7 %) [121].

Un indice de broyage inspiré des travaux de Repellin et al. [119] est utilisé dans cette étude. Il est exprimé comme suit :

$$E_{<1000 \mu m} = \frac{E}{X < 1000 \mu m} \text{ (kWh.tms}^{-1}\text{)} \text{ (Eq. 40)}$$

E: Coût énergétique, net ou total, de broyage (kWh.tms⁻¹)

X < 1000 μm : Taux de particules dont le diamètre minimal est inférieur à 1000 μm

Cet indice permet de prendre en compte dans le coût de consommation énergétique la fraction de particules jugées acceptables pour la gazéification dans un RFE, c'est-à-dire les particules dont le diamètre est inférieur à 1 mm.

La Figure 65 présente les indices de broyage, net et total, pour la production de la poudre de bois brut et de la poudre de bois torréfié avec le broyeur à couteaux (abrégé BC). Sur base nette, l'indice de broyage diminue de 92 kWh.tms⁻¹ à 30 kWh.tms⁻¹ après torréfaction, soit une réduction de 67 %. Sur base totale, l'indice de broyage est réduit de 165 kWh.tms⁻¹ à 46 kWh.tms⁻¹ après torréfaction, soit une réduction de 72 %.

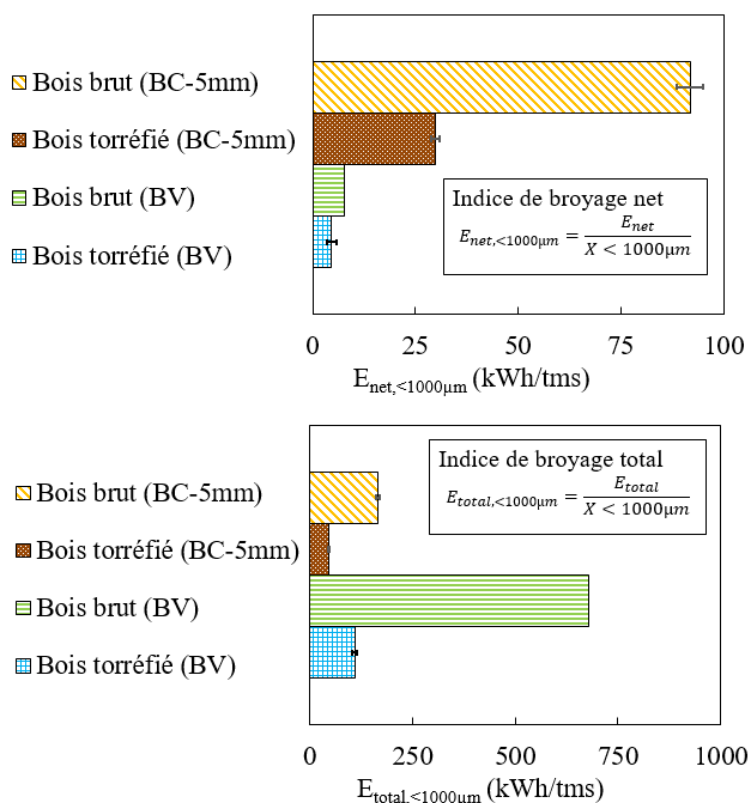


Figure 65 - Indices de broyage, net et total, pour le broyage de bois brut et de bois torréfié au broyeur à couteaux avec une grille de 5 mm (BC – 5 mm) et au broyeur vibrant (BV). Note : les valeurs retenues pour le broyage au broyeur vibrant ne prennent pas en compte le broyage préalable au broyeur à couteaux.

2.4.2. Broyage au broyeur vibrant

Une partie de la poudre de bois brut broyée grossièrement au broyeur à couteaux a été affinée avec le broyeur vibrant (abrégié BV). L'objectif est d'améliorer la circularité des particules de bois [101]. En comparaison du broyeur à couteaux, le broyeur vibrant est sous-dimensionné. Pour les raisons évoquées dans la section 1.2.5.1, le débit d'entrée n'a pas pu être maintenu aussi élevé que dans les autres installations. Le débit massique d'entrée est de 1.8 kg.h⁻¹.

Comme le débit massique est faible, la masse de poudre (environ 0.1 kg) dans la chambre de broyage est faible relativement à la masse des corps broyants (environ 70 kg). Cela explique la faible consommation énergétique nette de broyage qui vaut 7 kWh.tms⁻¹. La consommation énergétique totale est cependant élevée et vaut 624 kWh.tms⁻¹ (Tableau 15).

L'indice de broyage, sur base nette et sur base totale, est également calculé. Il est présenté dans la Figure 65. Il vaut 8 kWh.tms⁻¹ sur base nette, et 680 kWh.tms⁻¹ sur base totale. Il est à noter que seule l'étape au broyeur vibrant est prise en compte dans le calcul, et non le broyage préalable au broyeur à couteaux. Les valeurs varient faiblement par rapport aux coûts énergétiques présentés dans le Tableau 15 car une grande proportion de particules est inférieure à 1 mm (92 %).

Au cours de cette thèse, une partie du bois torréfié a également été préparée avec le broyeur vibrant après un broyage préliminaire au broyeur à couteaux. Cette poudre ne fait pas partie des poudres introduites dans ce chapitre et son utilité sera détaillée dans le chapitre IV de ce manuscrit. Toutefois, le coût énergétique du broyage de cette poudre est présenté dans cette section. Les essais de broyage sont réalisés avec un débit massique d'entrée de 10.5 kg.h^{-1} . Le Tableau 15 présente le coût énergétique net et total de ce broyage. Il est respectivement de 4 kWh.tms^{-1} et de 105 kWh.tms^{-1} . L'indice de broyage est également présenté dans la Figure 65. Comme pour le bois brut, l'indice de broyage est relativement proche du coût énergétique comme les particules sont presque toutes inférieures à 1 mm. Le taux de particules inférieures à 1 mm est de 96 %.

Tableau 15 – Coût énergétique de broyage du bois brut, net et total, avec le broyeur vibrant pour le bois brut et le bois torréfié.

Coût énergétique (kWh.tms^{-1}) ¹⁾	Valeur moyenne (écart-type)	
	Bois brut	Bois torréfié
Total	624	105 (6)
Net	7	4 (1)

3. BILANS GLOBAUX EN ENERGIE ET EN MATIERE

3.1. Besoins en énergie

3.1.1. Flux d'énergie dans les chaînes de prétraitement considérées

La Figure 66 synthétise les flux de matière et d'énergie pour la production d'une tonne de poudre sèche, pour les trois chaînes de préparation considérées ici : Séchage + Broyage au broyeur à couteaux (DG), Séchage + Torréfaction + Broyage au broyeur à couteaux (DTG), Séchage + Broyage au broyeur à couteaux + Broyage au broyeur vibrant (DGV). Les flux d'énergie et de matière sont donnés à chaque étape pour la production d'une tonne de poudre sèche à la taille requise. Lors des étapes de broyage, il est considéré que la fraction de particules de diamètre supérieur à 1 mm est introduite à nouveau dans le broyeur.

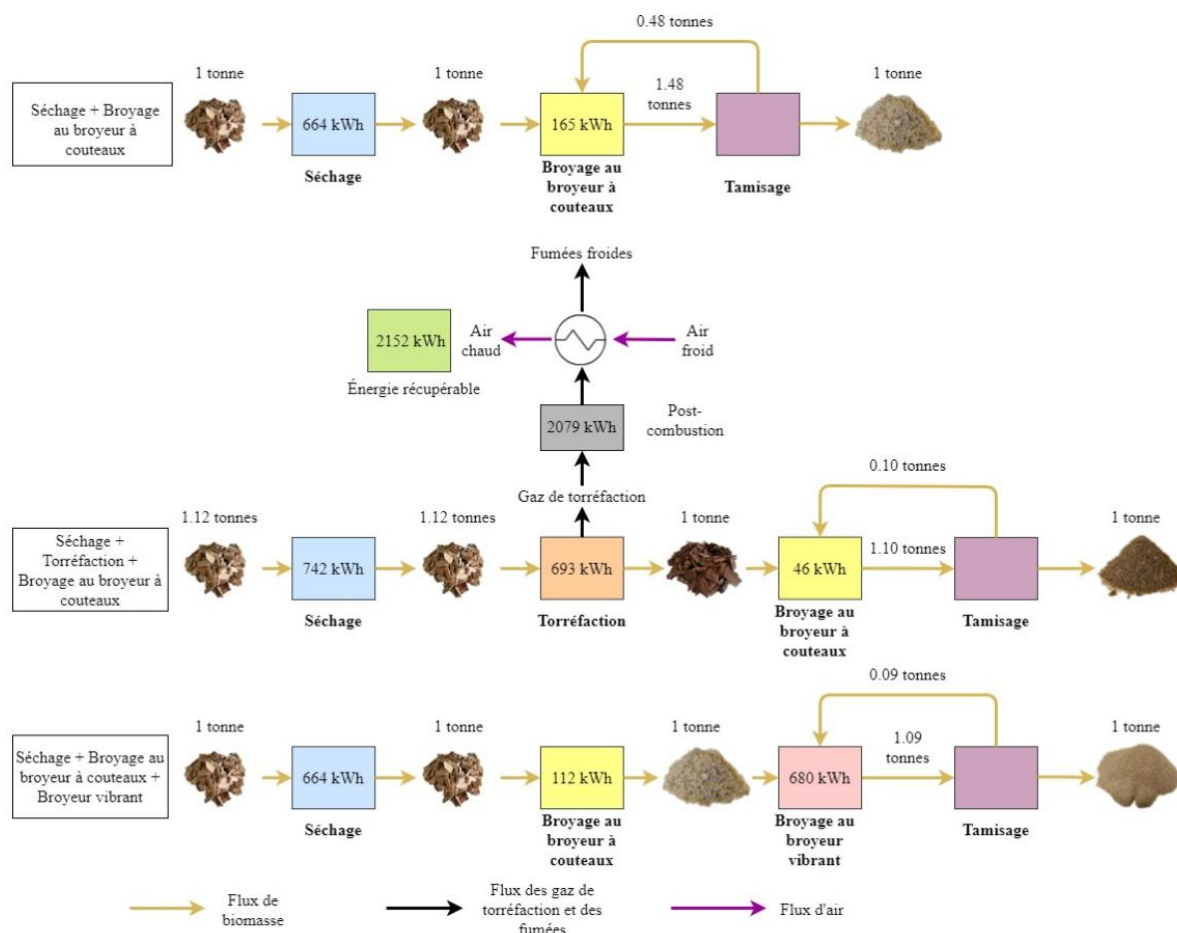


Figure 66 - Flux de matière (sur base sèche) et d'énergie dans les trois chaînes de production considérées ; DG : Séchage + Broyage au broyeur à couteaux, DTG : Séchage + Torréfaction + Broyage au broyeur à couteaux et DGV : Séchage + Broyage au broyeur à couteaux + Broyage au broyeur vibrant.

Il est précisé que le coût énergétique lié à l'étape de tamisage n'est pas pris en compte ici comme ce coût n'a pas pu être évalué. Toutefois, compte tenu de la puissance moteur d'un tamiseur vibratif rotatif

similaire à celui utilisé (0.25 kW) et du débit de matière en entrée du tamiseur (5 kg.h⁻¹), le coût énergétique du tamisage est estimé à 50 kWh.t⁻¹, ce qui est négligeable en regard des autres étapes du procédé.

Dans la Figure 66, le coût énergétique de la postcombustion tient seulement compte de l'énergie apportée par le gaz naturel. Comme il est discuté dans la section 2.3.1, 11 % de l'énergie requise en postcombustion est fournie par les gaz de torréfaction. Comme il s'agit d'une énergie interne au procédé et non pas apportée par une source extérieure, elle n'est pas considérée comme un coût.

3.1.2. Coût énergétique total de production des poudres

En sommant tous les coûts énergétiques de chaque étape de préparation détaillée précédemment, le coût énergétique total de production de chaque poudre peut alors être déterminé. Il est rappelé que la chaîne DG permet de produire Raw5, la chaîne DTG (et DTG+Hi) permet de produire Tor5 et la chaîne DGV permet de produire RawVib. Les coûts de production de chacune de ces poudres sont présentés dans la Figure 67.

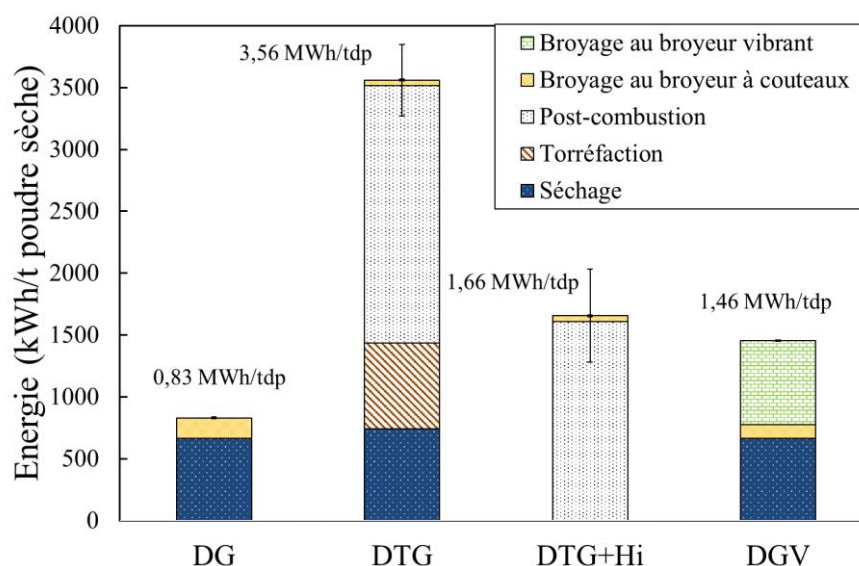


Figure 67 - Coût énergétique de production d'une tonne de poudre sèche pour chacune des chaînes de préparation considérées. DG : Séchage + Broyage au broyeur à couteaux, DTG : Séchage + Torrification + Broyage au broyeur à couteaux, DTG+Hi : Séchage + Torrification + Broyage au broyeur à couteaux avec Intégration énergétique et DGV : Séchage + Broyage au broyeur à couteaux + Broyage au broyeur vibrant. (tdp = ton on a dry basis).

Les coûts en énergie des chaînes DG, DTG et DGV sont respectivement de 0.83 MWh par tonne de poudre sur base sèche (tps), 3.56 MWh.tps⁻¹ et 1.46 MWh.tps⁻¹.

Évidemment, le coût de production de Raw5 est le plus faible. L'énergie nécessaire au séchage est prépondérante sur l'énergie nécessaire au broyage.

Ensuite, il est constaté que bien que la torréfaction diminue significativement l'énergie de broyage du bois, cette diminution est négligeable en comparaison du coût énergétique de la torréfaction. La production

de la poudre Tor5 nécessite 2730 kWh.tps⁻¹ en plus par rapport à la poudre Raw5. Ce surplus correspond à 58 % du PCI du bois initial. A titre comparatif, le coût énergétique supplémentaire associé au broyage avec un broyeur vibrant est de 626 kWh.tps⁻¹, ce qui représente 13 % du PCI du bois.

Le coût élevé de production de Tor5 est principalement lié à la postcombustion des gaz de torréfaction puisque cette étape représente 58 % du coût total. Pour assurer la viabilité économique du procédé, il est essentiel d'utiliser l'énergie de la postcombustion dans le procédé.

La section suivante présente un scénario, non réalisé expérimentalement, qui suppose que l'énergie récupérée par l'air après la postcombustion soit utilisée dans le procédé.

3.1.3. Valorisation des gaz de torréfaction

3.1.3.1. Méthodologie de construction du scénario d'intégration énergétique

Afin de réduire le coût énergétique de production de la poudre de bois torréfié, il est supposé que l'énergie extraite des gaz de postcombustion par l'air puisse être utilisable pour le séchage et la torréfaction.

Pour le séchage, le raisonnement est simple. Une partie de l'air en sortie de l'échangeur peut être introduite dans le sécheur.

Pour la torréfaction, le raisonnement se complexifie. Les fumées sortant de la postcombustion contiennent de l'air puisque la postcombustion est effectuée en large excès d'air. La fraction volumique d'air en sortie de postcombustion est fixée à 5 %vol dans l'installation CENTORRE. Comme la torréfaction est réalisée en absence d'air, il n'est donc pas possible d'introduire directement ces fumées dans le four. Dans le scénario étudié, il est supposé que le four de torréfaction soit chauffé indirectement. Une présentation des réacteurs de torréfaction fonctionnant en chauffe indirecte est proposée par Stępień et al. [182]. Ce choix induit également une baisse du coût énergétique de torréfaction étant donné qu'en chauffe indirecte, il n'y a ni produit de combustion ni N₂ à chauffer à la température de consigne, soit 250 °C dans cette étude. Cela induit également une baisse du coût de postcombustion puisqu'une quantité plus faible de gaz issu du torréfacteur entre en postcombustion. Enfin, comme moins d'énergie doit être fournie à la postcombustion, moins d'énergie peut être récupérée par l'air par échange thermique.

Une analyse détaillée est donc menée ici pour évaluer les quantités d'énergie mises en jeu dans un tel scénario, dénommé DTG+Hi (Drying + Torrefaction + Grinding with Heat integration).

Dans ce scénario, il est supposé que les paramètres de la postcombustion, c'est-à-dire la température, l'excès d'air, les pertes thermiques et le rendement de l'échangeur thermique, correspondent aux moyennes des données expérimentales mesurées sur les deux jours de torréfaction.

Le Tableau 16 présente les quantités de gaz provenant du four de torréfaction dans le cas du scénario DTG+Hi. Ici également, il s'agit d'une moyenne des données expérimentales recueillies sur les deux jours de torréfaction. Les gaz issus des brûleurs du four ont été retirés.

Tableau 16 - Gaz issus du four de torréfaction et entrant dans la postcombustion, dans le scénario DTG+Hi.

	Scénario DTG+Hi
Balayage N ₂ (Nm ³ .h ⁻¹)	2.4
Fuites air (Nm ³ .h ⁻¹)	12.4
Eau issue du séchage de la biomasse (kg.h ⁻¹)	7
CO ₂ issu de la torréfaction (kg.h ⁻¹)	4
Gaz énergétiques issus de la torréfaction (CO, H ₂ ...) (kg.h ⁻¹)	0.7

Le débit de gaz naturel à fournir en supplément des gaz énergétiques de torréfaction dans la postcombustion est estimé en bouclant le bilan énergétique de la postcombustion, à savoir :

$$P_{\text{gaz naturel}} + P_{\text{cond torr}} + P_{\text{gaz secs torr}} = P_{\text{chauffe gaz torr}} + P_{\text{chauffe gaz postcombustion}} + P_{\text{pertes thermiques}} \quad (\text{Éq. 41})$$

$P_{\text{gaz naturel}}$: Puissance apportée par le gaz naturel (kW)

$P_{\text{cond torr}}$: Puissance apportée par les gaz condensables produits par la torréfaction (kW)

$P_{\text{gaz secs torr}}$: Puissance apportée par les gaz secs produits par la torréfaction (kW)

$P_{\text{chauffe gaz torr}}$

: Puissance nécessaire pour chauffer de 250°C à 1000°C les gaz inertes issus du four de torréfaction (kW)

$P_{\text{chauffe gaz postcombustion}}$

: Puissance nécessaire pour chauffer à 1000°C les gaz de postcombustion (kW)

$P_{\text{pertes thermiques}}$: Pertes thermiques (kW)

Le Tableau 17 présente les débits de gaz dans la postcombustion à partir de l'estimation du débit de gaz naturel.

Tableau 17 - Quantité de gaz estimée dans la postcombustion à partir du débit d'entrée de gaz naturel (associé à du méthane) et du débit d'entrée d'air, dans le cas du scénario DTG+Hi. PC = Postcombustion.

	Scénario DTG+Hi
CO ₂ brûleur PC (Nm ³ .h ⁻¹)	7.3
H ₂ O brûleur PC (Nm ³ .h ⁻¹)	14.6
N ₂ air brûleur PC (Nm ³ .h ⁻¹)	82.4
Excès O ₂ brûleur PC (Nm ³ .h ⁻¹)	7.3
Air dilution PC (Nm ³ .h ⁻¹)	20.0

3.1.3.2. Étude énergétique du scénario DTG+Hi

La Figure 68 présente l'énergie utilisée à chaque étape de la chaîne DTG+Hi pour produire une tonne de poudre de bois torréfié sur base sèche.

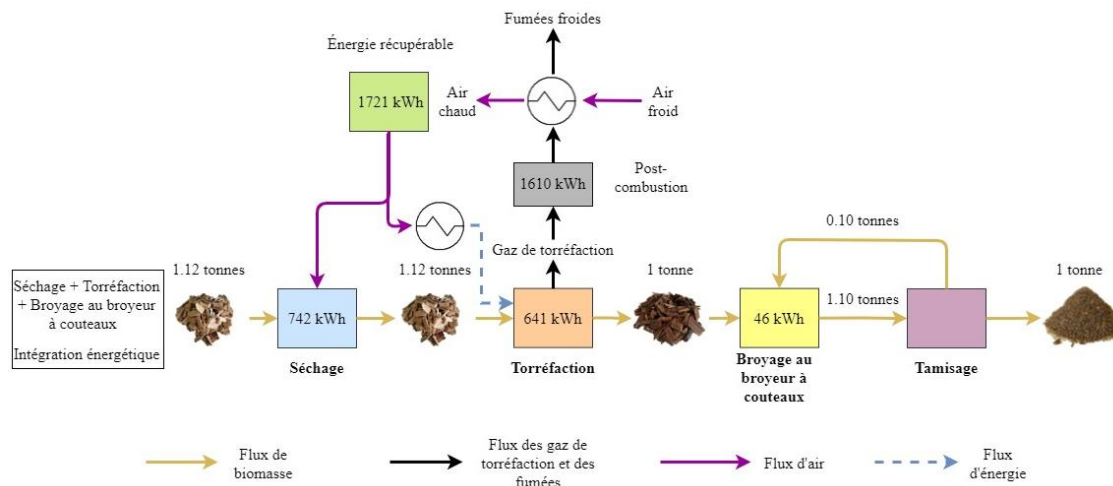


Figure 68 – Flux de matière (sur base sèche) et d'énergie dans la chaîne de production DTG+Hi : Séchage + Torréfaction + Broyage au broyeur à couteaux, avec Intégration énergétique.

L'énergie requise par l'étape de torréfaction serait réduite de 693 kWh à 641 kWh dans le cas d'une chauffe indirecte du four, soit une réduction de 8 %.

En supposant une efficacité du système de chauffe indirecte du four de torréfaction de l'ordre de 80 %, l'énergie à fournir au système pour la torréfaction serait de 800 kWh, pour la production d'une tonne de poudre sèche.

Il apparaît également sur la Figure 68 que la postcombustion nécessite toujours un apport en gaz naturel, en supplément des gaz de torréfaction. Il est rappelé que seule l'énergie apportée par le gaz naturel est présentée dans la Figure 68. Cette conclusion est en accord avec les travaux de Haseli [183]. L'auteur a développé un modèle pour simuler les performances d'une unité de torréfaction. Il a conclu que la torréfaction de l'épicéa à une température inférieure à 300 °C nécessite un apport en gaz naturel dans la post combustion complémentaire à celui des espèces gazeuses issues de la torréfaction [183].

Le coût total de la chaîne DTG+Hi est 1.66 MWh par tonne de poudre produite (Figure 67). La valorisation énergétique des gaz de torréfaction diminue d'un facteur 2 le coût énergétique de production de poudre de bois torréfié. La chaîne complète de prétraitement de poudre incluant une étape de torréfaction serait donc légèrement plus coûteuse en énergie que la chaîne de prétraitement incluant un broyeur vibrant. Le coût énergétique de toutes les chaînes présentées ici pourrait même être réduit par l'utilisation d'un système de recompression de vapeur pour exploiter l'énergie perdue lors du séchage [184].

3.2. Besoins en ressource

Dans un procédé énergétiquement durable, le gaz naturel utilisé pour le séchage, la torréfaction et la post combustion devrait être remplacé par de la biomasse. Ainsi, des calculs ont été réalisés pour évaluer le besoin total en plaquettes de bois humides dans les quatre chaînes, afin de produire une tonne de poudre de bois sèche. Une partie des plaquettes est transformée en poudre alors que la seconde partie est brûlée dans une chaudière pour fournir l'énergie thermique nécessaire au procédé.

3.2.1. Méthodologie de calcul

Le rendement de la chaudière est supposé être 90 % [185]. Trois configurations de plaquettes sont étudiées pour alimenter la chaudière. Chacune des configurations considérées est cohérente avec l'étude expérimentale menée. Elles sont présentées ci-après :

- Configuration A : Plaquettes de bois humides. Le taux d'humidité des plaquettes humides est fixé à 52 % (sur base humide)
- Configuration B : Plaquettes de bois sèches. Le taux d'humidité des plaquettes sèches est fixé à 11 % (sur base humide)
- Configuration C : Plaquettes de bois torréfiées. L'intensité de torréfaction est modérée (perte de masse égale à 11 %)

Il est supposé que le prétraitement (séchage ou torréfaction selon la configuration) des plaquettes alimentant la chaudière est effectué dans le procédé. Logiquement, cette préparation augmente le coût énergétique de la chaîne et donc la quantité d'énergie que la chaudière doit fournir. Ces rétroactions sont résolues grâce à l'outil valeur cible du logiciel Excel. Les détails des besoins en énergie et en ressource pour chaque chaîne de préparation (DG, DTG, DTG+Hi et DGV) et pour chacune des configurations étudiées sont présentés dans l'annexe II C.

Pour toutes les configurations, une attention a été portée sur la chaîne DTG+Hi pour vérifier que l'énergie récupérée des gaz de postcombustion permet de pourvoir aux besoins en énergie du séchage et de la torréfaction. Dans le cas de la configuration B, l'énergie récupérée de la postcombustion n'est pas suffisante, il manque 0.09 MWh. Ce manque peut être comblé par la chaudière.

3.2.2. Résultats et discussion

La Figure 69 présente les besoins en plaquettes de bois humides pour la production d'une tonne de poudre de bois sèche à la taille requise (inférieure à 1 mm) pour les quatre chaînes de prétraitement étudiées. En utilisant des plaquettes de bois humides en chaudière (configuration A), le besoin en plaquettes de bois humides varie entre 2.5 tonnes pour les chaînes sans torréfaction et 4.3 tonnes pour la chaîne avec torréfaction. Le besoin est réduit à 3.3 tonnes en supposant une intégration énergétique. La configuration B montre des résultats similaires. Les chaînes sans torréfaction nécessitent 2.5 tonnes de plaquettes de bois humides en entrée de procédé et la chaîne avec torréfaction nécessite 4.4 tonnes. Valoriser l'énergie des gaz issus de la postcombustion permet de réduire le besoin en plaquettes à 3.2 tonnes. Enfin, la configuration C,

supposant la combustion de plaquettes de bois torréfié, a le besoin en ressource le plus important. 10.4 tonnes de plaquettes de bois brut humides sont nécessaires dans la chaîne DTG, et 3.6 tonnes dans la chaîne DTG+Hi.

Par ailleurs, il a été montré par Dzurenda et al. que le rendement thermique d'une chaudière diminue lorsque le taux d'humidité de la ressource augmente [186]. Les auteurs ont calculé que pour une température de fumées de 120 °C, une augmentation du taux d'humidité du bois de 10 % à 60 % entraîne une baisse du rendement de la chaudière de 90 % à 85 %. L'eau présente dans la biomasse nécessite de l'énergie pour sa vaporisation ce qui est une des explications de la diminution du rendement de la chaudière. Ainsi, l'utilisation de bois sec pour la chaudière est probablement la configuration la plus intéressante dans cette étude.

Dans la Figure 69, la courbe avec des carrés gris indique la part de plaquettes de bois humides à brûler en chaudière dans la configuration B. Dans la chaîne DG et dans la chaîne DGV, la plupart des plaquettes de bois sont transformées en poudre (84 %). Dans la chaîne DTG, la part de plaquettes utilisées pour alimenter la chaudière est de 47 %. Cette proportion est de 26 % dans le cas de la chaîne DTG+Hi. Il est à retenir que pour toutes les chaînes, plus de 50 % des plaquettes de bois utilisées dans le procédé sont transformées en poudre.

Ainsi, afin de produire une tonne de poudre de bois sèche, entre 2.5 et 4.4 tonnes de bois doivent être transportées de l'exploitation forestière à l'installation industrielle.

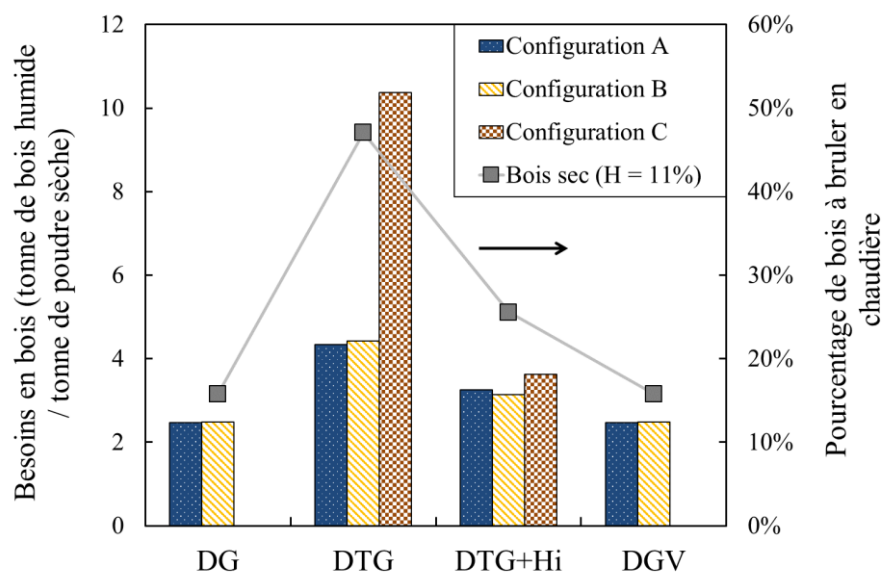


Figure 69 - Besoins en plaquettes de bois humides (taux d'humidité de 52 % sur base humide) pour produire une tonne de poudre de bois sèche et pour alimenter la chaudière, pour les trois configurations considérées. La courbe indique la part de bois à brûler en chaudière pour la configuration B uniquement. H désigne le taux d'humidité.

4. CARACTERISATION DES POUDRES PRODUITES

Les poudres de bois brut, Raw5 et RawVib, et la poudre de bois torréfié, Tor5, ont été caractérisées à l'échelle laboratoire. La morphologie des particules est analysée dans un premier temps afin de vérifier l'effet de la torréfaction. Dans un second temps, la coulabilité des poudres est étudiée, en régime dynamique non consolidé et en régime quasi statique sous contraintes normales faibles.

4.1. Morphologie des particules

4.1.1. Observations à la loupe binoculaire

La Figure 70 présente l'aspect visuel des particules de bois brut et des particules de bois torréfié broyées au broyeur à couteaux ainsi que les particules de bois brut broyées au broyeur vibrant (respectivement Raw5, Tor5 et RawVib). Cette observation préliminaire permet d'obtenir des informations qualitatives sur la morphologie des particules.

Les particules de la poudre Raw5 présentent un aspect fibreux (Figure 70 a-b). Les extrémités des particules semblent rugueuses. Il est constaté la présence de particules grossières, de longueur supérieure à 3 mm (Figure 70 b). Les particules de bois torréfié sont plus fines. Certaines particules de bois torréfié sont relativement circulaires (Figure 70 c). Cependant, il est toujours observé la présence de particules allongées dans la poudre Tor5, de longueur supérieure à 1.5 mm (Figure 70 d). Enfin, les particules de la poudre RawVib sont majoritairement circulaires. Le mécanisme de broyage dans le broyeur vibrant a eu pour effet d'aplanir les particules de bois, ces dernières étant prises en étau entre deux corps broyants (Figure 70 e). Les particules ne sont donc pas sphériques mais ont plutôt une allure de « paillettes ». Le broyeur vibrant a provoqué une agglomération des particules fines, formant des particules plates et arrondies. La dernière image (Figure 70 f) montre que les bords des particules ne sont pas lisses mais au contraire assez découpés.



Figure 70 - Observations au stéréomicroscope des particules de bois. a-b : Raw5, c-d : Tor5, e-f : RawVib.

4.1.2. Distribution granulométrique

La Figure 71 présente les distributions volumiques cumulées de taille de la poudre Raw5, de la poudre Tor5 et de la poudre RawVib, mesurées avec l'analyseur dynamique d'images 2D Camsizer. Les mesures sont réalisées après l'étape de tamisage avec une grille de 1 mm. La taille d indiquée en abscisse correspond à la largeur des particules, exprimée en microns.

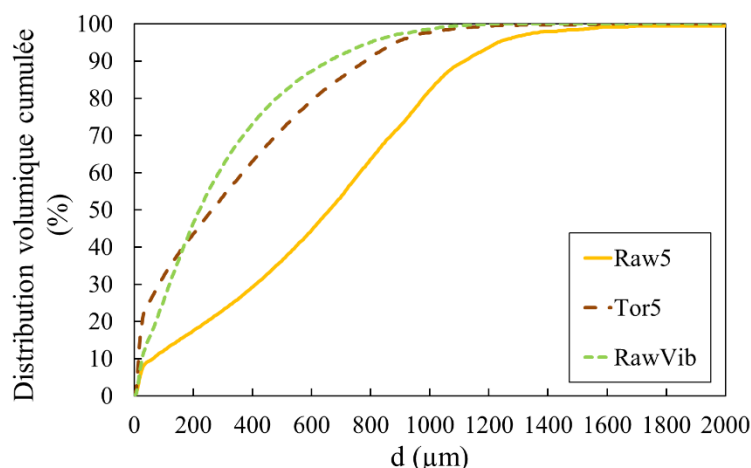


Figure 71 - Distribution volumique cumulée du diamètre minimal d des particules des poudres Raw5, Tor5 et RawVib, après tamisage à 1 mm.

Le diamètre médian (d_{50}) des poudres Raw5 et Tor5 vaut respectivement 662 μm et 264 μm . Outre la réduction d'un facteur deux du coût énergétique de broyage, la torréfaction permet de réduire le diamètre médian des particules d'un facteur supérieur à deux après broyage. Cette observation est largement partagée dans la littérature [83,112,116,187].

Sur la Figure 71, il est observé que des particules plus larges que 1 mm sont toujours présentes dans la fraction tamisée. Cela est particulièrement vrai pour la poudre Raw5, dans laquelle 18 %vol des particules ont un diamètre supérieur à 1 mm. Leur présence est vraisemblablement liée à la géométrie carrée des mailles de la grille de tamisage. Le côté d'une maille mesure 1 mm ce qui signifie que la diagonale d'une maille mesure $\sqrt{2} * 1000 \approx 1400 \mu\text{m}$. Sur la Figure 71, la présence de particules de diamètre supérieur à 1400 μm n'est pas visible ce qui corrobore l'explication proposée.

Le taux de particules fines, définies comme les particules de diamètre inférieur à 100 μm , est un paramètre important à connaître car la présence de particules fines augmente le risque ATEX d'une part [137], et impacte négativement la coulabilité de la poudre d'autre part [55,170]. Dans cette étude, le taux de particules fines dans les poudres Tor5 et Raw5 est de 32 % et 12 % respectivement. Il vaut 26 % pour la poudre RawVib.

4.1.3. Forme des particules

La forme des particules est également mesurée à l'aide du Camsizer. Ce dispositif de caractérisation permet d'obtenir le facteur d'aspect des particules pour chaque classe granulométrique. La Figure 72 présente le facteur d'aspect AR des particules en fonction de leur diamètre d .

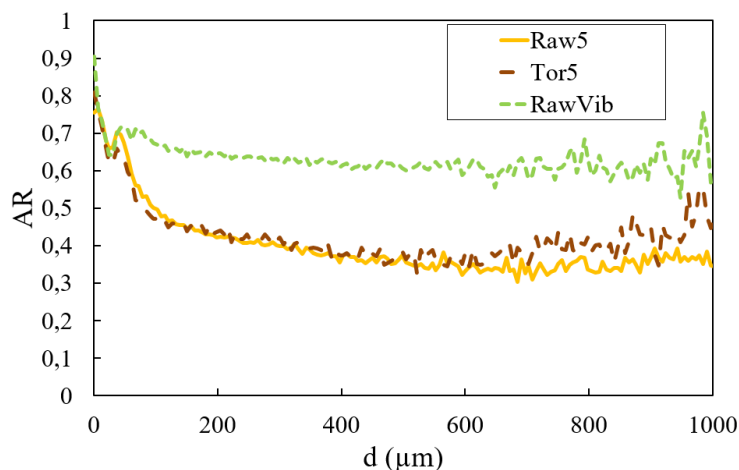


Figure 72 - Facteur d'aspect AR des particules en fonction de leur diamètre minimal d . Poudres : Raw5, Tor5 et RawVib, après tamisage à 1 mm.

Le graphique ci-dessus est volontairement limité à la gamme de taille 0-1000 μm comme le nombre de particules de diamètre supérieur à 1000 μm est trop faible pour déterminer correctement leur facteur d'aspect.

Tout d'abord, il est constaté que plus les particules sont fines, plus elles sont circulaires. Le facteur d'aspect augmente lorsque la taille des particules diminue. Guo et al. partagent cette observation. Ils ont observé une diminution du facteur d'aspect des particules d'une poudre de pin lorsque le diamètre des particules augmente [51].

Ensuite, il apparaît que la torréfaction ne change pas la forme des particules à diamètre égal. Les courbes correspondant aux poudres Tor5 et Raw5 sont confondues sur la Figure 72. A l'inverse, le passage de la poudre de bois brut dans le broyeur vibrant a significativement augmenté la circularité des particules, comme cela a été constaté déjà au stéréo microscope. Cette conclusion est en accord avec les résultats de Kobayashi et al. [101].

La distribution volumique cumulée du facteur d'aspect des trois poudres étudiées est présentée sur la Figure 73. Le facteur d'aspect médian AR_{50} des poudres Raw5, Tor5 et RawVib est obtenu à partir de cette distribution. Il vaut 0,37 pour la poudre Raw5, 0,43 pour la poudre Tor5 et 0,64 pour la poudre RawVib. Le facteur d'aspect médian de la poudre Tor5 est plus élevé que celui de la poudre Raw5. A partir des conclusions établies précédemment, cette constatation est expliquée par la taille plus fine des particules de bois torréfié en comparaison des particules de bois brut. En effet, il a été montré précédemment que plus les particules sont fines, plus elles sont circulaires (Figure 72).

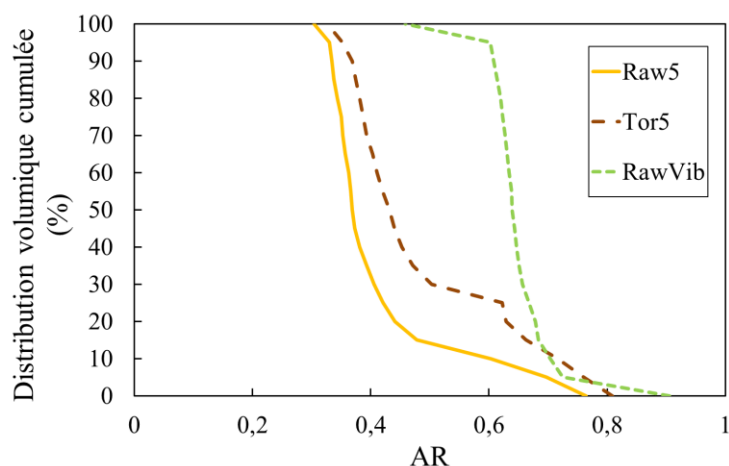


Figure 73 - Distribution volumique cumulée du facteur d'aspect AR des particules. Poudres : Raw5, Tor5 et RawVib, après tamisage à 1 mm.

L'intensité du traitement de torréfaction appliqué sur le bois n'a pas été suffisante pour changer significativement la forme des particules. Phanphanich et al. ont précédemment montré que la sphéricité de particules de pin augmente très faiblement lorsque la torréfaction est réalisée à faible température ($< 250\text{ °C}$), mais plus fortement lorsque la température est supérieure à 275 °C . Dans leur étude, la sphéricité médiane des particules de pin augmente de 0.48 à 0.51 après torréfaction à 250 °C , et jusqu'à 0.60 après torréfaction à 275 °C [122]. En regard du mécanisme de broyage proposé par Bergman et al. [112], présenté dans l'état de l'art à la section 5.2.5, il apparaît que la dégradation des hémicelluloses due à la torréfaction réalisée dans cette étude a permis de réduire et fragiliser les liaisons entre les fibres de cellulose ce qui explique la diminution du diamètre des particules. Toutefois, la torréfaction n'a pas été assez intense pour suffisamment fragiliser les fibres de cellulose.

Il est conclu que pour obtenir des particules circulaires, utiliser un broyeur vibrant est plus intéressant qu'un traitement léger de torréfaction, tel que réalisé dans cette étude.

4.1.4. État de surface des particules

La Figure 74 et la Figure 75 présentent des images de la surface des particules des poudres Raw5, Tor5 et RawVib obtenues au microscope électronique à balayage, avec différents grossissements (x80 à x800). Ces images permettent de se rendre compte de la rugosité de surface des particules, bien qu'elle n'ait pas été quantifiée dans cette étude.

Les images en plan large obtenues avec un grossissement x80 permettent de visualiser la forme allongée des particules de bois, brut et torréfié. Bien qu'une seule image soit présentée à ce niveau de grossissement, l'aspect fibreux des particules a été constaté sur l'ensemble des échantillons de Raw5 et Tor5. Concernant la poudre RawVib, bien que la forme circulaire des particules soit à nouveau observée, les bords de la particule ne sont pas lisses mais sont plutôt rugueux et très découpés.

Les images obtenues avec un grossissement x250 permettent de visualiser plus clairement la rugosité de surface des particules. Il est possible de remarquer que les aspérités de surface sont nettement plus importantes sur les particules de bois brut. Les particules de bois brut présentent des « crochets », de quelques dizaines de micromètres, à leur surface alors que les particules de bois torréfié en sont dépourvues. Ces aspérités de surface renforcent possiblement les accroches entre particules. Même légère, la torréfaction a permis d'éliminer les aspérités de surface des particules.

Enfin, les images obtenues avec un grossissement x800 mettent en évidence la présence et la dimension des pores internes des particules de bois. Ces pores sont appelés ponctuations et permettent le passage de la sève brute d'une trachéide à l'autre, dans le cas des résineux. Le cercle plus petit situé au centre d'une ponctuation correspond au torus, qui mesure environ 5 μm de diamètre. Le diamètre d'une ponctuation est d'environ 20 μm , et il ne change pas après torréfaction. Les ponctuations ne sont pas observées sur les particules de la poudre RawVib. L'aplatissement des particules entre les corps broyants a possiblement bouché les pores des particules.

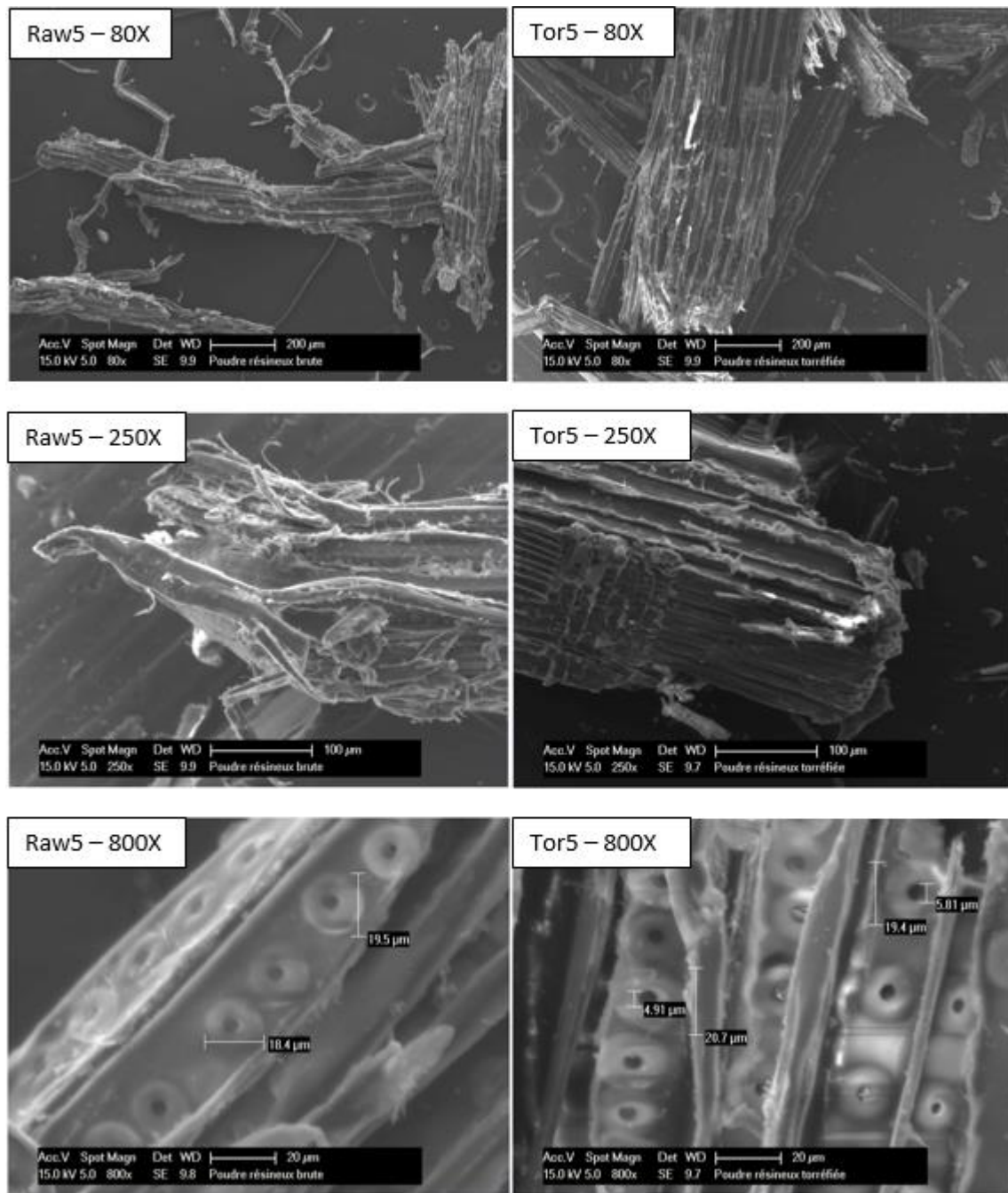


Figure 74 – Surface des particules des poudres Raw5 et Tor5 observées au microscope électronique à balayage avec trois grossissements différents : $\times 80$, $\times 250$ et $\times 800$.

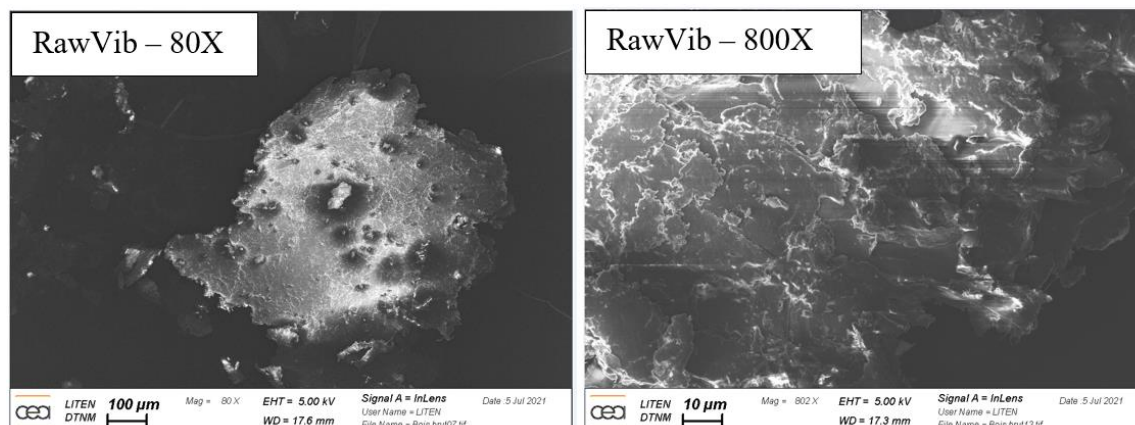


Figure 75 - Surface des particules de la poudre RawVib observée au microscope électronique à balayage avec deux grossissements différents : $\times 80$ et $\times 800$.

4.2. Coulabilité à l'état libre

La coulabilité des poudres en régime dynamique en état libre est étudiée à l'aide du tambour tournant. La Figure 76 présente la distribution en nombre cumulée de l'angle d'avalanche et du temps entre deux avalanches successives des poudres Raw5, Tor5 et RawVib.

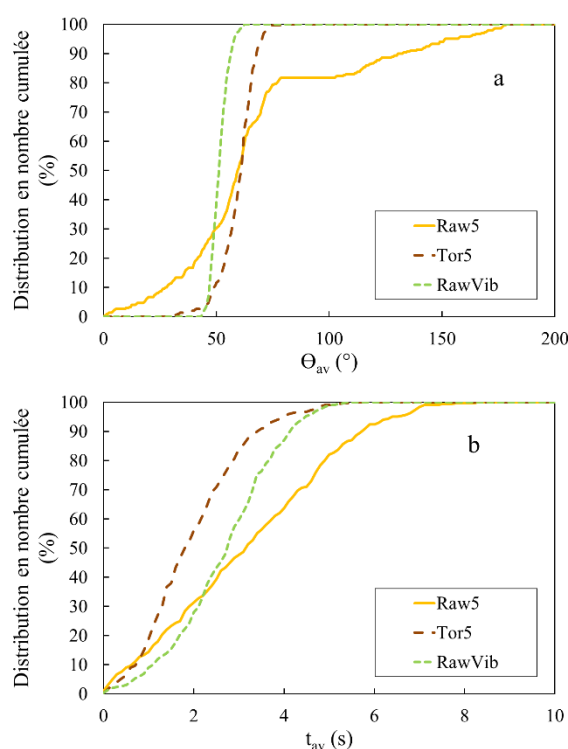


Figure 76 - Distribution en nombre cumulée de : a) l'angle d'avalanche Θ_{av} et b) du temps entre deux avalanches successives t_{av} des poudres : Raw5, Tor5 et RawVib, après tamisage à 1mm.

Un angle d'avalanche médian faible et une distribution cumulée étroite indiquent un écoulement régulier de la poudre. Les fluctuations importantes du débit lors de l'injection d'une poudre avec une vis sans fin sont principalement expliquées par le comportement de la poudre lors de l'avalanche [62]. L'angle d'avalanche médian de la poudre de bois brut et de la poudre de bois torréfié sont respectivement égaux à 60.2 ° et 61.3 °. La torréfaction légère appliquée aux plaquettes de bois dans cette étude n'a pas permis de diminuer l'angle d'avalanche de la poudre. Cependant, la distribution cumulée de l'angle d'avalanche de Tor5 est significativement plus resserrée que celle de Raw5. L'écart-type de l'angle d'avalanche vaut respectivement 7.6 ° et 38.6 °. La poudre de bois brut affinée au broyeur vibrant présente l'angle d'avalanche médian le plus faible, il vaut 51.5 °. En outre, la dispersion des angles d'avalanche de cette poudre est également la plus faible parmi les trois poudres testées. L'écart-type de l'angle d'avalanche de la poudre RawVib vaut 3.7 °. Ainsi, il est attendu que l'injection de la poudre Raw5 grâce à une vis sans fin soit plus instable que l'injection des poudres Tor5 et RawVib.

Tableau 18 - Tableau comparatif des descripteurs retenus pour caractériser l'écoulement des poudres en tambour tournant.

Descripteurs	Raw5	Tor5	RawVib
Angle d'avalanche médian (°)	60.1	61.3	51.5
Écart-type de l'angle d'avalanche (°)	38.6	7.6	3.7
Temps d'avalanche médian (s)	3.3	1.9	2.8
Écart-type du temps d'avalanche (s)	1.9	1.1	1.1
Linéarité de surface médiane	0.79	0.93	0.99
Écart-type de la linéarité de surface	0.06	0.03	0.01

Le temps entre deux avalanches successives est également un indicateur du caractère cohésif ou non de la poudre. Les poudres non cohésives présentent des avalanches régulièrement espacées dans le temps tandis les poudres cohésives présentent un écoulement irrégulier. Pour ces dernières, la distribution de temps entre deux avalanches est étendue. Les poudres non cohésives présentent au contraire une distribution de temps entre deux avalanches plus resserrée [3,4]. Les résultats présentés sur la Figure 76 montrent que l'écart-type du temps entre deux avalanches est significativement réduit après torréfaction ou passage au broyeur vibrant. Il vaut 1.9 s pour la poudre Raw5, et 1.1 s pour la poudre Tor5 et pour la poudre RawVib. La torréfaction et le broyeur vibrant améliorent la régularité de l'écoulement de la poudre en condition dynamique.

Par ailleurs, la poudre Raw5 présente des angles d'avalanche supérieurs à 90 °. Ils sont dus à la présence d'agglomérats qui se forment au sommet du lit de poudre lorsque le tambour tourne. Compte tenu de la faible quantité de particules fines dans Raw5 et de l'élongation importante des particules, ces agglomérats sont vraisemblablement formés par l'entremêlement des particules. Ils sont suffisamment solides pour résister à la force de pesanteur et peuvent tenir en équilibre avant le déclenchement de l'avalanche. Cela indique que la poudre de bois brut grossière peut s'écouler sous la forme d'agglomérats en état libre ce qui est pénalisant à l'échelle industrielle. Il est intéressant de remarquer que la présence d'angle d'avalanche supérieur à 90 ° n'a pas été observée pour les deux autres poudres. La Figure 77 présente trois photos de la poudre avant une avalanche correspondant respectivement à Raw5 (a), Tor5 (b) et RawVib (c).

L'agglomérat de particules de la poudre Raw5 est clairement identifiable dans la première photo. Enfin, la linéarité de la surface du lit de poudre après une avalanche est un indicateur intéressant pour caractériser l'écoulement de la poudre. Une valeur faible indique que la surface est en forme de « S » alors qu'une valeur proche de 1 indique une surface plane. La linéarité de surface vaut 0.79, 0.93 et 0.99 pour les poudres Raw5, Tor5 et RawVib respectivement. Plus la surface d'une poudre après une avalanche est plane, plus son écoulement est régulier.

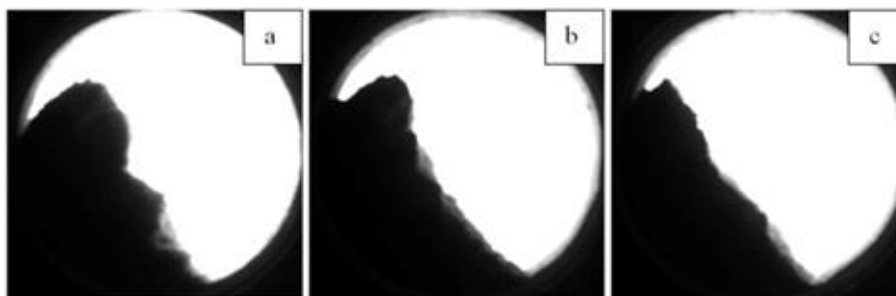


Figure 77 - Photos de la poudre avant une avalanche. a) Raw5, b) Tor5, c) RawVib.

Le traitement de torréfaction et le broyage additionnel de la poudre au broyeur vibrant permettent tous les deux d'améliorer la coulabilité de la poudre en état non consolidé et dynamique. Cette amélioration est plus significative dans le cas du broyeur vibrant. La circularité des particules de bois torréfié est légèrement plus élevée que celle des particules de bois brut, mais le taux de particules fines est beaucoup plus important. Pourtant, le comportement de la poudre Tor5 en tambour tournant est significativement plus régulier que celui de la poudre Raw5. Par ailleurs, la surface des particules de bois torréfié est plus lisse et présente moins d'aspérités. Il est donc probable que les particules fines jouent un rôle d'agents d'écoulement, tels des roulements à billes, favorisant le déclenchement d'une avalanche. Cette observation a également été faite par Pachón-Morales et al. [83].

Pour conclure, l'étude du comportement dynamique en état non consolidé permet une première classification des poudres, de la meilleure à la moins bonne coulabilité : RawVib, Tor5 et Raw5.

4.3. Coulabilité sous état contraint

La résistance mécanique sous contrainte des poudres de bois produites est étudiée grâce à des essais de cisaillement. Ces essais permettent d'évaluer l'aptitude d'une poudre à s'écouler après avoir été consolidée sous une contrainte normale donnée. Cela est donc particulièrement intéressant à connaître dans le cas de la vidange d'une trémie.

4.3.1. Comparaison entre la cellule de Schulze et le FT4

La détermination de la contrainte de clé de voûte f_c et de la contrainte principale maximale σ_1 sous plusieurs contraintes de pré consolidation permet de tracer la fonction d'écoulement de la poudre, définie

comme $f_c(\sigma_1)$. La fonction d'écoulement de la poudre de bois torréfié, Tor5, est tracée à partir de mesures réalisées avec la grande cellule de Schulze et avec le rhéomètre FT4. Les fonctions d'écoulement de Tor5 obtenues avec les deux dispositifs expérimentaux sont comparées dans la Figure 78. Lorsque les essais sont répétés, la valeur moyenne est indiquée et les barres d'erreur correspondent à l'écart-type.

Les fonctions d'écoulement obtenues avec les deux dispositifs sont confondues et montrent une tendance identique. A l'exception d'un point, les barres d'erreur sont faibles. Ce résultat suggère que l'appareil de mesure a peu d'influence sur la détermination de la fonction d'écoulement. Ce point est particulièrement important à vérifier dans le cadre de cette thèse, car, pour des raisons pratiques, les poudres n'ont pu être testées avec le même dispositif.

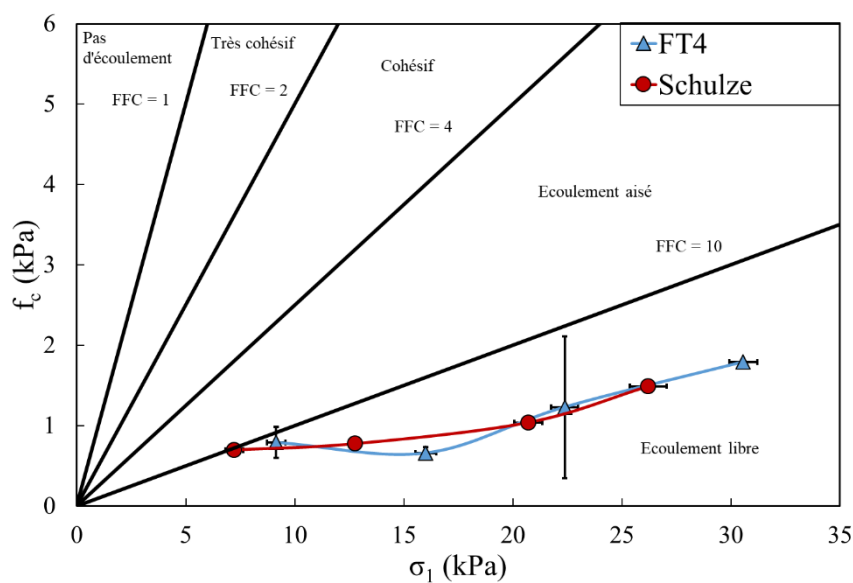


Figure 78 - Fonctions d'écoulement de la poudre de bois torréfié Tor5, obtenues grâce à la cellule de Schulze et grâce au rhéomètre FT4.

4.3.2. Fonctions d'écoulement des poudres

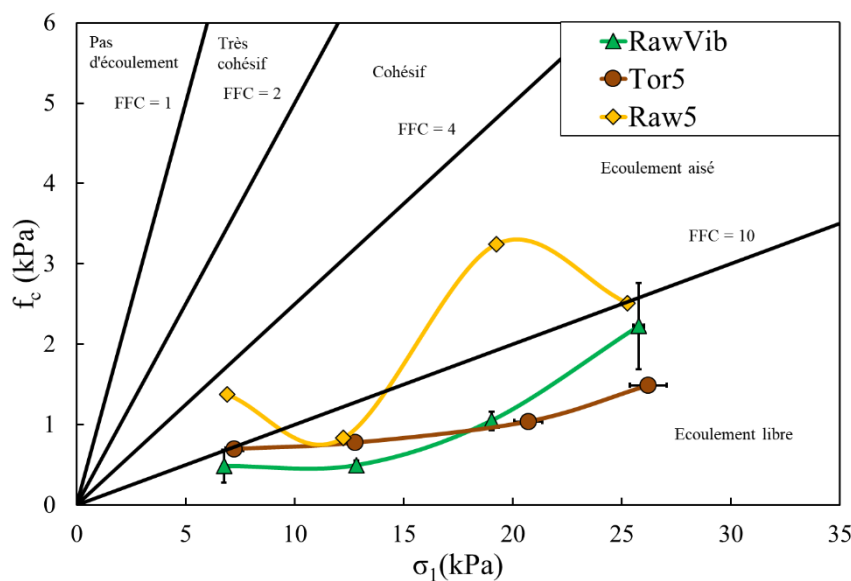


Figure 79 - Fonctions d'écoulement des poudres de bois : Raw5, Tor5 et RawVib. Grande cellule de Schulze.

Les fonctions d'écoulement des poudres RawVib, Tor5 et Raw5 obtenues avec la grande cellule de cisaillement de Schulze sont présentées sur la Figure 79. Seuls les essais de cisaillement réalisés sur les poudres RawVib et Tor5 sont répétés. Pour ces poudres, les valeurs indiquées correspondent à la valeur moyenne et les barres d'erreur correspondent aux écarts-type.

Les points de la fonction d'écoulement obtenus avec la poudre de bois brut grossière Raw5 sont très dispersés. La fonction d'écoulement n'a pas pu être répétée. La poudre Raw5 est également celle constituée des particules les plus grossières et les plus fibreuses. Des questionnements ont été soulevés dans la littérature par différents auteurs [4,68,72,73] sur la validité des essais de cisaillement pour les poudres de biomasse. Ces matériaux, fortement compressibles et avec des particules très fibreuses, ne présentent pas toujours une zone de cisaillement bien définie [73]. Falk et al. ont constaté une dilatation du volume de poudre quand la contrainte de pré consolidation est retirée, ce qui dissipe une partie de la consolidation de l'échantillon. Ainsi, l'échantillon n'est pas sur consolidé avant l'essai de cisaillement. Les auteurs indiquent que cela résulte en une sous-estimation du lieu cinématique de rupture [62].

La Figure 80 présente un exemple d'évolution de la contrainte tangentielle et de la variation de la hauteur du lit de poudre durant un essai de cisaillement de la poudre Raw5 sous la contrainte de pré consolidation de 10.5 kPa. A l'instar de Falk et al., il est également constaté que le lit est moins tassé durant l'étape de cisaillement en comparaison de l'étape de pré cisaillement, dû à sa relaxation lorsque la contrainte normale de pré consolidation est retirée. Ainsi, les contraintes de cisaillement mesurées sous faible contrainte normale sont probablement sous estimées.

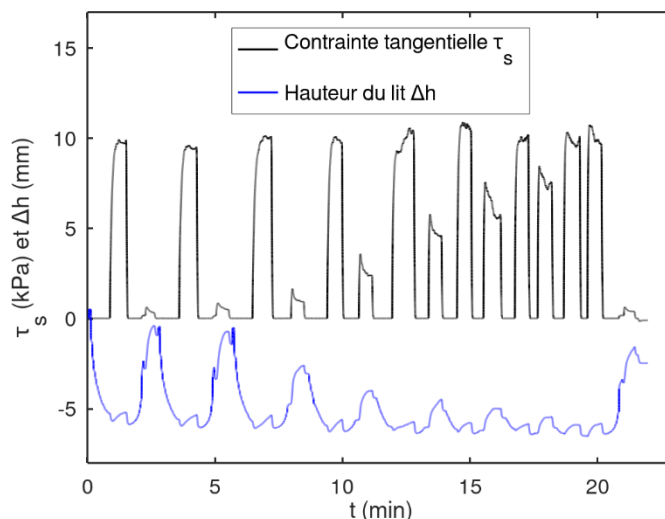


Figure 80 - Contrainte tangentielle τ_s et hauteur relative Δh du couvercle de la cellule. Expérience menée avec la poudre Raw5. Contrainte de pré consolidation : $\sigma_c = 10.5$ kPa.

Ces considérations invitent à prendre avec précaution les résultats exprimés en valeur absolue. Toutefois, la comparaison des fonctions d'écoulement des poudres étudiées est possible.

Les fonctions d'écoulement de la poudre Tor5 et de la poudre RawVib sont relativement similaires, et situées bien plus proches de l'axe des abscisses que la fonction d'écoulement de la poudre Raw5. Cela indique que les deux premières poudres sont moins cohésives. En effet, à une consolidation donnée, indiquée par la contrainte principale maximale, les poudres Tor5 et RawVib ont une contrainte de clé de voûte plus faible que la poudre Raw5. Cette dernière peut supporter une contrainte plus importante avant de rompre, ce qui est pénalisant lors de la vidange d'un silo. La pente de la fonction d'écoulement est légèrement plus prononcée pour la poudre RawVib par rapport à la poudre Tor5. Sous consolidation inférieure à 5 kPa, il semblerait que la contrainte nécessaire pour casser une arche soit plus faible pour la poudre RawVib que pour la poudre Tor5. Sous consolidation supérieure 25 kPa, la tendance est inversée.

4.3.3. Lieu cinématique de rupture adimensionnel

Dans cette section, il est proposé de tracer toutes les contraintes de cisaillement τ'_s sur le même lieu cinématique de rupture, en les normalisant par la contrainte normale de pré consolidation σ_c . Cette méthode de simplification est soutenue par les travaux de Williams et Birks [188] qui ont montré avec des poudres sèches que les contraintes de cisaillement obtenues sous différentes contraintes de pré consolidation sont situées sur la même courbe, après normalisation par la contrainte de pré consolidation.

Les lieux cinématiques de rupture adimensionnels des poudres Raw5, Tor5 et RawVib sont présentés dans la Figure 81, la Figure 82 et la Figure 83. Sur toutes les figures, le plus petit cercle de Mohr est tracé en trait continu rouge, le plus grand cercle de Mohr est indiqué en trait pointillé bleu et le point de pré

consolidation est indiqué par une croix noire. La contrainte de clé de voûte adimensionnelle et la contrainte principale maximale adimensionnelle sont indiquées en rouge et en bleu respectivement.

Ces graphiques indiquent qu'en normalisant les contraintes par la contrainte de pré consolidation, les lieux cinématiques de rupture se superposent correctement. Cette simplification permet de tracer un unique lieu de rupture, indépendant de la consolidation appliquée sur l'échantillon, et ainsi d'obtenir des valeurs moyennes.

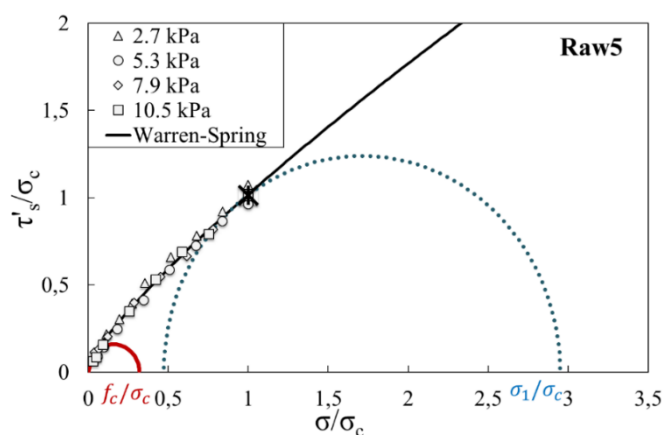


Figure 81 - Lieu cinématique de rupture adimensionnel de la poudre Raw5. Grande cellule de Schulze.

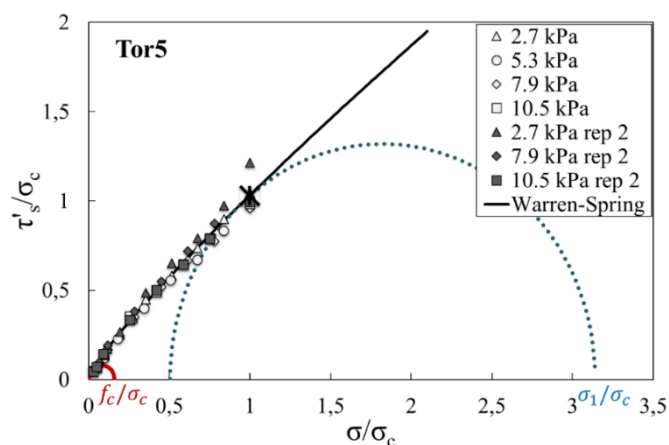


Figure 82 - Lieu cinématique de rupture adimensionnel de la poudre Tor5. Grande cellule de Schulze.

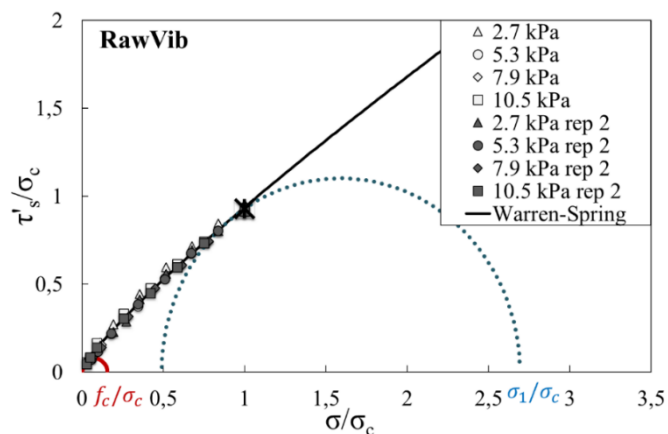


Figure 83 - Lieu cinématique de rupture adimensionnel de la poudre RawVib. Grande cellule de Schulze.

A partir des lieux cinématiques de rupture adimensionnels, il est possible de calculer le coefficient de la fonction d'écoulement, exprimé comme le rapport entre la contrainte principale maximale et la contrainte de clé de voûte, $FFC = \frac{\sigma_1}{f_c}$. Ce coefficient vaut 9, 20 et 17 pour la poudre Raw5, la poudre Tor5 et la poudre RawVib respectivement. L'amélioration de la coulabilité due au traitement de torréfaction a déjà été mise en évidence et discutée dans les travaux de thèse de J. Pachón-Morales [4]. Il attribue cette amélioration à la plus grande sphéricité des particules de bois torréfié ainsi qu'à la réduction des aspérités de surface. Dans cette étude, la sphéricité des particules de bois a faiblement augmenté après torréfaction. Ainsi, la meilleure coulabilité de la poudre de bois torréfié est expliquée par le lissage de la surface des particules, discuté dans la section 4.1.4. L'élimination des aspérités à la surface des particules réduit les points de contact entre les particules.

Le broyeur vibrant diminue également la résistance mécanique de la poudre de bois, dans une mesure similaire à la torréfaction. La surface des particules de bois a été aplanie par le broyeur vibrant, réduisant les aspérités de surface. Par ailleurs, ce procédé de broyage a permis d'améliorer la circularité des particules. Ces caractéristiques de la poudre RawVib expliquent sa « bonne » coulabilité, relativement à la poudre Raw5.

Pour conclure, la torréfaction et le broyeur vibrant sont deux traitements avantageux pour réduire la résistance mécanique des poudres sous contrainte lorsqu'elles sont soumises à un cisaillement. Il est attendu que ces poudres s'écoulent plus facilement hors d'une trémie.

Les propriétés d'écoulement extraites de la construction du lieu cinématique de rupture pour chacune des poudres sous chacune des contraintes de pré consolidation sont présentées dans l'annexe II D. Elles comprennent la contrainte de clé de voûte, la contrainte principale maximale, le coefficient de la fonction d'écoulement, la cohésion, l'indice n de Warren-Spring et l'angle effectif de frottement interne.

5. CONCLUSION ET PERSPECTIVES DU CHAPITRE

La Figure 84 présente une vue comparative des trois poudres étudiées dans ce chapitre. Les coûts de production des poudres, en termes d'énergie et de ressource, ainsi que les caractéristiques morphologiques et de coulabilité d'intérêt pour le procédé de gazéification, sont présentés. Les données sont normalisées par les données de la poudre Raw5, afin de mettre en évidence les avantages et les désavantages de la torréfaction et du broyeur vibrante. Il faut noter que le coût énergétique ne prend pas en compte l'électricité nécessaire pour le fonctionnement de la tamiseuse et du four de torréfaction car les consommations énergétiques associées n'ont pas été mesurées. Par ailleurs, les coûts de production (énergie et matière) de la poudre de bois torréfié correspondent aux données obtenues dans le cas du scénario DTG+Hi. Les flèches en trait pointillé vert indiquent qu'une valeur élevée est plutôt un avantage pour le procédé de gazéification alors que les flèches en trait continu rouge indiquent qu'une valeur élevée est plutôt un désavantage.

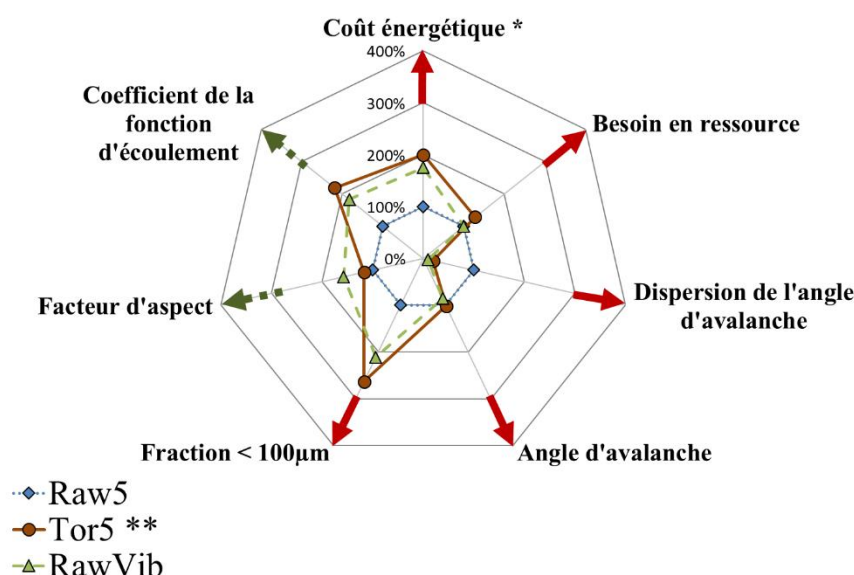


Figure 84 - Synthèse comparative des principales caractéristiques des poudres tamisées (Raw5, Tor5 et RawVib) et de leur coût respectif (en énergie et en matière). Les données de ce graphique sont normalisées par les données correspondant à la poudre Raw5. * Le coût énergétique ne prend pas en compte l'énergie électrique requise pour le tamisage et la rotation du four de torréfaction. ** Les données sont celles du scénario DTG+Hi.

Concernant l'écoulement de la poudre à l'état libre mesuré avec le tambour tournant, la chaîne utilisant le broyeur vibrante semble être le meilleur choix. La poudre RawVib a l'angle d'avalanche et la dispersion de l'angle d'avalanche les plus faibles. Toutefois, la poudre Tor5 a une dispersion de l'angle d'avalanche similaire à la poudre RawVib.

En s'intéressant seulement à la résistance mécanique des poudres de bois sous contrainte, la torréfaction permet de produire la « meilleure » poudre. Cependant, le coefficient de la fonction d'écoulement de la poudre RawVib est très proche de celui de la poudre Tor5. La torréfaction réalisée dans cette étude est douce. Il est supposé qu'une poudre de bois obtenue par une torréfaction plus sévère coulerait

mieux, en particulier lorsque la température de torréfaction est supérieure à 280 °C, car les fibres de cellulose sont altérées.

Bien évidemment, la chaîne DG étant la chaîne la plus « simple », composée seulement d'une étape de séchage, d'une étape de broyage grossier et d'une étape de tamisage, la poudre Raw5 est la moins coûteuse, en termes d'énergie et de matière première. Cette poudre est également celle contenant le moins de particules fines. Or les particules fines sont génératrices de risques d'explosion et mettent donc en jeu la sécurité du procédé.

Les caractérisations présentées dans ce chapitre ont été réalisées à l'échelle laboratoire. La plupart des données indiquées permettent de classer les poudres produites et de déterminer la ou les poudres présentant le moins de risque à l'échelle industrielle. Cependant, ces données sont encore insuffisantes pour savoir avec certitude si le procédé de gazéification se déroulera correctement avec chacune des poudres. Le comportement des poudres dans des dispositifs pilotes de gazéification reste à évaluer.

Note : L'annexe I présente les caractéristiques de l'ensemble des poudres produites durant cette thèse

Chapitre III
Comportement mécanique des
poudres de bois sous faibles
contraintes

*Ce chapitre est partiellement publié sous la forme d'une **communication à la conférence Powders&Grains 2021**, avec comité de lecture : Florent Thevenon, Bharath Devulapalli, Muriel Marchand, Thierry Melkior, Alain de Ryck. *Slow and intermittent stress relaxation of biomass granular media. Powders & Grains 2021 – 9th International Conference on Micromechanics on Granular Media, Jul 2021, Buenos Aires (Online), Argentina. 4 p., (10.1051/epjconf/202124908010). (hal-03309045)**

Ce deuxième chapitre expérimental s'intéresse au comportement mécanique des poudres de bois sous des contraintes faibles. Principalement, ce chapitre considère le vieillissement des poudres de bois, par l'étude de leur fluage et de leur relaxation en cellule de cisaillement sur des durées de l'ordre de l'heure.

Comme il est discuté dans la section 4.3 du chapitre II, les lits de particules de bois sont fortement compressibles et se caractérisent par une élasticité importante. L'étude proposée dans ce chapitre est motivée par le besoin de comprendre et caractériser le comportement de ces matériaux lorsqu'ils sont soumis à une charge de consolidation, ce qui peut être le cas lors de leur stockage dans les trémies ou encore lors de pressurisation d'un lock-hopper (section 5.5 dans l'état de l'art). Par ailleurs, il a été constaté empiriquement que la durée de stockage de la poudre de biomasse dans une trémie peut entraîner des blocages à l'ouverture de la trémie.

Ici, plusieurs poudres de taille et de forme variées sont considérées afin d'examiner l'influence de ces paramètres sur la relaxation de la contrainte tangentielle ou la déformation du lit sous contrainte normale fixée.

La première section de ce chapitre présente les poudres étudiées, le dispositif de cisaillement ainsi que les méthodes expérimentales. La seconde section aborde quelques considérations relatives à la détermination du coefficient dynamique de frottement. Les résultats obtenus lors des essais d'arrêt et de reprise du cisaillement sont discutés dans une troisième section. Enfin, la quatrième section présente les essais de relaxation et de fluage.

La relaxation désigne l'évolution de la contrainte lorsque le milieu est soumis à une déformation constante. A l'inverse, le fluage correspond à la déformation d'un matériau soumis à une contrainte constante.

Ces études ont été menées au laboratoire RAPSODEE avec l'aide de deux stagiaires, Bharath Devulapalli Venkata en juillet et août 2019, et Göknur Esra Hasbay en février 2020.

1. MATÉRIELS ET MÉTHODES

1.1. Matériels

1.1.1. Poudres de bois

Les poudres de bois utilisées dans ce chapitre sont celles produites et caractérisées dans le chapitre précédent. A celles-ci s'ajoute une nouvelle poudre, Raw1 fine, qui correspond à la fraction tamisée inférieure à 200 μm de la poudre de bois brut Raw1. La Figure 85 rappelle les voies de production des poudres utilisées dans ce chapitre.

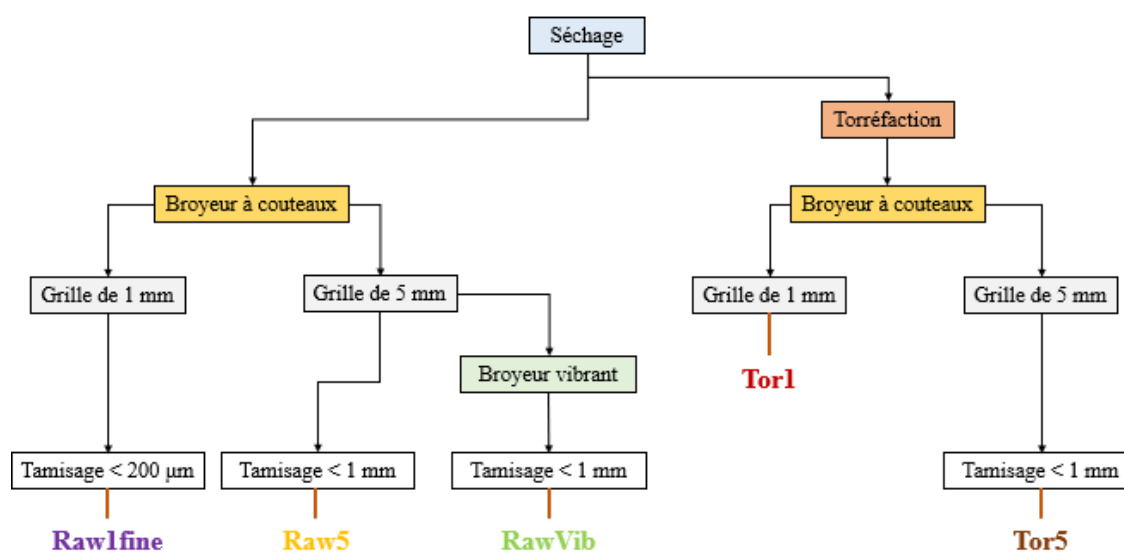


Figure 85 - Chaînes de production des poudres étudiées dans le chapitre III.

Les caractéristiques des poudres sont présentées dans le Tableau 19. La morphologie des particules est déterminée avec le Camsizer XT. La taille des particules est quantifiée par leur diamètre médian, d_{50} , et la forme des particules est quantifiée par le facteur d'aspect médian, AR_{50} . Les poudres étudiées sont de taille, de forme et d'état de surface variés. Cela permet d'observer l'influence des caractéristiques morphologiques des poudres sur leur comportement durant les essais réalisés.

La densité des particules est mesurée par pycnométrie à eau. Comme la masse volumique initiale du lit de poudre est mesurée, la porosité initiale du lit ε peut être calculée grâce à la relation suivante :

$$\varepsilon = 1 - \frac{\rho_{lit}}{\rho_{particule}} \quad (\text{Éq. 42})$$

ρ_{lit} : Masse volumique du lit de poudre ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$)

$\rho_{particule}$: Masse volumique des particules ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$)

Il est précisé que la mesure de la densité est réalisée quelques secondes après introduction de l'eau. Par ailleurs, les pores du bois sont petits, de 5 μm de diamètre. Ainsi, il peut être raisonnablement supposé que la porosité mesurée soit la porosité inter particulaire.

Le coefficient dynamique de frottement μ est mesuré avec la cellule de cisaillement de Schulze. La méthode de sa détermination est décrite ci-après, en section 1.2.1.

Tableau 19 - Caractéristiques des particules et du lit des poudres étudiées.

Poudres	d_{50} (μm)	AR ₅₀	Masse volumique des particules (g.cm^{-3})	Masse volumique apparente initiale du lit (g.cm^{-3})	Porosité du lit ϵ	Coefficient dynamique de frottement μ
Raw1 fine	25	0.64	0.99	0.12	0.88	0.81
Tor1	25	0.61	0.83	0.20	0.76	0.92
Raw1	50	0.58	-	0.14	-	0.90
RawVib	220	0.64	1.03	0.30	0.71	0.85
Tor5	264	0.43	0.60	0.17	0.71	0.92
Raw5	662	0.37	0.83	0.16	0.81	1.01

1.1.2. Cellule annulaire de Schulze

Les caractérisations présentées dans ce chapitre ont été réalisées avec le dispositif de cisaillement annulaire de Schulze, équipé de la cellule standard type M ou de la petite cellule type S, qui sont dénommées respectivement grande cellule et petite cellule dans la suite de ce chapitre. Le dispositif de cisaillement annulaire de Schulze est détaillé dans la section 1.3.3.2 du chapitre II.

1.2. Méthodes expérimentales

1.2.1. Coefficient dynamique de frottement

Cette section présente la méthodologie suivie pour déterminer le coefficient dynamique de frottement d'une poudre. Une contrainte normale σ_t est appliquée sur le lit de poudre, qui est cisailé jusqu'à atteindre le régime permanent. Les vitesses de cisaillement testées correspondent à la vitesse de cisaillement minimale, 0.37 mrad.s^{-1} , et à la vitesse de cisaillement maximale, 7.3 mrad.s^{-1} . Dès que le régime permanent est atteint, la contrainte de cisaillement est enregistrée pendant 55 secondes. C'est la durée maximale qu'il est possible d'enregistrer compte-tenu de la fréquence élevée d'acquisition des données (600 Hz) choisie pour les mesures. La moyenne de la contrainte tangentielle $\tau_{m,i}$ est alors calculée, de même que les contraintes tangentielles maximale $\tau_{max,i}$ et minimale $\tau_{min,i}$. Après que la mesure soit terminée, la contrainte normale suivante est mise en place. Une fois l'ensemble des contraintes normales testées, les couples $(\sigma_i; \tau_{m,i})$ constituent les points du lieu d'écoulement dynamique. La pente de cette droite est le coefficient dynamique de frottement, noté μ .

1.2.2. Essai d'arrêt et de reprise du cisaillement

Les essais d'arrêt et de reprise du cisaillement sont présentés et discutés dans la thèse de R. Condotta [41]. Les essais de vieillissement réalisés par R. Condotta ont montré une certaine utilité pour anticiper les difficultés d'écoulement d'une poudre organique après un certain temps de stockage [41].

La Figure 86 présente un exemple d'une courbe obtenue lors d'un essai d'arrêt et de reprise du cisaillement, avec la poudre Raw1, sous une contrainte normale de 10.5 kPa et une vitesse de rotation de la cellule de 7.3 mrad.s⁻¹. Le coefficient dynamique de frottement est tracé en fonction du temps.

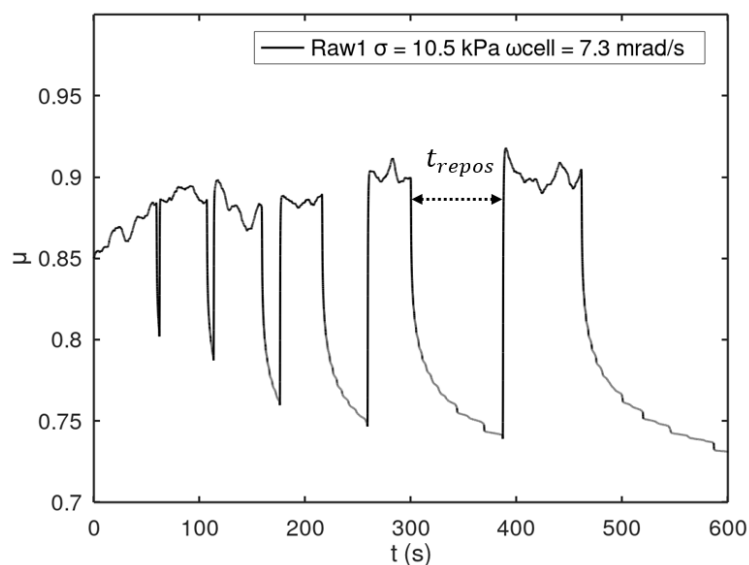


Figure 86 - Exemple d'un essai d'arrêt et de reprise du cisaillement. Le coefficient dynamique de frottement μ est tracé en fonction du temps t . Dans cet exemple, les temps de repos t_{repos} sont successivement : 1 s, 3 s, 10 s, 30 s, 60 s et 100 s.

Un essai d'arrêt et de reprise du cisaillement se présente comme suit. L'échantillon de poudre est cisailé sous une contrainte normale fixée, puis le cisaillement est arrêté sans décharger la contrainte tangentielle qui se relaxe. Cet arrêt dure un certain temps, appelé temps de repos, avant de reprendre le cisaillement de l'échantillon. La contrainte normale est conservée durant tout le temps de l'essai.

Dans cette étude, les essais d'arrêt et de reprise du cisaillement sont réalisés avec les poudres Raw1 et Tor1. Deux vitesses de rotation de la cellule sont testées, 7.3 mrad.s⁻¹ et 0.37 mrad.s⁻¹. Les temps de repos sont successivement : 1 s, 3 s, 10 s, 30 s, 60 s, 100 s, 300 s, 1000 s et 3000 s.

1.2.3. Essais de relaxation et de fluage

La relaxation et le fluage des poudres de bois sont étudiés sous des contraintes normales de 0.9 kPa à 10.5 kPa pour la grande cellule, et de 2.7 à 30.0 kPa pour la petite cellule. Ce choix permet de balayer l'ensemble de la gamme de contraintes possibles avec le dispositif de cisaillement de Schulze. La limite haute est fixée par la charge maximale que peut supporter l'appareillage (25 kg).

La Figure 87 montre l'ordre des essais réalisés pour chaque poudre (exemple de la poudre Tor5). Les essais sont réalisés en augmentant successivement la contrainte normale appliquée sur le lit. Ainsi, le lit est dans un état sous consolidé avant le début de l'essai. Cet état est qualifié d'état « lâche ». Lorsque l'essai mené sous la contrainte normale maximale est achevé, la contrainte normale est réduite à la première valeur testée et un nouvel essai est effectué. Dans ce dernier cas, la poudre est dans un état sur consolidé avant le début de l'essai, appelé dans la suite état « dense ».

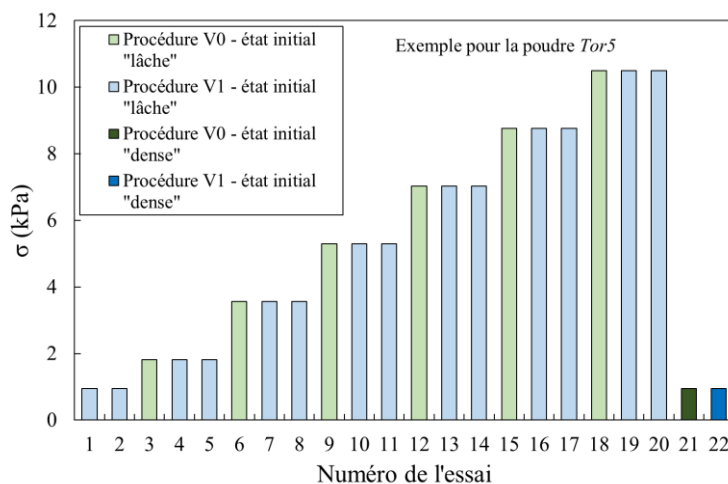


Figure 87 - Organisation des essais de relaxation de la poudre Tor5. Grande cellule.

Deux procédures différentes, notées V0 et V1, sont mises en œuvre. Comme l'indique la Figure 87, elles sont réalisées alternativement pour chaque contrainte normale étudiée.

1. Procédure V0

La procédure V0 permet d'étudier la déformation du lit de poudre à la suite de l'application d'une contrainte normale, sans préparation préalable du lit. Elle dure une heure. Lors d'une expérience V0, le lit de poudre n'est jamais cisailé. Ainsi, le signal d'intérêt est seulement la hauteur du lit.

2. Procédure V1

La procédure V1 impose un cisaillement de l'échantillon jusqu'à l'atteinte du régime permanent, avant de laisser l'échantillon se relaxer.

Chaque essai V1 se déroule en trois parties. Une expérience est présentée à titre d'exemple dans la Figure 88. Tout d'abord, la contrainte normale σ est appliquée sur l'échantillon. La première phase de la procédure consiste à cisailier l'échantillon à une vitesse de rotation constante (0.9 mrad.s^{-1}) afin d'atteindre le régime permanent et de permettre au lit d'atteindre sa densité critique. Ensuite, la rotation de la cellule est stoppée mais le système est maintenu sous contrainte. Autrement dit, le contact entre le couvercle de la cellule et les capteurs de force est maintenu grâce aux tiges. Cette deuxième phase de l'expérience est dénommée « hold » dans la Figure 88, et dure entre 15 et 30 minutes (sa durée n'est pas standardisée). Enfin, la rotation de la cellule est inversée pendant quelques secondes afin de décharger le système. La contrainte

tangentielle est alors réduite à 0 Pa, et le lit de poudre se déforme sous une contrainte normale uniquement pendant une vingtaine de minutes supplémentaires. Cette dernière phase correspond à une compression œdométrique de l'échantillon. Elle est indiquée « oedometric » dans la Figure 88.

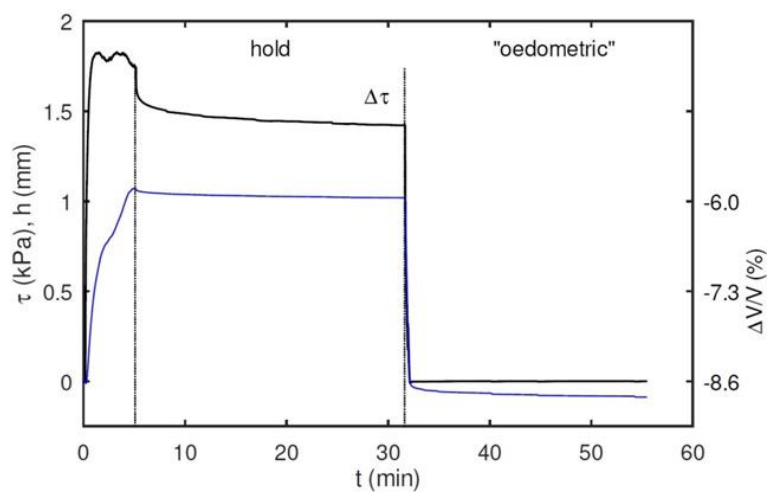


Figure 88 - Procédure V1. Évolution de la contrainte tangentielle τ (courbe noire) et de la hauteur du lit de poudre h (ou changement relatif de volume de poudre $\frac{\Delta V}{V}$) (courbe bleue) en fonction du temps. Avant le temps de maintien de la contrainte de cisaillement (« hold »), l'échantillon est cisailé à vitesse constante. La dernière partie est réalisée en déchargeant le système. Poudre : Tor5, $\sigma = 1.8$ kPa. Grande cellule.

Les données sont traitées avec le logiciel Octave, qui est une plateforme de calcul numérique et de programmation similaire au logiciel Matlab.

2. COEFFICIENT DYNAMIQUE DE FROTTEMENT

Cette section propose une brève étude sur la détermination du coefficient dynamique de frottement μ . La valeur du coefficient dynamique de frottement de la poudre Raw1 est mesurée pour deux états initiaux de lit et en utilisant deux vitesses de cisaillement, afin de déterminer si ces paramètres exercent une influence.

2.1. Influence de l'état du lit

Cette section compare la valeur du coefficient dynamique de frottement selon l'état initial du lit de poudre, lâche ou dense. Dans le premier cas, les mesures sont réalisées en augmentant progressivement la contrainte normale appliquée sur le lit. Dans le deuxième cas, les mesures sont réalisées en diminuant progressivement la contrainte normale appliquée sur le lit. Pour chaque contrainte normale, le cisaillement est réalisé à la vitesse de rotation de la cellule $\omega_{cellule} = 7.3 \text{ mrad.s}^{-1}$. Il est rappelé que chaque point du lieu d'écoulement dynamique de la poudre correspond à la valeur moyenne de la contrainte tangentielle mesurée pendant 55 secondes.

La Figure 89 présente le lieu d'écoulement dynamique de la poudre de bois brut, Raw1, cisailée avec la vitesse de rotation maximale de la cellule, soit 7.3 mrad.s^{-1} . Les traits noirs visibles sur chaque point du graphique indiquent l'écart entre les valeurs minimale τ_{min} et maximale τ_{max} de la contrainte tangentielle. Les régressions linéaires de chaque droite sont tracées par des lignes en trait pointillé. Le coefficient dynamique de frottement vaut 0.90 lorsque le lit est dans un état lâche avant la mesure, et il vaut 0.91 lorsque le lit est dans un état initial dense.

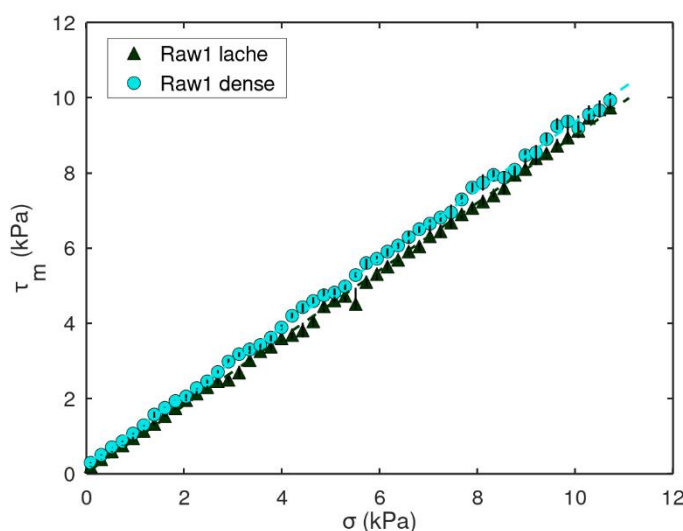


Figure 89 - Lieu d'écoulement dynamique de la poudre de bois brut, Raw1. $\omega = 7.3 \text{ mrad.s}^{-1}$. Les symboles correspondent aux points expérimentaux.

La procédure expérimentale de détermination du coefficient dynamique de frottement, par contrainte normale croissante ou décroissante, n'exerce pas une influence importante sur le résultat obtenu. Le lit de

poudre se dilate ou se compacte suffisamment avant la mesure de la contrainte de cisaillement. Ainsi, les effets d'historique de la poudre n'influent pas sur la valeur mesurée du coefficient μ .

La différence entre la valeur maximale et la valeur minimale atteintes par la contrainte tangentielle lors d'une mesure de 55 s est tracée en fonction de la contrainte normale sur la Figure 90. Cet écart tend à augmenter avec la contrainte normale appliquée sur le lit. Il peut atteindre 0.4 kPa lorsque la contrainte normale est supérieure à 8 kPa. Ce résultat met en avant les fluctuations importantes de la contrainte tangentielle au cours du cisaillement des poudres de bois.

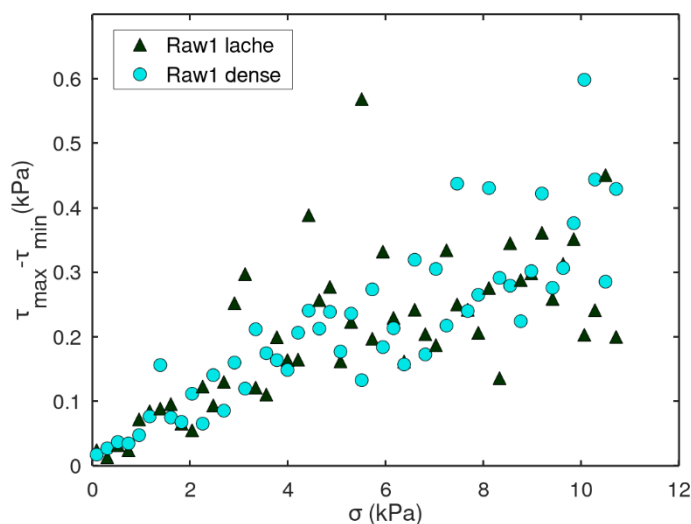


Figure 90 - Écart entre la valeur maximale τ_{max} et la valeur minimale τ_{min} de la contrainte tangentielle enregistrée pendant 55s. Poudre : Raw1. $\omega = 7.3 \text{ mrad.s}^{-1}$.

2.2. Influence de la vitesse de cisaillement

L'influence éventuelle de la vitesse de cisaillement de l'échantillon est également regardée. Deux vitesses de rotation de cellule sont testées : la vitesse maximale et une vitesse proche de la valeur minimale, respectivement 7.3 mrad.s^{-1} et 0.37 mrad.s^{-1} . Les lieux d'écoulement dynamiques obtenus pour chacune des deux vitesses testées sont présentés dans la Figure 91. Le coefficient dynamique de frottement mesuré en cisillant le lit à une vitesse de 0.37 mrad.s^{-1} vaut également 0.90.

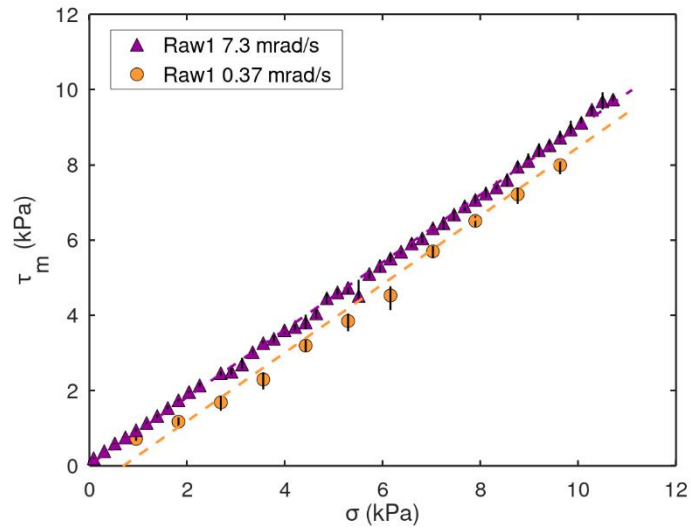


Figure 91 - Lien d'écoulement dynamique de la poudre de bois brut, Raw1. Contrainte normale σ croissante. Les symboles correspondent aux points expérimentaux.

En conclusion, la vitesse de cisaillement de l'échantillon n'a pas un effet significatif sur la mesure du coefficient dynamique de frottement μ .

3. ESSAIS D'ARRÊT ET DE REPRISE DU CISAILLEMENT

Les essais d'arrêt et de reprise du cisaillement (ou essais de vieillissement) sont réalisés afin de déterminer la contrainte tangentielle nécessaire pour mettre en écoulement la poudre en fonction du temps de stockage. Les essais de vieillissement menés avec une poudre organique par Condotta et al. ont montré un vieillissement important de la poudre, en accord avec les observations faites industriellement [41]. Cela justifie l'intérêt de réaliser ces essais avec des poudres de bois.

La Figure 92 présente l'écart entre le coefficient dynamique de frottement avant et après arrêt du cisaillement, en fonction du temps de repos de la poudre, pour les poudres Raw1 et Tor1. Deux contraintes normales sont testées : 2.7 kPa et 10.7 kPa. Deux vitesses de cisaillement sont également testées : 0.37 $\text{mrad}\cdot\text{s}^{-1}$ et 7.3 $\text{mrad}\cdot\text{s}^{-1}$. Les mesures sont réalisées dans la grande cellule de Schulze. Les essais réalisés avec la poudre Raw1 sous une contrainte normale de 10.7 kPa et une vitesse de rotation de cellule de 7.3 $\text{mrad}\cdot\text{s}^{-1}$ sont répétés. La répétabilité est correcte.

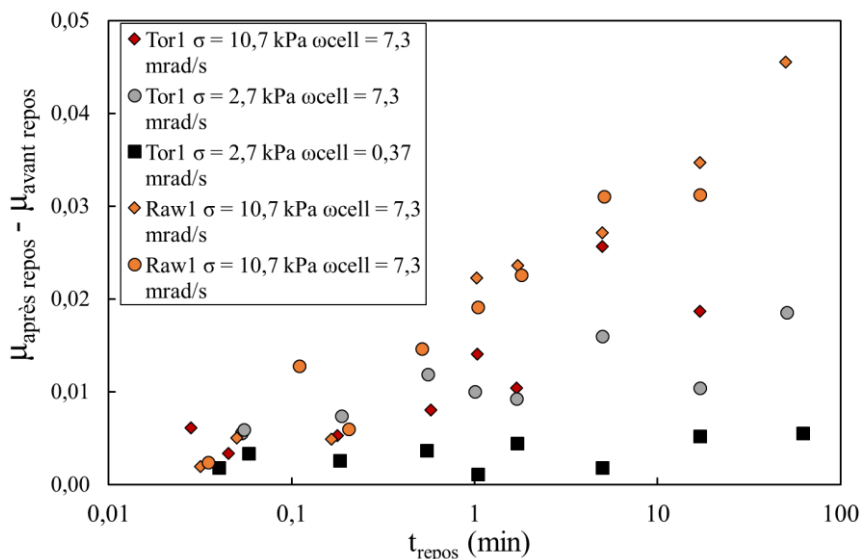


Figure 92 - Écart entre le coefficient dynamique de frottement μ avant et après le temps d'arrêt du cisaillement t_{repos} . Grande cellule.

Globalement, le coefficient dynamique de frottement augmente de façon logarithmique en fonction du temps de repos de la poudre. Cette augmentation est plus marquée pour la poudre de bois brut Raw1 que pour la poudre de bois torréfié Tor1. Les points obtenus avec la poudre Raw1 sont correctement alignés, ce qui suggère qu'il est possible d'extrapoler les résultats sur un temps de repos plus important. Par ailleurs, les effets du vieillissement sont plus importants à contrainte normale et vitesse de cisaillement élevées.

L'augmentation du coefficient dynamique de frottement est faible. Dans le cas de la poudre Raw1, sous une contrainte normale de 10.7 kPa, la différence entre la valeur du coefficient dynamique de frottement avant et après une heure de repos est seulement de 0.045. L'augmentation de la contrainte tangentielle après

repos est inférieure aux fluctuations de la contrainte tangentielle qui sont présentées sur la Figure 90 (section 2.1). Dans le cas de la poudre Tor1, sous une contrainte normale de 10.7 kPa, le coefficient de frottement augmente de 0.02 après une vingtaine de minutes de repos.

En extrapolant à l'échelle de la semaine, le coefficient de frottement de la poudre Raw1 augmenterait jusqu'à 0.10 après une semaine de stockage. Cette augmentation représente environ 10 % de la valeur du coefficient dynamique de frottement qui vaut 0.90 (Tableau 19). Le coefficient dynamique de frottement de la poudre Tor1 augmenterait de 0.05, ce qui représente seulement 6 % de la valeur mesurée en l'absence de temps de repos, présentée dans le Tableau 19. Le vieillissement de ces deux poudres est relativement faible.

En conclusion, les essais de type arrêt et reprise du cisaillement ne permettent pas d'observer un effet significatif du stockage sur la résistance mécanique des poudres Raw1 et Tor1 sous contrainte. Ce résultat signifie que le stockage ne pénalise pas fortement l'écoulement de la poudre hors d'une trémie, en contradiction avec ce qui est observé industriellement. Un travail futur serait de préciser la validité des essais présentés ici pour décrire le comportement mécanique des poudres de bois après stockage.

4. RELAXATION ET FLUAGE DES POUDRES SOUS FAIBLES CONTRAINTES

4.1. Relaxation et fluage des poudres de bois

4.1.1. Relaxation en deux étapes

La Figure 93 présente deux exemples de l'évolution de la contrainte tangentielle (courbes noires) et de la compaction de l'échantillon (courbes bleues) au cours de la relaxation de la poudre de bois Tor5 durant la phase « hold » d'un essai V1. L'origine du temps est prise à partir de l'arrêt du cisaillement. Les courbes dont la durée s'étend sur plus de 30 minutes correspondent à une expérience réalisée avec la petite cellule sous une contrainte normale de 10.2 kPa. A l'inverse, les courbes qui ne dépassent pas 25 minutes correspondent à une expérience réalisée dans la grande cellule sous une contrainte normale de 10.5 kPa.

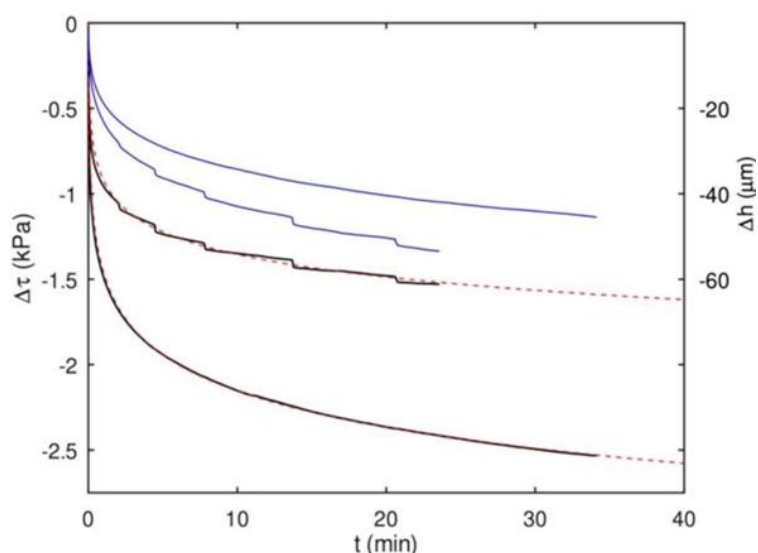


Figure 93 - Relaxation de la contrainte tangentielle (courbes noires) et de la compaction du lit de poudre (courbes bleues) lors de la phase « hold ». Poudre : Tor5. Grande cellule et petite cellule de Schulze. L'ajustement des données expérimentales est tracé en trait pointillé rouge.

Il est observé sur la Figure 93 que la relaxation de la contrainte tangentielle et la déformation du lit de particules (ou fluage) présentent une allure temporelle d'ordre logarithmique. Cette observation est en accord avec la littérature [189–192]. Cependant, la lente relaxation de la contrainte tangentielle est interrompue régulièrement par des variations brusques, associées à une compaction significative de la poudre. Ce comportement est spécifique à la grande cellule et est observé pour toutes les poudres étudiées. Ce comportement intermittent est peu documenté dans la littérature. Cela justifie son analyse, proposée à partir de la section 4.2.

Plusieurs mécanismes expliquant la relaxation lente d'un milieu granulaire cohésif sont proposés par Imole et al. [193]. Les auteurs évoquent un renforcement des frottements entre les particules, la déformation plastique de la matrice solide qui modifient les contacts entre les particules, un réarrangement granulaire et une échappée du fluide hors des pores internes et externes entre les particules [193]. R.R. Hartley et R.P. Behringer expliquent également la relaxation des contraintes par un réarrangement lent des grains constituant le milieu. Ils observent que le phénomène de relaxation s'effectue sur des échelles de temps longues, jusqu'à 10 h [194]. Le réarrangement des grains est de plus en plus compliqué dans le temps à cause des contraintes géométriques de plus en plus importantes sur les particules et de la diminution graduelle de l'énergie élastique (énergie associée à la déformation élastique d'un milieu) due à chaque réorganisation de particules [194]. Brujic et al. montrent que le principal processus responsable de la lente relaxation de contrainte est la réorganisation collective des grains par glissement [191]. Makse et al. observent également une relaxation de contrainte associée à un réarrangement de particules dans un milieu granulaire [195]. Sun et al. expliquent la relaxation de l'élasticité d'un milieu granulaire comme une modification des chaînes de force dans le milieu. Ces modifications sont la conséquence d'une modification des contacts inter particulaires [196].

Les modèles théoriques décrivant la lente relaxation des milieux granulaires sont empiriques [191,194,197]. La relaxation d'un milieu granulaire a déjà été décrite par plusieurs auteurs comme un mécanisme en deux étapes [191,197]. Brujic et al. soutiennent que la première étape est une relaxation rapide du milieu liée à la relaxation d'un faible nombre de particules, alors que la seconde étape est une relaxation lente du milieu, correspondant au réarrangement collectif de plusieurs grains par glissement [191].

Dans cette étude, la relaxation de la contrainte tangentielle et le tassement du lit lors de la relaxation de la poudre sont ajustés par la relation proposée par Miksic et al. [197]. Cette expression est la somme d'une exponentielle et d'un logarithme. Elle est inspirée de l'approximation proposée par Brujic et al. [191]. La modification apportée par Miksic et al. provient principalement de l'inclusion d'un temps caractéristique associé à la partie logarithme. Les auteurs ont montré que cela permet de mieux approcher la relaxation et le fluage de microbilles de verre. L'expression proposée est présentée ci-dessous :

$$X(t) = A_x \left(1 - \exp \left(-\frac{t}{\tau_{1,X}} \right) \right) - C_x \log_{10} \left(1 + \frac{t}{\tau_{2,X}} \right) \quad (\text{Éq. 43})$$

Avec X le signal à ajuster ; la variation de la contrainte tangentielle au temps t par rapport à la contrainte tangentielle initiale, $\tau(t)-\tau(t_0)$; ou la déformation du milieu granulaire, calculée comme $h(t)-h(t_0)$. t_0 correspond à l'origine de la phase « hold ».

A_x : Facteur pré exponentiel de la relaxation rapide (même unité que X)

$\tau_{1,X}$: Temps caractéristique de la relaxation rapide (s)

C_x : Facteur pré logarithmique de la relaxation lente (même unité que X)

$\tau_{2,X}$: Temps caractéristique de la relaxation lente (s)

t : Temps (s)

La description de la relaxation de la contrainte tangentielle de la poudre Tor5, dans la petite et la grande cellule, est tracée en trait pointillé rouge dans la Figure 93. Les données expérimentales sont correctement ajustées par ce modèle en deux étapes.

Plus généralement, cette relation permet un ajustement correct des données expérimentales pour tous les essais réalisés dans cette étude, quelles que soient la contrainte normale, la taille de la cellule et la poudre. Les coefficients de détermination sont supérieurs à 0.99.

Les paramètres d'ajustement pour la relaxation de la contrainte tangentielle et la déformation du lit sont disponibles dans l'annexe III A, pour toutes les poudres testées et les deux tailles de cellule.

4.1.2. Influence de l'état du lit

4.1.2.1. Relaxation de la contrainte tangentielle

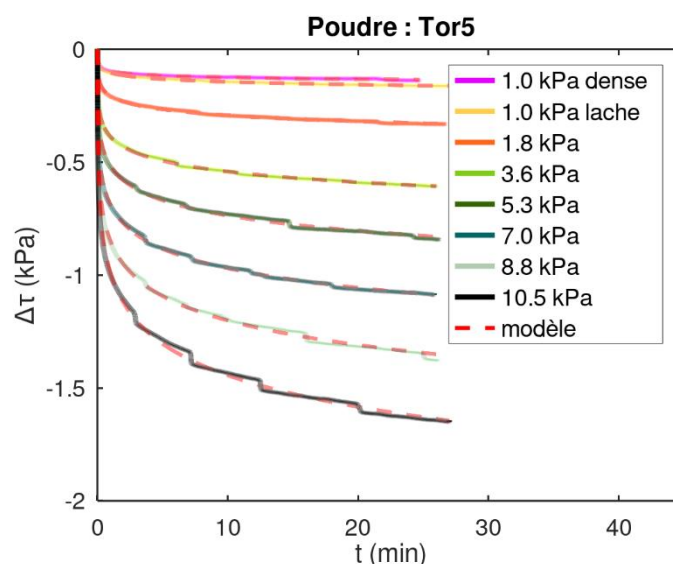


Figure 94 - Relaxation de la contrainte tangentielle $\Delta\tau$ en fonction du temps t , pour différentes contraintes normales, et différents états du lit. Poudre : Tor5. Grande cellule. Note : les courbes expérimentales sont organisées comme la légende.

La Figure 94 présente la relaxation de la contrainte tangentielle en fonction du temps, sous différentes contraintes normales, de 1.0 kPa à 10.5 kPa, pour la poudre Tor5. L'influence de l'état initial du lit sur la relaxation de la contrainte tangentielle est regardée sous une contrainte normale de 1.0 kPa. Lors de la première expérience menée avec un nouvel échantillon, le lit est dans un état lâche. Lorsque toutes les contraintes normales ont été testées successivement par ordre croissant, la contrainte normale est diminuée à 1.0 kPa pour réaliser un nouvel essai. Dans ce cas, le lit est considéré dans un état dense.

Il s'avère que la relaxation de la contrainte tangentielle est légèrement plus faible lorsque l'échantillon est dans un état dense. Après 25 minutes de relaxation, la contrainte tangentielle diminue de 0.14 kPa lorsque la poudre Tor5 est initialement dans un état dense, contre 0.16 kPa lorsque la poudre Tor5 est initialement

dans un état lâche. Le coefficient $C\tau$ diminue de 0.04 kPa à 0.03 kPa. Cette diminution est similaire à l'écart entre deux répétabilités, elle n'est donc pas significative.

Comme il est visible sur la Figure 94, l'écart observé entre les deux états du lit initiaux est négligeable en comparaison des écarts observés entre les différentes contraintes normales appliquées sur l'échantillon. L'historique des contraintes préalablement subies par l'échantillon a un effet du second ordre par rapport à celui de la contrainte normale appliquée.

4.1.2.2. Déformation du lit

La Figure 95 montre la déformation du lit de la poudre Tor5 en fonction du temps, sous différentes contraintes normales, de 1.0 à 10.5 kPa. Deux essais sont réalisés sous une contrainte normale de 1.0 kPa ; avec un échantillon initial soit lâche, soit consolidé par les essais précédents (état dense).

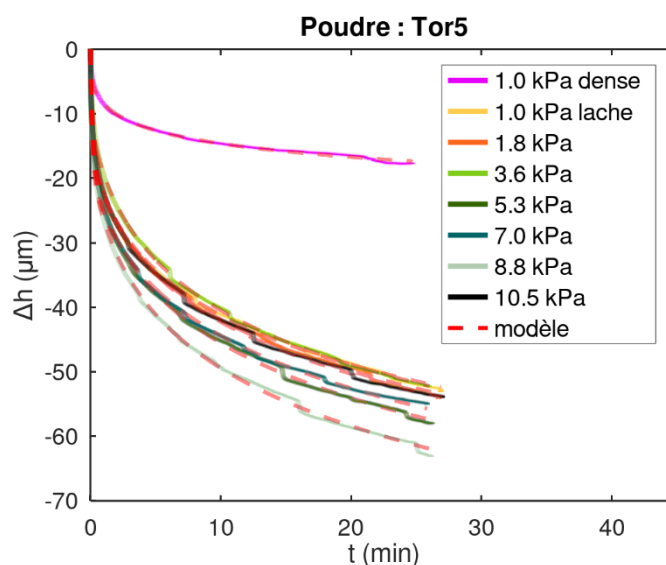


Figure 95 – Tassement du lit de poudre Δh en fonction du temps t , pour différentes contraintes normales, et différents états du lit. Poudre : Tor5. Grande cellule.

Contrairement à la relaxation de la contrainte tangentielle, l'état du lit exerce une influence importante sur le fluage de l'échantillon. Lorsque que l'échantillon est dans un état plus dense, le tassement de la poudre Tor5 est de 15 μm seulement, soit trois fois inférieur au tassement mesuré lorsque l'échantillon est dans un état initial lâche. Cette constatation est valable pour toutes les poudres de bois.

Lorsque le lit est dans un état initial dense, les particules sont déjà bien ajustées les unes avec les autres. Ainsi, les possibilités de réarrangement des grains lors du vieillissement sont plus faibles, ce qui explique que la faible amplitude de la déformation du lit. Ce résultat permet de confirmer l'effet important de l'état initial du lit lors des essais de fluage.

4.1.3. Influence de la contrainte normale

4.1.3.1. Relaxation de la contrainte tangentielle

La Figure 96 présente le facteur pré logarithmique C_τ associé à la relaxation de la contrainte de cisaillement en fonction de la contrainte normale appliquée sur le lit, pour des essais menés avec la grande cellule dans un état initial lâche. Lorsque les essais sont répétés, la valeur indiquée est la moyenne des répétabilités, et les barres d'erreur correspondent aux écarts mesurés entre les deux répétabilités. La deuxième répétabilité est réalisée avec un échantillon déjà consolidé pendant une heure, et l'état du lit peut être différent. Toutefois, les répétabilités sont correctes ce qui permet de penser que cette différence n'influe pas sur la relaxation de la contrainte tangentielle.

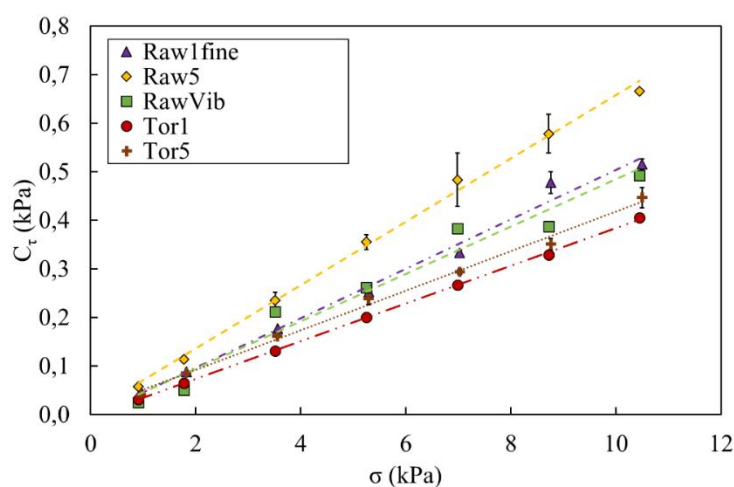


Figure 96 - Facteur pré logarithmique C_τ en fonction de la contrainte appliquée sur le lit σ . Grande cellule.

Quelle que soit la poudre, le facteur pré logarithmique augmente proportionnellement en fonction de la contrainte normale appliquée sur l'échantillon. Les points expérimentaux sont correctement ajustés par une fonction linéaire, indiquée en trait pointillé sur la Figure 96. Cette observation est en accord avec les résultats d'Imole et al. sur la relaxation de matériaux granulaires cohésifs [193]. Les auteurs ont observé que la relaxation donne une variation de contrainte d'autant plus importante que la contrainte initiale est élevée. Dans l'étude présentée ici, le comportement linéaire de cette augmentation indique que le coefficient C_τ est proportionnel à la contrainte tangentielle initiale $\tau(0) = \mu\sigma$. Cela indique que la contrainte normale appliquée est un paramètre pertinent pour étudier la relaxation.

Le temps caractéristique de la relaxation à long terme de la contrainte de cisaillement semble indépendant de la contrainte normale et de la nature de la poudre et varie entre 2.5 s et 5.6 s, tout essai confondu réalisé dans la grande cellule. A l'inverse du facteur pré logarithmique C_τ , le temps caractéristique associé au logarithmique ne dépend pas de la contrainte normale appliquée.

4.1.3.2. Déformation du lit

La Figure 97 indique l'évolution du facteur pré logarithmique C_h associé au tassement du lit de poudre pour les essais réalisés dans la grande cellule. Un coefficient élevé signifie que le lit aura tendance à se tasser lors de la relaxation.

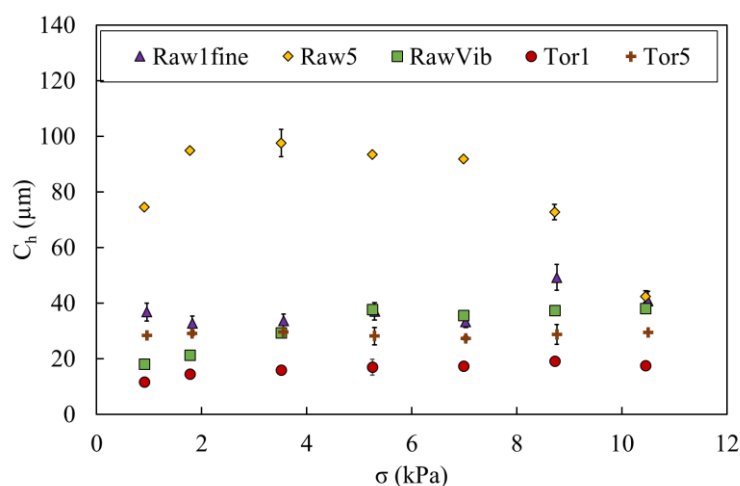


Figure 97 - Facteur pré logarithmique C_h en fonction de la contrainte appliquée sur le lit σ . Grande cellule.

A l'exception de la poudre Raw5 et, dans une moindre mesure, de la poudre RawVib, la contrainte normale appliquée sur le lit ne semble pas exercer une influence importante sur la déformation du lit au cours de son fluage. Comme l'indique le schéma d'organisation des essais (Figure 87), le lit n'est pas modifié lorsque la contrainte normale suivante est mise en place. A l'exception des deux premières contraintes testées, l'écart entre deux contraintes successives est toujours le même. Autrement dit, la contrainte ajoutée est toujours la même. Ce mode opératoire pourrait expliquer pourquoi il n'est pas observé d'influence de la contrainte normale sur la dynamique de tassement du lit lors de son fluage.

La poudre Raw5 a un comportement qui diffère par rapport aux autres poudres testées. Le tassement de cette poudre dépend de la contrainte normale. Le facteur pré logarithmique C_h est relativement constant lorsque la contrainte normale reste inférieure à 7 kPa, et varie entre 74.5 μm et 97.6 μm . Lorsque la contrainte normale dépasse 7 kPa, le coefficient C_h diminue jusqu'à atteindre 42.4 μm , indiquant que le lit se tasse moins lors de la relaxation. Sous forte contrainte normale, les contacts entre les particules de bois brut sont nombreux, ce qui réduit la possibilité de tassement du lit. Par ailleurs, les particules de la poudre Raw5 présentent de nombreuses aspérités de surface. Il est possible qu'à partir des essais réalisés à 8.8 kPa, les aspérités des particules soient déjà largement déformées par les essais précédents, réduisant alors le tassement du lit lors du fluage.

4.1.4. Influence de la nature de la poudre

La Figure 96 montre que la relaxation de la contrainte tangentielle dépend de la nature de la poudre. Plus le facteur pré logarithmique C_t est élevé, plus la diminution de la contrainte tangentielle est importante.

Globalement, la relaxation de la contrainte tangentielle est plus importante pour les poudres de bois brut en comparaison des poudres de bois torréfié. La poudre de bois brut grossière Raw5 est le milieu qui dissipe le plus de contrainte au cours de sa relaxation. Le facteur pré logarithmique $C\tau$ associé à la relaxation de Raw5 sous une contrainte normale de 10.5 kPa vaut 0.67 kPa, ce qui est 50% plus élevé que le facteur pré logarithmique associé à la relaxation de la poudre Tor1 qui vaut 0.41 kPa.

La Figure 97 permet également d'observer l'influence de la nature de la poudre sur son fluage sous contrainte normale fixée. Comme la relaxation de la contrainte tangentielle, la déformation du lit de poudre est plus importante avec les poudres préparées à partir de bois brut. Cela pourrait être expliqué par la présence plus importante d'aspérités à la surface des particules de bois brut par rapport aux particules de bois torréfié, comme cela est observé dans le chapitre II. Miksic et al. ont constaté que les billes de verre usées ont un fluage plus faible que les billes de verre neuves présentant d'importantes aspérités de surface [197,198]. Les aspérités modifient la surface de contact entre les grains, augmentant le frottement entre les grains. La déformation des grains est plus importante en présence d'aspérités. L'écrasement des aspérités conduit à une plus forte déformation.

Ce résultat suggère que les poudres de bois brut seraient les plus impactées par le stockage, et en particulier la poudre Raw5. Les contacts entre les particules de la poudre Raw5 augmentent en fonction du temps de repos sous consolidation à cause de la déformation des grains, ce qui renforce la résistance mécanique du milieu. Les essais d'arrêt et de reprise du cisaillement n'ont pas été réalisés avec cette poudre ce qui ne permet pas de vérifier cette hypothèse.

4.1.5. Influence de la géométrie de la cellule

La Figure 98 présente le facteur pré logarithmique associé à la relaxation de la contrainte tangentielle $C\tau/\sigma$ en fonction du facteur pré logarithmique Ch/h_{cellule} associé à la déformation du lit de poudre lors de son fluage et normalisé par la hauteur de la cellule. Les ronds noirs (et les triangles bleus) correspondent à la moyenne des essais réalisés pour chaque poudre dans la grande cellule (et la petite cellule).

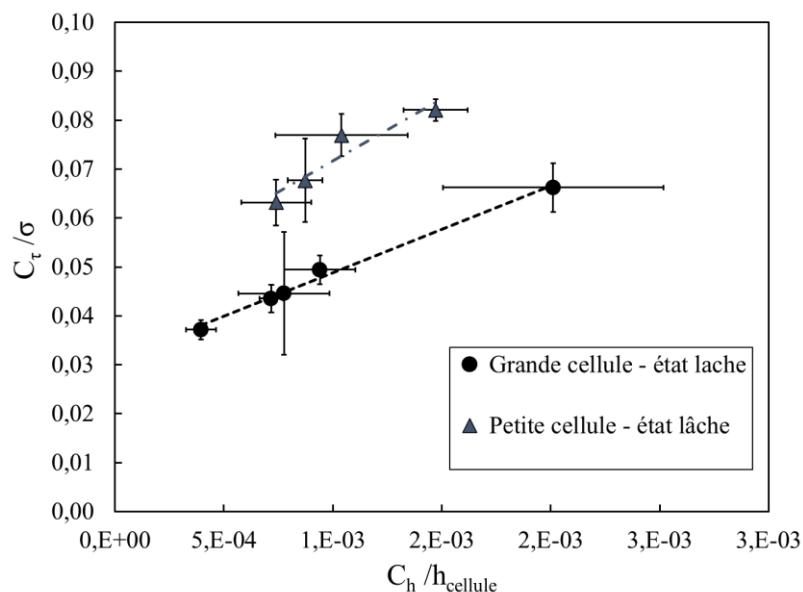


Figure 98 - Relaxation de la contrainte tangentielle après 30 min, C_t/σ , en fonction de la déformation du lit après 30 min normalisée par la hauteur de la cellule, $C_h/h_{cellule}$. Rond noir : Grande cellule, Triangles bleus : petite cellule. État initial du lit lâche.

Ce graphique indique qu'il existe une relation linéaire entre la relaxation de la contrainte tangentielle et la déformation du lit lors de son fluage. Plus la déformation du lit est importante, plus la relaxation de la contrainte tangentielle est grande. Cette relation n'est pas la même que celle obtenue à partir des essais réalisés dans la grande cellule. A déformation de lit identique, la poudre dissipe une contrainte plus importante lors de sa relaxation dans la petite cellule, en comparaison de la grande cellule.

L'influence de la géométrie de la cellule sur la relaxation d'une poudre cohésive a été observé par Imole et al. Les auteurs ont réalisé des essais de relaxation suite à une compression œdométrique du lit, grâce à deux cellules dont le rapport hauteur sur diamètre est différent [193]. Dans leur étude, à contrainte normale initiale identique, l'amplitude de la relaxation est plus importante dans la cellule ayant le rapport hauteur sur diamètre le plus grand. Les auteurs concluent que les différences observées entre les deux cellules sur les courbes contrainte-déformation reposent uniquement sur la masse volumique initiale différente. Dans leurs essais, la masse volumique de l'échantillon est initialement plus faible dans la cellule qui induit la relaxation la plus ample [193].

Dans l'étude présentée ici, le rapport hauteur sur diamètre est identique pour les deux cellules. En revanche, la masse volumique initiale de l'échantillon dépend de la cellule. Le Tableau 20 montre que la masse volumique est généralement plus faible de 10 à 15 % dans la petite cellule en comparaison de la grande cellule, à l'exception de la poudre Tor5. Ainsi, la relaxation de la contrainte tangentielle est plus importante lorsque la masse volumique de l'échantillon est plus faible. Cela est en accord avec les conclusions d'Imole et al. [193].

Tableau 20 - Masse volumique du lit de poudre. Grande et petite cellules.

ρ_{lit} (g.cm ⁻³)	Grande cellule	Petite cellule
Raw5	0.16	0.14
Tor5	0.17	0.18
RawVib	0.30	0.27
Tor1	0.20	0.17
Raw1fine	0.12	-

La différence de masse volumique initiale n'est toutefois pas une explication suffisante car la poudre Tor5 a une masse volumique initiale plus importante dans la petite cellule en comparaison de la grande cellule. Il est à noter également que les cellules utilisées dans cette étude diffèrent par la surface de cisaillement. La surface de cisaillement de la petite cellule est inférieure de 64 % à la surface de cisaillement de la grande cellule. Cela influe sur le coefficient d'élasticité apparent du milieu. Pour un même matériau, plus la cellule est petite, plus le coefficient d'élasticité du milieu est important.

Ce résultat met en évidence l'importance de la géométrie de la cellule, et par conséquent du lit de particules, sur la relaxation et le fluage de la poudre de bois. Ainsi, les résultats obtenus en cellule de cisaillement ne sont pas intuitivement extrapolables à l'échelle d'une trémie.

4.2. Mise en évidence de la relaxation intermittente du milieu granulaire

4.2.1. Réarrangements rapides

Comme introduit dans la section 4.1, la contrainte tangentielle et la hauteur du lit de poudre ne décroissent pas de façon monotone lors de la relaxation de la poudre dans la grande cellule (Figure 93). La lente relaxation de la contrainte tangentielle est entrecoupée de variations brusques, associées à des tassements soudains du milieu granulaire, de l'ordre de quelques microns.

La Figure 99 présente l'évolution temporelle du coefficient dynamique de frottement et de la déformation du lit au cours de la relaxation et du fluage de la poudre. Les deux premiers graphiques, indiqués par les lettres a et b correspondent à la phase hold de la procédure V1 durant laquelle la contrainte tangentielle est maintenue. Le dernier graphique, indiqué par la lettre c, présente la déformation du lit lors de phase de compression œdométrique de la procédure V1. La contrainte normale appliquée est 10.5 kPa, chaque courbe est associée à une poudre. La légende est organisée de façon à respecter l'ordre des courbes, de haut en bas.

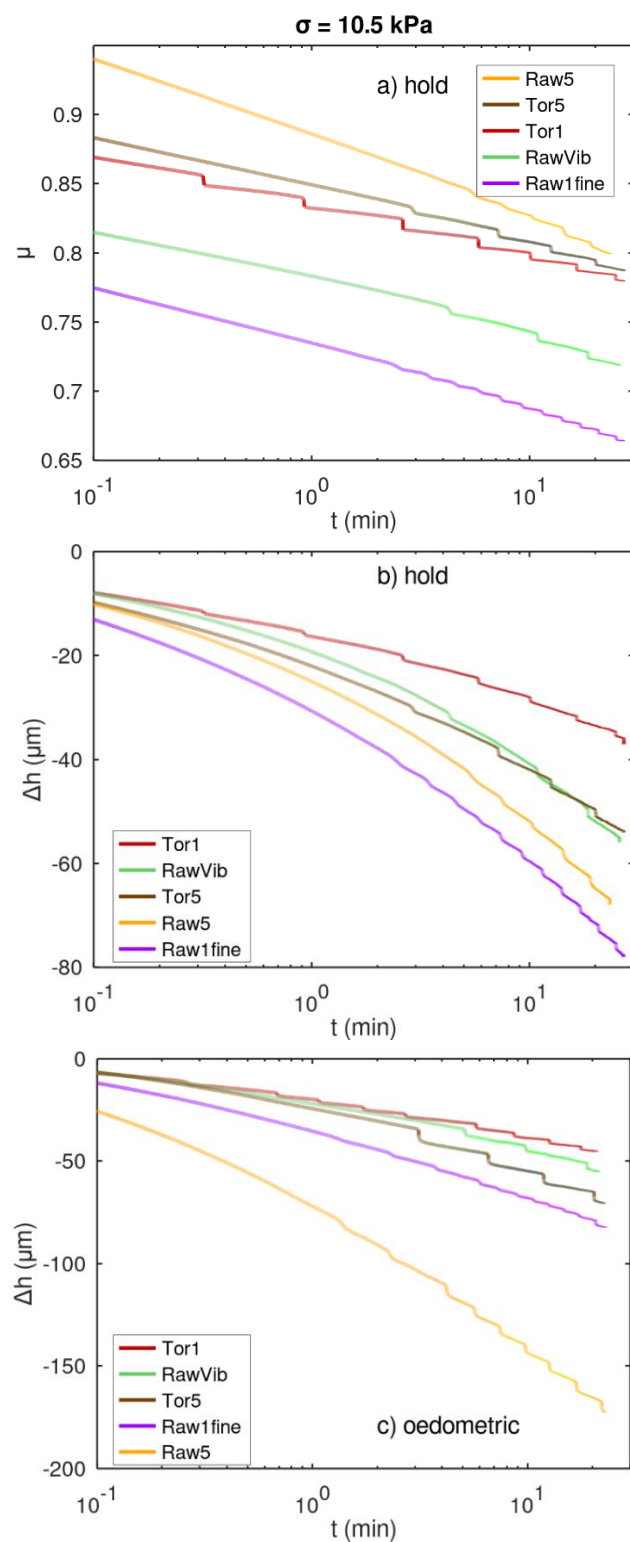


Figure 99 - Évolution temporelle a) du coefficient dynamique de frottement et b) de la déformation du lit de poudre lors de la phase de maintien de la contrainte tangentielle, et c) de la déformation du lit lors de la compression oedométrique. $\sigma = 10.5 \text{ kPa}$. Procédure V1.

Les variations brusques de la contrainte tangentielle (et par conséquent du coefficient dynamique de frottement) et de la hauteur du lit sont observées sur des durées qui s'étendent jusqu'à une vingtaine de

minutes. Comme il est visible sur la Figure 99, elles sont observées aussi bien lors de la phase de maintien de la contrainte tangentielle que lors de la compression œdométrique du lit, en absence de contrainte tangentielle. Par ailleurs, ces évènements sont aussi visibles lors des essais réalisés avec la procédure V0, non présentés ici pour simplifier la discussion.

En prenant en exemple la poudre de bois torréfié Tor5, 5 évènements soudains du lit sont identifiés : le premier après 3 minutes, le second après 7 minutes et le dernier après 20 minutes. En réalisant les tracés avec une échelle temporelle logarithmique, il apparaît que ces évènements sont espacés de manière relativement régulière dans le temps. Cela indique que le temps d'occurrence de ces évènements augmente au cours du temps de façon logarithmique. L'apparition de ce phénomène n'est pas aléatoire.

Ce comportement spécifique de la poudre est constaté avec l'ensemble des échantillons testés dans la grande cellule uniquement. Aucun réarrangement similaire n'est observé avec la petite cellule, à contrainte normale similaire (Figure 93). Cela indique que la géométrie de la cellule, et donc du lit de particules, est un paramètre critique pour expliquer la présence des réarrangements brusques des particules.

Des évènements similaires ont été identifiés expérimentalement et de manière isolée par RR Hartley et RP Behringer avec des particules d'un matériau photoélastique [194], ainsi que KA Murphy et al. avec des sphères de verre sodocalciques [199]. RR Hartley et RP Behringer attribuent la variation brusque du signal à un réarrangement soudain et collectif des particules du lit [194]. K.A. Murphy et al. indiquent que ces évènements sont similaires à ceux constituant la déformation plastique d'un milieu granulaire sous compression. Ils entraînent une redistribution des contraintes dans le milieu [199]. Kumar et Luding ont étudié la compression et la décompression isotropiques de sphères grâce à la DEM. Les réorganisations du milieu granulaire impactent la fraction volumique solide critique, sous laquelle le milieu granulaire est bloqué et ne s'écoule plus [200]. Récemment, S. Luding a focalisé son étude sur le réarrangement de milieux granulaires. Toujours en utilisant la DEM, l'auteur conclut que les réarrangements du milieu granulaire sont irréversibles et peuvent concerner quelques particules ou la quasi-totalité du système. Ces évènements peuvent être identifiés en considérant des données macroscopiques, telle que la contrainte ou l'énergie cinétique, lorsque la vitesse de déformation du milieu est faible [201].

A notre connaissance, il n'existe pas d'étude expérimentale consacrée à la présence et l'évolution temporelle de tels réarrangements dans le cas des poudres de bois. Dans l'étude présentée ici, les réarrangements soudains du lit sont observés sur des durées atteignant une heure, lors des essais menés avec la procédure V0.

4.2.2. Méthodologie de détermination d'un saut

Pour des raisons de simplicité, l'amplitude et l'occurrence des réarrangements sont étudiées à partir de la dernière partie de la procédure V1 lorsque le système est déchargé et à partir des expériences réalisées avec la procédure V0. Dans les deux cas, le seul signal à traiter est la hauteur du lit de poudre.

Avant d'entrer dans les détails de l'étude des réarrangements soudains de particules, la méthodologie suivie pour identifier et caractériser ces tassements brusques est présentée. Tout d'abord, un réarrangement

est identifié quand la vitesse de tassement du lit dépasse le seuil de $0.2 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. Ce critère a été ajusté manuellement afin d'identifier correctement les variations brusques du signal pour toutes les poudres.

L'amplitude d'un réarrangement soudain de particules est quantifiée par la déformation du lit lors de ce réarrangement, et est notée δh . Le tassement du lit entre deux réarrangements est noté Dh . La Figure 100 présente un exemple de détermination de δh et Dh , pour deux réarrangements brusques observés avec la poudre de bois torréfié grossière Tor5, sous une contrainte normale de 10.5 kPa, après 7 et 12 minutes de relaxation, respectivement.

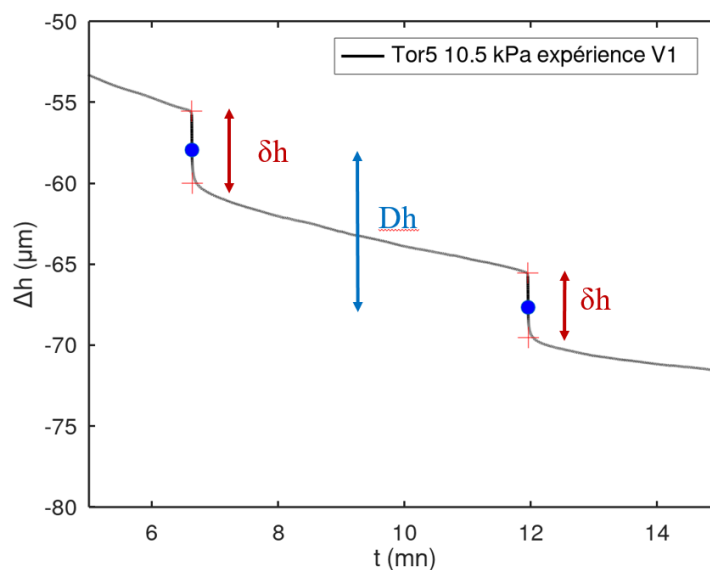


Figure 100 - Exemple d'évaluation du tassement du lit lors d'un réarrangement soudain de particules δh (en rouge) et entre deux réarrangements Dh (en bleu). Poudre : Tor5, $\sigma = 10.5 \text{ kPa}$. Grande cellule. Procédure V1.

Pour chaque réarrangement identifié, le tassement du lit δh est alors mesuré entre les deux croix rouges. La première (respectivement seconde) croix rouge indique l'intersection entre la tangente à la courbe $\Delta h(t)$ avant (respectivement après) la cassure brusque et la tangente à la courbe $\Delta h(t)$ pendant la cassure.

Les ronds bleus correspondent à l'instant où la vitesse de tassement du lit est maximale. Le déplacement du lit entre deux réarrangements est délimité par deux ronds bleus successifs.

4.2.3. Réarrangements en deux étapes

Bien que la plupart des réarrangements du milieu granulaire se réalisent une seule étape, certains présentent une dynamique plus complexe, en deux étapes distinctes. Ils sont principalement identifiables au cours des essais menés avec la procédure V0. Un exemple identifié lors d'un essai V0 avec la poudre de bois torréfié grossière Tor5 sous une contrainte normale de 1.8 kPa est présenté sur la Figure 101.

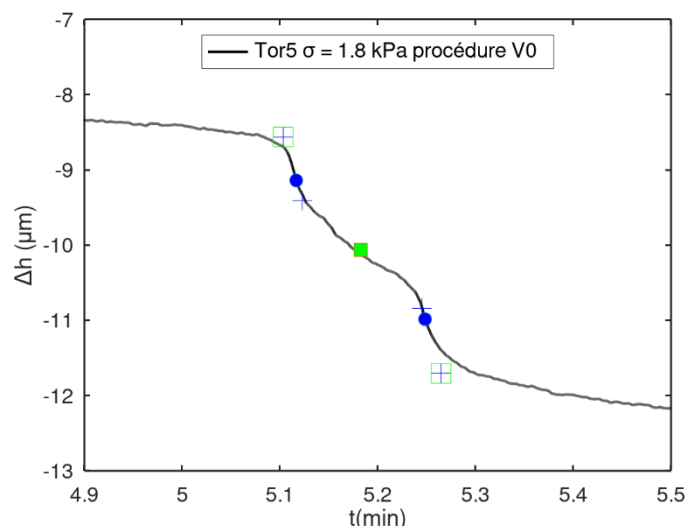


Figure 101 - Exemple d'un tassement en deux étapes du lit. Le tassement du lit au cours d'une étape est encadré par les croix bleues. Le rond bleu indique la vitesse maximale de tassement. Le tassement global du lit est encadré par les carrés verts, et la hauteur moyenne du lit est indiquée par un carré vert. Poudre : Tor5. $\sigma = 1.8$ kPa. Grande cellule. Procédure V0.

Dans l'exemple présenté en Figure 101, le réarrangement des particules n'est pas réalisé en une seule étape mais en deux étapes.

Le code de calcul utilisé dans la section précédente (section 4.2.2) identifie séparément les deux étapes de ce double réarrangement. Les croix bleues indiquent la hauteur du lit avant et après un tassement brusque, et les ronds bleus indiquent la hauteur du lit au moment où la vitesse de tassement est maximale.

En considérant deux réarrangements au lieu d'un seul, cette méthode de traitement minimise l'amplitude du tassement du lit, ainsi que le tassement du lit entre deux réarrangements. Ainsi, il a été choisi de considérer ces réarrangements doubles comme un unique réarrangement. Le code de calcul a été modifié afin de calculer le tassement lors d'un saut δh comme la différence entre la hauteur du lit après le saut et la hauteur du lit avant le saut, représentées avec des carrés verts vides sur la Figure 101. La hauteur du lit au milieu du saut, utilisée pour le calcul du tassement du lit entre deux sauts Dh , est indiquée par un carré vert plein. Elle correspond à la moyenne des hauteurs du lit de chacune des deux étapes, indiquées par les ronds bleus.

4.3. Étude des réarrangements rapides

4.3.1. Évolution temporelle

La Figure 102 présente le tassement du lit de poudre lors d'un réarrangement soudain de grains en fonction du temps écoulé depuis le début du fluage, en l'absence de contrainte tangentielle. Cela correspond à la compression œdométrique lors de la procédure V1. La Figure 103 présente le tassement du lit entre deux

réarrangements en fonction du temps écoulé, pris au moment du second réarrangement. Les résultats présentés dans ces deux figures ont été obtenus sous une contrainte normale de 5.3 kPa, pour toutes les poudres étudiées.

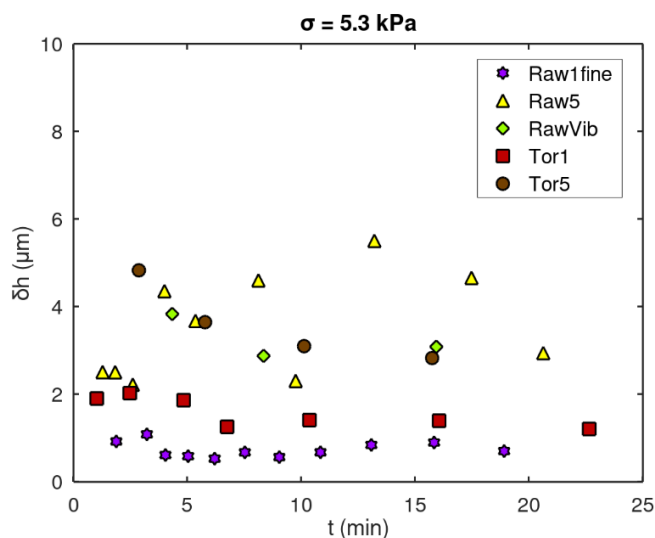


Figure 102 - Tassement du lit lors d'un réarrangement δh en fonction du temps écoulé depuis le début du fluage, en l'absence de contrainte tangentielle. $\sigma = 5.3 \text{ kPa}$.

Tout d'abord, la Figure 102 montre que le tassement du lit lors d'un réarrangement est relativement constant dans le temps. Ce constat peut être à nuancer car les premiers réarrangements semblent être légèrement plus importants que les autres pour certaines poudres. Par exemple, dans le cas de la poudre Raw1fine, le déplacement du lit lors d'un réarrangement vaut $1.1 \mu\text{m}$ pour le deuxième réarrangement et entre $0.5 \mu\text{m}$ et $0.9 \mu\text{m}$ pour les réarrangements suivants. En revanche, l'évolution de l'amplitude d'un réarrangement en fonction du temps ne montre pas de tendance claire dans le cas de la poudre de bois brut grossière Raw5.

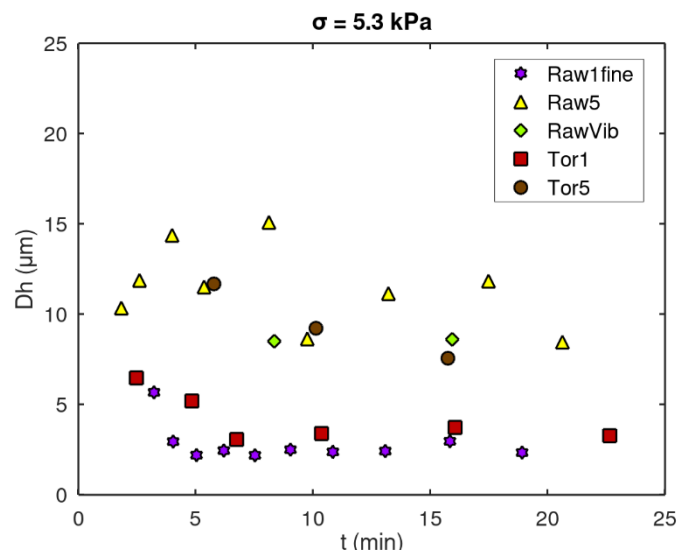


Figure 103 - Tassement du lit entre deux réarrangements D_h en fonction du temps écoulé depuis le début du fluage, en l'absence de contrainte tangentielle. $\sigma = 5.3 \text{ kPa}$.

La Figure 103 montre que l'évolution temporelle du tassement du lit entre deux réarrangements est similaire à celle du tassement du lit lors d'un réarrangement. Le tassement du lit entre les premiers réarrangements est légèrement supérieur au tassement du lit entre les réarrangements suivants. En prenant à nouveau l'exemple de la poudre Raw1fine, il vaut $5.7 \mu\text{m}$ entre le premier et le deuxième réarrangement, et varie entre $2.2 \mu\text{m}$ et $2.9 \mu\text{m}$ entre les réarrangements suivants. Cette observation suggère que les réarrangements apparaissent pour une certaine déformation du lit, dont la valeur dépend de la poudre. Ce résultat peut être attendu compte tenu d'une part des observations de la section 4.2.1 qui indiquent que le temps d'occurrence des réarrangements augmente de façon logarithmique dans le temps, et, d'autre part, de l'allure logarithmique du fluage du lit de poudre (section 4.1.1).

Les constatations présentées dans cette section indiquent qu'il est possible de considérer une valeur moyenne du tassement du lit lors d'un réarrangement et une valeur moyenne du tassement du lit entre deux réarrangements sur toute la durée de la relaxation.

Ces observations sont similaires dans le cas des essais réalisés avec la procédure V0.

4.3.2. Influence de la contrainte normale appliquée

4.3.2.1. Procédure V1 (après cisaillement du lit)

La Figure 104 présente les tassements moyens du lit lors d'un réarrangement et entre deux réarrangements, en fonction de la contrainte normale appliquée, lors des essais réalisés avec la procédure V1.

La contrainte normale n'a pas un effet significatif ni sur la valeur de δh_m , ni sur la valeur de D_{h_m} . Aucune tendance claire ne peut être dégagée entre ces deux grandeurs et la contrainte normale.

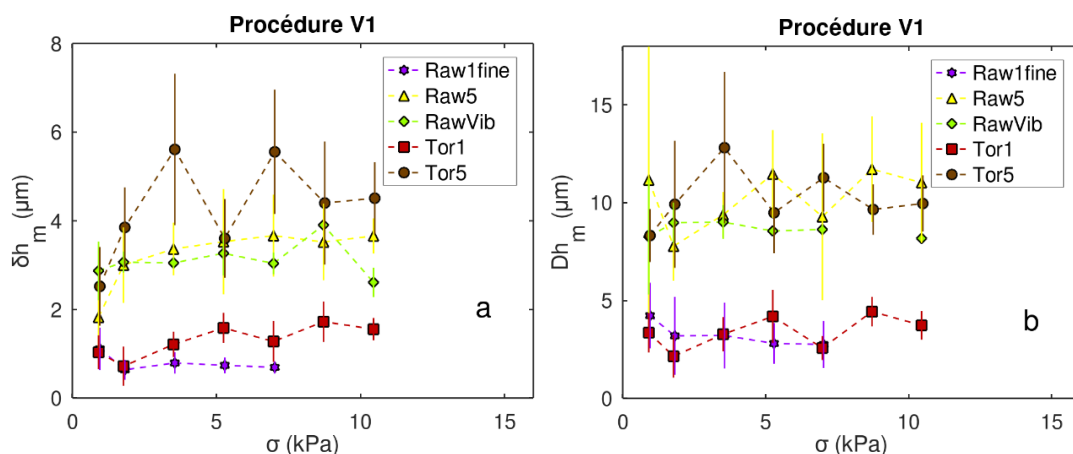


Figure 104 – a) Tassement du lit du lit lors d'un réarrangement δh_m et b) Tassement du lit entre deux réarrangements Dh_m en fonction de la contrainte normale appliquée σ .

Ces constatations indiquent qu'il est possible de considérer des valeurs moyennes du tassement du lit lors d'un réarrangement et entre deux réarrangements, peu importe la contrainte normale appliquée.

4.3.2.2. Procédure V0 (sans cisaillement du lit)

Dans cette section, l'influence de la contrainte normale sur les réarrangements est étudiée à partir des mesures réalisées avec la procédure V0, sans pré cisaillement du lit. La Figure 105 présente le tassement du lit lors d'un réarrangement et entre deux réarrangements, en fonction de la contrainte normale appliquée.

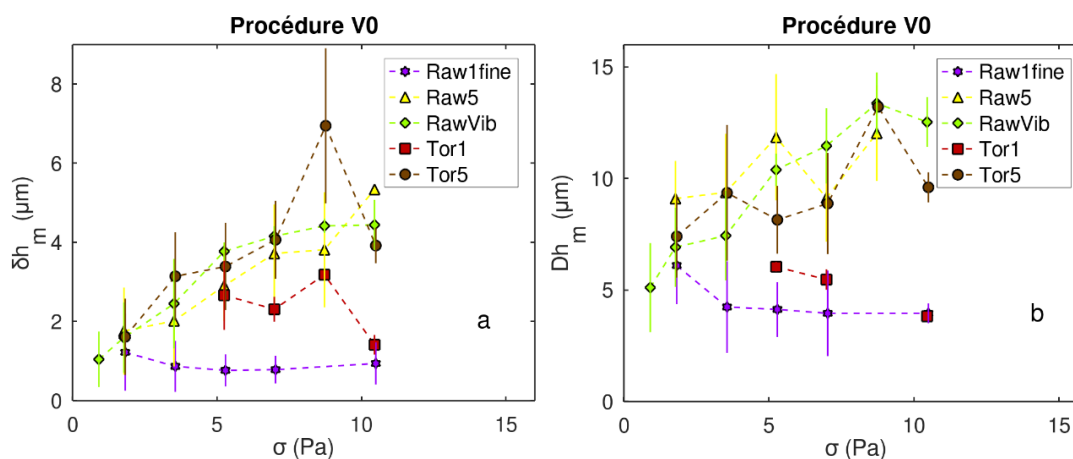


Figure 105 - a) Tassement du lit du lit lors d'un réarrangement δh_m et b) Tassement du lit entre deux réarrangements Dh_m en fonction de la contrainte normale appliquée σ .

Il est observé sur la Figure 105 que la contrainte normale exerce une influence sur le tassement du lit lors d'un réarrangement pour les poudres grossières : Tor5, Raw5 et RawVib. Pour ces poudres, le tassement lors d'un réarrangement vaut entre 1.6 μm et 1.7 μm sous une contrainte normale de 1.8 kPa. Il augmente jusqu'à 7.0 μm sous une contrainte normale de 8.8 kPa pour Tor5, et jusqu'à 4.4 μm et 5.3 μm

pour RawVib et Raw5 respectivement, sous une contrainte normale de 10.5 kPa. L'influence de la contrainte normale devient plus faible au-dessus de 5 kPa.

Cette allure n'est cependant pas retrouvée pour les poudres plus fines Tor1 et Raw1 fine.

L'évolution du tassement du lit entre deux réarrangements en fonction de la contrainte normale présente une allure similaire à celle décrite pour le tassement du lit lors d'un réarrangement.

Dans cette section, les mesures sont réalisées lors des essais sans cisaillement du lit, juste après la mise en place de la contrainte normale. Ainsi, cela peut expliquer l'influence plus importante de la contrainte normale sur les déplacements du lit pour ces essais, en comparaison des essais V1 pour lesquels le lit est déjà sous contrainte normale depuis quelques heures augmentant la rigidité du milieu.

4.3.3. Influence de l'historique des contraintes

La Figure 106 présente en ordonnée le tassement du lit lors d'un réarrangement et en abscisse le tassement du lit entre deux réarrangements. Les valeurs présentées correspondent aux valeurs moyennes calculées au cours d'un essai réalisé sous 1.0 kPa, avec un échantillon initialement lâche ou dense.

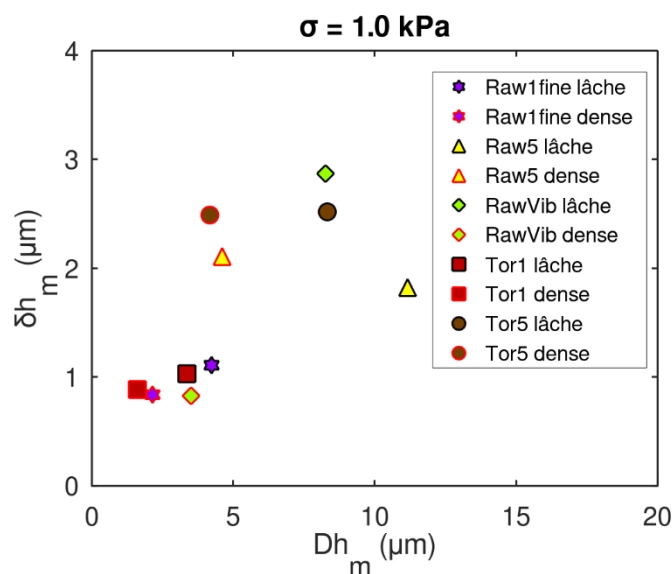


Figure 106 – En ordonnées : tassement moyen du lit δh_m durant un réarrangement. En abscisses : tassement moyen du lit entre deux réarrangements Dh_m . $\sigma = 1.0 \text{ kPa}$. État du lit lâche ou dense.

L'état initial du lit exerce une influence significative sur le déplacement du lit de poudre entre deux réarrangements. Lorsque le lit est dans un état dense, le tassement moyen du lit est réduit d'un facteur deux par rapport à la valeur mesurée lorsque le lit est dans un état initial lâche. Ce facteur deux est retrouvé pour toutes les poudres. Cependant, l'état initial du lit n'a pas un effet significatif sur le déplacement du lit lors d'un réarrangement.

Logiquement, il est observé que la porosité moyenne de l'échantillon diminue également lorsqu'il se trouve dans un état consolidé et dense. Cela signifie que les contacts entre particules sont plus nombreux,

diminuant les possibilités de réarrangements des grains. Les simulations numériques réalisées par S. Luding montrent que les réarrangements plastiques de grains sont plus fréquents au cours de la compression d'un système par rapport à la décompression réalisée ensuite. Il explique cela par la stabilité plus élevée du système qui est atteinte après la compression [201].

L'historique des contraintes appliquées sur l'échantillon impacte la fréquence d'apparition des réarrangements des grains, car il impacte la stabilité du système.

4.3.4. Influence de la porosité moyenne sur l'occurrence des réarrangements

La Figure 107 indique le nombre de réarrangements consécutifs de grains observés durant exactement 20 minutes de fluage du lit de poudre en fonction de la porosité moyenne du lit, en absence de contrainte tangentielle. Dans la Figure 107, toutes les poudres et toutes les contraintes normales étudiées sont confondues. Seul l'état initial du lit est différencié. La variation de la porosité au cours du fluage du lit est indiquée par des traits noirs. Comme il est visible sur la Figure 107, cette variation est inférieure à 0.01 pour tous les points.

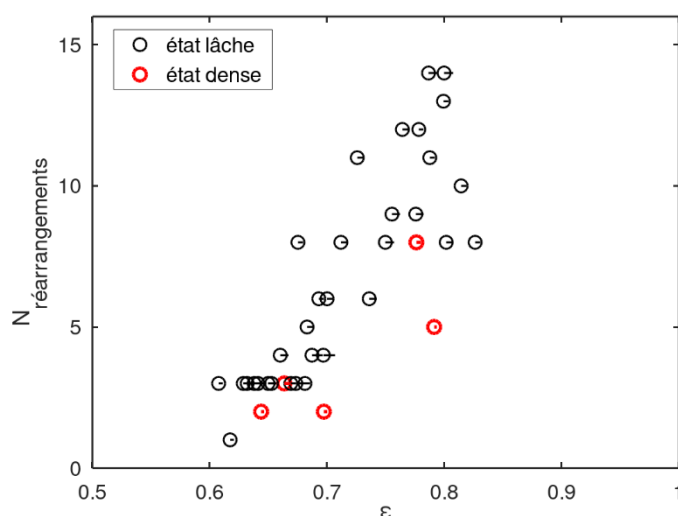


Figure 107 - Nombre de réarrangements consécutifs de grains $N_{réarrangements}$ observés pendant 20 minutes de fluage du lit de poudre en fonction de la porosité moyenne du lit ϵ . L'état initial du lit est soit lâche, soit dense.

Il apparaît que la relation entre le nombre de réarrangements soudains observés en vingt minutes et la porosité moyenne du lit a une allure relativement linéaire. Plus le lit est poreux, plus les réarrangements brusques sont nombreux. Les tassements soudains du lit sont la conséquence d'une réorganisation importante et collective de grains. Plus l'espace inter particulaire est important, plus les grains ont la possibilité de se réarranger.

Par ailleurs, les points obtenus avec un échantillon dense présentent la même tendance que les points obtenus avec un échantillon lâche. Cela suggère que les différences observées entre les deux états de lit concernant la présence des réarrangements sont seulement liées à la différence de porosité initiale.

La relation identifiée sur la Figure 107 ne passe pas par l'origine, et indique une porosité moyenne critique du lit autour de 0.6. Lorsque la porosité du lit est inférieure à 0.6, une durée de vingt minutes ne serait pas suffisante pour permettre la soudaine réorganisation du milieu granulaire. Il faut noter que la porosité du lit de poudre dans ces expériences est bien supérieure à la porosité d'un empilement aléatoire et lâche de sphères mono disperses, qui vaut 0.40 [202]. La présence des réarrangements lors du fluage d'un lit de poudre de bois est donc possible grâce à la grande porosité du milieu. Ce dernier point est d'ailleurs une spécificité des poudres de bois étudiées, due à la nature fibreuse des particules.

La compréhension de l'influence de la porosité sur la présence des réarrangements collectifs de grains reste à approfondir en testant d'autres échantillons de biomasse, de porosité inférieure à 0.6.

4.3.5. Relation entre D_h et δh

La Figure 108 présente le tassement du lit lors d'un réarrangement consécutif des grains en fonction du tassement du lit depuis le précédent réarrangement. Chaque point correspond à un réarrangement. La nature de la poudre est indiquée par des symboles différents. Les 5 ronds noirs pleins correspondent aux valeurs moyennes pour chacune des poudres, quels que soient la contrainte normale et l'état du lit. Les barres d'erreur indiquées sont les écarts-types.

Le tassement lors d'un réarrangement et le tassement entre deux réarrangements sont proportionnels entre eux. Le rapport entre D_h et δh varie entre 2.3 et 4.2 selon la poudre. Cette proportionnalité indique que le tassement lors d'un réarrangement et entre deux réarrangements sont contrôlés par la même dimension caractéristique. Comme D_h et δh dépendent de la nature de la poudre, cette dimension caractéristique pourrait être liée aux propriétés des grains.

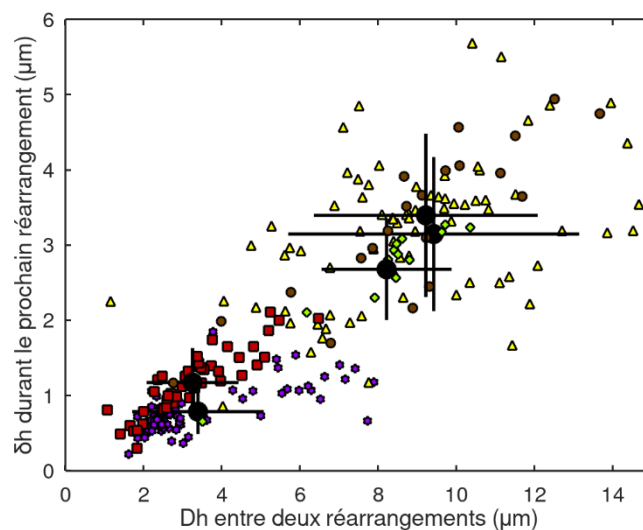


Figure 108 - Tassement du lit lors d'un réarrangement δh en fonction du tassement du lit depuis le précédent réarrangement Dh . Grande cellule. Procédure V1. Légende : Rond marron : Tor5, carré rouge : Tor1, triangle jaune : Raw5, losange vert : RawVib, hexagone violet : Raw1fine. Les ronds et traits noirs indiquent respectivement les valeurs moyennes et écarts-type, pour chaque poudre.

4.3.6. Influence de la taille des particules

L'amplitude du tassement du lit lors d'un réarrangement et entre deux réarrangements est étudiée en considérant la taille des grains.

L'article publié à la conférence Powders&Grains 21 [203] corrèle les déplacements du lit Dh et δh avec le diamètre médian d_{50} des particules. Ici, il est observé une meilleure linéarité entre ces grandeurs et la taille des plus grandes particules.

La Figure 109 présente le déplacement moyen entre deux réarrangements, $\langle Dh_m \rangle$, en fonction du diamètre des particules grossières. Le diamètre d_{90} représente le diamètre pour lequel 90 % des particules en volume ont un diamètre inférieur. Chaque point correspond à une poudre. Dans ce graphique, les résultats obtenus avec les deux procédures, V0 et V1, sont différenciés.

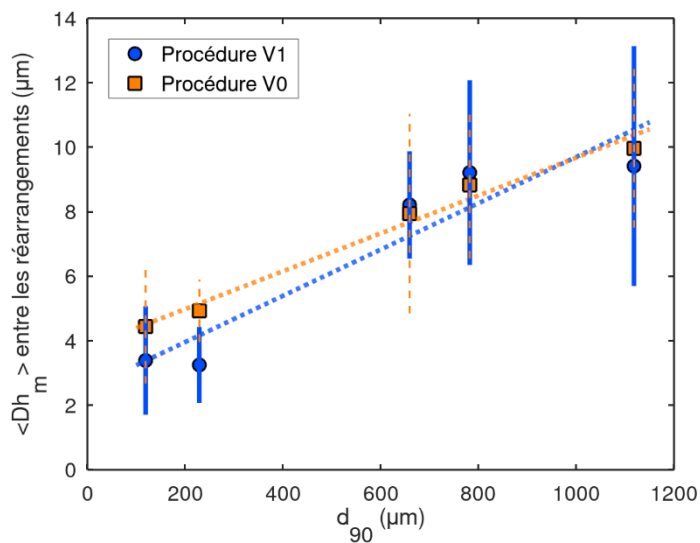


Figure 109 - Tassement moyen du lit entre deux réarrangements $\langle Dh_m \rangle$ en fonction du diamètre d_{90} de la poudre. Procédures V1 et V0.

Il est possible de conclure que plus les particules sont grosses, plus l'amplitude du déplacement du lit entre deux réarrangements est importante. Cette augmentation est linéaire, le coefficient de détermination vaut 0.94 et 0.99 dans le cas des procédures V1 et V0 respectivement. Par ailleurs, les relations sont relativement similaires pour les deux procédures. Il est rappelé ici que la procédure V0 étudie le fluage du lit directement après l'application d'une contrainte normale alors que la procédure V1 étudie le fluage du lit après que l'échantillon est cisailé en régime permanent. Ainsi, le cisaillement préalable de la poudre n'a pas un impact important sur l'amplitude moyenne du tassement. Par ailleurs, cette relation est fonction de l'état initial du lit, et donc de l'historique des contraintes. En effet, comme il est observé sur la Figure 106, pour une même poudre, l'état initial du lit modifie d'un facteur deux le déplacement du lit entre deux réarrangements.

La Figure 110 présente le tassement moyen du lit entre deux réarrangements, $\langle \delta h_m \rangle$, en fonction du diamètre d_{90} de la poudre. Les procédures V0 et V1 sont également différenciées.

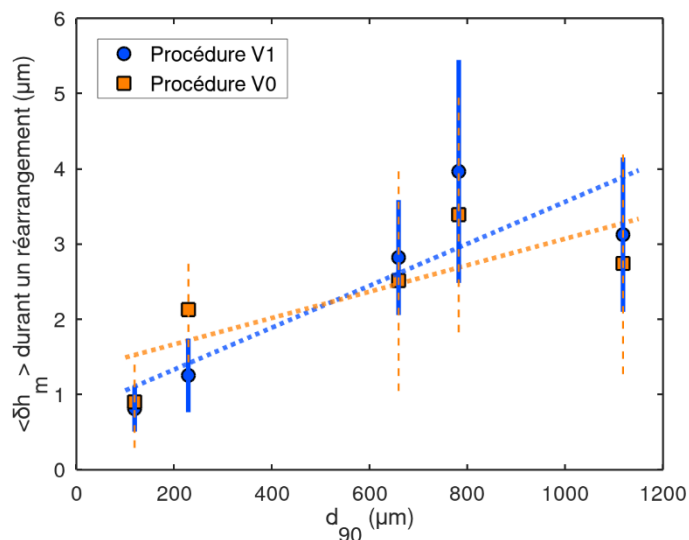


Figure 110 - Tassement moyen lors d'un réarrangement $\langle \delta h_m \rangle$ en fonction du diamètre d_{90} de la poudre. Procédures V1 et V0.

La relation entre le diamètre d_{90} et le tassement moyen lors d'un réarrangement ne présente pas une linéarité aussi évidente que pour le tassement moyen entre deux réarrangements. Les coefficients de détermination valent 0.86 et 0.78 pour les procédures V1 et V0 respectivement. Ici encore, les relations sont relativement similaires entre les deux procédures. Par ailleurs, comme l'état initial du lit n'a pas un effet significatif sur le tassement lors d'un réarrangement, cette relation est invariante de l'état initial du lit.

La taille des particules les plus grandes dominant dans le phénomène des réarrangements du milieu granulaire. Les tassements brusques du lit sont attribués à un réarrangement du milieu granulaire. Plus les particules sont grosses, plus le mouvement collectif d'un ensemble de particules entraîne une déformation importante du lit.

Quelle que soit la grandeur étudiée, il faut noter que plus de points seraient nécessaires pour confirmer les relations observées entre le diamètre des grosses particules et les amplitudes de déplacement du lit.

5. CONCLUSION ET PERSPECTIVES DU CHAPITRE

Les résultats obtenus dans ce chapitre sont les suivants :

Les essais d'arrêt et de reprise du cisaillement ne permettent pas d'observer un effet significatif du vieillissement sur les poudres de bois brut et torréfié. Dans le cas de la poudre de bois brut, l'augmentation du coefficient dynamique de frottement est de 4.5 % après une heure de repos. Cette augmentation est seulement de 3 % dans le cas de la poudre de bois torréfié. Un travail futur serait de préciser la validité des essais présentés ici pour décrire le comportement mécanique des poudres de bois après stockage.

La relaxation de la contrainte tangentielle et le fluage du lit sont d'ordre logarithmique dans le cas des poudres de bois testées, ce qui est en accord avec les nombreuses études menées sur le sujet. En particulier, la relation empirique proposée par Miksic et al. [197], qui décrit la relaxation d'un milieu granulaire comme un mécanisme en deux étapes, permet une approximation correcte des données expérimentales obtenues ici. L'état initial du lit de poudre a un effet important sur son tassement lors du fluage mais n'a pas un effet significatif sur la relaxation de la contrainte tangentielle. La relaxation de la contrainte tangentielle et la déformation du lit de poudre sont plus élevées pour les poudres de bois brut en comparaison des poudres de bois torréfié. Cela est attribué à la présence plus importante d'aspérités à la surface des particules de bois brut. La déformation du milieu granulaire entraîne une augmentation du nombre de points de contact entre les particules ce qui renforce la résistance du milieu et pénalise donc son écoulement.

Dans le cas des poudres de bois, la lente décroissance de la contrainte tangentielle et le fluage du lit sont interrompus par des réarrangements brusques et conséquents de particules, présentant une certaine régularité dans le temps. Quelques articles mentionnent un réarrangement isolé de particules entraînant une soudaine relaxation de contrainte mais, à notre connaissance, c'est la première fois qu'ils sont observés avec des poudres de bois. Les essais menés au cours de cette thèse ont permis d'observer plusieurs événements sur une durée d'une heure. Les réarrangements apparaissent de façon régulière.

Ces réarrangements sont observés uniquement dans la grande cellule de cisaillement. L'influence de la contrainte normale appliquée sur l'amplitude et sur la fréquence des réarrangements est relativement faible. Cependant, l'état initial du lit exerce une influence importante sur le tassement du lit entre deux réarrangements. Ce dernier est plus faible lorsque le milieu est dans un état dense au début de l'essai.

La présence des réarrangements est liée à la porosité moyenne de l'échantillon. Plus cette dernière est importante, plus les réarrangements sont nombreux. La déformation du lit lors d'un réarrangement et entre deux réarrangements est contrôlée par les plus grosses particules de la poudre.

En perspective de ce travail, d'un point de vue expérimental, il serait intéressant de tester d'autres échantillons de poudre, de nature variée, pour consolider les observations présentées et préciser les conditions nécessaires à l'apparition des réarrangements. La grande porosité du lit, due à la nature fibreuse des particules de bois, semble être un paramètre clé pour expliquer l'apparition de ces phénomènes. L'influence évidente de la géométrie de la cellule sur ces phénomènes reste peu claire et mérite plus d'attention.

Par ailleurs, étant donné la nature fibreuse des grains, il serait intéressant d'obtenir des informations sur l'organisation micro structurelle du milieu granulaire, telles que l'arrangement des grains au sein du milieu ainsi que leurs points de contact et les chaînes de force résultantes, en vue d'améliorer la compréhension des réarrangements soudains. Dans cette perspective, la tomographie à rayons X serait un outil intéressant.

Chapitre IV
Injection des poudres de bois à
l'échelle pilote

Le troisième et dernier chapitre expérimental de ce manuscrit s'intéresse au comportement des poudres de bois lors de leur injection à l'échelle pilote. Dans le procédé de gazéification de biomasse, il est indispensable d'assurer une injection continue et stable de matière. Cependant, cela n'est pas toujours le cas avec les poudres de biomasse. L'étude de la littérature a montré l'influence importante de la morphologie des particules pour assurer un écoulement continu et régulier (section 5.6.3).

L'objectif de ce chapitre est d'améliorer la compréhension de l'influence des caractéristiques morphologiques des particules sur les performances de l'injection par vis sans fin. Les essais sont menés à l'échelle pilote, avec des débits de l'ordre de quelques dizaines de $\text{kg}\cdot\text{h}^{-1}$, pour se rapprocher des conditions industrielles.

Deux dispositifs expérimentaux sont utilisés pour étudier l'injection gravitaire des poudres de bois, l'installation IRIS et les lock-hoppers du RFE GIROFLE. Les expériences sont principalement réalisées à froid et à pression atmosphérique. Un essai de gazéification est également réalisé.

Dans un premier temps, les poudres d'étude et les dispositifs expérimentaux sont présentés. La deuxième section présente quelques études préliminaires. Les influences de la hauteur de remplissage et de la morphologie des particules sur les performances de l'injection sont discutées dans la troisième et la quatrième section respectivement. La cinquième section met en avant les indicateurs pertinents pour anticiper la coulabilité de la poudre dans les installations pilotes. Enfin, l'avant-dernière section de ce chapitre présente l'essai de gazéification de la poudre de bois torréfié avec le RFE pilote du laboratoire. La dernière section conclue le chapitre et présente ses perspectives.

1. MATÉRIELS ET MÉTHODES

1.1. Poudres d'étude

Les poudres utilisées dans cette étude sont en grande partie celles présentées dans les chapitres précédents. Deux nouvelles poudres viennent compléter : RawVib2 et Tor5Vib. Par ailleurs, la poudre Raw1fine n'a pas été produite en quantité suffisante pour les essais à échelle pilote. La Figure 111 rappelle les chaînes de production.

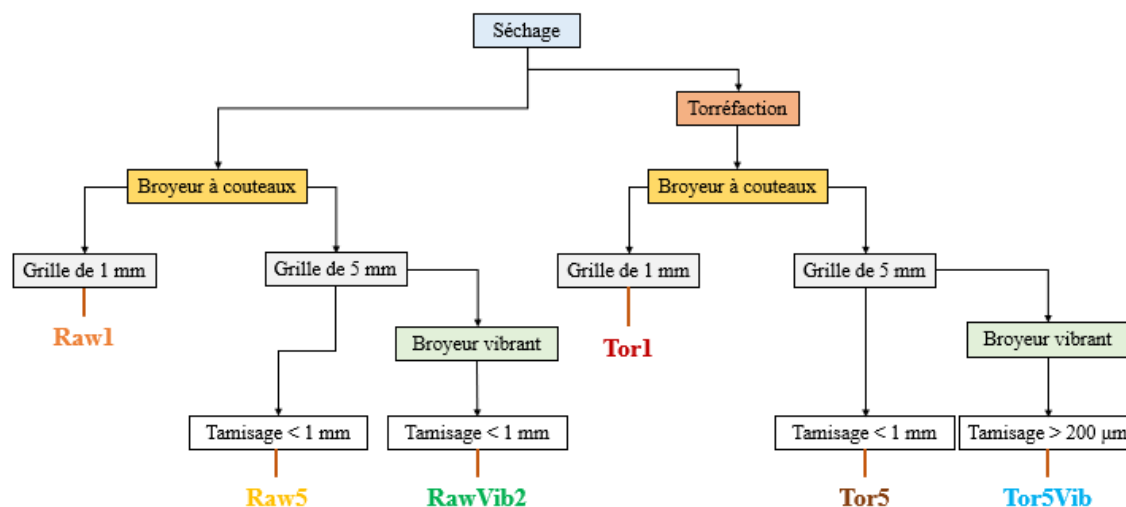


Figure 111 - Chaînes de production des poudres étudiées dans le chapitre IV.

Lors de la première campagne de broyage, la poudre RawVib n'a pas été produite en quantité suffisante pour les essais à l'échelle pilote. Une nouvelle campagne de production d'une poudre de bois brut affinée au broyeur vibratoire a été réalisée. Le débit d'alimentation du broyeur vibratoire est légèrement augmenté par rapport à la première campagne et vaut 2.5 kg.h⁻¹. Cela résulte en des particules légèrement plus fines et moins sphériques que les particules de la poudre RawVib. Afin de les distinguer, la poudre produite lors de cette deuxième campagne de broyage est appelée RawVib2.

La poudre Tor5Vib a été produite dans l'objectif de l'essai de gazéification dans le RFE. Il s'agit de la poudre de bois torréfié broyée au broyeur à couteaux, affinée au broyeur vibratoire et dont les particules inférieures à 200 µm ont été tamisées. En effet, la poudre Tor5 ne présente pas une coulabilité suffisante dans l'installation GIROFLE. La préparation de la poudre Tor5Vib est présentée dans la section 5.3.2 de ce chapitre.

Les caractéristiques morphologiques des poudres sont présentées dans le Tableau 21.

Tableau 21 - Caractérisations morphologiques des poudres d'étude. d = diamètre, l = longueur, AR = facteur d'aspect.

	d_{50} (μm)	l_{50} (μm)	AR_{50}	Span d	Span l
Tor1	25	221	0.62	8.9	4.1
Raw1	51	300	0.58	6.5	3.3
RawVib2	163	400	0.61	3.6	3.6
Tor5	264	1176	0.43	2.9	2.2
Tor5Vib	298	831	0.49	2.3	2.4
Raw5	662	2111	0.37	1.6	1.7

Le span représente l'étendue de la distribution granulométrique. Il est défini comme suit :

$$Span = \frac{X_{90} - X_{10}}{X_{50}} \quad (\text{Éq. 44})$$

X_{90} : Diamètre (ou longueur) pour lequel 90 % des particules en volume ont un diamètre (ou longueur) inférieur (μm)

X_{10} : Diamètre (ou longueur) pour lequel 10 % des particules en volume ont un diamètre (ou longueur) inférieur (μm)

X_{50} : Diamètre (ou longueur) médian (μm)

1.2. Dispositif d'injection à pression atmosphérique IRIS

L'étude de l'injection des poudres à échelle pilote à froid et à pression atmosphérique est réalisée avec le dispositif expérimental d'injection nommé IRIS (Injection gRavitaires de bIomasSes).

1.2.1. Description de l'installation

La Figure 112 montre une photo de l'installation IRIS et la Figure 113 présente un synoptique de l'installation.

Cette installation permet d'étudier le comportement d'une poudre de bois lors de son injection. L'injection peut être gravitaire uniquement ou alors aidée par un gaz. Dans cette étude, seule la première configuration est utilisée. L'installation est composée d'une trémie supérieure (TS), dans laquelle la poudre est stockée avant son injection. Une vis sans fin permet de convoier la poudre depuis la trémie supérieure jusqu'à un injecteur. La poudre est injectée dans une trémie intermédiaire posée sur des pesons, appelée trémie de pesée (TP). Enfin, quand l'essai est terminé, la poudre est déchargée dans la trémie réservoir, avant d'être remontée jusqu'à la trémie supérieure via un transport pneumatique.

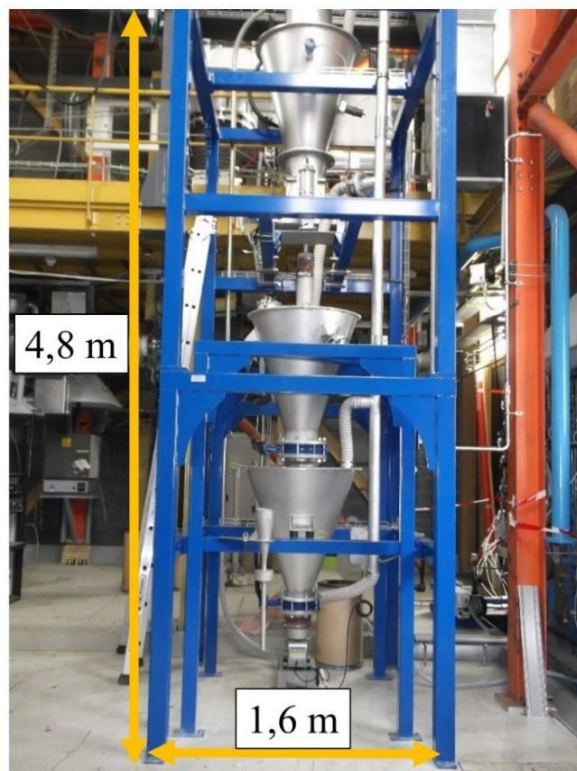


Figure 112 - Installation expérimentale d'injection de poudre à échelle pilote IRIS.

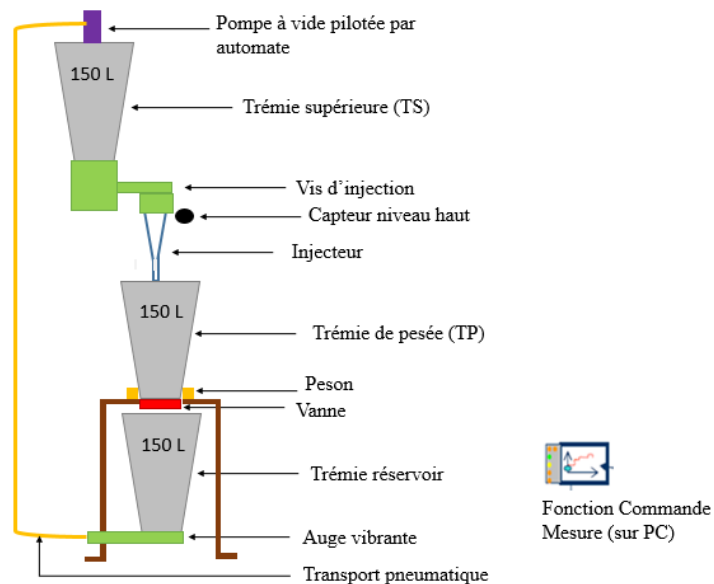


Figure 113 - Synoptique de l'installation IRIS. Note : les dimensions ne sont pas à l'échelle.

1.2.1.1. Vis d'injection

La vis d'injection d'IRIS est fournie par l'entreprise GERICKE (Figure 114). Il s'agit d'une vis sans fin avec arbre central. La géométrie de la vis est précisée dans le Tableau 22.

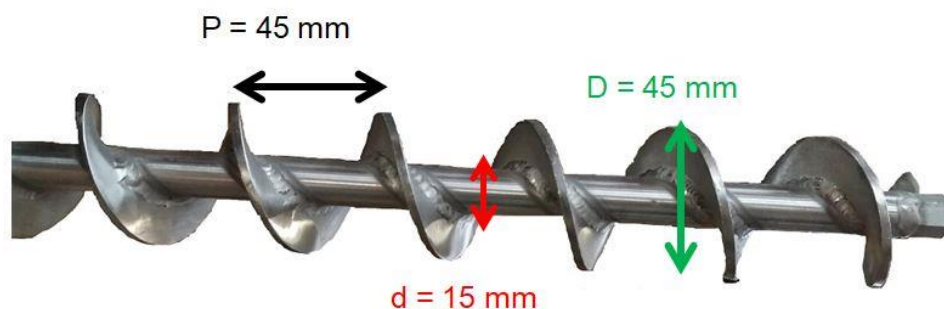


Figure 114 - Vis sans fin GERICKE.

Tableau 22 - Dimensions de la vis sans fin GERICKE.

	Diamètre (mm)
Coffrage (diamètre du fourreau)	57
Pas de vis, noté P	45
Arbre central, noté d	15
Filet de vis, noté D	45

La partie de la vis située sous la trémie supérieure est équipée de deux lames de dévoutage, distantes de 9 cm de l'arbre central. Elles permettent de casser les voûtes qui peuvent se former en amont de la vis. La vis alimente ensuite un tube d'injection.

1.2.1.2. Tube d'injection

Le tube d'injection est constitué d'une partie supérieure conique, de demi-angle 10° , et d'un tube de décharge vertical, de longueur 200 mm (Figure 115). Le tube est fait en acier inoxydable.

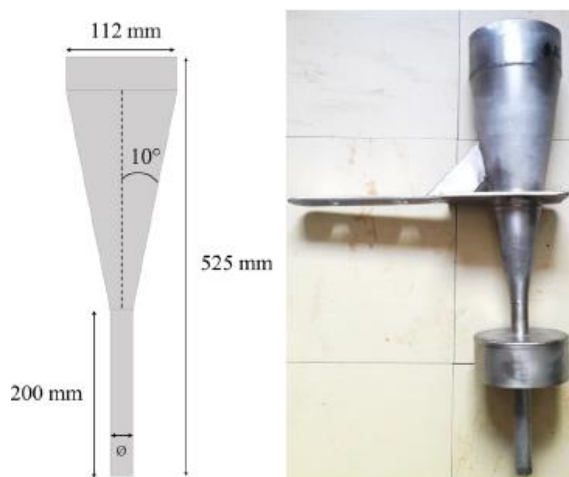


Figure 115 - Vue schématique et photo d'un injecteur. Note : l'anneau visible autour de l'injecteur sur la photo est indépendant du tube. Il est présent pour des raisons pratiques. Extrait de [3].

Le diamètre intérieur du tube d'injection est le seul paramètre variable. Les tubes d'injection disponibles au laboratoire ont un diamètre minimal variant entre 6 et 20 mm.

Un capteur de niveau est présent dans la tête du tube d'injection (Figure 113). Une alarme est déclenchée lorsque la poudre atteint ce capteur. Cela peut être la conséquence :

- D'un bouchage dans le cône d'injection.
- D'un débit d'alimentation par vis trop important en regard du débit en sortie d'injecteur.

1.2.2. Instrumentation de l'installation

L'installation est instrumentée afin de mesurer :

- La masse de poudre dans la trémie de pesée. La gamme de mesure est 0-50 kg et la résolution de la pesée donnée par le constructeur est de 0.02 kg.
- La puissance transmise par le variateur au moteur de la vis d'injection. La résolution de la mesure est de 8.8 W.

Les paramètres variables sont :

- La nature de la poudre
- Le diamètre d'injecteur : 20 mm, 16 mm, 14 mm, 12 mm, 10 mm et 8 mm
- La fréquence de rotation du moteur de la vis sans fin (5-99 Hz)
- Le niveau de remplissage de la trémie supérieure

L'acquisition des signaux (0-10 V) est réalisée grâce à un boîtier de marque AGILENT. Sauf mention contraire, les données sont mesurées toutes les secondes.

1.2.3. Protocole expérimental

La poudre est mise en place dans la trémie supérieure quelques minutes avant le début de l'injection. Cette action permet de limiter les éventuels effets du vieillissement de la poudre.

Le taux d'humidité de la poudre est mesuré avant de commencer les essais d'injection. Il est inférieur à 10 % pour toutes les poudres testées dans ce chapitre. Comme il a été observé par Vanneste-Ibarcq que le taux d'humidité influe sur la coulabilité de la poudre seulement à partir de 15 % [3], il est ici considéré que ce paramètre n'a pas d'influence significative. Lorsqu'elle n'est pas testée, la poudre est stockée dans des fûts fermés ce qui limite son humidification. Lorsque la poudre est en cours d'essai, elle est conservée dans la trémie de pesée, qui est maintenue fermée.

Les expériences sont réalisées sous atmosphère inerte (taux d'oxygène inférieur à 8 %) en raison du risque ATEX.

1.2.4. Exploitation des données

L'exploitation des données est réalisée avec le logiciel Excel. La Figure 116 présente un exemple de graphique obtenu avec un fichier d'exploitation type.

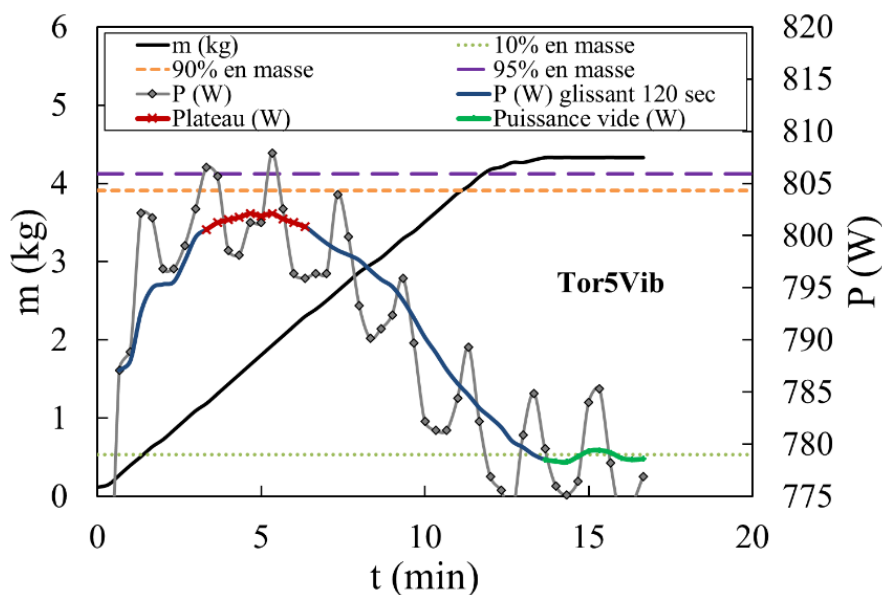


Figure 116 - Graphique type issu de l'exploitation d'un essai IRIS. Exemple présenté pour la poudre Tor5Vib.

L'acquisition des données est réalisée à chaque seconde t . Cependant, le fichier Excel est construit de manière à varier le pas de temps (t_p) pour exploiter les données. En effet, il est préférable d'utiliser un pas de temps suffisamment grand pour lisser les effets de la faible résolution de la balance. Il est constaté qu'un pas de temps de 20 secondes est suffisant pour qu'au moins 30 grammes de poudre soient injectés, quelle que soit la poudre et quelle que soit la vitesse de rotation de la vis. Sauf mention contraire, le pas de temps d'exploitation des fichiers est 20 secondes. Il faut noter que la puissance de la vis au temps t_i correspond à la puissance moyenne des $t_i - t_p$ dernières secondes. Les moyennes réalisées sur le signal de puissance sont donc indépendantes du pas de temps choisi.

Afin d'éviter les régimes transitoires de début et de fin d'injection, le débit massique est calculé par régression linéaire entre 10 et 90 % de la masse de poudre injectée. Les limites sont respectivement représentées par un trait pointillé fin vert et un trait pointillé grossier jaune dans l'exemple présenté en Figure 116. Le débit massique instantané est également calculé à chaque temps t_i . Le débit massique moyen correspond à la moyenne des valeurs de débit mesurées entre 10 et 90 % de la masse de poudre injectée. Pour tous les essais, le débit massique moyen est similaire au débit massique calculé par régression linéaire.

La puissance requise par la vis pour l'injection de la poudre est calculée seulement en régime stable. Cette période de stabilité est indiquée en trait grossier rouge avec les croix X sur la Figure 116. La puissance nette est calculée en soustrayant la puissance à vide. Cette dernière est calculée à la fin de l'injection sur quelques minutes. Cette période est indiquée en trait grossier vert avec des croix + sur la Figure 116.

L'écart-type des fluctuations est également calculé entre 10 et 90 % de la masse de poudre injectée. Les fluctuations sont calculées au temps t_i par rapport au débit massique moyen comme suit :

$$Fluc(t_i) = \frac{Q_{instant}(t_i) - Q_m}{Q_m} \quad (\text{Éq. 45})$$

$Q_{instant}(t_i)$: le débit massique calculé au temps t_i ($kg \cdot h^{-1}$)

Q_m : le débit massique moyen calculé durant la période d'injection stable ($kg \cdot h^{-1}$)

L'indicateur retenu pour quantifier les fluctuations du débit est alors l'écart-type des fluctuations, S_{fluc} .

1.3. Réacteur à flux entraîné GIROFLE

1.3.1. Présentation générale de l'installation

GIROFLE est un réacteur à flux entraîné (RFE) à l'échelle pilote, situé dans la plateforme GENEPI du CEA Liten.

Le débit massique de biomasse en entrée peut atteindre $50 kg \cdot h^{-1}$. La température moyenne et la pression de fonctionnement peuvent atteindre $1500 \text{ }^\circ\text{C}$ et 30 bars respectivement. La pressurisation de la poudre avant son injection est réalisée dans deux sas de pressurisation, appelés également « lock-hoppers ». L'apport d'énergie nécessaire à la gazéification est obtenu par un oxy brûleur au méthane (fonctionnement allothermique).

1.3.2. Description du système d'injection

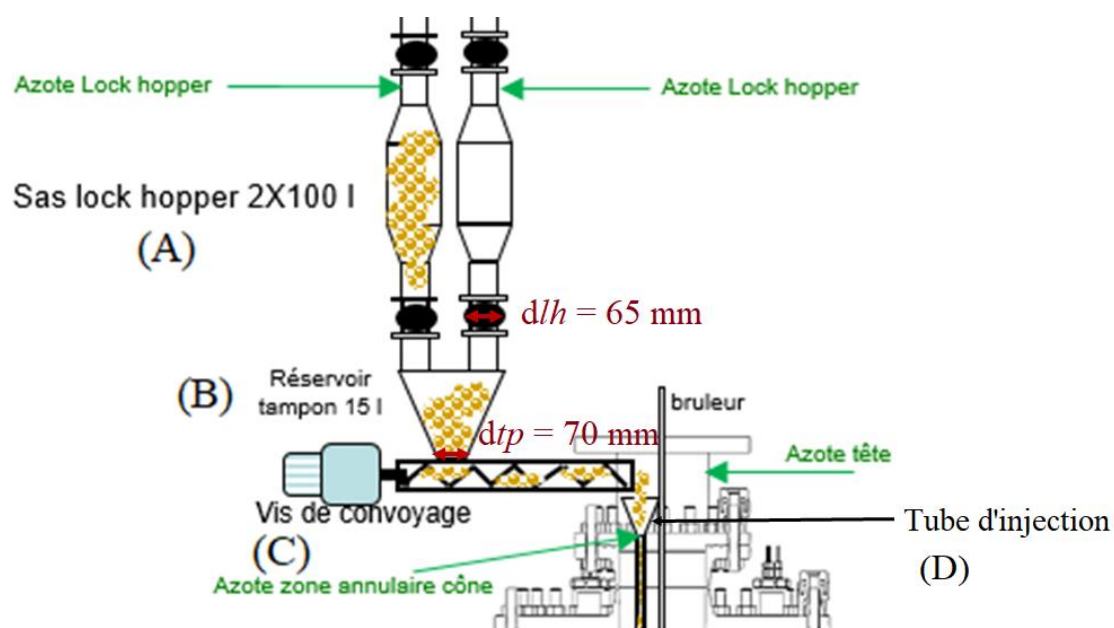


Figure 117 - Vue schématique du système d'injection du réacteur à flux entraîné GIROFLE.

La Figure 117 présente une vue schématique du système d'injection du RFE GIROFLE. Les ouvertures critiques pour le passage de la poudre sont indiquées. La poudre de bois est mise sous pression dans deux lock-hoppers, de volume unitaire 100 L (A). La mise sous pression de la poudre se fait par injection d'azote en haut des lock-hoppers. La plus petite section de passage en sortie de lock-hopper se situe au

niveau de la vanne. Le diamètre de passage, noté d_{lh} , mesure 65 mm. Le demi-angle d'inclinaison de la section conique inférieure du lock-hopper varie le long de la circonférence. Comme il est visible sur la Figure 118, le demi-angle maximal correspond au côté « extérieur » des lock-hoppers et vaut 40.5° alors que le demi-angle minimal correspond au côté « intérieur » des lock-hoppers et vaut 0° (la paroi est verticale). Ensuite, il y a une trémie intermédiaire (également appelée réservoir tampon) de volume 15 L (B). Ce réservoir tampon, de forme conique, a un diamètre de sortie, d_{tp} , qui mesure 70 mm et un demi-angle de 29° . Sous ce réservoir se trouve une vis sans fin sans âme (C) qui permet de convoyer la poudre jusqu'au cône d'injection, de diamètre interne 20 mm (D). Le demi-angle de ce cône est de 5° (D).

Afin d'aider l'écoulement de la poudre, un marteau pneumatique est présent sur chaque lock-hopper et frappe à une fréquence de 30 secondes. L'énergie fournie par le marteau au système n'est pas connue.

Une photo du système d'injection du réacteur est présentée en Figure 118.

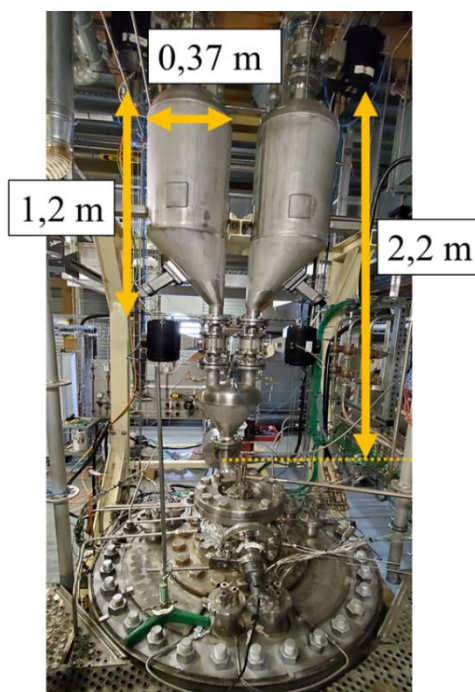


Figure 118 - Photo du système d'injection du réacteur à flux entraîné GIROFLE.

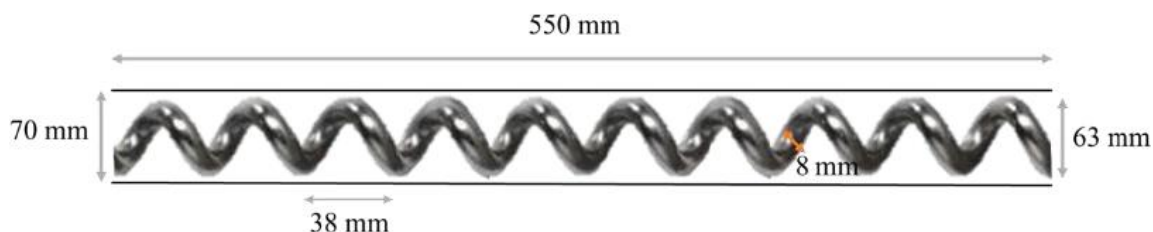


Figure 119 - Photo de la vis sans fin de GIROFLE. Extrait de [3].

Une photo de la vis sans fin sans âme est présentée en Figure 119. Les dimensions de la vis sans fin sont indiquées dans le Tableau 23.

Tableau 23 - Dimensions de la vis de GIROFLE.

	Diamètre (mm)
Coffrage	70
Pas de vis	38
Filet de vis	63
Longueur de la vis	550
Diamètre de la spire	8

1.3.3. Ajout d'un système de dévoutage dans la trémie supérieure

Afin de faciliter l'écoulement de la poudre et éviter la formation de voûte dans la trémie supérieure, un système de dévoutage a été mis en place dans la trémie intermédiaire. Ce système de dévoutage se présente sous la forme d'un batteur dont la rotation est assurée grâce à un moteur. Il peut donc être maintenu en fonctionnement continu durant l'essai. Son utilité a été validée durant les premiers essais d'injection à froid. Dans la suite de ce chapitre, les résultats présentés sont obtenus en sa présence.

1.3.4. Instrumentation de l'installation

Le RFE GIROFLE est largement instrumenté. Dans cette section, seules les instrumentations pertinentes pour cette étude sont présentées. Une distinction est faite entre les essais à froid et les essais à chaud car les mesures réalisées diffèrent.

1.3.4.1. Essais à froid

Les essais à froid ont un objectif double. Le premier est de vérifier la bonne coulabilité de la poudre dans l'installation. Le second est de déterminer le débit massique d'injection en fonction de la vitesse de rotation de la vis. Lors des essais à froid, la vis est découplée du réacteur car la poudre ne doit pas être injectée dans le réacteur. Pratiquement, cela consiste à modifier l'orientation de la vis d'un quart de tour. Un tuyau raccorde l'extrémité de la vis à un fut posé sur une balance. La masse est enregistrée toutes les secondes, afin de déterminer le débit massique instantané de poudre en sortie. La résolution de la balance de pesée est de 0.01 kg.

1.3.4.2. Essai de gazéification

Lors de l'essai de gazéification proprement dit, la température et la pression en différents points de l'installation sont mesurées.

Comme pour la torréfaction, la composition des gaz secs produits est analysée grâce à un micro-chromatographe en phase gazeuse (μGC).

Comme aucune pesée n'est réalisée sur la poudre avant injection, le débit massique d'injection durant l'essai à chaud est déduit de la vitesse de rotation de la vis, d'après les essais à froid réalisés préalablement. Lors d'un essai de gazéification, une injection régulière de poudre est primordiale. La

régularité de l'écoulement est observée visuellement grâce à une caméra située en face de l'extrémité de la vis.

1.3.5. Conditions opératoires de l'essai avec la poudre Tor5Vib

Les conditions opératoires de l'essai de gazéification de la poudre Tor5Vib sont une température de 1240 °C et une pression de 7 bars. Le débit d'injection de matière ciblé pour l'essai est 15 kg.h⁻¹.

2. ÉTUDES PRÉLIMINAIRES

2.1. IRIS

2.1.1. Convergence statistique

Lors du dépouillement des essais réalisés avec IRIS, une attention est portée sur la convergence statistique. En effet, comme le choix est fait de prendre un pas de temps d'exploitation de 20 secondes, il est nécessaire de s'assurer que le nombre de points retenus soit suffisant pour obtenir des résultats robustes. L'étude complète est proposée dans l'annexe IV A. Il est à retenir que la convergence est atteinte lorsqu'au moins 12 points sont pris en compte.

2.1.2. Signal de puissance

Le choix de la gamme de fréquence de rotation du moteur de la vis est réalisé à partir d'essais à vide. Il est observé que le signal de puissance présente un caractère fortement oscillatoire lorsque la fréquence de rotation du moteur est supérieure à 30 Hz. Par ailleurs, il y a une volonté de réaliser les essais d'injection avec des débits faibles, de quelques dizaines de $\text{kg}\cdot\text{h}^{-1}$ maximum, représentatifs des débits massiques atteints dans le RFE GIROFLE. Dans cette étude, les essais sont réalisés avec une fréquence de rotation du moteur variant entre 5 et 20 Hz, ce qui correspond à une rotation de la vis entre 8 et 31 rotations par minute (rpm) [3]. L'étude complète est présentée dans l'annexe IV B.

Par ailleurs, comme il est visible sur la Figure 116, le signal de puissance présente un caractère oscillatoire, de période de 120 secondes. Il faut noter que ce signal est tracé avec un pas de temps d'exploitation des fichiers de 20 secondes. Ainsi, pour l'exploitation de ce signal, les courbes sont lissées sur 120 secondes. L'annexe IV B présente l'étude de l'influence de la fréquence d'acquisition des données, de l'influence de la fréquence de rotation du moteur et de l'influence de la nature de la poudre injectée sur les oscillations du signal.

Enfin, la puissance requise par la vis en l'absence de matière diminue faiblement au cours du fonctionnement de la vis. Ce résultat est également regardé dans l'annexe IV B.

2.2. Calcul de la contrainte normale

2.2.1. Présentation du logiciel SiloStressTool

La contrainte normale exercée par la poudre dans la trémie supérieure du dispositif IRIS ou dans les lock-hoppers de GIROFLE est calculée grâce au logiciel SiloStressTool développé par D. Schulze. Ce

programme permet de calculer les contraintes qui s'exercent dans une trémie de géométrie simple comme cela est le cas dans cette étude.

Les calculs réalisés par le logiciel SiloStressTool s'appuient sur l'équation de Janssen pour la section verticale, et sur les méthodes de Motzkus et Enstand et Arnold/McLean pour la section conique [44].

Le logiciel nécessite de renseigner la géométrie de l'installation, les propriétés mécaniques de la poudre utilisée (angle de frottement poudre/poudre et angle de frottement poudre/paroi) (Tableau 24) et la quantité de poudre introduite dans la trémie.

Le Tableau 24 présente les propriétés des poudres testées dans cette étude. Le logiciel permet de renseigner la masse volumique de la poudre en fonction de la contrainte normale appliquée. La masse volumique de la poudre sous une contrainte normale donnée est calculée à partir de la masse volumique aérée de la poudre et de sa compressibilité. La compressibilité de la poudre en fonction de la contrainte normale est mesurée avec le rhéomètre FT4 jusqu'à 15 kPa. Le protocole de mesure standard du dispositif est utilisé. Les résultats sont présentés dans la Figure 120. L'angle de frottement poudre/poudre est déterminé à partir du lieu cinématique de rupture déjà construit pour la contrainte de pré consolidation de 2.7 kPa, et dont la méthode d'obtention est détaillée dans le chapitre II à la section 1.3.3.2. L'angle de frottement poudre/paroi est déterminé avec le dispositif FT4 pour une contrainte normale de 1 kPa.

Tableau 24 - Propriétés des poudres testées avec l'installation IRIS.

	ρ aérée (g.cm ⁻³)	Compressibilité (%)	Angle de frottement poudre/poudre (°) 2.7 kPa	Angle de frottement poudre/paroi (°) 1 kPa
Raw1	0.14 (0.00)	Figure 120	49	15
Tor5	0.17 (0.00)		49	14
RawVib2	0.25 (0.00)		45	13
Raw5	0.14 (0.00)		49	17
Tor1	0.17 (0.00)		48	16
Tor5Vib	0.25 (0.00)		46	15

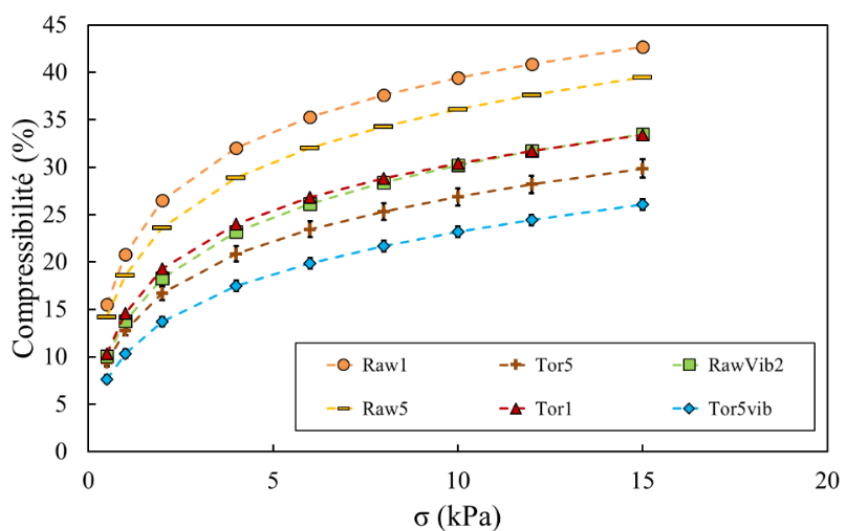


Figure 120 - Compressibilité des poudres étudiées en fonction de la contrainte normale σ .

2.2.2. Dispositif d'injection IRIS

2.2.2.1. Géométrie de la trémie supérieur IRIS

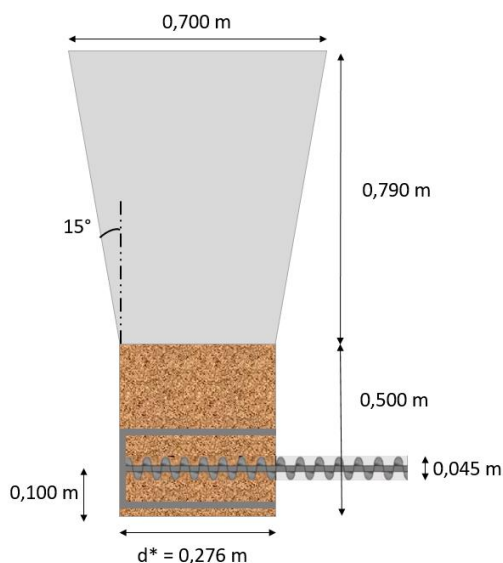


Figure 121 - Vue schématique et dimensions de la trémie supérieure IRIS utilisées pour les calculs réalisés avec *SiloStressTool*. Note : l'échelle n'est pas respectée.

La trémie supérieure d'IRIS est constituée d'une section supérieure de forme conique, de demi-angle 15° et de hauteur 0.790 m, sous laquelle se trouve une section verticale rectangulaire, de hauteur 0.500 m. La Figure 121 présente une vue schématique de la trémie supérieure d'IRIS, non à l'échelle. Les dimensions sont indiquées sur le schéma.

Bien que la section verticale inférieure soit en réalité rectangulaire, une géométrie cylindrique est choisie pour l'ensemble de l'installation car le logiciel ne permet pas de faire la distinction entre les deux parties de la trémie. Un diamètre équivalent d^* est utilisé pour la section verticale pour conserver la même section de passage entre la réalité et le modèle. Le choix de conserver une section de passage identique permet de respecter le volume de la section verticale inférieure.

La Figure 122 compare la contrainte normale à différentes hauteurs du lit de poudre selon la géométrie renseignée dans le logiciel, cylindrique ou rectangulaire, pour l'ensemble de la trémie. Ce graphique permet de vérifier que le choix d'une géométrie cylindrique à la place d'une géométrie rectangulaire influence faiblement la contrainte normale calculée au niveau de la vis. L'écart est de 15 Pa dans l'exemple proposé en Figure 122.

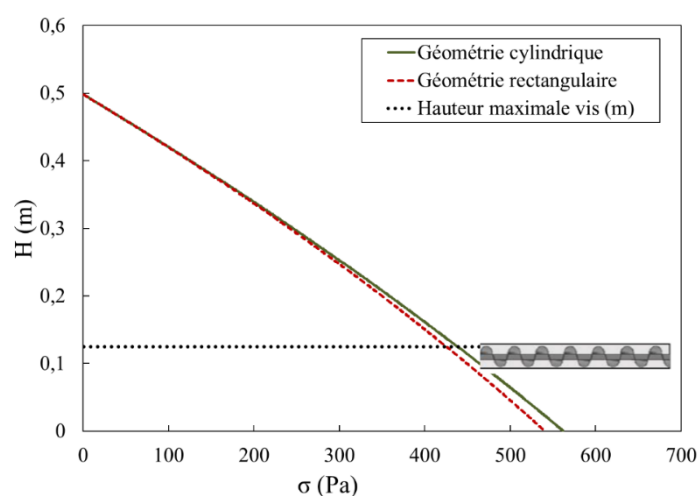


Figure 122 - Contrainte normale σ estimée à différentes hauteurs H dans la trémie supérieure. Poudre : Raw1. Remplissage initial : 4.46 kg.

2.2.2.2. État des contraintes dans la trémie

Le logiciel permet de choisir l'état du champ des contraintes dans la trémie. Le champ initial établi lors du remplissage correspond à un champ de contrainte actif. Dès que la vanne de sortie de la trémie est ouverte, la vidange commence, ce qui modifie le champ des contraintes dans la partie conique de la trémie. Il est alors qualifié de passif. La contrainte verticale au cours de l'écoulement est plus faible que la contrainte verticale initiale [2]. Dans cette étude, la contrainte verticale au niveau de la vis est calculée dans les deux configurations. A l'instar de Dai et al, la contrainte verticale retenue est la moyenne arithmétique de la contrainte verticale initiale et de la contrainte verticale au cours de l'écoulement [162].

2.2.2.3. Contrainte calculée au niveau de la vis d'injection

La Figure 123 indique la contrainte normale qui s'applique sur la vis d'injection en fonction du volume initial de poudre présent dans la trémie supérieure (TS), pour les six poudres testées dans cette étude. Le volume de la section verticale est représenté par un trait violet. La contrainte normale exercée sur la vis

augmente linéairement avec le volume jusqu'à ce que ce dernier atteigne un volume critique d'une quarantaine de litres, soit légèrement supérieur au volume de la section verticale. Ensuite, l'augmentation de la contrainte normale avec le volume de poudre initial est moins forte. Cela indique que lorsque le remplissage initial atteint la section conique de la trémie supérieure, une partie de la poudre ajoutée est supportée par les parois. A volume de poudre identique, la contrainte verticale appliquée au niveau de la vis dépend de la poudre. Les poudres plus denses comme RawVib2 et Tor5Vib induisent des contraintes verticales plus importantes.

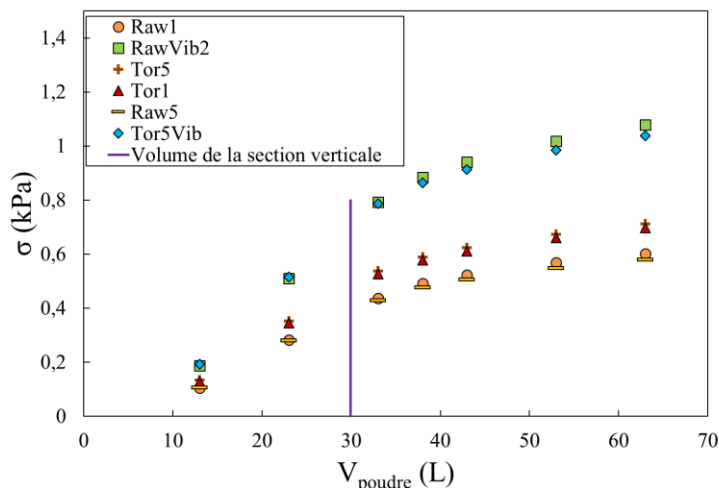


Figure 123 - Contrainte normale σ estimée au niveau de la vis Gericke en fonction du volume de poudre V_{poudre} dans la trémie supérieure (TS). Le volume de la section verticale inférieure est indiqué en trait continu violet.

2.2.3. Lock-hoppers de l'installation GIROFLE

2.2.3.1. Géométrie d'un lock-hopper

La représentation géométrique d'un lock-hopper de GIROFLE utilisée pour les calculs avec le logiciel SiloStressTool est indiquée en Figure 124. Les dimensions sont indiquées. La hauteur et le diamètre de la section verticale valent respectivement 0.790 m et 0.372 m. Le diamètre de sortie vaut 7.3 cm. La hauteur de la section conique inférieure vaut 0.410 m. Il est important de noter que la géométrie n'est pas respectée pour la section conique comme le logiciel ne permet pas de faire varier le demi-angle d'inclinaison de la paroi. Il est choisi un demi-angle moyen de 20°. Ce choix a le mérite de respecter le volume de la section conique du lock-hopper. Cependant, cette simplification implique que les contraintes verticales calculées pour la section conique ne soient pas représentatives des contraintes réelles. Les résultats sont à considérer avec précaution.

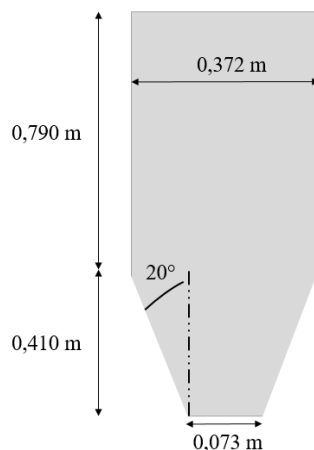


Figure 124 - Vue schématique et dimensions d'un lock-hopper de GIROFLE utilisées pour les calculs réalisés avec SiloStressTool. Note : l'échelle n'est pas respectée.

2.2.3.2. Calcul de la contrainte verticale : Exemple de Tor5

La Figure 125 montre la contrainte verticale le long de la hauteur du lock-hopper ainsi que la contrainte normale à la paroi pour la poudre Tor5, calculées avec le logiciel SiloStressTool. La poudre Tor5 est testée avec un remplissage initial de 6.2 kg.

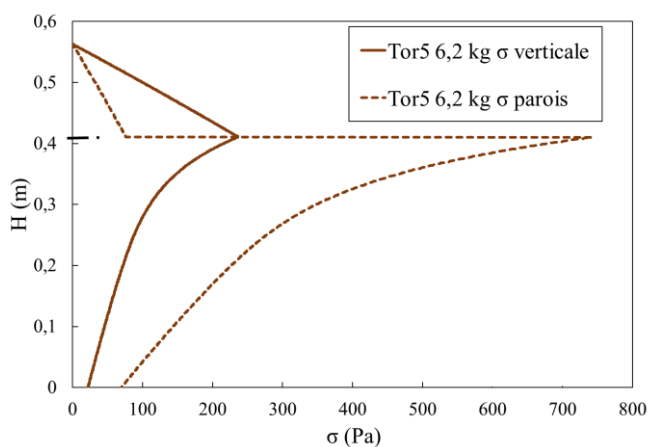


Figure 125 - Contrainte verticale exercée par la poudre le long de l'axe vertical du lock-hopper. Poudre : Tor5. $m = 6.2 \text{ kg}$.

La contrainte verticale augmente linéairement en fonction de la distance à la surface, avant d'atteindre une valeur maximale à l'interface entre la section verticale et la section conique inférieure. A cet endroit du lock-hopper, la contrainte normale à la paroi augmente brusquement. Ensuite, la contrainte verticale et la contrainte normale à la paroi diminuent non linéairement. Cela indique que la poudre dans la section conique ne subit pas en totalité le poids de la poudre, cette dernière se reposant sur les parois.

3. INFLUENCE DU REMPLISSAGE DE LA TRÉMIE SUPÉRIEURE

Cette section présente l'influence du remplissage de la trémie supérieure sur le débit massique d'injection de la poudre et ses fluctuations, ainsi que sur la puissance requise par la vis pour le convoyage.

3.1. Débit d'injection

La Figure 126 indique la variation relative du débit massique de poudre injectée en fonction du chargement initial de la trémie. Le premier point correspond à l'essai dont la durée de l'injection est suffisante pour obtenir la convergence statistique (section 2.1.1). Il dépend de la poudre.

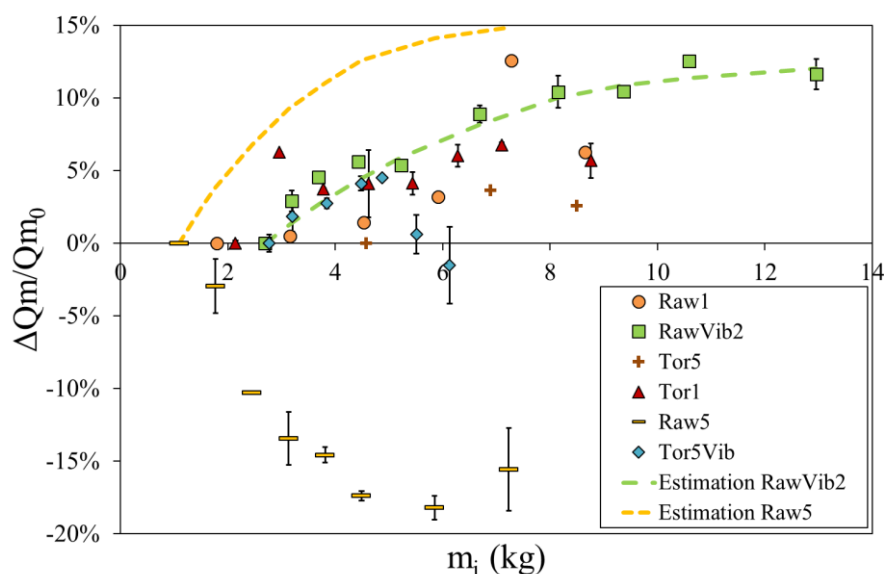


Figure 126 - Variation relative du débit massique d'injection $\frac{\Delta Q_m}{Q_{m_0}}$ en fonction de la masse de poudre m_i initialement présente dans la trémie. Q_{m_0} correspond au débit massique mesuré pour la masse de poudre testée la plus faible. En trait pointillé : valeurs estimées à partir des mesures de compressibilité. $\omega_{vis} = 31$ rpm.

Il est observé sur ce graphique que le débit massique augmente en fonction du remplissage de la trémie supérieure pour toutes les poudres étudiées à l'exception de la poudre Raw5. Le remplissage le plus important testé correspond à un essai réalisé avec la poudre de bois brut broyée au vibrant RawVib2 avec une masse initiale de 13 kg. Avec un chargement initial de 13 kg, le débit massique augmente de 12 % par rapport à un chargement initial de 2.7 kg.

L'augmentation du débit massique en fonction de la masse de poudre initiale peut être estimée à partir des mesures de compressibilité présentées dans la Figure 120. Cette estimation est présentée sur la Figure 126 uniquement pour les poudres RawVib2 et Raw5 par souci de clarté. Il est observé une bonne concordance entre l'estimation et les valeurs expérimentales pour la poudre RawVib2, ce qui indique que

l'augmentation du débit massique est expliquée par la contrainte plus importante appliquée au niveau de la vis qui tend à tasser davantage la poudre dans les pas de vis. Cette conclusion est valable pour toutes les poudres à l'exception de la poudre Raw5.

La poudre Raw5 a un comportement totalement différent des autres poudres. En effet, le débit massique tend à diminuer en fonction de la masse initiale introduite. Il diminue jusqu'à 18 % quand la masse initiale augmente de 1.1 à 5.9 kg. Cette poudre étant une des poudres les plus compressibles à faible contrainte (14.2 % sous 0.5 kPa), il était particulièrement attendu pour cette poudre que la hauteur de remplissage de la trémie ait un effet sur le débit massique injecté, la poudre se tassant dans les pas de vis. Lopez et al. ont étudié grâce à la DEM le comportement en écoulement dans une vis d'injection de particules anguleuses et cohésives. Ils ont observé que plus les forces de cohésion sont importantes, plus la masse de poudre dans un pas de vis est faible. Ils expliquent cela par le remplissage incomplet du pas de vis à cause de la présence d'arches temporaires dans la trémie d'alimentation de la vis [204]. Dans cette étude, la diminution du débit massique en fonction de la masse initiale de poudre est possiblement expliquée par la formation de voûtes temporaires dans la trémie supérieure. Cette supposition est motivée par les caractéristiques très fibreuses des particules de la poudre Raw5. Toutefois, les parois de la trémie étant opaques, il n'est pas possible d'appuyer visuellement cette supposition.

3.2. Fluctuations du débit

La Figure 127 présente l'écart-type des fluctuations du débit massique en fonction de la masse de poudre initiale dans la trémie supérieure (TS).

Pour les poudres Tor5Vib, Tor1, Tor5, RawVib2 et Raw1, il n'existe pas de tendance claire entre l'écart-type des fluctuations du débit et le remplissage de la trémie supérieure. A l'exception des essais réalisés avec le plus faible taux de remplissage, l'écart-type des fluctuations est relativement indépendant du niveau de remplissage de TS. Sans prendre en compte le premier point, l'écart-type des fluctuations varie entre 11 et 17 % pour la poudre Tor5Vib, entre 15 et 17 % pour la poudre Tor1, entre 12 et 14 % pour la poudre RawVib2, entre 20 et 22 % pour la poudre Raw1 et entre 22 et 25 % pour la poudre Tor5. Il faut noter qu'il n'est pas possible de comparer les différentes poudres à partir de ces mesures car le débit massique diffère selon les poudres. Or, le calcul des fluctuations tient compte du débit massique (section 1.2.4). L'influence de la poudre sur les fluctuations du débit massique est étudiée dans la section 4.4 de ce chapitre.

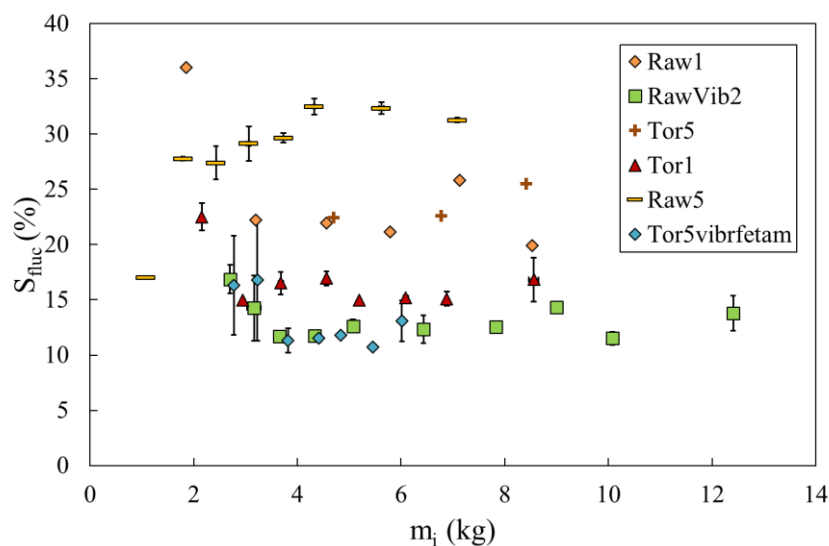


Figure 127 - Écart-type des fluctuations S_{fluc} en fonction de la masse de poudre m_i initialement présente dans la trémie. $\omega_{vis} = 31$ rpm.

L'indépendance de l'écart-type des fluctuations avec le chargement initial est moins évident dans le cas de la poudre Raw5. Il apparaît sur la Figure 127 que l'écart-type des fluctuations augmente faiblement en fonction de la masse de poudre initiale. Il augmente de 27 % à 32 % lorsque la masse initiale augmente de 1.8 kg à 7.1 kg. Ici encore, la formation de voûtes temporaires dans la trémie supérieure pourrait être à l'origine de l'augmentation de l'instabilité du débit. Cette augmentation est toutefois faible, et d'autres points seraient nécessaires pour confirmer cette tendance.

3.3. Puissance requise par la vis pour le convoyage

3.3.1. Influence du chargement initial

L'influence de la masse de poudre introduite dans la trémie supérieure sur la puissance requise par la vis est étudiée. La masse de poudre introduite initialement impacte directement la contrainte normale au niveau de la vis, comme cela a été montré dans la section 2.2.2.3. La Figure 128 présente la puissance nette en régime stable en fonction de la contrainte normale estimée, dans le cas de la poudre Tor5Vib.

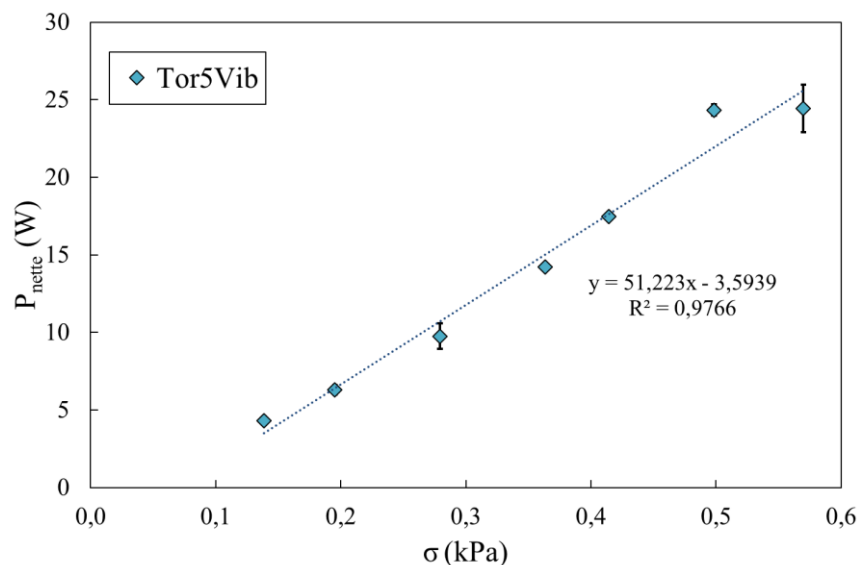


Figure 128 - Puissance nette P_{nette} requise par la vis en fonction de la contrainte normale σ . Poudre : Tor5Vib.
 $\omega_{vis} = 31 \text{ rpm}$.

Il apparaît clairement une relation linéaire entre la puissance nette transmise par le variateur à la vis et la contrainte normale estimée au niveau de la vis. Le coefficient de régression linéaire vaut 0.98. Cette relation ne passe pas exactement par l'origine. Cela est expliqué partiellement par le choix d'une géométrie cylindrique. Comme il est présenté en section 2.2.2.1, cela induit une contrainte normale plus élevée d'une dizaine de pascals en comparaison de celle estimée en utilisant une géométrie rectangulaire. Ensuite, le calcul réalisé avec SiloStressTool ne tient pas compte de la présence des lames de dévoutage attachées à la vis. Ces dernières supportent une partie du poids de poudre, ce qui réduit la contrainte normale réelle qui s'applique sur la vis.

A vitesse de rotation constante du moteur, il existe une relation linéaire entre le couple T et la puissance P . Par ailleurs, le modèle analytique de calcul du couple développé initialement par Yu et al. en 1997 [165], et complété par Dai et al. en 2008 [162], exprime le couple en fonction de la contrainte normale exercée sur la vis, du diamètre de la vis et d'un facteur adimensionnel K_i . Ce facteur adimensionnel est dérivé du calcul des forces axiales et tangentielles qui s'exercent sur le matériau dans un pas de vis. Il s'exprime en fonction des paramètres géométriques de la vis ainsi que des coefficients de frottement entre les différentes surfaces (poudre/poudre ou poudre/paroi). L'expression est présentée dans la section 5.6.3 de l'état de l'art. En prenant en compte ce qui précède, la puissance peut ainsi être exprimée comme suit :

$$P = T * \omega_{moteur} = K_i \sigma D^3 \omega_{moteur} \text{ (Eq. 46)}$$

P : Puissance (W)

T : Couple (Nm)

ω_{moteur} : Vitesse de rotation du moteur ($\text{rad} \cdot \text{s}^{-1}$)

σ : Contrainte exercée sur la vis (Pa)

D : Diamètre de la vis (m)

K_i : Facteur adimensionnel

Tous les points présentés dans la Figure 128 sont obtenus avec la même fréquence de rotation du moteur de la vis d'alimentation (20 Hz). Ainsi, la relation linéaire obtenue expérimentalement entre puissance nette requise par la vis et contrainte normale pour la poudre Tor5Vib est cohérente avec le développement théorique proposé par Dai et al. La pente de la courbe expérimentale correspond alors au facteur $K_i D^3 \omega_{\text{moteur}}$.

3.4. Conclusion de la section

En conclusion de cette section, la hauteur du lit de poudre dans la trémie supérieure exerce une influence sur le débit massique injecté. Cet effet est expliqué par le tassement de la poudre dans les pas de la vis sans fin, d'autant plus important que la quantité initiale de poudre est grande. Cependant, cette conclusion n'est pas valable pour la poudre Raw5. Il est nécessaire de mener des essais complémentaires avec cette poudre pour comprendre cette différence de comportement.

Ensuite, la hauteur du lit de poudre n'exerce pas une influence significative sur les fluctuations du débit massique.

Enfin, la puissance requise par la vis d'injection augmente linéairement en fonction de la contrainte normale que la poudre exerce sur la vis. Cela indique l'importance de comparer les essais à contrainte normale identique pour évaluer l'énergie nécessaire au convoyage de la ressource.

4. INFLUENCE DE LA MORPHOLOGIE DES PARTICULES

Cette section est focalisée sur l'étude de l'influence de la morphologie des particules sur l'injection de la poudre. En particulier, les indicateurs considérés sont la puissance requise par la vis, son taux de remplissage et les fluctuations du débit massique de poudre.

4.1. Puissance requise par la vis pour le convoyage

Dans cette partie, il est proposé de comparer la puissance requise par la vis en fonction de la nature de la poudre convoyée. Le facteur de comparaison est le facteur $K_i D^3 \omega_{\text{moteur}}$, introduit dans la section précédente. Étant donné que la géométrie de la vis est identique pour toutes les poudres testées, et en réalisant les essais à la même fréquence de rotation du moteur, la pente de la droite $P = f(\sigma)$ permet de comparer « la résistance » des poudres lors du convoyage. La Figure 129 présente la puissance nette en régime stable en fonction de la contrainte normale que la poudre exerce sur la vis.

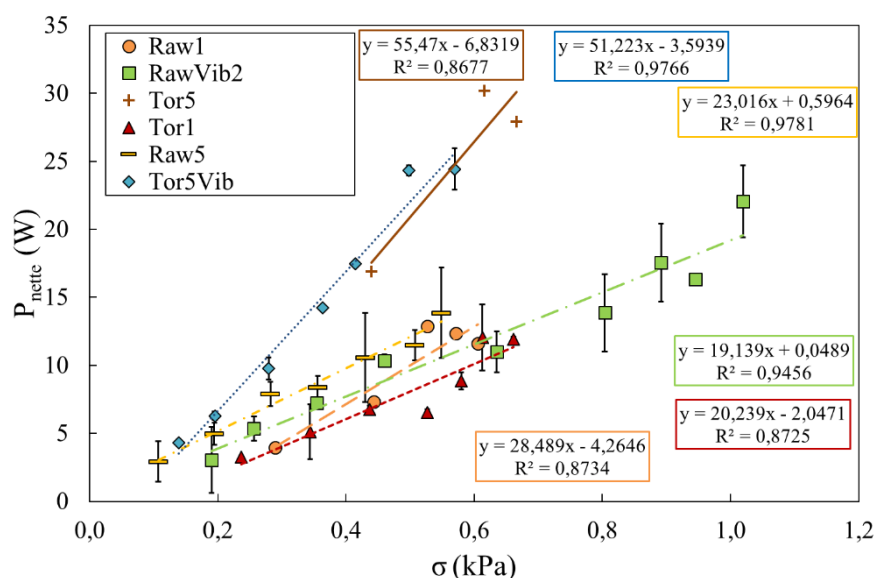


Figure 129 - Puissance nette P_{nette} requise par la vis en fonction de la contrainte normale σ . $\omega_{\text{vis}} = 31 \text{ rpm}$.

Tout d'abord, la relation linéaire entre puissance requise par la vis et contrainte normale est retrouvée pour toutes les poudres. Les coefficients de détermination varient entre 0,87 et 0,98. Les régressions linéaires passent relativement proches de l'origine pour les poudres RawVib2 et Raw5 mais s'en éloignent pour les autres.

Ce graphique indique que les poudres de bois torréfié Tor5Vib et Tor5 nécessitent plus de puissance pour leur convoyage en comparaison des poudres Raw5, RawVib2, Raw1 et Tor1, à contrainte normale égale. Ces deux premières poudres sont constituées de particules grossières et plutôt allongées (le facteur d'aspect médian est inférieur à 0,5). Les poudres RawVib2, Raw1 et Tor1 sont constituées de particules circulaires, de

facteur d'aspect médian supérieur à 0.6. Cela est en accord avec les constatations présentées par Dai et al. [152] qui indiquent que le convoyage de particules grossières nécessite un couple moyen plus important que les particules fines. De même, ils ont observé que le convoyage de particules allongées requiert un couple plus important que le convoyage de particules sphériques.

Cependant, de manière surprenante, le convoyage de la poudre Raw5, composée de particules grossières ($d_{50} = 662 \mu\text{m}$) et allongées ($AR_{50} = 0.37$), est moins coûteux en termes de puissance que le convoyage de la poudre Tor5Vib. En regard des suppositions déjà présentées dans la section 3.1, cela pourrait être expliqué par une surestimation de la contrainte appliquée par la poudre. En effet, si des voûtes temporaires se forment dans la trémie supérieure, il est possible que la contrainte estimée grâce au logiciel SiloStressTool soit éloignée de la contrainte « réelle » au niveau de la vis. Cela signifierait alors que la pente est sous-estimée.

4.2. Consommation énergétique du convoyage

Afin de limiter les incertitudes liées à la définition du régime stable, il est proposé d'étudier également l'énergie requise par la vis pour injecter un kilogramme de matière, notée E_{inj} , définie par la relation suivante :

$$E_{inj} = \frac{\int_{10\% \text{ masse}}^{95\% \text{ masse}} P(t) dt}{m_{inj}} \quad (\text{Eq. 47})$$

P : Puissance requise par la vis d'injection (kW)

m_{inj} : Masse de poudre injectée sur la période entre 10 % et 95 % de la masse de poudre injectée (kg)

La consommation énergétique est calculée sur la période comprise entre 10 % et 95 % de la masse de poudre injectée. La consommation énergétique est divisée par la masse totale de poudre injectée durant cette même période. Il est précisé qu'il s'agit ici de la masse totale, et non pas de la masse sur base sèche.

La Figure 130 indique la consommation énergétique nette par masse injectée en fonction de la contrainte normale estimée. Comme la puissance nette, la consommation énergétique spécifique nette augmente linéairement avec la contrainte normale appliquée sur la vis. Les données expérimentales sont correctement ajustées par une droite, avec des coefficients de détermination compris entre 0.77 et 0.99.

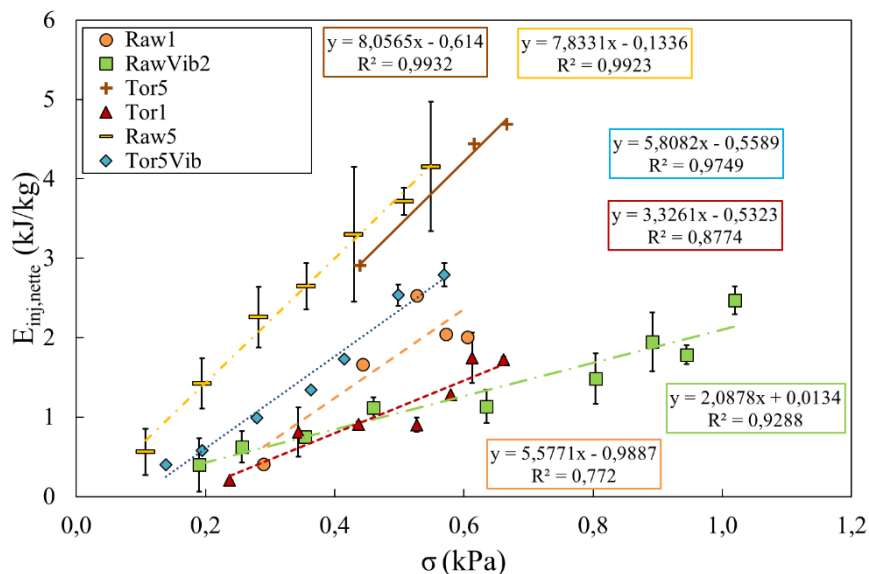


Figure 130 - Energie requise pour injecter un kilogramme de poudre $E_{inj,nette}$ en fonction de la contrainte normale σ .

Tracer la consommation énergétique spécifique nette au lieu de la puissance conduit à un classement différent des poudres. Ce nouveau classement est plus cohérent en regard des considérations soulevées par Dai et al [152]. Les particules de Raw5, grossières et allongées, sont les plus nécessiteuses en énergie lors de leur convoyage jusqu'à l'injecteur.

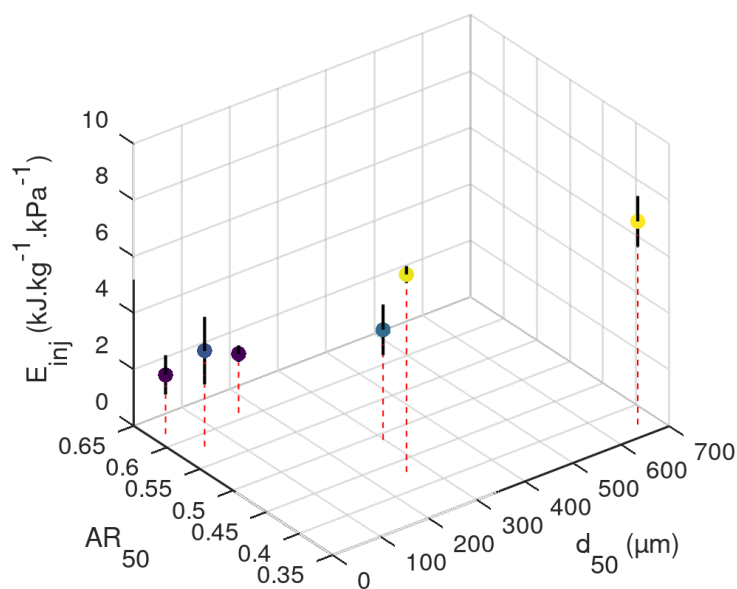


Figure 131 - Energie nette requise pour l'injection d'un kilogramme de matière en fonction du : a) diamètre médian des particules d_{50} et b) du facteur d'aspect médian AR_{50} .

La Figure 131 présente l'énergie requise par la vis pour injecter un kilogramme de matière en fonction de la taille et de la forme des particules. La valeur indiquée correspond à la moyenne calculée sur l'ensemble des contraintes normales testées, les barres d'erreur indiquent l'écart-type.

Ce graphique permet d'avoir une vue comparative de l'énergie nécessaire au convoyage en fonction de la taille et de la forme des particules. Plus les particules sont grosses et plus elles sont allongées, plus l'énergie nécessaire à leur convoyage est importante. L'effet de la forme des particules semble plus marqué que celui de la taille des particules. Le diamètre médian de Tor5 est similaire à celui de Tor5Vib, pourtant la poudre Tor5 nécessite une énergie significativement plus importante pour son convoyage. Cela est attribué à l'élongation plus importante des particules. Cette observation reste à confirmer compte-tenu du faible nombre de points obtenus avec la poudre Tor5. Par ailleurs, les poudres RawVib2 et Tor1 présentent un besoin en énergie similaire pour leur convoyage, bien que la granulométrie des poudres diffère significativement. Ici encore, la forme similaire de leurs particules peut justifier cette observation.

Le besoin en énergie plus important pour la mise en mouvement des particules allongées par rapport à des particules sphériques a également été observé lors du cisaillement dynamique d'une poudre à l'aide d'une hélice avec un rhéomètre FT4 [90,91]. Nan et al. expliquent cette différence par le nombre important de points de contact entre les particules allongées. Ici, en plus de leur forme allongée, les particules de bois brut présentent des aspérités de surface importantes qui augmentent le nombre de points de contact entre les particules.

4.3. Débit d'injection et rendement volumique

Cette section présente l'influence de la vitesse de rotation de la vis d'alimentation sur l'injection. Le remplissage initial de la trémie supérieure est réalisé de manière à conserver une contrainte exercée sur la vis similaire quelle que soit la poudre testée, soit 0.45 kPa.

La vis sans fin est un outil d'injection volumétrique. Le débit volumique injecté est calculé à partir du débit massique mesuré et de la masse volumique de la poudre. La masse volumique utilisée dans cette équation est celle correspondante à la contrainte de consolidation.

$$Q_v = \frac{Q_m}{\rho_{comp}} (m^3 \cdot h^{-1}) \quad (Eq. 48)$$

Q_v : Débit volumique ($m^3 \cdot h^{-1}$)

Q_m : Débit massique ($kg \cdot h^{-1}$)

ρ_{comp} : Masse volumique de la poudre consolidée ($kg \cdot m^{-3}$)

La Figure 132 présente le débit volumique d'injection en fonction de la vitesse de rotation de la vis pour toutes les poudres testées dans cette étude. Lorsque les mesures sont répétées, les valeurs indiquées correspondent à la moyenne des répétabilités et les barres d'erreur correspondent à l'écart-type.

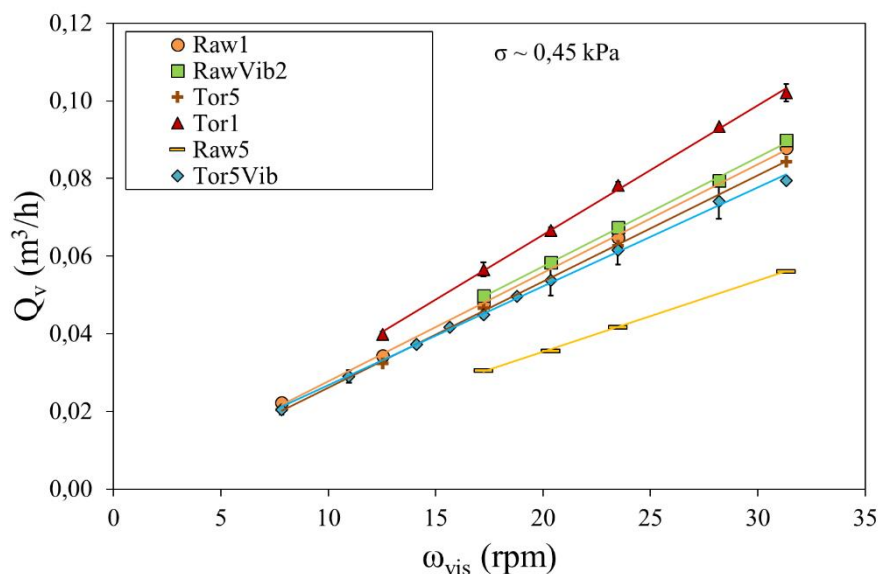


Figure 132 - Débit volumique d'injection Q_v en fonction de la vitesse de rotation de la vis ω_{vis} . La contrainte normale estimée σ est 0,45 kPa.

En accord avec d'autres résultats de la littérature [3,152], le débit volumique injecté augmente linéairement en fonction de la vitesse de rotation de la vis, quelle que soit la poudre. Cependant, la pente dépend fortement de la poudre. Lorsque la vis tourne à une vitesse de 31 rotations par minute (rpm), le débit volumique injecté varie entre $0.10 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ pour la poudre Tor1 et $0.06 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ pour la poudre Raw5.

Pour approfondir l'écart de débit volumique constaté entre les poudres, il faut considérer le rendement volumique de la vis. Ce dernier correspond au taux de remplissage de la vis. Il peut être estimé en comparant le débit volumique mesuré expérimentalement avec le débit volumique idéal d'injection, qui correspond au cas où le pas de vis est entièrement rempli avec la poudre. Le débit volumique idéal d'injection dépend des caractéristiques géométriques de la vis ainsi que de sa vitesse de rotation. En négligeant l'épaisseur du filet de vis, le débit volumique idéal est calculé comme suit [164] :

$$Q_{v_{th}} = Av \quad (\text{Eq. 49})$$

A : Section de passage de la vis (m^2)

v : Vitesse axiale idéale de la poudre ($m \cdot s^{-1}$)

La section de passage A est exprimée comme suit :

$$A = \pi * \frac{(D^2 - d^2)}{4} \quad (\text{Eq. 50})$$

D : Diamètre du filet de vis (m)

d : Diamètre de l'arbre central (m)

La vitesse axiale idéale est donnée par l'expression suivante :

$$v = \omega * P \text{ (Éq. 51)}$$

ω : Fréquence de rotation de la vis (en s^{-1})

P : Longueur d'un pas de vis (m)

Les dimensions de la vis sans fin de l'installation IRIS sont présentées dans le Tableau 22.

Le rendement volumique d'une vis sans fin η_v est alors exprimé comme le rapport entre le débit volumique mesuré expérimentalement Q_v et le débit volumique théorique Q_{vth} .

$$\eta_v = \frac{Q_v}{Q_{vth}} \text{ (Eq. 52)}$$

La Figure 133 présente le rendement volumique de la vis pour différentes vitesses de rotation de la vis et les différentes poudres étudiées.

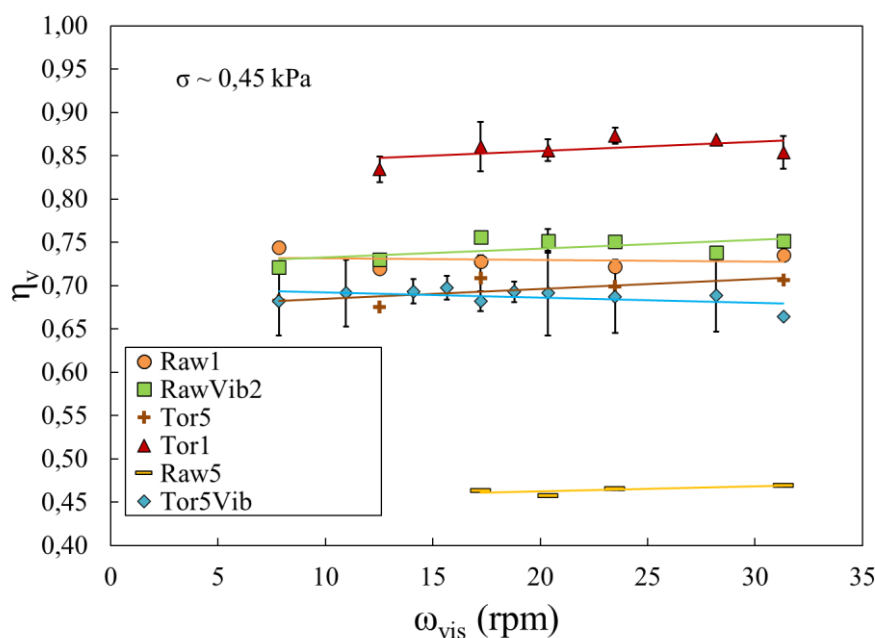


Figure 133 - Rendement volumique de la vis η_v en fonction de la vitesse de rotation de la vis ω_{vis} . La contrainte normale estimée σ est 0,45 kPa.

Il apparaît que le rendement volumique de la vis varie très faiblement en fonction de la vitesse d'alimentation de la poudre. Aucune tendance claire n'est distinguée. Les barres d'erreur sont supérieures aux variations observées en changeant la vitesse de rotation de la vis. Cela est en accord avec les travaux menés dans une thèse précédente [3].

Ensuite, il peut être constaté que le rendement volumique de la vis diffère significativement en fonction de la poudre.

L'opacité de l'enveloppe de la vis rend impossible l'observation de l'intérieur de la vis durant l'injection. Il n'est donc pas facile d'expliquer la disparité des valeurs du rendement volumique. Toutefois, des hypothèses peuvent être exprimées sur la base de la morphologie des particules.

Le faible rendement volumique mesuré avec la poudre Raw5 peut être partiellement expliqué par la nature grossière et très fibreuse des particules. Cette poudre est celle qui contient le moins de particules inférieures à 100 μm (12 vol%) et ayant les particules les plus allongées, avec un facteur d'aspect médian de 0.37. La forme allongée des particules peut être à l'origine de la formation de voûtes temporaires dans la trémie supérieure, ce qui pourrait également expliquer le faible rendement volumique de la vis [204].

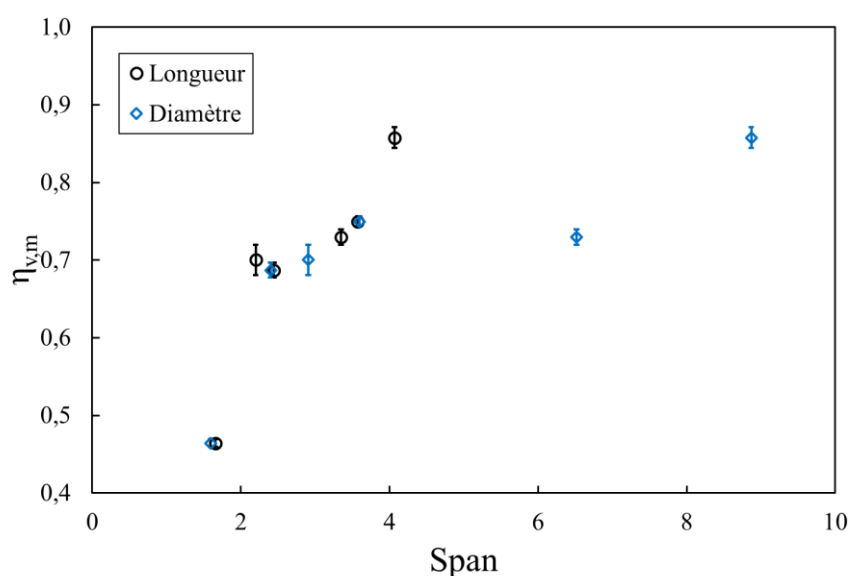


Figure 134 - Rendement volumique moyen de la vis $\eta_{v,m}$ en fonction de l'étendue des distributions de diamètre et de longueur des particules (span).

L'influence de la polydispersité granulométrique sur le remplissage de la vis est étudiée. Tout d'abord, comme le rendement volumique de la vis ne varie pas significativement en fonction de la vitesse de rotation de la vis, il est proposé de calculer une valeur moyenne de rendement $\eta_{v,m}$. La Figure 134 indique le rendement volumique moyen en fonction de l'étendue de la distribution granulométrique, exprimée en termes de diamètre et de longueur des particules. Il est observable que plus la poudre est polydispersée, plus le rendement volumique de la vis est important. Les particules fines remplissent les espaces entre les particules les plus grosses.

4.4. Fluctuations du débit

L'écart-type des fluctuations du débit massique S_{fluc} est calculé pour tous les essais réalisés. Il est rappelé que les fluctuations à chaque pas de temps t_p sont calculées comme la différence entre le débit

massique calculé sur le pas de temps écoulé et le débit massique moyen Q_m , divisée par le débit massique moyen Q_m (section 1.2.4).

La Figure 135 montre l'écart-type des fluctuations mesuré expérimentalement en fonction de l'inverse du débit massique moyen. Tous les points sont alignés sur la même droite qui passe par l'origine. Cela indique que les fluctuations du débit sont indépendantes, d'une part, du débit massique moyen et, d'autre part, de la nature de la poudre.

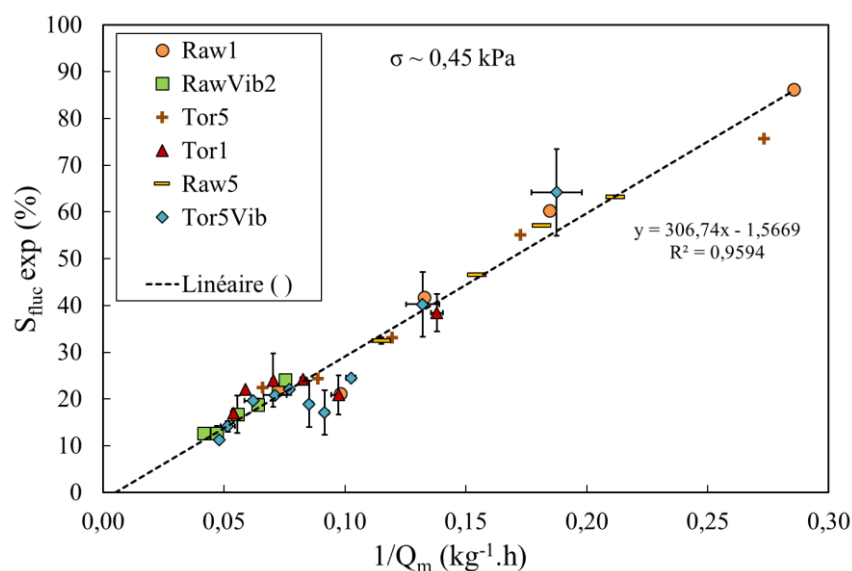


Figure 135 – Écart-type des fluctuations $S_{fluc\ exp}$ en fonction de l'inverse du débit massique $1/Q_m$. La contrainte normale estimée σ est 0.45 kPa.

Il n'est pas possible de détecter une éventuelle influence de la morphologie des poudres sur les fluctuations de débit. D'après Falk et al., les variations sur 2 secondes du débit instantané massique des poudres de biomasse sont corrélées avec l'angle de repos dynamique de la poudre [62]. Par une analyse en composantes principales, les auteurs ont trouvé une corrélation claire entre l'angle de repos dynamique et les variations importantes du débit massique. Ils concluent que le comportement en avalanche de la poudre est la principale source des irrégularités importantes du débit. L'angle de repos dynamique de chaque poudre étudiée est calculé avec des expériences en tambour tournant. Les valeurs sont présentées dans le Tableau 25. Les angles de repos sont relativement similaires quelle que soit la poudre, entre 47° et 52° . Par ailleurs, il est important de mentionner ici la faible résolution de la balance de pesée, 20 grammes, qui rend impossible la détection des petites variations de débits. Il est donc fortement probable que la mesure des fluctuations du débit ne soit pas suffisamment sensible pour distinguer les poudres entre elles, ayant par ailleurs des angles de repos dynamiques relativement similaires.

Tableau 25 - Angle minimal de stabilité, ou angle de repos dynamique, mesuré en tambour tournant. La valeur retenue est la médiane de 150 avalanches.

	$\theta_{\text{repos}} (^{\circ})$
Raw1	50.3 (\pm 1.8)
Tor5	52.0 (\pm 1.1)
RawVib2	49.9 (\pm 0.2)
Raw5	51.7 (\pm 1.0)
Tor1	51.3 (\pm 0.0)
Tor5Vib	47.1 (\pm 0.3)

5. COULABILITÉ DE LA POUDRE

5.1. Puissance requise par la vis

Dans cette section, l'évolution temporelle de la puissance requise par la vis au cours de l'injection pour les différentes poudres testées est regardée. La Figure 136 présente six essais d'injection réalisés avec une vitesse de rotation de la vis de 31 rpm. Le taux de remplissage initial de la trémie correspond à une contrainte normale appliquée sur la vis de 0.45 kPa.

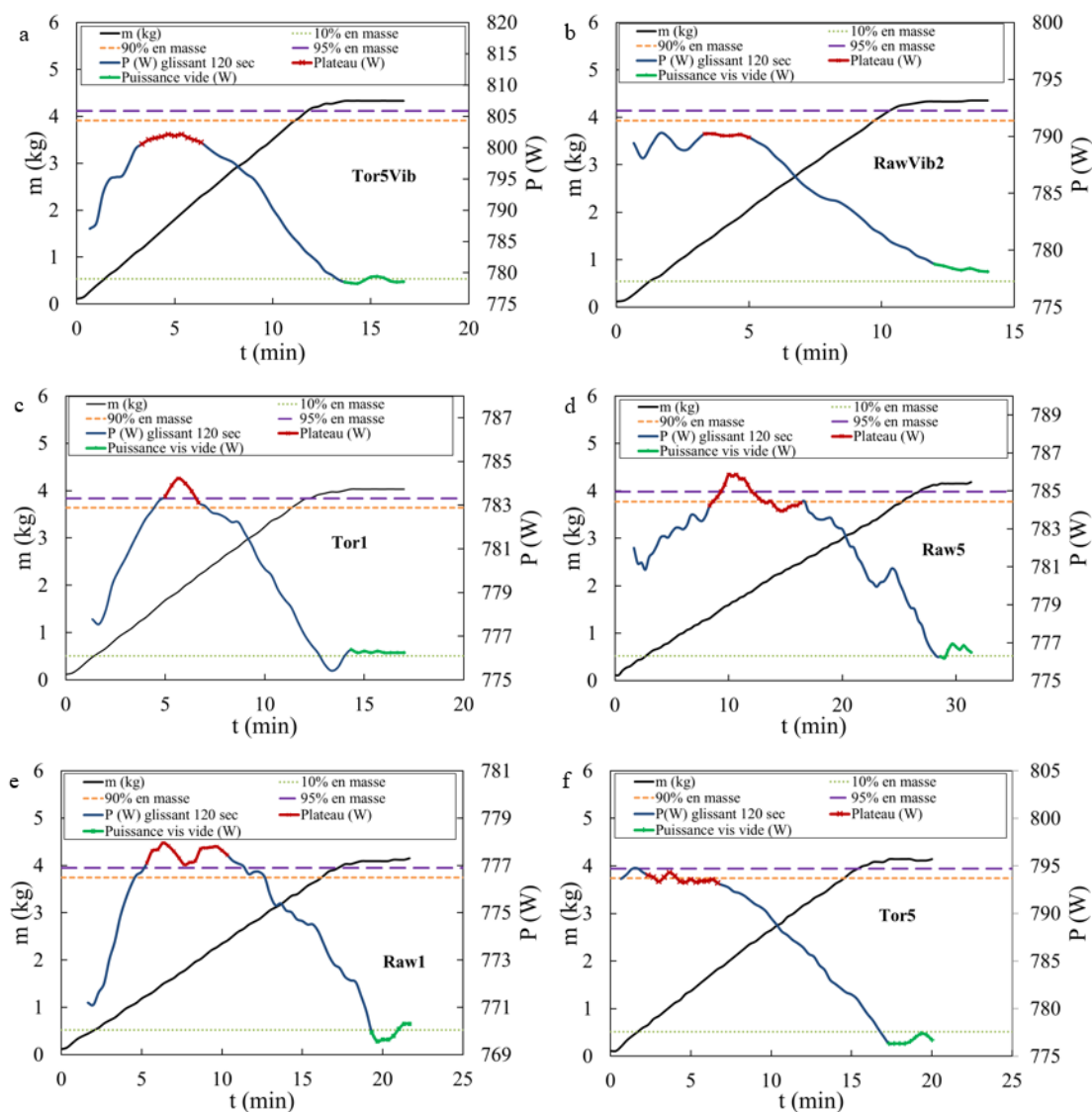


Figure 136 - Puissance requise par la vis et masse injectée au cours du temps. Poudres : a) Tor5Vib, b) RawVib2, c) Tor1, d) Raw5 e) Raw1 et f) Tor5. Contrainte normale $\sigma \sim 0.45$ kPa. Le régime stable est indiqué par des croix rouges. La période de calcul de la puissance à vide est indiquée par des croix vertes.

Il peut être constaté sur la Figure 136 qu'il est difficile d'atteindre un régime stable pour les poudres Tor1, Raw5 et Raw1, au contraire des poudres Tor5Vib, RawVib2 et Tor5 dont les signaux de puissance présentent un plateau bien défini. Le plateau est rapidement atteint dans le cas des poudres Tor5Vib, RawVib2 et Tor5 (environ 3 minutes) en comparaison des poudres Raw1, Tor1 et Raw5 (5 minutes pour Tor1 et Raw1, 8 minutes pour Raw5). L'évolution temporelle de la puissance requise par la vis d'injection présente peu de fluctuations pour les poudres Tor5Vib, RawVib2 et Tor5, alors qu'elle présente des fluctuations importantes pour les trois autres poudres. Dans le cas de la poudre Raw5, il est même observé une faible augmentation de la puissance (environ 1 W) autour de 25 minutes, qui pourrait correspondre à la cassure d'une voûte interne dans la trémie.

Les poudres Raw5, Tor1 et Raw1 sont celles présentant les pires résultats de coulabilité sous état contraint à l'échelle laboratoire. Le coefficient de la fonction d'écoulement FFC de chacune des poudres testées, obtenu à partir des lieux cinématiques de rupture adimensionnels introduits dans le chapitre II à la section 4.3.3, est rappelé dans le Tableau 26. Plus le coefficient de la fonction d'écoulement FFC est faible, plus le signal de puissance est bruité.

Tableau 26 - Coefficient de la fonction d'écoulement FFC, obtenu à partir du lieu cinématique de rupture adimensionnel.

	FFC
Raw1	6
RawVib2	37
Raw5	9
Tor1	10
Tor5Vib	31
Tor5	20

Par ailleurs, bien que le comportement du signal de puissance diffère significativement selon la poudre testée, la masse injectée au cours du temps est très linéaire pour tous les essais. Ainsi, les irrégularités de l'écoulement dans la trémie supérieure n'impactent pas le débit massique d'injection. Tous les essais ont pu être réalisés sans blocage de poudre dans l'installation, à l'exception de la poudre Raw1. En effet, cette poudre a bloqué à plusieurs reprises dans la trémie supérieure. Ce point est discuté dans la section suivante.

5.2. Formation de voûtes dans l'installation IRIS

Les essais menés avec la poudre de bois brut fine Raw1 mettent en évidence la formation de voûtes dans la trémie supérieure au cours de l'injection. Ces voûtes sont observées uniquement pour les essais réalisés avec un remplissage initial de la trémie supérieur à 33 litres, qui correspond environ au volume de la section verticale inférieure de la trémie. Il s'agit de la valeur minimale pour laquelle les voûtes sont identifiées. Cette constatation ainsi qu'une observation visuelle permettent de conclure que les voûtes se forment à la frontière entre la section conique supérieure et la section verticale inférieure.

Concernant la poudre Raw1, deux types de voûtes se distinguent :

- Les voûtes qui ne se rompent pas seules. C'est le cas de la voûte observée au cours de la première expérience menée avec 43 litres de poudre Raw1, abrégée 43L - 1. La présence de la voûte a été constatée par l'arrêt du débit d'injection bien que toute la poudre n'ait pas été injectée. Cette voûte a été cassée manuellement autour de 25 minutes. La destruction de la voûte est représentée par un tiret dans la Figure 137.
- Les voûtes qui se rompent seules. Elles ont été identifiées visuellement mais aucune action n'a été entreprise pour les rompre. Elles ont cédé naturellement sous leur propre poids après 17 minutes pour l'expérience menée avec 53 litres de poudre, et après 20 minutes pour l'expérience menée avec 63 litres. Les ruptures de ces voûtes sont représentées par une croix sur la Figure 137.

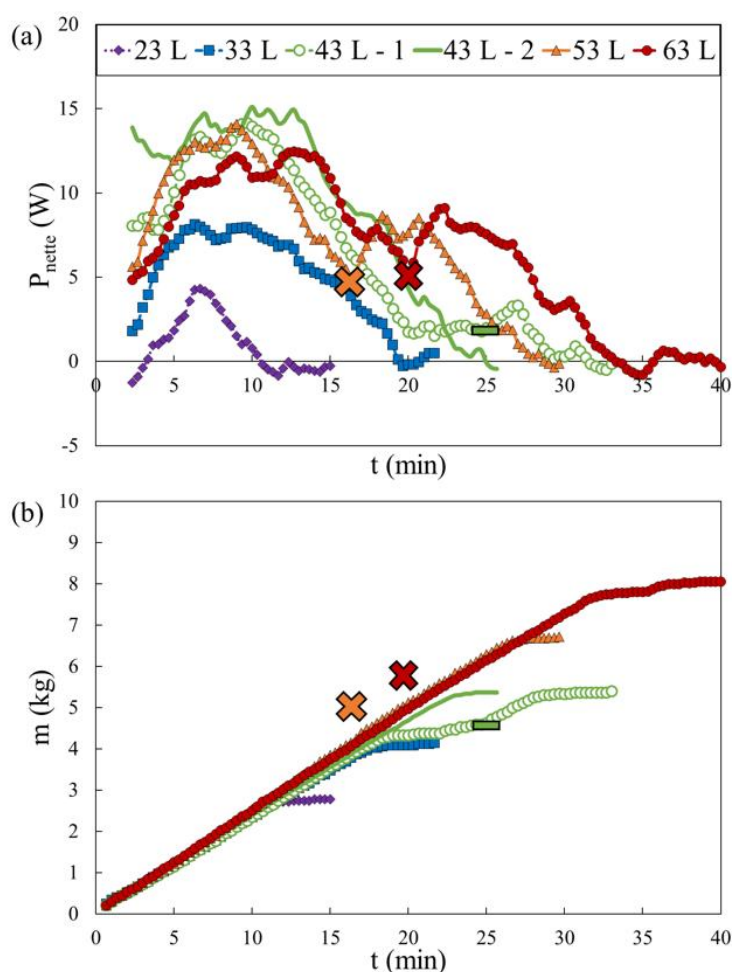


Figure 137 - a) Puissance nette P_{nette} et b) masse de poudre injectée m au cours du temps t pour différents volumes de remplissage de la poudre Raw1. Les cassures des voûtes sont signalées par des symboles. Le symbole X correspond aux voûtes rompues d'elles-mêmes, le symbole - correspond à la voûte cassée manuellement.

Comme il est visible sur la Figure 137, la puissance requise par la vis d'injection augmente à la suite de la rupture des voûtes pour les essais menés avec 53 L et 63 L. Cette augmentation est de l'ordre de 3 W, soit une augmentation de 60 %. La rupture d'une voûte augmente la contrainte appliquée sur la vis.

Parmi toutes les poudres testées, seule la poudre Raw1 a présenté une voûte suffisamment consolidée pour arrêter le débit d'injection. Cette poudre se caractérise par une masse volumique de lit faible, $0,14 \text{ g.cm}^{-3}$, et elle est constituée de particules très fines. Le diamètre médian des particules vaut $51 \text{ }\mu\text{m}$. Un nouvel indicateur est considéré : la longueur de cohésion.

La longueur de cohésion est définie comme le rapport entre la cohésion de la poudre et son poids (Eq.53).

$$l = \frac{c}{\rho g} \quad (\text{Eq. 53})$$

c: Cohésion (Pa)

ρ : Masse volumique du lit de poudre (kg.m^{-3})

g: Constante de pesanteur (m.s^{-2})

La Figure 138 présente la longueur de cohésion des poudres en fonction de la contrainte normale. Les valeurs indiquées lorsque la contrainte normale est supérieure à 2.7 kPa sont obtenues à partir des mesures de cohésion réalisées en cellule de cisaillement et présentées dans l'Annexe II D. Les barres d'erreur présentées sur ce graphique intègrent les écarts obtenus sur la valeur de la cohésion lorsque la mesure est répétée ainsi que les écarts obtenus sur la masse volumique de la poudre, mesurée avant et après la campagne d'essais sur IRIS. Dans l'installation IRIS, les contraintes subies par la poudre sont inférieures à la gamme de contraintes testées en cellule de cisaillement. Ainsi, la longueur de cohésion est extrapolée par régression linéaire lorsque la contrainte normale est inférieure à 2.7 kPa.

La poudre Raw1 est la poudre qui présente la longueur de cohésion la plus importante, quelle que soit la contrainte normale considérée. Sous une contrainte normale de 0.5 kPa, la valeur extrapolée de la longueur de cohésion pour cette poudre vaut 15 cm. Les voûtes ont été identifiées à l'entrée de la section verticale inférieure de la trémie supérieure, dont le plus petit côté mesure 20 cm. Cette dimension est plus élevée que la longueur de cohésion estimée pour la poudre Raw1. Toutefois, l'estimation de la longueur de cohésion présentée sur la Figure 138 suppose que la cohésion augmente linéairement en fonction de la contrainte normale. Ce dernier point peut être discutable. En effectuant la régression linéaire sur les deux premiers points uniquement, la longueur de cohésion estimée sous 0.5 kPa serait de l'ordre de 20 cm.

Ce résultat indique que la longueur de cohésion permet de classer correctement les poudres selon leur capacité à s'écouler dans l'installation. Cet indicateur est pertinent pour évaluer une dimension critique d'ouverture d'une trémie.

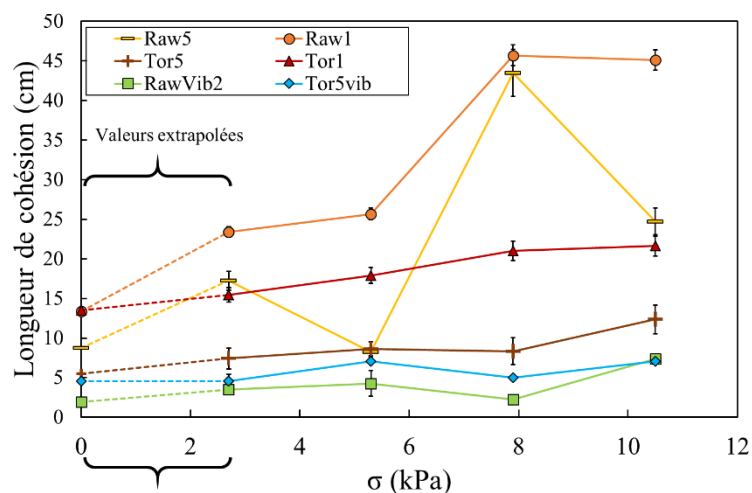


Figure 138 - Longueur de cohésion en fonction de la contrainte normale σ . Valeurs mesurées pour $2.7 \text{ kPa} < \sigma < 10.5 \text{ kPa}$. Valeurs extrapolées pour $\sigma < 2.7 \text{ kPa}$.

5.3. Lock-hoppers de GIROFLE

La coulabilité de la poudre de bois torréfié Tor5 est testée dans les lock-hoppers de GIROFLE, en vue d'un essai de gazéification.

5.3.1. Essai d'injection à froid de la poudre *Tor5*

Au vu de sa coulabilité satisfaisante à l'échelle laboratoire, la poudre Tor5 a été envisagée pour l'essai de gazéification. Il est rappelé que cette poudre correspond à la poudre de bois torréfié broyée grossièrement dont les particules plus larges que 1 mm sont retirées. Un lot de 30 kg de poudre a été produit. Les caractéristiques morphologiques des particules de ce lot sont similaires à celles des particules de la poudre Tor5 utilisée lors des essais réalisés avec IRIS.

L'injection de la poudre Tor5 est testée lors d'essais à froid et à pression atmosphérique. 4 essais d'injection sont réalisés avec la poudre Tor5 en faisant varier la quantité de poudre introduite et la vitesse de rotation de la vis. Le Tableau 27 synthétise les essais réalisés. Pour tous les essais, la présence de plusieurs blocages est observée. Ces blocages semblent apparaître aléatoirement au cours de l'injection.

Tableau 27 – Essais d'injection de la poudre Tor5 dans les lock-hoppers de GIROFLE.

N ° essai	Masse initiale (kg)	Hauteur du lit (m)	Contrainte verticale maximale (kPa)	Vitesse de rotation de la vis (rpm)	Blocages ?
A	12.4	0.88	0.67	25	Plusieurs blocages au début et à la fin de l'injection
B	12.3	0.87	0.66	25	Plusieurs blocages au cours de l'injection
C	6.0	0.56	0.23	15	Plusieurs blocages au milieu et en fin d'injection
D	6.2	0.56	0.24	25	Plusieurs blocages au milieu et en fin d'injection

Afin de ne pas surcharger la section, seul l'essai D est détaillé. La vitesse de rotation de la vis est fixée à 25 tr.min⁻¹. L'essai est réalisé avec 6.2 kg de poudre (soit 38 L de poudre), ce qui correspond à une hauteur de remplissage de 0.56 m dans le lock-hopper. La contrainte normale maximale qui s'applique sur la poudre vaut 0.24 kPa. Un seul lock-hopper est utilisé, et est donc rempli à 40 % de sa capacité. La Figure 139 présente le débit massique instantané au cours de l'essai. Le débit massique calculé en un instant t correspond à la moyenne glissante du débit mesuré sur la minute écoulée.

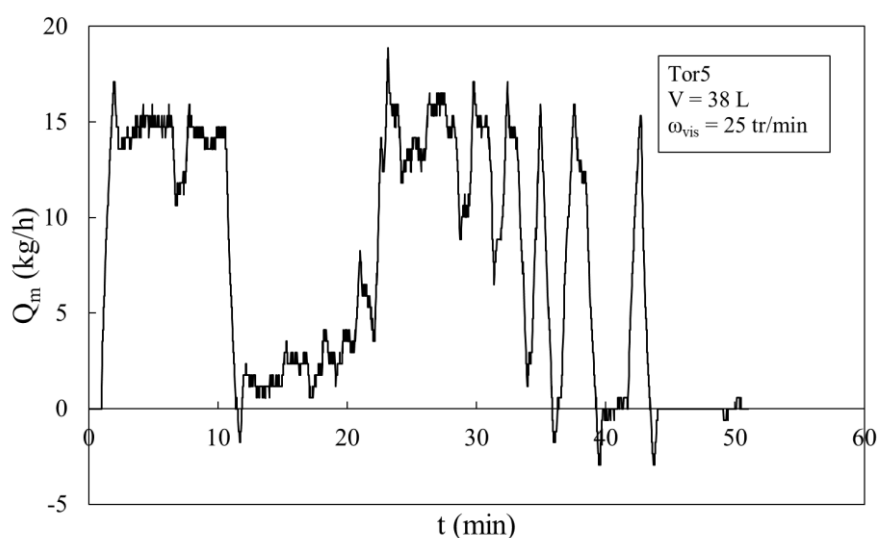


Figure 139 - Débit massique d'injection au cours du temps. Poudre : Tor5. Volume initial $V = 38$ L. Vitesse de rotation de la vis : $\omega_{vis} = 25$ tr.min⁻¹. Moyenne glissante sur 1 minute.

Comme il est observé sur la Figure 139, le débit massique est relativement stable durant les 10 premières minutes, malgré une petite baisse autour de 6 minutes, et vaut environ 15 kg.h⁻¹, ce qui correspond au débit ciblé pour l'essai de gazéification. Cependant, le débit chute considérablement durant les 15 minutes suivantes, et présente des oscillations importantes à partir de 25 minutes après le début de l'injection. L'instabilité du débit d'injection traduit des blocages récurrents dans l'installation. Comme un système de dévoutage a été installé avec succès dans la trémie intermédiaire, il est fortement supposé que les voûtes se

forment en sortie du lock-hopper. Les voûtes ont pu être cassées en augmentant la fréquence de frappe du marteau sur le lock-hopper durant quelques dizaines de secondes.

Le diamètre critique de passage en sortie des lock-hoppers se situe au niveau de la vanne et vaut 6.5 cm (section 1.3.2). Comme il est discuté dans la section 2.2.3.2, la contrainte verticale subie par la poudre en sortie d'un lock-hopper est seulement de quelques dizaines de pascals. La longueur de cohésion de la poudre Tor5 sous une contrainte normale de 0.1 kPa est estimée à 6 cm (Figure 138). Cette longueur est proche du diamètre critique de passage de la poudre. Afin d'améliorer la coulabilité de la poudre dans l'installation, il est nécessaire de produire une poudre présentant une longueur de cohésion plus faible. Cela nécessite de modifier les étapes de préparation de la poudre.

5.3.2. Amélioration de la coulabilité de la poudre de bois torréfié

5.3.2.1. Préparation de la poudre *Tor5Vib*

Un travail de préparation a été effectué sur la poudre de bois torréfié pour modifier sa granulométrie et sa morphologie. Deux étapes de préparation supplémentaires ont été ajoutées. Le premier prétraitement réalisé a été un passage au broyeur vibrant alimenté en continu. La poudre en entrée du broyeur n'a pas été tamisée avec la grille de 1 mm. Dans le chapitre II de ce manuscrit, il est montré que le broyeur vibrant améliore significativement la circularité des particules de bois brut ce qui facilite son écoulement. Ici, compte tenu du volume important de poudre à produire, le débit d'entrée du broyeur vibrant est fixé à 10 kg.h⁻¹. Les essais à froid réalisés dans un lock-hopper n'ont toutefois pas été concluants. La poudre s'est bloquée encore à de trop nombreuses reprises en sortie du lock-hopper.

Dans un second temps, il a été décidé de retirer les particules inférieures à 200 µm. Les particules fines jouent un rôle important dans la cohésion de la poudre. Les distributions granulométrique et morphologique de la poudre Tor5Vib sont comparées avec celles de la poudre Tor5 dans la Figure 140.

Les particules de la poudre Tor5Vib sont plus larges que les particules de la poudre Tor5. Cela peut être expliqué par l'absence de tamisage de la poudre Tor5Vib avec la grille de 1 mm. Le diamètre médian et le facteur d'aspect des particules de Tor5Vib est 298 µm et 0.49 respectivement. Les particules de la poudre Tor5Vib ont également une forme plus homogène que les particules de la poudre Tor5. Enfin, le taux de particules fines est significativement plus faible dans la poudre Tor5Vib en comparaison de la poudre Tor5, et vaut respectivement 10 % et 32 %.

La longueur de cohésion de la poudre Tor5Vib est estimée à 4.5 cm (Figure 138) sous une contrainte normale de 0.1 kPa, ce qui est inférieur au diamètre critique de sortie du lock-hopper d'une part et à la longueur de cohésion de la poudre Tor5 d'autre part. Il est attendu que cette poudre s'écoule mieux dans l'installation.

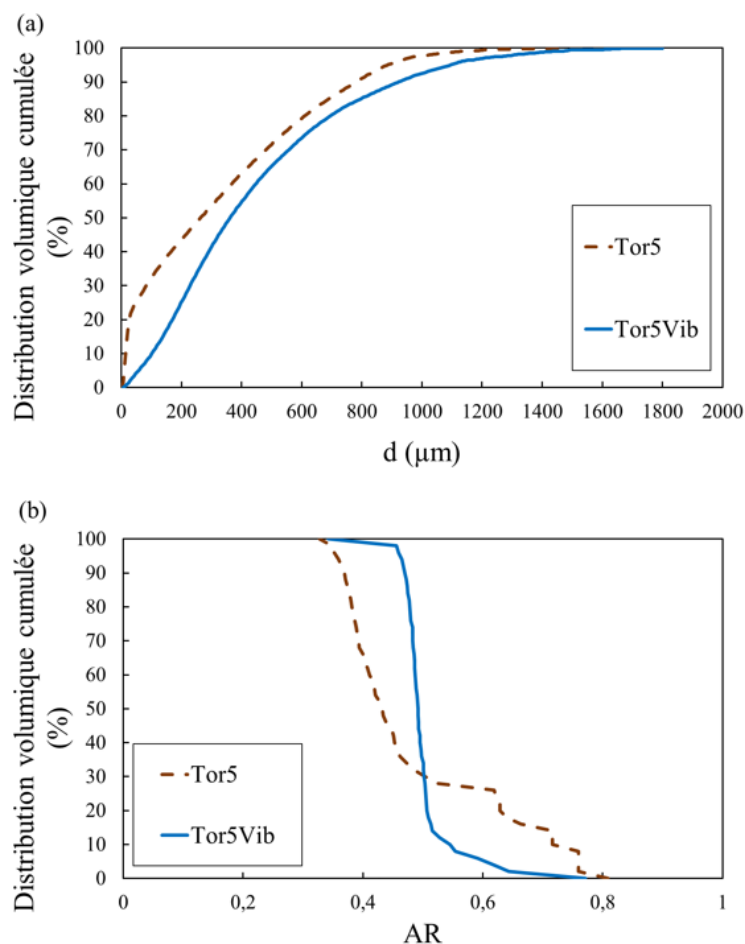


Figure 140 - a) Distribution volumique de diamètre d , et, b) distribution volumique de facteur d'aspect AR , des poudres Tor5 et Tor5Vib.

Des essais à froid sont réalisés avec cette poudre, à pression atmosphérique. Un essai est réalisé en fixant la vitesse de rotation de la vis à $18 \text{ tr}\cdot\text{min}^{-1}$. La quantité de poudre introduite dans le lock-hopper est 16.9 kg de poudre (soit 69 L de poudre). Cela correspond à une hauteur de remplissage de 0.82 m dans le lock-hopper. La contrainte verticale maximale subie par la poudre vaut 0.88 kPa. La Figure 141 présente le débit massique instantané au cours de l'essai. Le débit massique calculé en un instant t correspond à la moyenne glissante du débit mesuré sur la minute écoulée.

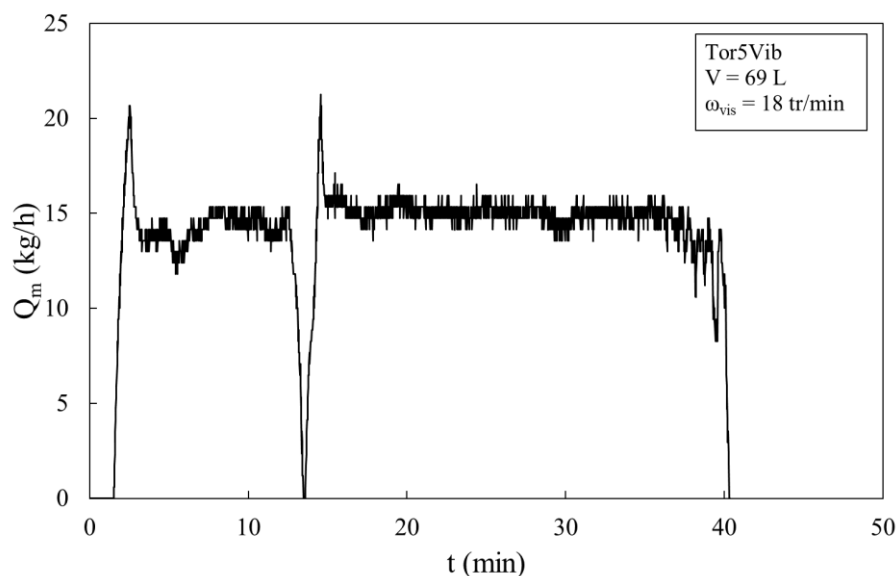


Figure 141 - Débit massique d'injection au cours du temps. Poudre : Tor5Vib. Volume initial $V = 69$ L. Vitesse de rotation de la vis : $\omega_{vis} = 18$ tr.min⁻¹. Moyenne glissante sur 1 minute.

A l'exception d'un blocage momentané de la poudre autour de 12 minutes, le débit massique au cours de l'injection est stable, et atteint bien la valeur ciblée de 15 kg.h⁻¹. Les prétraitements supplémentaires réalisés sur la poudre Tor5Vib ont permis d'améliorer significativement la coulabilité de la poudre. Ici encore, ce résultat est cohérent avec la valeur de la longueur de cohésion de cette poudre. Cela suggère que la longueur de cohésion est un paramètre de dimensionnement à prendre en compte.

Toutefois, l'injection ne s'est pas déroulée parfaitement comme en témoigne l'arrêt de l'écoulement après 12 minutes d'injection.

5.3.2.2. Aération de la poudre avant introduction dans le lock-hopper

Outre les modifications apportées sur la poudre, il est testé d'introduire la poudre Tor5Vib à travers un tamis, dont les mailles mesurent 4.5 mm de côté. Ce « tamisage » permet d'aérer la poudre avant son introduction dans le lock-hopper. L'objectif de cette procédure est principalement d'effacer les effets de tassement de la poudre lors de son stockage. Cette procédure est inspirée des procédures du FT4 qui incluent systématiquement une aération de l'échantillon avec une hélice préalablement aux tests.

Bien que la longueur d'une maille soit largement supérieure au diamètre des particules, le « tamisage » de la poudre nécessite quelques vibrations afin que la poudre traverse entièrement le tamis. Cette observation empirique suggère que cette procédure permet de casser les agglomérats qui ont pu se former entre les particules.

L'essai est réalisé avec 15.6 kg de poudre (ce qui représente 63 L). Cela correspond à une hauteur de remplissage estimée de 0.78 m dans le lock-hopper, et une contrainte verticale maximale de 0.80 kPa. La vitesse de rotation de la vis a été fixée à 25 tr.min⁻¹ au lieu de 18 tr.min⁻¹. La Figure 142 présente le débit massique instantané au cours de l'injection. Avant toute analyse, il est important de préciser que le roulement

à billes de la vis a été endommagé préalablement à l'essai entraînant une irrégularité de la rotation de la vis. Cela explique l'instabilité du débit injecté. Par manque de temps, l'essai n'a pas pu être répété.

L'injection s'est déroulée correctement, c'est-à-dire sans arrêt de l'écoulement, pour un débit d'injection qui atteint $24 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$.

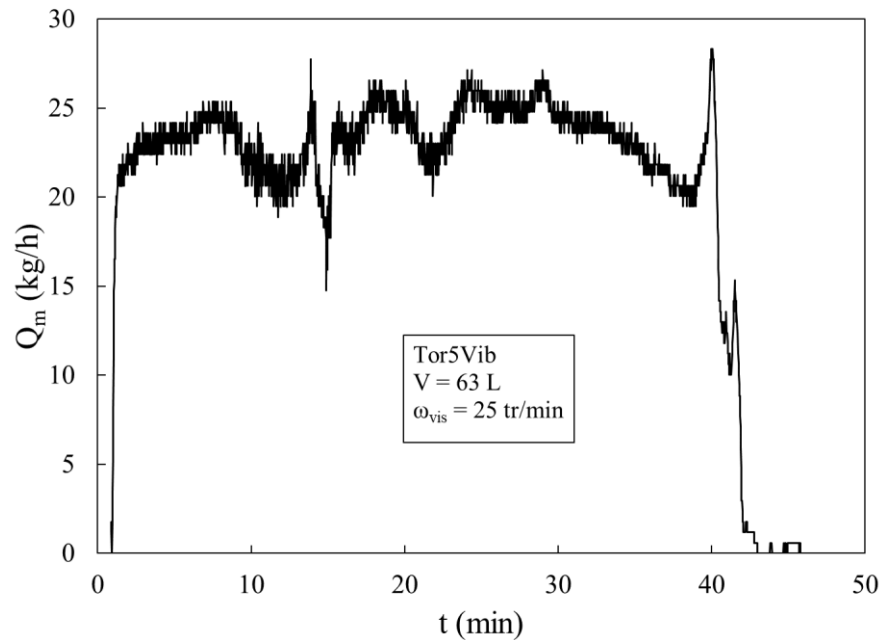


Figure 142 - Débit massique d'injection au cours du temps. Poudre : Tor5Vib. Volume initial $V = 63 \text{ L}$. Vitesse de rotation de la vis : $\omega_{\text{vis}} = 25 \text{ tr}\cdot\text{min}^{-1}$. Moyenne glissante sur 1 minute. Note : les instabilités du débit sont dues à un problème mécanique sur la vis d'injection.

6. ESSAI DE GAZÉIFICATION EN RÉACTEUR À FLUX ENTRAINÉ

L'essai de gazéification a été réalisé avec la poudre Tor5Vib. Il est rappelé que la température et la pression du réacteur sont fixées à 1240 °C et 7 bars. Le débit testé est 15 kg.h⁻¹. Les résultats obtenus relatifs au procédé thermochimique ne sont pas présentés dans ce manuscrit.

La conversion du carbone du bois torréfié en gaz atteint 103 %. Les plus grosses particules de la poudre Tor5Vib ($d_{90} = 922 \mu\text{m}$) sont donc entièrement consommées. Ce résultat est en accord avec les résultats obtenus par J. Billaud qui a conclu qu'il est possible de gazéifier des particules de taille millimétrique dans un RFE [18].

Il n'est pas possible de mesurer le débit d'injection de poudre au cours du procédé de gazéification. Cependant, la stabilité de la production des gaz est liée à la régularité du débit d'injection. Ainsi, un rendement stable en espèces gazeuses est indicateur d'une injection régulière.

La Figure 143 présente la production en espèces gazeuses majoritaires (H₂, CO, CO₂, CH₄) au cours de l'essai. L'effondrement du débit après 40 minutes d'injection correspond à un arrêt momentané du brûleur. L'injection de biomasse a été arrêtée pendant la phase de redémarrage du brûleur, ce qui a logiquement arrêté la production de gaz. Après rallumage du brûleur, le rendement de chaque espèce gazeuse est relativement constant pendant 1h. Ce résultat indique qu'il n'y a pas eu de formation de voûtes importantes en amont de la vis d'injection. Les rendements en CO et H₂, molécules d'intérêt dans le procédé de production de biocarburants, varient respectivement entre 1.0 Nm³.kgdaf⁻¹ (dry and ash-free) et 1.1 Nm³.kgdaf⁻¹ et entre 0.9 Nm³.kgdaf⁻¹ et 1.1 Nm³.kgdaf⁻¹ durant cette période. La production de CO₂ est plus faible et vaut environ 0.3 Nm³.kgdaf⁻¹. Enfin, la production de méthane est négligeable.

D'un point de vue du comportement de la poudre, l'essai s'est déroulé de façon satisfaisante.

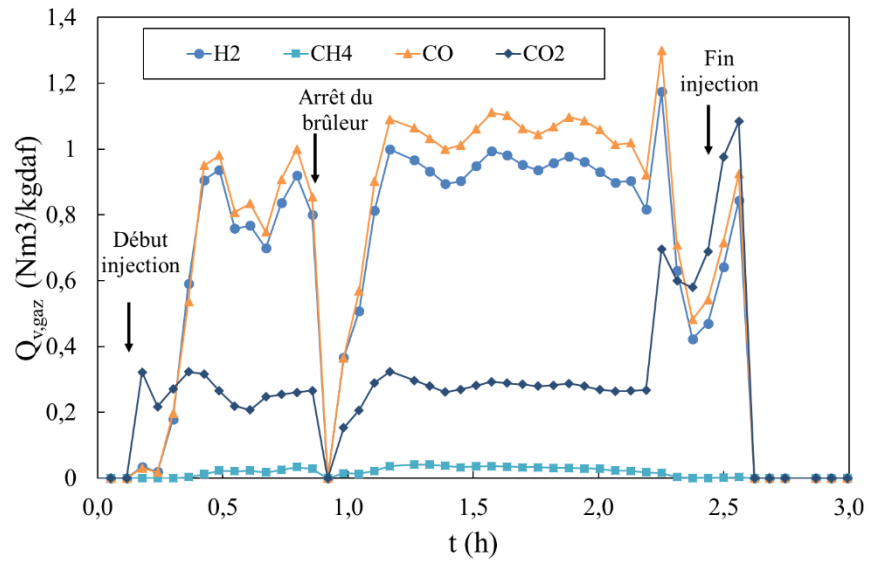


Figure 143 - Rendements en gaz majoritaires $Q_{v,gaz}$ exprimés en Nm^3 produit par kg de biomasse sèche et sans cendre ($kgdaf$) au cours de l'essai. Seuls les gaz majoritaires (H_2 , CH_4 , CO et CO_2) sont indiqués.

7. CONCLUSION ET PERSPECTIVES DU CHAPITRE

Les études menées à l'échelle pilote ont permis d'obtenir plusieurs résultats :

La hauteur de remplissage de la trémie supérieure d'IRIS exerce une influence sur le débit massique injecté. Cet effet est expliqué par le tassement de la poudre dans le pas de vis dû à la compressibilité de la poudre. La poudre de bois brut, constituée de particules grossières et allongées, montre cependant un comportement inverse, le débit massique injecté diminue lorsque le remplissage de la trémie augmente. Cela pourrait être la conséquence de la formation de voûtes temporaires dans la trémie. Ce point mérite plus d'attention. Ensuite, le remplissage de la trémie n'exerce pas une influence significative sur les fluctuations du débit massique. Enfin, la puissance requise pour le convoyage de la poudre augmente linéairement en fonction de la contrainte normale exercée sur la vis.

La puissance requise par la vis sans fin pour le convoyage des poudres de bois dépend significativement de la morphologie des particules. Plus les particules sont grossières et allongées, plus le besoin en puissance est important. Cependant, la poudre de bois brut grossière nécessite un besoin en puissance plus faible que celui attendu. Cette observation encourage l'utilisation d'un autre critère de comparaison des poudres, à savoir l'énergie nécessaire pour injecter un kilogramme de poudre. Elle augmente linéairement en fonction de la contrainte normale appliquée, quelle que soit la poudre. Ce critère permet un classement plus cohérent des poudres. Il met en évidence que les effets de la forme des particules sont plus marqués que ceux de la taille des particules sur l'énergie requise pour le convoyage de la poudre.

Le remplissage de la vis sans fin dépend de la poudre. Plus la poudre est poly disperse, plus le taux de remplissage de la vis est élevé.

Enfin, la longueur de cohésion est le rapport entre la cohésion d'une poudre et son poids. Cette grandeur permet de classer correctement les poudres en fonction de leur capacité à s'écouler dans les deux installations utilisées.

La poudre de bois torréfié Tor5 pose des problèmes importants de coulabilité en sortie des lock-hoppers de GIROFLE. Une poudre de bois torréfié présentant une coulabilité satisfaisante dans le RFE a été préparée. Sa préparation inclut, en plus de la torréfaction, un broyage au broyeur vibrant et un tamisage des particules fines. L'essai de gazéification réalisé avec cette nouvelle poudre s'est déroulé correctement. La totalité des particules de bois a été convertie en gaz. La stabilité du rendement en gaz en sortie de réacteur indique que le débit d'injection a été stable.

Les différentes perspectives à cette étude sont présentées ci-dessous.

Concernant les essais réalisés avec IRIS, il serait intéressant de tester d'autres échantillons de poudre. Cela permettrait de consolider les relations présentées entre la morphologie des particules et les performances de l'injection. Ensuite, des simulations numériques grâce à la DEM permettraient probablement de mieux comprendre le comportement des poudres dans la trémie supérieure, en particulier la poudre Raw5, à la condition de modéliser correctement les particules.

A propos des essais réalisés avec GIROFLE, il serait pertinent de tester la coulabilité de la poudre de bois brut broyée au broyeur vibrant RawVib2 dont la longueur de cohésion est également inférieure au diamètre critique de sortie du lock-hopper pour préciser l'intérêt de cet indicateur à des fins prédictives. Par ailleurs, en lien avec le chapitre II de la thèse, il serait intéressant de calculer le coût énergétique de préparation de la poudre Tor5Vib ainsi que le coût énergétique lié au procédé de gazéification.

Enfin, dans une perspective plus large, il serait intéressant de gazéifier une poudre de bois de résineux brut pour évaluer l'effet de la torréfaction sur le procédé de gazéification.

Conclusion générale et perspectives

L'objectif de ce travail de thèse s'inscrit dans la compréhension du comportement des poudres de bois dans le contexte de leur gazéification en réacteur à flux entraîné, et plus largement pour une valorisation avec un brûleur à poudre. Plus spécifiquement, ce travail de thèse étudie d'une part l'influence de la préparation des poudres de bois sur leurs caractéristiques et, d'autre part, l'influence de ces caractéristiques sur le comportement de la poudre dans différentes étapes du procédé. Les étapes considérées sont le stockage de la poudre, son écoulement dans les trémies et son injection grâce à une vis sans fin. Pour répondre à ces objectifs, les travaux expérimentaux ont été menés à l'échelle laboratoire et à l'échelle pilote. Les expériences ont été réalisées avec différents échantillons de poudres de bois de résineux, brut et torréfié, broyés avec un broyeur à couteaux et/ou un broyeur vibrant. Les poudres ont été produites à l'échelle pilote et elles ont été tamisées à 1 mm, comme l'impose la gazéification en RFE, afin de se rapprocher autant que possible des conditions industrielles.

Trois chaînes de préparation ont été considérées, incluant soit un traitement de torréfaction à 250 °C (DTG ou DTG+Hi dans le cas d'une intégration énergétique), soit un broyage additionnel avec un broyeur vibrant (DGV), soit aucun prétraitement autre que le séchage et le broyage au broyeur à couteaux (DG). Les besoins en énergie et en ressource pour la production de chacune des poudres ont été comparés. Cette comparaison a été réalisée en considérant également la qualité de la poudre, évaluée par sa coulabilité. Cette dernière a été mesurée en état libre à l'aide d'un tambour rotatif et sous contrainte à l'aide d'une cellule de cisaillement. Ce travail a permis de montrer que :

- La chaîne DG est la moins coûteuse des chaînes considérées, en termes d'énergie et de ressource. Cependant, la coulabilité de la poudre est très mauvaise quelle que soit la contrainte appliquée. La mauvaise coulabilité de cette poudre est liée à l'élongation importante des particules et à la faible masse volumique de lit. La cohésion de la poudre est causée par l'entremêlement des particules.

- Bien que la torréfaction réduise significativement l'énergie requise par le broyage du bois, le coût énergétique total de la chaîne DTG est quatre fois supérieur à celui de la chaîne DG. La consommation énergétique élevée de la chaîne DTG est principalement due au traitement des gaz de torréfaction dans la postcombustion. La valorisation énergétique des gaz de postcombustion dans les étapes de séchage et de torréfaction du procédé diminue de moitié les besoins en énergie et d'un quart les besoins en matière première. La chaîne DTG+Hi a un coût énergétique similaire à la chaîne DGV qui inclut le broyeur vibrant. Le besoin en ressource est légèrement plus important pour la chaîne DTG+Hi en comparaison des chaînes sans torréfaction.

- La torréfaction diminue d'un facteur deux le diamètre médian des particules mais ne modifie pas leur forme. Ce dernier point est expliqué par la torréfaction douce réalisée dans cette étude. Le broyeur vibrant améliore significativement la circularité des particules. La torréfaction et le broyeur vibrant améliorent la coulabilité de la poudre, en état libre et sous contrainte, dans des proportions similaires. Dans le cas du broyeur vibrant, cette amélioration est principalement attribuée à la circularité plus élevée des particules. Dans le cas de la torréfaction, cette amélioration est expliquée par l'élimination des aspérités de surface et la présence de particules fines qui peuvent jouer le rôle d'agents d'écoulement.

Dans la deuxième partie expérimentale de la thèse, le comportement mécanique des poudres de bois sous des contraintes de quelques kilo pascals a été caractérisé avec une grande et une petite cellule de cisaillement. Cette étude a été menée afin d'étudier le vieillissement de la poudre de bois lors de son stockage. L'influence du temps de maintien sous contrainte de la poudre sur la reprise du cisaillement a été étudiée par des essais d'arrêt et de reprise du cisaillement. L'évolution temporelle du milieu granulaire a été étudiée par des essais de relaxation et de fluage, sur une durée d'une heure. Les résultats obtenus dans ce chapitre sont les suivants :

- L'augmentation du coefficient dynamique de frottement est de 4.5 % après une heure de repos. Cette augmentation est seulement de 3 % dans le cas de la poudre de bois torréfié. Ainsi, les essais d'arrêt et de reprise du cisaillement ne permettent pas d'observer un effet significatif du stockage sur le cisaillement nécessaire pour mettre en mouvement le milieu. Ce résultat signifie que le stockage ne pénalise pas l'écoulement de la poudre hors d'une trémie, ce qui est en contradiction avec ce qui est observé industriellement.

- La relaxation de la contrainte tangentielle et le fluage des poudres de bois évoluent de manière logarithmique dans le temps, à l'instar de la plupart des milieux granulaires. L'état initial du lit de poudre a un effet important sur son tassement lors du fluage mais n'a pas un effet significatif sur la relaxation de la contrainte tangentielle. La relaxation de la contrainte tangentielle et la déformation du lit de poudre sont plus élevées pour les poudres de bois brut en comparaison des poudres de bois torréfié. Cela est attribué à la présence plus importante d'aspérités à la surface des particules de bois brut. Ce résultat suggère que les poudres de bois brut sont plus impactées par le stockage que les poudres de bois torréfié. Les contacts entre les particules augmentent en fonction du temps de repos sous consolidation à cause de la déformation des grains, ce qui renforce la résistance mécanique du milieu.

- La lente relaxation des poudres de bois est interrompue par des variations soudaines et conséquentes, expliquées par un réarrangement collectif de particules. Quelques articles mentionnent un réarrangement isolé de particules entraînant une soudaine relaxation de contrainte mais, à notre connaissance, c'est la première fois que plusieurs réarrangements consécutifs sont observés. Les essais menés au cours de cette thèse ont permis d'observer plusieurs événements sur une durée d'une heure. Les réarrangements apparaissent régulièrement. Ce comportement intermittent en relaxation n'est pas pris en compte par les lois constitutives de type Mohr-Coulomb, ce qui pose la question du domaine de validité de ces modèles pour prédire le comportement des poudres de biomasse.

- La présence des réarrangements est observée uniquement dans la grande cellule de cisaillement. Cela suggère que la géométrie du lit est un paramètre critique dans l'apparition de ces phénomènes. La durée de la relaxation et la contrainte normale appliquée n'exercent pas une influence significative sur l'amplitude et la fréquence des réarrangements. L'état initial du lit exerce une influence importante sur le tassement de l'échantillon entre deux réarrangements et une influence faible sur le tassement du lit lors d'un réarrangement. L'amplitude et la fréquence des réarrangements granulaires ont été analysées en regard des caractéristiques des particules. Plus la porosité moyenne du lit est importante, plus les réarrangements sont nombreux au cours de la relaxation. Les poudres de bois se caractérisent par une porosité importante due à leur nature fibreuse. Les déplacements du lit lors d'un réarrangement et entre deux réarrangements sont contrôlés par la

taille des plus grosses particules. L'impact de ce phénomène sur le comportement de la poudre dans le procédé est peu clair et mérite plus d'attention.

Dans la dernière partie de la thèse, l'injection des poudres de bois par une vis sans fin a été étudiée à l'aide de deux installations pilotes du laboratoire : un dispositif d'injection de poudres fonctionnant à froid et à pression atmosphérique (IRIS), et les lock-hoppers du réacteur à flux entraîné GIROFLE. Les études menées dans ce chapitre ont permis de mettre en évidence plusieurs résultats :

- La hauteur de remplissage de la trémie supérieure d'IRIS exerce une influence sur le débit massique injecté. Cet effet est expliqué par le tassement de la poudre dans le pas de vis dû à la compressibilité de la poudre. La poudre de bois brut, constituée de particules grossières et allongées, montre un comportement inverse, le débit massique injecté diminue lorsque le remplissage de la trémie augmente. Cela pourrait être la conséquence de la formation de voûtes temporaires dans la trémie. La puissance nécessaire au convoyage de la poudre augmente linéairement en fonction de la contrainte normale exercée sur la vis.

- La puissance nécessaire au convoyage des poudres de bois dépend significativement de la morphologie des particules. En accord avec la littérature, plus les particules sont grossières et allongées, plus le besoin en puissance est important. Cependant, la poudre de bois brut grossière nécessite un besoin en puissance plus faible que celui attendu. Cette observation encourage l'utilisation d'un autre critère de comparaison des poudres, à savoir l'énergie requise pour injecter un kilogramme de poudre. Cette dernière augmente linéairement en fonction de la contrainte normale appliquée, quelle que soit la poudre. Ce critère permet un classement des poudres plus cohérent. Il est alors observé que les effets de la forme des particules sont plus importants que ceux de la taille des particules sur l'énergie nécessaire au convoyage de la poudre.

- Le remplissage de la vis sans fin dépend de la poudre. Plus la poudre est poly disperse, plus le taux de remplissage de la vis est élevé.

- La longueur de cohésion est le rapport entre la cohésion d'une poudre et son poids. Cette grandeur, facile à mesurer, permet de classer correctement les poudres en fonction de leur capacité à s'écouler sans former de voûte dans les deux installations expérimentales utilisées.

- Enfin, une poudre de bois torréfié et broyée au broyeur vibrant a été gazéifiée avec succès, sans formation de voûte, dans un réacteur à flux entraîné pilote. Pour obtenir une poudre pouvant être injectée avec un débit stable pendant plus d'une heure, il a fallu combiner le traitement de torréfaction et le broyage au broyeur vibrant ainsi qu'un tamisage des particules fines.

Les principales avancées obtenues durant cette thèse sont synthétisées dans ce dernier paragraphe. La torréfaction douce et le broyage vibrant améliorent la coulabilité de la poudre en état libre comme en état contraint, en modifiant la morphologie des grains. Les modifications sont différentes selon le prétraitement. La torréfaction douce réduit la taille des grains et élimine leurs aspérités de surface mais ne change pas la forme des particules. Le broyeur vibrant réduit également la taille des grains et améliore leur circularité. Une combinaison des deux prétraitements peut être nécessaire pour obtenir une coulabilité suffisante de la poudre à l'échelle pilote. Le coût énergétique associé à la torréfaction douce est relativement similaire à celui associé au broyeur vibrant. Par ailleurs, dans cette étude, la réduction du coût énergétique de broyage du bois torréfié

ne permet pas de compenser l'énergie nécessaire à la torréfaction. Les caractérisations des poudres de bois en cellule de cisaillement permettent d'évaluer une longueur critique d'ouverture permettant le bon écoulement de la poudre. Enfin, cette étude met en lumière l'effet de la nature fibreuse des particules de bois sur le comportement macroscopique du lit. Le comportement intermittent des poudres de bois durant leur relaxation sous faibles contraintes pose la question du domaine de validité des modèles élasto-plastiques pour la prédiction du comportement des poudres de biomasse. Ce comportement intermittent est attribué à l'élongation importante des particules de bois ainsi qu'à la porosité élevée du milieu.

Les perspectives de cette étude sont les suivantes.

Dans cette étude, le débit d'entrée de la ressource dans le broyeur vibrant est faible en comparaison des autres unités de pré traitement. Il serait intéressant de faire des essais avec une installation plus importante et un débit d'entrée plus conséquent pour valider les résultats obtenus. Par ailleurs, il est observé que le débit d'entrée dans le broyeur vibrant exerce une influence significative sur la morphologie des particules produites. L'amélioration de la circularité des particules est d'autant plus conséquente que le débit d'entrée est faible. Un axe de travail à poursuivre serait d'approfondir la compréhension du broyage de la biomasse avec un broyeur vibrant. Ce travail permettrait de déterminer les paramètres opératoires optimaux pour améliorer la coulabilité des poudres de biomasse.

Une poudre de bois torréfié et broyée au broyeur vibrant a été gazéifiée avec succès dans un réacteur à flux entraîné pilote. Il serait intéressant d'intégrer le coût énergétique de la gazéification au coût énergétique du prétraitement afin d'évaluer un rendement énergétique complet du procédé. Par ailleurs, les effets de la torréfaction sur la gazéification pourraient être mis en évidence en réalisant un essai avec la poudre de bois de résineux brut.

Il serait intéressant de tester une sévérité de torréfaction plus importante, sous une température supérieure à 280 °C. Il est probable qu'une torréfaction plus sévère améliore suffisamment la circularité des particules pour éviter l'utilisation du broyeur vibrant. Cela nécessiterait une validation à l'échelle pilote.

Par ailleurs, il est nécessaire de rappeler que seule une essence de résineux a été testée. Or, il n'est pas évident que les résultats obtenus soient valables pour d'autres biomasses tant l'essence exerce une influence importante sur le procédé, notamment sur le traitement de torréfaction. A ce titre, il serait donc intéressant de tester une autre essence afin de confronter les résultats.

L'étude de la coulabilité des poudres de bois dans l'installation IRIS a soulevé des questions sur le comportement de la poudre de bois brut grossière. La trémie de l'installations IRIS étant opaque, il n'a pas été possible de visualiser la coulabilité des poudres. Des réponses pourraient être apportées par des expériences numériques grâce à la Méthode des Eléments Discrets, sous réserve des capacités de calcul de cet outil.

La longueur de cohésion de la poudre de bois brut broyée au broyeur vibrant indique qu'elle pourrait s'écouler correctement dans les lock-hoppers du réacteur à flux entraîné GIROFLE. Cette supposition serait à vérifier expérimentalement. Par ailleurs, la pertinence de cet indicateur pour évaluer un diamètre critique d'ouverture est à confirmer avec d'autres installations expérimentales et d'autres poudres de biomasse, d'essences différentes.

D'un point de vue de la mécanique des milieux granulaires, l'origine exacte de la relaxation intermittente des poudres de bois reste à préciser. Cette étude indique qu'elle est liée à la nature fibreuse des grains qui induit une porosité élevée du milieu. Des essais expérimentaux supplémentaires avec d'autres poudres de nature variée, moins fibreuses, permettraient de confirmer cette hypothèse. Tester un panel plus vaste permettrait de consolider les corrélations empiriques observées entre la taille des grains et les tassements du lit lors des réarrangements granulaires. La tomographie à rayons X permettrait d'obtenir des images de la microstructure du milieu granulaire au cours de son vieillissement. Cela permettrait de visualiser les tassements brusques de la poudre, et d'apporter des éléments de réponse sur l'origine de ce phénomène.

L'effet des réarrangements granulaires sur le vieillissement de la poudre dans une trémie reste à évaluer. Ces réarrangements sont peu amples (quelques microns) et leur présence dépend fortement de la géométrie du lit de poudre. L'influence de la géométrie du lit sur ce phénomène n'est pas claire et mérite plus d'attention. Enfin, les effets de ces réarrangements brusques sur le comportement de la poudre dans une trémie nécessitent des études supplémentaires.

Bibliographie

- [1] Chiffres clés de l'énergie - Édition 2020, (n.d.) 80.
- [2] J. Dai, Biomass Granular Feeding For Gasification And Combustion, The University of British Columbia, 2007.
- [3] C. Vanneste-Ibarcq, Study of biomass powders in the context of thermal recovery processes, Université de Toulouse, 2018.
- [4] J.A. Pachon-Morales, Torrefaction and grinding of lignocellulosic biomass for its thermochemical valorization: influence of pretreatment conditions on powder flow properties, 2019.
- [5] Loi n° 2005-781 du 13 juillet 2005 de programme fixant les orientations de la politique énergétique, n.d.
- [6] I. Mourjane, J. Fosse, La biomasse agricole : quelles ressources pour quel potentiel énergétique ?, France Stratégie, 2021.
- [7] L'Observatoire National des Ressources en Biomasse (ONRB) Evaluation des ressources agricoles et agroalimentaires disponibles en France - édition 2020, FranceAgriMer, 2020.
<https://www.franceagrimer.fr/content/download/66147/document/DON-ONRB-VF4.pdf>.
- [8] D. Ballerini, M. Dohy, A. Prieur, Chapitre 4 - Les ressources en biomasse lignocellulosique, in: Biocarburants, 2006: pp. 181–199.
- [9] Z. Menana, Étude de faisabilité de la valorisation en bioraffinerie de biomasses issues de phytotechnologies : Cas d'une plante hyperaccumulatrice (*Noccaea caerulea*) et d'un ligneux (*Salix viminalis*), Université de Lorraine, 2018.
- [10] Dossier de presse : Projet FuturoL Lancement du projet de Recherche et Développement de bioéthanol de 2ème génération, (2008). https://www.euro-petrole.com/docs/260709_142745_n9bJsgns_document.pdf (accessed July 13, 2021).
- [11] K. Tekin, S. Karagöz, S. Bektaş, A review of hydrothermal biomass processing, Renew. Sustain. Energy Rev. 40 (2014) 673–687. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2014.07.216>.
- [12] M. Deniel, Etude de la production de bio-huile par liquéfaction hydrothermale de résidus agroalimentaires et de leurs molécules modèles, 2016.
- [13] M. Briand, Conception et évaluation d'un procédé de liquéfaction hydrothermale pour la valorisation énergétique de résidus agroalimentaires, Université de Lyon, 2021.
- [14] Project BioTfuel : Dossier de presse, (2016). https://www.ifpenergiesnouvelles.fr/sites/ifpen.fr/files/inline-images/NEWSROOM/Communiqu%C3%A9s%20de%20presse/dossier-presse_BioTfuel.pdf.
- [15] IFP, PROJET BIOTFUEL® : ENTRÉE DANS LA PHASE D'INDUSTRIALISATION ET COMMERCIALISATION, (2021). <https://www.ifpenergiesnouvelles.fr/article/projet-biotfuel-entree-phase-dindustrialisation-et-commercialisation> (accessed September 15, 2021).
- [16] J. Billaud, Gazéification de la biomasse en réacteur à flux entraîné : études expérimentales et modélisation, Thèse de doctorat, Ecole nationale des Mines d'Albi-Carmaux, 2015.
<http://www.theses.fr/2015EMAC0010> (accessed October 1, 2021).
- [17] A. Molino, V. Larocca, S. Chianese, D. Musmarra, Biofuels Production by Biomass Gasification: A Review, Energies. 11 (2018) 811. <https://doi.org/10.3390/en11040811>.
- [18] J. Billaud, S. Valin, G. Ratel, M. Peyrot, F. Weiland, H. Hedman, S. Salvador, Biomass gasification in entrained flow reactor: Influence of wood particle size, Chem. Eng. Trans. 50 (2016) 37–42. <https://doi.org/10.3303/CET1650007>.
- [19] V.D. Thi, Modélisation du comportement au feu des structures en bois, Université de Lorraine, 2017.
- [20] G. Daniels, Chapter 3 - Wood and Fibre Morphology, in: Wood Chem., 2008.
- [21] J.-M. Commandré, Valorisation énergétique de la biomasse, (2018).
- [22] C. Robert, Polymères bio-sourcés ou issus de ressources fossiles ?, (n.d.). <https://miao.ensad.fr/2018/08/21/polymeres-bio-sources-quels-defis/>.
- [23] H. Lennholm, K. Blomqvist, Chapter 4 - Cellulose, in: Wood Chem., 2008.
- [24] M.P.C. Conrad, G.D. Smith, G. Fernlund, Fracture of solid wood: A review of structure and properties at different length scales, Wood Fiber Sci. 35 (2003) 570–584.
- [25] K.B. Dahl, K.A. Malo, Nonlinear shear properties of spruce softwood: experimental results, Wood Sci. Technol. 43 (2009) 539–558. <https://doi.org/10.1007/s00226-009-0247-4>.
- [26] P.D. Ewing, J.D. Williams, Thickness and moisture content effect in the fracture toughness of Scots pine, J Mater Sci. 14 (1979) 2959–2966.
- [27] G. Mollon, Mécanique des matériaux granulaires, (2015).
- [28] H.C. Hamaker, The London-van der Waals attraction between spherical particles, Physica. 4 (1937) 1058–1072. [https://doi.org/10.1016/S0031-8914\(37\)80203-7](https://doi.org/10.1016/S0031-8914(37)80203-7).
- [29] J. Visser, Van der Waals and other cohesive forces affecting powder fluidization, Powder Technol. 58 (1989) 1–10. [https://doi.org/10.1016/0032-5910\(89\)80001-4](https://doi.org/10.1016/0032-5910(89)80001-4).
- [30] J.P.K. Seville, C.D. Willett, P.C. Knight, Interparticle forces in fluidisation: A review, Powder

- Technol. 113 (2000) 261–268. [https://doi.org/10.1016/S0032-5910\(00\)00309-0](https://doi.org/10.1016/S0032-5910(00)00309-0).
- [31] P. Moureaux, J.-L. Poyard, Phénomènes électrostatiques : Risques associés et prévention, (2019).
- [32] L. Bocquet, É. Charlaix, F. Restagno, Physics of humid granular media, *Comptes Rendus Phys.* 3 (2002) 207–215. [https://doi.org/10.1016/S1631-0705\(02\)01312-9](https://doi.org/10.1016/S1631-0705(02)01312-9).
- [33] C.D. Willett, M.J. Adams, S.A. Johnson, J.P.K. Seville, Capillary bridges between two spherical bodies, *Langmuir.* 16 (2000) 9396–9405. <https://doi.org/10.1021/la000657y>.
- [34] M.-J. Colbert, M. Grandbois, N. Abatzoglou, Identification of inter-particle forces by atomic force microscopy and how they relate to powder rheological properties measured in shearing tests, *Powder Technol.* 284 (2015) 396–402. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2015.06.059>.
- [35] O. Pouliquen, Y. Forterre, Les milieux granulaires: Entre fluide et solide/ Master recherche Ecole Polytechnique Universitaire de Marseille 2010/2011, (2010).
- [36] C. Gatamel, H. Berthiaux, R. Calvet, A. Chamayou, J.A. Dodds, F. Espitalier, E. Rodier, A. De Ryck, P. Guigon, K. Saleh, A. Delebarre, Maurice, Sciences et Technologies des Poudres, (2018).
- [37] R.C. Hurley, J.E. Andrade, Friction in inertial granular flows: competition between dilation and grain-scale dissipation rates, *Granul. Matter.* 17 (2015) 287–295. <https://doi.org/10.1007/s10035-015-0564-2>.
- [38] C.S. Campbell, Granular material flows - An overview, *Powder Technol.* 162 (2006) 208–229. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2005.12.008>.
- [39] F. Chevoir, Ecoulements granulaires, (2008). https://www.ifsttar.fr/fileadmin/user_upload/editions/lcpc/ERLPC/ERLPC-SI-LCPC-SI16.pdf.
- [40] M. Bouzid, A. Izzet, M. Trulsson, E. Clément, P. Claudin, B. Andreotti, Non-local rheology in dense granular flows: Revisiting the concept of fluidity, *Eur. Phys. J. E.* 38 (2015) 1–15. <https://doi.org/10.1140/epje/i2015-15125-1>.
- [41] R. Condotta, Coulabilité des poudres cohésives: Mesures aux faibles contraintes, granulaires humides et application à une poudre industrielle, INP Toulouse, 2005.
- [42] J. Schwedes, Consolidation and flow of cohesive bulk solids, *Chem. Eng. Sci.* 57 (2002) 287–294.
- [43] ASTM D6128-16: Standard Test Method for Shear Testing of Bulk Solids Using the Jenike Shear Tester, (2016).
- [44] D. Schulze, Selection of stresses, in: *Powders Bulk Solids*, 2008.
- [45] A. Castellanos, The relationship between attractive interparticle forces and bulk behaviour in dry and uncharged fine powders, *Adv. Phys.* 54 (2005) 263–276. <https://doi.org/10.1080/17461390500402657>.
- [46] S. Paulrud, J.E. Mattsson, C. Nilsson, Particle and handling characteristics of wood fuel powder: Effects of different mills, *Fuel Process. Technol.* 76 (2002) 23–39. [https://doi.org/10.1016/S0378-3820\(02\)00008-5](https://doi.org/10.1016/S0378-3820(02)00008-5).
- [47] X. Jia, E.J. Garboczi, Advances in shape measurement in the digital world, *Particuology.* 26 (2016) 19–31. <https://doi.org/10.1016/j.partic.2015.12.005>.
- [48] M.N. Pons, H. Vivier, K. Belaroui, B. Bernard-Michel, F. Cordier, D. Oulhana, J.A. Dodds, Particle morphology: From visualisation to measurement, *Powder Technol.* 103 (1999) 44–57. [https://doi.org/10.1016/S0032-5910\(99\)00023-6](https://doi.org/10.1016/S0032-5910(99)00023-6).
- [49] Y.J. Lee, W.B. Yoon, Flow behavior and hopper design for black soybean powders by particle size, *J. Food Eng.* 144 (2015) 10–19. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2014.07.005>.
- [50] J.M. Rodriguez, T. Edeskär, S. Knutsson, Particle shape quantities and measurement techniques-A review, *Electron. J. Geotech. Eng.* 18 A (2013) 169–198.
- [51] Q. Guo, X. Chen, H. Liu, Experimental research on shape and size distribution of biomass particle, *Fuel.* 94 (2012) 551–555. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2011.11.041>.
- [52] T. Allen, N. Roux, *Granulométrie*, Tech. Ing. (1988).
- [53] K. Leschonski, Sieve analysis, the Cinderella of particle size analysis methods?, *Powder Technol.* 24 (1979) 115–124. [https://doi.org/10.1016/0032-5910\(79\)87027-8](https://doi.org/10.1016/0032-5910(79)87027-8).
- [54] R.K. Ambrose, S. Jan, K. Siliveru, A review on flow characterization methods for cereal grain-based powders: A review on flow characterization methods for cereal grain-based powders, *J. Sci. Food Agric.* 96 (2016) 359–364. <https://doi.org/10.1002/jsfa.7305>.
- [55] G. Xu, P. Lu, M. Li, C. Liang, P. Xu, D. Liu, X. Chen, Investigation on characterization of powder flowability using different testing methods, *Exp. Therm. Fluid Sci.* 92 (2018) 390–401. <https://doi.org/10.1016/j.expthermflusci.2017.11.008>.
- [56] A.W. Alexander, B. Chaudhuri, A. Faqih, F.J. Muzzio, C. Davies, M.S. Tomassone, Avalanching flow of cohesive powders, *Powder Technol.* 164 (2006) 13–21. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2006.01.017>.
- [57] A. Castellanos, J.M. Valverde, M.A.S. Quintanilla, Fine cohesive powders in rotating drums: Transition from rigid-plastic flow to gas-fluidized regime, *Phys. Rev. E - Stat. Phys. Plasmas Fluids Relat. Interdiscip. Top.* 65 (2002). <https://doi.org/10.1103/PhysRevE.65.061301>.

-
- [58] A.M. Faqih, A. Mehrotra, B. Chaudhuri, M. Silvina Tomassone, F.J. Muzzio, A method for predicting hopper flow characteristics of unconfined cohesive powders, in: 2005: p. 2933.
- [59] J. Pachón-Morales, J. Colin, J. Casalinho, P. Perré, F. Puel, Flowability characterization of torrefied biomass powders: Static and dynamic testing, *Biomass Bioenergy*. 138 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2020.105608>.
- [60] M.B. Wojtkowski, O.I. Imole, M. Ramaioli, E. Chavez, S. Luding, Experiments on the avalanching of cohesive powders in a rotating drum, in: 2012.
- [61] H. Yang, G.L. Jiang, H.Y. Saw, C. Davies, M.J. Biggs, V. Zivkovic, Granular dynamics of cohesive powders in a rotating drum as revealed by speckle visibility spectroscopy and synchronous measurement of forces due to avalanching, *Chem. Eng. Sci.* 146 (2016) 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2016.02.023>.
- [62] J. Falk, R.J. Berry, M. Broström, S.H. Larsson, Mass flow and variability in screw feeding of biomass powders - Relations to particle and bulk properties, *Powder Technol.* 276 (2015) 80–88. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2015.02.023>.
- [63] N.-S. Cheng, K. Zhao, Difference between static and dynamic angle of repose of uniform sediment grains, *Int. J. Sediment Res.* 32 (2017) 149–154. <https://doi.org/10.1016/j.ijsrc.2016.09.001>.
- [64] C.E. Davies, J.R. Jones, K. Hussein, S. Fiévez, S.J. Tallon, Flow mode characterization in a one metre diameter rotating drum, *Dev. Chem. Eng. Miner. Process.* 14 (2006) 135–141.
- [65] J.P. Koeppe, M. Enz, J. Kakalios, Phase diagram for avalanche stratification of granular media, *Phys. Rev. E - Stat. Phys. Plasmas Fluids Relat. Interdiscip. Top.* 58 (1998) R4104–R4107. <https://doi.org/10.1103/PhysRevE.58.R4104>.
- [66] D.A. Robinson, S.P. Friedman, Observations of the effects of particle shape and particle size distribution on avalanching of granular media, *Phys. Stat. Mech. Its Appl.* 311 (2002) 97–110. [https://doi.org/10.1016/S0378-4371\(02\)00815-4](https://doi.org/10.1016/S0378-4371(02)00815-4).
- [67] J. Dai, C. Heping, J.R. Grace, Biomass feeding for thermochemical reactors, *Prog. Energy Combust. Sci.* 38 (2012) 716–736.
- [68] N. Chevanan, A.R. Womac, V.S.P. Bitra, C. Igathinathane, Y.T. Yang, P.I. Miu, S. Sokhansanj, Bulk density and compaction behavior of knife mill chopped switchgrass, wheat straw, and corn stover, *Bioresour. Technol.* 101 (2010) 207–214. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.07.083>.
- [69] D. Geldart, N. Harnby, A.C. Wong, Fluidization of cohesive powders, *Powder Technol.* 37 (1984) 25–37. [https://doi.org/10.1016/0032-5910\(84\)80003-0](https://doi.org/10.1016/0032-5910(84)80003-0).
- [70] H. Rezaei, S. Sokhansanj, Physical and thermal characterization of ground bark and ground wood particles, *Renew. Energy*. 129 (2018) 583–590. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2018.06.038>.
- [71] A. De Ryck, Stockage et manutention des poudres, (2007).
- [72] D. Barletta, R.J. Berry, S.H. Larsson, T.A. Lestander, M. Poletto, Á. Ramírez-Gómez, Assessment on bulk solids best practice techniques for flow characterization and storage/handling equipment design for biomass materials of different classes, *Fuel Process. Technol.* 138 (2015) 540–554. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2015.06.034>.
- [73] F. Miccio, D. Barletta, M. Poletto, Flow properties and arching behavior of biomass particulate solids, *Powder Technol.* 235 (2013) 312–321. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2012.10.047>.
- [74] A.W. JENIKE, Storage and Flow of Solids, *Bull. No 123 Utah State Univ.* (1964). <https://ci.nii.ac.jp/naid/10017095533/> (accessed September 29, 2021).
- [75] G. Xu, M. Li, P. Lu, H. Song, C. Liang, X. Chen, Flowability and discharge characteristics of mixtures with different ratio of torrefied biomass and pulverized coal, *Nongye Gongcheng Xuebao/Transactions Chin. Soc. Agric. Eng.* 34 (2018) 186–192. <https://doi.org/10.11975/j.issn.1002-6819.2018.01.025>.
- [76] L. Massaro Sousa, M.C. Ferreira, Spent coffee grounds as a renewable source of energy: An analysis of bulk powder flowability, *Particuology*. 43 (2019) 92–100. <https://doi.org/10.1016/j.partic.2018.06.002>.
- [77] G. Xu, M. Li, P. Lu, Experimental investigation on flow properties of different biomass and torrefied biomass powders, *Biomass Bioenergy*. 122 (2019) 63–75. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2019.01.016>.
- [78] H. Shi, R. Mohanty, S. Chakravarty, R. Cabisco, M. Morgeneyer, H. Zetzener, J. Ooi, A. Kwade, S. Luding, V. Magnanimo, Effect of Particle Size and Cohesion on Powder Yielding and Flow, *KONA Powder Part. J.* 2018 (2018). <https://doi.org/10.14356/kona.2018014>.
- [79] K. Johanson, Effect of particle shape on unconfined yield strength, *Powder Technol.* 194 (2009) 246–251. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2009.05.004>.
- [80] D. Hann, The influence of some parameters on the flow properties of bulk solids, *Strojniski Vestnik/Journal Mech. Eng.* 55 (2009).
- [81] D. Hann, J. Strazisar, Influence of particle size distribution, moisture content, and particle shape on the flow properties of bulk solids, *Instrum. Sci. Technol.* 35 (2007) 571–584.

- <https://doi.org/10.1080/10739140701540453>.
- [82] M.P. Mullarney, N. Leyva, Modeling pharmaceutical powder-flow performance using particle-size distribution data, *Pharm. Technol.* 33 (2009) 126–134.
- [83] J. Pachón-Morales, J. Colin, F. Pierre, F. Puel, P. Perré, Effect of torrefaction intensity on the flow properties of lignocellulosic biomass powders, *Biomass Bioenergy*. 120 (2019) 301–312.
- [84] J. Tomas, S. Kleinschmidt, Improvement of flowability of fine cohesive powders by flow additives, *Chem. Eng. Technol.* 32 (2009) 1470–1483. <https://doi.org/10.1002/ceat.200900173>.
- [85] X. Fu, D. Huck, L. Makein, B. Armstrong, U. Willen, T. Freeman, Effect of particle shape and size on flow properties of lactose powders, *Particuology*. 10 (2012) 203–208. <https://doi.org/10.1016/j.partic.2011.11.003>.
- [86] N. Vlachos, I.T.H. Chang, Investigation of flow properties of metal powders from narrow particle size distribution to polydisperse mixtures through an improved Hall-flowmeter, *Powder Technol.* 205 (2011) 71–80. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2010.08.067>.
- [87] P.W. Cleary, The effect of particle shape on simple shear flows, *Powder Technol.* 179 (2008) 144–163. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2007.06.018>.
- [88] P.W. Cleary, M.L. Sawley, DEM modelling of industrial granular flows: 3D case studies and the effect of particle shape on hopper discharge, *Appl. Math. Model.* 26 (2002) 89–111. [https://doi.org/10.1016/S0307-904X\(01\)00050-6](https://doi.org/10.1016/S0307-904X(01)00050-6).
- [89] D. Höhner, S. Wirtz, V. Scherer, A study on the influence of particle shape on the mechanical interactions of granular media in a hopper using the Discrete Element Method, *Powder Technol.* 278 (2015) 286–305.
- [90] W. Nan, M. Ghadiri, Y. Wang, Analysis of powder rheometry of FT4: Effect of particle shape, *Chem. Eng. Sci.* 173 (2017) 374–383. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2017.08.004>.
- [91] V. Vivacqua, A. López, R. Hammond, M. Ghadiri, DEM analysis of the effect of particle shape, cohesion and strain rate on powder rheometry, *Powder Technol.* 342 (2019) 653–663. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2018.10.034>.
- [92] K.I. Popov, M.G. Pavlović, L.J. Pavlović, E.R. Ivanović, S.B. Krstić, M.Č. Obradović, The effect of the particle shape and structure on the flowability of electrolytic copper powder. II. The experimental verification of the model of the representative powder particle, *J. Serbian Chem. Soc.* 68 (2003) 779–783. <https://doi.org/10.2298/JSC0310779P>.
- [93] C. Hare, M. Ghadiri, The influence of aspect ratio and roughness on flowability, in: 2013: pp. 887–890. <https://doi.org/10.1063/1.4812074>.
- [94] E.N. Hiestand, Powders: Particle-Particle Interactions, *J. Pharm. Sci.* 55 (1966) 1325–1344. <https://doi.org/10.1002/jps.2600551202>.
- [95] X. Chen, Y. Xu, H. Lu, X. Guo, Effect of the moisture content of straw on the internal friction angle of a granular biomass–coal system, *Fuel*. 215 (2018) 266–271. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2017.11.013>.
- [96] Y. Jin, H.-F. Lu, X.-L. Guo, X. Gong, The effect of water addition on the surface energy, bulk and flow properties of lignite, *Fuel Process. Technol.* 176 (2018) 91–100. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2018.02.024>.
- [97] I. Tomasetta, D. Barletta, M. Poletto, The effect of temperature on flow properties of fine powders, *Chem. Eng. Trans.* 24 (2011) 655–660. <https://doi.org/10.3303/CET1124110>.
- [98] E. Cazier, Role des gaz dissous dans la digestion anaérobie par voie sèche de déchets lignocellulosiques, Université de Montpellier, 2015.
- [99] A. Chamayou, J. Fages, Broyage dans les industries agroalimentaires, in: J.-P.M. & J.-L. Ilari (Ed.), *Technol. Pulvérulents Dans IAA*, Lavoisier, 2003: pp. 375–406. <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00442390> (accessed January 21, 2019).
- [100] M. Temmerman, Milling energy needs for biomass and densified products, *Biotechnol. Agron. Soc. Environ.* 15 (2011) 349–360.
- [101] N. Kobayashi, P. Guilin, J. Kobayashi, S. Hatano, Y. Itaya, S. Mori, A new pulverized biomass utilization technology, *Powder Technol.* 180 (2008) 272–283. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2007.02.041>.
- [102] T. Takahashi, Scaled-up pulverizing for lignocellulose biomass using a vibratory mill with ring media, *Renew. Energy*. 144 (2019) 77–83. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2018.11.029>.
- [103] P. Karinkanta, A. Ämmälä, M. Illikainen, J. Niinimäki, Fine grinding of wood – Overview from wood breakage to applications, *Biomass Bioenergy*. 113 (2018) 31–44. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2018.03.007>.
- [104] P. Karinkanta, M. Illikainen, J. Niinimäki, Effect of different impact events in fine grinding mills on the development of the physical properties of dried Norway spruce (*Picea abies*) wood in pulverisation, *Powder Technol.* 253 (2014) 352–359. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2013.11.044>.
- [105] B. Godin, O. Prajara, M. Temmerman, J. Delcarte, Influence of the type of mill on the energy

- consumption of milling biomass: Comparison of 2 different mills, in: 2017: pp. 530–532.
- [106] M. Himmel, M. Tucker, J. Baker, Comminution of biomass: Hammer and knife mills, *Biotechnol. Bioeng. Symp. VOL. 15* (1985) 39–58.
- [107] Z. Miao, T.E. Grift, A.C. Hansen, K.C. Ting, Energy requirement for comminution of biomass in relation to particle physical properties, *Ind. Crops Prod.* 33 (2011) 504–513. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2010.12.016>.
- [108] L.S. Esteban, J.E. Carrasco, Evaluation of different strategies for pulverization of forest biomasses, *Powder Technol.* 166 (2006) 139–151. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2006.05.018>.
- [109] L. Cadoche, G.D. López, Assessment of size reduction as a preliminary step in the production of ethanol from lignocellulosic wastes, *Biol. Wastes.* 30 (1989) 153–157. [https://doi.org/10.1016/0269-7483\(89\)90069-4](https://doi.org/10.1016/0269-7483(89)90069-4).
- [110] K. Svoboda, M. Pohořelý, M. Hartman, J. Martinec, Pretreatment and feeding of biomass for pressurized entrained flow gasification, *Fuel Process. Technol.* 90 (2009) 629–635. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2008.12.005>.
- [111] J.S. Tumuluru, S. Sokhansanj, J.R. Hess, C.T. Wright, R.D. Boardman, A review on biomass torrefaction process and product properties for energy applications, *Ind. Biotechnol.* 7 (2011) 384–401. <https://doi.org/10.1089/ind.2011.7.384>.
- [112] P.C.A. Bergman, A.R. Boersma, J.H.A. Kiel, M.J. Prins, K.J. Ptasiński, F.J.J.G. Janssen, Torrefaction for entrained-flow gasification of biomass, (2005).
- [113] B. Acharya, I. Sule, A. Dutta, A review on advances of torrefaction technologies for biomass processing, *Biomass Convers. Biorefinery.* 2 (2012). <https://doi.org/10.1007/s13399-012-0058-y>.
- [114] E. Peduzzi, G. Boissonnet, G. Haarlemmer, F. Maréchal, Thermo-economic analysis and multi-objective optimisation of lignocellulosic biomass conversion to Fischer–Tropsch fuels, *Sustain. Energy Fuels.* 2 (2018) 1069–1084. <https://doi.org/10.1039/C7SE00468K>.
- [115] B. Colin, Modélisation de la torréfaction de plaquettes de bois en four tournant et validation expérimentale à l'échelle d'un pilote continu de laboratoire, Université de Toulouse, 2014.
- [116] A. Govin, V. Repellin, M. Rolland, J.-L. Duplan, Effect of torrefaction on grinding energy requirement for thin wood particle production, in: N. Roche (Ed.), XII ° Congrès Société Fr. Génie Procédés Pour Relev. Défis Ind. XXI° Siècle Croisée Sci. Cult., Société Française de Génie des Procédés, Marseille, France, 2009. <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00462339> (accessed January 17, 2019).
- [117] C. Mayer-Laigle, R.K. Rajaonarivony, N. Blanc, X. Rouau, Comminution of dry lignocellulosic biomass: Part II. technologies, improvement of milling performances, and security issues, *Bioengineering.* 5 (2018). <https://doi.org/10.3390/bioengineering5030050>.
- [118] J. Pachón-Morales, J. Colin, F. Pierre, T. Champavert, F. Puel, P. Perré, Flowability of lignocellulosic biomass powders: Influence of torrefaction intensity, in: 2017. <https://doi.org/10.1051/epjconf/201714013017>.
- [119] V. Repellin, A. Govin, M. Rolland, R. Guyonnet, Energy requirement for fine grinding of torrefied wood, *Biomass Bioenergy.* 34 (2010) 923–930. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2010.01.039>.
- [120] M. Manouchehrinejad, I. van Giesen, S. Mani, Grindability of torrefied wood chips and wood pellets, *Fuel Process. Technol.* 182 (2018) 45–55. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2018.10.015>.
- [121] L. Kokko, H. Tolvanen, K. Hämäläinen, R. Raiko, Comparing the energy required for fine grinding torrefied and fast heat treated pine, *Biomass Bioenergy.* 42 (2012) 219–223. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2012.03.008>.
- [122] M. Phanphanich, S. Mani, Impact of torrefaction on the grindability and fuel characteristics of forest biomass, *Bioresour. Technol.* 102 (2011) 1246–1253. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2010.08.028>.
- [123] F. Weiland, M. Nordwaeger, I. Olofsson, H. Wiinikka, A. Nordin, Entrained flow gasification of torrefied wood residues, *Fuel Process. Technol.* 125 (2014) 51–58. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2014.03.026>.
- [124] W.-H. Chen, H.-C. Hsu, K.-M. Lu, W.-J. Lee, T.-C. Lin, Thermal pretreatment of wood (Lauan) block by torrefaction and its influence on the properties of the biomass, *Energy.* 36 (2011) 3012–3021. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2011.02.045>.
- [125] D. Maski, M. Darr, R. Anex, Torrefaction of cellulosic biomass upgrading - Energy and cost model, in: 2010: pp. 4443–4460.
- [126] P. Nanou, M.C. Carbo, J.H.A. Kiel, Detailed mapping of the mass and energy balance of a continuous biomass torrefaction plant, *Biomass Bioenergy.* 89 (2016) 67–77. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2016.02.012>.
- [127] N. Doassans-Carrère, S. Muller, M. Mitzkat, REVE - A new industrial technology for biomass torrefaction: Pilot studies, *Fuel Process. Technol.* 126 (2014) 155–162. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2014.04.026>.
- [128] D. Ciolkosz, R. Wallace, A review of torrefaction for bioenergy feedstock production, *Biofuels*

- Bioprod. Biorefining. 5 (2011) 317–329. <https://doi.org/10.1002/bbb.275>.
- [129] K.W. Biegaj, M.G. Rowland, T.M. Lukas, J.Y.Y. Heng, Surface Chemistry and Humidity in Powder Electrostatics: A Comparative Study between Tribocharging and Corona Discharge, *ACS Omega*. 2 (2017) 1576–1582. <https://doi.org/10.1021/acsomega.7b00125>.
- [130] M. Almendros, O. Bonnefoy, A. Govin, W. Nastoll, E. Sanz, R. Andreux, R. Guyonnet, Influence of torrefaction treatment on wood powder properties, in: H. Ossenbrink (Ed.), 19th Eur. Biomass Conf. 2011, ETA-Florence Renewable Energies ISBN= 978-88-89407-55-7, Berlin, Germany, 2011: pp. 1902–1904. <https://doi.org/10.5071/19thEUBCE2011-OC8.5>.
- [131] W.-H. Chen, C.-J. Chen, C.-I. Hung, C.-H. Shen, H.-W. Hsu, A comparison of gasification phenomena among raw biomass, torrefied biomass and coal in an entrained-flow reactor, *Appl. Energy*. 112 (2013) 421–430. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2013.01.034>.
- [132] T. Iqbal, J.J. Fitzpatrick, Effect of storage conditions on the wall friction characteristics of three food powders, *J. Food Eng.* 72 (2006) 273–280. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2004.12.007>.
- [133] E. Teunou, J.J. Fitzpatrick, Effect of storage time and consolidation on food powder flowability, *J. Food Eng.* 43 (2000) 97–101. [https://doi.org/10.1016/S0260-8774\(99\)00137-5](https://doi.org/10.1016/S0260-8774(99)00137-5).
- [134] Z. Guo, X. Chen, H. Liu, H. Lu, X. Guo, X. Gong, Effect of storage time on the flowability of biomass-coal granular system, *Fuel Process. Technol.* 125 (2014) 59–66. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2014.03.030>.
- [135] F.T. Kus, M.A. Duchesne, S. Champagne, R.W. Hughes, D.Y. Lu, A. Macchi, P. Mehrani, Pressurized pneumatic conveying of pulverized fuels for entrained flow gasification, *Powder Technol.* 287 (2016) 403–411. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2015.10.028>.
- [136] K.R. Cummer, R.C. Brown, Ancillary equipment for biomass gasification, *Biomass Bioenergy*. 23 (2002) 113–128. [https://doi.org/10.1016/S0961-9534\(02\)00038-7](https://doi.org/10.1016/S0961-9534(02)00038-7).
- [137] C. Wilén, A. Rautalin, Handling and feeding of biomass to pressurized reactors: Safety engineering, *Bioresour. Technol.* 46 (1993) 77–85. [https://doi.org/10.1016/0960-8524\(93\)90057-I](https://doi.org/10.1016/0960-8524(93)90057-I).
- [138] A.W. Jenike, Analysis of solids densification during the pressurization of lock hoppers, *Powder Technol.* 37 (1984) 131–143. [https://doi.org/10.1016/0032-5910\(84\)80012-1](https://doi.org/10.1016/0032-5910(84)80012-1).
- [139] H. Lu, X. Guo, X. Cong, K. Liu, X. Sun, K. Xie, X. Gong, J. Lu, The discharge of pulverized coal from a pressurized aerated hopper, *Ind. Eng. Chem. Res.* 51 (2012) 13839–13845. <https://doi.org/10.1021/ie301604v>.
- [140] N. Wiese, J. Schwedes, The variation in the behaviour of bulk solids as a result of sudden pressure changes in the surrounding gas phase, *Powder Technol.* 77 (1993) 221–231. [https://doi.org/10.1016/0032-5910\(93\)85015-2](https://doi.org/10.1016/0032-5910(93)85015-2).
- [141] W.A. Beverloo, H.A. Leniger, J. van de Velde, The flow of granular solids through orifices, *Chem. Eng. Sci.* 15 (1961) 260–269. [https://doi.org/10.1016/0009-2509\(61\)85030-6](https://doi.org/10.1016/0009-2509(61)85030-6).
- [142] R.M. Nedderman, U. Tüzün, S.B. Savage, G.T. Houlsby, The flow of granular materials-I. Discharge rates from hoppers, *Chem. Eng. Sci.* 37 (1982) 1597–1609. [https://doi.org/10.1016/0009-2509\(82\)80029-8](https://doi.org/10.1016/0009-2509(82)80029-8).
- [143] H.F. Rose, T. Tanaka, Rate of discharge of granular materials from bins and hoppers, *The Engineer*. 208 (1959) 465–469.
- [144] B.J. Crewdson, A.L. Ormond, R.M. Nedderman, Air-impeded discharge of fine particles from a hopper, *Powder Technol.* 16 (1977) 197–207. [https://doi.org/10.1016/0032-5910\(77\)87007-1](https://doi.org/10.1016/0032-5910(77)87007-1).
- [145] G. Donsi, G. Ferrari, M. Poletto, Distribution of gas pressure inside a hopper discharging fine powders, *Chem. Eng. Sci.* 52 (1997) 4291–4302. [https://doi.org/10.1016/S0009-2509\(97\)00163-2](https://doi.org/10.1016/S0009-2509(97)00163-2).
- [146] G. Donsi, G. Ferrari, M. Poletto, P. Russo, Aggregative behavior of cohesive magnesium carbonate powders during fluidization and aerated discharge, *KONA Powder Part. J.* 21 (2003) 54–65. <https://doi.org/10.14356/kona.2003009>.
- [147] R.M. Nedderman, U. Tüzün, R.B. Thorpe, The effect of interstitial air pressure gradients on the discharge from bins, *Powder Technol.* 35 (1983) 69–81.
- [148] D. Barletta, G. Donsi, G. Ferrari, M. Poletto, On the role and the origin of the gas pressure gradient in the discharge of fine solids from hoppers, *Chem. Eng. Sci.* 58 (2003) 5269–5278. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2003.08.022>.
- [149] R.C. Brown, J.C. Richards, *Principles of Powder Mechanics*, (1970).
- [150] D. Barletta, G. Donsi, G. Ferrari, M. Poletto, P. Russo, Solid flow rate prediction in silo discharge of aerated cohesive powders, *AIChE J.* 53 (2007) 2240–2253. <https://doi.org/10.1002/aic.11212>.
- [151] H.G. Merkus, G.M.H. Meesters, *Production, Handling and Characterization of Particulate Materials*, Springer, n.d.
- [152] J. Dai, J.R. Grace, Biomass granular screw feeding: An experimental investigation, *Biomass Bioenergy*. 35 (2011) 942–955. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2010.11.026>.
- [153] D. Minglani, A. Sharma, H. Pandey, R. Dayal, J.B. Joshi, S. Subramaniam, A review of granular flow in screw feeders and conveyors, *Powder Technol.* 366 (2020) 369–381. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2020.02.066>.

-
- [154] H. Zareiforouh, M. Komarizadeh, M.R. Alizadeh, A Review on Screw Conveyors Performance Evaluation During Handling Process, *J. Sci. Rev.* 2 (2010).
- [155] M. Gil, I. Arauzo, E. Teruel, C. Bartolomé, Milling and handling *Cynara Cardunculus* L. for use as solid biofuel: Experimental tests, *Biomass Bioenergy*. 41 (2012) 145–156. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2012.02.023>.
- [156] A. Joppich, H. Salman, Wood powder feeding, difficulties and solutions, *Biomass Bioenergy*. 16 (1999) 191–198. [https://doi.org/10.1016/S0961-9534\(98\)00082-8](https://doi.org/10.1016/S0961-9534(98)00082-8).
- [157] Z. Miao, T.E. Grift, A.C. Hansen, K.C. Ting, Flow performance of ground biomass in a commercial auger, *Powder Technol.* 267 (2014) 354–361. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2014.07.038>.
- [158] H. Zareiforouh, M.H. Komarizadeh, M.R. Alizadeh, M. Masoomi, H. Tavakoli, Performance evaluation of screw augers in paddy grains handling, *Int. Agrophysics*. 24 (2010) 389–396.
- [159] D. Minglani, A. Sharma, H. Pandey, R. Dayal, J.B. Joshi, Analysis of flow behavior of size distributed spherical particles in screw feeder, *Powder Technol.* 382 (2021) 1–22. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2020.12.041>.
- [160] M. Rackl, F. Top, C.P. Molhoek, D.L. Schott, Feeding system for wood chips: A DEM study to improve equipment performance, *Biomass Bioenergy*. 98 (2017) 43–52. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2017.01.003>.
- [161] A.K. Srivastava, C.E. Goering, R.P. Rohrbach, D.R. Buckmaster, *Engineering Principles of Agricultural Machines*, (n.d.) 27.
- [162] J. Dai, J.R. Grace, A model for biomass screw feeding, *Powder Technol.* 186 (2008) 40–55. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2007.10.032>.
- [163] J.R. Metcalf, The Mechanics of the Screw Feeder, *Proc. Inst. Mech. Eng.* 180 (1965) 131–146. https://doi.org/10.1243/PIME_PROC_1965_180_015_02.
- [164] A.W. Roberts, Predicting the volumetric and torque characteristics of screw feeders, *Bulk Solids Handl.* 16 (1996) 233–x3.
- [165] Y. Yu, P.C. Arnold, Theoretical modelling of torque requirements for single screw feeders, *Powder Technol.* 93 (1997) 151–162. [https://doi.org/10.1016/S0032-5910\(97\)03265-8](https://doi.org/10.1016/S0032-5910(97)03265-8).
- [166] R.J. Ross, *Wood Handbook, Wood as an Engineering Material*, (2010) 509.
- [167] H. Demey, T. Melkior, A. Chatroux, K. Attar, S. Thiery, H. Miller, M. Grateau, A.M. Sastre, M. Marchand, Evaluation of torrefied poplar-biomass as a low-cost sorbent for lead and terbium removal from aqueous solutions and energy co-generation, *Chem. Eng. J.* 361 (2019) 839–852. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2018.12.148>.
- [168] F. Thevenon, M. Marchand, M. Grateau, H. Demey, A. Chatroux, A. De Ryck, T. Melkior, Continuous torrefaction of resinous wood chips in multiple hearths furnace: Mass and energy balances, in: *Proc. Venice 2020, CISA Publisher Accepted for publication, Venice, 2020*.
- [169] AIDA, Arrêté du 03/08/18 relatif aux installations de combustion d'une puissance thermique nominale totale inférieure à 50 MW soumises à autorisation au titre des rubriques 2910, 2931 ou 3110 (applicable à compter du 20 décembre 2018), (2018). https://aida.ineris.fr/consultation_document/41041.
- [170] Y. Liu, H. Lu, M. Poletto, X. Guo, X. Gong, Y. Jin, Flow properties and inter-particle forces in fuel powders, *Particuology*. 34 (2017) 24–38. <https://doi.org/10.1016/j.partic.2016.10.007>.
- [171] ASTM D6773-02: Standard Shear Test Method for Bulk Solids Using the Schulze Ring Shear Tester, (2002).
- [172] R. Collet, Critères de malaxabilité des mélanges granulaires humides, Université de Toulouse, 2010.
- [173] P. García-Triñanes, S. Luding, H. Shi, Tensile strength of cohesive powders, *Adv. Powder Technol.* 30 (2019) 2868–2880. <https://doi.org/10.1016/j.apt.2019.08.017>.
- [174] C. Vanneste-Ibarcq, T. Melkior, A. De Ryck, Warren-Spring based model for the shear yield locus of cohesive biomass powders, in: 2017. <https://doi.org/10.1051/epjconf/201714008005>.
- [175] G. Cavalli, R. Bosi, A. Ghiretti, C. Cottini, A. Benassi, R. Gaspari, A shear cell study on oral and inhalation grade lactose powders, *Powder Technol.* 372 (2020) 117–127. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2020.05.041>.
- [176] M. Peleg, M.D. Normand, M.G. Corradini, Interactive software for calculating the principal stresses of compacted cohesive powders with the Warren-Spring equation, *Powder Technol.* 197 (2010) 268–273. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2009.10.003>.
- [177] R. Freeman, Measuring the flow properties of consolidated, conditioned and aerated powders - A comparative study using a powder rheometer and a rotational shear cell, *Powder Technol.* 174 (2007) 25–33. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2006.10.016>.
- [178] M. Strandberg, I. Olofsson, L. Pommer, S. Wiklund-Lindström, K. Åberg, A. Nordin, Effects of temperature and residence time on continuous torrefaction of spruce wood, *Fuel Process. Technol.* 134 (2015) 387–398. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2015.02.021>.
- [179] M.J. Prins, K.J. Ptasiniski, F.J.J.G. Janssen, Torrefaction of wood. Part 2. Analysis of products, J.

- Anal. Appl. Pyrolysis. 77 (2006) 35–40. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2006.01.001>.
- [180] A. Ohliger, M. Förster, R. Kneer, Torrefaction of beechwood: A parametric study including heat of reaction and grindability, *Fuel*. 104 (2013) 607–613. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2012.06.112>.
- [181] Y. Liu, J. Wang, M.P. Wolcott, Assessing the specific energy consumption and physical properties of comminuted Douglas-fir chips for bioconversion, *Ind. Crops Prod.* 94 (2016) 394–400. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2016.08.054>.
- [182] P. Stępień, J. Pulka, A. Białowiec, Organic Waste Torrefaction – A Review: Reactor Systems, and the Biochar Properties, *Pyrolysis*. (2017). <https://doi.org/10.5772/67644>.
- [183] Y. Haseli, Process Modeling of a Biomass Torrefaction Plant, *Energy Fuels*. 32 (2018) 5611–5622. <https://doi.org/10.1021/acs.energyfuels.7b03956>.
- [184] K. Kaminaka, Y. Matsumura, W. Noaman Omar, Y. Uemura, Process evaluation for torrefaction of empty fruit bunch in malaysia, *J. Jpn. Pet. Inst.* 57 (2014) 88–93. <https://doi.org/10.1627/jpi.57.88>.
- [185] P. Le Louer, R. Leclercq, A. Wanin, M. Force, G. Remond, A. Hachimi, Evaluation des performances énergétiques et environnementales de chaufferies biomasse, 2014.
- [186] L. Dzurenda, A. Banski, Influence of moisture content of combusted wood on the thermal efficiency of a boiler, *Arch. Thermodyn.* 38 (2017) 63–74. <https://doi.org/10.1515/aoter-2017-0004>.
- [187] B. Colin, J.-L. Dirion, P. Arlabosse, S. Salvador, Quantification of the torrefaction effects on the grindability and the hygroscopicity of wood chips, *Fuel*. 197 (2017) 232–239. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2017.02.028>.
- [188] J.C. Williams, A.H. Birks, The comparison of the failure measurements of powders with theory, *Powder Technol.* 1 (1967) 199–206. [https://doi.org/10.1016/0032-5910\(67\)80037-8](https://doi.org/10.1016/0032-5910(67)80037-8).
- [189] G.R. McDowell, Micromechanics of creep of granular materials, *Géotechnique*. (2015). <https://doi.org/10.1680/geot.2003.53.10.915>.
- [190] A. De Ryck, R. Condotta, M. Lubert, Interrupted shear of granular media, *Eur. Phys. J. E.* 11 (2003) 159–167. <https://doi.org/10.1140/epje/i2002-10153-6>.
- [191] J. Brujić, P. Wang, C. Song, D.L. Johnson, O. Sindt, H.A. Makse, Granular dynamics in compaction and stress relaxation, *Phys. Rev. Lett.* 95 (2005). <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.95.128001>.
- [192] A. Amir, Y. Oreg, Y. Imry, On relaxations and aging of various glasses, (n.d.) 6.
- [193] O.I. Imole, M. Paulick, V. Magnanimo, M. Morgeneyer, B.E. Chávez Montes, M. Ramaioli, A. Kwade, S. Luding, Slow stress relaxation behavior of cohesive powders, *Powder Technol.* 293 (2016) 82–93. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2015.12.023>.
- [194] R.R. Hartley, R.P. Behringer, Logarithmic rate dependence of force networks in sheared granular materials, *Nature*. 421 (2003) 928–931. <https://doi.org/10.1038/nature01394>.
- [195] H.A. Makse, N. Gland, D.L. Johnson, L. Schwartz, Granular packings: Nonlinear elasticity, sound propagation, and collective relaxation dynamics, *Phys. Rev. E.* 70 (2004) 061302. <https://doi.org/10.1103/PhysRevE.70.061302>.
- [196] Q. Sun, F. Jin, G. Wang, S. Song, G. Zhang, On granular elasticity, *Sci. Rep.* 5 (2015) 9652. <https://doi.org/10.1038/srep09652>.
- [197] A. Miksic, M.J. Alava, Evolution of grain contacts in a granular sample under creep and stress relaxation, *Phys. Rev. E.* (2013) 7.
- [198] A. Miksic, Étude des propriétés mécaniques et acoustiques d'un milieu granulaire sous chargements cycliques, phdthesis, Université Paris-Est, 2008. <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00350277> (accessed September 27, 2021).
- [199] K.A. Murphy, J.W. Kruppe, H.M. Jaeger, Memory in Nonmonotonic Stress Relaxation of a Granular System, *Phys. Rev. Lett.* 124 (2020). <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.124.168002>.
- [200] N. Kumar, S. Luding, Memory of jamming - multiscale models for soft and granular matter, *Granul. Matter.* 18 (2016) 58. <https://doi.org/10.1007/s10035-016-0624-2>.
- [201] S. Luding, How does static granular matter re-arrange for different isotropic strain rate?, *EPJ Web Conf.* 249 (2021) 10001. <https://doi.org/10.1051/epjconf/202124910001>.
- [202] J.D. Bernal, J. Mason, Packing of spheres: Co-ordination of randomly packed spheres, *Nature*. 188 (1960) 910–911. <https://doi.org/10.1038/188910a0>.
- [203] F. Thevenon, B. Devulapalli, M. Marchand, T. Melkior, A. de Ryck, Slow and intermittent stress relaxation of biomass granular media, *EPJ Web Conf.* 249 (2021) 08010. <https://doi.org/10.1051/epjconf/202124908010>.
- [204] A. López, V. Vivacqua, R. Hammond, M. Ghadiri, Analysis of screw feeding of faceted particles by discrete element method, *Powder Technol.* 367 (2020) 474–486. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2020.03.064>.

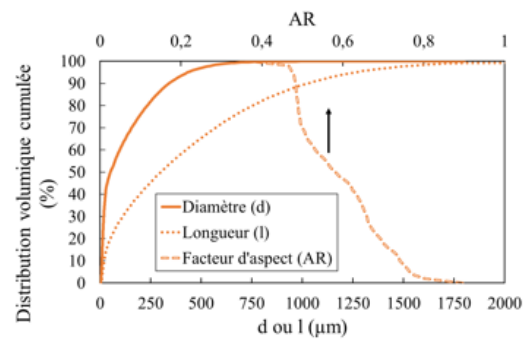
Annexes

ANNEXE I – FICHES DE CARACTÉRISATION DES POUDRES

Cette annexe synthétise les caractéristiques des poudres étudiées au cours de ce travail de thèse.

Raw1

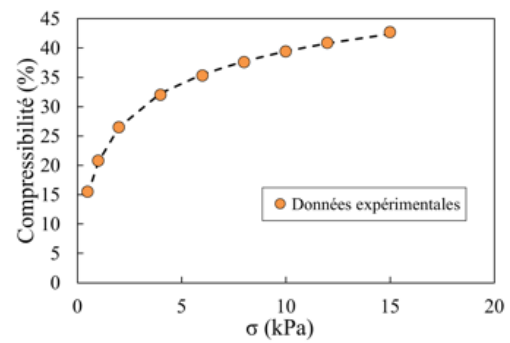
Morphologie des particules



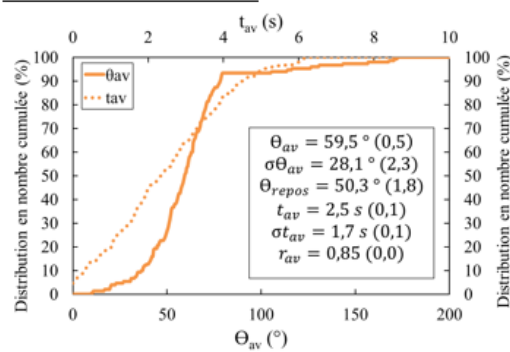
d_{10} (μm)	9
d_{50} (μm)	51
d_{90} (μm)	340
Span d	6.5
l_{10} (μm)	21
l_{50} (μm)	300
l_{90} (μm)	1026
Span l	3.3
AR ₅₀	0.58
AR moyen	0.59
$\rho_{\text{particule}}$ (kg/m^3)	/

Caractéristiques du lit / Compressibilité

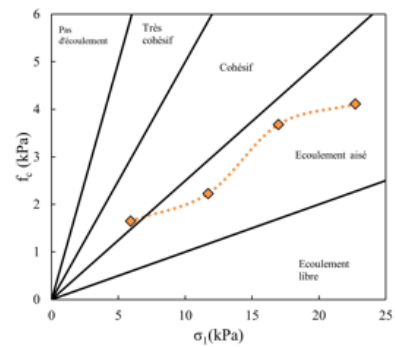
$\rho_{\text{aérée}}$ (g/cm^3)	0.14
ρ_{vrac} – Cellule de Schulze Standard (g/cm^3)	0.14
Compressibilité 15 kPa (%)	42.7
μ	0.90
ε	/



Coulabilité – État libre



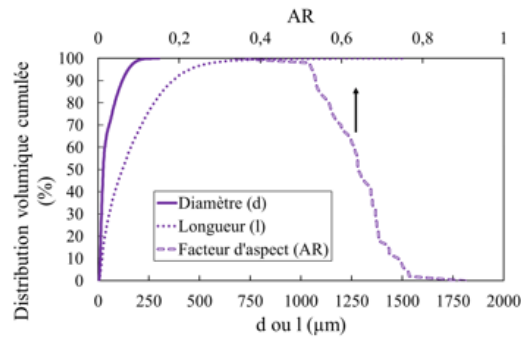
Coulabilité – État contraint



Cellule de Schulze – Standard type M

Raw1 fine

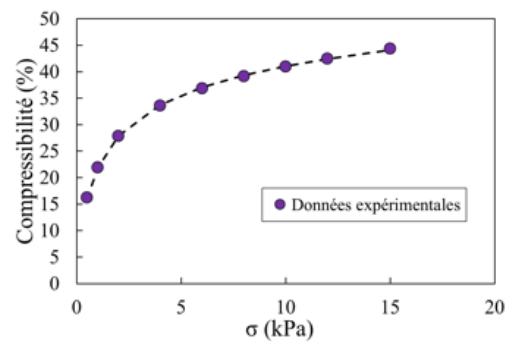
Morphologie des particules



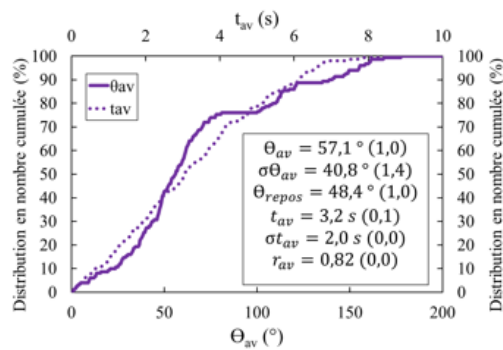
d ₁₀ (μm)	10
d ₅₀ (μm)	25
d ₉₀ (μm)	119
Span d	4.3
l ₁₀ (μm)	19
l ₅₀ (μm)	119
l ₉₀ (μm)	367
Span l	2.9
AR ₅₀	0.64
AR moyen	0.64
ρ _{particule} (kg/m ³)	0.99

Caractéristiques du lit / Compressibilité

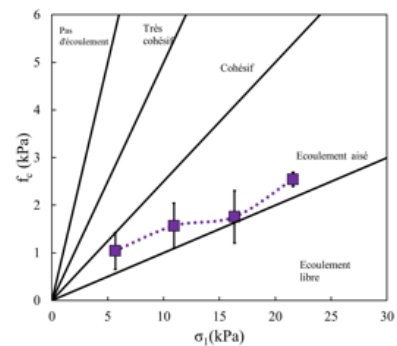
ρ _{aérée} (g/cm ³)	0.13
ρ _{vtac} – Cellule de Schulze Standard (g/cm ³)	0.12
Compressibilité 15 kPa (%)	44.4
μ	0.81
ε	0.88



Coulabilité – État libre



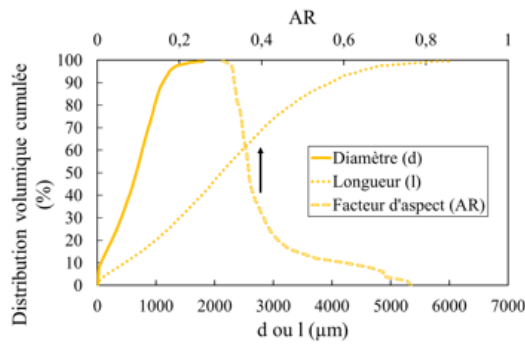
Coulabilité – État contraint



Cellule de Schulze – Standard type M

Raw5

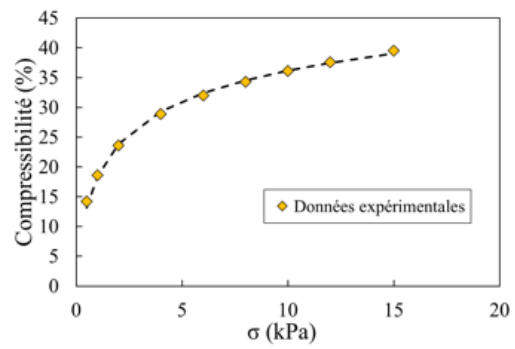
Morphologie des particules



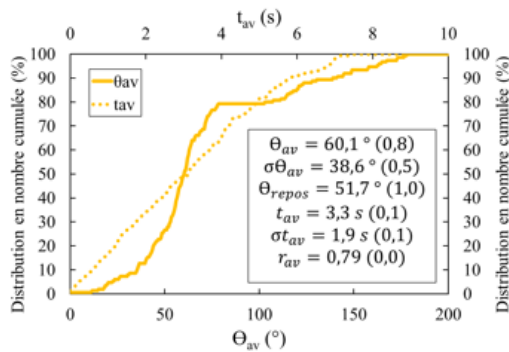
d_{10} (µm)	62
d_{50} (µm)	662
d_{90} (µm)	1118
Span d	1.6
l_{10} (µm)	464
l_{50} (µm)	2111
l_{90} (µm)	3974
Span l	1.7
AR_{50}	0.37
AR moyen	0.41
$\rho_{particule}$ (kg/m ³)	0.83

Caractéristiques du lit / Compressibilité

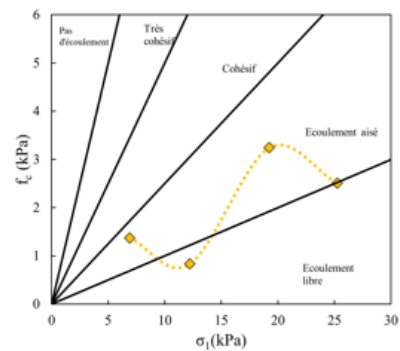
$\rho_{aérée}$ (g/cm ³)	0.14
ρ_{vac} - Cellule de Schulze Standard (g/cm ³)	0.16
Compressibilité 15 kPa (%)	39.5
μ	1.01
ε	0.81



Coulabilité – État libre



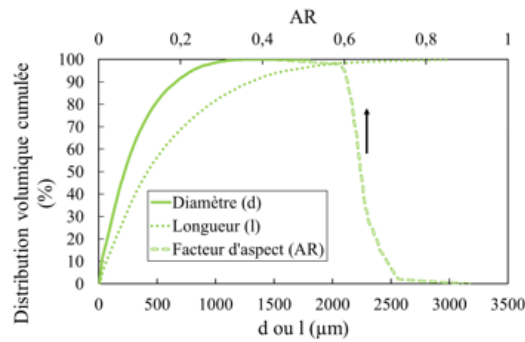
Coulabilité – État contraint



Cellule de Schulze – Standard type M

RawVib

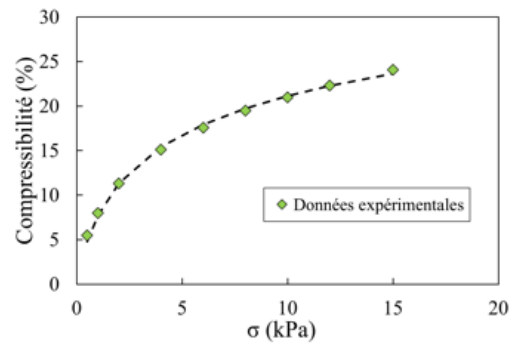
Morphologie des particules



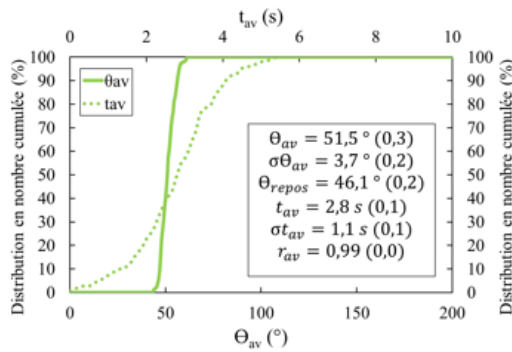
d ₁₀ (μm)	27
d ₅₀ (μm)	220
d ₉₀ (μm)	659
Span d	2.9
l ₁₀ (μm)	65
l ₅₀ (μm)	417
l ₉₀ (μm)	1301
Span l	3.0
AR ₅₀	0.64
AR moyen	0.65
ρ _{particule} (kg/m ³)	1.03

Caractéristiques du lit / Compressibilité

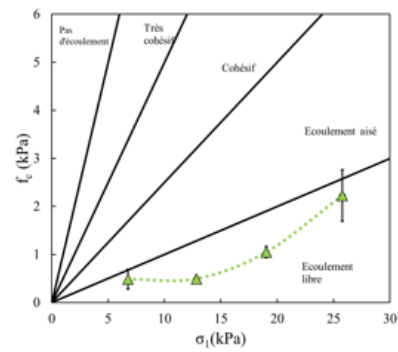
ρ _{aérée} (g/cm ³)	0.29
ρ _{vac} - Cellule de Schulze Standard (g/cm ³)	0.30
Compressibilité 15 kPa (%)	24.1
μ	0.85
ε	0.71



Coulabilité – État libre



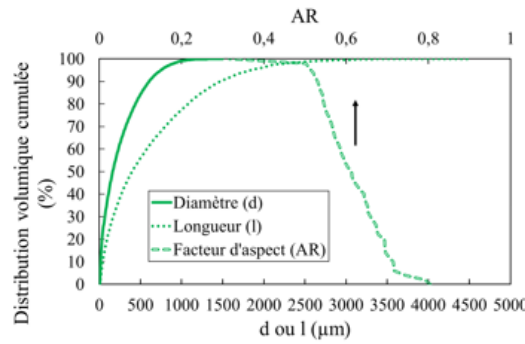
Coulabilité – État contraint



Cellule de Schulze – Standard type M

RawVib2

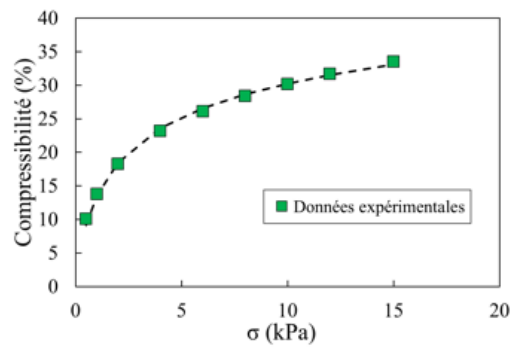
Morphologie des particules



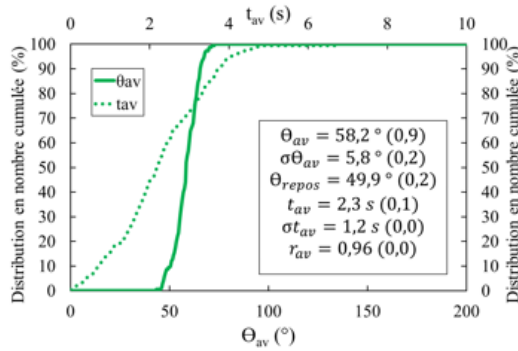
d ₁₀ (µm)	18
d ₅₀ (µm)	163
d ₉₀ (µm)	605
Span d	3.6
l ₁₀ (µm)	42
l ₅₀ (µm)	400
l ₉₀ (µm)	1470
Span l	3.6
AR ₅₀	0.61
AR moyen	0.61
ρ _{particule} (kg/m ³)	/

Caractéristiques du lit / Compressibilité

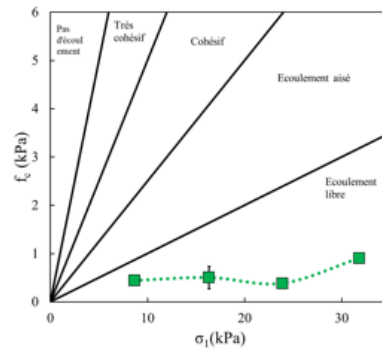
ρ _{aérée} (g/cm ³)	0.25
ρ _{vac} – Cellule de Schulze Standard (g/cm ³)	/
Compressibilité 15 kPa (%)	33.5
μ	/
ε	/



Coulabilité – État libre



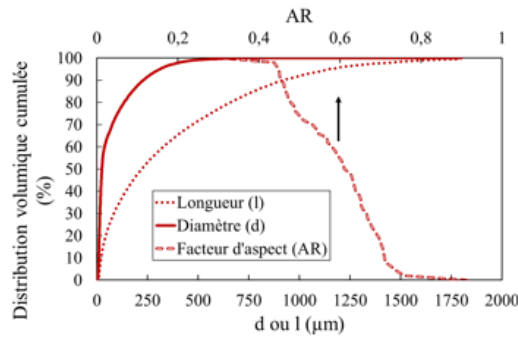
Coulabilité – État contraint



Rhéomètre FT4

Tor1

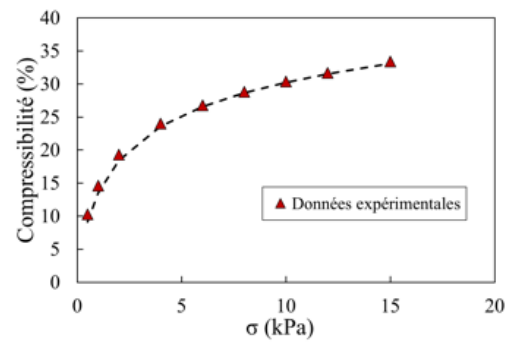
Morphologie des particules



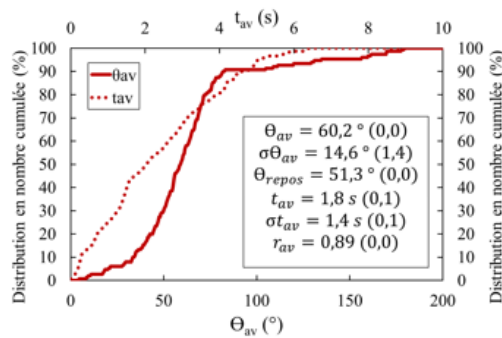
d ₁₀ (µm)	9
d ₅₀ (µm)	25
d ₉₀ (µm)	229
Span d	8.9
l ₁₀ (µm)	22
l ₅₀ (µm)	221
l ₉₀ (µm)	921
Span l	4.1
AR ₅₀	0.61
AR moyen	0.59
ρ _{particule} (kg/m ³)	0.83

Caractéristiques du lit / Compressibilité

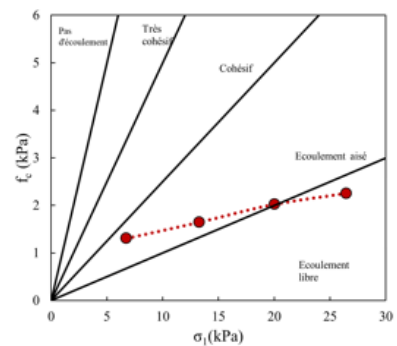
ρ _{aérée} (g/cm ³)	0.17
ρ _{vtac} – Cellule de Schulze Standard (g/cm ³)	0.20
Compressibilité 15 kPa (%)	33.4
μ	0.92
ε	0.76



Coulabilité – État libre



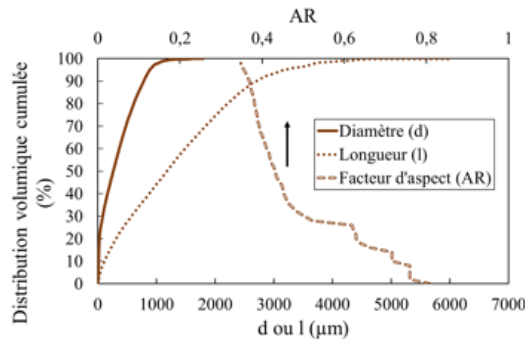
Coulabilité – État contraint



Cellule de Schulze – Standard type M

Tor5

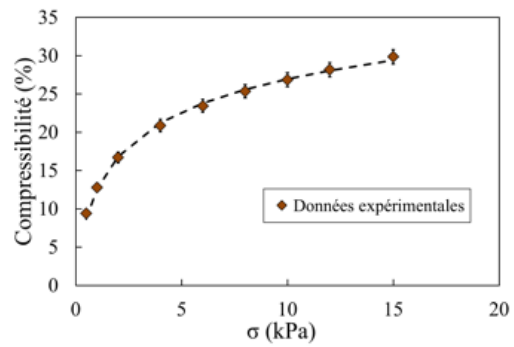
Morphologie des particules



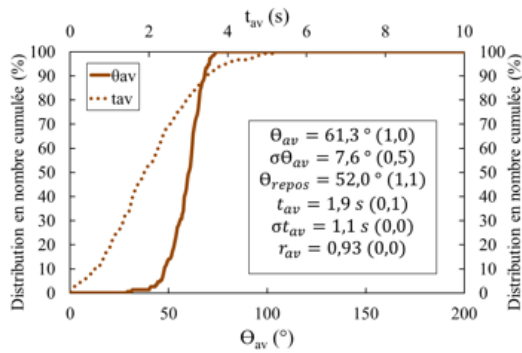
d ₁₀ (μm)	14
d ₅₀ (μm)	264
d ₉₀ (μm)	782
Span d	2.9
l ₁₀ (μm)	113
l ₅₀ (μm)	1176
l ₉₀ (μm)	2701
Span l	2.2
AR ₅₀	0.43
AR moyen	0.48
ρ _{particule} (kg/m ³)	0.60

Caractéristiques du lit / Compressibilité

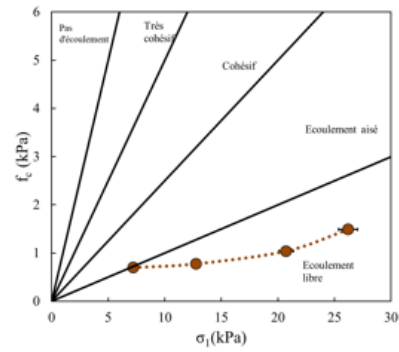
ρ _{aérée} (g/cm ³)	0.17
ρ _{vtac} – Cellule de Schulze Standard (g/cm ³)	0.17
Compressibilité 15 kPa (%)	29.9
μ	0.92
ε	0.71



Coulabilité – État libre



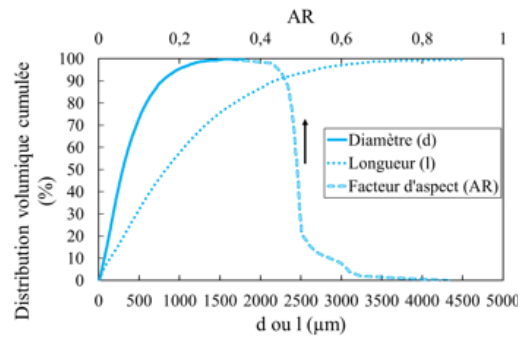
Coulabilité – État contraint



Cellule de Schulze – Standard type M

Tor5Vib

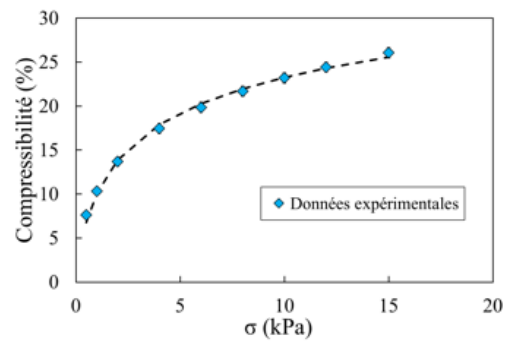
Morphologie des particules



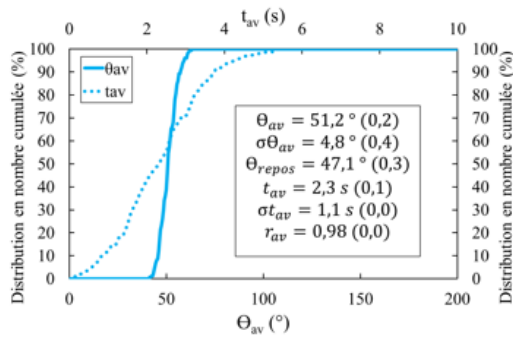
d ₁₀ (μm)	71
d ₅₀ (μm)	298
d ₉₀ (μm)	786
Span d	2.4
l ₁₀ (μm)	144
l ₅₀ (μm)	831
l ₉₀ (μm)	2175
Span l	2.4
AR ₅₀	0.49
AR moyen	0.50
ρ _{particule} (kg/m ³)	/

Caractéristiques du lit / Compressibilité

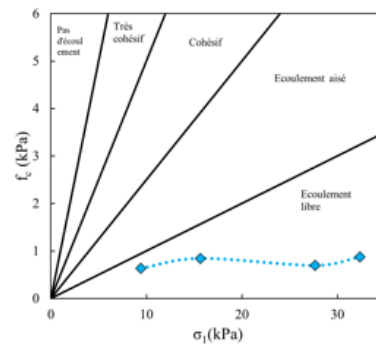
ρ _{aérée} (g/cm ³)	0.25
ρ _{vac} – Cellule de Schulze Standard (g/cm ³)	/
Compressibilité 15 kPa (%)	26.1
μ	/
ε	/



Coulabilité – État libre



Coulabilité – État contraint



Rhéomètre FT4

ANNEXE II A – CALCUL DES CONTRAINTES NORMALE ET TANGENTIELLE D'UNE MESURE DE CISAILLEMENT EN CELLULE DE SCHULZE

Cette annexe présente le calcul de la contrainte normale et de la contrainte tangentielle lors d'une mesure de cisaillement en régime quasi-statique avec une cellule de Schulze.

Calcul de la contrainte normale :

La contrainte normale σ (exprimée en Pa) appliquée sur l'échantillon est déterminée à partir du poids mis en place grâce à l'équation suivante :

$$\sigma = \frac{m \cdot g}{S_{cellule}} \quad (\text{Éq. 54})$$

m : Masse appliquée sur le couvercle (en kg)

g : Constante de pesanteur = $9.81 \text{ m} \cdot \text{s}^{-2}$

$S_{cellule}$: Section transversale de la cellule de cisaillement (m^2)

La section transversale correspond à la surface de contact entre le lit de poudre et le couvercle de la cellule

Contrairement à R. Collet [172], le volume de poudre situé au-dessus du plan de cisaillement est négligé. Les poudres testées au cours de cette thèse ont une masse volumique faible, inférieure à $300 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$, ainsi la contrainte que la poudre située entre les dents de cisaillement applique sur le lit est négligeable par rapport à la contrainte que la masse applique sur le lit.

Calcul de la contrainte de cisaillement :

La contrainte de cisaillement τ (exprimée en Pa) est calculée à partir de la force ($F_1 + F_2$) mesurée par les capteurs de force qui retiennent le couvercle. L'expression du couple est utilisée :

$$(F_1 + F_2)L = \int_{r_{e,c}}^{r_{i,c}} 2\pi \cdot r_c dr_c \tau r_c = 2\pi * \frac{(r_{e,c}^3 - r_{i,c}^3)}{3} \tau \quad (\text{Éq. 55})$$

Ainsi :

$$\tau = \frac{3 (F_1 + F_2)}{2\pi (r_{e,c}^3 - r_{i,c}^3)} L \quad (\text{Éq. 56})$$

L :

Distance comprise entre l'axe de rotation et l'extrémité d'une tige fixée à un capteur de force (cm)

r_c : Rayon du couvercle de la cellule (m)

$r_{e,c}$: Rayon externe du couvercle de la cellule de cisaillement (m)

$r_{i,c}$: Rayon interne du couvercle de la cellule de cisaillement (m)

**ANNEXE II B – TABLE DE DONNÉES THERMOCHEMIQUES
DES GAZ DE COMBUSTION ET DE TORRÉFACTION**

Cette annexe présente les données thermochimiques des gaz de combustion et de torréfaction utiles dans le chapitre II.

Tableau 28 - Coefficients a et b pour le calcul de la capacité thermique molaire des principaux gaz considérés dans ce manuscrit.

Capacité thermique (J.mol ⁻¹ .K ⁻¹)	a	b
CH ₄	44,25	0,02273
O ₂	30,5	0,00349
N ₂	29,23	0,00307
H ₂ O	32,47	0,00862
CO ₂	44,32	0,0073
CO	29,61	0,00301
H ₂	27,32	0,00335
CH ₄	44,25	0,02273
C ₂ H ₂	51,79	0,01383
C ₂ H ₄	60,24	0,02637
C ₂ H ₆	52,63	0
C ₃ H ₈	73,51	0

ANNEXE II C – DONNÉES UTILISÉES POUR LE CALCUL DES BESOINS EN RESSOURCE

Cette annexe présente les données utilisées pour calculer les besoins en ressource, présentés dans la section 3.2 du chapitre II. Il est rappelé ici que la configuration A correspond à une alimentation de la chaudière biomasse avec des plaquettes de bois humides (taux d'humidité = 52 % sur base humide), la configuration B correspond à l'alimentation de la chaudière avec des plaquettes de bois sèches (taux d'humidité = 11 %) et la configuration C correspond à l'alimentation de la chaudière avec des plaquettes de bois torréfié (perte de masse de 11 %).

Les chaînes de préparation considérées sont :

- DG : Séchage + Broyage au broyeur à couteaux
- DTG : Séchage + Torréfaction + Broyage au broyeur à couteaux
- DTG+Hi : Séchage + Torréfaction + Broyage au broyeur à couteaux avec supposition d'une Intégration énergétique
- DGV : Séchage + Broyage au broyeur à couteaux + Broyeur vibrant

Les abréviations utilisées dans le Tableau 29, le Tableau 30 et le Tableau 31 sont détaillées ci-dessous :

- BR : Besoin en Ressource en entrée de chaque étape (tonne de matière sèche, tms)
- BRC : Besoin en Ressource pour la Combustion en chaudière (tonne de matière sèche, tms)
- BE : Besoin en Énergie (MWh)

Tableau 29 - Configuration A : plaquettes de bois humides (52% d'humidité sur base humide).

	DG		DTG		DTG+Hi		DGV	
	BR (tms)	BE (MWh)	BR (tms)	BE (MWh)	BR (tms)	BE (MWh)	BR (tms)	BE (MWh)
Séchage	1	0.66	1.1	0.74	1.1	0.74	1	0.66
Torréfaction	-	-	1.1	0.69	1.1	0.80	-	-
Postcombustion	-	-	1.1	2.08	1.1	1.61	-	-
Energie valorisable	-	-	-	-	-	-1.72	-	-
Broyage + Tamisage (brut)	1	0.17	-	-	-	-	-	-
Broyage + Tamisage (torréfié)	-	-	1	0.05	1	0.05	-	-
Broyage aux couteaux + Broyage au vibrant + Tamisage (brut)	-	-	-	-	-	-	1	0.79
Coût total en chaleur (MWh.tps ⁻¹)	0.66		3.51		1.61		0.66	
BRC (tms.tps ⁻¹)	0.2		1.0		0.4		0.2	

Annexes

Coût total en plaquettes (tms.tps ⁻¹)	1.2	2.1	1.5	1.2
Coût total en plaquettes humides (tmh.tps ⁻¹)	2.5	4.3	3.3	2.5

Tableau 30 - Configuration B : Plaquettes de bois sèches (11 % d'humidité sur base humide).

	DG		DTG		DTG+Hi		DGV	
	BR (tms)	BE (MWh)	BR (tms)	BE (MWh)	BR (tms)	BE (MWh)	BR (tms)	BE (MWh)
Séchage	1.2	0.79	2.1	1.40	1.5	1.01	1.2	0.79
Torréfaction	-	-	1.1	0.69	1.1	0.80	-	-
Postcombustion	-	-	1.1	2.08	1.1	1.61	-	-
Energie valorisable	-	-	-	-	-	-1.72	-	-
Broyage + Tamisage (brut)	1	0.17	-	-	-	-	-	-
Broyage + Tamisage (torréfié)	-	-	1	0.05	1	0.05	-	-
Broyage aux couteaux + Broyage au vibrant + Tamisage (brut)	-	-	-	-	-	-	1	0.79
Coût total en chaleur (MWh.tps ⁻¹)	0.79		4.17		1.69		0.79	
BRC (tms.tps ⁻¹)	0.2		1.0		0.4		0.2	
Coût total en plaquettes (tms.tps ⁻¹)	1.2		2.1		1.5		1.2	
Coût total en plaquettes humides (tmh.tps ⁻¹)	2.5		4.4		3.2		2.5	

Tableau 31 - Configuration C : Plaquettes de bois torréfié (perte de masse de 11 %).

	DG		DTG		DTG+Hi		DGV	
	BR (tms)	BE (MWh)	BR (tms)	BE (MWh)	BR (tms)	BE (MWh)	BR (tms)	BE (MWh)
Séchage			4.9	3.29	1.7	1.15		
Torréfaction			4.9	3.07	1.7	1.24		
Postcombustion			4.9	9.21	1.7	2.50		
Energie valorisable			-	-	1.7	-2.67		
Broyage + Tamisage (brut)			-	-	-	-		
Broyage + Tamisage (torréfié)			1	0.05	1	0.05		
Broyage aux couteaux + Broyage			-	-	-	-		

Annexes

au vibrant + Tamisage (brut)				
Coût total en chaleur (MWh.tps ⁻¹)		15.57	2.50	
BRC (tms.tps ⁻¹)		3.8	0.6	
Coût total en plaquettes (tms.tps ⁻¹)		4.9	1.7	
Coût total en plaquettes humides (tmh.tps ⁻¹)		10.4	3.6	

ANNEXE II D – PROPRIÉTÉS D'ÉCOULEMENT DES POUDRES DE BOIS

Cette annexe présente les propriétés d'écoulement obtenues à partir de la construction des lieux cinématiques de rupture, à savoir : la contrainte de clé de voûte f_C , la contrainte principale maximale σ_1 , la cohésion c , l'indice de Warren-Spring n et l'angle effectif de frottement interne φ_e .

Les données présentées correspondent à l'ensemble des essais de cisaillement qui ont été réalisés sur les poudres : Raw5, Tor5, Tor1, Raw1, RawVib, Raw1fine, Tor5Vib et RawVib2.

Le Tableau 32 correspond aux essais réalisés avec la grande cellule de cisaillement de Schulze sur les poudres Raw5, Tor5 et RawVib. Le Tableau 33 correspond aux essais réalisés avec la grande cellule de Schulze sur les poudres Raw1, Tor1 et Raw1fine. Enfin, le Tableau 34 correspond aux essais réalisés avec le rhéomètre FT4 sur les poudres Tor5Vib, Tor5 et RawVib2.

Tableau 32 - Propriétés d'écoulement des poudres Raw5, Tor5 et RawVib, mesurées avec la grande cellule de Schulze.

	Pré consolidation σ_c (kPa)	Raw5	Tor5	Tor5 rep 2	RawVib	RawVib rep 2
Contrainte de clé voûte, f_C (kPa)	2.7	1.4	0.7	0.7	0.6	0.3
	5.3	0.8	0.8	-	0.5	0.5
	7.9	3.2	1.1	1.0	1.1	1.0
	10.5	2.5	1.5	1.5	2.6	1.8
Contrainte principale maximale, σ_1 (kPa)	2.7	6.9	6.9	7.5	6.8	6.7
	5.3	12.2	12.8	-	12.8	12.9
	7.9	19.2	20.3	21.2	19.1	19.0
	10.5	25.3	25.6	26.8	25.9	25.6
Coefficient de la fonction d'écoulement, FFC	2.7	5.0	9.6	11.3	10.8	19.6
	5.3	14.7	16.5	-	23.9	28.2
	7.9	5.9	18.7	21.3	16.9	19.6
	10.5	10.1	17.3	17.9	10.0	13.9
Cohésion, c (kPa)	2.7	0.23	0.13	0.11	0.09	0.05
	5.3	0.11	0.14	-	0.09	0.07
	7.9	0.58	0.15	0.12	0.19	0.17
	10.5	0.33	0.19	0.21	0.41	0.31
Indice de Warren- Spring, n	2.7	1.21	1.08	1.10	1.24	1.16
	5.3	1.22	1.10	-	1.15	1.15
	7.9	1.17	1.21	1.22	1.16	1.13
	10.5	1.25	1.22	1.20	1.23	1.18
Angle effectif de frottement interne, φ_e (°)	2.7	49.5	47.5	49.9	45.7	44.5
	5.3	46.9	45.7	-	44.3	44.4
	7.9	47.3	45.2	47.9	43.4	43.7

10.5 47.9 46.6 46.4 44.5 43.8

Tableau 33 - Propriétés d'écoulement des poudres Raw1, Tor1 et Raw1fine mesurées avec la grande cellule de Schulze.

	Pré consolidation σ_c (kPa)	Raw1	Raw1 - consolidé	Tor1	Tor1 - consolidé	Raw1fine	Raw1fine rep 2
Contrainte de clé voûte, f_c (kPa)	2.7	1.7	1.3	1.3	1.6	1.3	0.8
	5.3	2.2	1.9	1.6	1.9	1.9	1.2
	7.9	3.7	3.3	2.0	2.0	2.1	1.4
	10.5	4.1	4.0	2.3	2.1	2.6	2.4
Contrainte principale maximale, σ_1 (kPa)	2.7	5.9	6.2	6.7	7.8	5.7	5.7
	5.3	11.7	12.4	13.3	14.6	10.9	11.0
	7.9	17.0	18.0	20.0	21.2	16.2	16.5
	10.5	22.7	23.6	26.5	27.7	21.5	21.7
Coefficient de la fonction d'écoulement, FFC	2.7	3.6	4.9	5.2	4.9	4.3	7.4
	5.3	5.3	6.5	8.1	7.7	5.7	8.9
	7.9	4.6	5.5	9.9	10.5	7.6	12.0
	10.5	5.5	5.8	11.7	13.0	8.1	8.9
Cohésion, c (kPa)	2.7	0.31	0.19	0.25	0.29	0.27	0.12
	5.3	0.34	0.26	0.29	0.31	0.31	0.18
	7.9	0.60	0.50	0.34	0.30	0.33	0.18
	10.5	0.60	0.61	0.35	0.29	0.38	0.34
Indice de Warren-Spring, n	2.7	1.22	1.30	1.11	1.15	1.17	1.22
	5.3	1.36	1.32	1.15	1.18	1.29	1.29
	7.9	1.31	1.28	1.17	1.22	1.28	1.27
	10.5	1.32	1.29	1.18	1.22	1.29	1.30
Angle effectif de frottement interne, φ_e (°)	2.7	48.5	48.2	47.8	49.2	46.0	46.7
	5.3	45.3	47.5	46.9	48.1	45.5	44.9
	7.9	46.9	48.1	46.7	46.5	45.0	44.9
	10.5	47.4	47.5	46.7	47.2	45.3	45.2

Les poudres Raw1 et Tor1 sont testées dans un état initial lâche et dans un état consolidé. Ce dernier état est obtenu en tassant manuellement la poudre lors de son remplissage initial. Cela résulte en une augmentation de la masse volumique apparente du lit de l'échantillon. Ainsi, les mesures réalisées sur les poudres Raw1 et Tor1 ne sont pas répétées stricto sensu. Il apparaît que la fonction d'écoulement de la poudre Raw1 tassée avant les essais est meilleure que celle de la poudre Raw1 dans un état lâche. La conclusion est moins évidente dans le cas de la poudre Tor1. Pour cette poudre, la fonction d'écoulement est relativement similaire quel que soit l'état de tassement initial.

Tableau 34 - Propriétés d'écoulement des poudres *Tor5Vib*, *Tor5* et *RanVib2* mesurées avec le rhéomètre FT4.

	Pré consolidation σ_c (kPa)	<i>Tor5Vib</i>	<i>Tor5</i>	<i>Tor5 rep 2</i>	<i>RanVib2</i>	<i>RanVib2 rep 2</i>
Contrainte de clé voûte, f_c (kPa)	2.7	0.6	0.7	0.9	0.4	-
	5.3	0.8	0.7	0.6	0.7	0.3
	7.9	0.7	0.6	1.9	0.4	-
	10.5	0.9	1.8	1.8	0.9	-
Contrainte principale maximale, σ_1 (kPa)	2.7	9.4	9.4	8.8	8.7	-
	5.3	15.6	16.3	15.7	16.2	16.5
	7.9	27.7	21.9	22.8	23.9	-
	10.5	32.4	30.1	31.0	31.8	-
Coefficient de la fonction d'écoulement, <i>FFC</i>	2.7	14.8	14.4	9.5	19.7	-
	5.3	18.5	23.0	25.7	24.3	48.9
	7.9	39.7	36.1	12.3	62.4	-
	10.5	36.9	16.9	17.2	35.4	-
Cohésion, c (kPa)	2.7	0.13	0.10	0.14	0.08	-
	5.3	0.17	0.09	0.10	0.14	0.06
	7.9	0.12	0.08	0.33	0.05	-
	10.5	0.17	0.32	0.28	0.18	-
Indice de Warren-Spring, n	2.7	1.00	1.18	1.19	1.07	-
	5.3	1.00	1.18	1.12	1.00	1.03
	7.9	1.06	1.14	1.08	1.11	-
	10.5	1.03	1.09	1.17	1.04	-
Angle effectif de frottement interne, φ_e (°)	2.7	46.0	48.7	49.0	44.6	-
	5.3	47.1	47.7	44.9	45.1	46.5
	7.9	46.3	48.0	48.5	47.8	-
	10.5	46.8	46.6	44.8	45.0	-

ANNEXE III A – PARAMÈTRES D’AJUSTEMENT POUR DÉCRIRE LA RELAXATION DE LA CONTRAINTE TANGENTIELLE ET LE FLUAGE DU LIT DE POUDRE

Cette annexe présente les paramètres d’ajustement utilisés pour ajuster les données expérimentales obtenues lors de la relaxation et du fluage des poudres de bois. Les données expérimentales sont correctement décrites par la relation proposée par Miksic [197] (Éq. 43), rappelée ci-dessous :

$$X(t) = A_x \left(1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau_{1,X}}\right) \right) - C_x \log_{10}\left(1 + \frac{t}{\tau_{2,X}}\right) \quad (\text{Éq. 43})$$

Avec X le signal à ajuster ; la variation de la contrainte tangentielle au temps t par rapport à la contrainte tangentielle initiale, $\tau(t)-\tau(t_0)$; ou la déformation du milieu granulaire, calculée comme $h(t)-h(t_0)$. t_0 correspond est pris à l’origine de la phase « hold ».

A_x : Facteur pré exponentiel de la relaxation rapide (unité est celle de X)

$\tau_{1,X}$: Temps caractéristique de la relaxation rapide (s)

C_x : Facteur prélogarithmique de la relaxation lente (unité est celle de X)

$\tau_{2,X}$: Temps caractéristique de la relaxation lente (s)

t : Temps (s)

Les paramètres utilisés pour décrire la relaxation de la contrainte tangentielle sont présentés dans le Tableau 35. Si cela n’est pas indiqué, le lit est dans un état lâche au début de l’essai. Lorsque les essais sont répétés, la valeur moyenne est indiquée ainsi que l’écart entre la valeur moyenne et la valeur maximal, entre parenthèses.

Tableau 35 - Paramètres d’ajustement utilisés pour décrire la relaxation de la contrainte tangentielle. Lorsque les essais sont répétés, la valeur indiquée correspond à la valeur moyenne et la valeur indiquée entre parenthèses indique l’écart maximal entre les répétabilité.

CELLULE STANDARD TYPE M (« GRANDE CELLULE »)				
Raw1 fine				
σ (kPa)	A_τ (kPa)	$\tau_{1,\tau}$ (s)	C_τ (kPa)	$\tau_{2,\tau}$ (s)
1.0	-0.04 (0.00)	3.0 (0.1)	0.05 (0.00)	2.8 (0.1)
1.8	-0.07 (0.00)	2.7 (0.2)	0.09 (0.00)	2.7 (0.1)
3.6	-0.15 (0.00)	2.3 (0.0)	0.18 (0.00)	3.0 (0.0)
5.3	-0.22 (0.01)	1.7 (0.1)	0.25 (0.00)	3.2 (0.2)
7.0	-0.30 (0.00)	1.8 (0.0)	0.33 (0.01)	3.2 (0.0)
8.8	-0.41 (0.01)	1.0 (0.0)	0.48 (0.02)	3.9 (0.0)
10.5	-0.42 (0.04)	0.7 (0.3)	0.52 (0.01)	3.4 (0.6)
Raw5				
σ (kPa)	A_τ (kPa)	$\tau_{1,\tau}$ (s)	C_τ (kPa)	$\tau_{2,\tau}$ (s)
0.9	-0.04	2.5	0.06	3.8
1.8	-0.06	2.3	0.11	4.0
3.5	-0.12 (0.00)	2.1 (0.0)	0.24 (0.02)	4.0 (0.0)
5.3	-0.22 (0.02)	2.3 (0.0)	0.35 (0.02)	5.6 (0.0)
7.0	-0.27 (0.00)	2.3 (0.4)	0.48 (0.06)	4.7 (1.1)
8.7	-0.35 (0.03)	1.3 (0.5)	0.58 (0.04)	4.4 (0.7)
10.5	-0.35 (0.06)	2.0 (0.3)	0.67 (0.00)	2.8 (0.0)

0.9 – état dense	-0.05	2.8	0.05	3.3
RawVib				
σ (kPa)	A_τ (kPa)	$\tau_{1,\tau}$ (s)	C_τ (kPa)	$\tau_{2,\tau}$ (s)
0.9	-0.06	3.0	0.02	3.7
1.8	-0.11	2.7	0.05	3.8
3.5	-0.10	2.6	0.21	3.8
5.3	-0.20	2.5	0.26	3.9
7.0	-0.20	2.0	0.38	4.0
8.7	-0.33	1.9	0.39	4.0
10.5	-0.32	2.2	0.49	3.8
0.9 – état dense	-0.07	3.5	0.02	3.5
0.9 – état dense	-0.06	2.8	0.04	3.5
0.9 – état dense	-0.07	3.6	0.03	3.0
Tor1				
σ (kPa)	A_τ (kPa)	$\tau_{1,\tau}$ (s)	C_τ (kPa)	$\tau_{2,\tau}$ (s)
0.9	-0.04	3.1	0.03	2.5
1.8	-0.08 (0.00)	2.9 (0.0)	0.06 (0.00)	3.6 (0.0)
3.5	-0.15 (0.01)	2.6 (0.1)	0.13 (0.00)	3.5 (0.1)
5.3	-0.20 (0.01)	2.5 (0.1)	0.20 (0.00)	3.6 (0.0)
7.0	-0.26	2.5	0.27	3.7
8.7	-0.32	2.0	0.33	4.1
10.5	-0.37 (0.01)	1.8 (0.1)	0.41 (0.01)	3.9 (0.0)
0.9 – état dense	-0.05	3.3	0.02	3.4
Tor5				
σ (kPa)	A_τ (kPa)	$\tau_{1,\tau}$ (s)	C_τ (kPa)	$\tau_{2,\tau}$ (s)
1.0	-0.05	3.3	0.04	3.5
1.8	-0.10 (0.00)	3.0 (0.1)	0.09 (0.00)	3.5 (0.1)
3.6	-0.19 (0.00)	2.6 (0.1)	0.16 (0.00)	3.6 (0.2)
5.3	-0.23 (0.01)	2.6 (0.0)	0.24 (0.01)	3.6 (0.1)
7.0	-0.34 (0.01)	2.3 (0.0)	0.29 (0.01)	3.7 (0.1)
8.8	-0.40 (0.01)	2.3 (0.0)	0.35 (0.01)	4.0 (0.1)
10.5	-0.44 (0.01)	2.0 (0.0)	0.45 (0.02)	3.9 (0.0)
1.0 – état dense	-0.06	3.2	0.03	3.4
PETITE CELLULE TYPE S (« PETITE CELLULE »)				
Raw5				
σ (kPa)	A_τ (kPa)	$\tau_{1,\tau}$ (s)	C_τ (kPa)	$\tau_{2,\tau}$ (s)
10.2	-0.48	1.1	0.81	1.9
20.1	-1.63	5.8	1.69	6.1
30.0	-2.40	3.1	2.47	6.1
RawVib				
σ (kPa)	A_τ (kPa)	$\tau_{1,\tau}$ (s)	C_τ (kPa)	$\tau_{2,\tau}$ (s)
2.7	-0.27	2.3	0.21	9.4
7.7	-0.70	1.7	0.62	10.4
12.6	-1.27	2.2	1.04	16.3
22.6	-2.04	2.1	1.62	11.8
30.0	-2.59	2.4	2.25	12.5
Tor1				
σ (kPa)	A_τ (kPa)	$\tau_{1,\tau}$ (s)	C_τ (kPa)	$\tau_{2,\tau}$ (s)
2.7	-0.24	2.8	0.16	9.7
5.2	-0.45	1.5	0.35	10.0
15.1	-1.35	2.0	0.95	7.4
Tor5				
σ (kPa)	A_τ (kPa)	$\tau_{1,\tau}$ (s)	C_τ (kPa)	$\tau_{2,\tau}$ (s)
2.7	-0.22	5.6	0.14	4.7
5.2	-0.42	5.0	0.34	6.0
10.2	-0.75	3.7	0.70	5.3
15.1	-1.12	1.8	1.11	5.1
20.1	-1.76	2.7	1.46	7.4
25.0	-1.00	1.1	1.64	1.3
30.0	-1.06	1.1	2.31	1.0

Les paramètres utilisés pour décrire la déformation du lit sont présentés dans le Tableau 36. Si cela n'est pas indiqué, le lit est dans un état lâche au début de l'essai. Lorsque les essais sont répétés, la valeur moyenne est indiquée ainsi que l'écart entre la valeur moyenne et la valeur maximal, entre parenthèses.

Tableau 36 - Paramètres d'ajustement utilisés pour décrire la déformation du lit de poudre. Lorsque les essais sont répétés, la valeur indiquée correspond à la valeur moyenne et la valeur indiquée entre parenthèses indique l'écart maximal entre les répétabilité.

CELLULE STANDARD TYPE M (« GRANDE CELLULE »)					
Raw1 fine					
σ (kPa)	A_h (kPa)	$\tau_{1,h}$ (s)	C_h (kPa)	$\tau_{2,h}$ (s)	
1.0	-19.8 (1.0)	10.0 (1.6)	36.7 (3.2)	110.3 (4.8)	
1.8	-18.4 (1.0)	7.5 (0.4)	32.7 (2.5)	74.3 (3.1)	
3.6	-19.2 (0.1)	8.0 (0.6)	33.6 (2.5)	79.7 (6.2)	
5.3	-20.4 (1.1)	9.8 (0.8)	37.0 (3.1)	104.4 (8.2)	
7.0	-17.7 (1.6)	7.6 (0.2)	33.3 (2.2)	73.0 (4.3)	
8.8	-23.4 (1.1)	9.9 (0.0)	49.2 (4.7)	98.2 (1.0)	
10.5	-20.3 (1.7)	9.3 (1.3)	40.7 (3.6)	89.1 (8.5)	
Raw5					
σ (kPa)	A_h (kPa)	$\tau_{1,h}$ (s)	C_h (kPa)	$\tau_{2,h}$ (s)	
0.9	-24.7	12.5	74.5	141.5	
1.8	-34.4	15.6	94.9	167.7	
3.5	-30.0 (0.0)	13.9 (0.5)	97.6 (4.9)	141.4 (14.6)	
5.3	-28.5 (2.9)	14.7 (1.0)	93.4 (0.6)	148.1 (17.8)	
7.0	-28.0 (0.9)	14.1 (0.9)	91.9 (0.0)	128.9 (24.1)	
8.7	-24.0 (1.1)	14.7 (2.6)	72.8 (2.8)	135.7 (42.6)	
10.5	-15.0 (2.2)	10.9 (0.1)	42.4 (2.1)	116.1 (0.8)	
0.9 – état dense	-2.0	1.1	3.6	56.1	
RawVib					
σ (kPa)	A_h (kPa)	$\tau_{1,h}$ (s)	C_h (kPa)	$\tau_{2,h}$ (s)	
0.9	-5.3	8.7	18.1	127.2	
1.8	-8.6	7.5	21.3	119.1	
3.5	-8.8	9.7	29.3	137.1	
5.3	-11.4	11.8	37.7	167.6	
7.0	-12.1	11.8	35.6	136.6	
8.7	-14.8	13.4	37.3	179.3	
10.5	-13.6	10.8	38.1	136.2	
0.9 – état dense	-0.9	0.5	4.5	1.9	
0.9 – état dense	-3.9	3.2	8.0	34.4	
0.9 – état dense	-3.9	7.6	9.0	106.0	
Tor1					
σ (kPa)	A_h (kPa)	$\tau_{1,h}$ (s)	C_h (kPa)	$\tau_{2,h}$ (s)	
0.9	-7.2 (1.2)	2.8 (0.4)	11.6 (1.5)	23.4 (4.0)	
1.8	-9.8 (0.7)	4.6 (0.4)	14.4 (0.1)	48.8 (10.1)	
3.5	-10.9 (0.8)	6.1 (1.1)	16.0 (0.0)	60.9 (14.7)	
5.3	-12.2 (1.6)	6.2 (1.7)	17.0 (2.8)	67.7 (30.6)	
7.0	-10.6	5.4	17.4	53.4	
8.7	-12.5	5.9	19.1	55.6	
10.5	-11.2 (0.8)	5.7 (2.3)	17.5 (1.0)	62.8 (25.0)	
0.9 – état dense	-2.6	1.8	4.3	25.4	
Tor5					
σ (kPa)	A_h (kPa)	$\tau_{1,h}$ (s)	C_h (kPa)	$\tau_{2,h}$ (s)	
1.0	-16.6	7.3	28.4	94.3	
1.8	-14.7 (1.6)	8.5 (0.9)	29.0 (0.6)	89.4 (5.4)	
3.6	-11.5 (0.1)	9.1 (0.7)	29.7 (1.0)	84.4 (6.2)	
5.3	-15.6 (2.1)	7.6 (1.4)	28.1 (3.1)	73.8 (14.7)	
7.0	-16.0 (1.1)	6.6 (1.0)	27.3 (0.6)	57.4 (8.0)	
8.8	-16.0 (1.6)	6.4 (0.7)	28.7 (3.6)	66.3 (2.7)	
10.5	-15.6 (0.8)	8.6 (0.3)	29.4 (0.2)	82.3 (4.4)	

1.0 – état dense	-4.2	5.1	7.1	21.3
PETITE CELLULE TYPE S (« PETITE CELLULE »)				
Raw5				
σ (kPa)	A_h (kPa)	$\tau_{1,h}$ (s)	C_h (kPa)	$\tau_{2,h}$ (s)
10.2	-12.4	7.1	31.3	35.2
20.1	-19.4	11.5	37.3	66.2
30.0	-19.5	10.1	36.8	56.9
RawVib				
σ (kPa)	A_h (kPa)	$\tau_{1,h}$ (s)	C_h (kPa)	$\tau_{2,h}$ (s)
2.7	-13.8	17.8	23.0	181.5
7.7	-16.6	26.0	30.1	291.1
12.6	-13.2	16.2	25.6	150.6
22.6	-2.1	0.4	13.6	6.7
30.0	-16.0	17.4	32.4	255.5
Tor1				
σ (kPa)	A_h (kPa)	$\tau_{1,h}$ (s)	C_h (kPa)	$\tau_{2,h}$ (s)
2.7	-16.0	9.9	19.8	103.3
5.2	-14.7	10.3	20.2	87.3
15.1	-12.7	16.7	13.3	203.1
Tor5				
σ (kPa)	A_h (kPa)	$\tau_{1,h}$ (s)	C_h (kPa)	$\tau_{2,h}$ (s)
2.7	-10.9	7.7	18.4	51.0
5.2	-11.9	9.1	21.0	58.3
10.2	-12.8	9.0	21.3	61.2
15.1	-10.9	6.2	21.6	36.1
20.1	-12.0	6.1	21.5	36.8
25.0	-10.9	4.2	18.8	21.6
30.0	-13.0	7.8	24.1	47.1

ANNEXE IV A – CONVERGENCE STATISTIQUE LORS DES ESSAIS AVEC IRIS

Cette annexe présente une étude sur la convergence statistique des données dans le cadre de l'exploitation des résultats obtenus avec le dispositif IRIS.

Lors du dépouillement des expériences, une attention particulière est portée sur la convergence statistique des données. Comme évoqué précédemment, le pas de temps choisi pour le dépouillement des fichiers est de 20 secondes, afin de s'assurer que la masse de poudre injectée durant le pas de temps soit supérieure à la résolution de la balance. Il est nécessaire de s'assurer que le débit massique moyen et l'écart-type des fluctuations soient calculés sur un nombre de points suffisant.

Cette étude est réalisée avec une expérience menée avec la poudre Tor5Vib à la fréquence maximale de rotation du moteur testée dans cette étude, soit 20 Hz. Au cours de cet essai, la zone d'injection stable, entre 10 % et 90 % de la masse injectée, s'étend sur 10 minutes. Cela correspond donc à 30 points.

La Figure 144 présente l'écart-type des fluctuations S_{fluc} et le débit massique moyen $Q_{m_{moyen}}$ en fonction du nombre de points N avec lesquels ils sont calculés. Les N valeurs choisies sont réparties afin de représenter l'ensemble de l'essai. Par exemple, sur la Figure 144, les valeurs indiquées pour $N = 25$ sont calculées en prenant en compte 5 points sur 6, et non pas les 25 premiers points.

Pour certaines valeurs de N , plusieurs combinaisons sont possibles ce qui explique pourquoi il peut y avoir plusieurs résultats pour une même valeur de N . Par exemple, les valeurs indiquées pour $N = 15$ sont calculées en prenant 1 point sur 2. Deux combinaisons sont alors possibles, en utilisant les nombres pairs ou en utilisant les nombres impairs.

Il apparaît que la convergence est atteinte lorsqu'au moins 12 points sont pris en compte. Lorsqu'au moins 12 points sont pris en compte, l'écart-type des fluctuations varie alors entre 8.8 % et 13.2 %, et le débit moyen varie entre 20.3 kg.h⁻¹ et 21.4 kg.h⁻¹, selon le nombre de points conservés pour les calculs.

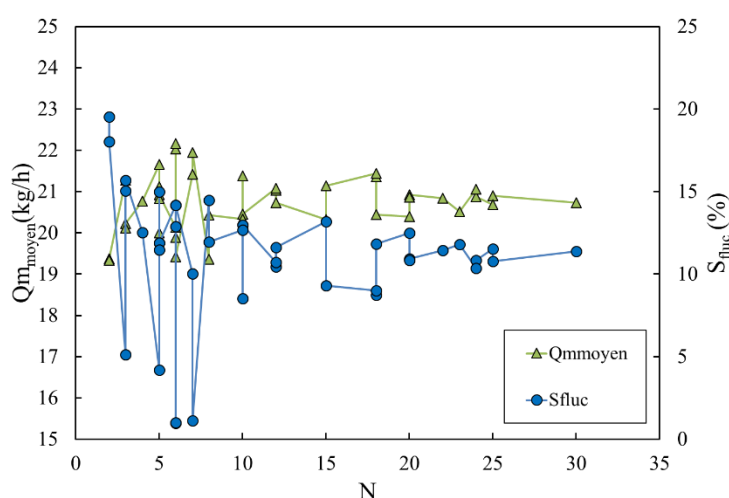


Figure 144 - Convergence statistique du débit massique moyen $Q_{m_{moyen}}$ et de l'écart-type des fluctuations S_{fluc} . Poudre : Tor5Vib. Pas de temps d'exploitation des fichiers $t_p = 20$ s.

ANNEXE IV B – SIGNAL DE PUISSANCE DE LA VIS

Cette annexe détaille les observations présentées dans la section 2.1.2 du chapitre IV sur l'étude du signal de puissance. Dans la première section, le choix de la gamme d'étude de la vitesse de rotation de la vis est présenté. La seconde section présente des investigations supplémentaires sur le caractère oscillatoire du signal de puissance.

1. DÉTERMINATION DE LA GAMME D'ÉTUDE DE LA FRÉQUENCE DE ROTATION DU MOTEUR DE LA VIS

Le choix de la gamme d'étude de la fréquence de rotation du moteur de la vis est établi à partir d'expériences préliminaires, en l'absence de matière.

La puissance transmise par le variateur au moteur de la vis d'injection est mesurée en l'absence totale de poudre dans l'installation pour une fréquence de rotation du moteur variant entre 10 et 99 Hz. Chaque fréquence est conservée pendant deux minutes, puis la vis est arrêtée trente secondes avant de modifier la fréquence. La Figure 145 présente la puissance totale P_{tot} mesurée au cours du temps t . Sur cette figure, la valeur moyenne et l'écart-type mesurés sur le palier de 2 minutes sont représentés respectivement par des triangles noirs et des barres d'erreur pour chaque fréquence.

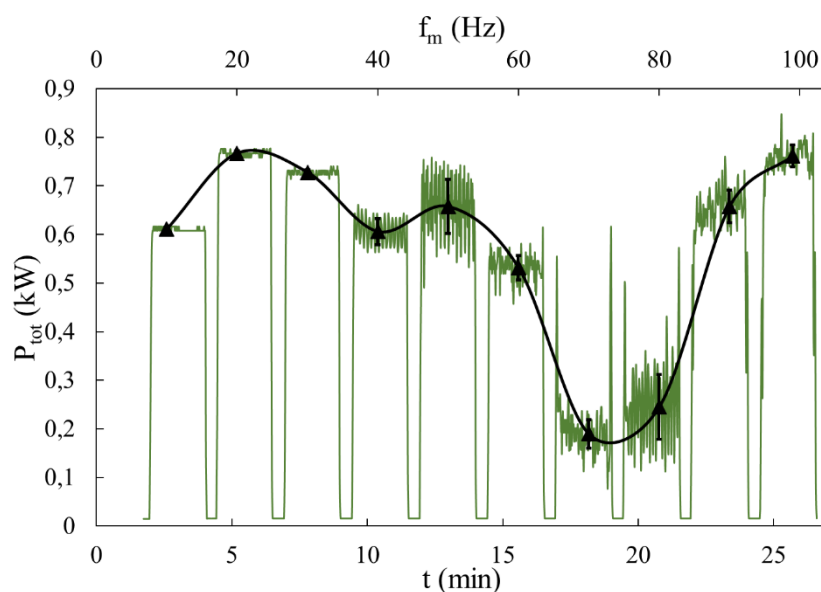


Figure 145 - Puissance totale à vide P_{tot} requise par le moteur de la vis d'injection, en fonction du temps t . Les symboles triangle noir indiquent la valeur moyenne, et les barres d'erreur indiquent l'écart-type, en fonction de la fréquence de rotation du moteur $f_m = 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 99$ Hz.

Le signal de puissance oscille fortement lorsque la fréquence du moteur de la vis est supérieure à 30 Hz. L'écart-type calculé sur deux minutes varie entre 4 et 6 W lorsque la fréquence est inférieure à 30 Hz, et

varie entre 23 et 66 W lorsque la fréquence est supérieure à 30 Hz. Afin d'obtenir un signal de puissance non bruité, il est décidé de limiter les expériences à la gamme 5-20 Hz. Ce choix est motivé également par la volonté de tester des débits faibles, de quelques dizaines de $\text{kg}\cdot\text{h}^{-1}$ maximum, soit l'ordre de grandeur des débits massiques atteints dans le réacteur à flux entraîné GIROFLE.

2. OSCILLATIONS DU SIGNAL DE PUISSANCE

Dans la section 2.1.2, il est brièvement discuté du caractère oscillatoire du signal de puissance. Il a été préalablement observé que la période des oscillations vaut 120 s. Dans cette annexe, les influences de la fréquence d'acquisition des données, de la fréquence de rotation du moteur de la vis et de la nature de la poudre sont étudiées.

2.1. Influence de la fréquence d'acquisition des données

La Figure 146 présente la puissance totale à vide nécessaire à la vis au cours du temps. Trois pas de temps d'acquisition des données sont testés : 0.5 s, 1 s et 2 s. Le pas de temps d'exploitation des données est fixé à 20 secondes pour toutes les courbes. Afin de permettre une lecture correcte du graphique, les courbes correspondantes à 0.5 s et 2 s sont arbitrairement déplacées de -20 W et +20 W respectivement. Les symboles correspondent à la moyenne de la puissance des 20 derniers points mesurés. Ainsi, l'écart entre les points est de 40 s pour un pas de temps d'acquisition de 2 s, et de 10 s lorsque le pas de temps est 0.5 s.

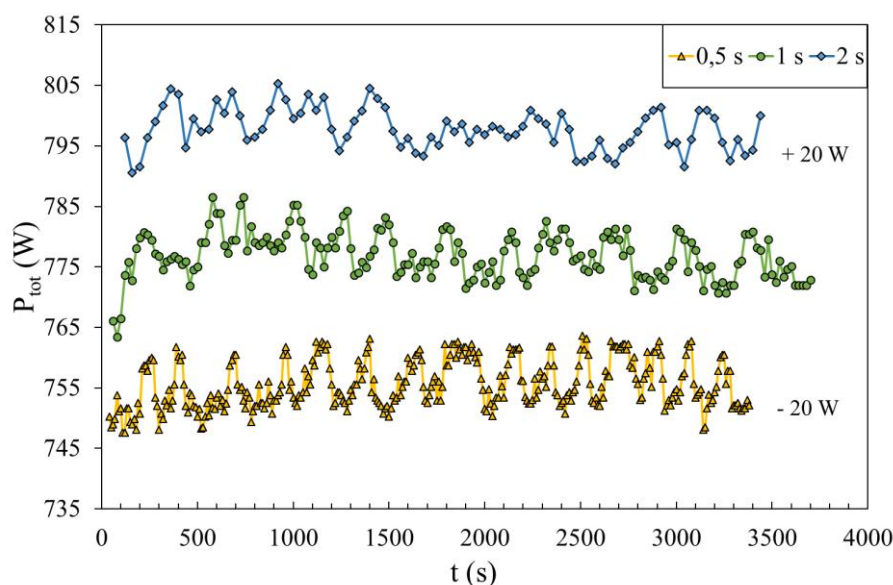


Figure 146 - Puissance totale à vide P_{tot} au cours du temps pour différents pas de temps d'acquisition des données. Pas de temps d'exploitation = 20 s. Les courbes 0.5 s et 2 s sont espacées arbitrairement de ± 20 W pour faciliter la lecture graphique.

Les oscillations du signal de puissance sont observées pour toutes les fréquences d'acquisition des données. Cependant, elles sont plus faibles pour les mesures réalisées avec un pas de temps d'acquisition de 2 s, en particulier entre 1800 et 2400 s. Ensuite, il peut être remarqué qu'elles ne sont pas aussi clairement définies que celles constatées dans la Figure 116, qui correspond à un essai en présence de poudre. Les périodes des oscillations ne sont pas régulières. Par exemple, la période des oscillations pour la courbe obtenue avec un pas de temps d'acquisition de 1 s varie entre 160 s et 320 s. Quelle que soit la fréquence d'acquisition, la période de 120 s constatée lors des essais avec poudre n'est pas retrouvée lors des essais à vide.

2.2. Influence de la fréquence de rotation du moteur de la vis

La Figure 147 présente la puissance nette P_{nette} nécessaire à la vis lors de l'injection de la poudre Tor5Vib au cours du temps t . Cinq fréquences de rotation du moteur de la vis (f_m) ont été testées : 12 Hz, 13 Hz, 15 Hz, 18 Hz et 20 Hz. Le pas de temps d'exploitation des données est fixé à 20 secondes pour toutes les courbes. Afin de permettre une lecture correcte du graphique, les courbes sont successivement déplacées de 10 W.

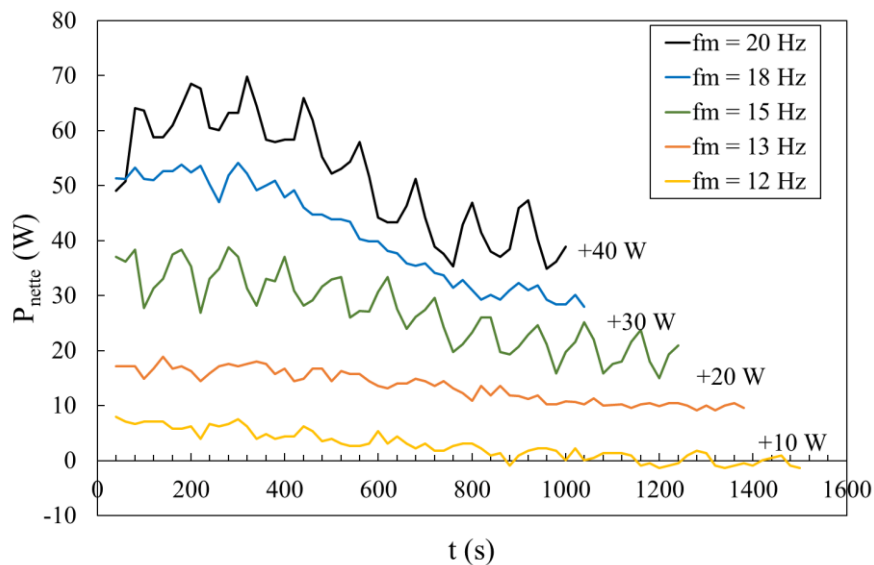


Figure 147 - Puissance nette P_{nette} requise par la vis lors de l'injection de Tor5Vib au cours du temps pour différentes vitesses de rotation de la vis. Pas de temps d'exploitation = 20 s. Les courbes sont espacées arbitrairement de 10 W pour faciliter la lecture graphique.

La fréquence de rotation du moteur de la vis exerce une influence sur les oscillations du signal de puissance. La période et l'amplitude des oscillations sont relativement similaires entre 20 Hz et 15 Hz. Cependant, les trois autres courbes ont un comportement différent. Les oscillations sont moins importantes à 18 Hz, 13 Hz et 12 Hz. La relation entre la vitesse de rotation de la vis et les oscillations n'est pas claire et

est mal définie. C'est pourquoi l'influence de la vitesse de rotation de la vis sur la puissance requise n'est pas présentée dans ce manuscrit.

2.3. Influence de la nature de la poudre

La Figure 148 présente la puissance nette nécessaire à la vis pour l'injection de la poudre au cours du temps, pour une fréquence de rotation du moteur de la vis $f_m = 20$ Hz. Les courbes présentées correspondent aux poudres : Raw1, Tor5Vib, Tor1, Raw5 et RawVib2. Le pas de temps d'exploitation des données est fixé à 20 secondes pour toutes les courbes. Afin de permettre une lecture correcte du graphique, les courbes sont successivement déplacées de 20 W.

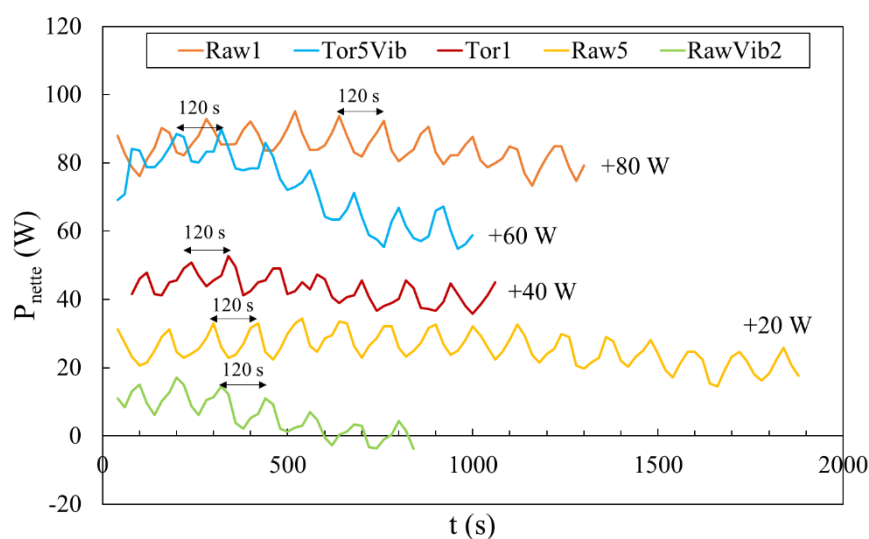


Figure 148 - Puissance nette P_{nette} au cours du temps pour différentes poudres, $f_m = 20$ Hz. Pas de temps d'exploitation $t_p = 20$ s. Les courbes sont arbitrairement espacées de 20 W pour améliorer la lecture du graphique.

Il apparaît que la période et l'amplitude des oscillations, à fréquence de rotation du moteur de la vis constante, ne dépendent pas de la nature de la poudre.

ABSTRACT

Study of the rheology of wood powders for the purpose of energy recovery

Heat, electricity, bio-based chemicals, bio-based materials or also biofuels can be produced from biomass via a wide number of routes. Among them, gasification is a thermal conversion of biomass to produce a syngas which can be further converted into biofuels. Entrained flow gasification of biomass requires to finely grind the resource (a few hundreds of microns) to ensure its full conversion inside the reactor. However, biomass powders are composed of fine and elongated particles which lead to cohesion inside the bulk powder. It results in recurrent storage, conveying and feeding issues.

Therefore, this doctoral thesis aims to study the rheology of wood powders. In this purpose, the powders are characterized at both laboratory and pilot scales.

The first part of the work compares different preparation chains to produce wood powders at pilot scale, based on their respective energy requirements and the ability of the powder to flow. A mildly torrefaction step (250 °C) and a grinding step in a vibratory mill are considered. Even though torrefaction significantly reduces the grinding energy, the energy requirements of the whole process are still much higher than for the chain including a vibration mill. The high energy cost is mainly due to the post-combustion of torrefaction gases. Recovering the heat of the gases downstream the post-combustion enables to decrease by half the total energy requirement and by a quarter the resource requirements. The mild torrefaction performed in this study decreases by half the particle diameter but does not modify the particle shape. The grinding step in the vibratory mill improves the particle circularity. Lastly, torrefaction and vibration mill both improve significantly the flowability of the powder to a similar extent.

In the second part, the relaxation of several wood powders is investigated at laboratory scale with a large and a small shear cell. The slow logarithmic relaxation or creep of wood powders is interrupted by large events, attributed to sudden rearrangements of particles. This phenomenon is observed only in the largest cell. The large events are nearly independent of the normal stress and appear for a given deformation. The amplitude of the event and the deformation of the bed between two consecutive events increase with the size of the coarse particles. The presence of fast particle rearrangements increases with the initial porosity of the powder bed.

The last part of the work studies the biomass screw feeding at pilot scale. Experiments are mainly performed under atmospheric pressure. The influence of the morphology of particles on both the energy required by the feeding screw and the mass flow rate of powder have been highlighted. The injection of coarse and elongated particles requires significantly more energy than the injection of fine and spherical particles. The volumetric efficiency of the screw increases with the size polydispersity. The cohesion length is the ratio of cohesive forces over the weight. It well predicts the ability of the studied powders to flow in the plant without building arches. Lastly, a powder of torrefied wood is successfully gasified in a pressurized entrained flow pilot plant, under 7 bars and with a feeding rate of 15 kg/h.

Keywords: Biomass, Powders, Pre-treatment, Rheology, Flowability, Injection

RÉSUMÉ

Étude de la rhéologie de poudres de bois en vue de leur valorisation énergétique

La biomasse peut être valorisée en énergie via de nombreux procédés. En particulier, la gazéification est un procédé de conversion thermochimique de la biomasse en un gaz de synthèse qui peut être ensuite transformé en biocarburants. La gazéification en réacteur à flux entraîné impose de broyer finement la ressource (quelques centaines de microns) afin d'assurer sa conversion totale dans le réacteur. Cependant, les poudres de biomasse sont composées de particules fines et allongées, ce qui induit une cohésion importante. Il en résulte des problèmes récurrents lors des opérations de stockage, de convoyage et d'injection de la matière.

Dans ce contexte, ce travail de thèse vise à étudier la rhéologie des poudres de bois. L'approche expérimentale suivie est menée de l'échelle de la particule à l'échelle pilote.

La première partie de la thèse présente l'étude de plusieurs chaînes de préparation de poudres de bois à l'échelle pilote. Elles incluent soit une étape de torréfaction à 250 °C, soit un broyage additionnel à l'aide d'un broyeur vibrant. Le coût énergétique de production des poudres et leur coulabilité, mesurée à l'échelle laboratoire, sont comparés. Bien que la torréfaction réduise l'énergie nécessaire au broyage, le coût énergétique total de la chaîne incluant la torréfaction est très élevé par rapport à celui de la chaîne employant le broyeur vibrant. Cela est principalement dû au traitement des gaz de torréfaction dans la postcombustion. La valorisation de l'énergie des gaz de postcombustion dans les étapes de séchage et de torréfaction diminue de moitié les besoins en énergie et d'un quart les besoins en matière première. La torréfaction douce diminue d'un facteur deux le diamètre médian des particules mais ne modifie pas leur forme. Le broyage dans le broyeur vibrant améliore la circularité des particules. Enfin, ces deux traitements améliorent significativement la coulabilité de la poudre dans des proportions similaires.

Dans une deuxième partie de la thèse, la relaxation sous contrainte des poudres de bois est étudiée à l'échelle laboratoire avec une grande et une petite cellule de cisaillement. La lente relaxation de l'échantillon est interrompue par des variations soudaines et conséquentes, expliquées par un réarrangement collectif de grains. Ce phénomène est observé uniquement dans la plus grande cellule. Les réarrangements importants du milieu sont relativement indépendants de la contrainte normale appliquée et apparaissent à déformation constante du lit. L'amplitude de ces réarrangements ainsi que la déformation du lit entre deux réarrangements augmentent avec la taille des grosses particules. La présence des réarrangements est plus importante lorsque la porosité initiale du lit est élevée.

La dernière partie de la thèse étudie l'injection de poudres de bois avec une vis sans fin à échelle pilote. Les essais sont réalisés en grande partie à pression atmosphérique. L'influence de la morphologie des particules sur l'énergie requise par la vis d'injection et sur le débit massique de poudre est mise en évidence. L'injection de particules grossières et allongées nécessite plus d'énergie que celle de particules fines et sphériques. Le remplissage de la vis est d'autant plus important que la distribution granulométrique est étendue. La longueur de cohésion est le rapport des forces de cohésion sur la force de pesanteur. Cet indicateur prédit correctement la capacité des poudres étudiées à s'écouler sans former de voûte. Enfin, une poudre de bois torréfié est gazéifiée avec succès dans un réacteur à flux entraîné pilote sous une pression de 7 bars, à un débit d'entrée de 15 kg/h.

Mots-clés : Biomasse, Poudres, Prétraitement, Rhéologie, Coulabilité, Injection
