Identification des mécanismes mis en jeu lors de la déshydratation assistée thermiquement par suivi de la pression de pores

Étienne Chantoiseau

▶ **To cite this version:**

Étienne Chantoiseau. Identification des mécanismes mis en jeu lors de la déshydratation assistée thermiquement par suivi de la pression de pores. Génie des procédés. Institut National Polytechnique de Toulouse - INPT, 2009. Français. NNT : 2009INPT041G . tel-04400470v2

HAL Id: tel-04400470

https://theses.hal.science/tel-04400470v2

Submitted on 17 Jan 2024

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 l'*Institut National Polytechnique de Toulouse*
Discipline ou spécialité : *Génie des procédés et de l'environnement*

Présentée et soutenue par Étienne Chantoiseau
Le 2 décembre 2009

Titre :
Identification des mécanismes mis en jeu lors de la déshydratation assistée thermiquement par suivi de la pression de pores

---

JURY

W. Jomaa	Professeur, Université Bordeaux 1	rapporteur
J. Vaxelaire	Professeur, Université de Pau et des pays de l'Adour	rapporteur
L. Tadrist	Professeur, Université Aix – Marseille 1	président du jury
A. Nzihou	Professeur, École des Mines d'Albi Carmaux	membre du jury
M. Quintard	Directeur de recherche, IMFT	membre du jury
P. Arlabosse	Maître assistant, École des Mines d'Albi Carmaux	directrice de thèse

---

Ecole doctorale : MEGeP
Unité de recherche : RAPSODEE (FRE 3213)
Directrice de Thèse : Patricia Arlabosse

Je remercie Madame Patricia Arlabosse, tout d'abord pour m'avoir confié ce projet de recherche , et surtout pour le suivi de mon travail qui m'a permis de prendre le recul nécessaire dans les moments difficiles. J'ai énormément appris en travaillant avec elle au cours de ces trois années.
Je tiens à remercier Monsieur Jean Vaxelaire Maître de conférence à l'ENSGTI de Pau et Monsieur Wahbi Jomaa Professeur à l'ENSAM de Bordeaux, pour avoir accepté d'être les rapporteurs de ma thèse. Mes remerciements vont aussi à Monsieur Lounès Tadrist Professeur à Université d'Aix - Marseille 1, Monsieur Michel Quintard Directeur de recherche CNRS à l'IMFT et Monsieur Ange Nzihou Professeur à École des Mines d'Albi Carmaux pour l'intérêt qu'ils ont manifesté pour ce travail.

Je tiens à exprimer ma reconnaissance à Monsieur Jacques FAGES, ancien directeur du centre RAPSODEE, de m'avoir accepté dans son laboratoire et à Monsieur Alain de Ryck de m'y avoir gardé. Je tiens aussi à remercier tout le personnel du centre pour leur disponibilité et leur soutien, et plus particulièrement Bernard Auduc et Denis MARTY pour leurs suggestions et leur aide aux moments critiques. Un grand merci aussi aux autres techniciens : Celine Bloachon, Séverine Patry et Philippe Accart pour les analyses à faire pour la veille, Jean Claude Poussin pour les fréquents dépannages et Mickael Ribeiro pour l'aide sur la presse.
Un grand merci aussi à Valérie Véres et Élisabeth Plouard secrétaires efficaces qui m'ont plusieurs fois guidé dans les méandres des procédures administratives.

Sur un plan plus personnel, je tiens à remercier tous ceux qui ont permis à ce séjour sur Albi d'être plus qu'une thèse par leur soutien et leur amitié. Je tiens pour cela en particulier à remercier Laurent Devriendt, Elsa Weiss et Nathalie Lyczko. Un grand merci aussi aux autres doctorants pour leur encouragement, et en particulier Brice, Julien, Damien, les deux Christelle, et Clémence qui m'ont offert de grand moment pendant ces trois ans.

Enfin, je tiens à remercier ma famille qui ne m'a pas assez vu pendant ces trois années, mais dont le soutien ne s'est pas démenti. Sans vous je n'en serais pas là et je remercie pour tout.

Table des matières

Table des matières iii

1 Introduction 1

1.1 Généralités sur les opérations de séparation 1
1.2 Procédé de déshydratation mécanique 3
1.3 Intensification de la déshydratation mécanique 6
1.4 Positionnement des travaux 9

2 Aspects théoriques de la déshydratation mécanique assistée thermiquement 13

2.1 Comportement de la phase liquide 14
2.1.1 Bilan des forces par la loi de Darcy 14
2.1.2 Quantification de la perméabilité 18
2.1.3 Conservation de la matière 20
2.2 Comportement de la phase solide 21
2.2.1 Introduction 21
2.2.2 Formulation du transfert de forces entre les deux phases 22
2.2.3 Équations constitutives du milieu poreux 27
2.3 Intensification thermique de la déshydratation mécanique 33
2.3.1 Méthodes d'apport de l'énergie thermique 34
2.3.2 Modifications des propriétés de la matrice avec la température . 41
2.4 Transfert de chaleur 43
2.4.1 Généralités 44
2.4.2 Couplages avec les transferts de masses 46
2.5 Problématiques mises en évidence 47

3 Détermination des propriétés des milieux poreux 49
3.1 Caractérisation des poudres anhydres . . . 50
3.1.1 Caractérisation des propriétés physiques des solides . . . 51
3.1.2 Caractérisation des propriétés thermiques des solides . . . 52
3.2 Protocole de mise en suspensions . . . 53
3.3 Cellule de compression perméabilité . . . 55
3.3.1 Principe de fonctionnement . . . 55
3.3.2 Installation expérimentale . . . 56
3.3.3 Caractérisation de l'installation . . . 61
3.3.3.1 Régulation de la pression solide . . . 61
3.3.3.2 Régulation de la pression liquide . . . 62
3.3.3.3 Résistance des médias filtrants . . . 64
3.4 Mesure de la perméabilité des milieux poreux . . . 66
3.4.1 Protocole de mesure . . . 66
3.4.2 Calcul de la perméabilité du milieu poreux . . . 68
3.4.3 Perméabilité des gâteaux consolidés . . . 69
3.4.4 Effets de la température sur la perméabilité . . . 73
3.4.5 Formulation empirique de la perméabilité . . . 75
3.5 Détermination des lois de comportement mécanique des milieux poreux 78
3.5.1 Observations expérimentales . . . 78
3.5.1.1 Méthode de mesures . . . 78
3.5.1.2 Mesures sur les états à l'équilibre . . . 79
3.5.1.3 Dynamique de la déformation . . . 81
3.5.1.4 Influence de la température sur la dynamique . . . 83
3.5.2 Modélisation de la déformation . . . 86
3.5.3 Estimation des paramètres du modèle . . . 88
3.5.3.1 Détermination des paramètres élastiques . . . 88
3.5.3.2 Détermination des paramètres visqueux . . . 90
3.5.3.3 Influence de la température sur la dynamique de la déformation . . . 94
3.6 Conclusion . . . 96

4 Étude de la déshydratation mécanique assistée thermiquement 97
4.1 Cellule de filtration compression . . . 98
4.1.1 Installation expérimentale . . . 98
4.1.2 Caractérisation de la cellule de filtration-compression installé dans la presse Carver . . . 101

4.1.2.1 Application de la pression . . . 101
4.1.2.2 Détermination de la résistance du média filtrant . . . 103
4.1.2.3 Détermination des conditions thermiques aux parois . . 104
4.2 Mesure de la pression liquide . . . 105
4.2.1 Installation expérimentale . . . 105
4.2.2 Précision des mesures . . . 106
4.3 Étude expérimentale de la déshydratation mécanique assistée thermiquement . . . 109
4.3.1 Protocole expérimental . . . 110
4.3.2 Déshydratation mécanique à température ambiante . . . 111
4.3.2.1 Étude macroscopique . . . 111
4.3.2.2 Suivi de la pression de pore . . . 115
4.3.3 Déshydratations mécaniques assistées thermiquement . . . 122
4.3.3.1 Mise en évidence de l'influence de la température sur les grandeurs macroscopiques . . . 122
4.3.3.2 Caractérisation des transferts de chaleur dans les milieux poreux . . . 125
4.3.3.3 Influence de la température à l'échelle locale . . . 128
4.4 Conclusion sur l'étude expérimentale . . . 132

5 Modélisation de la déshydratation mécanique assistée thermiquement 135
5.1 Formulation du modèle mathématique . . . 136
5.1.1 Modélisation de l'écoulement . . . 136
5.1.2 Modélisation de la déformation de la matrice solide . . . 143
5.1.3 Modélisation du transfert de chaleur . . . 144
5.2 Modèle numérique . . . 146
5.2.1 Définition du domaine d'étude . . . 147
5.2.2 Simulation de l'étape de filtration . . . 147
5.2.3 Simulation de l'étape de compression . . . 148
5.2.4 Définition des variables d'entrée du modèle . . . 148
5.2.5 Résolution numérique . . . 149
5.2.6 Calcul des grandeurs observables . . . 149
5.2.7 Récapitulatif du modèle mathématique . . . 151
5.2.7.1 filtration . . . 151
5.2.7.2 compression . . . 152
5.3 Résultats de simulation numérique . . . 152
5.3.1 Modélisation de la filtration . . . 152

5.3.1.1 Grandeurs macroscopiques 152
5.3.1.2 Grandeurs microscopiques 154
5.3.1.3 Étude de sensibilité aux paramètres du modèle de filtration 155
5.3.2 Modélisation de la compression à température ambiante 159
5.3.3 Modélisation de la compression assistée thermiquement 164
5.3.4 Étude de sensibilité aux paramètres du modèle pendant la phase de compression 169
5.4 Conclusion sur la modélisation de l'opération 172

6 Conclusions et perspectives 175

Bibliographie 181

Liste des symboles 187

Table des figures 191

Liste des tableaux 197

Appendices I

Influence de la température sur les propriétés thermo-physiques de l'eau III

Etalonnage des capteurs de pression liquide V

Détermination des transitions, et calcul de la pression solide en début de consolidation XV

Chapitre 1

Introduction

1.1 Généralités sur les opérations de séparation

La séparation solide liquide est une opération unitaire au centre de nombreux processus industriels en génie des procédés. Selon la phase du mélange que l'on cherche à valoriser, elle peut avoir pour but d'obtenir une phase solide appauvrie en liquide ou une phase liquide sans solide. Cette différence sur la phase valorisable va déterminer, avec des considérations économiques, les opérations unitaires utilisées et leurs paramètres (température en séchage, surface du filtre en filtration,...).

Le choix est conditionné, entre autres, par la taille des particules solides, la teneur en liquide finale souhaitée ainsi que par la consommation énergétique. Une classification selon la taille des particules formant la phase solide et la consommation énergétique est donnée par la figure 1.1*. De manière générale, les procédés mécaniques de séparation sont en majorité moins coûteux en énergie que les procédés thermiques. En effet, ces derniers doivent au minimum consommer la chaleur latente de vaporisation de la phase liquide (soit environ 626 $kWh.m^{-3}$ dans le cas de l'eau), même si des dispositifs de récupération de l'énergie ou l'utilisation de procédés particuliers (séchage solaire ou basse température) permettent de diminuer la consommation énergétique globale.

La séparation solide liquide par voie mécanique peut s'appliquer à des solides de quelques millimètres jusqu'à des ions dans le cas de l'osmose inverse (ce qui fait de cette dernière opération un cas limite, la phase dispersée étant en solution). On note que le coût énergétique de la séparation augmente quand la taille des éléments consti-

*. http ://194.117.223.129/servlet/getBin ?name=2785FD9CC77CF1A03FE16A34C451158B1159-866542431.pdf

tuant la phase solide diminue. En moyenne, la consommation des procédés mécaniques est de seulement 1 à 50 kWh par mètre cube d'eau séparée.

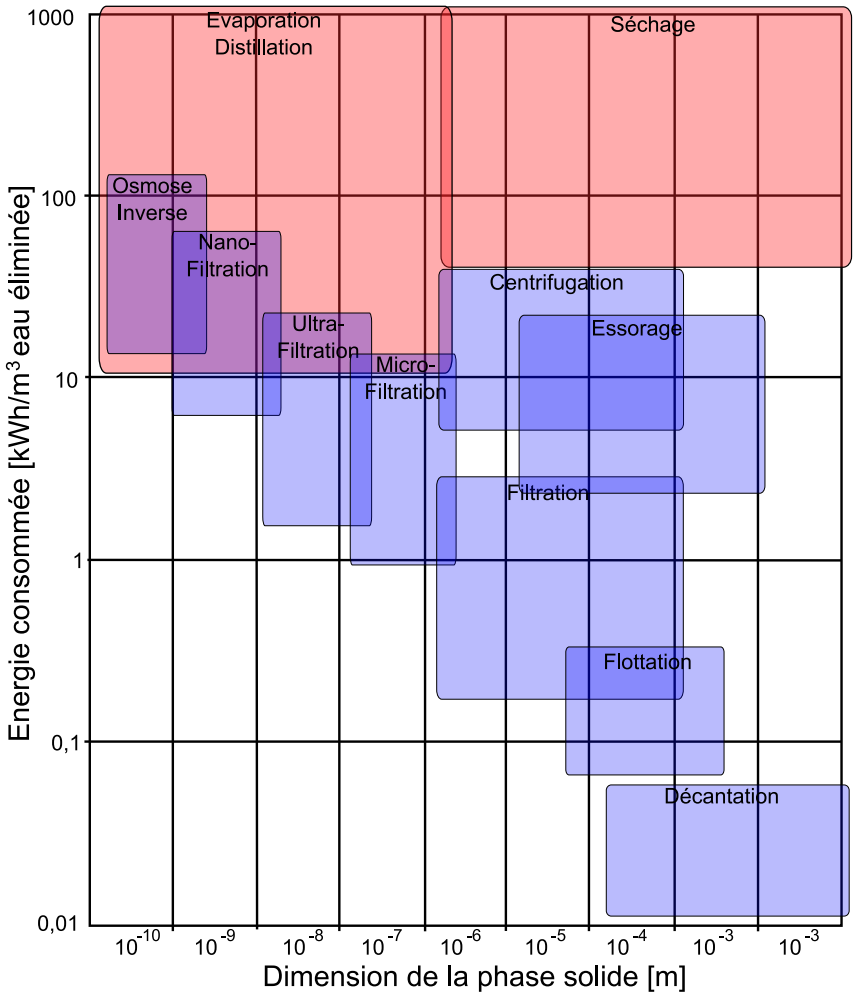

FIGURE 1.1: Classification des procédés de séparation solide liquide, d'après ADEME. En bleu les procédés mécaniques ; en rouge les procédés thermiques.

Néanmoins, les procédés thermiques permettent d'atteindre des teneurs en eau finales très faibles. On obtient ainsi couramment des teneurs en eau de l'ordre de 0,1 kg d'eau par kg de matière sèche. Celles-ci sont bien inférieures aux teneurs en eau finales obtenues par les procédés mécaniques pour lesquels il est difficile d'augmenter la siccité † au dessus de 60% pour des boues de station d'épuration ou des produits d'origine agricole (Rebouillat *et al.*, 1985), soit une teneur en eau des boues sèches de 0,6 kg d'eau par kg de matière sèche.

†. définie comme le pourcentage massique de matière sèche d'un produit

Cependant, la faible consommation énergétique des procédés mécaniques en fait des prétraitements efficaces et nécessaires pour des opérations de séchage ultérieures. En outre, si le but de l'opération est la récupération de la phase liquide, l'utilisation de ces procédés permet d'obtenir de bons rendements sans altération de la phase liquide.

Les procédés de déshydratation mécanique sont basés sur la création d'une différence de quantité de mouvement entre les deux phases en présence. Cette différence peut être causée par la différence de masse volumique. La flottation et la décantation. sont des opérations peu énergivores, mais aussi peu efficaces et limitées aux produits dont la phase solide est composée de particules d'une dimension supérieure à 0,1 mm. Pour des produits plus finement dispersés, la centrifugation doit être mise en oeuvre. En augmentant l'accélération, on augmente les effets de la différence de masse volumique, ce qui permet d'obtenir des rendements et des vitesses de séparation élevés, mais pour un coût plus important.

On peut aussi induire la différence de quantité de mouvement par la rétention de la phase solide par des dispositifs technologiques divers, de la filtration frontale à l'osmose inverse. Ces technologies permettent la séparation de solides d'autant plus dispersés que les dispositifs de rétention sont "fins". Cependant, l'abaissement de la taille des particules retenues nécessite l'adaptation de l'installation, en particulier des médias filtrants.

Dans le cas de produits composés de particules d'une taille supérieure à 1 µm, la phase solide est classiquement récupérée sous forme concentrée dans des boues ou des gâteaux par filtration. Cependant, les gâteaux sont encore très humides, avec des teneurs en eau base sèche de l'ordre de 2 à 3 selon les produits traités et la technologie mise en oeuvre. On peut alors augmenter le rendement de l'opération de manière importante en soutirant la phase liquide résiduelle. Si l'objectif de l'opération est la récupération de la phase liquide, le gâteau peut être lavé de manière à remplacer la solution initiale par un autre liquide. Si l'on cherche à récupérer la phase solide la plus concentrée possible, on peut drainer le liquide par injection de gaz (air comprimé ou vapeur) ou comprimer le mélange concentré de manière à en expulser l'eau résiduelle.

1.2 Procédé de déshydratation mécanique

Dans le cadre de notre étude, nous étudierons la filtration d'une suspension saturée, suivie de la compression du gâteau de filtration résultant.

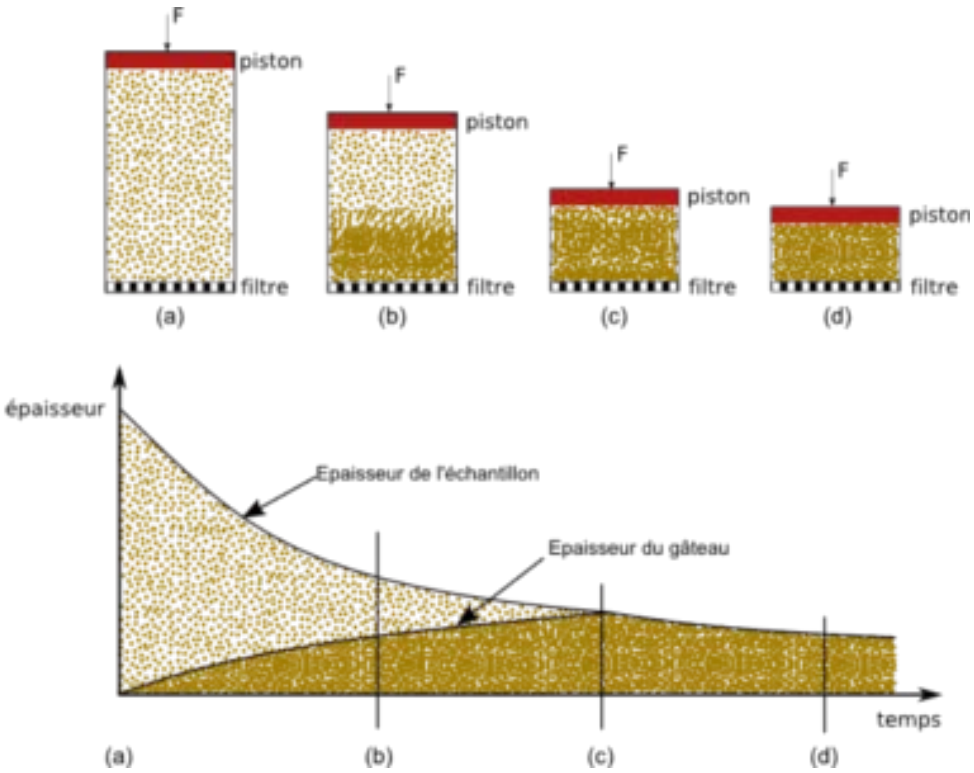

FIGURE 1.2: Schémas de principe de la filtration-compression

La figure 1.2 expose le principe de la filtration-compression. L'échantillon initial est placé dans une cellule de filtration et une force est appliquée par le piston sur la surface supérieure (a). L'intérieur de la cellule est alors mis sous pression. Le bas de la cellule est constitué d'un média filtrant qui retient les particules en suspension. La phase solide est donc retenue tandis que le liquide peut s'écouler. Il se forme alors au contact du filtre un gâteau de filtration constitué de particules solides en contact les unes avec les autres (b).

L'épaisseur du gâteau augmente au fur et à mesure que le piston descend, et que la suspension est poussée vers le filtre. Au moment où le piston entre en contact avec le gâteau (c), la filtration est terminée et la compression débute. Pendant cette opération, le piston applique la contrainte à la fois sur la phase solide et sur la phase liquide. Le gâteau de filtration est alors comprimé : son épaisseur diminue et une partie de l'eau contenue dans la porosité est extraite.

À l'état final (d), le milieu poreux est à l'équilibre, et la contrainte appliquée par le piston est intégralement transmise à la phase solide. La pression résiduelle dans la

phase liquide est alors nulle.

Ce type de procédé a été mis en oeuvre à l'échelle industrielle avec différents types d'installation tels des filtres presses à membranes. Ces installations sont munies de membranes gonflables en regard des médias filtrants (cf. figure 1.3‡). Une fois le gâteau de filtration formé, on le comprime afin d'en expulser une fraction supplémentaire de liquide.

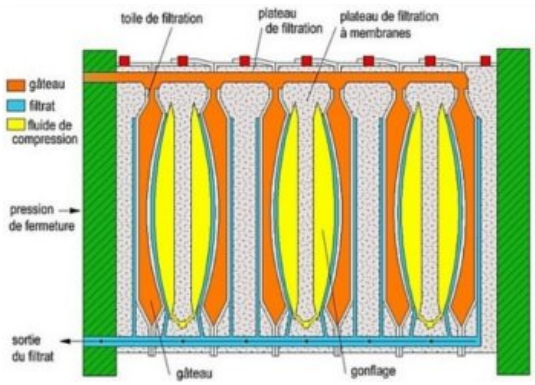

FIGURE 1.3: Schéma de principe d'un filtre presse à membranes.

Des procédés plus complexes comme des presses à vis (cf. figure 1.4) ou des filtres à bande (cf. figure 1.5) ont aussi été mis en oeuvre pour opérer en continu.

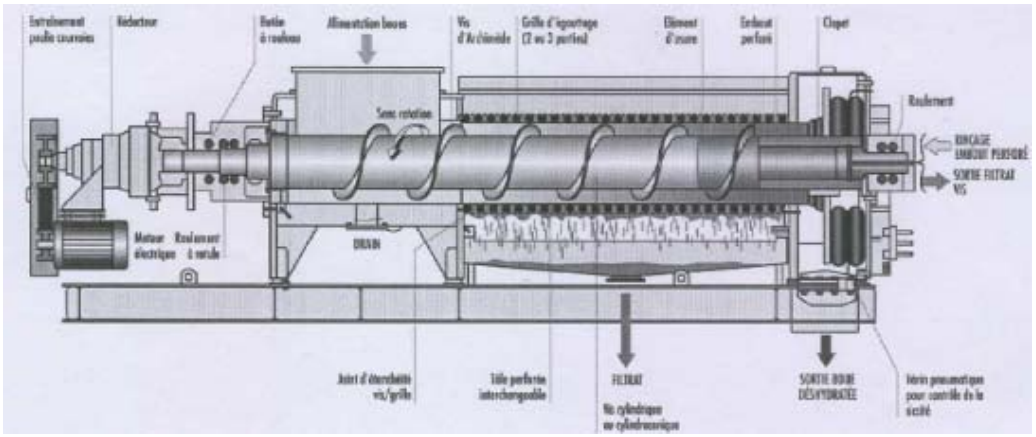

FIGURE 1.4: Schéma de principe d'une presse à vis.

‡. Document promotionnel DAFIM SARL,http://www.dafim.com/filtre2.html

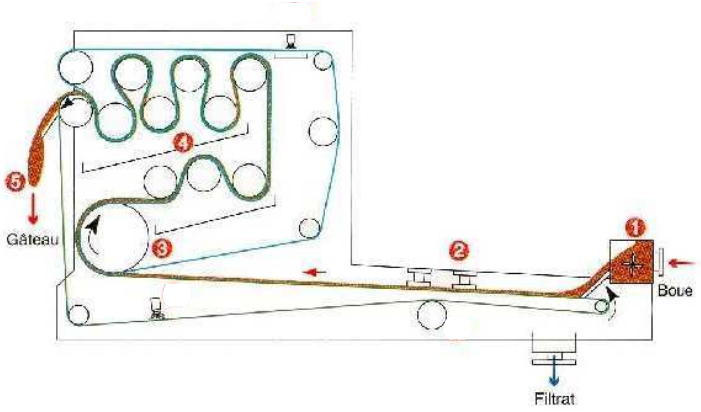

FIGURE 1.5: Schéma de principe d'un filtre à bande. 1 : Alimentation ; 2 : Bobines fixes ; 3 : Rouleau de prépressage ; 4 : Zone de déshydratation progressive ; 5 : Raclage et évacuation du gâteau. OTV (1997)

Dans tous les cas, le principe est identique au procédé de déshydratation décrit plus haut, avec la filtration d'une suspension suivie de la compression du gâteau de filtration. Cette dernière étape permet une augmentation de 15 à 25 points de la siccité, selon le produit traité et la technologie employée.
Cependant, la compression du gâteau à une pression donnée finit par atteindre une limite de rendement, et le liquide restant ne peut plus être expulsé mécaniquement. Le produit a alors atteint sa siccité limite.

1.3 Intensification de la déshydratation mécanique

Très souvent, la déshydratation mécanique vise à diminuer l'humidité d'un produit pour réduire son volume et la consommation énergétique lors d'une étape postérieure de séchage. Le procédé complet peut être schématisé par la figure 1.6.

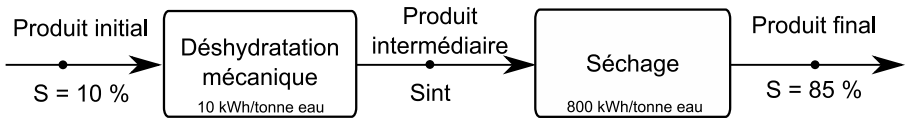

FIGURE 1.6: Schéma de principe d'un procédé complet de séparation solide/liquide.

Supposons que le produit initial soit très riche en eau avec une siccité de l'ordre de 10%. Ce produit doit être amené à une siccité finale de 85%. L'influence de la teneur en

matière sèche obtenue après la déshydratation sur la consommation énergétique globale par tonne de matière sèche est représentée sur la figure 1.7.

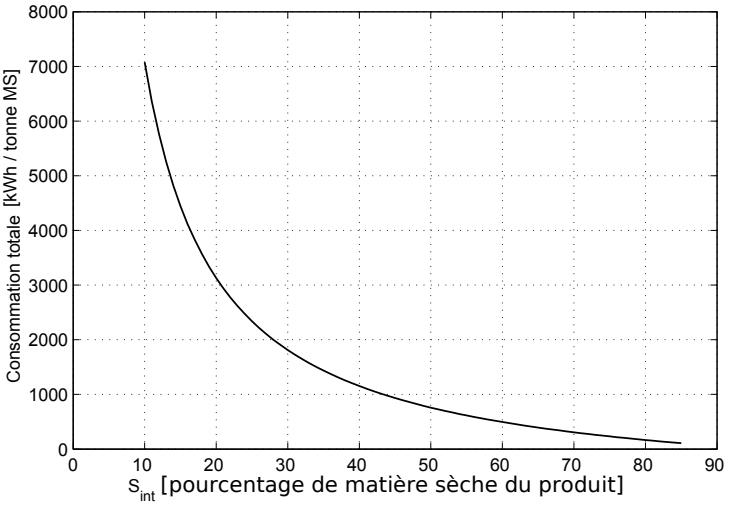

FIGURE 1.7: Influence de la siccité intermédiaire sur la consommation globale pour une tonne de matière sèche.

Ainsi une augmentation de 10% de la siccité après déshydratation permet de réduire de 40% la consommation énergétique sur le procédé global, d'où les recherches en cours sur l'intensification des procédés de déshydratation.

Une des voies privilégiées concerne la destruction de la structure des milieux poreux, en particulier ceux d'origine organique. Ceux-ci sont particulièrement étudiés, car ils contiennent de grandes quantités d'eau dans des porosités internes comme l'eau cellulaire des tissus biologiques. Ainsi, l'application d'un champ électrique pulsé au travers de l'échantillon, comme décrit par Grimi *et al.* (2007), permet d'augmenter la compressibilité, et donc la quantité de jus extrait de carottes découpées grossièrement. Sur des produits minéraux, Smythe et Wakeman (2000) ont imposé des champs électriques et des ultrasons au travers d'une suspension de $Ti0_2$ avec pour conséquence un doublement du volume de filtrat pour un même temps opératoire.

Une autre approche consiste à augmenter la disponibilité de l'eau dans le milieu. Ainsi, l'application d'un champ électrique constant entre les deux faces du gâteau permet de déplacer, par électro-osmose, l'eau présente dans les tissus biologiques. Lee *et al.* (2007) annoncent ainsi une diminution de 25% de la teneur en eau résiduelle de gâteau de boues. Sur le même type de produits, Curvers *et al.* (2007) montrent que l'épaisseur

du gâteau de filtration comprimé diminue de près d'un tiers quand la compression est couplée à l'application d'une densité de courant de 130 $A.m^{-2}$. Dans les deux cas, l'application d'un courant électrique dans l'échantillon permet son échauffement par effet Joule, ce qui facilite la migration de l'eau, puis son écoulement.

L'apport d'énergie thermique est communément utilisé comme voie d'intensification, car la chaleur permet de jouer à la fois sur la structure du milieu poreux et sur les propriétés d'écoulement de la phase liquide. Clayton *et al.* (2006) annoncent un gain de 20 points de siccité sur des échantillons de lignite en chauffant le produit à 200°C pendant la consolidation.

Ce mode d'intensification a été choisi pour les études menées au laboratoire, la facilité de mise en oeuvre à l'échelle industrielle ayant fortement orienté ce choix. En outre, pour limiter la consommation énergétique, l'apport de chaleur est contrôlé afin de ne pas évaporer la phase liquide et de ne pas modifier les propriétés chimiques des produits thermosensibles. Les gains induits par une telle assistance thermique peuvent être significatifs comme l'ont montré les études précédemment réalisées au centre RAPSODEE. Sur des suspensions de bentonite, Mahmoud *et al.* (2008) ont montré que la siccité finale des gâteaux déshydratés à 1650 kPa passe de 30% à température ambiante à 81% lorsque le piston est chauffé à 90 degrés Celsius. Dans ces conditions, la consommation d'énergie thermique du procédé, estimée par méthode inverse à partir de la mesure de la température dans le piston, est inférieure à 100 kWh par kg eau éliminée (Cusso-Grau, 2009).
Les mêmes expérimentations effectuées sur la luzerne ont montré que l'intensification thermique du procédé permet d'augmenter de plus de 50% la siccité finale du tourteau par rapport à une déshydratation à température ambiante (Mahmoud *et al.*, 2009). Pour préserver la qualité du jus vert exprimé, la température du piston est limitée à 55 degrés Celsius. Dans ces conditions, la siccité finale obtenue est de 56,8 % (contre 33 % à température ambiante) avec une consommation d'énergie thermique de 110 kWh par tonne d'eau éliminée.

Cependant, l'influence de l'intensification thermique sur la siccité finale est fortement dépendante des produits traités. La figure 1.8 montre ainsi que si la température est le paramètre opératoire le plus influent pour la déshydratation mécanique assistée thermiquement des boues de bentonite (figure 1.8 à droite), ou de la luzerne, elle ne joue qu'un rôle secondaire dans le cas du talc (figure 1.8 à gauche).

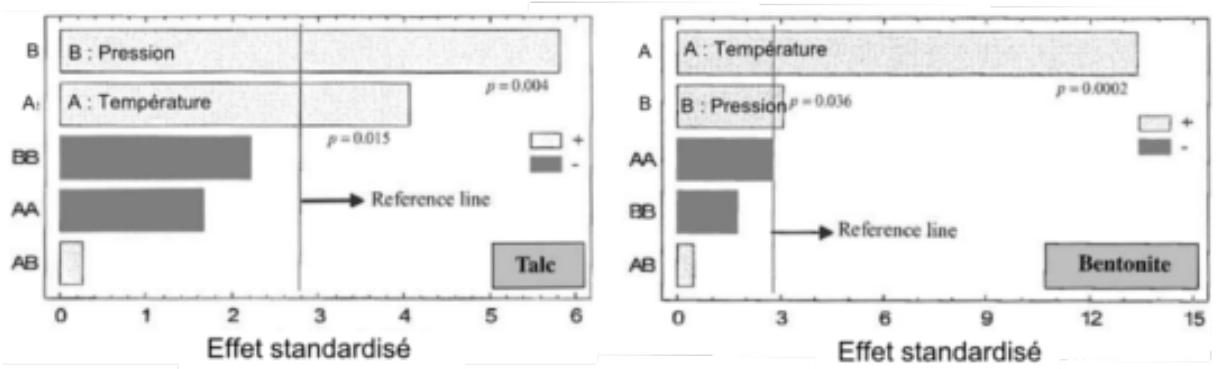

FIGURE 1.8: Effets de la pression, de la température et de leurs interactions sur la siccité finale lors de la déshydratation mécanique assistée thermiquementde suspensions de talc (gauche) et de cellulose (droite). Ne sont significatifs que les paramètres dont l'effet standardisé est supérieur à la valeur de référence, ici 2,75. Mahmoud *et al.* (2008)

1.4 Positionnement des travaux

L'amélioration du rendement de l'opération de déshydratation mécanique est nécessaire pour augmenter l'efficacité des procédés de séparation solide liquide. Comme on l'a montré, les gains énergétiques possibles par cette voie sont importants, et dans le contexte actuel de renchérissement de l'énergie, sont l'un des principaux postes d'économie pour des procédés de séchage.

La compression seule des gâteaux de filtration ne suffit cependant pas pour améliorer de manière importante les rendements, et des assistances doivent être apportées à l'opération standard afin d'en augmenter l'efficacité. Parmi les moyens d'intensification qui ont été mis en oeuvre, l'apport d'énergie thermique a fait la preuve de son intérêt à l'échelle du laboratoire et a été mis en oeuvre avec succès à l'échelle industrielle.

Cependant, les études réalisées ont montré que les performances de l'opération sont très dépendantes du produit traité. Dans le cadre d'un changement d'échelle voire d'une industrialisation de l'opération, il est donc nécessaire de procéder à de nombreux essais pour déterminer d'une part les gains réalisables et d'autre part les conditions opératoires optimales. Cet empirisme, que l'on peut rapprocher des méthodes de dimensionnement des filtres industriel, est un frein pour le développement du procédé, car il ralentit les études et laisse vierge des champs d'application possibles.

L'objectif de ce travail sera d'acquérir une bonne connaissance des mécanismes mis

en jeu afin de pouvoir rationaliser la mise en oeuvre de l'opération. L'étude des différents mécanismes portera ainsi sur les étapes de filtration et de compression qui se déroulent successivement. Les effets de l'apport de chaleur via la paroi du piston sur la séparation seront évalués.

De manière à quantifier l'influence de l'apport d'énergie sur l'efficacité du procédé d'une part, et sur les propriétés du produit d'autre part, une étude sera conduite à l'aide de cellules d'analyse spécifiques. Ainsi, en plus des données macroscopiques usuellement mesurées, une cellule d'analyse a été modifiée afin de permettre la mesure de la pression de pore dans le gâteau pendant son traitement. Les données obtenues permettront de mettre en évidence les mécanismes physiques successivement mis en oeuvre.
Enfin, la mise en évidence des mécanismes physiques et de leurs influences sur l'efficacité du procédé n'est possible qu'une fois connues les propriétés du milieu étudié. Pour cette raison, une cellule de compression-perméabilité a été construite afin de mesurer la perméabilité et le comportement mécanique des produits en fonction de la pression appliquée sur le produit et de sa température.

Après cette introduction, le prochain chapitre présentera un état de l'art sur les phénomènes physiques déjà identifiés comme jouant un rôle dans la déshydratation mécanique assistée thermiquement. Un panorama des différentes méthodes d'intensifications thermiques décrites dans la littérature illustre l'intérêt de cette voie d'intensification en terme d'efficacité de la séparation.
L'effet de la chaleur sur les propriétés des matériaux est mis en évidence et relié aux performances du procédé.

Le chapitre 3 détaillera la cellule de compression-perméabilité construite ainsi que ses caractéristiques. Les méthodes de détermination des différentes propriétés sont décrites pour des mesures tant à température ambiante qu'en température et les résultats obtenus pour les suspensions étudiées sont présentés et une loi d'évolution est proposée.

Après la caractérisation des produits traités, des expériences de déshydratation mécanique, assistées thermiquement ou non, sont effectuées dans une cellule d'analyse. Ces expériences permettent la quantification de l'influence de la pression et de la température opératoire sur l'opération. La cellule de filtration-compression utilisée est instrumentée afin d'obtenir des mesures de la pression de pores dans le gâteau pendant l'opération. Décrites dans le chapitre 4, les données expérimentales recueillies permettent la mise en évidence de la phénoménologie de l'opération.

Enfin, les phénomènes physiques identifiés et les propriétés des produits étudiés connues, un modèle physique puis numérique de l'opération est proposé au chapitre 5. Des simulations par éléments finis de l'opération sont effectuées à l'aide du logiciel COMSOL Multiphysics.

Chapitre 2

Aspects théoriques de la déshydratation mécanique assistée thermiquement

La déshydratation mécanique assistée thermiquementconsiste en la succession d'une étape de filtration au cours de laquelle la suspension initiale laisse place à un milieu poreux et une étape de compression au cours de laquelle ce milieu poreux est déformé. L'apport d'énergie thermique, s'il est présent dès le début de l'opération, ne produit en revanche ses effets que pour des temps plus longs, le gradient thermique devant s'établir dans le milieu.
Avant de s'intéresser à l'influence de la température, il convient donc de mettre en évidence les phénomènes physiques mis en oeuvre lors de la filtration puis de la compression à température ambiante. L'influence de la température sera ensuite étudiée sur les milieux poreux consolidés produits par les deux étapes successives.

La première étape de l'opération est la filtration frontale, une opération de séparation solide liquide courante dans l'industrie. Il s'agit d'une opération bien maitrisée à l'échelle macroscopique, mais le dimensionnement des filtres est encore largement basé sur l'empirisme. En effet, les mécanismes en jeu lors de la formation et la croissance du gâteau sont encore mal connus. L'étape de consolidation qui suit la filtration est en général étudiée de manière distincte, puisque sa phénoménologie est différente de celle de la filtration.

Plutôt que de séparer les deux étapes, l'état de l'art qui va suivre cherchera à mettre en lumière les phénomènes physiques mis en jeu pendant les deux étapes, en considérant la filtration et la consolidation comme un tout du point de vue phénoménologique.

De plus, un soin particulier sera porté sur les variations de propriétés physiques des produits déterminant le comportement des gâteaux lors de leur formation puis de leur compression.

Une fois l'opération de déshydratation mécanique à température ambiante étudiée, l'amélioration de l'efficacité de l'opération par intensification thermique sera ensuite abordée. Un état de l'art sur les différentes voies d'apport de l'énergie thermique sera réalisé. Les procédés mis en oeuvre ainsi que les gains obtenus lors de la séparation seront passés en revue. Une attention particulière sera portée aux modifications des propriétés des produits avec la température. Enfin, pour caractériser l'influence de la température sur les produits, le champ de température au sein du gâteau devra être déterminé. L'équation de transfert de l'énergie sera présentée, ainsi que les hypothèses prises pour son calcul. Les cnséquences de cet apport de chaleur sur les processus physiques seront également évoqués.

2.1 Comportement de la phase liquide

Classiquement, l'écoulement de la phase liquide dans un milieu poreux est décrit par l'utilisation couplée d'un bilan de forces basé sur la loi de Darcy (1856) et d'équations décrivant la conservation des masses de liquide et de solide.

2.1.1 Bilan des forces par la loi de Darcy

La loi de Darcy a été écrite pour rendre compte de la perte de charge subie par une colonne d'eau à travers des lits fixes de sable. Après une série d'expériences, Darcy (1856) pose la loi empirique suivante :

$$Q = \frac{k A}{\mu} \frac{\Delta P}{h_{gat}} \tag{2.1}$$

Avec A la section, h_{gat} l'épaisseur du milieu poreux, μ la viscosité du liquide, Q le débit volumique, ΔP la perte de charge au travers du milieu et k la perméabilité du milieu.

À partir de cette loi empirique à l'échelle macroscopique, Ruth (1946) a formalisé l'équation 2.2 permettant de décrire la filtration. Cette équation fait ressortir deux paramètres importants pour l'opération : R_m, la résistance du filtre à l'écoulement, et α la résistance spécifique du gâteau à l'écoulement du fluide.

$$\Delta P = \frac{d \mathcal{V}_f}{d t} \frac{\mu}{A} \left(R_m + \frac{\alpha}{A} \mathcal{V}_f \right) \tag{2.2}$$

Où $\mathcal{V}_f$ est le volume de filtrat recueilli. Cette équation est intégrée pour calculer l'évolution temporelle du débit de filtrat recueilli au cours de l'opération.

Si elle permet de rendre compte du comportement macroscopique de la filtration, cette approche est inadaptée quand le gâteau formé en filtration est compressible. En effet, la teneur en solide et la résistance spécifique du gâteau évoluent alors avec le temps et, pour un temps donné, le long de l'épaisseur du gâteau. La valeur de la résistance spécifique moyenne considérée pour la détermination du débit de filtrat est alors peu représentative des valeurs locales, ce qui introduit des biais importants.

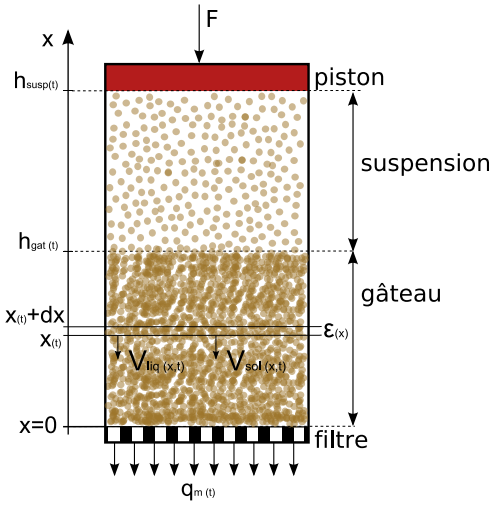

FIGURE 2.1: Principe de la filtration unidimensionnelle et notations utilisées

Pour rendre compte de l'évolution des paramètres du milieu poreux, il faut écrire les équations bilan localement. En supposant un processus unidimensionnel (cf. figure 2.1), la loi de Darcy locale s'exprime selon l'équation 2.3.

$$V_l = \frac{-k}{\epsilon\,\mu}\frac{\partial P_l}{\partial x} \tag{2.3}$$

Avec ϵ la porosité locale du gâteau, V_l la vitesse locale du liquide et P_l la pression locale du liquide à la côte x.
La porosité du milieu apparaît pour rendre compte du fait que la phase liquide n'occupe pas tout le milieu, mais seulement les interstices entre les particules solides. La diminution de la section de passage nécessite la distinction entre la vitesse réelle du fluide V_l et la vitesse dite en fût vide, notée q_l et égale à $\epsilon\,V_l$. La vitesse en fût vide est la vitesse

qu'aurait en moyenne le fluide, à débit égal, dans un milieu de même section sans solide.

Pendant la compression du gâteau, et dans une moindre mesure pendant sa constitution, les particules formant le gâteau sont tassées, ce qui entraîne un mouvement de la phase solide en direction du filtre. Dans ces conditions, la phase solide ne peut pas être considérée comme immobile. Afin de prendre en compte la vitesse de la phase solide, Shirato *et al.* (1969) raisonne sur la vitesse relative du liquide par rapport au solide au lieu de la vitesse du liquide. Pour cela, ils prennent :

$$V_l - V_s = \frac{-k}{\epsilon\,\mu}\frac{\partial P_l}{\partial x} \tag{2.4}$$

Avec V_s la vitesse locale de la phase solide.

La transposition de la loi de Darcy macroscopique à l'équation 2.3 sous forme locale par passage à la limite est une simplification, dont il convient de poser les hypothèses. De plus, l'inclusion de la vitesse de la phase solide pose des problèmes de justifications physiques. L'équation 2.4, ou loi de Darcy-Shirato, doit donc être validée. D'un point de vue expérimental, la loi de Darcy-Shirato est largement utilisée pour décrire l'opération de filtration et les résultats obtenus par cette méthode sont cohérents avec les observations expérimentales. On citera en exemple Johansson et Theliander (2007) qui en utilisant l'équation 2.4 couplée à l'équation de conservation de la phase liquide et du volume total, prédisent le débit de filtrat au cours de filtration de silicate de calcium et de kaolin, comme montré sur la figure 2.2.

La justification physique du passage de la loi de Darcy à une loi locale et de l'inclusion de la vitesse de la phase solide passe par des bilans de forces complets sur les deux phases en présence, bilans réalisés à l'échelle locale par la méthode des moyennages volumiques.

En raisonnant sur un petit volume $\mathcal{V}$, on note $\langle\psi\rangle$ la valeur moyenne d'une grandeur ψ sur $\mathcal{V}$ calculée selon :

$$\langle\psi\rangle = \frac{1}{\mathcal{V}}\int_{\mathcal{V}} \psi \, d\mathcal{V}$$

La valeur moyenne de ψ, calculée par rapport au volume occupé par la phase liquide est notée $\langle\psi\rangle^l = \langle\psi\rangle / \epsilon$. Cette moyenne *intrinsèque* est utilisée pour définir les grandeurs qui ne sont définies que sur la phase liquide. De manière équivalente, on posera $\langle\psi\rangle^s$ la valeur moyenne d'une fonction ψ sur la phase solide.
Avec ce formalisme et en négligeant les forces de gravitation, d'inertie et de viscosité,

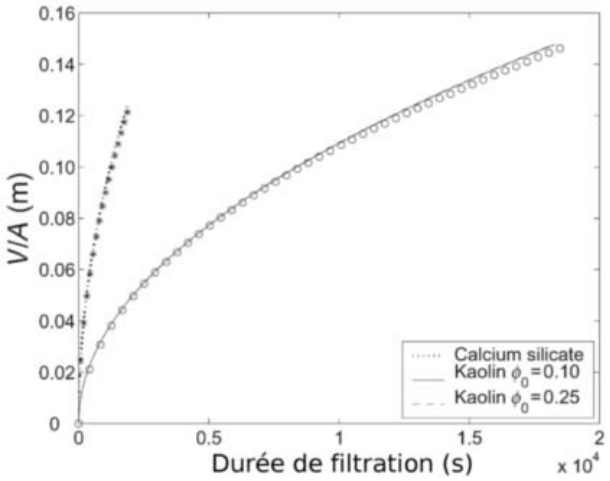

FIGURE 2.2: Volume cumulée de filtrat par unité de surface pour des suspensions de kaolin (o) et de silicate de calcium (*). Comparaison des valeurs expérimentales et des calculs numériques. Johansson et Theliander (2007)

Tosun *et al.* (1995) expriment l'équation du mouvement de la phase liquide comme suit :

$$\frac{\partial}{\partial x}\left[\langle P_l + \tau_l \rangle\right] + F_{fr} = 0 \tag{2.5}$$

Avec τ_l les forces de surface sur la phase liquide dues à la phase liquide environnante, P_l la force résultant de la pression isostatique s'appliquant sur la surface de $\mathcal{V}$ et F_{fr} un terme représentant l'ensemble des forces de friction de la phase liquide.

On peut décomposer le terme F_{fr}, en développant le divergent, en un terme de traînée visqueuse (noté F_t) et un terme de dissipation visqueuse. Ce dernier terme est équivalent à $-\langle P_l \rangle^l \, \partial\epsilon/\partial x$. En insérant cette formulation dans l'équation 2.5 et en développant le gradient, on obtient :

$$\frac{\partial}{\partial x}\left[\langle P_l \rangle^l\right] + \frac{F_t}{\epsilon} = 0 \tag{2.6}$$

L'équation 2.6 relie la perte de pression de la phase liquide aux forces de traînée. Cette formulation est conforme à la loi de Darcy-Shirato exprimée sous forme locale en posant :

$$F_t = \frac{\epsilon^2 \mu}{k}\left(\langle V_l \rangle^l - \langle V_s \rangle^s\right) \tag{2.7}$$

Une formulation analogue est utilisée par Koenders et Wakeman (1996) qui expriment, à partir d'une approche phénoménologique, les forces de traînée comme une fonction de la vitesse relative de la phase liquide par rapport à celle de la phase solide

et de la solidosité, ou part volumique de solide du milieu, égale à 1 - ϵ. Ils utilisent :

$$F_t = \beta_{(\varphi)} (V_l - V_s) \tag{2.8}$$

Avec $\beta_{(\varphi)}$ une fonction de la solidosité. Selon la forme choisie pour cette dernière, cette formulation peut être considérée comme analogue à l'expression 2.7 et donc à la loi de Darcy-Shirato, avec une perméabilité variable.

2.1.2 Quantification de la perméabilité

La perméabilité est une grandeur phénoménologique mise en évidence par Darcy. Initialement définie comme un facteur de proportionnalité entre la vitesse de l'écoulement du fluide et sa perte de charge, la peméabilité est une propriété du milieu poreux qui traduit la plus ou moins grande facilité de passage du fluide. La perméabilité intervenant dans le bilan de forces de la phase liquide, ses variations avec les autres grandeurs physiques (comme la porosité) ont une influence importante sur le déroulement de l'opération.

Afin d'exprimer l'évolution de la perméabilité pendant les opérations de filtration, il est courant d'utiliser une loi puissance de la forme :

$$k = k_0 \left(1 + \frac{P_s}{P_a}\right)^d \tag{2.9}$$

Où P_s est la contrainte de compression sur la phase solide, ou pression solide. Les coefficients k_0, P_a et d sont des paramètres ajustés sur des données expérimentales.
Cette loi de comportement donne de bons résultats en filtration, mais ne permet pas de lier la structure du milieu aux propriétés de l'écoulement.

De manière à expliciter le lien entre la perméabilité, la solidosité et la structure, Abbasi *et al.* (2007) posent le taux de vide, définie par $e = \epsilon/\varphi$, comme une fonction affine du logarithme de la perméabilité, ce qui revient à :

$$k = a_1 \cdot 10^{a_2 e} \tag{2.10}$$

Avec a_1 et a_2 des paramètres ajustés sur des données expérimentales. Si cette formulation permet un lien direct entre la structure et la perméabilité d'un milieu donné, elle reste largement empirique.

Pour déterminer expérimentalement la valeur de la perméabilité en fonction de la solidosité, Ruth a proposé l'utilisation de cellules de compression-perméabilité. Cette

installation permet d'obtenir des valeurs de perméabilité en fonction de différents paramètres opératoires (Willis *et al.*, 1974; La Heij *et al.*, 1996; Lu *et al.*, 1998b,a; Wu *et al.*, 2000). Pour cela, un fluide s'écoule au travers d'un milieu poreux formé entre deux médias filtrants. En mesurant le débit de filtrat ainsi que la chute de pression du liquide, et connaissant l'épaisseur du milieu poreux, on peut calculer la perméabilité du milieu et relier ses variations aux paramètres opératoires, comme la contrainte appliquée sur le milieu.

Cet outil de caractérisation à été utilisé sur différents types de produits. Ainsi La Heij *et al.* (1996) l'utilise pour déterminer la perméabilité de boues de station d'épuration en fonction de la pression appliquée. Les valeurs expérimentales ont été utilisées pour quantifier le comportement selon des lois puissance pour la perméabilité, avec de bons résultats. De plus, la mesure de l'épaisseur du milieu permet de déterminer, en plus de la résistance spécifique, la porosité des gâteaux. Ainsi, Lu *et al.* (1998a) ont mesuré les propriétés de gâteaux de kaolin et de $CaCO_3$ en fonction de la pression appliquée. Dans les deux cas, les lois de comportement issues des mesures ont été introduites dans des modèles numériques de l'opération.

Cependant, la mesure effectuée à l'aide de cellules de compression-perméabilité peut être biaisée. Ainsi l'utilisation de transducteurs de force (Lu *et al.*, 1998b) implantés dans les parois de la cellule montre que la force appliquée sur la face supérieure de l'échantillon n'est pas intégralement transmise au support inférieur. L'écart entre la pression appliquée et celle transmise peut ainsi atteindre 15% de la force appliquée. Ainsi, les frottements entre le gâteau et la paroi verticale de la cellule entraînent une diminution de la pression effectivement appliquée sur la phase solide du milieu poreux étudié.

De manière à limiter l'influence des frottements sur la mesure, il est communément admis que le rapport épaisseur sur diamètre de l'échantillon doit être inférieur à $0,2$ (Tiller *et al.*, 1972; Lu *et al.*, 1998b). Cependant, dans leur étude portant sur différentes cellules d'analyse, Wu *et al.* (2000) montrent que le facteur principal est le coefficient de frottement entre le gâteau et la paroi verticale. Si le rapport d'aspect des dispositifs industriels reste important, il convient de porter une grande attention à l'état de surface des parois lors de la conception des installations.

Une approche plus phénoménologique a été proposée par Kozeny (1927) et Carman (1937) pour des empilements déterminés de particules sphériques. Elle n'est cependant

applicable que pour des structures “simples” et régulières.
Pour les milieux réels, il est courant d'utiliser des formes simplifiées, comportant un paramètre à ajuster pour tenir compte de la structure dont les caractéristiques sont inaccessibles. Ainsi, la perméabilité s'écrit en fonction de la fraction volumique de solide (φ) :

$$k = \frac{1}{C_k}\frac{1}{\tau^2}\frac{1}{S_{spe}^2}\frac{(1-\varphi)^3}{\varphi^2} \tag{2.11}$$

Avec S_{spe} la surface spécifique, τ la tortuosité du milieu et C_k une constante. La tortuosité d'un milieu poreux réel, c'est-à-dire la grandeur décrivant la plus ou moins grande linéarité des pores dans le milieu, n'est pas directement accessible. Pour cette raison, les deux premiers termes de l'équation précédente sont généralement regroupés sous un terme constant H_k à déterminer expérimentalement. La perméabilité est alors donnée par la relation suivante :

$$k = \frac{H_k\,(1-\varphi)^3}{\varphi^2\,S_{spe}^2} \tag{2.12}$$

Ce type de formulation a en particulier été utilisé par Wheeler (2007) dans son étude de la compression assistée thermiquement de la lignite et par Lu *et al.* (1998b) lors de mesure de perméabilité de gâteaux de carbonate de calcium et de kaolin.

2.1.3 Conservation de la matière

Le bilan de matière s'écrit, en utilisant les notations de la figure 2.1 page 15, sous forme massique comme suit :

$$\rho_l|_m\; q_m = \epsilon\,\rho_l\,V_l + \varphi\,\rho_s\,V_s \tag{2.13}$$

$$\text{Avec :}\quad q_m = (\epsilon\,V_l)_m \tag{2.14}$$

D'autre part, les équations de conservation de la masse pour chacune des phases sont données par les équations 2.15 et 2.16.

$$\frac{\partial}{\partial t}[\epsilon\,\rho_l] + \frac{\partial}{\partial x}[\epsilon\,\rho_l\,V_l] = 0 \tag{2.15}$$

$$\frac{\partial}{\partial t}[\varphi\,\rho_s] + \frac{\partial}{\partial x}[\varphi\,\rho_s\,V_s] = 0 \tag{2.16}$$

Dans les conditions isothermes et en négligeant la compressibilité du liquide et du solide, ces équations se réduisent à :

$$\frac{\partial \epsilon}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial x}[\epsilon\,V_l] = 0 \tag{2.17}$$

$$\frac{\partial \varphi}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial x}[\varphi\,V_s] = 0 \tag{2.18}$$

Ce qui, en rappelant que $q_l = \epsilon V_l$ et $q_s = \varphi V_s$, revient aux équations de continuités largement utilisées dans la littérature (Shirato *et al.*, 1969; Tiller et Yeh, 1987; Stamatakis et Tien, 1991).

2.2 Comportement de la phase solide

2.2.1 Introduction

Initialement, la phase solide est en suspension dans le liquide. En l'absence de sédimentation, les particules solides sont déplacées par le mouvement de l'eau. En arrivant au contact du filtre ou du gâteau en formation, les particules solides sont retenues tandis que le liquide poursuit son écoulement. Se crée alors une différence de vitesse entre les deux phases au sein du milieu poreux, qui entraîne l'apparition de frottements entre les deux phases, et donc d'un gradient de pression liquide dans le milieu poreux. C'est cette perte de charge qui est décrite par l'équation de Darcy. D'autre part, ces frictions entraînent des contraintes de compression sur les particules formant la phase solide du gâteau.

La formulation du transfert de force entre les deux phases en présence est un problème central de l'étude des écoulements en milieu poreux. En effet, l'écoulement de l'eau est déterminé, d'une part, par le gradient de pression régnant dans la phase liquide, et d'autre part, par les paramètres constitutifs de la phase solide (teneur volumique en solide et perméabilité). Or ces derniers sont usuellement définis comme des fonctions de la contrainte de compression s'exerçant sur la phase solide. La détermination de la relation liant les deux champs de contraintes donc cruciale pour l'étude fine de l'opération de filtration.

Lors de la compression du milieu poreux, la contrainte totale de compression s'applique simultanément sur les deux phases en parallèle. Cette étape de consolidation est classiquement étudiée à partir d'une approche mécanique initiée par Biot (1941) et Terzaghi et Peck (1948), dans laquelle la loi de Darcy pour la phase liquide est couplée avec la loi de Hooke pour la phase solide. Une application à la déshydratation mécanique a été mise en oeuvre par Shirato *et al.* (1970).

Pour exprimer le comportement de la phase solide lors des deux étapes de la déshydratation mécanique, il convient de comprendre l'origine des contraintes s'appliquant sur les particules de la phase solide. Il sera alors possible de formuler la relation liant la

pression de la phase liquide à la contrainte de compression s'appliquant sur la matrice solide de manière homogène pour l'ensemble de l'opération.

2.2.2 Formulation du transfert de forces entre les deux phases

En filtration, il est courant d'utiliser l'analogie proposée par Tiller et Crump (1977). Ainsi, on considère que la perte de pression de la phase liquide est entièrement due aux forces de traînée s'exerçant sur les particules solides. La résultante des forces s'exerçant sur une particule solide immobile, comme représentée sur la figure 2.3, est donc reliée à la perte de pression du liquide de part et d'autre de la particule. On peut donc poser $F = A\,(P_1 - P_0)$ dans le cas d'une particule isolée.

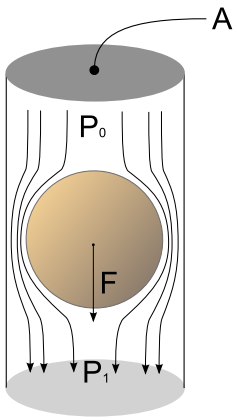

FIGURE 2.3: Bilan de forces sur une particule immobile

Dans le cas d'un ensemble de particules individuellement incompressibles formant un gâteau, la force F s'appliquant sur une particule est transmise aux particules sur lesquelles elle repose. Les forces transmises s'ajoutent aux forces de traînée locales et la relation précédente s'étend donc à l'ensemble de l'empilement de particules.

En définissant une surface passant par les points de contact interparticulaires, comme définie sur la figure 2.4, et en posant l'hypothèse de contacts ponctuels entre les particules, Tiller et Crump posent le bilan de force local sous la forme :

$$\frac{\partial F}{\partial x} + A \cdot \frac{\partial P_l}{\partial x} = 0 \tag{2.19}$$

En posant que la contrainte de compression s'appliquant sur la phase solide par unité de section, notée P_s, est égale à F/A, on obtient donc la loi de transfert de forces :

$$\frac{\partial P_l}{\partial x} = -\frac{\partial P_s}{\partial x} \tag{2.20}$$

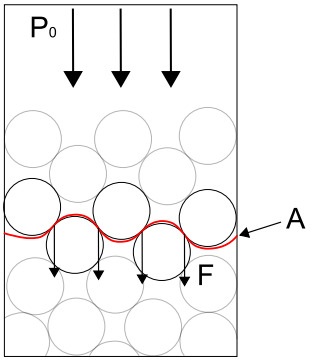

FIGURE 2.4: Bilan de forces global

Cette formulation a l'avantage d'être relativement simple à mettre en oeuvre et permet de travailler avec des grandeurs de la dimension d'une pression pour les deux phases, ce qui simplifie les écritures et les raisonnements. Pour cette raison, ce bilan de force est largement utilisé pour l'étude de la filtration (Sorensen *et al.*, 1996; Burger, 2000; Zhao *et al.*, 2003; Abbasi *et al.*, 2007).
Cependant, cette formulation du gradient de contraintes solides pose différents problèmes. En particulier, l'hypothèse des contacts ponctuels entre les particules solides est fausse dans le cas de particules de formes complexes. En outre, en toute tigueur, des contacts ponctuels signifiraient une surface de contact nulle entre deux particules pour transmettre la contrainte. La pression appliquée sur les particules serait alors localement infinie.

L'aire de la surface A est supposée identique à la section du filtre, ce qui se justifie par la faible taille des particules et donc la faible ampleur des oscillations de la surface autour de la section droite. Cette approche permet de s'affranchir de la détermination de la part de la section du milieu effectivement occupée par les différentes phases. Cette détermination est en effet difficile car la porosité évoquée dans le présent document est définie comme un rapport de volumes. Les particules n'ayant pas une forme régulière, définir des porosités comme rapport de surface nécessite la détermination de la forme des particules. D'autre part, et comme le montre la figure 2.5, des particules identiques dans un gâteau peuvent s'arranger selon différentes porosités surfaciques, pour une même porosité volumique.

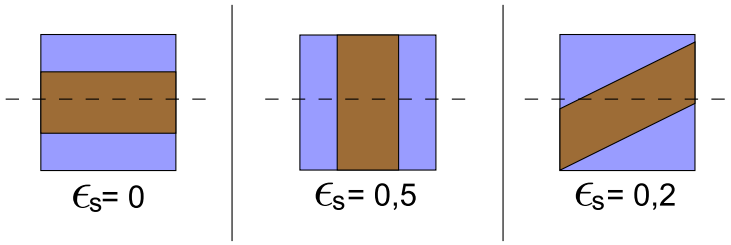

FIGURE 2.5: Exemple de milieu poreux présentant des porosités surfaciques différentes pour une porosité volumique de 0,5

En repartant des équations du mouvement de la phase solide et de la phase liquide et en ne gardant que les termes de pression et de friction, Tosun *et al.* (1995) arrivent à :

$$\frac{\partial \langle P_l \rangle^l}{\partial x} + \frac{1}{\epsilon} \frac{\partial \langle \tau_l \rangle}{\partial x} + \frac{F_t}{\epsilon} = 0 \tag{2.21}$$

$$\frac{\partial \langle P_s \rangle^s}{\partial x} + \frac{\partial \langle \tau_s \rangle}{\partial x} = 0 \tag{2.22}$$

Les termes τ_i représentent les forces appliquées sur un élément de la phase i par les éléments environnants de la même phase. Ce terme peut être négligé sur la phase liquide. En revanche pour la phase solide, il est égal à la contrainte de compression transmise par les particules.

À l'interface solide liquide, on a égalité des pressions dans les deux phases et donc égalité des gradients de pression sur l'épaisseur de l'échantillon pour les deux phases. On a ainsi :

$$-\frac{\partial \langle \tau_s \rangle}{\partial x} = \frac{F_t}{\epsilon} \tag{2.23}$$

L'insertion de l'équation 2.23 dans l'expression du mouvement de la phase solide permet de poser :

$$\frac{\partial \langle P_s \rangle^s}{\partial x} = \frac{F_t}{\epsilon} \tag{2.24}$$

Avec l'équation 2.6 de la page 17, le bilan de force résultant s'écrit :

$$-\epsilon \frac{\partial P_l}{\partial x} = \frac{\partial P_s}{\partial x} \tag{2.25}$$

Cette relation est à comparer à l'expression donnée par l'équation 2.20. La différence entre les deux bilans provient des différentes hypothèses prises sur le moyennage des

bilans de force des deux phases. En repartant du bilan sur la phase liquide, Whitaker (1986) a montré que les hypothèses prises sur la taille relative de la longueur caractéristique de la phase liquide par rapport au volume de contrôle (sur lequel on moyenne les valeurs) influent sur les résultats des prises de moyenne.
Ainsi l'inclusion ou non de la porosité (voire de la solidosité) du milieu dans l'expression du transfert de forces entre les deux phases dépend des simplifications possibles sur l'expression du bilan de forces, celles-ci étant déterminées par le ratio entre les tailles spécifiques des phases en présence et le volume de moyennage. Ceci est à relier aux interrogations soulevées par Rietema (1982) dans son étude des différentes formulations proposées pour le bilan de forces local des écoulements en milieu poreux.

Tien *et al.* (2001) ont formulé différentes relations entre gradients de contrainte dans les deux phases puis ont introduit ces bilans dans un modèle de filtration. Les résultats numériques ont ensuite été comparés à des résultats expérimentaux de filtrations contrôlées (cf. figure 2.6). Les formulations testées sont :

Cas 1 : $\mathrm{d}\,P_l + \mathrm{d}\,P_s = 0$ d'après (Tiller et Crump, 1977)

Cas 2 : $\epsilon\ \mathrm{d}\,P_l + \mathrm{d}\,P_s = 0$ d'après (Tosun *et al.*, 1995)

Cas 3 : $\epsilon\ \mathrm{d}\,P_l + \varphi\ \mathrm{d}\,P_s = 0$

Cas 4 : $\mathrm{d}\,(\epsilon\,P_l) + \mathrm{d}\,(\varphi\,P_s) = 0$

Le choix du bilan de forces modifie fortement la valeur calculée de la résistance spécifique moyenne du gâteau. Les valeurs calculées numériquement varient ainsi du simple au double pour les gâteaux de carbonate de calcium et de kaolin. D'autre part, l'adéquation entre les résultats numériques et les données expérimentales montrent que la meilleure formulation du bilan dépend du produit considéré.

En reliant ces constatations aux remarques de Whitaker, on peut poser l'hypothèse que la différence de constitution des gâteaux formés par les deux produits entraîne une différence dans les longueurs caractéristiques relatives des phases.
Les différences de constitution des gâteaux entraînent ainsi des modifications de la forme du transfert de force entre les deux phases et donc de la dynamique de l'opération de filtration.

Une approche concurrente à celle présentée par Tiller et Crump (1977) a été avancée par Buscall et White (1987). Elle s'applique aux suspensions concentrées décantées et consiste à évaluer le comportement des milieux poreux en fonction des forces interparticulaires. Cette approche a été reprise avec succès par Landman *et al.* (1991) pour la

filtration.
Pour un milieu dont les particules sont en contact, on peut définir une contrainte de compression limite fonction de la solidosité, résultant des forces d'interaction entre les particules. Cette contrainte, notée $P_{y(\varphi)}$, est calculée à partir d'une fonction en loi puissance dont les paramètres sont définis à partir de données expérimentales.

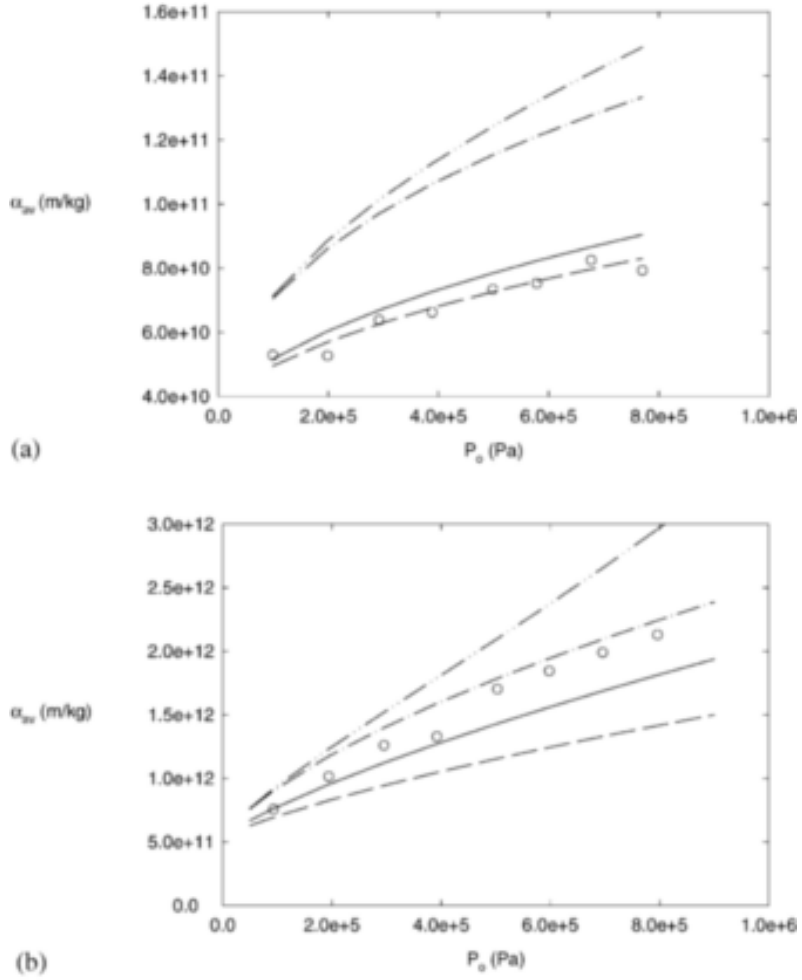

FIGURE 2.6: Comparaison des valeurs moyennes de la résistance spécifique du gâteau (α_{av}), déterminées expérimentalement (o) et calculées selon les différentes relations : cas 1 —; cas 2 — —; cas 3 —·—; cas 4 —··—; pour un gâteau de $CaCO_3$ (a), et un gâteau de kaolin (b). Tien *et al.* (2001).

Cette contrainte limite permet de définir l'état de contrainte dans un milieu poreux à l'équilibre. On notera que Landman *et al.* (1991) définissent $P_{y(\varphi)}$ à partir de loi puissance de forme analogue à la fonction réciproque de celle définissant la valeur de

la solidosité en fonction de P_s (cf. équation 2.27 page 27), on a alors la contrainte de compression limite définie selon :

$$P_{y(\varphi)} = k\left(\left(\frac{\varphi}{\varphi_0}\right)^n - 1\right) \tag{2.26}$$

Tant que la pression effective s'appliquant sur la phase solide, notée P_s, est inférieure ou égale à la force interparticulaire, le milieu poreux n'est pas déformé. En revanche quand P_s devient supérieur à $P_{y(\varphi)}$, c'est-à-dire quand la contrainte de compression devient supérieure à la résultante des forces de liaison interparticulaires, le milieu se déforme selon :

$$\frac{D\varphi}{Dt} = \begin{cases} 0 & P_s \leq P_{y(\varphi)} \\ \kappa_{(\varphi)}\left(P_s - P_{y(\varphi)}\right) & P_s > P_{y(\varphi)} \end{cases}$$

Avec κ, la compressibilité dynamique du milieu. La déformation se poursuit jusqu'à avoir égalité entre P_s et $P_{y(\varphi)}$.
Si $\kappa_{(\varphi)}$ est connu, la déformation du milieu peut être calculé directement à partir du comportement décrit par le système précédent, couplé avec la conservation des espèces en présence. Il est cependant possible d'éliminer la compressibilité en posant $P_{s(x,t)} = P_{y(\varphi_{(x,t)})}$, au prix de l'apparition d'un paramètre $r_{(\varphi)}$ décrivant la rhéologie du milieu par le biais des interactions interparticulaires (Landman *et al.*, 1995).
Cette approche, plus rigoureuse d'un point de vue formel, pose cependant le problème de la détermination des différents paramètres. La déformation du milieu est en effet calculée à partir de fonctions complexes, qui ne décrivent plus la compressibilité du gâteau, mais la variation des interactions entre les particules le constituant.

2.2.3 Équations constitutives du milieu poreux

P_s supposé connu, la solidosité du milieu poreux peut alors être calculée. Ainsi, een filtration, la solidosité est classiquement définie comme une fonction de la contrainte de compression régnant dans la phase solide, selon une formulation en loi puissance définie par l'équation 2.27 proposée par Tiller et Leu (1980).

$$\varphi = \varphi_0\left(1 + \frac{P_s}{P_a}\right)^\beta \tag{2.27}$$

Avec φ_0 la solidosité de gélification, c'est-à-dire la valeur limite au-delà de laquelle les particules solides sont en contact, P_a et β des constantes ajustées à l'aide de données expérimentales.

Cette équation constitutive représente un comportement élastique du gâteau, avec un module d'Young augmentant avec la contrainte appliquée. Elle donne des résultats satisfaisants en filtration sur des suspensions minérales de silicates de calcium (Fathinajafi et Theliander, 1995) ainsi que sur des suspensions floculées (Burger *et al.*, 2000).

Dans le cadre d'une étude de la consolidation avec des temps d'étude plus longs, négliger les termes d'amortissement dans l'expression de la déformation pose problème. Cela implique en effet une déformation instantanée de la matrice poreuse. Compte tenu des couplages existants entre les mouvements des deux phases, les déplacements du liquide seraient alors instantanés. En outre, les expériences de consolidation à pression constante montrent que la déformation des échantillons n'est pas instantanée, mais se poursuit pendant des durées pouvant atteindre plusieurs heures pour de l'argile (Abbasi *et al.*, 2007). Il est donc nécessaire d'analyser la déformation en utilisant des rhéologies plus réalistes, et plus particulièrement des modèles de comportement viscoélastique. En attribuant des viscosités apparentes aux milieux poreux, ce type de modèle prend en compte les déformations différées généralement observées lors de l'application d'une contrainte sur des milieux poreux.

Basés sur les travaux de Terzaghi et Peck (1948), les modèles de consolidation sont fondés sur la construction de relations entre le taux de déformation du milieu et le divergent du gradient de contrainte. Dans l'hypothèse d'un transfert unidimensionnel, on arrive à des équations analogues à l'équation 2.28.

$$\frac{\partial e}{\partial t} = C \frac{\partial}{\partial x}\left[\frac{\partial e}{\partial x}\right] \tag{2.28}$$

Avec e le taux de vide du milieu (fonction de la contrainte appliquée) et C le coefficient de consolidation du milieu.

Un tel comportement a été modélisé par Shirato *et al.* (1970) pour calculer la déformation d'un gâteau de filtration. Cette approche a par la suite été complexifiée par la prise en compte de la variation du coefficient de consolidation avec la solidosité (Shirato *et al.*, 1979) ou la prise en compte d'une consolidation secondaire (Rebouillat *et al.*, 1985). Le modèle complet décrit ainsi la déformation importante au moment de l'application de la contrainte (consolidation primaire), suivi d'une consolidation plus lente et moins importante une fois le milieu comprimé (consolidation secondaire). Dans tous les cas, on obtient une équation différentielle décrivant la déformation de la matrice poreuse en fonction du temps et de la contrainte appliquée.

La construction de modèles de comportement évolués est basée sur le principe de superposition de modules de déformation élémentaire. Les modules élastiques, représentés par des ressorts, ont une équation de comportement reliant la contrainte σ à la déformation δ par :

$$\sigma = E \cdot \delta \tag{2.29}$$

Avec E le module d'Young du milieu.

La prise en compte des déformations différées est faite par des modules visqueux, représentés par des amortisseurs, qui font intervenir le taux de déformation, et la viscosité apparente η. L'équation du comportement est donnée par :

$$\sigma = \eta \frac{d\delta}{dt} \tag{2.30}$$

Ces deux modules sont assemblés pour former un modèle rhéologique décrivant la déformation d'un produit réel. Ainsi, le modèle de Taylor-Marchant, schématisé sur la figure 2.7, prend en compte une compression "primaire" et une compression "secondaire". On a ainsi :

- Une déformation instantanée qui est associée à la compression de la matrice solide (représentée par le ressort E_2)
- Une déformation différée (représentée par l'amortisseur η et le ressort E_1 placés en parallèle). Elle est associée à l'écoulement de l'eau dans les interstices du milieu qui freine la déformation.

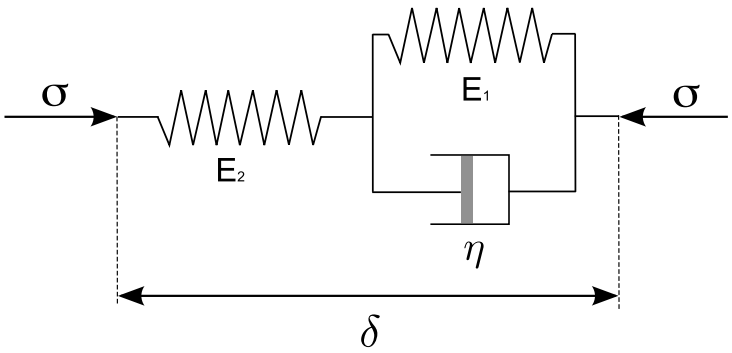

FIGURE 2.7: Représentation de Maxwell du modèle de Taylor-Marchant

La déformation de la matrice, noté δ, est alors définie par l'équation différentielle 2.31.

$$\frac{\partial \delta}{\partial t} + \frac{E_1}{\eta}\,\delta = \frac{E_1 + E_2}{\eta\, E_2}\,\sigma + \frac{1}{E_2}\,\frac{\partial \sigma}{\partial t} - \frac{\sigma}{E_2^2}\,\frac{\partial E_2}{\partial t} \tag{2.31}$$

La valeur de la déformation est reliée à la composition du milieu poreux par un bilan matière. En définissant la déformation comme le rapport de la variation du volume sur le volume initial, comme suit :

$$\delta_{(t)} = \frac{\Delta \mathcal{V}}{\mathcal{V}_{t=0}} = \frac{\mathcal{V}_t - \mathcal{V}_{t=0}}{\mathcal{V}_{t=0}} \tag{2.32}$$

En raisonnant sur un volume de solide constant et en supposant les particules indéformables, on peut exprimer la déformation en fonction de la solidosité comme :

$$\delta_{(t)} = \frac{\varphi_{(t=0)}}{\varphi_(t)} - 1 \tag{2.33}$$

En insérant l'équation 2.33 dans l'équation différentielle décrivant la déformation, on obtient une loi de comportement sous la forme d'une équation différentielle décrivant directement la solidosité du milieu.

Dans le cas du modèle de Taylor-Marchant, l'inclusion de l'équation 2.33 dans l'équation 2.31 donne :

$$\frac{\partial \varphi}{\partial t} - \frac{E_1}{\eta}\,\varphi = -\frac{\varphi^2}{\varphi_{t=0}}\left(\frac{E_1 + E_2}{\eta\, E_2}\,\sigma + \frac{1}{E_2}\,\frac{\partial \sigma}{\partial t} - \frac{\eta\,\sigma}{E_2^2}\,\frac{\partial E_2}{\partial t}\right) - \frac{E_1}{\eta} \tag{2.34}$$

Ce modèle permet de prévoir l'épaisseur de gâteaux de kaolin et le volume de filtrat recueilli en accort avec les données expérimentales (Mihoubi *et al.*, 2003), mais l'application de tels modèles dépends fortement des produits, et en particulier de l'importance relative de la consolidation secondaire par rapport à la consolidation primaire comme l'ont montré Christensen et Keiding (2007). En appliquant un modèle de comportement élastique et un modèle de Taylor-Marchant à des gâteaux d'anatase, de boues activées et de polymères, ils montrent qu'un modèle élastique suffit à représenter le comportement mécanique de gâteau simple comme ceux d'anatase. Cependant, le comportement rhéologique de suspensions plus complexes ne peut être modélisé qu'avec des modèles plus évolués incluant la prise en compte d'une consolidation secondaire.

Pour les produits présentant une consolidation secondaire, celle-ci peut être plus ou moins importante par rapport à la diminution de volume des échantillons. Ainsi, pour des produits complexes comme des suspensions de polymères, la consolidation secondaire représente 70% de la consolidation totale en terme de diminution de volume.
Cependant, si l'importance relative de la consolidation secondaire atteint rarement de

tels taux, son influence sur la phase de filtration peut être significative. En effet, pour les boues activées, Christensen et Keiding (2007) montrent que la durée de l'étape de filtration est du même ordre de grandeur que la constante de temps du modèle rhéologique décrivant la déformation. Dans ces conditions, le comportement du gâteau ne peut être considéré comme purement élastique pendant l'étape de filtration et le modèle rhéologique doit être étendu à l'ensemble de l'opération de déshydratation mécanique.

La complexité des produits étudiés a ainsi conduit à la mise en oeuvre de modèles propres à chaque milieu poreux étudié. Ainsi Chang et Lee (1998) incluent une consolidation tertiaire pour prendre en compte le fluage de l'eau dans des boues d'origine biologique aux temps longs.

La Heij (1994) utilise le modèle du solide linéaire standard afin de décrire la déformation des boues de station d'épuration. Ce modèle est symbolisé par le schéma donné sur la figure 2.8 et son comportement est généralement décrit par l'équation suivante :

$$\eta\left(1+\frac{E_2}{E_1}\right)\frac{d\,\delta}{d\,t}+\left(E_2+\frac{\eta}{E_1}\frac{d\,E_2}{d\,t}+\frac{\eta\,E_2}{E_1^2}\frac{d\,E_1}{d\,t}\right)\delta=\sigma\left(1+\frac{\eta}{E_1^2}\frac{d\,E_1}{d\,t}\right)+\frac{\eta}{E_1}\frac{d\,\sigma}{d\,t} \quad (2.35)$$

Initialement écrit pour rendre compte de la déformation de polymères, ce modèle dispose d'une composante élastique en parallèle d'un corps de Maxwell. Cela permet de conserver une élasticité une fois la part visqueuse de la déformation effectuée. Il est alors plus facile de séparer le comportement purement visqueux en début de déformation des évolutions aux temps longs. Les états à l'équilibre peuvent ainsi être déterminés séparément du comportement visqueux.

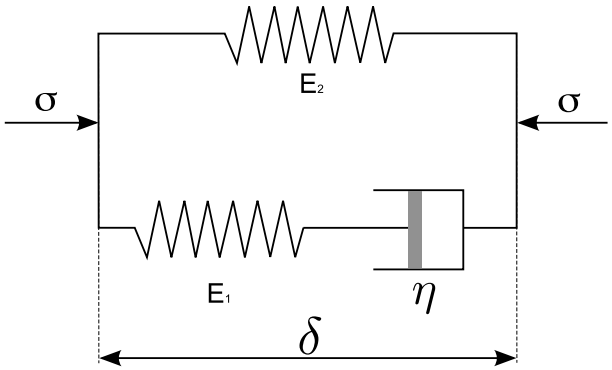

FIGURE 2.8: Représentation de Maxwell du modèle du solide linéaire standard

On eut noter que la formulation des modèles précédents se complexifie afin d'être représentatif de milieux poreus complexes. Cependant, ce type de modèle de comportement abouti à des équations de comportement difficile à résoudre. Une autre approche consiste à associer plusieurs modèles simple pour rendre compte de la destruction de la structure poreuse de produits biologiques. Ainsi, pour représenter le comportement mécanique de la lignite sous l'effet de la pression appliquée, Bergins (2004) pose un modèle rhéologique constitué d'un grand nombre de modèles en série (cf. figure 2.9). Cette superposition rend très bien compte de l'effondrement de la structure initiale du produit. Cependant, ce type d'approche engendre un grand nombre de paramètres à ajuster.

En général, les modèles utilisés posent l'hypothèse de l'incompressibilité des particules isolées. En plus de simplifier la formulation du problème, cette hypothèse reste relativement faible compte tenu des produits traités (en général des minéraux) et des pressions opératoires courantes.

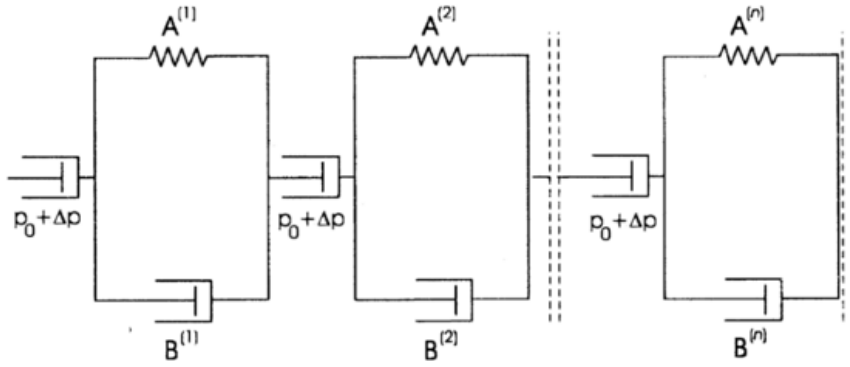

FIGURE 2.9: Représentation du modèle utilisé par Bergins pour simuler la déformation de lignites. Les $A^{(k)}$ et $B^{(k)}$ sont des paramètres à déterminer.Bergins (2004).

Cependant, dans le cas de produits biologiques ou de polymères, la prise en compte de la compressibilité des particules peut être nécessaire. Ainsi, Christensen et Hinge (2008) modélise la rhéologie de gâteaux de polymères par un modèle de Taylor-Marchant, en associant la réorganisation des particules du gâteau modélisée par un modèle de Terzahi à la déformation des des particules par un modèle de Voigt, avec de bons résultats.

Tous les modèles présentés ici sont viscoélastiques, les déformations plastiques étant négligées. En effet, les milieux étudiés sont en général soumis à des contraintes crois-

santes ou constantes et la question du retour ou non à l'état initial ne se pose en général pas. On citera le travail de Zhao *et al.* (2003) comme une des rares prises en compte des déformations plastiques sur des gâteaux de filtration consolidés.

D'autre part, le paramètrage des modèles rhéologiques conduit à poser un comportement viscoélastique linéaire. Les paramètres étant constants ou fonctions des propriétés locales du gâteau à un instant t, l'historique des contraintes et des déformations est peu pris en compte. Pour modéliser le comportement viscoélastique non linéaire de gâteaux d'huile de palme en filtration, Kamst *et al.* (1997) utilisent un modèle non linéaire en posant la déformation (définie à partir de la variation du volume des pores) comme une fonction de la pression solide appliquée et de l'historique de la contrainte selon :

$$\delta = a \left(\frac{P_s}{P_{s\,ref}} \right)^b \left(\frac{t}{t_{ref}} \right)^c \tag{2.36}$$

Enfin, la majorité des études réalisées sur la déformation des milieux poreux ont été effectuées soit sur l'étape de filtration, soit sur l'étape de consolidation. En effet, les temps caractéristiques des phénomènes physiques en jeu dans les deux opérations ont plusieurs ordres de grandeur de différences. Néanmoins, un certain nombre de travaux s'intéressent à l'opération de déshydratation mécanique dans son ensemble. L'approche décrite à partir du travail de Buscall et White (1987) considérant la contrainte de compression limite se prête particulièrement à une approche globale de l'opération. Les travaux associant la filtration et la consolidation sont principalement ainsi basés sur ce type de modélisation. On citera en particulier le travail de Eberl *et al.* (1995) sur la filtration de suspensions de kaolin suivi de la compression du gâteau.
L'approche plus classique basée sur des lois de comportement permet aussi de travailler sur l'ensemble de l'opération comme montré par Tiller et Yeh (1987). Il est cependant nécessaire de travailler dans un repère matériel, ce qui permet de formuler les lois de déformation dans le cas d'un gâteau en formation pendant la filtration ainsi que pendant la compression de ce dernier. Ainsi, Wheeler (2007) modélise la déshydratation mécanique d'échantillon de lignite dans son ensemble, le passage de l'étape de filtration à celle de compression passant par la modification de la condition à la limite supérieure.

2.3 Intensification thermique de la déshydratation mécanique

Différentes voies ont été explorées pour augmenter l'efficacité de la déshydratation mécanique. En général, le principe de l'intensification consiste à jouer sur les propriétés

des phases en présence. On peut soit augmenter la compressibilité du milieu poreux afin de diminuer la quantité d'eau qu'il contiendra en fin d'opération ; soit jouer sur les propriétés de la phase liquide pour faciliter sa disponibilité et son écoulement.

Parmi les voies utilisées, l'apport d'énergie thermique au procédé est particulièrement intéressant. En effet l'augmentation de la température permet, dans le cas de produit d'origine biologique, d'accroître la compressibilité du milieu poreux ce qui permet d'évacuer une quantité plus importante d'eau.
De plus, l'augmentation de la température de la phase liquide en modifie les propriétés physiques, en particulier la viscosité, ce qui facilite l'écoulement de l'eau et son évacuation. Enfin, l'apport d'énergie thermique est relativement simple à mettre en oeuvre, ce qui explique l'intérêt porté à l'intensification thermique ces dernières années.

2.3.1 Méthodes d'apport de l'énergie thermique

Une première approche de l'intensification thermique consiste à chauffer le produit avant sa compression. Empruntée par le procédé MTE (Mechanisch-Thermisch Entwässerung) mis au point à l'université de Dortmund (Strauss, 1995; Bergins *et al.*, 1999; Bergins, 2004) et présenté par la figure 2.10, cette voie d'intensification consiste à chauffer un produit pré-consolidé avec de l'eau et de la vapeur d'eau, avant de le comprimer fortement.

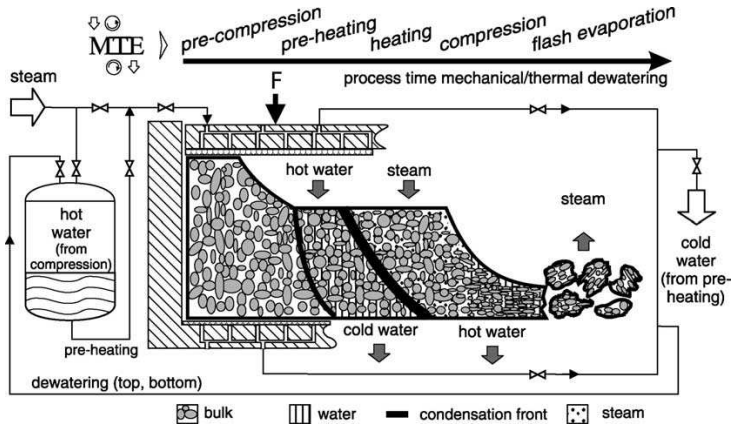

FIGURE 2.10: Principe du procédé MTE. Bergins (2004)

En travaillant à haute température (jusqu'à 200°C) avec des pressions importantes (10 MPa) on observe, en plus de l'écoulement de liquide suite à la compression, une

évaporation flash en fin de traitement quand le produit est remis à la pression atmosphérique.

Avec ce procédé et en travaillant à 4,4 MPa, Bergins *et al.* (1999) montrent une augmentation de 35 % de la siccité finale d'un échantillon de lignite entre 40 et 220 °C. Soumise aux mêmes conditions opératoires, la pulpe de papier voit sa siccité finale augmenter de 25 %.

Cependant, ces évolutions ne sont pas générales et l'apport d'énergie thermique n'entraîne pas forcement d'augmentation du rendement de la séparation, comme l'ont montré Bergins *et al.* (1999) (cf. figure 2.11). Pour les produits pour lesquels la tem-

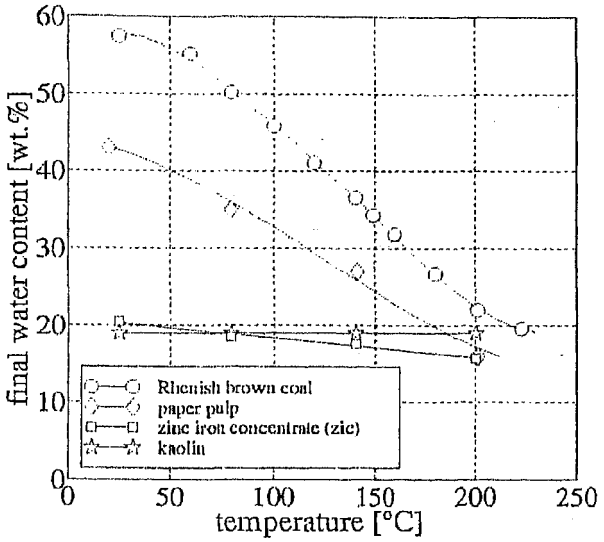

FIGURE 2.11: Teneur en eau finale en fonction de la température d'opération pour différents produits. Bergins *et al.* (1999)

pérature n'a pas d'influence sur la siccité finale (comme le kaolin, cf. figure 2.11), la température entraîne cependant une accélération de la cinétique de déshydratation (cf. figure 2.12).

Dans ce procédé, l'apport de chaleur est cependant limité à une phase de préparation de l'échantillon. La phase de consolidation s'effectue sur un produit préalablement mis en température, mais non chauffé parallèlement à l'application de la contrainte mécanique.

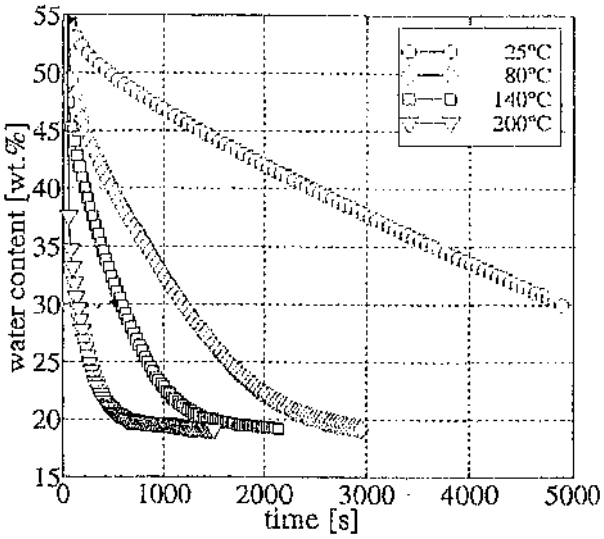

FIGURE 2.12: Influence de la température sur la cinétique de déshydratation de suspensions de kaolin. Bergins *et al.* (1999)

Le procédé MTE a été repris et adapté à l'université de Monash en Australie (Clayton *et al.*, 2006; Wheeler, 2007; Wheeler *et al.*, 2009). Il est appliqué à des produits d'origine biologique pour lesquels les gains sont les plus importants. Ainsi, Clayton *et al.* (2006) montrent que chauffer jusqu'à 150 °C permet un gain de 14 points de siccité finale avec des boues d'épuration et de 12 points sur des bagasses, lors d'une déshydratation à 12 MPa.

Afin de simplifier et d'augmenter la capacité de traitement de l'opération pour son application industrielle, Clayton *et al.* (2006) ont choisi de mettre les produits en suspension et de chauffer celle-ci avant de procéder à sa déshydratation mécanique. La mise en suspension du produit simplifie les opérations réalisées (transport, réchauffement) sans induire de perte d'efficacité de l'opération, car l'eau ajoutée au produit pour sa mise en suspension en est facilement extraite pendant la phase de filtration.

Les cellules d'analyse utilisées à l'échelle du laboratoire, schématisées sur la figure 2.13, permettent de procéder à l'opération dans différentes configurations. L'extraction du filtrat peut ainsi être effectuée par la paroi inférieure de la cellule (d'une surface de 2.10^{-3} m^2) ou par la paroi verticale. Cette différence de conception permet d'estimer les perméabilités axiale et radiale en vue de l'industrialisation du procédé.

Les résultats obtenus par Clayton *et al.* (2006) sont cohérents avec ceux obtenus par

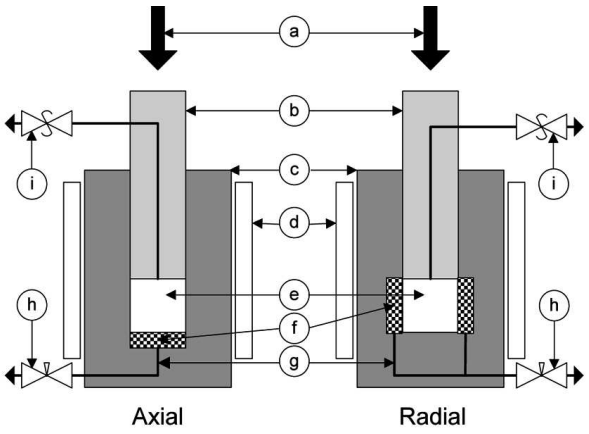

FIGURE 2.13: Cellules d'analyse pour le procédé MTE à l'université de Monash, avec évacuation du filtrat axiale (à gauche) et radiale (à droite). (a) Direction de la force appliquée ; (b) Piston ; (c) Corps de la cellule ; (d) Résistance électrique de chauffage ; (e) Échantillon ; (f) Média filtrant ; (g) Évacuation du filtrat ; (h) Vanne de régulation de la contre-pression ; (i) Soupape de la sécurité. Clayton *et al.* (2006)

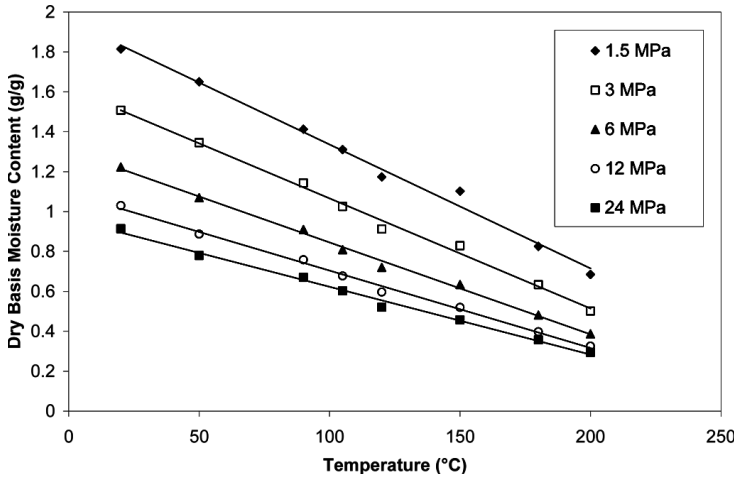

FIGURE 2.14: Teneur en eau finale de lignites de différentes provenances traitées par déshydratation mécanique assistée thermiquementen fonction de la pression et de la température opératoire. Clayton *et al.* (2006)

l'équipe allemande (cf. figure 2.14), la diminution de teneur en eau observée à pression constante correspondant à une augmentation de la siccité de 23 points. Les expériences réalisées avec une évacuation radiale donnent des résultats équivalents à ceux obtenus dans la configuration standard en terme de siccité finale.

Une autre voie d'intensification de la déshydratation mécanique est de prolonger cette dernière par un apport de chaleur après la compression. Ainsi, Peuker et Stahl (1999, 2001) proposent avec la filtration sous pression de vapeur un apport d'énergie thermique après une phase de filtration (cf. figure 2.15) qui se poursuit jusqu'au stade de séchage convectif du gâteau.

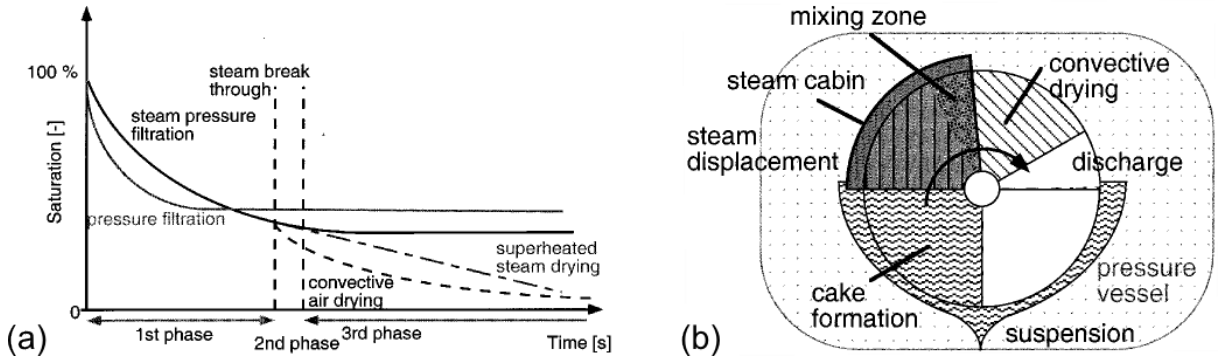

FIGURE 2.15: Filtration sous pression de vapeur. (a) : Saturation du gâteau au cours de la filtration sous pression de vapeur. (b) : Exemple d'installation sur un filtre à disque rotatif modifié. Peuker et Stahl (1999)

Cet apport est réalisé par l'injection de vapeur d'eau à une température supérieure à 140 °C au-dessus du gâteau de filtration. On observe dans un premier temps une déshydratation du gâteau alors que la phase liquide est poussée hors du filtre par la vapeur (phase 1 sur la figure 2.15).
Une fois que la vapeur a percolé au travers du gâteau (phase 2), elle est remplacée au-dessus du gâteau par de l'air chaud qui permet un séchage convectif, couplé au maintien sous contrainte du gâteau (phase 3).
Les expériences ont été effectuées à l'échelle laboratoire sur une cellule d'une section de 19,56 cm^2, dont le schéma est repris sur la figure 2.16. Sur des suspensions minérales, le procédé permet une baisse sensible de la teneur en eau finale du gâteau de filtration (cf. figure 2.17). Ainsi on passe d'une humidité de 16% sans utilisation de vapeur à une humidité de 10% avec de la vapeur d'eau sous un bar, soit une augmentation de la siccité de 84 % à 90 %.

Comme le montrent les valeurs des teneurs en eau finales l'apport d'énergie thermique ne constitue pas une intensification de la déshydratation mécanique à proprement parler, mais bien une intégration de procédé permettant de réaliser le séchage en suite

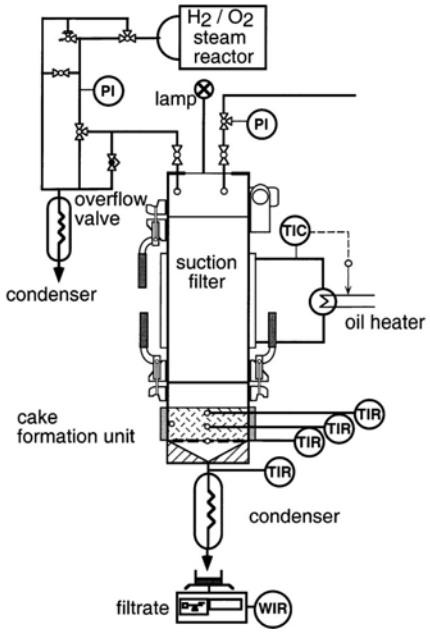

FIGURE 2.16: Cellule de filtration sous pression de vapeur. Peuker et Stahl (1999)

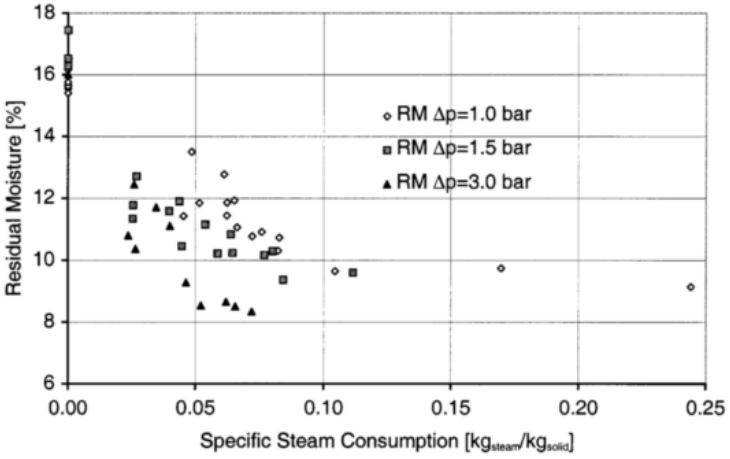

FIGURE 2.17: Teneur en eau finale en fonction de la quantité et de la pression de vapeur d'eau. Peuker et Stahl (1999)

directe de la déshydratation mécanique, en utilisant le même appareillage.

L'apport d'énergie thermique simultanément à la compression a été mis en oeuvre par Mahmood *et al.* (1998), pour le séchage de boues de papeterie. Les boues traitées, transportées par bandes filtrantes, sont comprimées brièvement entre deux rouleaux pendant une durée de quelques millisecondes. Dans ce cadre, l'intensification thermique

passe par la mise en température des rouleaux. Ceux-ci sont portés à 200 °C, l'imposition de la contrainte mécanique est alors simultanée à l'apport d'énergie thermique. Ce procédé permet un gain de 25 points de siccité, malgré la durée extrêmement courte du traitement thermique.

En utilisant une cellule de filtration-compression cylindrique modifiée pour mettre le piston en température, David (1999) confirme que les gains obtenus par l'intensification sont de l'ordre de 25 points de siccité finale sur des boues de papeterie, avec des températures inférieures à 150°C et des pressions appliquées inférieures à 3 MPa. De plus, l'accélération de la cinétique de déshydratation est nette avec l'augmentation de la température imposée.

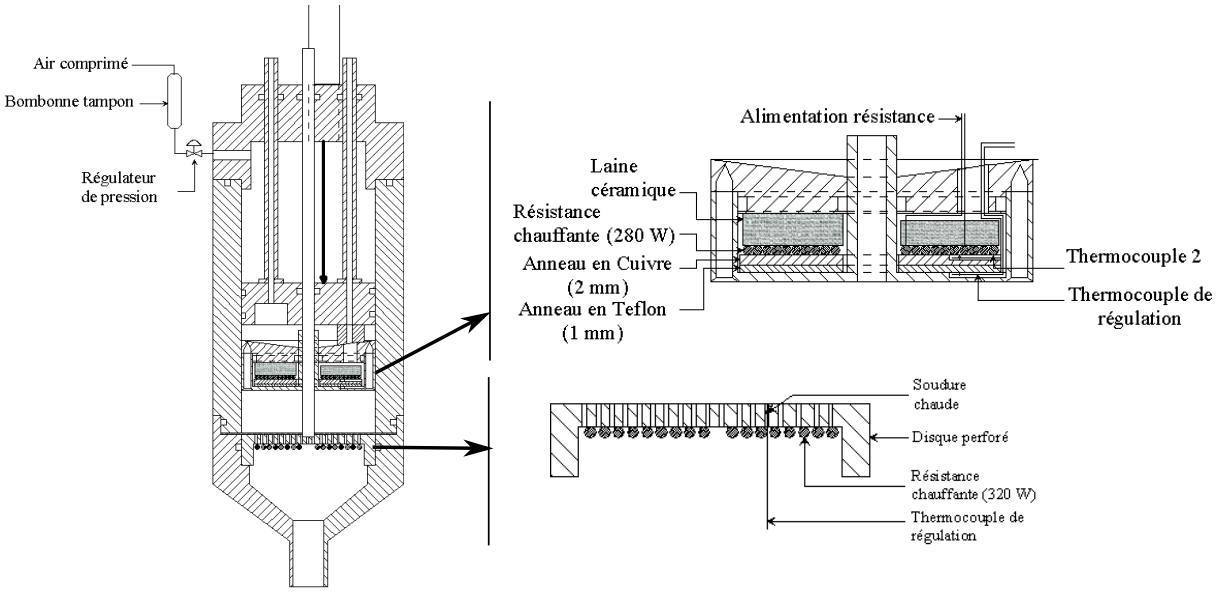

FIGURE 2.18: Cellule de filtration-compression utilisée par Couturier, avec le détail des dispositifs d'apport de l'énergie thermique. Couturier (2002)

Le même type d'installation est utilisé par Couturier (2002), avec la particularité de pouvoir chauffer le produit par l'intermédiaire d'un piston et/ou du média filtrant (cf. figure 2.18). Les résultats obtenus en apportant l'énergie thermique par le piston sont en accord avec la bibliographie, de plus, l'apport d'énergie thermique par le média filtrant permet des gains importants. Pour des températures inférieures à 200 °C et des pressions appliquées inférieures à 0,5 MPa, l'apport d'énergie thermique par le média filtrant permet l'ébullition d'une partie de l'eau contenue dans le gâteau de filtration au niveau du filtre. Cette ébullition va déstabiliser localement le gâteau formé. Le réar-

rangement des particules constituant le gâteau entraîne l'effondrement de celui-ci (cf. figure 2.19), ce qui permet un gain de 20 points de siccité sur la déshydratation d'une suspension de talc à 0,15 MPa.

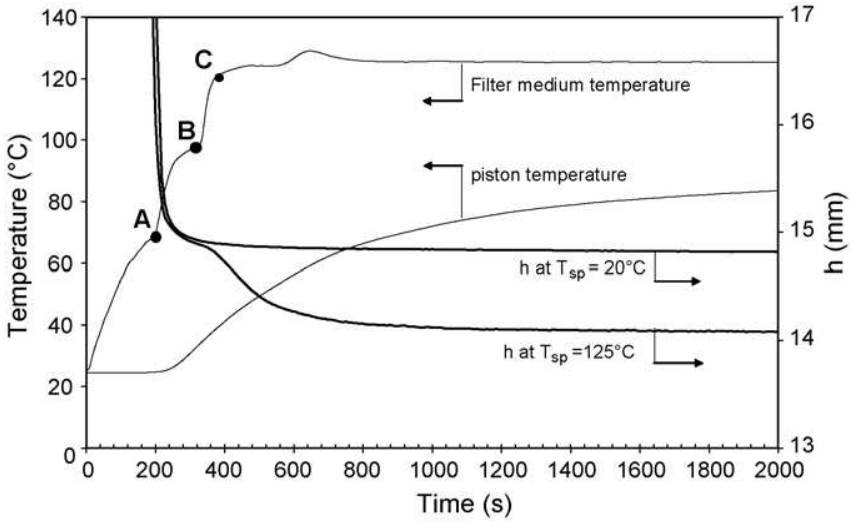

FIGURE 2.19: Épaisseur du gâteau et températures au cours de la déshydratation mécanique assistée thermiquement. h : épaisseur du gâteau ; T_{sp} : température de consigne. Couturier *et al.* (2007)

Enfin Mahmoud *et al.* (2008), en imposant des températures plus faibles lors de l'assistance thermique, montrent que même pour des températures inférieures à 100 °C l'apport d'énergie par le piston, pendant la compression à 1,65 MPa, permet d'augmenter la siccité finale de gâteaux de bentonite sodique de 30% à température ambiante à 81% à 90°C. Déshydratée dans les mêmes conditions, la siccité de la luzerne passe de 32,5% à 63,5% (Mahmoud *et al.*, 2009). De plus, l'analyse des paramètres opératoires entre 21 et 90°C et 0,3 et 3 MPa montre que la température est le seul paramètre ayant un effet significatif sur la siccité finale de l'échantillon (cf. figure 2.20).

2.3.2 Modifications des propriétés de la matrice avec la température

Bergins *et al.* (2007) ont montré par analyse porosimétrique que les conditions de fonctionnement du procédé MTE, notamment la gamme de pression utilisée détruit la structure poreuse des gâteaux de lignite. Cette destruction entraîne la diminution de l'espace disponible pour l'eau, le liquide étant contenu dans les pores de la structure

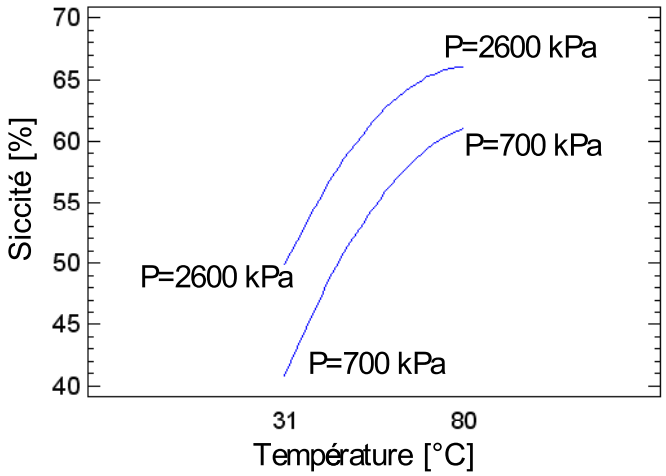

FIGURE 2.20: Effets calculés de la pression et de la température de consigne sur la siccité finale de luzerne. Mahmoud *et al.* (2009)

solide, et donc l'abaissement de la teneur en eau finale de l'échantillon. Or cette destruction est plus rapide et plus poussée quand la compression est couplée à un apport de température, comme montré sur la figure 2.21. Ce phénomène dépend cependant de la structure d'origine du produit, d'autres types de lignite présentant une diminution du volume total de la porosité dans les mêmes conditions.

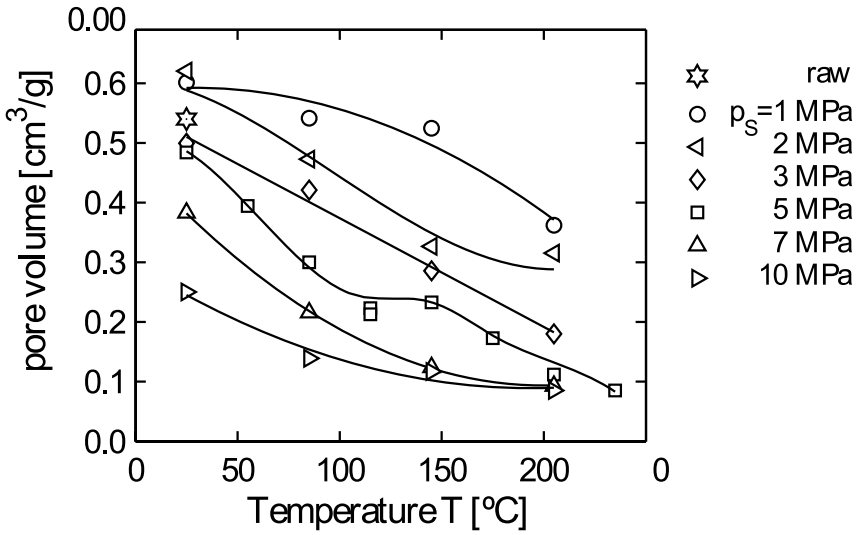

FIGURE 2.21: Porosité de lignite australienne traitée par le procédé MTE selon les conditions opératoires. Bergins *et al.* (2007)

Toujours sur la lignite, Wheeler *et al.* (2009) montrent que l'augmentation de la température permet non seulement un gain de compressibilité du milieu poreux, mais aussi une augmentation de sa perméabilité. Ainsi pour une porosité de 0,5 (soit un taux de vide de 1), la perméabilité varie d'un ordre de grandeur entre 20 et 150 °C (cf. figure 2.22).

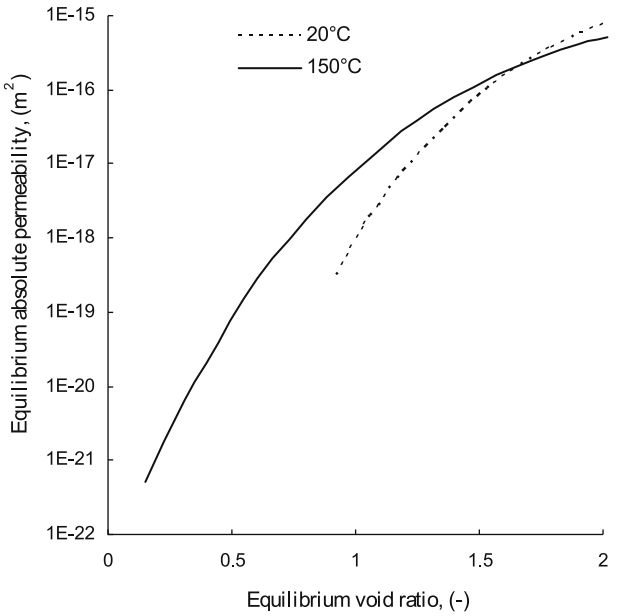

FIGURE 2.22: Variation de la perméabilité de la lignite en fonction du taux de vide. Wheeler *et al.* (2009)

Avec l'application couplée de pression et de température, Clayton *et al.* (2006) postulent que l'augmentation de la température permet de réduire les forces de liaison entre les particules solides d'origine biologique et l'eau qui y est liée. Cette dernière est trop fortement dépendante de la phase solide pour être déplacée par la simple application de pression. Avec l'augmentation de température, l'eau est rendue plus mobile et son extraction est facilitée.

2.4 Transfert de chaleur

Lors de la déshydratation mécanique assistée thermiquement, et parallèlement au calcul des flux de solide et de liquide, le problème de la détermination de la température du milieu se posera puisque la solidosité et la perméabilité de la matrice poreuse, deux

paramètres déterminant l'efficacité du procédé, varient avec la température.

L'étude des transferts de chaleurs est une problématique complexe que ce travail ne fera qu'aborder. Après une présentation de la formulation rigoureuse des transferts thermique, une série de simplification sera avancée. Enfin, les interactions entre les transferts de chaleurs et le comportement des deux phases en présence seront évoquées.

2.4.1 Généralités

Les transferts de chaleur dans un milieu poreux s'effectuent par conduction et convection. L'importance relative des deux modes de transfert de chaleur dépend des propriétés du milieu poreux (en particulier la porosité), des propriétés de ses constituants et de l'écoulement de la phase liquide. Ainsi, la chaleur sera transmise principalement par convection pendant la phase de filtration et au début de la phase de consolidation, car la phase liquide est alors déplacée par les gradients de pression. Cependant, une fois le gâteau partiellement consolidé, les mouvements des deux phases sont limités et la conduction devient le principal mécanisme de transfert de chaleur.

Dans le cas général, la phase solide et la phase liquide sont à une température différente. À l'échelle locale, et pour des vitesses d'écoulement faibles ($Re \ll 10$), l'équation de l'énergie de chacune des deux phases s'écrit, en supposant un transfert unidirectionnel :

$$\rho_i \, Cp_i \, \frac{\partial T_i}{\partial t} + \rho_i \, Cp_i \, \left\langle \vec{V}_i \right\rangle^i \nabla \cdot T_i = \nabla \cdot [\lambda_i \, \nabla T_i] + \mathbf{h}_{int} \, \mathcal{A} \, (T_i - T_j) \tag{2.37}$$

Avec $\mathbf{h}_{int}$ le coefficient de transfert thermique entre les deux phases, $\mathcal{A}$ l'aire de l'interface, Cp_i la capacité calorifique massique à pression constante de la phase i et λ_i sa conductivité thermique. Le dernier terme à droite rend compte des transferts de chaleur interfaciaux.

Il convient de noter que les conductivités thermiques utilisées dans cette équation ne sont pas les conductivités thermiques intrinsèques des constituants, mais des valeurs effectives qui tiennent compte de la microstructure. Cependant, celle-ci est très difficile à appréhender de manière réaliste dans les cas réels, en particulier si les constituants de la phase solide sont de forme irrégulière ou de taille variable. L'hétérogénéité de la structure des milieux réels entraîne de plus des difficultés d'estimation de l'aire de l'interface. Ceci rend les modèles à deux températures difficiles à mettre en oeuvre.

Pour cette raison, il est courant d'utiliser un modèle à une température en supposant localement l'égalité des températures des deux phases. Kaviany (1995) définit une série de conditions pour valider l'hypothèse d'un équilibre local des températures. Ainsi, le temps caractéristique de diffusion du système noté t_{diff} doit respecter les conditions :

$$\epsilon \, \rho_l \, Cp_l \, L^2 \left(\frac{1}{\lambda_s} + \frac{1}{\lambda_l} \right) \ll t_{diff} \tag{2.38}$$

$$\varphi \, \rho_s \, Cp_s \, L^2 \left(\frac{1}{\lambda_s} + \frac{1}{\lambda_l} \right) \ll t_{diff} \tag{2.39}$$

Où L est la dimension caractéristique du volume de contrôle, λ_s et λ_l les conductivités thermiques intrinsèques de la phase solide et liquide. Ces conditions remplies, le modèle à une température permet de simplifier le système représenté par l'équation 2.37 en posant l'équation globale 2.40 en unidimensionnel.

$$\frac{\partial}{\partial x} \left[\lambda_{eq} \frac{\partial T}{\partial x} \right] = (\rho \, Cp)_{eq} \frac{\partial T}{\partial t} + (\rho_l \, Cp_l \, V_l) \frac{\partial T}{\partial x} \tag{2.40}$$

Avec $(\rho \, Cp)_{eq}$ la capacité thermique équivalente du milieu, définie comme la moyenne algébrique de la capacité thermique des deux phases, pondérée par leurs parts volumiques :

$$(\rho \, Cp)_{eq} = \epsilon \, \rho_l \, Cp_l + \varphi \rho_s \, Cp_s \tag{2.41}$$

Il existe différents modèles pour calculer la conductivité thermique équivalente, selon l'arrangement des particules dans le milieu. Parmi les équations classiques, on peut citer l'arrangement en parallèle, où la conductivité équivalente est calculée par :

$$\lambda_{eq} = \epsilon \lambda_f + \varphi \lambda_s \tag{2.42}$$

et l'arrangement en série :

$$\lambda_{eq} = \frac{1}{\epsilon / \lambda_f + \varphi / \lambda_s} \tag{2.43}$$

On peut aussi utiliser une moyenne géométrique des conductivités des phases en présence, pondérée par la part du volume qu'elles occupent selon :

$$\lambda_{eq} = \lambda_f^{\epsilon} \, \lambda_s^{\varphi} \tag{2.44}$$

La détermination d'une conductivité thermique équivalente est un problème qui reste encore largement ouvert, un grand nombre de relations pouvant être posées selon les propriétés du milieu et des phases le composant.

2.4.2 Couplages avec les transferts de masses

La prise en compte des effets de l'écoulement du liquide ainsi que la déformation du milieu poreux est réalisée par l'intermédiaire du terme convectif de l'équation de l'énergie. De même, les coefficients thermiques équivalents sont fonction de la solidosité, qui varie avec la déformation du milieu poreux.

L'inclusion des effets de l'assistance thermique sur le procédé peut être réalisée par le biais des variations de la perméabilité et des propriétés physiques de la phase solide avec la température. De plus, les effets de la température sur les propriétés thermo-physique des deux phases doivent aussi être pris en compte. En particulier, les variations des propriétés thermo-physiques de l'eau sont données en annexe page III.

Sous l'effet de l'augmentation de la température, la masse volumique de l'eau diminue. Piégé dans une matrice poreuse dont la dilatation thermique est différente, le liquide interstitiel voit sa pression augmenter. Si la perméabilité du milieu est faible, l'écoulement de l'eau interstitielle est limité et l'augmentation de la pression n'est pas entièrement dissipée par l'écoulement, ce qui entraîne une contrainte supplémentaire sur la phase liquide. La contrainte appliquée sur la phase solide est alors diminuée d'autant.

Ces contraintes thermiques ont initialement été étudiées en sismologie (Sibson, 1973; Lachenbruch, 1980), l'élévation de température pendant un séisme créant une augmentation locale de la température qui peut entraîner une modification importante des forces de friction autour de la zone de fracture. De plus les contraintes supplémentaires causées par l'eau interstitielle sous pression peuvent causer une fracturation du milieu. Pour cette raison, ce phénomène est inclus, à divers degrés, dans les formulations utilisées en mécanique thermo-hydraulique dont Chijimatsu *et al.* (2005) donnent un panorama général dans le cadre du stockage de déchets radioactifs.

Pour étudier les contraintes s'appliquant sur du ciment soumis à de brusques augmentations de température, Ghabezloo *et al.* (2009) suposent que la déformation de la phase liquide et comme fonction de la pression isostatique et de la température. Sur un volume de contrôle $\mathcal{V}$, on peut poser :

$$-\frac{\mathrm{d}\,\mathcal{V}_l}{\mathcal{V}_l} = \frac{\mathrm{d}\,P_l}{K_l} - \alpha_l\,\mathrm{d}\,T \tag{2.45}$$

Où K_l est la compressibilité isotherme de l'eau et α_l son coefficient de dilatation thermique. Même si le milieu poreux étudié est très différent de ceux rencontrés dans les

procédés de déshydratation mécanique, cette formulation permet de relier le gradient de pression liquide dans un milieu poreux avec le gradient de température.

2.5 Problématiques mises en évidence

L'état de l'art réalisé permet de mettre en évidence un certain nombre de problématiques relatives à l'opération de déshydratation mécanique telle qu'étudiée dans le présent document.

Ainsi, l'étape initiale de filtration, au cours de laquelle le gâteau est formé, est généralement étudiée en posant des hypothèses fortes. Plus particulièrement, le transfert de force entre la phase liquide et la matrice solide, qui décrit les forces de trainée subies par le liquide en mouvement dues aux particules solides nécessite un approfondissement. Ce transfert de force, qui détermine la perte de charge subit par le fluide, d'une part, et le champ de contrainte de compression s'appliquant sur la phase solide, d'autre part, peut être posé de différentes manières selon les propriétés du milieu poreux. Cet état de fait est particulièrement gênant dans la mesure où la solidosité (ou teneur volumique en solide) des gâteaux est définie comme une fonction de la pression solide, par l'intermédiaire d'une relation empirique ou d'une loi de comportement rhéologique.
La définition du champ de contrainte par une loi de transfert de force avec la phase liquide va donc influencer la composition et la croissance du milieu poreux.

De manière à obtenir des informations sur la formulation à utiliser, la cellule d'analyse disponible au laboratoire a été modifiée de manière à permettre la mesure de la pression de la phase liquide au cours de l'opération. Il sera alors possible d'évaluer l'importance des transferts de forces entre les deux phases.

Pendant l'opération de déshydratation mécanique, la dynamique de l'opération est déterminée par la solidosité et la perméabilité du milieu. Leurs variations au cours de la formation et de la compression du gâteau déterminent pour une large part la plus ou moins grande facilité de traitement des produits. La perméabilité du milieu, qui décrit l'écoulement du liquide dans un milieu poreux donné, est liée à la pression solide, soit directement par une loi empirique, soit par l'intermédiaire de la solidosité du milieu. Ainsi, de nombreuses relations ont été proposées afin de rendre compte des évolutions de ce paramètre.

Afin de dégager les processus physiques mis en jeu lors de l'opération, il convient de pouvoir déterminer ces paramètres de manière précise. Pour cette raison, une cellule de compression-perméabilité a été construite. Cet outil relativement classique pour ce type d'étude nous permettra de mesurer la valeur de la perméabilité en fonction de la solidosité et de la pression solide. De même, la solidosité pourra être mesurée en fonction de la pression solide. De plus, l'état de l'art a mis en évidence d'importantes variations de la solidosité et la perméabilité avec la température selon les produits traités. Pour cette raison, l'installation construite permettra la réalisation de mesures en fonction de la température afin de caractériser les produits pour l'ensemble des conditions opératoires étudiées.

Enfin, l'influence de la température sur les propriétés du milieu rend nécessaire un calcul précis du profil de température dans le produit. La mesure des propriétés thermiques des matériaux, et en particulier des solides, devra donc être réalisée.

Chapitre 3

Détermination des propriétés des milieux poreux

Afin de mettre en évidence les processus physiques mis en jeu lors de la déshydratation mécanique assistée thermiquement, les propriétés du milieu doivent être connues de manière précise.

Comme l'a montré l'état de l'art précédent, la solidosité et la perméabilité du gâteau déterminent largement la dynamique de l'opération de déshydratation mécanique. De plus, la détermination de ces propriétés est généralement basée sur des relations empiriques dont les paramètres doivent être fixés expérimentalement.
Afin d'obtenir des informations sur le comportement des milieux poreux, une cellule de compression-perméabilité a été conçue et est présentée au paragraphe 3.3. Cet outil de caractérisation permet de mesurer la perméabilité des milieux poreux pour différentes valeurs de solidosité, de manière à disposer de relations liants les deux paramètres (cf. 3.4).

De plus, ce dispositif permet de recueillir des informations sur le comportement mécanique des produits testés. La rhéologie des milieux poreux peut être estimée en fonction de la contrainte appliquée sur la matrice solide. Les valeurs de la déformation des gâteaux, pour les états stables et en dynamique, sont présentées au paragraphe 3.5 et un modèle de comportement est proposé.

Les études précédentes sur l'influence de l'intensification thermique de la déshydratation mécanique ont montré que la température du milieu poreux peut causer, selon

les produits considérés, des modifications de la solidosité ainsi que de la perméabilité des gâteaux. Pour cette raison, la cellule de compression-perméabilité a été conçue pour fonctionner à des températures comprises entre 20 à 80 °C. Grâce à cet outil, les évolutions de la perméabilité et de la rhéologie des milieux poreux avec la température, si elles existent, peuvent être mises en évidence et intégrées dans les relations liant les paramètres du gâteau entre eux et avec la contrainte de compression s'appliquant sur la matrice solide.

Dans la mesure où les variations des propriétés des milieux poreux avec la température sont sensibles, la détermination de la réponse du milieu poreux passe par la connaissance du champ de température. De manière à quantifier de manière réaliste les transferts de chaleur dans les milieux poreux, les propriétés thermo-physiques de la phase solide et de la phase liquide ont été déterminées. Les résultat sont présentés dans le paragraphe suivant.

3.1 Caractérisation des poudres anhydres

Dans le cadre de ce travail, l'application de la déshydratation mécanique assistée thermiquementa été restreinte à des suspensions saturées. Dans une étude antérieure, Mahmoud *et al.* (2008) ont montré qu'un apport d'énergie thermique modéré n'avait que peu d'influence sur les cinétiques de déshydratation de suspensions de talc et de cellulose micro-cristalline (abrégé en cellulose dans la suite pour alléger le discours). Néanmoins, les gâteaux formés par ces produits ont un comportement relativement simple du point de vue mécanique. Cette même étude montre que la cinétique de déshydratation des suspensions de bentonite est sensible à l'apport de chaleur, mais ce produit forme une suspension colloïdale dont le comportement rhéologique est complexe. De plus, la granulométrie du solide rend les expérimentations délicates. Il a donc été choisi de travailler avec des suspensions de talc et de cellulose uniquement. Quelques expérimentations ont cependant été réalisées sur des suspensions de bentonite.

Le talc, minéral composé de silicate de magnésium doublement hydrolysé, est un produit communément utilisé comme produit modèle lors de l'étude de la filtration. Dérivée de la cellulose, la cellulose micro-cristalline est une cellulose purifiée et partiellement polymérisée qui se présente sous la forme d'une poudre blanche, insoluble dans l'eau, avec des capacités d'absorption de l'eau élevées.

3.1.1 Caractérisation des propriétés physiques des solides

L'étude de la déshydratation mécanique passe par la détermination de la solidosité, définie comme le rapport du volume de solide sur le volume total. Ceux-ci étant difficiles à mesurer, la masse volumique vraie des produits a été caractérisée afin de transposer facilement les mesures de masse en solidosité. Les masses volumiques ont été déterminées par analyse au pycnomètre à hélium Accupyc 1330. Une masse connue de solide à analyser est déposée dans une enceinte de volume connue, où l'on réalise un vide poussé. De l'hélium est ensuite injecté dans l'enceinte. Ce gaz a la particularité d'être inerte, ce qui évite d'éventuelles interactions avec l'échantillon. Du fait de sa faible dimension atomique, l'hélium s'infiltre dans les plus petits pores qui avoisinent l'Angström. Une fois introduit dans ce volume, le gaz est dirigé via l'ouverture de deux électrovannes vers une chambre d'expansion, dont le volume est également connu. Par différence, on peut alors connaître le volume qu'occupe réellement l'échantillon tout en tenant compte de sa géométrie et de ses pores. Il suffit ensuite de mesurer précisément la masse de l'échantillon. En divisant la masse par le volume de l'échantillon, on obtient la masse volumique. La machine réalise plusieurs cycles de mesure automatiquement. Le résultat est généralement considéré comme fiable lorsque dix valeurs successives assez proches (écart inférieur à 1 $kg.m^{-3}$) ont été obtenues. On obtient alors une valeur de la masse volumique à 1 $kg.m^{-3}$ près.

D'autre part, les propriétés d'écoulement dans les milieux poreux sont souvent basées sur les valeurs de surface spécifique et de taille de particules. Ces valeurs permettent en effet de décrire la phase solide dans le milieu poreux. La mesure de taille de particule a été effectuée au granulomètre Mastersizer 2000 par voie sèche. Un échantillon de produit est fluidisé dans un gaz sec et amené, dans un tube transparent entre une source de laser et un analyseur composé d'une série de photodiodes. Le faisceau laser est plus ou moins diffracté par les particules en fonction de leurs tailles. La distribution de la lumière diffractée peut être reliée à la distribution de la taille des particules. Le d_{50} a été utilisé pour caractériser la taille des particules.

Les surfaces spécifiques ont été mesurées par un analyseur de surface spécifique Micromeritics Gemini à 20°C. La mesure est basée sur l'adsorption d'un gaz à la surface des particules dans des conditions contrôlées. Une quantité connue de produit à analyser est déposée dans une enceinte de volume connue où l'on fait le vide. On injecte une quantité connue d'hélium dans des conditions contrôlées. La mesure de la pression relative du gaz permet de déterminer l'isotherme d'adsorption. À l'aide de cette dernière, il est

possible, selon la théorie BET, de déterminer la quantité de gaz adsorbé à la surface de l'échantillon. Connaissant les propriétés du gaz dans les conditions de l'expérience, on peut en déduire la surface totale de l'échantillon et donc la surface spécifique du produit.

Les valeurs obtenues sont reportées dans le tableau 3.1. Les valeurs ont été mesurées à température ambiante et ont ensuite été considérées comme constante avec la température.

TABLE 3.1: Propriétés des solides

Solide	Talc	Cellulose
Masse volumique ($kg.m^{-3}$)	2797	1546
Surface spécifique ($m^2.kg^{-1}$)	3208	5510
d_{50} (10^{-6} m)	11	17

3.1.2 Caractérisation des propriétés thermiques des solides

Les valeurs de conductivité thermique des solides ont été mesurées suivant la méthode du "hot disk" entre 25 et 80°C. Le solide est introduit dans un cylindre isolant qui peut être placé en étuve. À l'aide d'un thermocouple, on mesure l'élévation de la température sur une face du cylindre après l'application d'un flux de chaleur connu sur l'autre face du produit. Connaissant les dimensions du milieu, on peut déterminer la valeur de la conductivité thermique apparente. Les valeurs obtenues sont reportées dans le tableau 3.2. Les variations de la conductivité thermique sur la gamme de température considérée étant faibles, la valeur de la conductivité thermique de la phase solide sera considérée comme constante et égale à la valeur moyenne.

TABLE 3.2: Conductivités thermiques des solides en fonction de la température

Température (°C)	Conductivité $W.m^{-1}.K^{-1}$	
	Talc	Cellulose
22	0.158	0.095
50	0.159	0.103
80	0.162	0.099
Valeurs moyennes	0.160	0.099

La capacité calorifique massique a été mesurée à l'aide d'un calorimètre SETARAM C80 II. Cet appareil est composé de deux thermopiles, montées en opposition, qui en-

tourent une cellule de mesure, dans laquelle est placé l'échantillon à étudier, et une cellule de référence pouvant contenir un produit de référence. L'ensemble est inséré dans un bloc calorimétrique, régulé en température. Le signal enregistré est directement proportionnel à la chaleur échangée entre l'échantillon et le bloc calorimétrique. La constante de proportionnalité est déterminée lors d'un étalonnage préalable. L'analyse différentielle permet d'éliminer tous les phénomènes thermiques parasites qui ne sont pas liés au phénomène à étudier et ainsi d'obtenir une sensibilité très élevée.

Pour le talc, la capacité calorifique massique est constante sur la plage de température considérée et aut $Cp_{talc} = 727$ J.kg^{-1}.K^{-1}. En revanche, la valeur obtenues pour la cellulose évolue avec la température sur la gamme de température utilisée selon la loi :

$$Cp_{cellulose} = 3,4944\ T + 918,37$$

Où la température est exprimée en degrés Celsius et C_p en J.kg^{-1}.K^{-1} selon :

3.2 Protocole de mise en suspensions

Les poudres anhydres sont mises en suspension dans de l'eau osmosée à température ambiante. L'eau osmosée a une teneur en sel de 0,3 mole par litre de NaCl, soit une salinité de 17,6 grammes par litre. Le salage de l'eau vise à rester cohérent avec de précédentes études au cours desquelles un dispositif de tomographie électrique a été mis en place. Ce dispositif permettra, dans le futur, de mesurer la distribution de la solidosité dans le gâteau. Il nécessite une phase liquide conductrice, d'où la concentration en sel.

Cependant, le sel modifie les propriétés thermo-physiques de la phase liquide. Les variations de la viscosité, du coefficient de dilatation thermique et de la conductivité thermique avec la salinité entre 0 et 40 degrés Celsius sont négligeables selon Copin-Montégut (1996). Ce résultat sera extrapolé à la plage de température qui nous intéresse (de 20 à 80°C).
Les variations de la masse volumique avec la salinité sont de l'ordre de 1% pour la salinité considérée. Afin de quantifier la variation de masse volumique causée par l'augmentation de la salinité, notée S et exprimée en gramme par litre, Millero et Poisson

(1981) proposent la corrélation suivante :

$$\rho_{l(S)} - \rho_{l(S=0)} = A \cdot S + B \cdot S^{3/2} + C \cdot S^2 \tag{3.1}$$

$$\text{Avec :} \quad A = 8,24493.10^{-1} - 4,0899.10^{-3}\,T + 7,6438.10^{-5}\,T^2 - 8,2467.10^{-7}\,T^3 + 5,3875.10^{-9}\,T^4 \tag{3.2}$$

$$B = -5,72466.10^{-3} + 1,0227.10^{-4}\,T - 1,6546.10^{-6}\,T^2 \tag{3.3}$$

$$C = 4,8314.10^{-4} \tag{3.4}$$

Avec T en dégrés celsius. Cette corrélation à été proposée pour une température entre 0 et 40°C. Avec la salinité fixée à 17,6 grammes par litre, l'augmentation moyenne de la masse volumique entre 20 et 40°C donnée par la orrélation précédente est de 13,083 kg.m^{-3}, soit un écart moyen de 1,3% avec la masse volumique de l'eau pure. Sur la même plage de température, la variation de la masse volumique due à la température seule est de 6 kg.m^{-3} tandis que la variation de $\rho_{l(S)} - \rho_{l(S=0)}$ sur la même plage est de 0,4 kg.m^{-3}. On peut donc négliger la variation de $\rho_{l(S)} - \rho_{l(S=0)}$, et considérer que la variation de masse volumique introduite par la salinité est constante entre 20 et 80°C et égale à 13,083kg.m^{-3}.

La solidosité initiale des suspensions a été fixée à approximativement 0,17 pour le talc et 0,14 pour la cellulose. Ces valeurs ont été fixées afin que l'épaisseur des gâteaux finaux soit la plus importante possible.

Dans le cas de la cellulose, l'eau est mélangée à basse vitesse et le produit solide est versé en pluie fine sur l'eau. On procède lentement pour laisser le produit se mettre en suspension sans former de "grumeau" qui introduirait de l'air dans la suspension.
Pour la préparation des suspensions de talc, l'eau est ajoutée petit à petit à la poudre, en agitant manuellement afin d'humidifier la poudre. Une fois toute l'eau versée, on agite lentement la suspension afin d'homogénéiser le mélange.

Dans les deux cas, la suspension est laissée au repos, de manière à ce que l'air éventuellement introduit s'échappe. La suspension est ré-homogénéisée juste avant le début de l'expérience. La cellule peut alors être remplie. La quantité de suspension résiduelle est alors pesée avant et après séchage de manière à déterminer sa teneur en eau. Connaissant la quantité de produits préparés, on dispose ainsi de la quantité précise de produits introduits dans la cellule. Avec la précision des balances utilisées, la teneur en eau initiale est connue à plus ou moins 1 gramme d'eau par kg de matière sèche

3.3 Cellule de compression perméabilité

La perméabilité est habituellement mesurée à l'aide d'une cellule de compression-perméabilité. Le principe de la mesure a été présenté au paragraphe 2.1.2 du chapitre 2. Comme l'ont montré Clayton *et al.* (2006), cette propriété du milieu poreux dépend pour certains matériaux de la température. Compte tenu des conditions opératoires du procédé de déshydratation mécanique assistée thermiquement, une cellule de compression-perméabilité assistée thermiquement a dû être conçue. La description de cet équipement et la caractérisation de son fonctionnement sont présentées ici.

3.3.1 Principe de fonctionnement

Afin de déterminer les valeurs de la perméabilité des milieux, Ruth (1946) a proposé l'utilisation d'une cellule de compression-perméabilité (cf. figure 3.1). L'outil développé est constitué d'une chemise cylindrique délimitée dans sa partie inférieure par un filtre. La paroi supérieure est elle aussi munie d'un filtre, fixé à un piston creux mis en mouvement par une servopresse (Promess Montage und Prüfsystem Gmbh, Berlin).

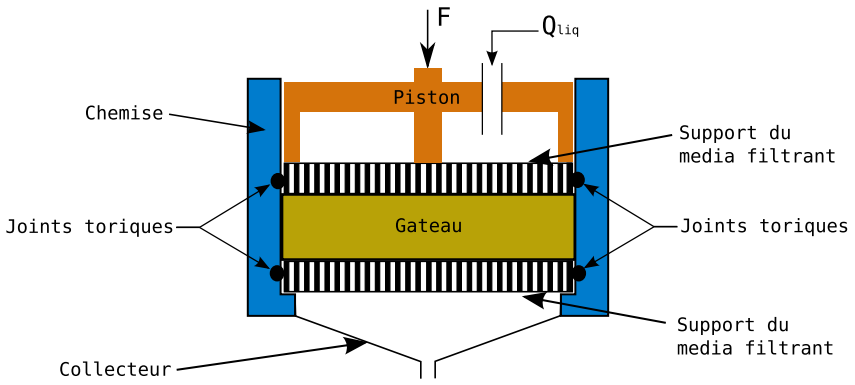

FIGURE 3.1: Schéma de principe d'une cellule compression-perméabilité

L'intérêt du montage réside dans le piston creux muni d'un filtre qui permet l'application d'une contrainte sur le milieu poreux tout en autorisant le passage simultané d'un fluide au travers du gâteau. Ainsi, un circuit hydraulique est accolé à la cellule de manière à mettre le circuit sous pression et en température. La relation entre la chute de pression et le débit de liquide permet de remonter à la valeur de la perméabilité grâce à la loi de Darcy.

3.3.2 Installation expérimentale

La norme AFNOR T97-001 précise, entre autres, les dimensions de la cellule. Le rapport entre l'épaisseur et le diamètre des gâteaux produits est ainsi présenté comme critique pour l'homogénéité des gâteaux, et donc pour la justesse des données extraites des expériences. En effet, dans des conditions défavorables, les frottements du piston sur la paroi, et surtout ceux du gâteau sur la paroi de la cellule entraînent des biais de mesure.
Il faut remarquer que les rapports d'aspect donnés dans la norme pour les expériences de filtration et celles de compression sont incompatibles. En effet, l'épaisseur doit être supérieure au diamètre pour la filtration et inférieure à 20 % du diamètre pour la compression. Les valeurs de rapport d'aspect données dans la bibliographie (La Heij, 1994; Wu *et al.*, 2000) donnent les valeurs de 0,15 et 0,2 pour le ratio épaisseur/diamètre en compression. Enfin, les travaux de Wu *et al.* (2000) ont montré que les rapports d'aspect, s'ils ont une importance certaine, sont cependant moins influents que l'état de surface de la paroi verticale de la cellule.

Nous avons ainsi choisi d'utiliser une chemise en Téflon®, d'un diamètre intérieur de 145 mm et d'une hauteur de 60 mm. Pour un gâteau d'une épaisseur inférieure à 30 mm, le rapport d'aspect en compression est de 0,2 et conforme aux valeurs recommandées dans la norme et dans la bibliographie. De plus, avec un très faible coefficient de frottement, la paroi en Téflon® permet de limiter les biais de mesure dus aux frottements du gâteau sur la paroi verticale en filtration. Les effets de bord sur le gâteau sont donc limités. Pour assurer une bonne tenue mécanique à l'ensemble, la chemise en Téflon® est doublée d'une ceinture en acier. Enfin, la chemise en Téflon® est percée de trous, disposés en hélice autour de la paroi verticale de la cellule, à des distances de 5, 10, 15 et 20 mm du média filtrant (cf. figure 3.2).

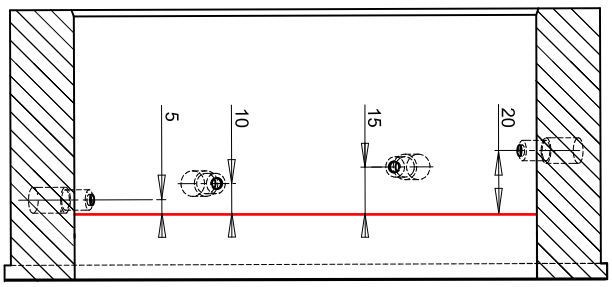

FIGURE 3.2: Installation générale, la ligne rouge représente le niveau du filtre

L'échantillon est placé entre deux médias filtrants d'une surface de 0,0165 m^2. Le média supérieur est composé, de l'intérieur de la cellule vers l'extérieur :

- De deux filtres Whatman en micro fibre de verre superposés (Whatman GF/A Cat. No. 1820 150) ;
- D'un grillage métallique fin ;
- D'une plaque en acier percée de trous, de 3 mm de diamètre séparés de 1 mm (cf. figure 3.3).

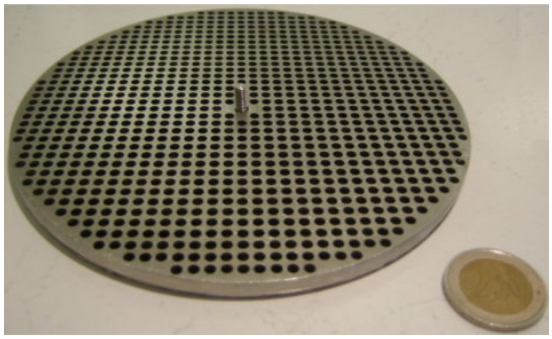

FIGURE 3.3: Plaque métallique percée servant de support au média filtrant supérieur. La vis centrale permet la fixation sur le piston.

Le média inférieur est constitué, toujours de l'intérieur vers l'extérieur :

- De deux filtres de micro fibre de verre (Whatman GF/A Cat. No. 1820 150) ;
- d'un support en Téflon® comportant des orifices de 1 mm de diamètre séparés de 1 mm (cf. figure 3.4) ;
- D'une plaque en acier percé, identique à la précédente.

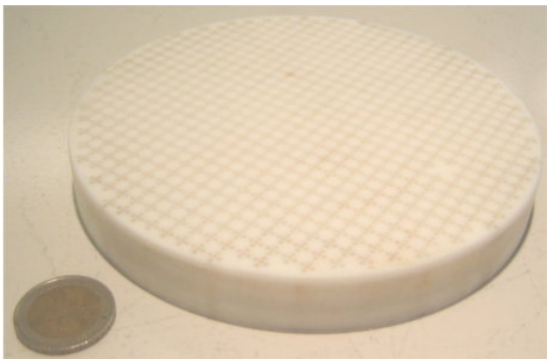

FIGURE 3.4: Photo du support de filtration en Téflon®

Les médias filtrants ainsi composés permettent, d'une part, d'appliquer une contrainte fixée sur la phase solide, et d'autre part, de faire laisser passer le liquide. Un schéma

développé de la cellule est proposé sur la figure 3.5.

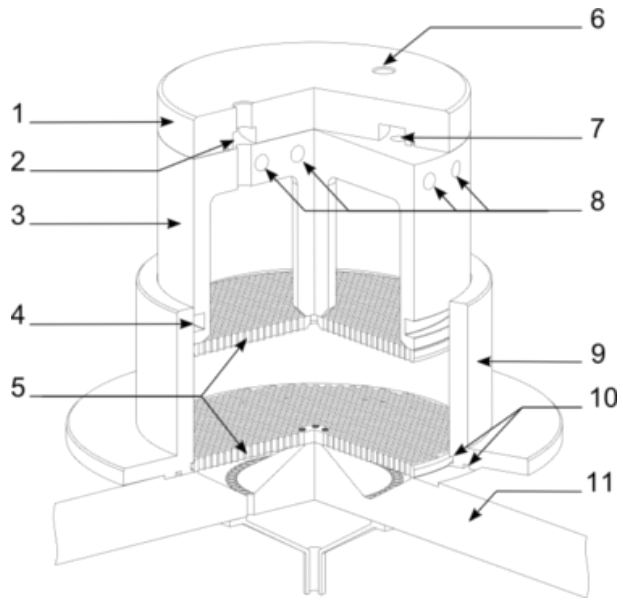

FIGURE 3.5: Détail de la cellule de filtration-compression, le tube de purge du piston n'est pas représenté. Par souci de clarté, la chemise représentée est simple et sans instrumentation. (1) Surpiston ; (2) Couronne de répartition ; (3) Piston creux ; (4) Gorge pour le joint carré ; (5) Grilles métalliques ; (6) Entrée liquide ; (7) Communication couronne-piston creux ; (8) Résistances électriques ; (9) Chemise ; (10) Gorges pour joints toriques ; (11) Support.

L'eau arrive du circuit hydraulique dans le surpiston (1) puis est distribuée sur la circonférence du piston par la couronne de répartition (2) qui fait le tour du surpiston. La partie supérieure du piston est percée de six trous (7) permettant le passage de l'eau de la couronne de répartition vers la chambre du piston creux (3), ce qui garantit une répartition homogène du fluide sur toute la section du piston.

Le liquide introduit dans le piston provient d'un bain thermostaté. La température de ce bain est régulée à partir d'une mesure de température du stock d'eau du bain. De manière à corriger les éventuelles pertes thermiques du fluide dans le circuit, le piston peut être chauffé à l'aide de 4 résistances électriques (8), d'une puissance de 400 W chacune. Une régulation en température, à partir d'une mesure de la température de paroi du piston, permet de contrôler le système de chauffe. L'étanchéité de la cellule est assurée par un joint à lobe installé dans une gorge creusée dans la paroi verticale du piston (4). Une photographie du piston est proposée sur la figure 3.6.

FIGURE 3.6: Photo du piston de la cellule de compression perméabilité. 1 : entrée de l'eau ; 2 : sortie de l'eau ; 3 : capteur de température ; 4 : alimentation des résistances électriques ; 5 : coulisseau de la servopresse ; 6 : surpiston ; 7 : piston ; 8 : joint carré

La cellule d'analyse est insérée dans une servopresse d'une puissance de 25 kN, ce qui compte tenu de la section de la cellule équivaut à une pression maximale de 1500 kPa. Cette installation permet de déplacer le piston à une vitesse maximum de 90 $mm.s^{-1}$. La régulation de la pression est effectuée via une jauge de contrainte installée sur le coulisseau de la servopresse. En plus de la régulation interne, la presse peut être commandée par l'intermédiaire d'un ordinateur. Les valeurs du déplacement et de la contrainte appliquée sont transmises à l'ordinateur pour enregistrement. Une vue de la cellule insérée dans la presse est présentée sur la figure 3.7. Le circuit hydraulique autour de la cellule d'analyse est détaillé sur la figure 3.8.

L'eau est initialement mise en température dans un bain thermostaté Thermostat HAAKE DC30 (Thermo Electron GmbH, GE). Puis elle est pompée par une pompe volumique Micropump 200sb (IDEX corporation, S^t Neots) d'un débit maximum de 0,350 litre par minute sous une pression maximum de 870 kPa. La pompe amène l'eau vers le piston creux. L'eau passe ensuite dans la cellule proprement dite où le milieu poreux est maintenu sous contrainte. Alors que la phase solide est maintenue immobile

FIGURE 3.7: Installation de la cellule de compression perméabilité

dans la cellule, le liquide est collecté en dessous de la cellule et la masse est pesée. Toute l'eau entrée dans le piston creux ne traverse pas le gâteau. Le reliquat retourne vers le bain thermostaté. Ce retour s'effectue en passant par un déverseur Tesco 44-2200 (Tesco Europe GmbH, Selmsdorf) qui sert à réguler le débit de liquide retournant vers le bain thermostaté. La pompe fournissant un débit contant, le contrôle du débit de retour permet de réguler la perte de charge totale de l'installation et donc la pression du liquide dans le piston. Enfin, le circuit hydraulique est relié à un circuit d'air comprimé permettant de le purger. Grâce à deux vannes électriques permettant d'isoler le piston du reste du circuit, l'air comprimé permet aussi la purge du piston et de la cellule.

Parallèlement aux mesures de la pression appliquée par la presse sur la phase solide et des valeurs du déplacement du piston, la masse de filtrat recueillie est relevée en continu, ainsi que la température du piston et celle du filtrat en sortie de la cellule.

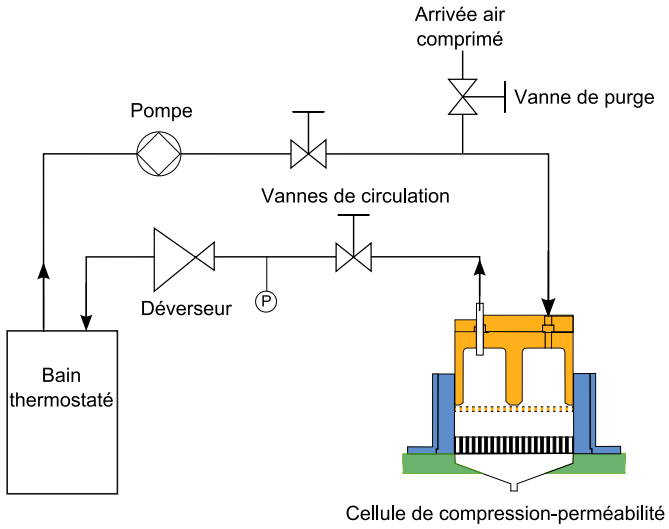

FIGURE 3.8: Schéma de l'installation globale

3.3.3 Caractérisation de l'installation

3.3.3.1 Régulation de la pression solide

La figure 3.9 présente un suivi de la pression appliquée pour une consigne de 300 kPa, sur un gâteau de cellulose. L'écart type de la pression appliquée est de 3,27 kPa. Comme on peut le voir sur la figure 3.10, il s'agit du palier où la pression est la moins stable. Le tableau 3.3 donne les valeurs de l'écart type pour différentes consignes de pression appliquée.

TABLE 3.3: Écarts types de la pression appliquée par la presse en fonction de la valeur de consigne

Pression de consigne [kPa]	60	90	120	300	700	1100
Écart type [kPa]	2,25	1,42	1,74	3,27	1,28	1,33

L'appareillage utilisé ici possède une bonne régulation interne, ce qui permet un contrôle satisfaisant des paramètres opératoires. De plus, l'écart type de la pression appliquée est du même ordre de grandeur sur l'ensemble de la plage de fonctionnement utilisée dans cette étude.

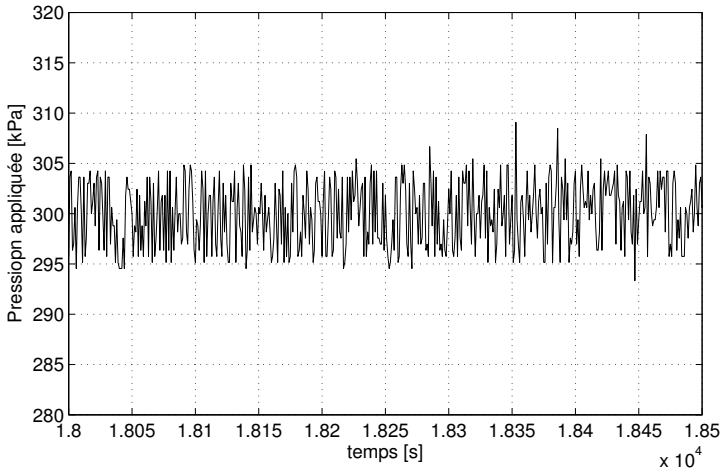

FIGURE 3.9: Pression appliquée par la servopresse sur un palier à 300 kPa

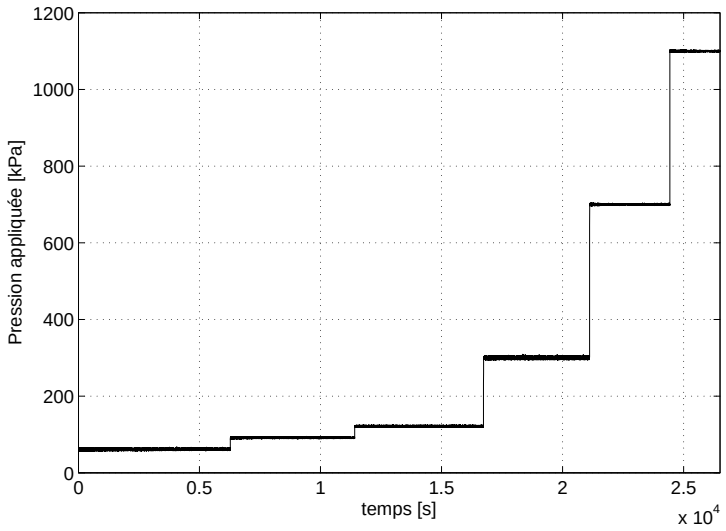

FIGURE 3.10: Pression appliquée par la servopresse. Paliers entre 50 kPa et 1100 kPa

3.3.3.2 Régulation de la pression liquide

Comme nous l'avons vu lors de la description de l'équipement, le réglage de la pression de la phase liquide se fait via le déverseur. En limitant le débit de retour au bain thermostaté pour un même régime de fonctionnement de la pompe, on peut contrôler la pression du liquide dans le piston. Celle-ci est mesurée et affichée par un capteur de pression situé entre le piston et le déverseur.

Une fois le piston en position, la pression lue sur le capteur de pression est réglée à

la valeur désirée. Compte tenu des caractéristiques de la pompe et des constituants du circuit hydraulique, la pression liquide est limitée à 650 kPa.

Comme le montre le schéma de l'installation hydraulique (figure 3.8 page 61), le circuit d'eau entre le piston et le bain thermostaté est relativement complexe. Se pose donc la question des pertes de charge et donc de la correspondance entre la pression liquide demandée au détendeur et la pression liquide effectivement appliquée au niveau du piston.

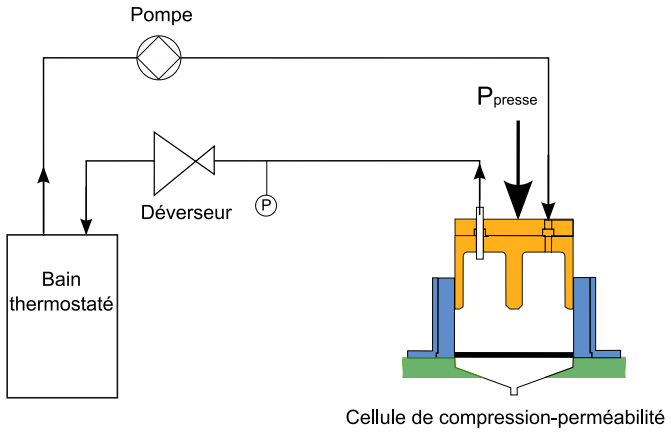

FIGURE 3.11: Schéma de l'installation pour la détermination de la perte de charge dans le circuit hydraulique

La figure 3.11 donne un schéma de principe de l'installation utilisée pour la caractérisation de la perte de charge entre le piston et le déverseur. En fermant la vanne de sortie du filtrat, l'eau ne peut quitter le piston que par le circuit hydraulique. En limitant le débit passant par le déverseur, la pression du fluide dans la cellule augmente, ce qui tend à faire remonter le piston. Pour le maintenir immobile, il faut appliquer une contre-pression au moyen de la servopresse. En équilibrant la contrainte imposée par la presse et celle induite par la pression du liquide, il est possible d'immobiliser le piston. Dans ces conditions, en négligeant les frottements du joint de caoutchouc sur la paroi en Téflon®, la contrainte appliquée par la servopresse divisée par la section de la cellule est égale à la pression du liquide dans le piston.

Les valeurs moyennes et les écarts types de la pression appliquée par la presse, pour maintenir le piston immobile, sont donnés sur la figure 3.12.

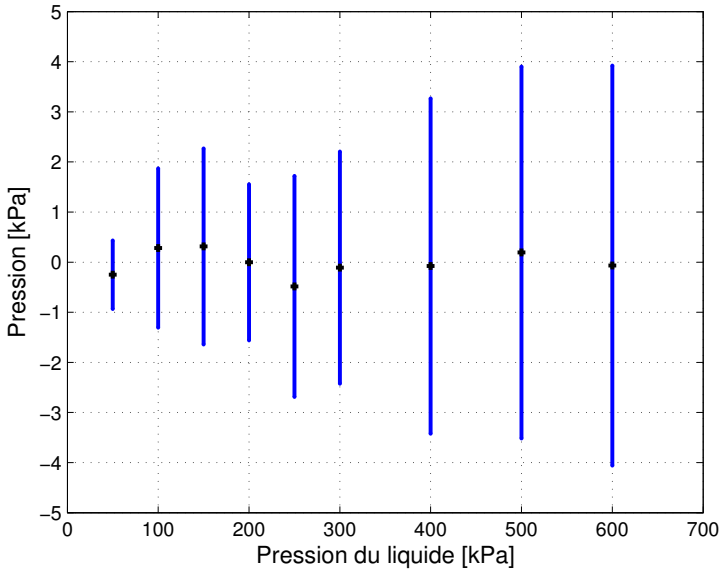

FIGURE 3.12: Écart entre la pression moyenne appliquée par la presse et la pression du liquide demandée. Les lignes verticales représentent les écarts types dus à la régulation de la presse.

Pour les pressions demandées, la pression mesurée et fixée au déverseur est équivalente à celle du liquide dans le piston. Les pertes de charge dans le circuit hydraulique entre le piston et le déverseur sont donc négligeables.

3.3.3.3 Résistance des médias filtrants

Lors des mesures de perméabilité, la perte de charge considérée correspond à la différence entre la pression du liquide dans le piston et la pression atmosphérique. Or la perte de charge est causée non seulement par le gâteau, mais aussi par les médias filtrants situés de part et d'autre de ce gâteau. Afin de caractériser la perméabilité d'un échantillon, il convient de déterminer la part de la perte de charge due à l'installation.

D'après la loi de Darcy, on peut poser au niveau du filtre l'équation 3.5, avec l_{inf}, l'épaisseur du filtre ; μ la viscosité du liquide et k_{inf} la perméabilité du filtre.

$$q_l = -\frac{k_{inf}}{\mu\, l_{inf}} \cdot \Delta P \tag{3.5}$$

Le média filtrant étant composé de deux filtres en fibre de verre superposés et posés sur un support engendrant lui aussi une résistance hydraulique, on introduit $R_{inf} = l_{inf}/k_{inf}$ la résistance du média filtrant et de la partie basse de la cellule.

La mesure de la résistance du média inférieur est réalisée en faisant passer de l'eau dans la cellule, en absence de milieu poreux et de média filtrant supérieur (cf. figure 3.13). Connaissant la pression relative régnant dans la cellule, il est possible de connaître la résistance du média filtrant via l'équation 3.6 en mesurant le débit de filtrat sortant.

$$R_{inf} = -\frac{P_l}{\mu\, q_l} \tag{3.6}$$

Les résultats de plusieurs répétitions sont reportés dans la table 3.4. La valeur moyenne sera utilisée dans le reste de l'étude.

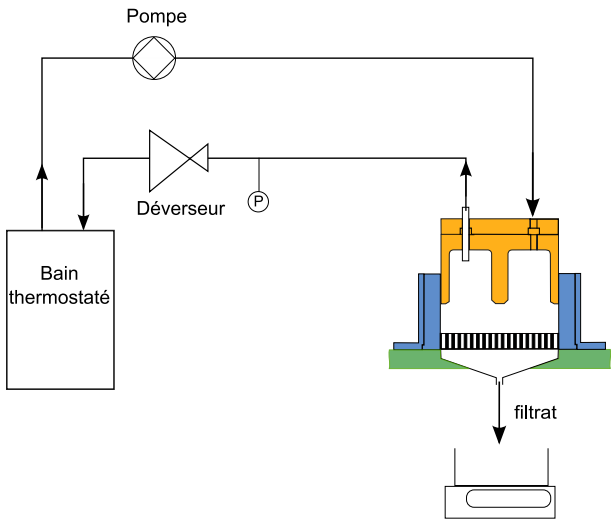

FIGURE 3.13: Schéma de l'installation pour la détermination de la résistance du média filtrant inférieur au passage du liquide

Il serait possible de mesurer la résistance du média supérieur de manière analogue en ôtant le média filtrant inférieur du dispositif. Cependant, la configuration du matériel rend cette expérience difficile. On effectue donc une mesure en superposant dans la cellule les médias filtrants inférieur et supérieur, la résistance du média filtrant supérieur étant déduite comme suit :

$$R_{sup} = -\frac{P_l}{\mu\, q_l} - R_{inf} \tag{3.7}$$

La table 3.5 présente le résultat du calcul pour trois répétitions ainsi que la valeur moyenne.

TABLE 3.4: Valeur expérimentale de la résistance du média filtrant inférieur. Chemise en Téflon®

expérience	$R_{inf}(m^{-1})$
1	$2{,}74.10^9$
2	$2{,}29.10^9$
3	$2{,}24.10^9$
4	$2{,}27.10^9$
5	$2{,}44.10^9$
moyenne	$2{,}4.10^9$

TABLE 3.5: Valeur expérimentale de la résistance du média filtrant supérieur. Chemise en Téflon®

expérience	$R_{sup}(m^{-1})$
1	$4{,}82.10^9$
2	$4{,}86.10^9$
3	$4{,}88.10^9$
moyenne	$4{,}85.10^9$

3.4 Mesure de la perméabilité des milieux poreux

Ce paragraphe décrit l'utilisation de la cellule de compression-perméabilité pour la mesure de la perméabilité de gâteaux de talc et de cellulose.

3.4.1 Protocole de mesure

Le schéma de l'installation pour la détermination de la perméabilité est présenté sur la figure 3.14. Dans le cas d'une expérience effectuée en température, le chauffage du bain thermostaté et du piston sont mis en route préalablement. Une quantité déterminée de talc (150 grammes) ou de cellulose (80 grammes) est mise en suspension. Environ 0,8 litre de la préparation sont versés dans la cellule. Puis le piston est lentement descendu et une pression très faible, de l'ordre de 30 kPa, est appliquée ce qui entraîne une très faible consolidation du gâteau.

Une fois la déformation terminée, l'eau est mise en circulation et une pression de l'ordre de 10 kPa est appliquée pour ne pas entraîner de déformation supplémentaire du milieu poreux.

Après cette préconsolidation, un palier de pression solide est imposé. Une fois l'équi-

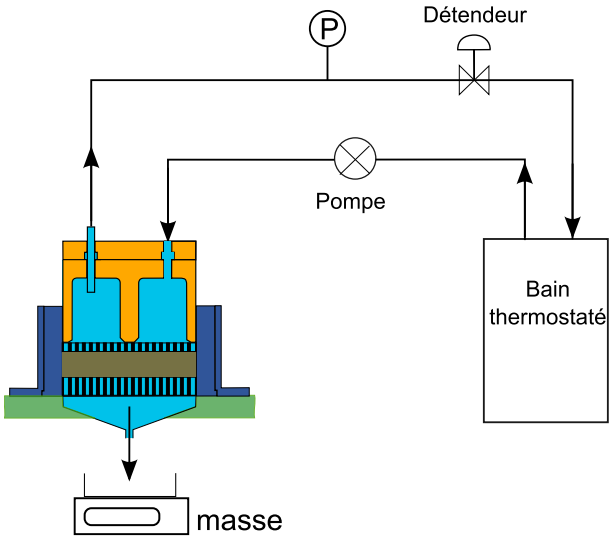

FIGURE 3.14: Schéma de la cellule de compression-perméabilité utilisée pour la détermination de la perméabilité

libre mécanique atteint, on procède à la modification de la pression du liquide dans le piston. Pour conserver une pression solide constante, la pression demandée à la servopresse est augmentée de la valeur de la contre-pression du liquide (cf. 3.3.3.2). On peut ainsi effectuer des mesures avec différentes pressions de liquide pour une même contrainte sur la phase solide.

Afin que le passage du fluide au travers du gâteau ne perturbe pas sa structure, les valeurs de pression liquide dans le piston sont réglées à des valeurs inférieures à la pression solide. En répétant l'opération sur différents paliers de contrainte solide, on peut déterminer la perméabilité du milieu pour la plage de fonctionnement retenue pour cette étude.

La contrainte appliquée par la presse, l'épaisseur du milieu ainsi que la masse de filtrat sont enregistrées en continu et permettent le calcul de la perméabilité du milieu en fonction de ses propriétés.

Comme prédit par la loi de Darcy, on observe bien une augmentation du débit de filtrat avec la consigne de pression liquide dans le piston. La figure 3.15 montre les valeurs observées au cours d'un essai pour une pression solide de 700 kPa. Ainsi, on passe d'un débit moyen de $9{,}8.10^{-8}$ $m^3.s^{-1}$ pour une pression liquide de 7 kPa à un débit moyen de $6{,}7.10^{-7}$ $m^3.s^{-1}$ pour une pression de 100 kPa. Néanmoins, si le débit

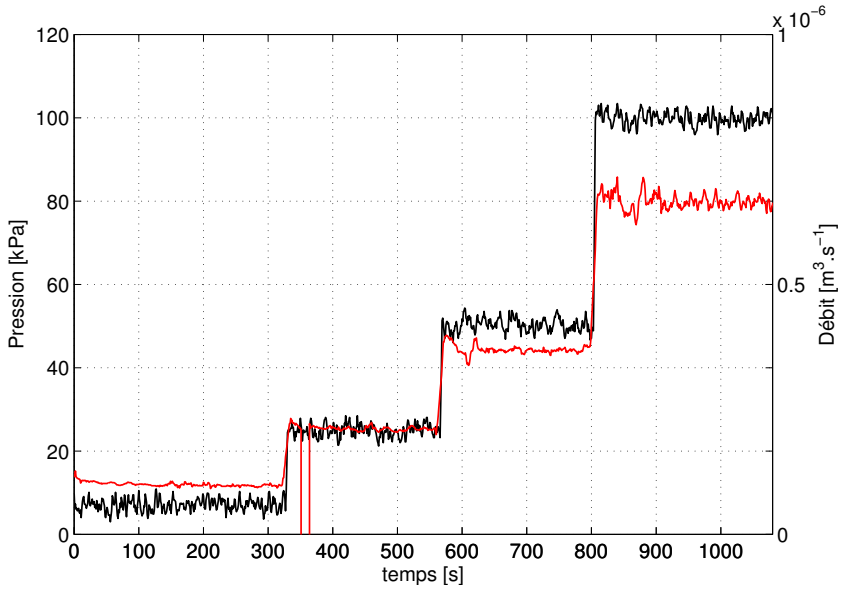

FIGURE 3.15: Pression du liquide dans le piston et débit instantané de filtrat au cours d'une mesure de la perméabilité d'un gâteau de talc consolidé à 700 kPa.— Débit de filtrat ; — Pression du liquide

instantané augmente, la dispersion du signal augmente avec la pression imposée sur la phase liquide. Ce phénomène semble dû à des problèmes d'irrégularité de l'écoulement dans le collecteur de la partie basse de la cellule. La perméabilité sera ainsi calculée à partir de la valeur moyenne du débit calculée sur la portion de chaque palier, où le gâteau a atteint l'équilibre mécanique.

3.4.2 Calcul de la perméabilité du milieu poreux

La détermination de la perméabilité du gâteau est réalisée à partir de la loi de Darcy. Posée aux bornes du gâteau, elle s'exprime selon l'équation 3.8.

$$Q = -\frac{k A}{\mu_l}\frac{\Delta P_l}{l} \tag{3.8}$$

Où ΔP_l est la perte de charge de l'eau entre les deux faces du gâteau. Or nous avons vu précédemment qu'en plus de la résistance du gâteau, le fluide subit celle des deux médias filtrants, de part et d'autre du milieu poreux.
La détermination de ΔP_l doit donc tenir compte de la perte de charge associée à R_{inf} et R_{sup} (cf. paragraphe 3.3.3.3 page 64).

Comme toutes les pressions sont relatives à la pression atmosphérique, la pression du liquide dans le circuit hydraulique, notée P_c est donnée par :

$$P_c = \Delta P_l|_{sup} + \Delta P_l|_{gat} + \Delta P_l|_{inf} \tag{3.9}$$

$$= \frac{Q\,\mu_l R_{sup}}{A} + \Delta P_l + \frac{Q\,\mu_l R_{inf}}{A} \tag{3.10}$$

La perte de charge du liquide dans le gâteau est donc égale à :

$$\Delta P_l = P_c - \frac{Q\,\mu_l}{A}\,(R_{sup} + R_{inf}) \tag{3.11}$$

En insérant l'équation 3.11 dans l'équation 3.8, on peut calculer la perméabilité du gâteau selon :

$$k = \frac{-Q\,\mu_l\,l}{A\left(P_c - \frac{Q\,\mu_l}{A}\,(R_{sup} + R_{inf})\right)} \tag{3.12}$$

Connaissant R_{sup}, R_{inf}, A et P_c l'évolution de la viscosité avec la température, les mesures du débit volumique et de l'épaisseur du gâteau permettent d'obtenir la valeur de la perméabilité.

3.4.3 Perméabilité des gâteaux consolidés

La perméabilité ainsi calculée est tracée en fonction de la pression solide pour le talc et la cellulose sur la figure 3.16. Sont ajoutés sur la figure les résultats de mesure effectués par l'Institut de la Filtration et des Techniques Séparatives (IFTS dans la suite) sur nos suspensions.

On remarque un écart significatif entre les valeurs obtenues par l'IFTS et les valeurs présentées dans ce travail. Ceci peut s'expliquer par des méthodes de mesure différentes. En effet, si nos mesures sont effectuées sur un milieu consolidé et à l'équilibre mécanique, l'IFTS réalise une mesure en dynamique selon la norme AFNOR T 97-001. Il s'agit d'appliquer la loi de filtration à pression constante et de déterminer la résistance spécifique du gâteau à partir de la valeur de la pente de la courbe $t/\mathcal{V} = f(\mathcal{V})$ pendant la phase de filtration (cf. figure 3.17). La perméabilité est ensuite calculée à partir de la résistance spécifique et de la solidosité du gâteau pour les pressions solides considérées.

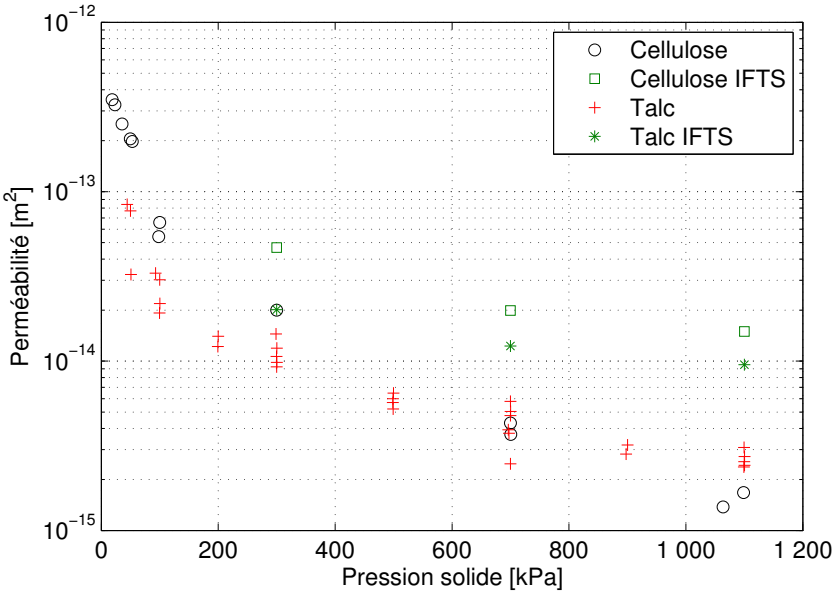

FIGURE 3.16: Comparaison de la perméabilité en fonction de la pression solide à température ambiante pour des gâteaux de talc et de cellulose.

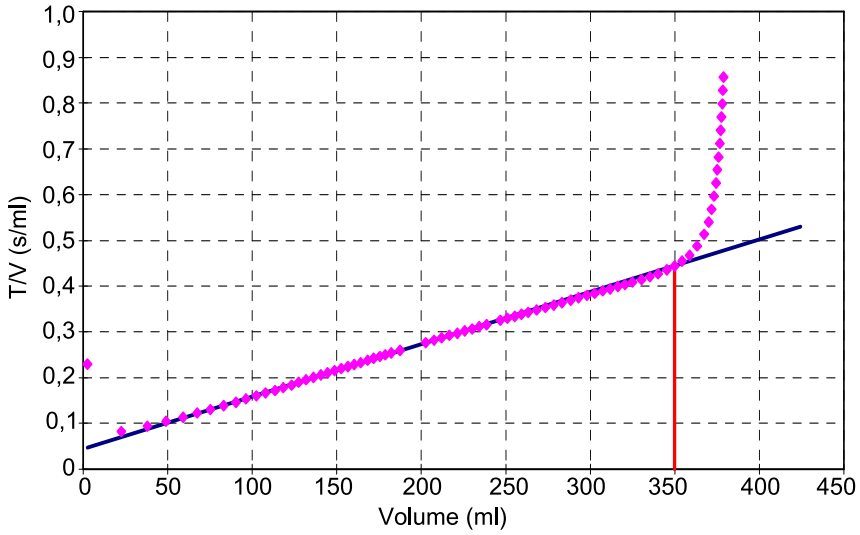

FIGURE 3.17: Graphique $t/\mathcal{V} = f(\mathcal{V})$ pour une suspension de cellulose filtrée sous 300 kPa. Données IFTS. La valeur de la résistance spécifique est calculée à partir de la droite, ajustée sur les données expérimentales jusqu'à un volume de 350 ml.

D'après l'équation de Ruth, la pente (notée p) pendant la filtration à pression

constante est alors égale à :

$$p = \frac{\mu \alpha W}{2 \Delta P A^2} \tag{3.13}$$

Avec W la charge massique en solide de la suspension initiale et α la résistance spécifique du gâteau, ce qui permet de definir la perméabilité comme suit :

$$k = \frac{\mu W}{A \bar{\varphi} \Delta P A^2} \tag{3.14}$$

Avec $\bar{\varphi}$, la solidosité moyenne du gâteau.

En réalisant la mesure sur les données de filtration, le gâteau n'est pas totalement formé et sa structure n'est pas encore stable. La perméabilité mesurée est donc une moyenne représentative du gâteau au cours de sa formation, soit pour des pressions solides comprises entre 0 et la pression de consigne.
Pour ces raisons, il est normal d'obtenir des valeurs de perméabilité supérieures à celles mesurées sur les milieux consolidés. Enfin, l'écart entre les valeurs calculées par l'IFTS et par nos soins augmente avec la pression solide, ce qui va dans le sens de différences dues à la méthodologie.

Comme attendu, les valeurs de perméabilité pour les deux produits montrent une dépendance forte à la pression solide. Physiquement, cette dépendance n'est cependant pas directe et s'effectue par le biais des modifications que la pression solide entraîne sur la structure du gâteau. Ainsi, si on trace la perméabilité en fonction de la solidosité du milieu (cf. figure 3.18), on remarque que la corrélation est plus forte qu'avec la pression solide, et ce pour les deux produits. La diminution de la perméabilité avec l'augmentation de la solidosité est bien marquée pour les deux produits.

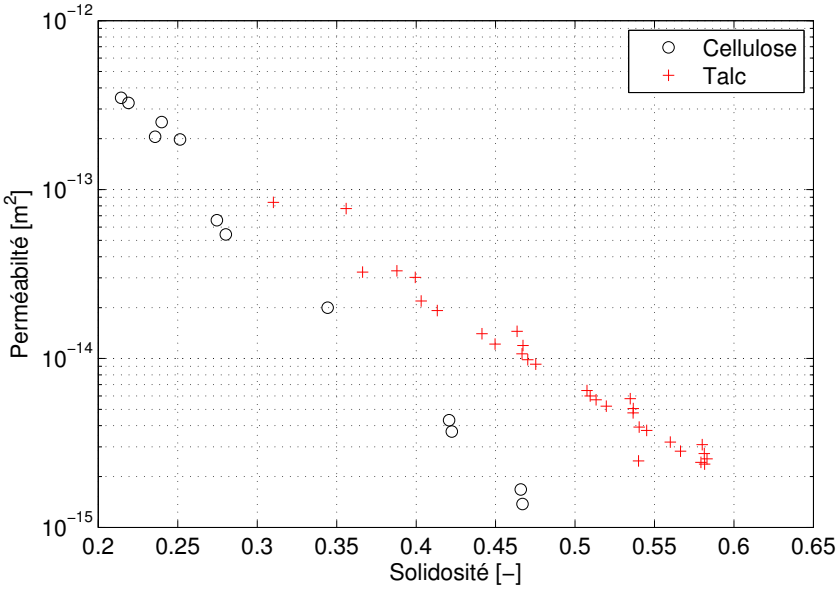

FIGURE 3.18: Comparaison de la perméabilité en fonction de la solidosité à température ambiante pour des gâteaux de talc et de cellulose.

Si on raisonne à solidosité constante, les gâteaux de talc sont moins perméables, conséquence de la différence de compressibilité entre les deux produits considérés.
Les gammes de solidosité pour lesquelles les perméabilités ont été déterminées sont différentes pour les deux produits. En effet, l'étude a porté sur une gamme de pressions solides inférieures à 1100 kPa. À cette pression, la solidosité maximum, différente pour les deux produits, fixe la borne supérieure du domaine d'étude.

La borne inférieure de mesure des perméabilités est légèrement supérieure aux solidosités de gélifications déterminées précédemment (0,19 pour la cellulose et 0,3 pour le talc). En effet, pour les gâteaux peu consolidés, le passage de l'eau entraîne un tassement du gâteau qui perturbe la mesure.

Pour les deux produits, on observe une variation linéaire de $\log_{10}(k)$ avec la solidosité, avec une pente plus forte dans le cas de la cellulose que dans le cas du talc. Pour des gâteaux d'une solidosité de l'ordre de 0,45, les perméabilités des deux produits ont près d'un ordre de grandeur d'écart ($1{,}5.10^{-15}$ m^2 pour la cellulose et 1.10^{-14} m^2 pour le talc).

3.4.4 Effets de la température sur la perméabilité

Les effets de la température sur la perméabilité ont été mesurés en répétant les expériences avec de l'eau chauffée à 80°C. De manière à s'assurer de l'homogénéité de la température du gâteau, la préconsolidation initiale a été prolongée jusqu'à ce que l'équilibre thermique en bas de la cellule soit atteint.

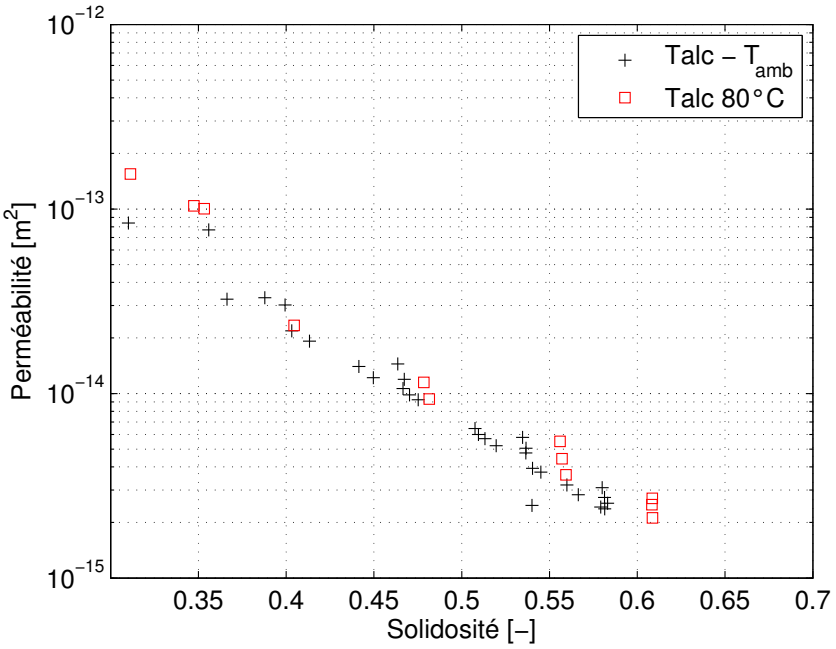

FIGURE 3.19: Evolution de la perméabilité de gâteaux de talc en fonction de la solidosité à température ambiante et à 80°C.

L'influence de la température sur la perméabilité de gâteaux de talc est présentée sur la figure 3.19. Pour les gâteaux de talc, la température entraîne une augmentation d'environ 35% de la perméabilité. Celle-ci est générale sur l'ensemble de la plage de solidosité étudiée. En effet, pour des solidosités faibles, la perméabilité passe ainsi de $7{,}7.10^{-14}$ m^2 à température ambiante à 1.10^{-13} m^2 à 80°C, soit une augmentation de 35 %. Pour une solidosité de 0,56, la perméabilité passe de $3{,}2.10^{-15}$ m^2 à $4{,}4.10^{-15}$ m^2 entre 23 et 80°C, soit une augmentation de 38 %.

En ce qui concerne la cellulose (cf. figure 3.20), l'évolution de la perméabilité avec la température est surtout visible pour les gâteaux consolidés (c'est-à-dire pour une solidosité supérieure à 0,35). Ainsi, pour les deux températures, la perméabilité est voisine

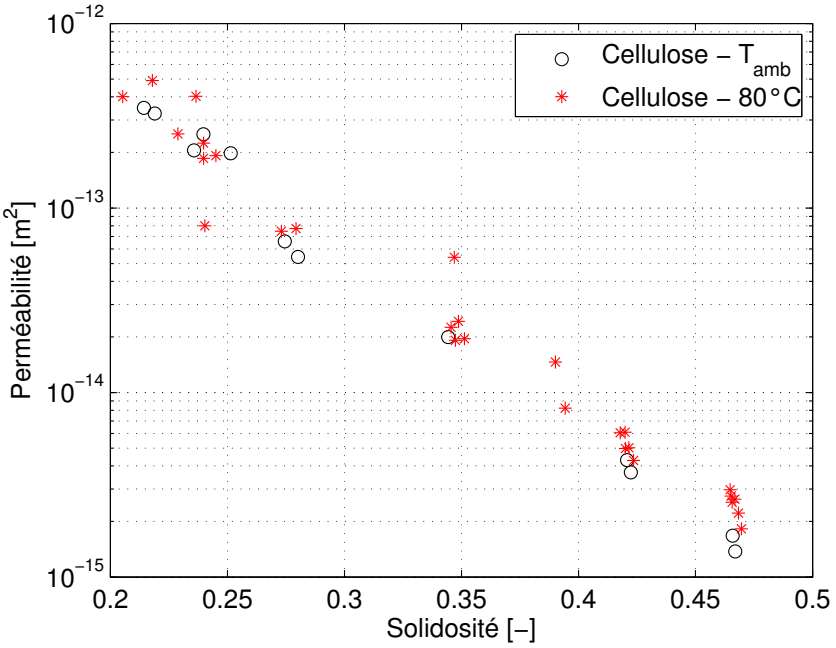

FIGURE 3.20: Evolution de la perméabilité de gâteaux de cellulose en fonction de la solidosité à température ambiante et à 80°C.

de 2,24.10^{-13} m^2 pour une solidosité de 0,24.

Pour les gâteaux plus consolidés, l'écart entre les perméabilités mesurées à température ambiante et à 8°C augmente à mesure que la solidosité augmente. Ainsi pour une solidosité de 0,47, la perméabilité moyenne passe de 1,53.10^{-15} m^2 à température ambiante à une moyenne de 2,62.10^{-15} m^2 à 80°C, soit une augmentation de plus de 70 %. Dans ce cas, l'augmentation de la température limite donc de manière importante la diminution de la perméabilité avec la compaction du milieu.

L'évolution de la perméabilité des deux produits étudiés montre une réponse très différente à l'apport de chaleur. Des évolutions semblables sont référencées dans la littérature. Ainsi, le comportement de la cellulose est semblable à celui de la lignite étudié par Wheeler *et al.* (2009), qui lient l'augmentation de la perméabilité avec la mise à disposition de l'eau liée induite par l'élévation de la température.
La perméabilité diminue à l'augmentation de la solidosité, car l'eau restante est plus liée aux particules solides. En augmentant la température, une part de l'eau liée devient disponible pour l'écoulement, ce qui limite la diminution de la perméabilité du milieu poreux avec la solidosité. Pour des gâteaux peu consolidés, ce phénomène n'est pas vi-

sible, car l'eau reste en grande partie libre à température ambiante. La perméabilité est alors moins dépendante de la liaison de l'eau aux particules du milieu poreux.

Pour le talc, la liaison de l'eau avec les particules serait moins sensible à la température, ce qui expliquerait que la perméabilité soit moins modifiée par l'apport d'énergie thermique.

3.4.5 Formulation empirique de la perméabilité

Différentes lois de comportement ont été testées sur les valeurs expérimentales. Ainsi, la figure 3.21 présente les résultats de l'ajustement des lois d'évolution de la perméabilité proposée par Wheeler *et al.* (2009) (équation 3.15) à partir du modèle de Carman-Kozeny, par Abbasi *et al.* (2007) (équation 3.16) ainsi qu'une évolution linéaire de $\log_{10}(k)$ avec la solidosité, sur des gâteaux de talc.

$$k = H_k \frac{\epsilon^3}{\varphi^2 S_{spe}^2} \tag{3.15}$$

$$k = a\, 10^{b\, e} \tag{3.16}$$

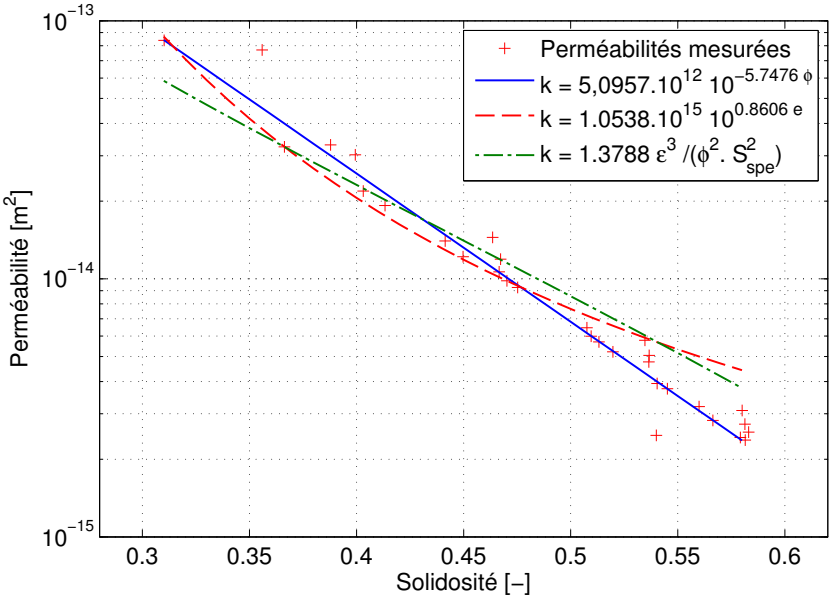

FIGURE 3.21: Comparaison des lois d'évolution de la perméabilité de gâteau de talc avec la solidosité, la légende donne les meilleurs coefficients pour ajuster les lois sur les données expérimentales

Le meilleur coefficient de régression est obtenu quand la perméabilité est donnée en posant $\log_{10}(k)$ comme une fonction affine de la solidosité. La même opération réalisée pour les gâteaux de cellulose permet de tirer les mêmes conclusions.
L'influence de la température se manifeste soit par une variation de la pente de $\log_{10}(k)$ avec la solidosité (cas de la cellulose) soit par une augmentation globale de la perméabilité, comme c'est le cas pour le talc. De manière générale, on posera alors :

$$\log_{10}(k) = a\left(1 + c\bar{T}\right)\varphi + b\left(1 + d\bar{T}\right) \tag{3.17}$$

Comme précédemment $\bar{T}$ est la température réduite définie comme $\bar{T} = (T - T_{amb})/T_{amb}$. Le second terme de l'équation définit la perméabilité de référence pour une hypothétique solidosité nulle (la perméabilité n'est en effet pas définie pour les solidosités inférieures à la solidosité de gélification). Le premier terme décrit quant à lui la variation de la perméabilité du gâteau avec la solidosité. En modifiant l'expression, on peut exprimer la perméabilité en fonction de la solidosité par :

$$k = \mathbf{a}_k \, 10^{\mathbf{c}_k \bar{T}} \, 10^{\mathbf{b}_k (1 + \mathbf{d}_k \bar{T})\varphi} \tag{3.18}$$

Dans un premier temps, les coefficients $\mathbf{a}_k$ et $\mathbf{b}_k$ sont ajustés sur les mesures réalisées à température ambiante. Puis on détermine les coefficients $\mathbf{c}_k$ et $\mathbf{d}_k$ sur les données obtenues à 80°C.

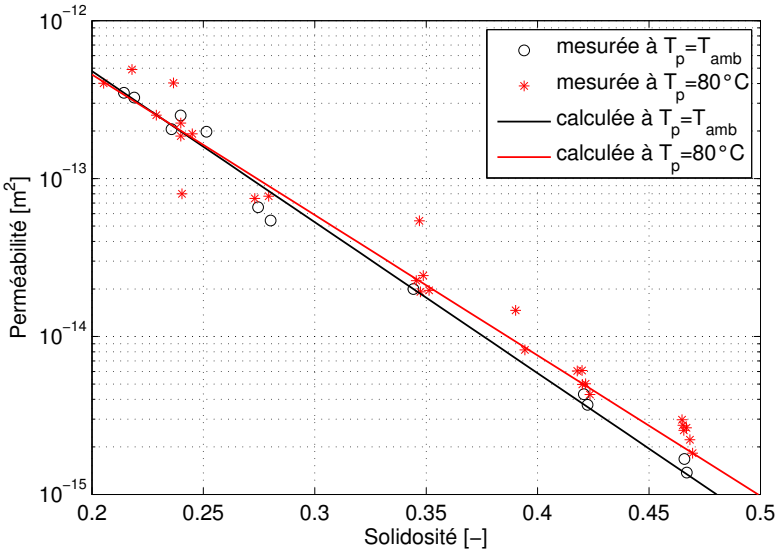

FIGURE 3.22: Perméabilités mesurées et calculées pour des gâteaux de cellulose. Le calcul est fait selon l'équation 3.18 avec les coefficients données par la table 3.6

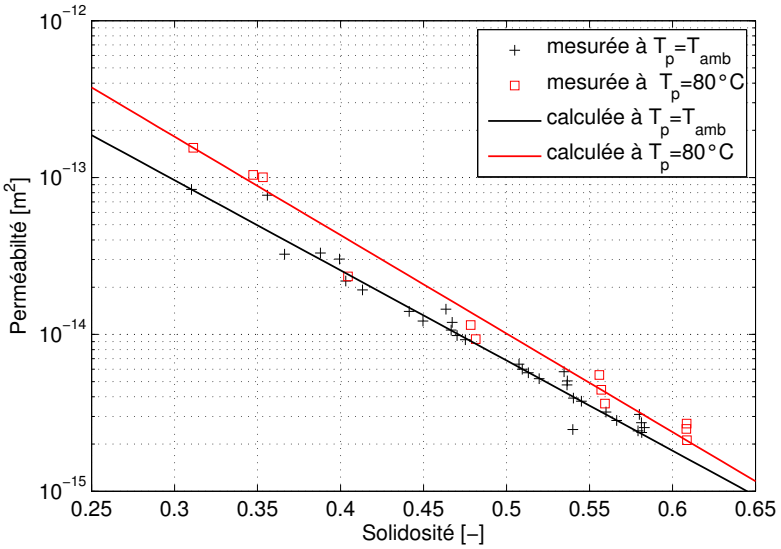

FIGURE 3.23: Perméabilités mesurées et calculées pour des gâteaux de talc. Le calcul est fait selon l'équation 3.18 avec les coefficients donnés par la table 3.6

TABLE 3.6: Valeurs des coefficients de l'équation 3.18 pour la cellulose et le talc

coefficient	Talc	Cellulose
a_k	$5{,}0957.10^{-12}$	$3{,}9061.10^{-11}$
b_k	-5,7476	-9,5595
c_k	2,2198	-0,7895
d_k	0,4686	-0,3555

Les évolutions calculées sont représentées, avec les valeurs expérimentales, sur la figure 3.22 pour la cellulose , et sur la figure 3.23 pour le talc. Pour les deux produits considérés, on note un bon accord entre les perméabilités calculées et les valeurs déterminées expérimentalement. Les valeurs des coefficients sont données dans la table 3.6.

L'utilisation d'une loi empirique en fonction de la solidosité du milieu donne de bons résultats tout en permettant la liaison directe de l'écoulement de la phase liquide avec la composition du milieu poreux. Les lois décrivant la variation de la perméabilité seront intégrées au niveau microscopique dans le modèle général de l'opération de déshydratation mécanique.
Pour cela, on supposera une influence linéaire de la température entre 20 et 80°C. Si elle est peu réaliste, cette hypothèse permet cependant d'évaluer l'influence de la température sur l'opération de déshydratation mécanique assistée thermiquementen limitant, dans un premier temps, le nombre d'expériences à réaliser.

3.5 Détermination des lois de comportement mécanique des milieux poreux

Lors de la constitution du gâteau, les particules initialement en suspension sont entraînées par le liquide vers le filtre où elles sont retenues. Les particules situées à un "niveau supérieur" sont déposées sur les premières, ce qui entraîne la croissance du gâteau d'une part, et l'augmentation de la pression solide s'appliquant sur les particules déposées en premier d'autre part. Dans l'épaisseur du gâteau ainsi formé, les particules en contact les unes avec les autres sont de plus en plus comprimées au fur et à mesure que la pression solide augmente. La consolidation du gâteau entraîne la diminution du volume disponible pour la phase liquide, ce qui cause son écoulement hors du milieu poreux. Cependant, l'augmentation de la perte de charge dans le milieu poreux ralentit la vitesse d'écoulement du fluide et donc le processus.

La déformation du milieu poreux résulte donc d'un processus complexe. Dans la suite, nous la caractériserons et nous la modéliserons en utilisant le modèle du solide linéaire standard. Cette loi de comportement permet d'isoler les états d'équilibre du comportement purement visqueux. Cette dissociation des paramètres décrivant les états stables et la dynamique du système simplifie l'estimation des paramètres.

3.5.1 Observations expérimentales

3.5.1.1 Méthode de mesures

Une quantité déterminée de talc (150 grammes) ou de cellulose (100 grammes) est mise en suspension à une concentration relativement faible. Environ 0,8 litre de la préparation sont versés dans la cellule. Puis le piston est lentement descendu de manière à atteindre une pression de l'ordre de 30 kPa, ce qui entraîne une très faible consolidation du gâteau. La quantité de solide étant faible, l'épaisseur du gâteau formé est d'une dizaine de millimètres.

L'eau est ensuite mise en circulation avec une pression minimum de l'ordre de 2 kPa. Ceci n'est en toute rigueur pas nécessaire pour les expériences à température ambiante mais est effectué pour rester homogène avec les expériences effectuées en température. Dans ce cas, seule la circulation de l'eau permet la mise en température du milieu poreux de manière homogène.

Une fois le milieu poreux à l'équilibre mécanique (et thermique le cas échéant), un palier de pression est appliqué sur le milieu poreux. L'épaisseur du gâteau est relevée en continu. Par définition de la solidosité, on peut poser :

$$\varphi = \frac{\mathcal{V}_s}{\mathcal{V}_{total}} = \frac{m_s/\rho_s}{A\, h_{susp}}$$

Connaissant A la section de la cellule, m_s la quantité de solide introduite et ρ_s sa masse volumique, la solidosité de l'échantillon peut être déduite de la mesure de son épaisseur.

3.5.1.2 Mesures sur les états à l'équilibre

Si la durée du palier est suffisante, l'équilibre mécanique est atteint, ce qui permet de calculer la valeur de la solidosité limite, pour la pression solide appliquée.

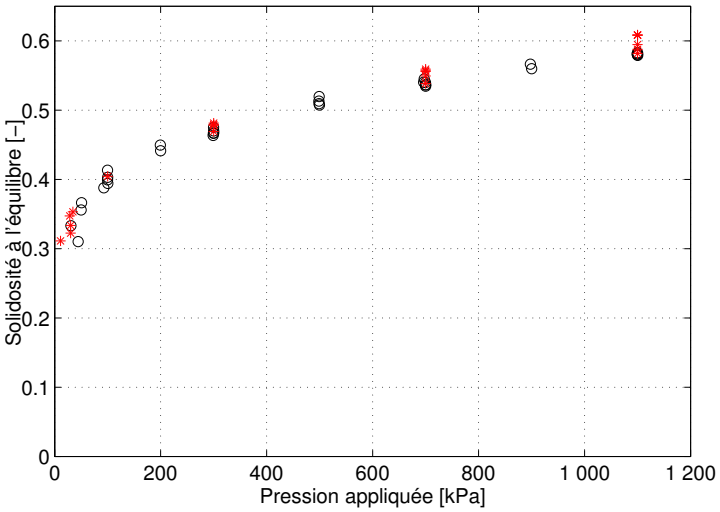

FIGURE 3.24: Solidosité à l'équilibre en fonction de la pression solide pour des gâteaux de talc

La figure 3.24 donne les valeurs de solidosité à l'équilibre pour différentes valeurs de pression solide pour des gâteaux de talc consolidés à température ambiante et à 80°C. Comme prévu par la théorie de la consolidation, la solidosité des gâteaux augmente avec la pression appliquée sur la phase solide. De plus, l'augmentation de la solidosité avec la contrainte n'est pas linéaire, signe d'un accroissement de la rigidité du milieu avec la concentration en solide.

L'augmentation de la température du piston permet une légère augmentation de la solidosité du gâteau de talc. Négligeable pour les gâteaux soumis à une pression inférieure à 100 kPa, les effets de la température deviennent sensibles dès 300 kPa et sont de plus en plus significatifs lorsque la pression appliquée augmente. Pour une pression de 1100 kPa , la solidosité moyenne passe de 0,581 à température ambiante à 0,608 à 80°C, soit une diminution de 10,5 % de l'espace disponible pour l'eau interstitielle.

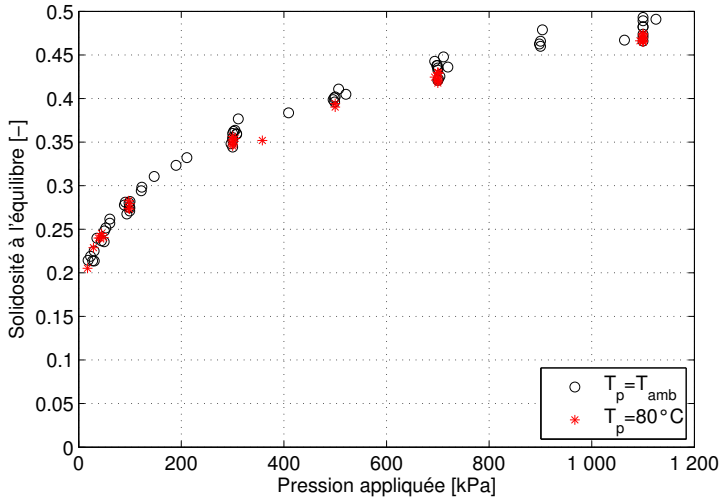

FIGURE 3.25: Solidosité à l'équilibre en fonction de la pression solide pour des gâteaux de cellulose

À température ambiante, la cellulose se comporte de manière analogue au talc (cf. figure 3.25). On remarque que les solidosités atteintes à l'équilibre sont néanmoins inférieures à celles obtenues avec le talc. De plus dès 900 kPa, la pression appliquée n'a plus d'influence sur la solidosité à l'équilibre. Dans ces conditions, augmenter la pression appliquée sur le gâteau n'aurait qu'un effet minime sur la séparation.

L'influence de la température sur la valeur de la solidosité à l'équilibre est négligeable. En effet, l'écart entre les mesures obtenues à température ambiante et à 80°C est inférieur à la dispersion des valeurs pour les expériences à température ambiante. La cellulose étant un produit d'origine biologique, on s'attendrait à une influence de la température sur la compressibilité du matériau. Cependant on rappellera que la cellulose utilisée est micro-cristalline et que sa structure la rend ainsi plus stable, et donc entre autres moins sensible à la température que la cellulose brute.

L'observation des états d'équilibre permet de conclure que la pression appliquée sur les gâteaux a bien un effet positif sur la séparation en diminuant la quantité de liquide contenue dans le milieu. Ce phénomène est visible sur les deux produits utilisés. En revanche, les effets de la température sur la compressibilité sont faibles sur le talc et insignifiants sur la cellulose. On retrouve ici une des problématiques posées par la littérature, à savoir l'intérêt de l'assistance thermique selon les produits traités.

3.5.1.3 Dynamique de la déformation

Compte tenu du pas d'acquisition disponible (1 seconde), la servopresse permet de suivre la dynamique de la déformation du milieu poreux lorsqu'un palier de pression est appliqué. La figure 3.26 montre la réponse en terme de solidosité moyenne du gâteau pour un gâteau de cellulose soumis à un palier de pression de 30 à 300 kPa. La pression de consigne est atteinte après 10 secondes tandis que l'état d'équilibre mécanique dans le gâteau n'est atteint qu'à des temps plus longs (cf. figure 3.27). Ainsi, après 2 minutes d'application de la contrainte, le gâteau n'est toujours pas à l'équilibre. Ce type de comportement est révélateur d'un comportement viscoélastique.

Les dynamiques de déformation des deux produits sont différentes comme le montre la figure 3.27. Ainsi, la part de la déformation totale s'effectuant à pression appliquée constante est différente pour les deux produits. Le gâteau de talc subit une consolida-

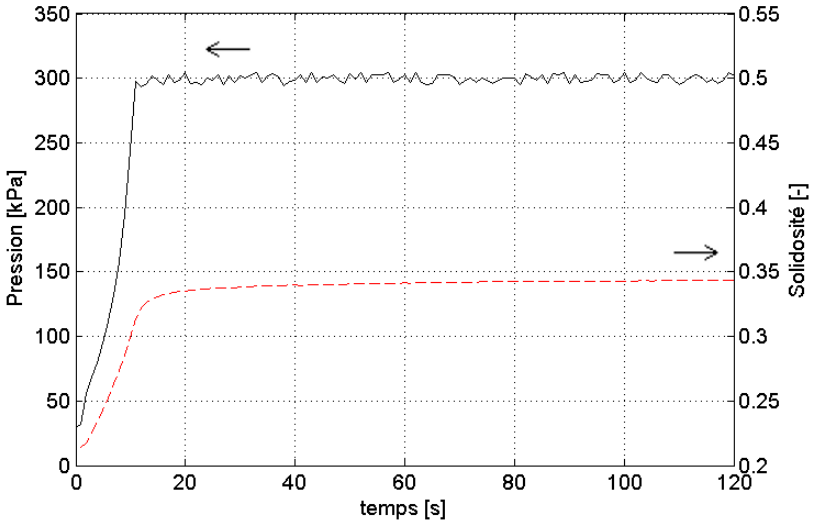

FIGURE 3.26: Début de la consolidation d'un gâteau de cellulose à 300 kPa. ——Pression appliquée ; — — Solidosité.

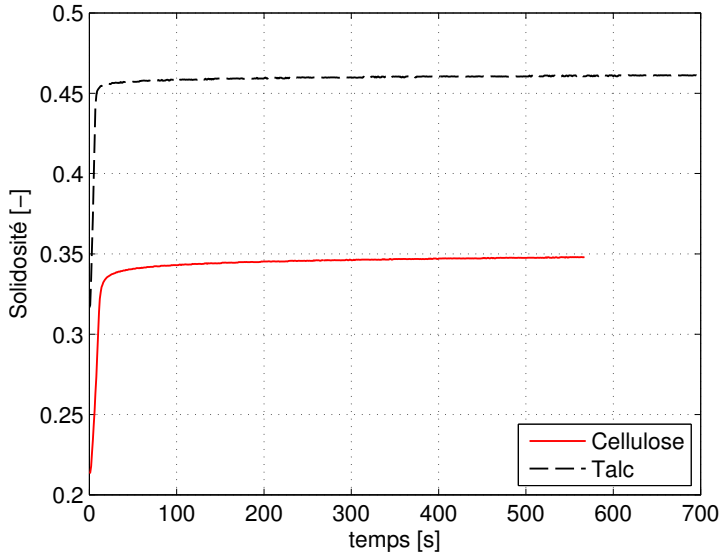

FIGURE 3.27: Résultats standards d'essai de compression à 300 kPa.

tion à pression constante initiale relativement moins importante que celui de cellulose.

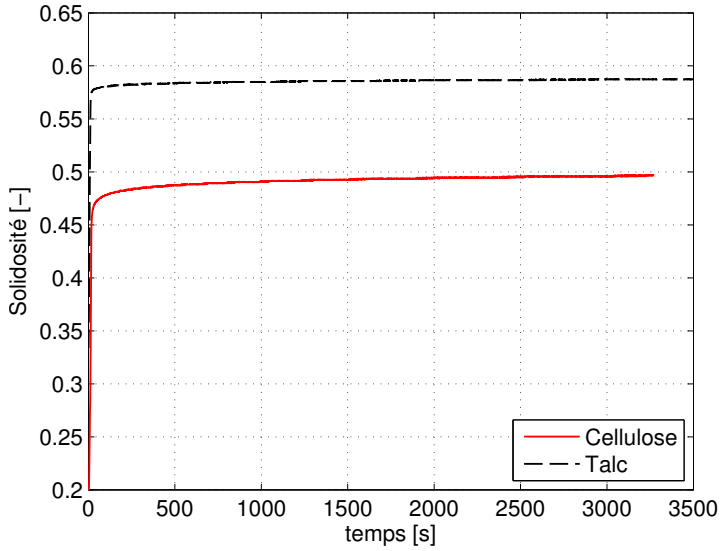

FIGURE 3.28: Résultats standards d'essais de compression à 1100 kPa.

Ces remarques restent valables dans le cas d'essais de compression à 1100 kPa (cf. figure 3.28). En raison de l'amplitude plus importante du palier de pression, la déformation des gâteaux est plus longue à 1100 kPA qu'à 300 kPa. On note en particulier le

fluage important du gâteau de cellulose à pression constante.

3.5.1.4 Influence de la température sur la dynamique

L'effet de la température sur la dynamique de la déformation est caractérisé en faisant circuler le liquide chauffé à la température de consigne au travers du gâteau. De manière à avoir une température la plus homogène possible dans l'échantillon, la préconsolidation initiale est prolongée jusqu'à la stabilisation de la température au bas de la cellule. Une fois le régime thermique établi, le palier de pression est appliqué.

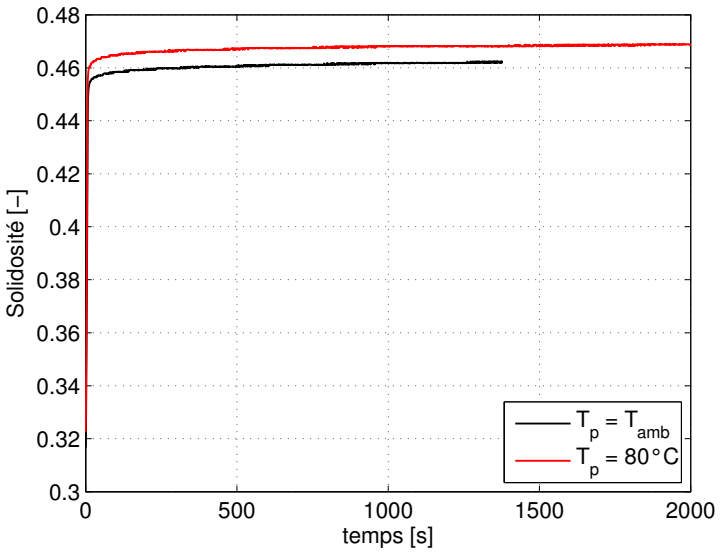

FIGURE 3.29: Comparaison de la solidosité de gâteaux de talc à température ambiante et à 80°C pour un palier de 30 à 300 kPa.

La figure 3.29 présente les valeurs de solidosité moyenne d'un gâteau de talc pour une consolidation de 30 à 300 kPa, à température ambiante et chauffé à 80°C.
En accord avec les observations faites sur les états d'équilibre, l'apport d'énergie thermique permet d'augmenter de 2% la solidosité finale du gâteau. De plus, le gain de solidosité se poduit au début de la consolidation, et l'écart de solidosité est constant pendant la phase à pression appliquée constante.

Au début de la compression du gâteau de talc, représenté sur la figure 3.30, on note que l'augmentation de la solidosité est semblable pour les deux températures pendant la mise sous pression des échantillons. Cependant la consolidation est plus poussée à la fin du transitoire dans le cas de l'expérience conduite à 80°C. Le gain de solidosité ainsi

obtenu dès la fin de la mise sous pression de l'échantillon reste constant jusqu'à l'état d'équilibre.

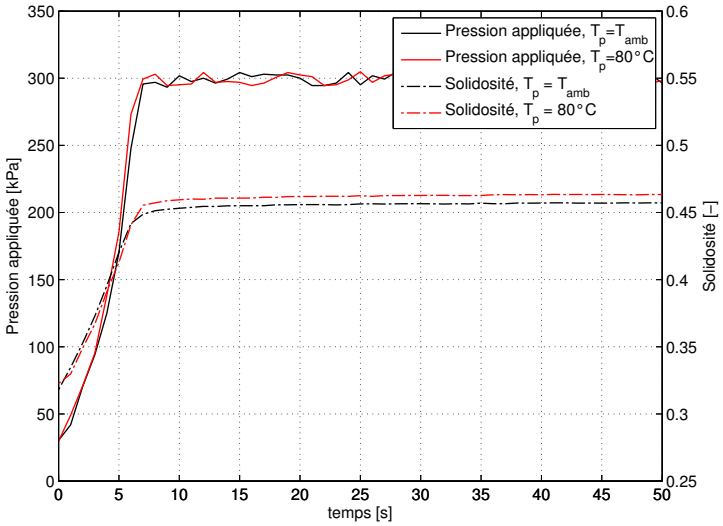

FIGURE 3.30: Comparaison de la solidosité de gâteaux de talc au début d'une compression à température ambiante et à 80°C pour un palier de 30 à 300 kPa.

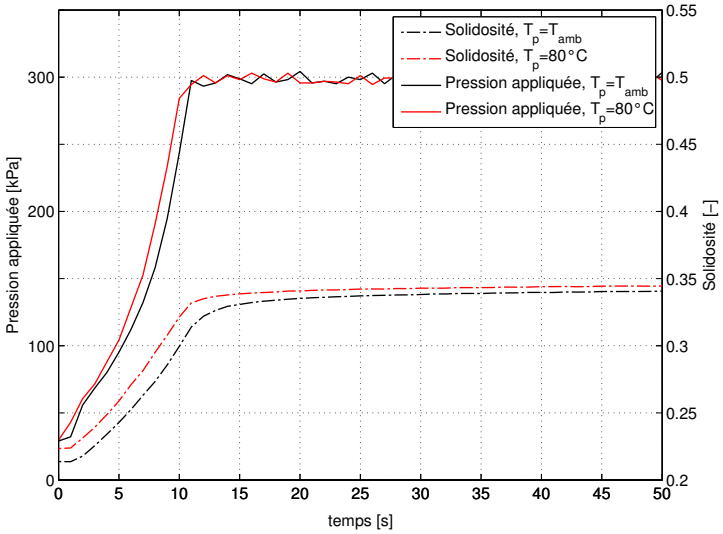

FIGURE 3.31: Comparaison de la solidosité de gâteaux de cellulose au début d'une compression à température ambiante et à 80°C pour un palier de 30 à 300 kPa.

Pour les gâteaux de cellulose (cf. figure 3.31), la vitesse de déformation est légèrement plus importante lorsque le gâteau est chaud, en particulier au début de la phase à

pression solide constante. Cependant, une fois la pression de consigne atteinte, les deux échantillons atteignent une solidosité proche et la différence de solidosité des échantillons pour les deux conditions opératoires est ensuite conservée pendant toute la durée de l'expérience(cf. figure 3.32).

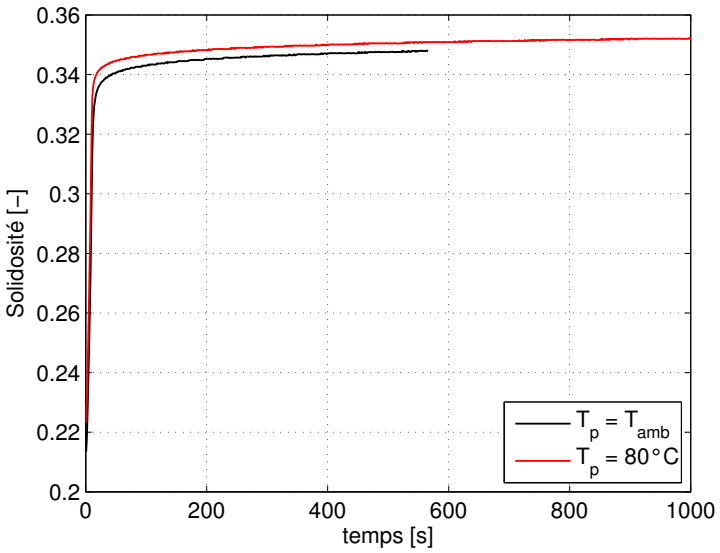

FIGURE 3.32: Comparaison de la solidosité de gâteaux de cellulose pendant une compression à température ambiante et à 80°C pour un palier de 30 à 300 kPa.

Les réponses des deux produits étudiés représentent bien les deux différents comportements susceptible d'être observés lors de l'intensification thermique des procédés de déshydratation.
Pour le talc, l'augmentation de la température entraîne une augmentation de la solidosité finale et donc du rendement de l'opération de séparation. En revanche, l'augmentation de la température pour des suspensions de cellulose n'entraîne pas d'amélioration de la compressibilité du gâteau, mais la vitesse de séparation est augmentée. Mahmoud *et al.* (2008) avaient en effet observé que l'intensification conduisait à une augmentation de la siccité finale de 6% pour le talc et de 5% pour la cellulose entre la température ambiante et 90°C pour une pression de 1650 kPa, au bout de 3 heures de déshydratation.

3.5.2 Modélisation de la déformation

La déformation des gâteaux sera calculée par le modèle du solide standard dont la représentation de Maxwell est rappelée sur la figure 3.33. Il s'agit d'un modèle de comportement viscoélastique où E_1 et E_2 représentent les raideurs des déformations élastiques et η un amortissement de la déformation dû à l'écoulement de l'eau contenue dans le gâteau.

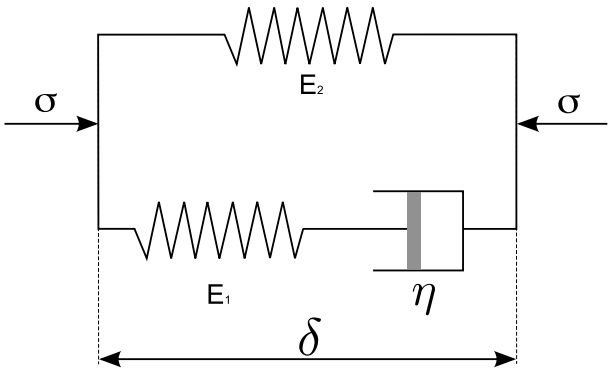

FIGURE 3.33: Schéma de principe du modèle solide linéaire standard

Mis en oeuvre pour décrire les déformations de polymères complexes, ce modèle permet de séparer la description de la déformation finale, dans un état quasi statique, de la dynamique de la déformation. En effet, aux temps courts, la contrainte se repartit sur le corps de Terzaghi (représenté par le ressort E_2) et sur le corps de Maxwell sur la branche opposée, ce qui permet de rendre compte de l'aspect viscoélastique de la déformation. Aux temps longs, la contrainte est entièrement supportée par le corps de Terzaghi qui représente un comportement purement élastique. L'utilisation de ce modèle permet ainsi de définir les états finaux attendus en déterminant la valeur de E_2 et de décrire séparement l'aspect visqueux de la déformation en déterminant les paramètres E_1 et η.

Soient σ_1 et σ_2 les contraintes s'appliquant respectivement sur la branche inférieure et supérieure. La valeur de la déformation δ satisfait, sur la branche supérieure, la relation

$$\sigma_2 = E_2\,\delta \tag{3.19}$$

Sur la branche inférieure, la déformation est la somme des déformations de E_1 et de η.

La contrainte σ_1 se conservant sur ces deux modules, on a :

$$\delta = \delta_E + \delta_\eta \tag{3.20}$$

$$\sigma_1 = E_1 \, \delta_E = \eta \, \frac{d\,\delta_\eta}{d\,t} \tag{3.21}$$

Avec δ_E et δ_η les déformations individuelles dues aux modules E_1 et η, respectivement.

En associant les deux relations, on arrive à :

$$\sigma_1 = \eta \, \frac{d\,\delta_\eta}{d\,t} = \eta \, \frac{d\,\delta}{d\,t} - \eta \, \frac{d}{d\,t} \left[\frac{\sigma_1}{E_1} \right] \tag{3.22}$$

En supposant E_1 constant et en remarquant que $\sigma_1 = \sigma - \sigma_2$, on obtient :

$$\frac{\eta}{E_1} \, \frac{d\,\sigma_2}{d\,t} + \sigma_2 = \sigma + \frac{\eta}{E_1} \, \frac{d\,\sigma}{d\,t} - \eta \, \frac{d\,\delta}{d\,t} \tag{3.23}$$

Enfin, δ peut être exprimée en fonction de σ_2, ce qui conduit à

$$\eta \left(\frac{1}{E_1} + \frac{1}{E_2} \right) \frac{d\,\sigma_2}{d\,t} + \sigma_2 \left(1 - \frac{\eta}{E_2^2} \frac{d\,E_2}{d\,t} \right) = \sigma + \frac{\eta}{E_1} \, \frac{d\,\sigma}{d\,t} \tag{3.24}$$

La raideur E_2 est une fonction de la contrainte appliquée σ_2 et du temps. En effet, et comme le suggère l'utilisation des lois puissances en filtration, le milieu soumis à une contrainte voit sa raideur augmenter. Une augmentation donnée de la contrainte n'aura ainsi pas le même effet en terme de déformation selon la consolidation initiale du gâteau.

Les effets de la contrainte sur la raideur du milieu E_2 sont pris en compte en supposant la relation 3.25 :

$$E_2 = E_2^0 \left(1 + a_2 \, \frac{\sigma_2 - P_a}{P_a} \right) \tag{3.25}$$

Où E_2^0, a_2 et P_a sont trois constantes à ajuster. Pour prendre en compte les effets de la température, observés expérimentalement, une fonction de la différence entre la température effective et la température ambiante est introduite. À ce stade des travaux, une évolution linéaire a été supposée. Nous supposons finalement l'évolution décrite par l'équation 3.26.

$$E_2 = E_2^0 \left(1 + a_2 \, \frac{\sigma_2 - P_a}{P_a} \right) \left(1 + b_2 \, \frac{T - T_{amb}}{T_{amb}} \right) \tag{3.26}$$

La viscosité apparente η, qui intervient dans l'équation 3.24, est physiquement liée à l'écoulement de l'eau dans le milieu poreux. Sa valeur doit donc évoluer avec les

propriétés du milieu. Ainsi, La Heij (1994) relie la viscosité apparente au taux de vide du milieu selon l'équation 3.27.

$$\eta_{(e)} = \eta_0^e \left(\frac{e_0}{e\, e_\infty} \right)^\zeta \tag{3.27}$$

Où e_0 est le taux de vide initial, e_∞ le taux de vide du milieu à l'équilibre et η_0^e une constante. Lorsque le gâteau formé durant la filtration est consolidé, le taux de vide du milieu se calcule à partir de la solidosité de gélification, soit $e_0 = (1 - \varphi_0)/\varphi_0$. Le taux de vide à l'équilibre est quant à lui déterminé à partir de l'état d'équilibre pour les conditions opératoires imposées.

L'effet de la température est introduit à l'aide d'une loi de comportement exponentielle de la forme :

$$\eta_{(T)} = \eta_0^t \, \exp\{\beta\, T\}$$

De sorte que la fonction définissant l'évolution de η s'écrit :

$$\eta_{(e,T)} = \eta_0 \, \exp\{\beta\, T\} \left(\frac{e_0}{e\, e_\infty} \right)^\zeta \tag{3.28}$$

Les mesures effectuées à température ambiante servant de référence, l'influence de la température y est annulée en remplaçant la température T par une température réduite de la forme $(T - T_{amb})/T_{amb}$. L'équation précédente devient finalement :

$$\eta_{(e,T)} = \eta_0 \, \exp\left\{ \beta \, \frac{T - T_{amb}}{T_{amb}} \right\} \left(\frac{e_0}{e\, e_\infty} \right)^\zeta \tag{3.29}$$

La déformation est donc décrite par le système d'équations composé des équations 3.19 et 3.24 ainsi que des lois 3.26 et 3.29 et de la valeur du taux de vide.

3.5.3 Estimation des paramètres du modèle

Comme le modèle utilisé le permet, les paramètres du modèle seront déterminés en deux temps, en s'intéressant en premier lieu aux paramètres décrivant les états d'équilibre. Les paramètres purement visqueux s'ajoutent ensuite aux premiers pour déterminer la dynamique de la déformation. Ils seront déterminés dans un second temps.

3.5.3.1 Détermination des paramètres élastiques

La déformation δ est le rapport de la variation de volume sur le volume initial, que l'on relie à la solidosité selon :

$$\delta = \frac{\varphi_{(t=0)}}{\varphi_{(t)}} - 1 \tag{3.30}$$

Dans notre cas, l'échantillon est initialement sous forme de suspension. Dans celle-ci, la pression appliquée par le piston entraîne l'augmentation de la pression isostatique, sans influence sur la composition du milieu. δ y est donc constante.
Une certaine quantité de liquide doit être éliminée pour que les particules entrent en contact les unes avec les autres. La phase solide forme alors un milieu continu, dont les déformations sont liées aux variations de sa porosité. La solidosité de gélification, noté φ_0, est la part volumique limite de solide pour la constitution d'un réseau solide continu. Il s'agit donc de la solidosité limite au-dessus de laquelle une pression solide s'exerce sur la phase solide.
Une fois le gâteau formé, sa déformation s'exprime en posant :

$$\delta = \frac{\varphi_0}{\varphi_{(t)}} - 1 \tag{3.31}$$

Pour un état d'équilibre, l'équation 3.24 décrivant la déformation se réduit à $\sigma = \sigma_2$. On peut alors poser pour les états d'équilibre $\delta = \sigma / E_2$, et donc :

$$\varphi = \frac{\varphi_0 E_2}{\sigma + E_2} \tag{3.32}$$

La description des états à d'équilibre passe donc par la détermination de E_2 et de φ_0. Pour cela, les paramètres E_2^0, a_2 et P_a sont ajustés sur les valeurs expérimentales à température ambiante. La solidosité de gélification φ_0 est quant à elle estimée graphiquement en s'assurant ainsi de bien représenter les gâteaux très peu consolidés.
Dans le cas du talc, une fois décrits les états d'équilibre à température ambiante, l'influence de la température est estimée. Pour cela, on ajuste le paramètre b_2 à partir des données obtenues lors d'expériences effectuées à 80°C. Pour les gâteaux de cellulose, l'influence de la température sur les états finaux est négligée en posant $b_2 = 0$.

Les valeurs obtenues sont rapportées dans la table 3.7 pour les gâteaux de talc et de cellulose comprimés à des pressions inférieures à 1100 kPa. Les figures 3.34 (pour le talc) et 3.35 (pour la cellulose) permettent de comparer les solidosités finales expérimentales avec les valeurs prévues par le modèle, par le jeu de paramètres donnés dans la table 3.7, pour le talc et la cellulose.

On note que si le jeu de paramètre utilisé permet de rendre compte de manière correcte des solidosités finales dans le cas du talc, les solidosités calculées pour les gâteaux de cellulose sont sous-évaluées pour les pressions appliquées supérieures à 800 kPa. D'autre part, l'influence de la température sur la déformation des gâteaux de talc est elle aussi légèrement sous-évaluée pour une pression appliquée de 1100 kPa.

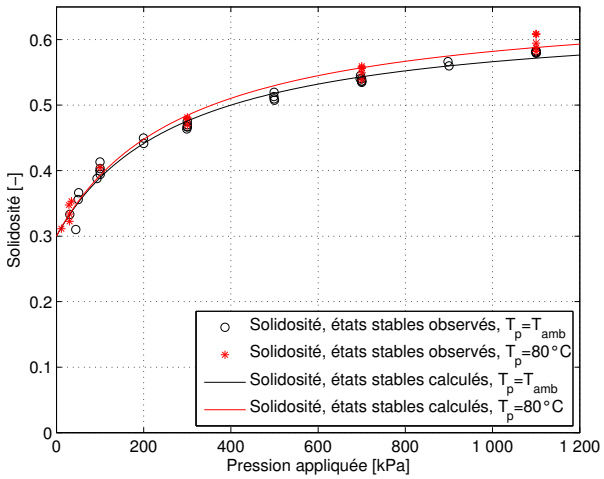

FIGURE 3.34: Solidosités finales expérimentales et calculées pour des gâteaux de talc. Le calcul est fait à partir des équations 3.26 et 3.32 avec les coefficients donnés par la table 3.7

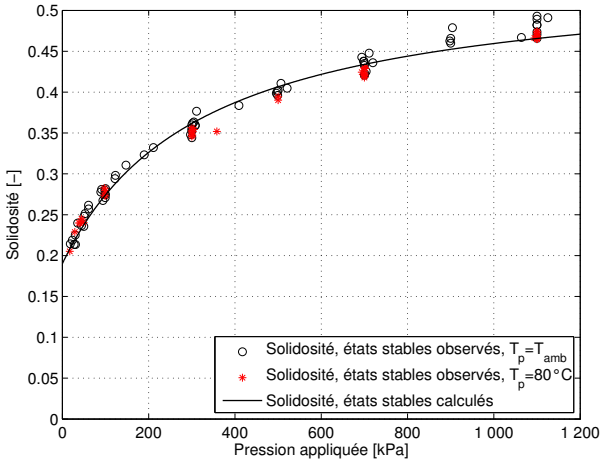

FIGURE 3.35: Solidosités finales expérimentales et calculées pour des gâteaux de cellulose. Le calcul est fait à partir des équations 3.26 et 3.32 avec les coefficients donnés par la table 3.7

3.5.3.2 Détermination des paramètres visqueux

Pour déterminer la viscosité apparente, le modèle de déformation a été implémenté dans COMSOL Multiphysics. Les valeurs d'entrée du modèle sont les propriétés du milieu poreux (composition initiale et propriétés de la phase solide en particulier) et le palier de pression effectivement appliqué dans la cellule de compression-perméabilité.

TABLE 3.7: Solidosité de gélification et paramètres de l'équation du coefficient E_2 pour le talc et la cellulose

Coefficients	Talc	Cellulose
φ_0	0,300	0,19
E_2^0	-2,567.10^5	-1,7494.10^5
a_2	0,0321	0,0149
P_a	4,264.10^3	1695,6
b_2	-0,154	0

Les paramètres E_1, η_0 et ζ sont alors fixés de manière à faire correspondre les valeurs d'épaisseur prévues par le modèle aux valeurs observées lors de la compression de gâteaux à température ambiante. Les paramètres obtenus sont récapitulés dans la table 3.8.

TABLE 3.8: Valeurs du coefficient E_1 et des paramètres de l'équation 3.29 pour la cellulose et le talc

coefficient	Talc	Cellulose
E_1	-2,187.10^5	-32,096.10^6
η_0	-2,519.10^6	-15,322.10^7
ζ	10,297	14,109

Une comparaison des solidosités moyennes calculée et observée est proposée sur la figure 3.36 pour des gâteaux de talc pendant une compression à 300 kPa à température ambiante.

Le jeu de paramètres identifiés permet de déterminer le comportement d'un gâteau de talc lors de sa compression, avec une bonne fidélité pour les temps longs, comme montré sur la figure 3.36.
Cependant pour les temps courts, tels que présentés sur la figure 3.37, on remarque une différence de comportement entre la solidosité calculée et les mesures expérimentales pendant le palier de pression. Cette différence est due à l'eau présente dans le gâteau. Son écoulement limite la déformation du gâteau réel, tandis que le modèle ne tient compte que de la phase solide. La solidosité calculée est ainsi sous-évaluée pendant les sept premières secondes de la déformation et sur-évaluée par la suite. Les écarts entre les données expérimentales et les prévisions du modèle rhéologique peuvent alors atteindre 0,02 point de solidosité de manière transitoire.

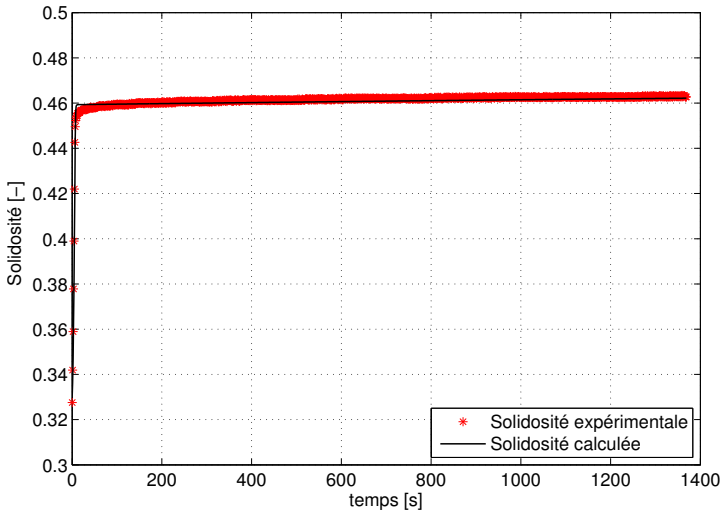

FIGURE 3.36: Solidosité d'un gâteau de talc pendant une compression à 300 kPa.

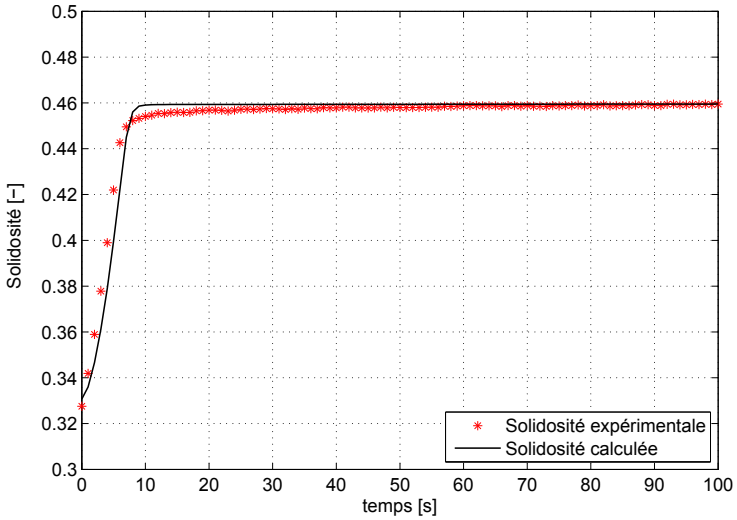

FIGURE 3.37: Solidosité d'un gâteau de talc au début d'une compression à 300 kPa.

20 secondes après le début du palier, les valeurs de solidosité prévue par le modèle deviennent très proches des données expérimentales. Aux temps plus long ($t > 60$ secondes), l'écart entre ces dernières et les prévisions sont de l'ordre de 0,002 point de solidosité.

La figure 3.38 permet de comparer les solidosités calculées et mesurées pour un gâteau de cellulose dans les mêmes conditions.

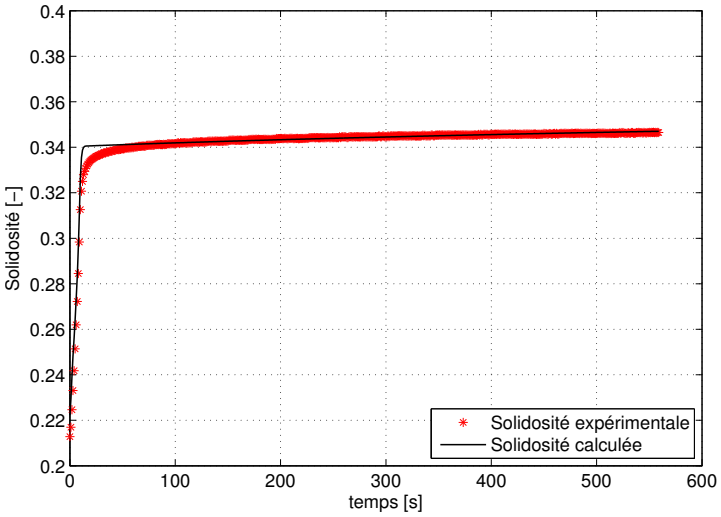

FIGURE 3.38: Solidosité d'un gâteau de cellulose pendant une compression à 300 kPa.

De la même manière que pour le talc, les prévisions du modèle pour les temps longs sont en accord avec les données expérimentales, mais l'écart aux temps courts est ici plus marqué que dans le cas du talc, comme le montre le zoom proposé sur la figure 3.39.

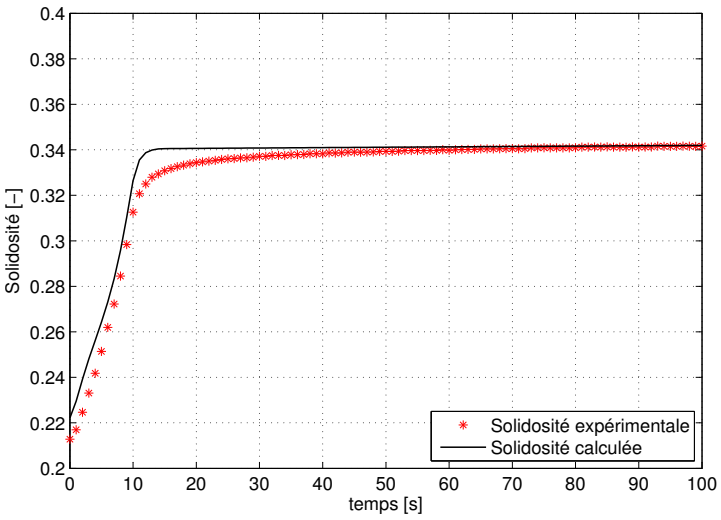

FIGURE 3.39: Solidosité d'un gâteau de cellulose au début d'une compression à 300 kPa.

Ceci semble dû à la mauvaise définition de l'état initial. Pour l'expérience considérée la solidosité initiale mesurée est inférieure de 0,01 point à la solidosité prévue pour la pression appliquée initialement. Cet écart se retrouve sur les dix premières secondes

de la déformation. De plus, et contrairement au talc, la transition entre la phase de déformation rapide aux temps très courts (inférieurs à 10 secondes) et la phase de déformation lente du gâteau aux temps supérieurs à 40 secondes est mal prise en compte par le modèle. L'écart entre les mesures et l'estimation peut attendre 0,015 point de solidosité.

Pour les deux produits, les différences entre le comportement calculé et les observations expérimentales sont principalement concentrées sur les temps courts, et en particulier pendant la mise sous pression du gâteau. Le modèle rhéologique choisi dans ces travaux pour représenter la déformation peut être mis en cause. En effet, la fin de la phase transitoire ne peut pas être représenté de manière satisfaisante par le modèle du solide linéaires standard. Cependant, pour les temps longs pendant lesquels la contrainte appliquée est constante, le modèle donne une bonne représentation de la déformation du milieu.

3.5.3.3 Influence de la température sur la dynamique de la déformation

La comparaison entre les solidosités mesurées et calculées lors d'une compression à 300 kPa et 80°C est proposée sur la figure 3.40 pour un gâteau de talc et sur la figure 3.41 pour un gâteau de cellulose.

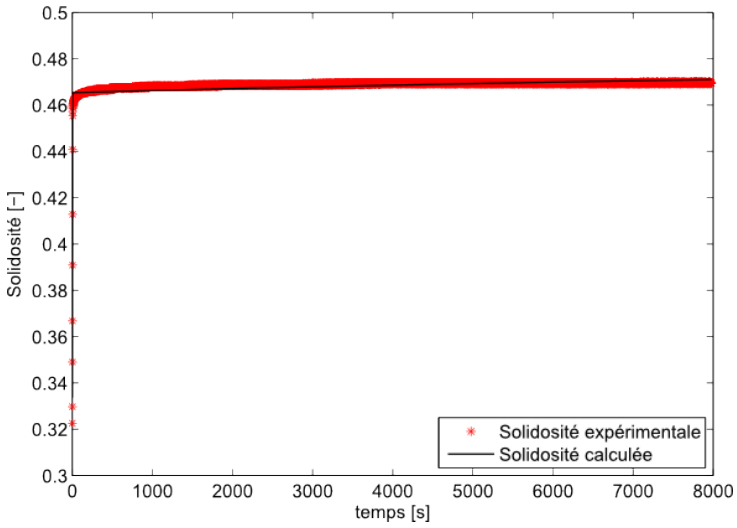

FIGURE 3.40: Solidosité de gâteaux de talc pendant une compression de 30 à 300 kPa à 80°C.

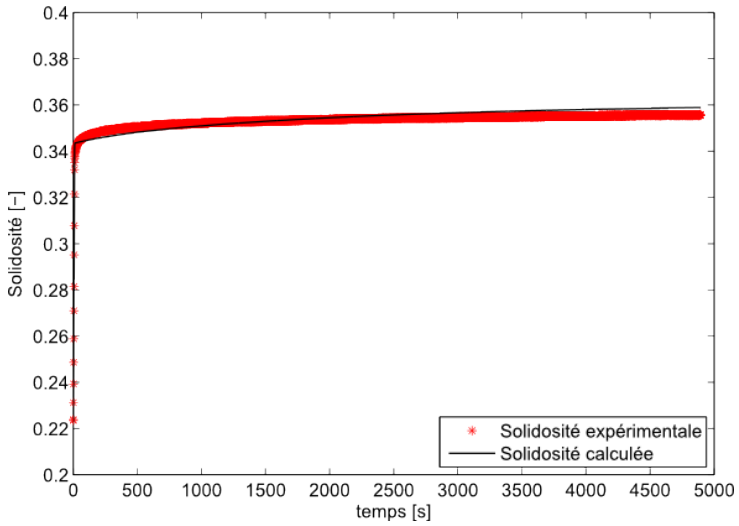

FIGURE 3.41: Solidosité de gâteaux de cellulose pendant un palier de 30 à 300 kPa à 80°C.

TABLE 3.9: Valeurs du coefficient β de l'équation 3.29 pour la cellulose et le talc

Coefficients	Talc	Cellulose
β	3.947	-0,454

Pour le talc, on note un bon accord entre les données expérimentales et les prévisions du modèle. Cependant, le taux de déformation est sur-évalué par le modèle, même pour les temps longs. Ceci est encore plus vrai pour les gâteaux de cellulose. Cependant, dans les deux cas l'écart en terme de solidosité est de l'ordre de 0,005 point de solidosité.
Les valeurs de β déterminées pour les deux produits par ajustement du modèle aux données expérimentales sont données dans le tableau 3.9. Dans le cas de la cellulose, le terme β est négatif. Ce terme étant placé dans une exponentielle, cela correspond à une diminution de la viscosité apparente avec la température, ce qui est le comportement attendu. Dans le cas du talc, le signe positif associé au terme β traduit une augmentation de la viscosité apparente du milieu. Contrairement à la cellulose, la solidosité à l'équilibre des gâteaux de talc augmente avec la température. La viscosité du milieu augmentant avec la solidosité, il est donc naturel de retrouver une augmentation de la viscosité apparente avec la température.

Les paramètres ainsi identifiés la déformation de gâteaux de talc et de cellulose à température ambiante et à 80°C peut être modélisée. Comme pour la perméabilité, le modèle sera par la suite utilisé au niveau microscopique de manière à caractériser la déformation en parallèle à la détermination de l'écoulement.

3.6 Conclusion

Le processus de déshydratation dépend des évolutions de la solidosité et de la perméabilité du milieu poreux. Pour cette raison, une cellule de compression-perméabilité a été conçue, construite et caractérisée afin d'obtenir des informations sur l'évolution des propriétés des gâteaux au cours de l'opération. De plus, afin d'étudier l'influence de la température, cette cellule est susceptible d'être intensifiée thermiquement afin de mesurer l'influence de la température sur les propriétés des produits. Cet outil permet de mesurer la perméabilité de milieux poreux pour une pression appliquée de 0 à 1500 kPa et une température comprise entre la température ambiante et 90°C avec une précision satisfaisante.

En plus de la mesure de perméabilité qui est son but premier, cette cellule d'analyse permet de suivre la déformation d'un milieu poreux. Les caractéristiques de la servopresse, utilisée pour appliquer la contrainte, permettent d'imposer des paliers de pression avec des écarts types de l'ordre de 1 à 3,5 kPa soit environ 1% de la consigne. De plus, la vitesse du piston peut être réglée jusqu'à une vitesse de 90 $mm.s^{-1}$, ce qui permet d'appliquer des échelons de pression afin d'obtenir des mesures de qualité.

La cellule a été mise en oeuvre pour la caractérisation de gâteaux de cellulose et de talc, ce qui a permis de montrer une augmentation de 35% de la perméabilité du talc entre la température ambiante et 80°C. Sur les gâteaux de cellulose, l'effet de la température s'est avérée négligeable pour les gâteaux faiblement consolidés alors que, pour les solidosités plus importantes ($\varphi = 0,4$), le gain de perméabilité atteint environ 70%.

Enfin, le suivi de la déformation suite à des paliers de pression a permis de montrer une légère augmentation de la perméabilité des gâteaux de talc entre la température et 80°C. Sur les gâteaux de cellulose, le suivi de la dynamique de déformation a permis de mettre en évidence une diminution de la viscosité apparente du gâteau.

Chapitre 4

Étude de la déshydratation mécanique assistée thermiquement

Afin de mettre en évidence les phénomènes entrant en jeu dans l'opération de déshydratation mécanique assistée thermiquement, une série d'expériences avec et sans apport d'énergie thermique sont réalisées dans une cellule de filtration- compression. Dans un premier temps, l'installation est présentée, avant de s'intéresser à la détermination de ses caractéristiques en lien avec le procédé (dimensions, régulation de la pression,...).
En plus de la mesure des grandeurs macroscopiques usuelles, comme l'épaisseur de l'échantillon ou la masse de filtrat extraite, l'instrumentation de la cellule inclut des capteurs de pression liquide. Ces capteurs permettent de mesurer la pression de pore dans le milieu poreux au cours de l'opération. Du fait de l'importance de la valeur de la pression de pore dans la compréhension du processus, un intérêt particulier est porté à l'étalonnage de ce dispositif non intrusif.

Des expériences de déshydratation mécanique sont effectuées à température ambiante, à 50 et à 80°C pour des pressions appliquées variant de 340 à 1125 kPa. Les données récoltées permettent, d'une part, de déterminer le rendement de l'opération de séparation pour les différentes conditions opératoires et, d'autre part, de mettre en évidence les phénomènes physiques mis en jeu pendant l'opération.

4.1 Cellule de filtration compression

Comme pour la cellule de compression-perméabilité, la cellule de filtration-compresion est constituée d'une chemise cylindrique munie d'un filtre à sa base. La différence principale avec la cellule de compression-perméabilité concerne la paroi supérieure, formée d'un piston plein. Le liquide évacué côté filtre est récupéré dans un collecteur et amené vers une balance. Un schéma de principe est proposé sur la figure 4.1.

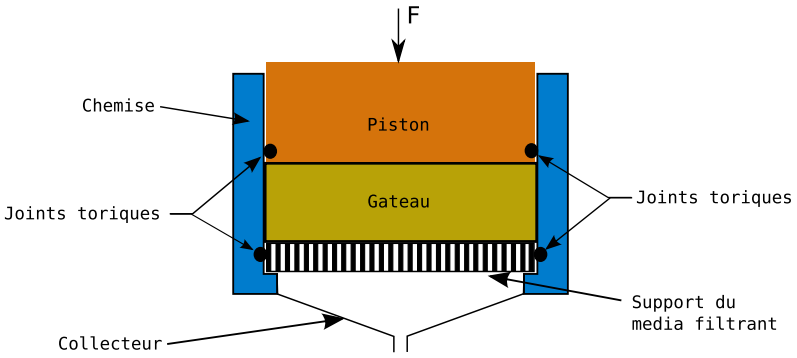

FIGURE 4.1: Schéma de principe d'une cellule de filtration-compression

Les remarques concernant le rapport d'aspect hauteur/diamètre faites pour la cellule de compression-perméabilité sont transposables à cette cellule.

4.1.1 Installation expérimentale

La cellule de filtration-compression (dont le détail est donné sur la figure 4.2) utilise la même chemise que la cellule de compression-perméabilité (cf. paragraphe 3.3 page 55). La paroi filtrante inférieure, d'une surface de 0,0165 m^2, est composée d'un support en Téflon® (7) comportant des orifices d'un millimètre de diamètre séparés d'un millimètre (cf. figure 4.3). Sur ce support reposent deux filtres en micro-fibres de verre superposés (Whatman GF/A Cat. No. 1820 150). Cet assemblage fournit une résistance à l'écoulement suffisante pour que la quantité de filtrat s'écoulant par gravité avant l'application de la pression soit négligeable.

Le piston (2) est responsable de la mise sous pression mais aussi de l'apport d'énergie. Pour cela il est muni de 3 résistances électriques (1). Chaque résistance peux fournir jusqu'à 350 W. La température du piston est régulée au moyen d'un thermocouple placé entre les résistances électriques et la face en contact avec le produit. Le piston étant en

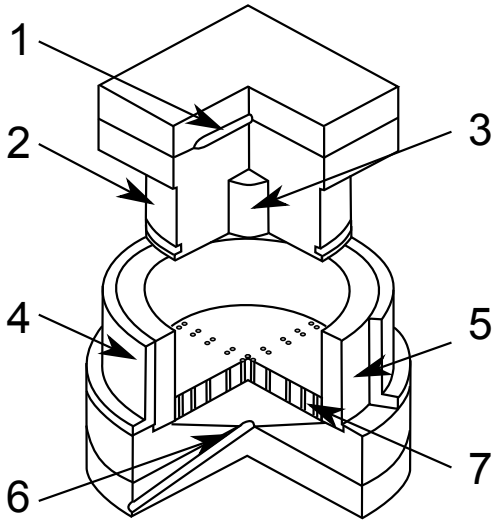

FIGURE 4.2: Détail de la cellule de filtration-compression. (1) Résistance électrique ; (2) Piston en cuivre ; (3) Fluxmètre ; (4) Ceinture en acier ; (5) Chemise en Téflon® ; (6) Collecteur de filtrat ; (7) Support du filtre en Téflon®.

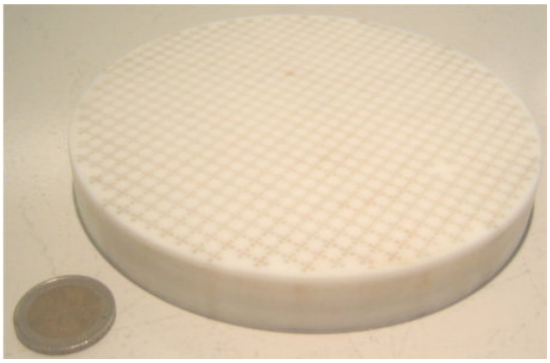

FIGURE 4.3: Photo du support de filtration en Teflon

cuivre, le gradient de température dans le piston est faible et la température de la face du piston en contact avec l'échantillon peut être considérée comme uniforme et égale à la température de régulation. De manière à caractériser la consommation d'énergie du procédé, deux thermocouples ont été insérés dans le piston. Ils permettent de déterminer par méthode inverse le flux de chaleur transmis au produit (Cusso-Grau, 2009). Comme pour la cellule de compression-perméabilité, une gorge a été pratiquée dans le piston afin d'y insérer un joint carré assurant l'étanchéité de la cellule.

La mise sous pression de l'installation est assurée par une presse hydraulique Carver

(Carver Inc., Wabash, USA) d'une capacité maximale de 14800 kPa avec une précision de 15 kPa autour de la valeur de consigne. La figure 4.4 présente l'installation de la cellule dans la presse.

FIGURE 4.4: Cellule de filtration-compression dans la presse

La presse hydraulique met en mouvement la partie basse de la cellule. Le piston est donc immobile au cours de l'opération et l'application de la pression se fait par l'élévation de la cellule. La presse est munie d'un capteur de déplacement, qui permet de suivre l'épaisseur de l'échantillon au cours du temps.
Le filtrat extrait de la suspension est collecté et la masse est pesée de manière continue. Toutes ces informations sont transférées vers un ordinateur et enregistrées avec un pas d'acquisition d'une seconde.

La cellule de compression-perméabilité décrite au chapitre précédent peut être adaptée, en remplaçant le média filtrant supérieur par un disque plein pour servir de cellule de filtration-compression. La circulation d'eau chaude dans le piston permet de chauffer cette surface métallique, qui restitue l'énergie au gâteau. Le schéma de principe de l'installation utilisée est donné sur la figure 4.5. Cette cellule est comme précédemment installée dans la servopresse.

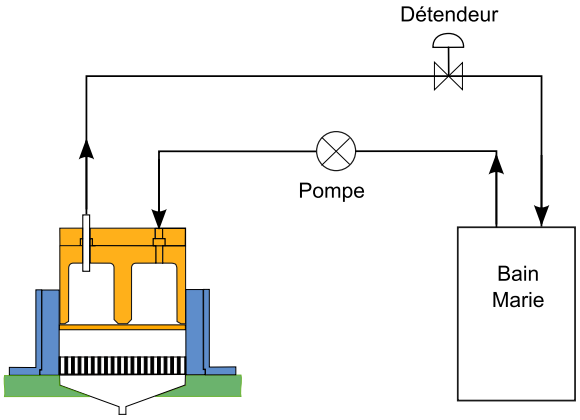

FIGURE 4.5: Schéma de la cellule de compression-perméabilité utilisée comme cellule de filtration-compression

4.1.2 Caractérisation de la cellule de filtration-compression installé dans la presse Carver

4.1.2.1 Application de la pression

La presse hydraulique utilisée est surdimensionnée pour les conditions opératoires retenues dans cette étude, ce qui entraîne une dispersion importante de la pression instantanée autour de la valeur de consigne.

En effet, la régulation se fait sur la pression du circuit hydraulique : dès que la pression tombe sous la valeur de consigne, le piston est déplacé, ce qui conduit à une augmentation de la pression appliquée sur le gâteau. Puis, au fur et à mesure du tassement du gâteau, la pression effectivement appliquée sur le milieu poreux diminue. Compte tenu des retards entre les mesures et les corrections, d'une part, et l'amplitude du déplacement, d'autre part, des variations de grandes amplitudes autour de la pression de consigne apparaîssent (cf. figure 4.6). Ainsi, pour une pression de consigne fixée à 340 kPa, l'écart type est de 10,3 kPa. Pour des consignes plus élevées, la dispersion atteint une valeur constante de 8,8 kPa.

Cependant, cette variabilité n'a qu'un effet marginal sur la déshydratation des gâteaux formés. Ainsi, la reproductibilité sur les grandeurs macroscopiques comme l'épaisseur finale du gâteau ou la teneur en eau est bonne. L'écart type sur la teneur en eau finale du gâteau est inférieur à 0,6 % pour les matériaux utilisés pour une pression de 340 kPa.

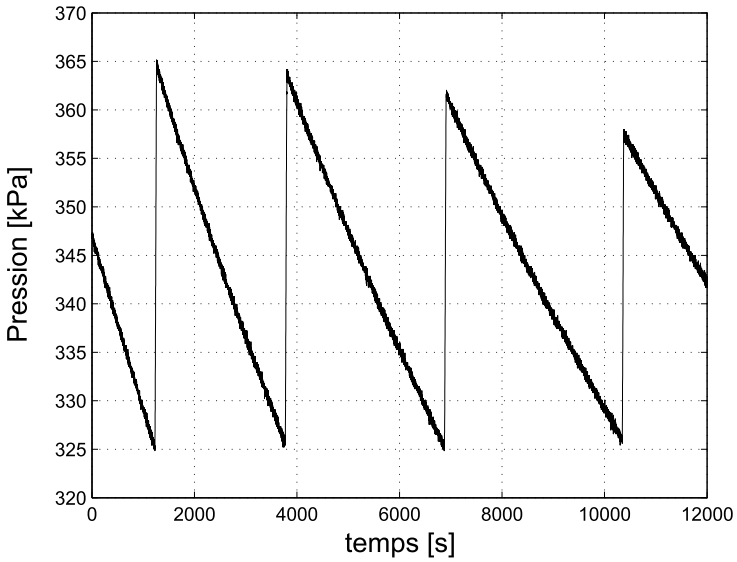

FIGURE 4.6: Régulation de la pression appliquée par la presse. Palier de pression à 340 kPa

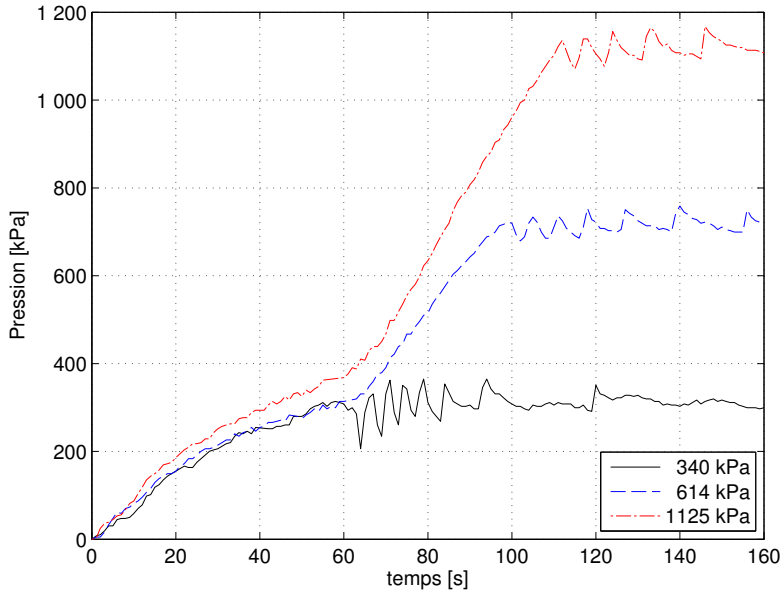

FIGURE 4.7: Pressions appliquées en début de déshydratation sur des suspensions de talc pour différentes pressions de consigne

Enfin, la pression appliquée par la presse n'atteint la consigne qu'après un transitoire d'une durée d'une à deux minutes (cf. figure 4.7). Ces transitoires initiaux sont causés par une vitesse de déplacement du piston limitée, celui-ci ne peut appliquer di-

rectement la pression de consigne sur l'échantillon. Il faut rappeler que les conditions opératoires habituellement retenues pour l'étude de la filtration correspondent, soit à une pression appliquée constante soit à un débit constant. Les transitoires causés par la presse ne permettant de satisfaire ni l'une ni l'autre de ces hypothèses, la comparaison des résultats obtenus avec les données de la littérature sera difficile.

4.1.2.2 Détermination de la résistance du média filtrant

Comme dans le cas de la cellule de compression-perméabilité, la résistance du média filtrant et de son support doit être déterminée pour pouvoir ultérieurement calculer la chute de pression au travers du gâteau.

Soit R_m, la résistance totale du média filtrant et de la partie basse de la cellule :

$$R_m = -\frac{\Delta P}{\mu q_l} \tag{4.1}$$

Dans le cas de cette cellule, il est impossible de faire circuler l'eau à une pression constante au travers du filtre. Pour effectuer la mesure, la cellule de filtration-compression est remplie d'eau et la quantité de filtrat recueillie (et donc, qui est passé au travers du filtre) sans appliquer de contrainte par le piston est pesée. Dans ces conditions, la vitesse du liquide est calculée à partir du débit massique, et la différence de pression est la pression isostatique engendrée par l'eau présente dans la cellule.

On peut donc poser, au filtre :

$$q_l = -\frac{\dot{m}}{\rho_l S_{cel}}$$

$$\Delta P = \rho_l g \frac{m_{final} - m_t}{\rho_l S_{cel}}$$

$$R_m = \frac{\rho_l g (m_{final} - m_t)}{\mu \dot{m}} \tag{4.2}$$

L'expérience a été répétée 4 fois. Les résistances globales sont calculées par l'équation 4.2 et la valeur moyenne pour chaque expérience est donnée dans la table 4.1.
La valeur de résistance du média filtrant calculée est bien inférieure à la résistance équivalente d'une couche, même de faible épaisseur de gâteau. Ainsi, dans le cas du talc à la solidosité de gélification, la perméabilité est de l'ordre de 8.10^{-14} m^2, ce qui correspond à une résistance spécifique de l'ordre de $1{,}5.10^{10}$ $m.kg^{-1}$. La résistance du filtre, évaluée à $5{,}8.10^{8} m^{-1}$, est donc rapidement négligeable devant celle du gâteau.

TABLE 4.1: Valeur expérimentale de la résistance du média filtrant

expérience	$R_{filtre}(m^{-1})$
1	5,83 10^8
2	5,88 10^8
3	5,94 10^8
4	5,8 10^8
moyenne	5,86 10^8

4.1.2.3 Détermination des conditions thermiques aux parois

L'apport de chaleur est réalisé par conduction via le piston chauffé. Le milieu poreux est donc soumis à un gradient de température qu'il faut caractériser.

La température de la face du piston en contact avec la suspension a été calculée par méthode inverse à partir des températures mesurées dans le piston à deux côtes précisément connues (Cusso-Grau, 2009). L'évolution temporelle de cette température au cours d'une expérience de déshydratation est présentée sur la figure 4.8 pour une température de consigne de 80°C.

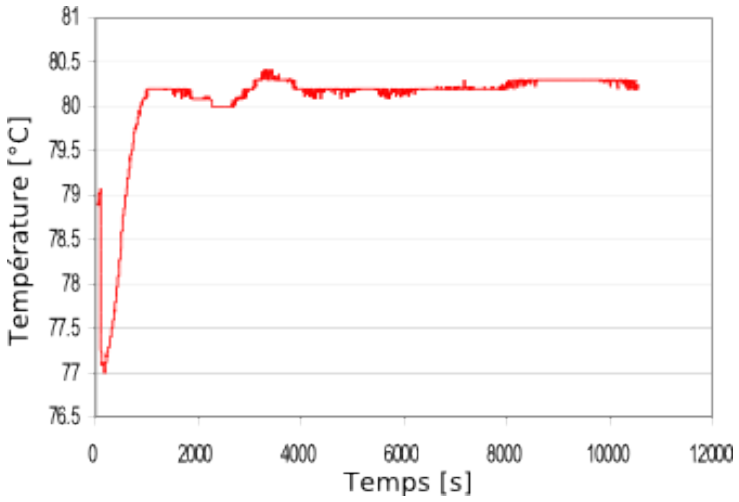

FIGURE 4.8: Température du piston au cours de l'opération. Cusso-Grau (2009)

Après une diminution de 3°C quand le piston entre en contact avec la suspension, initialement à température ambiante, la température augmente rapidement pour se stabiliser à 80,5°C pour une consigne de 80°C.

TABLE 4.2: Coefficients d'échange thermique entre le produit et les parois de la cellule de filtration-compression

Coefficients d'échange thermique	Parois	Média filtrant
$W.m^{-2}.K^{-1}$	4.1	6.9

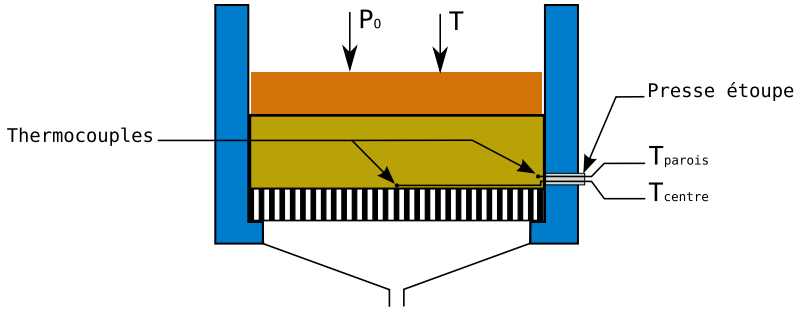

FIGURE 4.9: Implantation des capteurs de température

Afin de calculer les pertes thermiques au niveau de la paroi verticale de la cellule et du média filtrant, 2 capteurs de température ont été placés contre le filtre pendant une expérience de déshydratation conduite jusqu'à l'équilibre thermique. L'un des thermocouples a été placé au milieu de la cellule, l'autre à 2 millimètres de la paroi verticale de la cellule (cf. figure 4.9). De ces mesures ont été déduit des coefficients globaux d'échange superficiel, les valeurs obtenues sont reportées dans la table 4.2.

4.2 Mesure de la pression liquide

La cellule de filtration-compression permet la mesure des variables macroscopiques, comme l'épaisseur de l'échantillon, la pression appliquée ou la quantité de filtrat. Cependant, pour expliquer la phénoménologie de l'opération, il est important d'avoir accès à des grandeurs locales. Pour cette raison, il a été choisi de mesurer la pression de la phase liquide dans l'échantillon au cours de l'opération. Pour suivre l'évolution du gradient de pression liquide dans le gâteau, des capteurs ont été positionnés à différentes hauteurs.

4.2.1 Installation expérimentale

La mesure est effectuée grâce à des capteurs de pression de pore PDCR-81 (Druck Ltd., UK). Ces capteurs possèdent un poreux en céramique qui isole leur transducteur

de force du milieu tout en laissant passer les fluides. Il est ainsi possible de ne mesurer que la pression régnant dans la phase liquide sans que la mesure ne soit perturbée par les contraintes s'appliquant sur la phase solide. Les dimensions de ces capteurs sont données sur la figure 4.10. La photo de la figure 4.11 montre un capteur avec son dispositif de fixation dans la chemise.

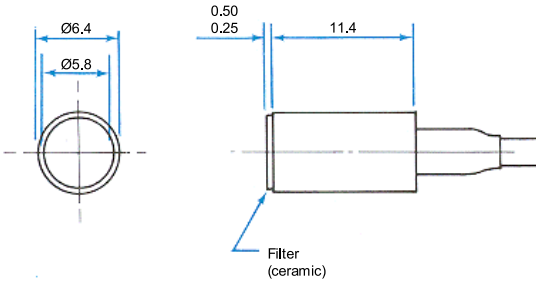

FIGURE 4.10: Dimensions d'un capteur de pression liquide.

FIGURE 4.11: Photo d'un capteur de pression liquide avec son dispositif de fixation.

Quatre de ces capteurs ont été installés dans la paroi de la chemise en Téflon® (cf. figure 4.12), dans des trous placés en hélice autour de la paroi verticale (tel que présenté sur la figure 3.2 page 56).

4.2.2 Précision des mesures

La calibration des capteurs est vérifiée en appliquant des paliers de pression imposée, entre 340 et 1125 kPa sur la cellule remplie d'eau. Les données brutes sont proposées sur la figure 4.13 pour le capteur situé à 5 mm du filtre.

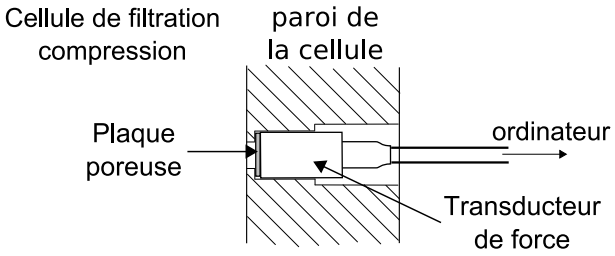

FIGURE 4.12: Installation d'un capteur dans la chemise. Le système de fixation n'est pas représenté

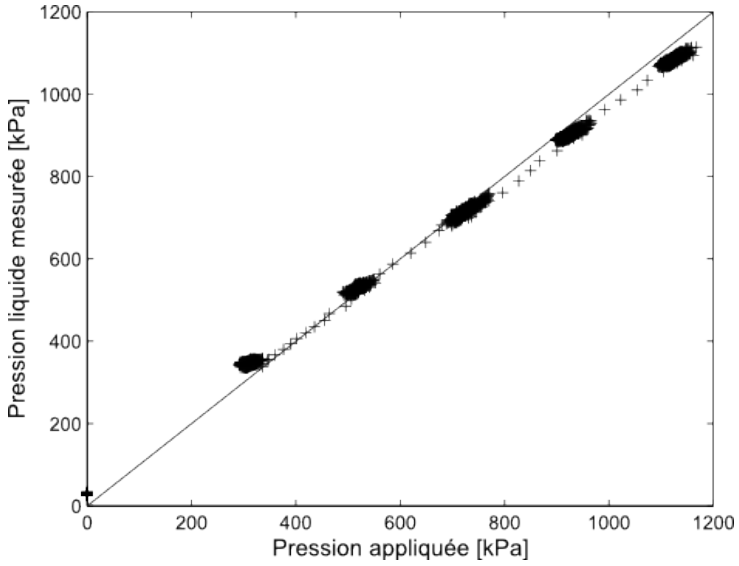

FIGURE 4.13: Comparaison de la pression appliquée et de la pression mesurée non corrigée pour le capteur à 5 mm du filtre

À la pression atmosphérique, les signaux de pression renvoyés par les capteurs sont différents de zéro. Cependant, le décalage reste inférieur à l'offset annoncé par le fabricant dans les certificats de calibration. De manière à avoir une mesure la plus fidèle possible, le décalage observé à la pression atmosphérique est soustrait aux mesures brutes.

La figure 4.14 donne, pour chaque palier de pression, le point moyen ainsi que les écarts types sur la pression appliquée et l'incertitude de mesure sur la pression liquide.

Cette dernière est calculée en utilisant le certificat de calibration du capteur. Le constructeur donne une précision de 0,2% de la lecture. Ainsi pour une pression affichée de 100 kPa, la précision de la mesure du capteur sera de 0,2 kPa. L'incertitude

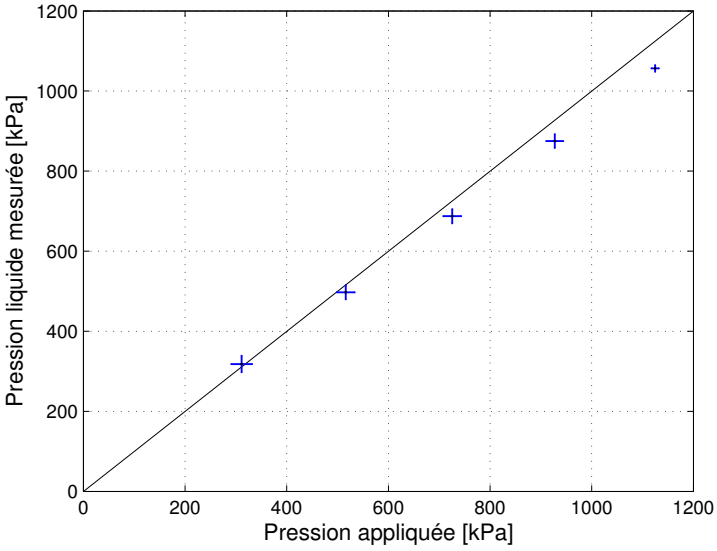

FIGURE 4.14: Pression liquide corrigée en fonction de la pression appliquée sur la cellule filtration-compression. Les lignes horizontales (resp. verticales) représentent l'écart type dû à la régulation de la pression (resp. la précision de mesure)

de mesure doit cependant tenir compte de l'incertitude sur la pression appliquée. Pour cela, en notant ET_c la précision sur la mesure du capteur et ET_p celle sur la pression appliquée, l'incertitude de mesure est de $2 * \sqrt{ET_c^2 + ET_p^2}$ avec un intervalle de confiance à 95%. Ainsi, en tenant compte des incertitudes de mesure et des écarts types sur la pression appliquée, on peut considérer que les mesures données par le capteur sont validées jusqu'à une pression mesurée de 500 kPa.

La figure 4.15 montre les mêmes données avec la chemise instrumentée installée dans la cellule de compression-perméabilité. Du fait des limitations de l'installation, la pression liquide maximum est de 600 kPa. On remarque que la précision de mesure est ici meilleure que dans le cas de la cellule de filtration-compression. En effet, la régulation de la pression est meilleure pour la servopresse utilisée pour cette dernière que pour la presse hydraulique utilisée pour la cellule de filtration-compression. Ces résultats sont transposables aux autres capteurs de pression liquide (les données complètes sont fournies en annexe V).

En plus d'une incertitude de mesure due aux variations de la pression appliquée, il faut tenir compte de la variabilité induite par l'augmentation de la température. En effet, l'incertitude de mesure des capteurs augmente avec la température, à raison de

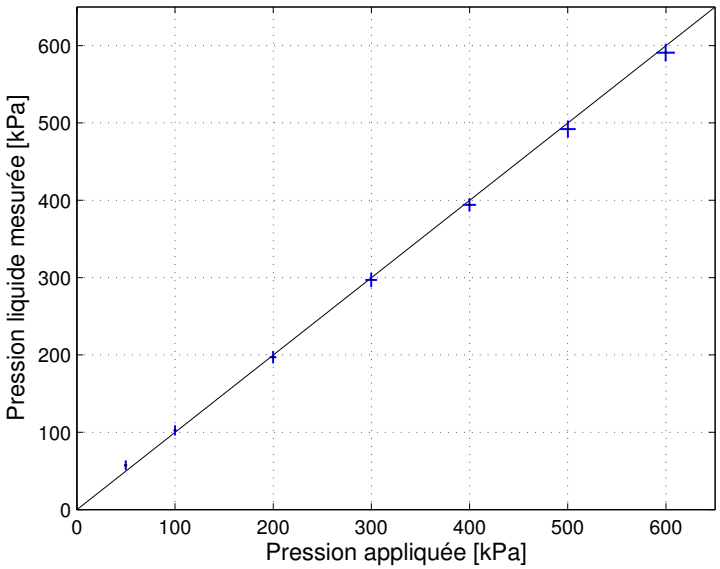

FIGURE 4.15: Pression liquide corrigée en fonction de la pression appliquée sur la cellule compression-perméabilité. Les lignes horizontales (resp. verticales) représentent l'écart type dû à la régulation de la pression (resp. la précision de mesure)

0,2% par degrés Celsius. Pour une consigne de 80°C au piston, la température au niveau du capteur considéré est de 74°C. Dans ces conditions, l'incertitude de mesure à 340 kPa sur la cellule de filtration-compression s'élève à 57,7 kPa (contre 20,7 kPa à température ambiante). La figure 4.16 représente la valeur moyenne de la mesure ainsi que l'incertitude de mesure pour des paliers de pression avec le piston chauffé à 80°C. La précision de mesure est très faible, en particulier pour les pressions importantes.

Nous montrerons par la suite que les valeurs de pression de pore dans le gâteau ne dépassent jamais 500 kPa. Pour cette gamme de pression, les mesures des capteurs de pression liquide sont relativement précises pour toutes les températures opératoires.

4.3 Étude expérimentale de la déshydratation mécanique assistée thermiquement

Ce paragraphe présente le protocole expérimental ainsi que les résultats d'xpériences de déshydratation mécanique assistée thermiquementconduites sur des suspensions de talc et de cellulose. L'influence de la pression et de la température sur l'efficacité de la séparation sera mise en évidence. De plus, l'observation de la pression de pore nous permettra de tirer des conclusions sur la phénoménologie de l'opération à température

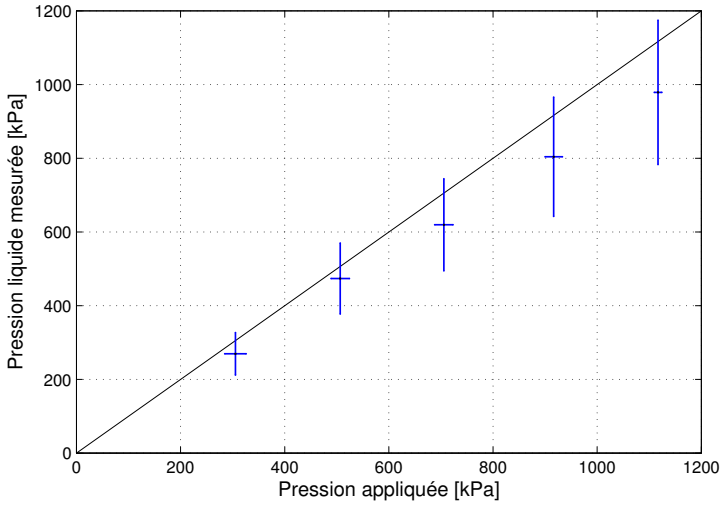

FIGURE 4.16: Pression liquide corrigée en fonction de la pression appliquée sur la cellule de filtration-compression, piston à 80°C. Les lignes horizontales (resp. verticales) représentent l'écart type dû à la régulation de la pression (resp. la précision de mesure)

TABLE 4.3: Compositions des suspensions initiales pour les expériences de déshydratation mécanique.

Masse	Suspension de talc	Suspension de cellulose
Solide	477 g	231 g
Eau	858 g	832 g
NaCl	15,1 g	14,6 g

ambiante et en présence d'un apport de chaleur.

4.3.1 Protocole expérimental

Les suspensions initiales sont préparées à température ambiante. Leurs compositions approximatives sont données dans la table 4.3. Pour chaque expérience, les masses de produits sont pesées avant la mise en suspension. Contrairement aux expérimentations réalisées sur la cellule de compression-perméabilité, l'eau utilisée n'est pas de l'eau osmosée mais de l'eau potable du réseau (dont la conductibilité électrique peut varier à cause d'évolution des espèces dissoutes).

Environ un litre de suspension est versé dans la cellule de filtration-compression. La suspension résiduelle est pesée et sa siccité déterminée après séchage à 105°C dans une étude pendant 24 heures. On dispose ainsi des quantités précises de solide et d'eau dans

l'échantillon initial.

Préalablement, la cellule est remplie d'eau pour remplir la partie inférieure de la cellule, et particulièrement le collecteur sous le support du média filtrant. L'eau est ensuite purgée. Ceci permet de s'assurer que le filtrat n'est pas retenu dans le dispositif au début de la déshydratation. Pour les expériences de déshydratation mécanique assistée thermiquement, le piston est chauffé avant le début de l'expérience. Il est ainsi à la température de consigne au début de l'expérience.

Après l'introduction de la suspension, la presse est mise en route et la pression appliquée sur la suspension. À l'instant où le piston entre en contact avec la suspension, la pression appliquée, mesurée sur le circuit hydraulique, devient supérieure à la pression atmosphérique. Ceci marque le début de l'expérience. La pression de consigne est appliquée en continu jusqu'à ce que la masse de filtrat recueilli et l'épaisseur de l'échantillon ne varient plus.

La masse du gâteau final est mesurée et sa teneur en eau déterminée par séchage en étuve à 105°C. La masse de sel restant dans le gâteau sec est déterminée à partir de la masse d'eau évaporée lors du passage à l'étuve, puis retranchée de la masse sèche mesurée.

4.3.2 Déshydratation mécanique à température ambiante

Après la description du dispositif expérimental et du protocole, ce paragraphe décrit les observations macroscopiques réalisées lors d'expériences à température ambiante. Les mesures de pression liquide, réalisées à l'échelle locale, sont également présentées.

4.3.2.1 Étude macroscopique

La figure 4.17 donne la masse cumulée de filtrat et la pression appliquée pour trois expériences de déshydratations de suspensions de cellulose dans les mêmes conditions opératoires, à savoir 1125 kPa et à température ambiante. On remarque que l'essentiel de la séparation a lieu pendant la phase transitoire initiale alors que la pression de consigne n'a pas encore été atteinte.

On note des écarts importants sur la masse de filtrat recueilli pendant le transitoire au cours des trois expériences. En effet, la mise sous pression de la cellule dépend de la vitesse de déplacement du plateau inférieur sur lequelle la cellule est placée et celle-ci est

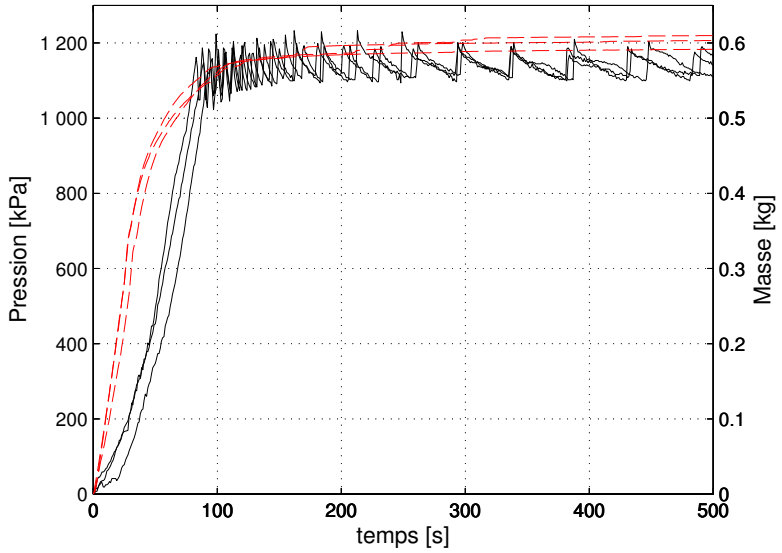

FIGURE 4.17: Masse de filtrat et pression appliquée pendant le début de la déshydratation à 1125 kPa et T_{amb} en fonction du temps. — — Masse de filtrat ; ——Pression appliquée.

TABLE 4.4: Durée moyenne du transitoire initial. Chaque valeur est la moyenne calculée sur différentes expériences effectuées dans les conditions opératoires spécifiées

Conditions opératoires		Durée du transitoire [s]	
Pression (kPa)	Température (°C)	Talc	Cellulose
340	22	60	43
	80	61	49
732	50	92	80
1125	22	109	88
	80	109	94

réglée manuellement, ce qui explique les écarts constatés lors de la mise sous pression. Pour un temps donné, la pression appliquée peut différer de 20 % d'une répétition à une autre, ce qui explique les variations observées sur la masse de filtrat.

Pour une pression appliquée de 1125 kPa, la pression de consigne est atteinte au bout de 90 secondes environ. La durée du transitoire initial dépend de la pression appliquée et du produit traité (cf. table 4.4).

On constate que la température du piston n'a pas d'influence significative sur la du-

rée du transitoire pour les suspensions de talc. Pour les suspensions de cellulose, pour une consigne de 340 kPa, l'écart type sur la durée du transitoire est de l'ordre de 3 secondes. Vu les différences de durée du transitoire, on peut là aussi considérer que la température n'a pas d'effet significatif.

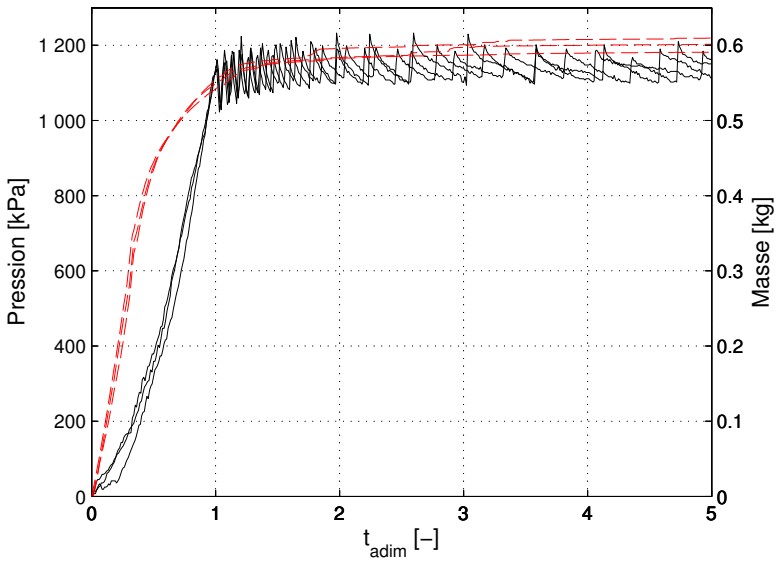

FIGURE 4.18: Masse de filtrat et pression appliquée au début de la déshydratation à 1125 kPa et température ambiante en fonction du temps adimensionné. — — Masse de filtrat ; —Pression appliquée.

De manière à comparer les expériences effectuées comme sur la figure 4.18, les résultats seront représentés selon une échelle de temps adimensionné, notée t_{adim}, obtenu en divisant le temps par la durée du transitoire.

L'utilisation de cette échelle de temps permet d'éliminer une part très importante des écarts entre les répétitions effectuées dans les mêmes conditions opératoires. Ainsi ces écarts sont bien causés par des problèmes de répétabilité de la montée en pression plus que par une non-homogénéité des suspensions initiales.

L'influence de la pression appliquée sur la masse de filtrat extrait du milieu est présentée sur la figure 4.19 pour des suspensions de talc et sur la figure 4.20 pour des suspensions de cellulose.

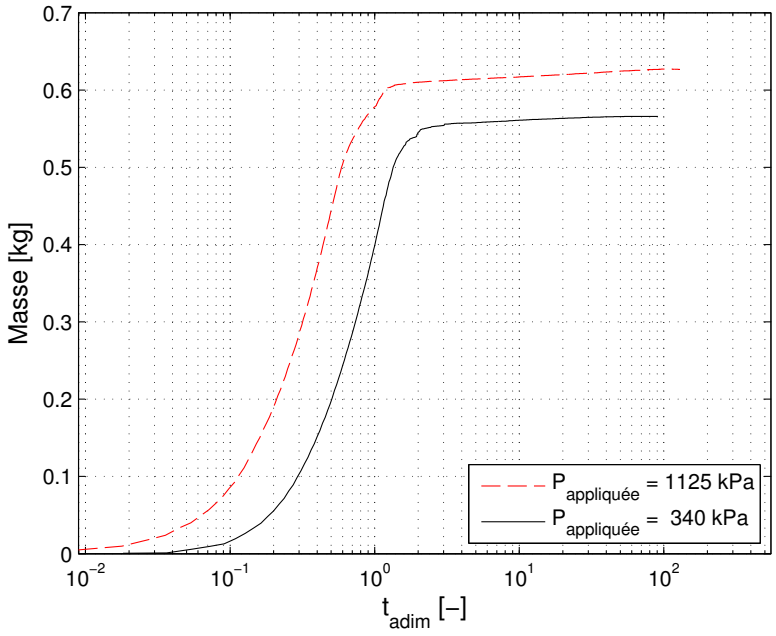

FIGURE 4.19: Masse de filtrat pendant la déshydratation mécanique de suspensions de talc à 340 et 1125 kPa à température ambiante.

Les irrégularités observées sur ces courbes, comme par exemple à t_{adim}=2 sur la courbe à $P_{appliquée}$=340 kPA de la figure 4.19, sont dues à des accumulations transitoires de liquide dans le tuyau reliant le bas de la cellule au récipient dans lequel le filtrat est recueilli. Même si ces variations sont gênantes pour la quantification de la valeur du débit en début de consolidation, elles n'ont aucune influence sur la séparation proprement dite.
Dans tous les cas, la masse de filtrat recueilli augmente fortement pendant toute la phase transitoire ainsi qu'au début de la phase à pression appliquée constante. Comme attendu, la masse de filtrat et donc le taux de séparation, défini comme le pourcentage d'eau extrait, augmentent avec la pression appliquée.
Une fois la pression de consigne atteinte, le débit de filtrat diminue et la masse de filtrat finit par atteindre un palier, dont la valeur dépend de la pression appliquée sur le milieu poreux. Ce palier correspond à la consolidation limite déjà relevée lors de la détermination des propriétés rhéologiques des produits. L'augmentation de la pression de consigne de 340 à 1125 kPa permet un gain de 10 % sur la quantité d'eau séparée pour le talc et de 20 % pour la cellulose.

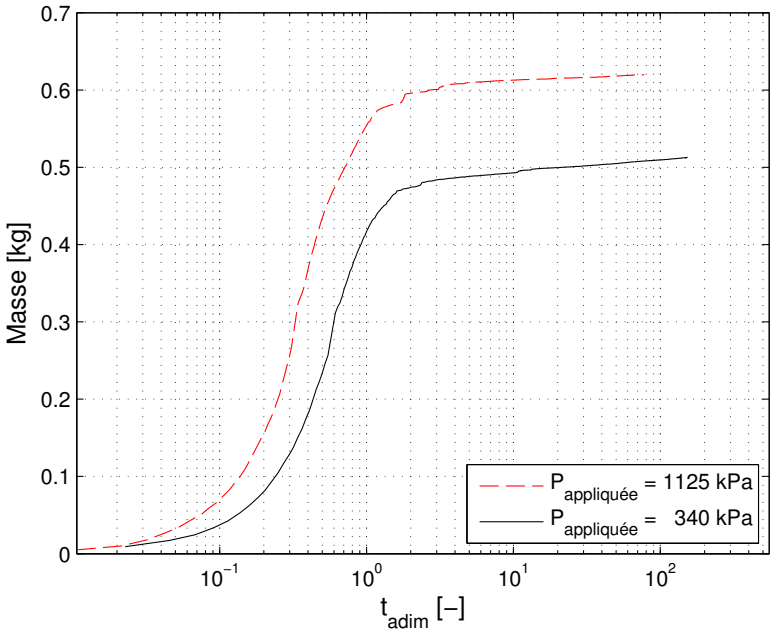

FIGURE 4.20: Masse de filtrat pendant la déshydratation mécanique de suspensions de cellulose à 340 et 1125 kPa à température ambiante.

4.3.2.2 Suivi de la pression de pore

La figure 4.21 donne la pression appliquée, l'épaisseur de l'échantillon ainsi que la pression liquide mesurée à 5, 10, 15 et 20 mm du média filtrant pour une expérience de déshydratation d'une suspension de talc à température ambiante et à 1125 kPa. Rappelons que, dans ces conditions opératoires, l'incertitude de mesure sur la pression de pore est de 20,7 kPa. Les mesures de pression de pore présentées sur cette figure, et les variations observées, sont ainsi significatives.

Lors de la filtration, la croissance du gâteau peut être suivie par les mesures de pression liquide. En effet, tant que les capteurs sont en contact avec la suspension, les particules sont isolées dans l'eau et la pression solide est inexistante. La pression mesurée est donc identique à la pression appliquée. Dans le gâteau, les particules sont en contact les unes avec les autres, formant ainsi un milieu poreux. L'écoulement du liquide est donc freiné et la perte de charge résultante entraîne une baisse de la pression liquide par rapport à la pression appliquée par la presse. Ainsi, quand la surface supérieure du gâteau atteint la position d'un capteur, la pression mesurée devient la pression de pore et sa valeur est inférieure à la pression appliquée. On peut alors obtenir une évaluation indirecte de l'épaisseur du gâteau via les mesures de pression liquide. La figure 4.21

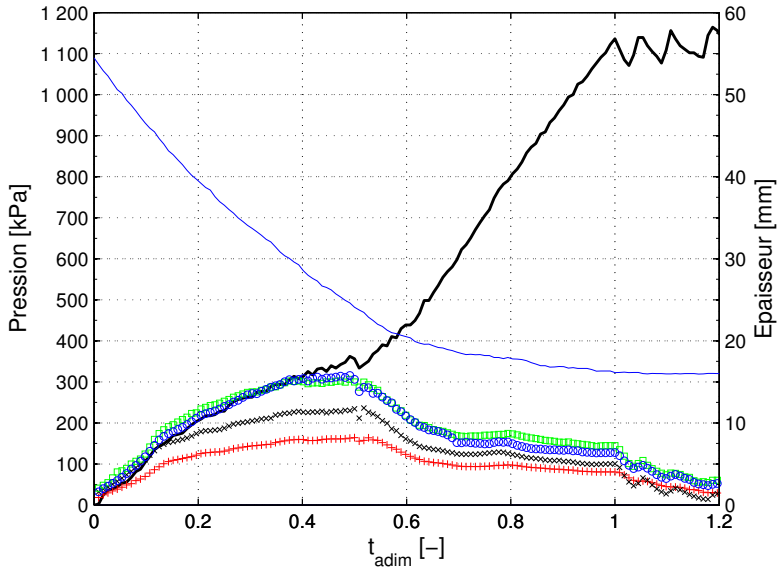

FIGURE 4.21: Pression appliquée et liquides pendant la déshydratation mécanique de suspension de talc à 1125 kPa. — épaisseur ; — Pression appliquée ; + P_{liq} à 5 mm du filtre ; × P_{liq} à 10 mm du filtre ; ○ P_{liq} à 15 mm du filtre ; □ P_{liq} à 20 mm du filtre.

indique que le gâteau atteint une épaisseur de 10 mm pour t_{adim}=0.12 et une épaisseur de 15 mm à t_{adim}=0.4.

Parallèlement à la croissance du gâteau, l'épaisseur totale de l'échantillon diminue du fait de l'élimination de l'eau. La transition entre la filtration et la compression se produit pour t_{adim} de l'ordre de 0,5. Toutes les pressions liquides sont alors inférieures à la pression appliquée et leurs valeurs diminuent pendant que l'épaisseur du gâteau tend vers une asymptote horizontale.

Entre le début de la compression et la fin de la mise en pression, les pressions de pore dans l'échantillon diminuent alors que la pression appliquée sur les gâteaux augmente. De plus, la valeur du gradient de pression liquide diminue elle aussi. Ainsi pour des valeurs comprises entre 160 kPa à 5 mm du filtre et 300 kPa à 15 mm au moment de la transition filtration-compression, la pression de pore atteint 100 kPa à 5 mm du filtre et 150 kPa à 15 mm du filtre à la fin du transitoire.

Il convient de noter que la mesure de la pression liquide à 20 mm du média filtrant est entachée d'erreur à partir d'un temps réduit de 0,5. En effet, l'épaisseur du gâteau devient alors inférieure à 22 mm et la section du capteur est partiellement occultée par

le piston. La pression relevée n'est alors plus représentative de la pression de pore dans le du gâteau, mais correspond à la pression résiduelle dans l'entrefer entre le piston et la paroi verticale de la chemise.

Une fois la pression de consigne atteinte, les pressions liquides diminuent fortement. De plus, les oscillations sur la pression appliquée, dues au système de régulation de la presse hydraulique, sont observables au niveau des mesures de la pression liquide, signe qu'il reste une quantité non négligeable d'eau dans le milieu poreux et que celui-ci est encore relativement élastique.

Pour $t_{adim} > 1{,}2$, les pressions liquides mesurées par l'ensemble des capteurs deviennent faibles. Le gâteau a alors terminé sa déformation visqueuse et la suite de l'opération entrainera des taux de déformation très faibles.

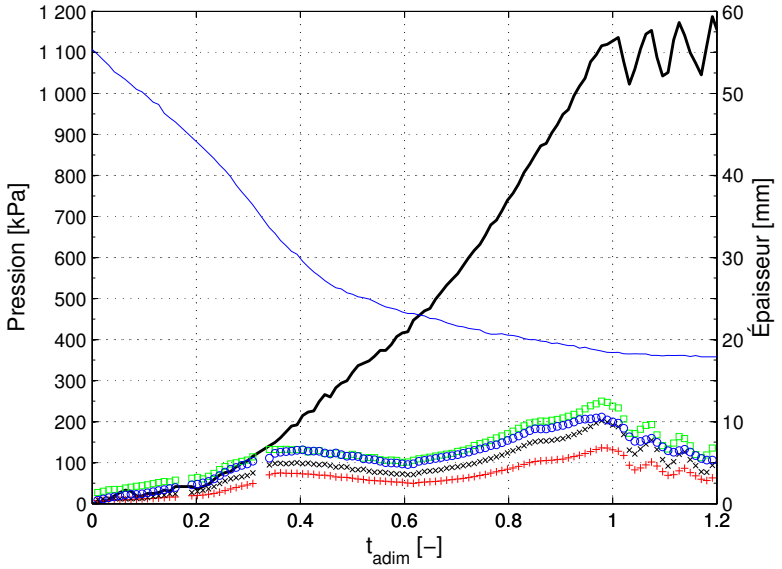

FIGURE 4.22: Pression appliquée et liquides pendant la déshydratation mécanique de suspension de cellulose à 1125 kPa. — épaisseur ; — Pression appliquée ; + P_{liq} à 5 mm du filtre ; × P_{liq} à 10 mm du filtre ; ○ P_{liq} à 15 mm du filtre ; □ P_{liq} à 20 mm du filtre.

Les mêmes données sont tracées sur la figure 4.22 pour une suspension de cellulose. On constate que les pressions liquides mesurées deviennent inférieures à la pression appliquée plus rapidement que dans le cas du talc, signe d'une croissance plus rapide du gâteau. Ainsi, on peut considérer que le gâteau atteint une épaisseur de 20 mm pour

$t_{adim} \simeq 0,33$. L'étape de filtration dure moins longtemps que dans le cas du talc, la transition vers la consolidation se produisant pour $t_{adim} \simeq 0,4$.

Après une augmentation pendant la filtration, les pressions de pore diminuent jusqu'à t_{adim}=0,6, avant de ré-augmenter sur l'ensemble de l'épaisseur du gâteau jusqu'à la fin de la montée en pression. Cette augmentation est plus marquée à proximité du piston, d'où une légère augmentation du gradient de pression de pore dans le gâteau entre t_{adim}=0,6 et t_{adim}=1.
Comme pour le talc, une fois la pression de consigne atteinte, la régulation de la presse hydraulique entraîne une oscillation de la pression appliquée autour de la valeur cible. La pression de pore diminue alors rapidement tout en oscillant avec la régulation de la pression appliquée. Pour les temps plus longs, la pression de pore devient négligeable une fois le gâteau consolidé.

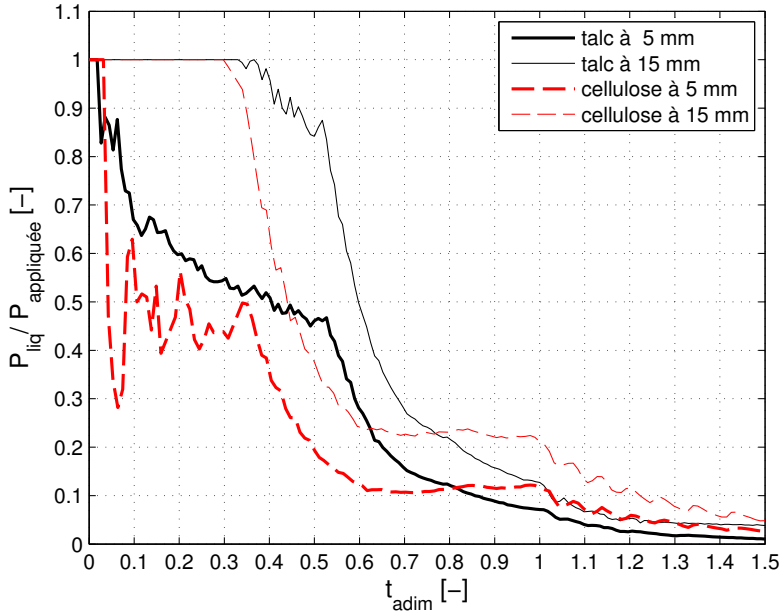

FIGURE 4.23: Comparaison des pressions liquides réduites dans l'échantillon pour la déshydratation de suspension de talc et de cellulose à 1125 kPa et température ambiante.

La figure 4.23 permet de comparer les pressions liquides à 5 et 15 mm du filtre pour les deux produits pour les expériences décrites précédemment. À un instant donné, la pression appliquée par le piston étant différente dans les deux expériences, les pressions de pore ont été adimensionnées en les divisant par la valeur de la pression appliquée.

On observe que la croissance du gâteau de talc est plus lente que celle du gâteau de cellulose. Le talc forme des gâteaux plus compacts (cf. paragraphe 3.5), qui s'opposent plus à la filtration. L'écoulement étant plus freiné, la croissance est plus ainsi lente.

Les ruptures de pente observées pour t_{adim}=0,35 pour la cellulose et t_{adim}=0,53 pour le talc sont dues à la transition entre les phases de filtration et de consolidation. Le champ de pression liquide, qui s'établit lors de la filtration dans les gâteaux, diminue fortement lorsque le piston commence à déformer le gâteau.
Pendant la phase de compression, et au fur et à mesure que la pression de pore disparaît, le gradient de pression liquide dans le gâteau s'atténue. Ce phénomène est plus rapide pour les gâteaux de talc. Dans le cas de gâteaux de cellulose, le gradient de pression de pore persiste, les pressions de pore réduites se maintenant à une valeur plus ou moins constante pendant la compression.
Les mesures ainsi traitées sont analogues, pour la filtration, à celles présentées par Tarleton (2008). La phase de compression est quant à elle analogue à celles données par Sedin *et al.* (2003) pour des expériences similaires. Dans les deux cas, l'adimensionnement des pressions de pore permet de retrouver le comportement habituellement observé lors d'une filtration à pression constante.

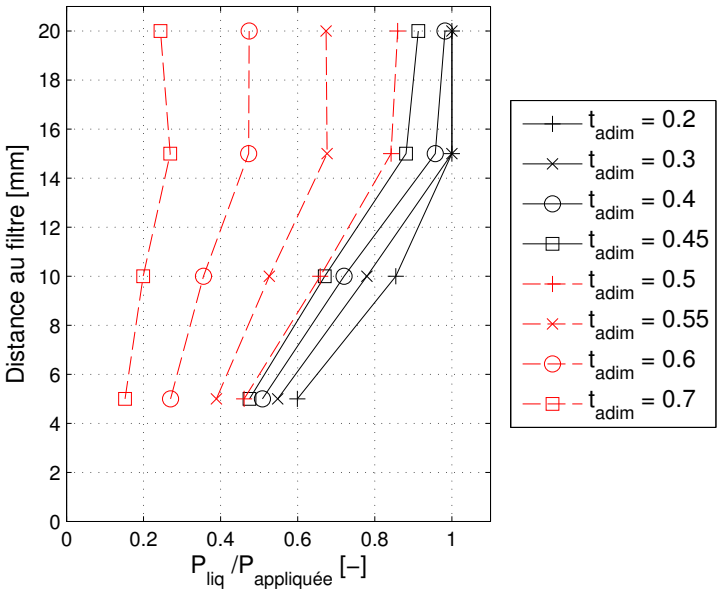

FIGURE 4.24: Profils de pression liquide dans un échantillon de talc déshydraté à 1125 kPa et température ambiante.

Les profils de pression liquide sont tracés sur la figure 4.24 pour la suspension de talc et 4.25 pour la suspension de cellulose pour différentes valeurs de t_{adim}. Dans les deux cas, la déshydratation est effectuée à température ambiante pour une pression de consigne de 1125 kPa.

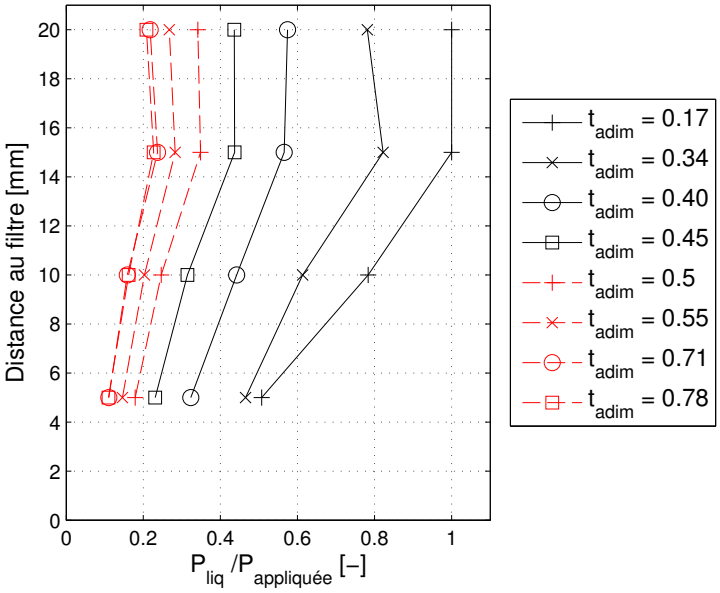

FIGURE 4.25: Profils de pression liquide dans un échantillon de cellulose déshydraté à 1125 kPa et température ambiante.

L'incertitude de mesure n'a pas été représentée. Cependant, pour t_{adim} =0,4, l'incertitude est de 11 kPa au média filtrant et 14 kPa vers le sommet du gâteau, soit en terme de pression réduite, des valeurs respectives de 0,055 et 0,07. Pour t_{adim} =0,7, l'incertitude diminue à 3 kPa pour tous les capteurs soit 0,015 en terme de pression réduite. Cette incertitude est donc négligeable.

Pendant la filtration, la pression liquide est au plus bas à proximité du média filtrant, c'est à dire dans la zone où les particules sont les plus tassées les unes contre les autres. Le liquide arrivant à ce niveau ayant subi les interactions avec les couches supérieures du gâteau, sa pression est nécessairement minimale. À mesure que la filtration progresse, l'épaisseur du gâteau augmente, ainsi que la perte de charge subie par le liquide. Ceci explique la diminution de la pression liquide réduite à 5 mm du filtre pendant la filtration. Dans la suspension au dessus du gâteau, la pression du liquide est égale à la pression appliquée. Ces données sont en accord avec les résultats de Tarleton

(2008). Quand le sommet du gâteau entre en contact avec le piston, une partie de la pression appliquée est immédiatement transférée vers les particules en contact, ce qui entraîne une diminution de la pression dans le liquide au voisinage du piston. Le ratio $P_l/P_{appliquée}$ devient alors inférieur à 1. On rappellera que la transition entre la filtration et la compression a pu être située approximativement à t_{adim}=0,35 pour la cellulose et t_{adim}=0,5 pour le talc.

Au cours de la compression, la pression réduite diminue, tout comme le gradient de pression liquide dans le gâteau. Pour un temps réduit supérieur à 0,7, le gradient de pression de pore tend à disparaitre presque entièrement.

Dans le cas de la cellulose, le gradient de pression de pore réduit se stabilise à partir de t_{adim}=0,6 jusqu'à la fin du transitoire, avant de disparaitre une fois la pression de consigne atteinte. Ceci doit être mis en relation avec la plus grande compressibilité de la cellulose notée précédemment. Ainsi, pour une même contrainte appliquée, les gâteaux de cellulose contiennent plus d'eau que les gâteaux de talc. Une fois la pression solide appliquée, cette eau est évacuée sur une durée plus longue que dans le cas du talc, d'où la persistance du gradient de pression liquide. Ce comportement est cohérent avec les mesures de déformation présentées au chapitre précédent.

La persistance du gradient de pression de pore entre les deux faces du gâteau pendant la compression peut s'expliquer par une perméabilité plus faible du gâteau au niveau du filtre qui freinerait l'écoulement et augmenterait donc la pression dans la partie supérieure du gâteau. Ce qui est cohérent avec les différences d'évolution de la perméabilité des deux produits avec la solidosité, la compression du milieu entraînant une variation plus importante de la perméabilité dans le cas de la cellulose.

Dans le cas du talc, le gâteau de filtration est compact et le peu d'eau disponible est rapidement retiré par la compression, les gains réalisés étant relativement faibles. A 1125 kPa, la compression permet de retirer 0,4 kg d'eau par kg de matière sèche (entre la fin de la filtration et l'équilibre mécanique) contre à peu près 1 kg d'eau par kg de matière sèche éliminé pendant la filtration.
Dans le cas de la cellulose, le gâteau subit une compression importante qui fait diminuer de manière importante la teneur en eau, on observe ainsi la séparation de 1,2 kg d'eau par kg de matière sèche.

4.3.3 Déshydratations mécaniques assistées thermiquement

Après l'étude de l'opération à température ambiante, ce paragraphe s'intéresse à l'influence de l'apport d'énergie thermique. On montrera dans un premier temps les modifications causées par l'intensification thermique, et plus particulièrement les gains obtenus sur la quantité de liquide expulsée du milieu poreux. L'établissement du régime thermique sera ensuite étudié de manière à délimiter son influence dans le temps. Enfin, l'influence de la température sur les pressions liquides locales sera déterminée.

4.3.3.1 Mise en évidence de l'influence de la température sur les grandeurs macroscopiques

La figure 4.26 donne les masses de filtrat en fonction du temps réduit pour des suspensions de talc déshydratées à 340 et 1125 kPa, à température ambiante ou avec un piston chauffé à 80°C.

Sur la durée du transitoire, les écarts entre les flux de filtrat obtenus avec et sans assistance thermique sont de l'ordre de grandeur des écarts entre les différentes répétitions d'une même expérience.

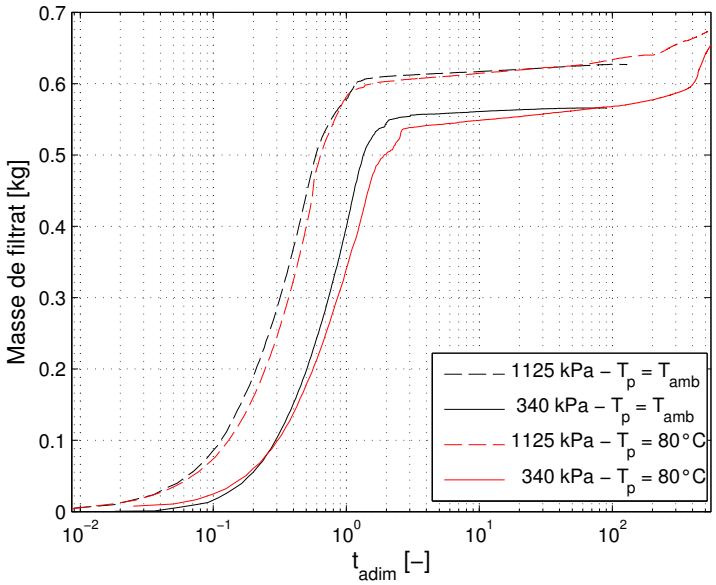

FIGURE 4.26: Masse de filtrat éliminé lors d'expériences de déshydratation de suspension de talc.

L'influence de la température sur la séparation est donc négligeable pour les temps courts. Les modifications dues à la température ne sont visibles qu'à partir de t_{adim}=70 pour une pression de consigne de 1125 kPa et t_{adim}=50 pour une pression de consigne de 340 kPa.
Avec une assistance thermique, on observe, à partir de t_{adim}=200 à 1125 kPa ou t_{adim}=400 à 340 kPa, une déshydratation supplémentaire.

Pour les conditions opératoires étudiées, l'augmentation de la quantité de liquide extrait grâce à l'assistance thermique est cependant faible par rapport au gain obtenu par l'augmentation de la pression appliquée. Ces résultats sont en accord avec ceux des études précédentes (Mahmoud *et al.*, 2008).

L'évolution de la teneur en eau des échantillons en fonction du temps, présentée sur les figures 4.28 pour la cellulose et 4.27 pour le talc, permet de confirmer l'absence d'effet de l'assistance thermique aux temps courts.

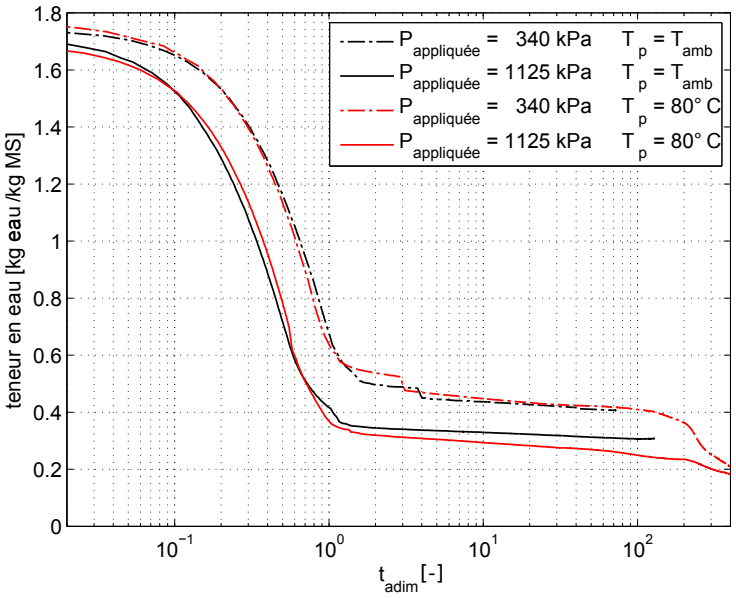

FIGURE 4.27: Cinétiques de déshydratation de suspensions de talc.

Pour les expériences conduites avec un piston à 80°C et des suspensions de talc, on remarque qu'une faible diminution de la teneur en eau persiste pour t_{adim}>1 pour l'expérience conduite à 1125 kPa. Ce phénomène est lié à l'influence de la température sur la compressibilité du milieu poreux. À mesure que le milieu est réchauffé, le module d'élasticité diminue. Ainsi pour une contrainte identique, la solidosité augmente et une masse d'eau plus importante est extraite du milieu poreux. Les mesures de déformation

ont montré que l'effet de la température est surtout sensible pour les plus grandes pressions appliquées, ce qui justifie que ce phénomène ne soit pas visible sur les cinétiques obtenues à 343 kPa.

Pour la cellulose, lors du début de l'application d'une contrainte constante, on note une variation légèrement plus rapide de la teneur en eau à 80 degrés Celsius qu'à température ambiante, en particulier pour les compressions à 340 kPa. L'écoulement additionnel est cependant faible, ce qui est en accord avec les observations réalisées lors de l'étude de la déformation des gâteaux. Comme pour le talc, les gains obtenus grâce à l'augmentation de la pression appliquée sont plus importants que ceux causés par l'assistance thermique.

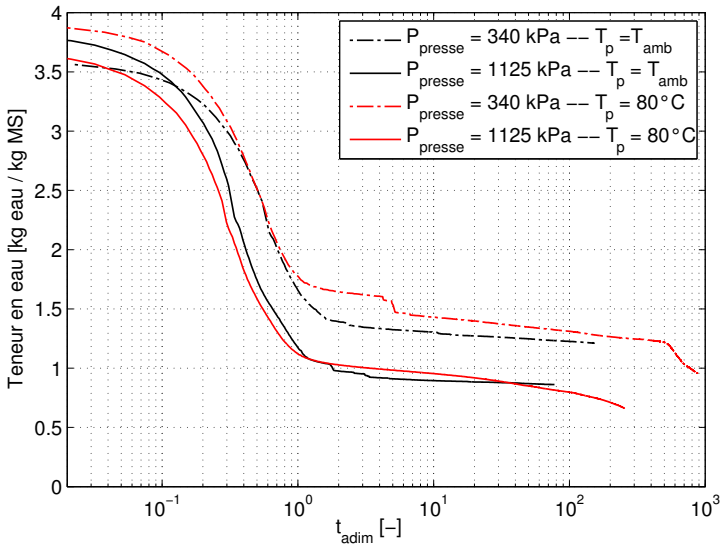

FIGURE 4.28: Cinétiques de déshydratation de suspensions de cellulose.

Enfin, pour des temps plus longs de l'ordre de 1,5 à 2.10^4 secondes, on observe une augmentation franche du débit de filtrat extrait (cf. figure 4.29). Ce flux est d'autant plus important que la pression de consigne est faible. Ce phénomène est visible pour les deux produits étudiés pour une pression de 340 kPa, bien que plus marqué pour le talc. Pour une consolidation à 1125 kPa ce phénomène est absent pour les suspensions de cellulose.

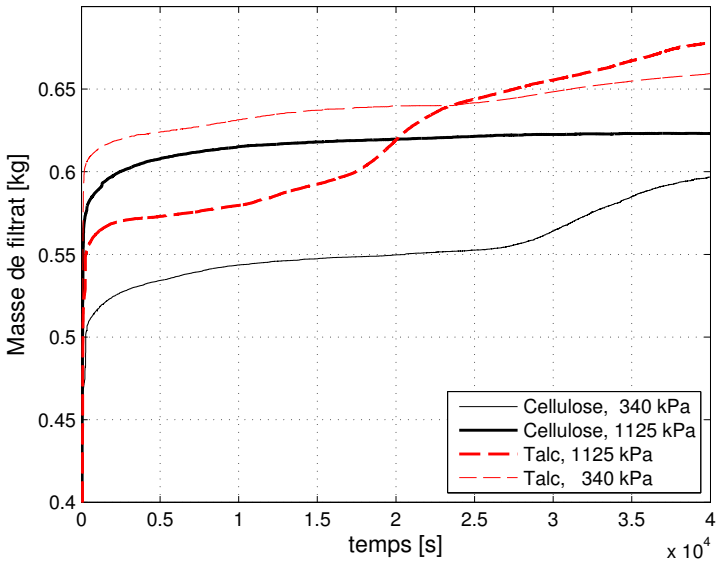

FIGURE 4.29: Masse de filtrat éliminé lors d'expériences de déshydratations de suspensions de talc ou de cellulose à 80°C.

4.3.3.2 Caractérisation des transferts de chaleur dans les milieux poreux

L'écoulement additionnel observé résulte de phénomènes induits à l'échelle locale par les transferts de chaleur. Un calcul de temps caractéristique a donc été effectué pour estimer le temps nécessaire pour élever d'un degré Celsius la température de la face inférieure du gâteau.

Pendant la phase de filtration, le système peut être représenté comme une plaque maintenue à température constante en contact avec la suspension qui reste immobile. En effet, celle-ci est poussée par le piston vers le média filtrant et la vitesse relative de la suspension par rapport au piston est nulle. Le temps nécessaire à l'énergie pour diffuser du piston vers la suspension dépend de la teneur en solide de la suspension et des propriétés thermiques de ses constituants (évaluées dans la partie 3.1.2 page 52). La conductivité thermique de la suspension est une fonction de l'arrangement des particules solides dans la suspension. Les deux modèles série et parallèle ont été utilisés pour calculer la conductivité thermique effective de la suspension saturée. Selon le modèle choisi, la conductivité thermique effective est comprise entre 0,43 et 0,54 $W.m^{-1}.K^{-1}$.

Le temps caractéristique de diffusion s'écrit :

$$t_{diff} = \frac{\rho \, Cp \, L^2}{\lambda}$$

Où L est la dimension caractéristique. Pour une teneur en eau de 3,59 kg d'eau par kg de matière sèche, on obtient un temps de diffusion compris entre 6,8 et 8,4 secondes pour une épaisseur d'un millimètre. Les durées de filtration étant comprises entre 30 et 40 secondes pour les deux suspensions, celles-ci ne sont guère chauffées pendant cette période.

À partir du moment où le gâteau entre en contact avec le piston, le temps nécessaire pour chauffer le liquide peut être calculé à partir du nombre de Peclet et du temps caractéristique de diffusion thermique dans la phase liquide. Le nombre de Peclet est défini par

$$Pe = \frac{V_l L}{a_l}$$

Avec a le coefficient de diffusion thermique et V_l la vitesse su liquide. À l'échelle macroscopique, la dimension caractéristique est égale à l'épaisseur de l'échantillon. Avec la vitesse du liquide calculée à partir des données expérimentales, le nombre de Peclet vaut 60,1. Dans ces conditions, la convection thermique domine sur la diffusion. L'augmentation de la température pendant les premiers temps de la compression est donc principalement causée par la circulation de l'eau à travers le milieu poreux.

Le temps caractéristique de diffusion dans les conditions de l'expérience vaut 5268,5 secondes. Comme le nombre de Peclet représente le rapport entre le temps caractéristique de convection et le temps caractéristique de conduction, on en déduit que le temps caractéristique de convection est de 87.4 secondes. Ajouté à la durée de la phase de filtration (d'au moins 30 secondes), ce temps caractéristique, d'au moins 117 secondes, permet de définir le temps au bout duquel la température de la face inférieure du gâteau augmente d'un degré Celsius.

Ainsi, d'un point de vue théorique, l'augmentation de la température au filtre n'apparaît donc qu'au bout d'un temps supérieur à deux minutes. La figure 4.30 montre l'évolution de la température au centre du filtre, mesurée à l'aide d'un thermocouple fin, au cours d'une déshydratation mécanique assistée thermiquement d'une suspension de cellulose à 1125 kPa à une température de 80°C. La température du milieu poreux au niveau du filtre reste constante jusqu'à 140 secondes, ce qui valide les calculs précédents. D'un point de vue macroscopique, l'assistance thermique n'est donc pas visible pendant la première partie de l'opération.

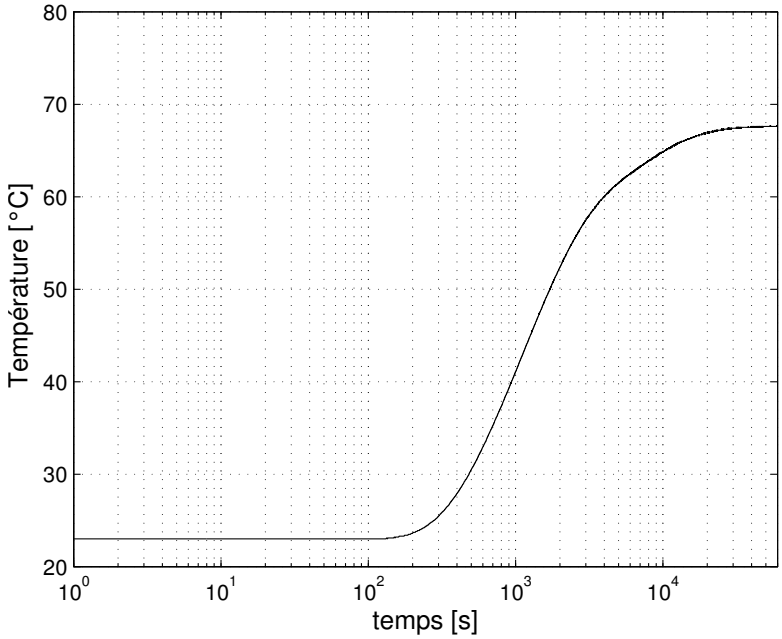

FIGURE 4.30: Température au centre du filtre pendant une déshydratation mécanique assistée thermiquement d'une suspension de cellulose à 1125 kPa et 80°C.

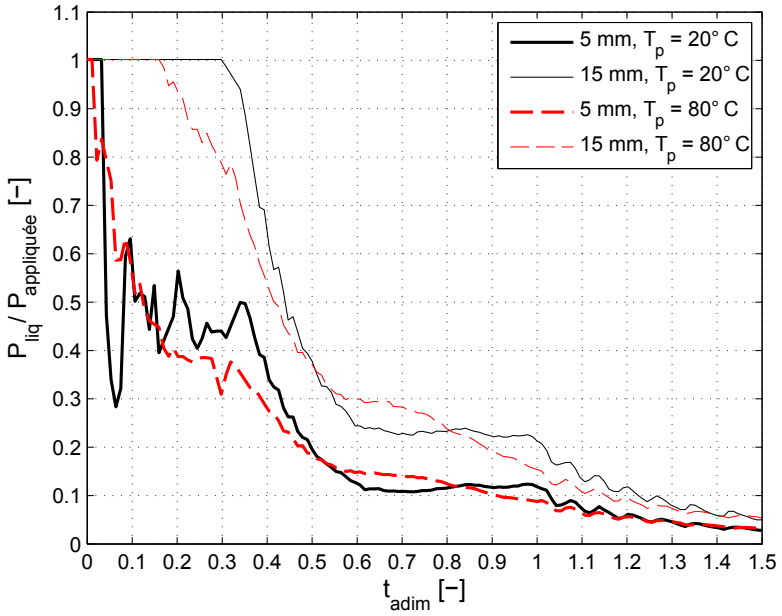

FIGURE 4.31: Pressions liquides réduites pendant la déshydratation mécanique de suspensions de cellulose à 1125 kPa. Comparaison entre le procédé isotherme et assisté thermiquement à 80°C

La figure 4.31 montre l'évolution de la pression liquide pour des suspensions de cellulose déshydratées à 1125 kPa. Les valeurs obtenues pour une expérience réalisée à température ambiante sont superposées à celles mesurées lors d'une expérience réalisée avec le piston chauffé à 80°C. Sur les 150 premières secondes, c'est-à-dire le transitoire initial ainsi que le début de la consolidation, l'assistance thermique n'a pas d'effet significatif sur le déroulement de l'opération, l'écart entre les pressions liquides réduites relevées dans les deux cas étant inférieur à la précision de mesure.

Pour les temps plus longs ($t_{adim} > 2$), l'augmentation de température est graduelle, le milieu n'étant à l'équilibre qu'au bout de 4.10^4 secondes, temps au bout duquel la température au filtre se stabilise à 68°C (cf. figure 4.30). Ce temps correspond à l'apparition de l'écoulement additionnel observé lorsque l'opération est intensifiée (cf. paragraphe 4.3.3.1).

4.3.3.3 Influence de la température à l'échelle locale

Au cours de la consolidation du milieu poreux, la pression liquide dans le gâteau tend à disparaître (cf. figure 4.31). Dans le cas d'expériences réalisées à température ambiante, la dissipation de la pression de pore est définitive.

La figure 4.32 donne les valeurs de la pression de pore à 5 et 15 mm dans un gâteau de talc consolidé à 1125 kPa avec un piston à 80°C. Dans ces conditions, le gâteau a une épaisseur de 19,5 mm.

Après la disparition du gradient de pression de pore suite à la consolidation initiale, la pression liquide relevée au sommet du gâteau augmente en présence d'une assistance thermique, la pression de pore à proximité du filtre n'étant pas modifiée dans un premier temps.

Cette augmentation de la pression de pore entraîne la réapparition d'un gradient de pression dans la phase liquide entre les deux faces des gâteaux, comme le montre les figures 4.33 (pour les gâteaux de cellulose) et 4.34 (pour des gâteaux de talc).

L'amplitude de ce gradient est plus importante pour les gâteaux de talc, et lorsque la pression appliquée sur le milieu poreux est plus faible.

Quelques mesures de température effectuées grâce à l'intrusion d'un thermocouple au niveau du filtre montrent que l'écoulement additionnel apparaît quand l'équilibre

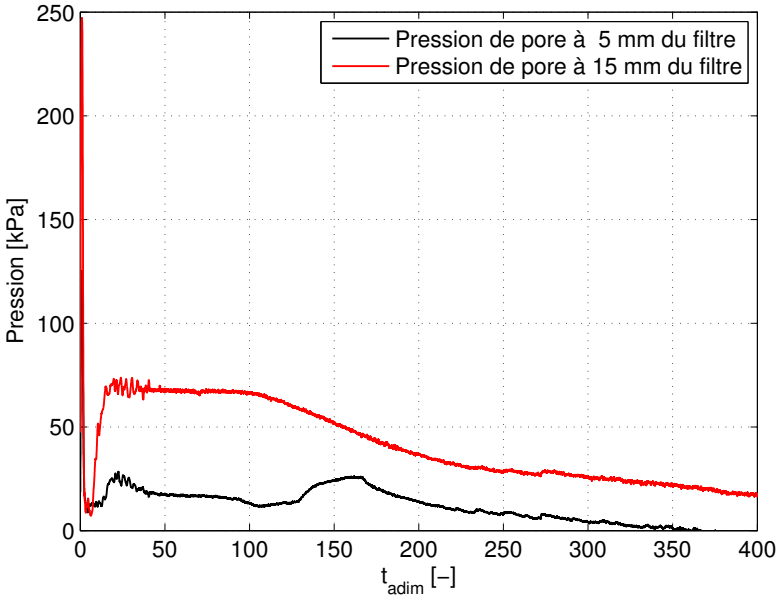

FIGURE 4.32: Pressions de pore dans un gâteau de talc consolidé à 1125 kPa et chauffé à 80°C

thermique au bas du gâteau est atteint (cf. figure 4.35).

D'après les mesures effectuées, il apparaît que la phase liquide est mise sous pression dans le gâteau. L'augmentation de la température entraîne la diminution de la masse volumique du liquide dans le gâteau. La partie inférieure du gâteau n'étant pas réchauffée dans un premier temps, le gradient ainsi créé ne peut pas se dissiper par l'écoulement du liquide. En effet la partie inférieure du gâteau reste plus froide : la viscosité de l'eau et la perméabilité du gâteau sont moins favorables à l'écoulement. Le flux de filtrat est ainsi limité et la pression de pore augmente dans la partie supérieure du gâteau.

Avec le temps, la température de la face inférieure du gâteau augmente et les conditions deviennent alors plus favorables à l'écoulement, d'où l'écoulement additionnel couplé à la dissipation du gradient de pression de pore qui est observé pour les temps longs.

Ce phénomène n'est cependant pas général. Ainsi, pour les gâteaux de cellulose comprimés à 1125 kPa, le gradient de pression de pore réapparaît bien suite à l'augmentation de la température mais sa disparition est beaucoup plus lente et n'entraîne pas d'écoulement additionnel. On pose l'hypothèse que l'eau se lie plus intimement à la cellulose qu'au talc. La fraction d'eau libre restant dans le gâteau fortement comprimé

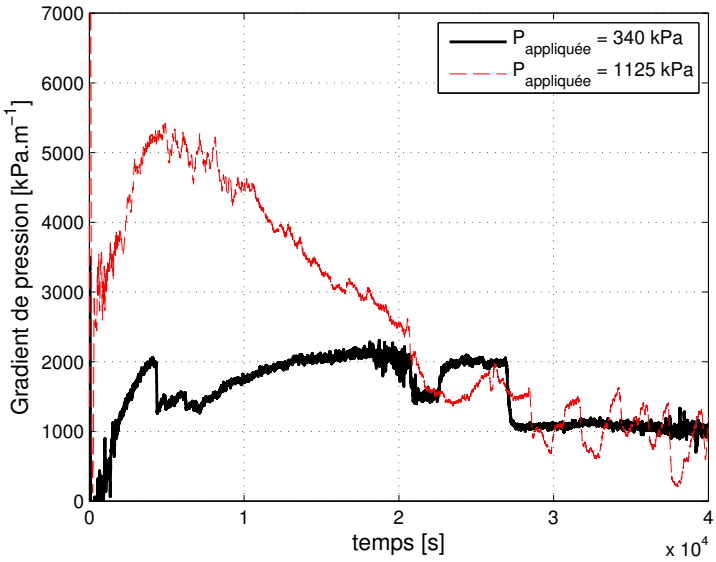

FIGURE 4.33: Gradient de pression liquide dans un gâteau de cellulose pour une température de piston de 80°C.

est donc plus limitée dans le cas de la cellulose. Dans ce cas, les conditions opératoires ne permettent pas l'établissement d'un gradient suffisamment important pour entraîner l'écoulement visible pour les gâteaux de talc et les gâteaux de cellulose moins comprimés.

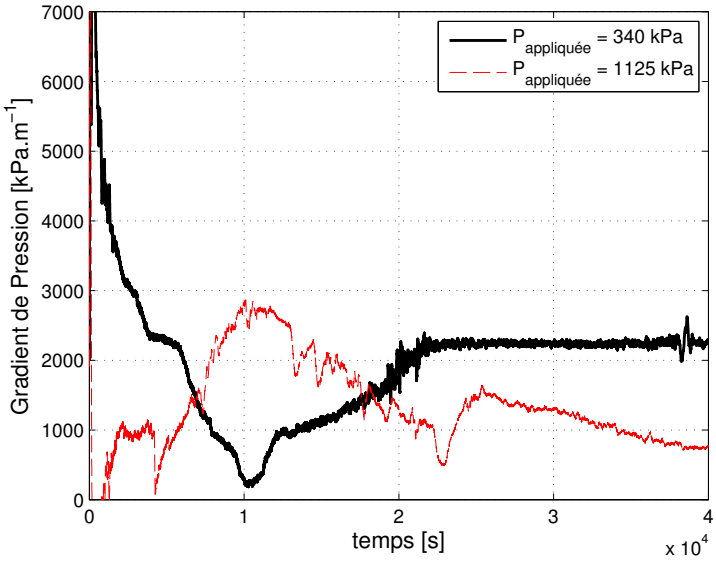

FIGURE 4.34: Gradient de pression liquide dans un gâteau de talc pour une température de piston de 80°C.

Cette hypothèse peut être confirmée par les résultats d'expériences conduites à 732 kPa et 50°C (cf. figure 4.36). Au temps court ($t_{adim}<1$), la déshydratation à 732 kPa permet d'atteindre une teneur en eau intermédiaire à celles atteintes à 340 et 1125 kPa. Cependant, le travail en température ne permet pas de diminuer la teneur en eau aux temps longs comme pour les expériences conduites à 80°C. Enfin, l'équilibre est atteint pour un temps équivalent à celui observé lors des expériences à température ambiante. L'effet de la température sur la déshydratation des suspensions étudiées est donc principalement opérant au dessus de 50°C.

Ainsi, l'assistance thermique permet des gains non négligeables sur l'opération de déshydratation mécanique. Pour un gâteau de talc déshydraté mécaniquement à 1125 kPa, l'assistance thermique permet de déplacer la teneur en eau finale de 0,3 à 0,16 kg d'eau par kg de matière sèche. Les données pour les autres conditions opératoires sont rapportées dans le tableau 4.5.

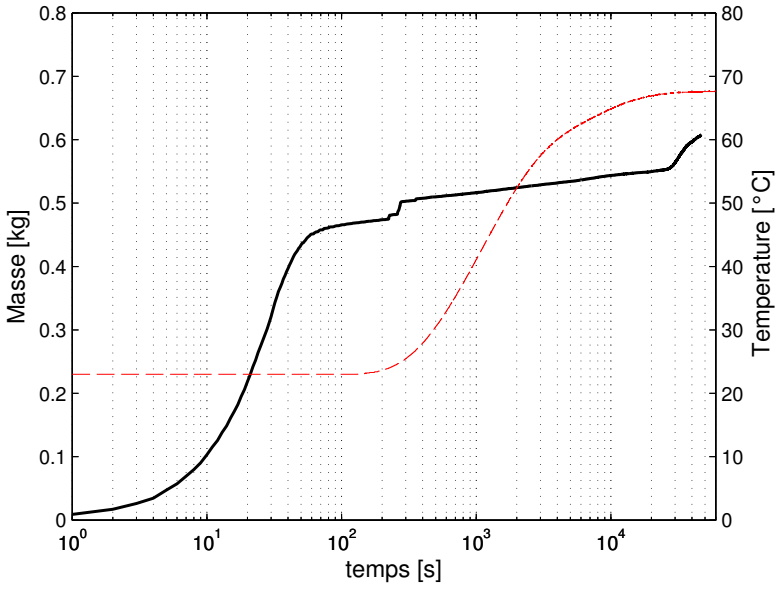

FIGURE 4.35: Température au centre du filtre et masse de filtrat récupéré pendant une déshydratation mécanique assistée thermiquement d'une suspension de cellulose à 1125 kPa et 80°C.

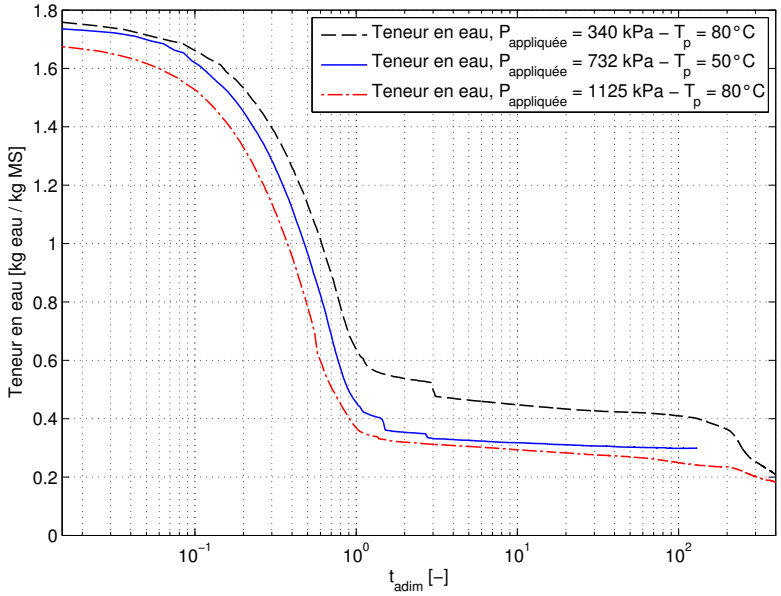

FIGURE 4.36: Cinétique de déshydratation de suspensions de talc dans le procédé intensif

TABLE 4.5: Teneur en eau de suspension de talc et de cellulose déshydratées, selon les conditions opératoires.

	Talc		Cellulose	
Pression	T_{amb}	80°C	T_{amb}	80°C
340 kPa	0,40	0,25	1,21	0,96
1125 kPa	0,31	0,16	0,86	0,66

4.4 Conclusion sur l'étude expérimentale

La cellule de filtration compression utilisée pour l'étude de la déshydratation mécanique assistée thermiquement a été présentée et ses caractéristiques données. En particulier, la précision de mesure des capteurs de pression liquide a été évaluée et s'est révélée satisfaisante pour les gammes de pression liquide et de température couvertes par cette étude.

L'étude de l'opération de déshydratation mécanique assistée thermiquement a permis de confirmer l'intérêt de l'intensification thermique en montrant des diminutions significatives de la teneur en eau des produits traités. Pour les gâteaux de talc le gain en terme de teneur en eau est de l'ordre de 0,14 kg d'eau par kg de matière sèche entre la température ambiante et 80°C pour une pression appliquée de 1125 kPa. Dans les mêmes conditions, le gain sur les gâteaux de cellulose est de l'ordre de 0,2 kg d'eau par

kg de matière sèche. L'augmentation de l'efficacité de la séparation a pu être reliée en partie à l'accroissement de la compressibilité des gâteaux avec la température notée au chapitre précédent.
Cependant, L'établissement du gradient de température dans les produits à un temps caractéristique relativement long comme l'indiquent les considérations théoriques et les mesures de température. Pour cette raison, l'assistance thermique n'influencer pas le début de l'opération de manière significative.

Les capteurs de pression liquide installés sur l'épaisseur du gâteau ont permis d'obtenir des informations sur la formation et la consolidation. Des différences significatives de comportement entre les gâteaux de talc et de cellulose ont pu être mises en évidence pendant la filtration et le début de la consolidation. La comparaison des gradients de pression de pore dans les gâteaux permet de relier les différences de cinétiques de déshydratation avec les propriétés des gâteaux lors de leur formation.

Enfin les mesures de pression de pore ont mis en évidence que la pression de la phase liquide s'annule dans les gâteaux pendant la consolidation. Cependant, dans le cas d'expériences réalisées avec un piston maintenu à 80°C, on observe l'augmentation de la pression du liquide jusqu'à 70 kPa à proximité du piston, ce qui entraîne la réapparition d'un gradient de pression liquide dans le gâteau. Le gradient de pression de pore va ensuite se dissiper pour des temps de l'ordre de 10^4 secondes.
De plus, un écoulement additionnel de liquide a été mis en évidence pour des temps identiques, qui correspondent approximativement à la durée de l'établissement de l'équilibre thermique dans les produits. Cet écoulement correspond à l'élimination supplémentaire de plusieurs dizaines de grammes d'eau.

Chapitre 5

Modélisation de la déshydratation mécanique assistée thermiquement

Afin d'identifier les phénomènes physiques entrant en jeu dans l'opération de déshydratation mécanique assistée thermiquement, un modèle mathématique est développé à partir des observations expérimentales. Les processus physiques sont modélisés puis implémentés dans un logiciel de calcul par éléments finis, afin de simuler l'opération dans différentes conditions.

Les résultats des calculs numériques sont comparés aux données epérimentales. Le système de régulation de la presse hydraulique ne permettant pas de générer un créneau de pression, la condition aux limites au niveau du piston doit être définie par ajustement des données expérimentales. Pour pallier cette difficulté, des expériences de déshydratation ont été réalisées avec la cellule de compression-perméabilité modifiée et insérée dans la servopresse. Cet équipement permet d'imposer un échelon de pression et dispose d'une régulation autour de la pression de consigne plus efficace. Pour ces raisons, les résultats de simulation seront de préférence comparés aux résultats expérimentaux obtenus avec cette cellule.

Enfin, une étude de sensibilité aux paramètres du modèle est réalisée. Elle permet de déterminer les paramètres les plus influents sur le débit de filtrat choisi comme réponse, durant les différentes phases du processus. Cette étude permet d'identifier les paramètres qui doivent être caractérisés précisément mais également de dégager des pistes d'optimisation de l'opération.

5.1 Formulation du modèle mathématique

La modélisation du procédé de déshydratation mécanique assistée thermiquement passe par la modélisation de différents processus couplés se déroulant en parallèle. Ainsi, il convient de calculer le déplacement du liquide, la déformation de la matrice solide et le transfert de chaleur dans le milieu. Ces trois processus sont fortement couplés, la résolution des équations correspondantes doit être simultanées afin de prendre en compte les interactions de manière correcte.

Les calculs ont été effectués sous COMSOL Multiphysics, logiciel de modélisation basé sur la méthode des éléments finis. Dans ce logiciel, les équations décrivant les phénomènes physiques doivent être données sous une forme analogue à l'équation 5.1, proposée pour une variable quelconque u dans le cas d'un problème unidimensionnel.

$$da\frac{du}{dt} + \frac{\partial}{\partial x}\left(-c\frac{\partial u}{\partial x} - a\,u + \gamma\right) + \alpha\,u + \beta\,\frac{\partial u}{\partial x} = f \tag{5.1}$$

De plus, les conditions aux limites de type Neuman doivent être écrite sous la forme :

$$n \cdot \left(c\frac{\partial u}{\partial x} + a\,u - \gamma\right) + q\,u = g \tag{5.2}$$

Avec n le vecteur normal à la limite du domaine, orienté vers l'extérieur. Les conditions de Dirichlet sont données classiquement sous la forme :

$$u = a \tag{5.3}$$

5.1.1 Modélisation de l'écoulement

La formulation du modèle d'écoulement de la phase liquide est le problème central de l'étude. D'une part, il s'agit du point critique pour l'analyse de la déshydratation ; d'autre part, c'est l'écoulement du liquide qui entraîne la création du gâteau puis sa consolidation.

On propose ici une formulation de l'équation de l'écoulement pour un fluide compressible qui tienne compte des effets de la température.

De manière classique, les équations de la filtration sont obtenues en insérant la formulation de la vitesse de la phase liquide sous le divergent de l'équation de continuité de la phase liquide.

La vitesse des constituants est donnée par l'équation de Shirato (equation 2.4 page 16) reprise ici :

$$V_l - V_s = \frac{-k}{\epsilon\,\mu}\frac{\partial P_l}{\partial x} \tag{5.4}$$

Classiquement, la conservation des espèces est donnée sous forme d'une équation de continuité totale exprimée par :

$$q_m = (\epsilon\, V_l)_{x=0} \tag{5.5}$$

$$q_m = \epsilon\, V_l + \varphi\, V_s \tag{5.6}$$

Cette équation traduit la conservation de la densité de flux volumique sur l'épaisseur de l'échantillon. Cependant dans notre cas, il convient de prendre en compte la dilatation thermique, sous l'effet de l'augmentation de la température, qui modifie la vitesse locale du fluide. On exprime alors l'équation de continuité sous la forme d'une conservation de la densité de flux massique par l'équation 5.7.

$$\rho_l|_{x=0}\; q_m = \epsilon\,\rho_l\, V_l + \varphi\,\rho_s\, V_s \tag{5.7}$$

On peut alors exprimer la vitesse locale de la phase solide en fonction de la vitesse locale de la phase liquide et de la vitesse en fût vide au filtre.

$$V_s = \frac{\rho_l|_{x=0}\; q_m}{\varphi\,\rho_s} - \frac{\epsilon\,\rho_l}{\varphi\,\rho_s}\, V_l \tag{5.8}$$

En insérant cette expression dans l'équation 5.4, on obtient :

$$V_l - \frac{\rho_l|_{x=0}\; q_m}{\varphi\,\rho_s} + \frac{\epsilon\,\rho_l}{\varphi\,\rho_s}\, V_l = -\frac{k}{\epsilon\,\mu}\frac{\partial P_l}{\partial x} \tag{5.9}$$

En simplifiant l'expression et en introduisant la masse volumique moyenne locale, définie comme $\bar{\rho} = \rho_s\,\varphi + \rho_l\,\epsilon$, on obtient une expression de la vitesse locale de la phase liquide en fonction du gradient de pression liquide et de la vitesse en fût vide au niveau du filtre :

$$V_l = \frac{\rho_l|_{x=0}\; q_m}{\bar{\rho}} - \frac{\rho_s\,\varphi\,k}{\epsilon\,\mu\,\bar{\rho}}\frac{\partial P_l}{\partial x} \tag{5.10}$$

D'autre part, la conservation de la masse de solide s'écrit classiquement comme :

$$\frac{\partial}{\partial t}\left[\epsilon\,\rho_l\right] + \frac{\partial}{\partial x}\left[\epsilon\,\rho_l\, V_l\right] = 0 \tag{5.11}$$

En remplaçant le terme V_l par l'expression donnée en 5.10, on obtient :

$$\frac{\partial}{\partial t}\left[\epsilon\,\rho_l\right] + \frac{\partial}{\partial x}\left[\epsilon\,\rho_l\left(\frac{\rho_l|_{x=0}\; q_m}{\bar{\rho}} - \frac{\rho_s\,\varphi\,k}{\epsilon\,\mu\,\bar{\rho}}\frac{\partial P_l}{\partial x}\right)\right] = 0 \tag{5.12}$$

Le second terme à gauche peut être développé en considérant que seul q_m et $\rho_l|_{x=0}$ sont indépendants de la position. On supposera en outre le solide incompressible. On obtient ainsi :

$$0 = \frac{\epsilon}{\rho_s}\frac{\partial \rho_l}{\partial t} + \frac{\rho_l}{\rho_s}\frac{\partial \epsilon}{\partial t} + \frac{\rho_l|_{x=0}\, q_m}{\rho_s\, \bar{\rho}^2}\left(\bar{\rho}\,\epsilon\,\frac{\partial \rho_l}{\partial x} + \bar{\rho}\,\rho_l\,\frac{\partial \epsilon}{\partial x} - \rho_l\,\epsilon\,\frac{\partial \bar{\rho}}{\partial x}\right) + \frac{\partial}{\partial x}\left[-\frac{\rho_l\,\varphi\,k}{\mu\,\bar{\rho}}\frac{\partial P_l}{\partial x}\right] \tag{5.13}$$

En remarquant que $\varphi = 1 - \epsilon$, on peut substituer les dérivées partielles de la porosité par les opposées des dérivées partielles correspondantes de la solidosité (soit $\partial\,\epsilon/\partial\,\cdot = -\partial\,\varphi/\partial\,\cdot$). On obtient après simplification :

$$0 = \frac{\partial}{\partial x}\left[-\frac{\rho_l\,\varphi\,k}{\mu\,\bar{\rho}}\frac{\partial P_l}{\partial x}\right] + \frac{\epsilon}{\rho_s}\frac{\partial \rho_l}{\partial t} - \frac{\rho_l}{\rho_s}\frac{\partial \varphi}{\partial t} + \frac{\rho_l|_{x=0}\, q_m}{\bar{\rho}^2}\left(\epsilon\,\varphi\frac{\partial \rho_l}{\partial x} - \rho_l\frac{\partial \varphi}{\partial x}\right) \tag{5.14}$$

Le liquide est supposé compressible, et la masse volumique du liquide est donc une fonction de la pression de la phase liquide et de sa température. On obtient ainsi :

$$\frac{\rho_l}{\rho_s}\frac{\partial \varphi}{\partial t} + \frac{\rho_l|_{x=0}\, q_m\, \rho_l}{\bar{\rho}^2}\frac{\partial \varphi}{\partial x} = \frac{\partial}{\partial x}\left[-\frac{\rho_l\,\varphi\,k}{\mu\,\bar{\rho}}\frac{\partial P_l}{\partial x}\right] + \frac{\epsilon}{\rho_s}\frac{\partial \rho_l}{\partial T}\frac{\partial T}{\partial t} + \frac{\epsilon}{\rho_s}\frac{\partial \rho_l}{\partial P_l}\frac{\partial P_l}{\partial t} + \frac{\rho_l|_{x=0}\, q_m\,\epsilon\,\varphi}{\bar{\rho}^2}\frac{\partial \rho_l}{\partial P_l}\frac{\partial P_l}{\partial x} + \frac{\rho_l|_{x=0}\, q_m\,\epsilon\,\varphi}{\bar{\rho}^2}\frac{\partial \rho_l}{\partial T}\frac{\partial T}{\partial x} \tag{5.15}$$

La solidosité étant calculée par ailleurs, ses dérivées partielles sont isolées afin d'être calculées à part. Le modèle d'écoulement est *a priori* écrit en fonction de la pression du liquide. Cependant, il doit être couplé avec le modèle de transfert de chaleur et avec celui décrivant la déformation du solide. Afin de simplifier le couplage avec ce dernier, on choisit de résoudre le modèle d'écoulement sur la pression solide.

La formulation classique en filtration donne $d\,P_l = -d\,P_s$ mais, comme évoqué dans la bibliographie, cette formulation est largement empirique. De manière à pouvoir agir sur la formulation des transferts de forces entre les deux phases, on pose :

$$\left(\frac{\partial P_l}{\partial P_s}\right)_T = \mathcal{F} \tag{5.16}$$

La formulation classique du transfert de forces revenant à poser $\mathcal{F} = -1$.

Le couplage avec les aspects thermiques est réalisé, d'une part, par la variation des coefficients de l'équation 5.15 avec la température et, d'autre part, en considérant la pression liquide comme une fonction de la température. En effet, dans un milieu confiné, les modifications de masse volumique vont entraîner des variations de la pression du liquide. On peut ainsi développer les dérivées partielles de la pression liquide en fonction des dérivées partielles de la pression solide et de la température. Il apparaît ainsi des termes supplémentaires associés au gradient de température et à la dérivée de la température par rapport au temps. Ces termes sont isolés afin de grouper les termes non directement fonctions de la pression solide à gauche de l'égalité.
Après factorisation, on obtient :

$$\begin{aligned}\frac{\rho_l|_{x=0}\, q_m\, \rho_l}{\bar{\rho}^2}\frac{\partial \varphi}{\partial x} + \frac{\rho_l}{\rho_s}\frac{\partial \varphi}{\partial t} - \left(\frac{\epsilon}{\rho_s}\frac{\partial T}{\partial t} + \frac{\rho_l|_{x=0}\, q_m \epsilon \varphi}{\bar{\rho}^2}\frac{\partial T}{\partial x}\right)\left(\frac{\partial \rho_l}{\partial T} + \frac{\partial \rho_l}{\partial P_l}\frac{\partial P_l}{\partial T}\right) \\ = \mathcal{F}\frac{\epsilon}{\rho_s}\frac{\partial \rho_l}{\partial P_l}\frac{\partial P_s}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial x}\left[-\mathcal{F}\frac{\rho_l\, \varphi\, k}{\mu\, \bar{\rho}}\frac{\partial P_s}{\partial x} - \frac{\rho_l\, \varphi\, k}{\mu\, \bar{\rho}}\frac{\partial P_l}{\partial T}\frac{\partial T}{\partial x}\right] \\ + \mathcal{F}\frac{\rho_l|_{x=0}\, q_m \epsilon \varphi}{\bar{\rho}^2}\frac{\partial \rho_l}{\partial P_l}\frac{\partial P_s}{\partial x}\end{aligned} \tag{5.17}$$

Par définition de α_l, le coefficient d'expansion thermique isobare, on peut poser :

$$\left(\frac{\partial \rho_l}{\partial T}\right)_{P_l} = -\alpha_l\, \rho_l \tag{5.18}$$

D'autre part, par définition de la masse volumique, on peut poser localement, $\rho_l = m_l/\mathcal{V}_l$. La dérivée locale de la masse volumique par rapport à la pression liquide peut alors s'exprimer selon l'équation 5.19, pour une masse constante.

$$\begin{aligned}\left(\frac{\partial \rho_l}{\partial P_l}\right)_T &= \left(\frac{\partial}{\partial P_l}\left[\frac{m_l}{\mathcal{V}_l}\right]\right)_T \\ &= -\frac{m_l}{\mathcal{V}_l^2}\frac{\partial \mathcal{V}_l}{\partial P_l} \\ \Leftrightarrow \quad \left(\frac{\partial \rho_l}{\partial P_l}\right)_T &= \frac{\rho_l}{K_l}\end{aligned} \tag{5.19}$$

Où K_l est la compressibilité isotherme.

L'insertion des équations 5.18 et 5.19 dans l'équation 5.17 donne le bilan à résoudre sur le domaine d'étude.

$$\begin{aligned}\frac{\rho_l|_{x=0}\, q_m\, \rho_l}{\bar{\rho}^2}\frac{\partial \varphi}{\partial x} + \frac{\rho_l}{\rho_s}\frac{\partial \varphi}{\partial t} + \epsilon\rho_l \cdot \left(\alpha_f - \frac{1}{K_p}\frac{\partial P_l}{\partial T}\right) \cdot \left(\frac{1}{\rho_s}\frac{\partial T}{\partial t} + \frac{\rho_l|_{x=0}\, q_m \varphi}{\bar{\rho}^2}\frac{\partial T}{\partial x}\right) \\ = \mathcal{F}\frac{\epsilon\rho_l}{\rho_s K_p}\frac{\partial P_s}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial x}\left[-\mathcal{F}\frac{\rho_l\, \varphi\, k}{\mu\, \bar{\rho}}\frac{\partial P_s}{\partial x} - \frac{\rho_l\, \varphi\, k}{\mu\, \bar{\rho}}\frac{\partial P_l}{\partial T}\frac{\partial T}{\partial x}\right] \\ + \mathcal{F}\frac{\rho_l|_{x=0}\, q_m \epsilon \varphi \rho_l}{K_p \bar{\rho}^2}\frac{\partial P_s}{\partial x}\end{aligned} \tag{5.20}$$

Dans la décomposition du gradient de pression liquide apparaît la dérivée de la pression liquide par rapport à la température. Sur la suspension, la solidosité est constante et les variations de masse volumique sont facilement absorbées par la suspension située à des niveaux inférieurs. On peut alors poser les dérivées spatiales de la pression liquide et de la solidosité comme nulles.
Si l'on raisonne sur un volume donné de gâteau, l'action de la température sur la pression de la phase liquide s'effectue :

- En diminuant la masse volumique du liquide.
- En augmentant la solidosité du milieu, ce qui réduit le volume disponible pour le liquide.

En raisonnant sur un volume élémentaire de gâteau $\mathcal{V}$ associé au volume (constant) de solide $\mathcal{V}_s$, le volume de la porosité, noté $\mathcal{V}_l$, est donné par :

$$-\frac{d\,\mathcal{V}_l}{\mathcal{V}_l} = \frac{d\,P_l}{K_l} - \alpha_l\, d\,T \tag{5.21}$$

Associée à la variation du volume total, cette relation permet d'exprimer le coefficient de pressurisation thermique Λ en fonction des coefficients de compressibilité et de dilatation thermique des deux phases en présence. Dans notre cas, avec une phase solide incompressible, on peut poser :

$$\Lambda = \frac{\partial P_l}{\partial T} = \frac{\epsilon\left(\alpha_l - \frac{1}{\mathcal{V}_l}\left(\frac{\partial \mathcal{V}_s}{\partial T}\right)_{P_l,P_s}\right)}{\frac{-\epsilon}{\mathcal{V}_l}\left(\frac{\partial \mathcal{V}_l}{\partial P_s}\right)_{P_l,T} + \frac{\epsilon}{K_l}} \tag{5.22}$$

Le dernier terme du numérateur représente la variation du volume des pores sous l'action de la température. Il s'agit ici de caractériser le volume laissé disponible pour le fluide, et non la variation du volume de fluide lui-même qui est représenté par α_l. Sur $\mathcal{V}$, avec $\mathcal{V}_s$ constant, on peut poser :

$$\begin{aligned}\frac{1}{\mathcal{V}_l}\left(\frac{\partial \mathcal{V}_l}{\partial T}\right)_{P_l,P_s} &= \frac{1}{\mathcal{V}_l}\left(\frac{\partial}{\partial T}\left[\frac{\epsilon\,\mathcal{V}}{\varphi}\right]\right)_{P_l,P_s} \\ &= \frac{\mathcal{V}_s}{\mathcal{V}_l}\left(\frac{\partial}{\partial T}\left[\frac{1}{\varphi}\right]\right)_{P_l,P_s} \\ &= -\frac{1}{\epsilon\,\varphi}\left(\frac{\partial \varphi}{\partial T}\right)_{P_l,P_s} \end{aligned} \tag{5.23}$$

D'autre part, le premier terme du dénominateur représente la variation du volume de pore due à la pression solide. Avec les mêmes hypothèses que précédement, on peut poser :

$$\frac{1}{\mathcal{V}_l}\left(\frac{\partial \mathcal{V}_l}{\partial P_s}\right)_{P_l,T} = -\frac{1}{\epsilon\,\varphi}\frac{\partial \varphi}{\partial P_s} \tag{5.24}$$

L'inclusion des équations 5.23 et 5.24 dans l'équation 5.22 permet de définir le coefficient de pressurisation thermique :

$$\Lambda = \frac{\partial P_l}{\partial T} = \frac{\epsilon\left(\alpha_l + \frac{1}{\epsilon\,\varphi}\frac{\partial \varphi}{\partial T}\right)}{\frac{1}{\varphi}\frac{\partial \varphi}{\partial P_s} + \frac{\epsilon}{K_l}} \tag{5.25}$$

L'équation 5.25 est insérée dans l'équation différentielle décrivant l'évolution de la pression solide (équation 5.20 page 140), ce qui permet de prendre en compte les effets de la température sur l'écoulement de manière plus précise qu'en se limitant aux effets sur les propriétés thermo-physiques des phases en présence.

Pour résoudre l'équation 5.20, il convient de définir la valeur initiale de P_s et les conditions initiales du système.

On considère que pour $t = 0$, le solide est intégralement en suspension dans le liquide. La pression solide est alors nulle et on pose :

$$t = 0 \quad : \quad P_s = 0 \tag{5.26}$$

Au niveau du filtre, les particules solides sont retenues. En repartant de l'expression de la vitesse de la phase solide, on peut poser :

$$V_s|_{x=0} = 0 \tag{5.27}$$

En insérant cette relation dans l'expression de V_s donnée par l'équation 5.8, on obtient :

$$0 = q_m \left.\frac{\rho_l}{\bar{\rho}}\right|_{x=0} - \left.\frac{\rho_l k}{\mu \bar{\rho}} \frac{\partial P_l}{\partial x}\right|_{x=0} \tag{5.28}$$

Équivalent à :

$$\left.\frac{\rho_l k}{\mu \bar{\rho}} \frac{\partial P_l}{\partial x}\right|_{x=0} = -q_m \left.\frac{\rho_l}{\bar{\rho}}\right|_{x=0} \tag{5.29}$$

En multipliant cette expression par φ et en développant le terme en gradient de pression liquide, on retrouve à gauche l'expression sous le divergent de l'équation 5.20, soit :

$$\left.\frac{\rho_l \mathcal{F} \varphi k}{\mu \bar{\rho}} \frac{\partial P_s}{\partial x}\right|_{x=0} + \left.\frac{\rho_l \varphi k}{\mu \bar{\rho}} \frac{\partial P_l}{\partial T} \frac{\partial T}{\partial x}\right|_{x=0} = -q_m \left.\frac{\rho_l \varphi}{\bar{\rho}}\right|_{x=0} \tag{5.30}$$

D'autre part, la loi de Darcy posée au niveau du filtre permet d'obtenir l'expression de q_m, soit :

$$q_m = -\frac{P_l}{\mu R_m} \tag{5.31}$$

En insérant l'équation précédente dans l'équation 5.30, la condition limite en $x = 0$ s'écrit finalement :

$$n \cdot \left(\frac{\rho_l \mathcal{F} \varphi k}{\mu \bar{\rho}} \frac{\partial P_s}{\partial x} + \frac{\rho_l \varphi k}{\mu \bar{\rho}} \frac{\partial P_l}{\partial T} \frac{\partial T}{\partial x} \right)_{x=0} = - \left.\frac{\rho_l \varphi P_l}{\bar{\rho} \mu R_m}\right|_{x=0} \tag{5.32}$$

Au niveau du piston, tant qu'il reste de la suspension au-dessus du gâteau, la pression appliquée est intégralement transmise à la phase liquide. La pression solide est donc nulle pendant la phase de filtration. On peut donc poser :

$$x = h_{susp\,(t)} > h_{gat\,(t)} : \quad P_s = 0 \tag{5.33}$$

Au moment où le piston entre en contact avec le gâteau, on passe à l'étape de compression. La force appliquée par le piston est alors en partie appliquée sur la phase solide. Dans le cas d'expériences conduites à température ambiante, la vitesse des deux phases est identique.

$$V_s = V_l \tag{5.34}$$

$$\Leftrightarrow \frac{\partial P_s}{\partial x} = 0 \tag{5.35}$$

L'équation 5.35 représente la condition limite au piston, largement utilisé dans la littérature (Tiller et Yeh, 1987; Couturier, 2002).

Dans le cas où l'opération est réalisée avec une assistance thermique, le gradient local de pression solide reste nul à la limite supérieure. A cet endroit, le gradient de pression solide n'entraine en effet pas de différentiel de vitesse entre les deux phases en présence. En $x = h_{susp\,(t)}$, la différence de vitesse entre les deux phases n'est causé que par le gradient thermique. On peut alor l'exprimer selon :

$$V_l - V_s = -\frac{k}{\epsilon \mu_l}\frac{\partial P_l}{\partial x} = -\frac{k}{\epsilon \mu_l}\frac{\partial P_l}{\partial T}\frac{\partial T}{\partial x} \tag{5.36}$$

L'équation 5.36 est ensuite transformée de sorte que la condition limite au piston pendant la phase de compression s'écrit :

$$x = h_{gat\,(t)} \quad n \cdot \left(\mathcal{F}\frac{\rho_l\, \varphi\, k}{\mu\, \bar{\rho}}\frac{\partial P_s}{\partial x} + \frac{\rho_l\, \varphi\, k}{\mu\, \bar{\rho}}\frac{\partial P_l}{\partial T}\frac{\partial T}{\partial x} \right) = -\frac{\rho_l\, \varphi\, k}{\mu_l\, \bar{\rho}}\frac{\partial T}{\partial x} \tag{5.37}$$

5.1.2 Modélisation de la déformation de la matrice solide

La modélisation de l'écoulement telle qu'elle a été formulée précédemment tient compte de la valeur locale de la solidosité. De manière à rendre compte de ses évolutions au cours de l'opération, sa valeur est déterminée par le calcul de la déformation du milieu sous l'effet de la pression solide.

La déformation du milieu poreux est calculée en utilisant le modèle du solide linéaire standard (cf. paragraphe 3.5.2) qui pose σ_2, une contrainte virtuelle, comme solution de l'équation 5.38 définie sur $[0, h_{gat\,(t)}]$:

$$\eta\left(\frac{1}{E_1} + \frac{1}{E_2}\right)\frac{\partial \sigma_2}{\partial t} + \sigma_2\left(1 - \frac{\eta}{E_2^2}\frac{\partial E_2}{\partial t}\right) = P_s + \frac{\eta}{E_1}\frac{\partial P_s}{\partial t} \tag{5.38}$$

Contrairement à l'équation 3.24 page 87, l'équation est ici exprimée avec des dérivées partielles pour rendre compte du fait que la pression solide, et donc σ_2, varient dans l'épaisseur de l'échantillon.

La déformation δ et la solidosité locale sont ensuite calculées à partir de la valeur locale de σ_2 par :

$$\delta = \frac{\sigma_2}{E_2} \tag{5.39}$$

$$\Leftrightarrow \varphi = \frac{E_2\, \varphi_0}{E_2 + \sigma_2} \tag{5.40}$$

Où φ_0 est la solidosité de gélification.

Dans la suspension, c'est-à-dire pour $h_{gat\,(t)} < x < h_{susp\,(t)}$, l'équation 5.38 n'est pas définie. On considère que σ_2, et donc la déformation de la suspension, est nulle. La solidosité est alors constante et égale à sa valeur initiale.

La solidosité du milieu total se représente alors par l'équation $\delta = \sigma_2/E_2$, avec σ_2 donné par le système :

$$\varphi > \varphi_0 \qquad \eta\left(\frac{1}{E_1}+\frac{1}{E_2}\right)\frac{\partial\sigma_2}{\partial t}+\sigma_2\left(1-\frac{\eta}{E_2^2}\frac{\partial E_2}{\partial t}\right)=P_s+\frac{\eta}{E_1}\frac{\partial P_s}{\partial t} \tag{5.41}$$

$$\varphi=\frac{E_2\,\varphi_0}{E_2+\sigma_2} \tag{5.42}$$

$$\varphi_0 > \varphi \qquad \sigma_2 = 0 \tag{5.43}$$

$$\varphi=\varphi_{t=0} \tag{5.44}$$

Pour $t = 0$, le solide est intégralement en suspension. Les solidosités initiales (notée φ_{init}) ayant été fixées à des valeurs inférieures à la solidosité de gélification, on a :

$$\sigma_2 = 0 \tag{5.45}$$

$$\varphi=\varphi_{init} \tag{5.46}$$

5.1.3 Modélisation du transfert de chaleur

L'hypothèse d'un équilibre local de température est retenue pour la modélisation des transferts thermiques.

Dans la suspension, et comme nous l'avons vu au paragraphe 4.3.3.2 page 125, l'établissement du gradient thermique dans la suspension est relativement lent. Le temps caractéristique de diffusion thermique s'écrit :

$$t_{diff}=\frac{\rho_l\,Cp_l\,L^2}{\lambda_l} \tag{5.47}$$

En assimilant la suspension à de l'eau pure et pour une dimension caractéristique de 1 mm, le temps caractéristique est de 6,9 secondes. Le même calcul effectué pour une longueur caractéristique de 17.10^{-6} m égale à la dimension d'une particule de cellulose donne un temps caractéristique de moins de 5 millisecondes. Dans ces conditions, on

peut considérer que la condition d'équilibre thermique local est saisfaite dans la suspension.

Pour le milieu poreux composant le gâteau, En effet, les particules ayant un d_{50} de l'ordre de 10^{-5} m, on peut prendre $l = 10^{-4}$ comme dimension caractéristique pour le calcul du temps caractéristique de diffusion. Pour des gâteaux peu consolidés, t_{diff} est alors de l'ordre de 870 secondes, et les conditions définies par Kaviany (1995) et présentées au paragraphe 2.4.1 sont vérifiées.

On peut donc considérer le milieu comme étant en équilibre thermique local pendant toute la durée de l'opération. Nous supposerons un transfert de chaleur unidimensionnel. Cela nécessite de négliger les pertes thermiques au niveau de la paroi verticale de la cellule et suppose un écoulement piston du fluide dans la cellule. Ainsi

Dans ces conditions, l'équation de conservation de l'énergie s'écrit :

$$\frac{\partial}{\partial x}\left[\lambda_{eq}\frac{\partial T}{\partial x}\right] = (\rho\, Cp)_{eq}\frac{\partial T}{\partial t} + (\rho_l\, Cp_l\, \epsilon\, V_l + \rho_s\, Cp_s\, \varphi\, V_s)\,\frac{\partial T}{\partial x} \tag{5.48}$$

Dans notre cas, la phase solide apporte une contribution au flux convectif par son mouvement sous l'effet de la contrainte de compression. Pour cette raison, et contrairement à la formulation classique, le terme convectif tient compte de la vitesse de la phase solide. Ce terme inclus la porosité et la solidosité du milieu, car la vitesse prise en compte est la vitesse en fût vide plutôt que la vitesse réelle.

$(\rho\, Cp)_{eq}$ est la capacité thermique équivalente du milieu défini comme la moyenne algébrique de la capacité thermique des deux phases, pondérée par leurs parts volumiques :

$$(\rho\, Cp)_{eq} = \epsilon\, \rho_l\, Cp_l + \varphi \rho_s\, Cp_s \tag{5.49}$$

La conductivité thermique du milieu est donnée par :

$$\lambda_{eq} = \lambda_l^{\epsilon} * \lambda_s^{\varphi} \tag{5.50}$$

Enfin, au début de l'opération, le milieu est à la température ambiante, soit

$$t = 0 \quad : \quad T = T_{amb} \tag{5.51}$$

Avant de procéder aux expériences, le piston est mis en température. Celui-ci est ainsi déjà à la température de consigne au moment de l'application de la pression sur

l'échantillon. Cependant, immédiatement après le contact, la température de la couche supérieure de l'échantillon n'atteint pas immédiatement la température de consigne. Pour tenir compte de ce fait, ainsi que pour ne pas déstabiliser le modèle numérique, on impose une montée progressive en température de la couche supérieure de l'échantillon. La cinétique est données sur la figure 5.1.

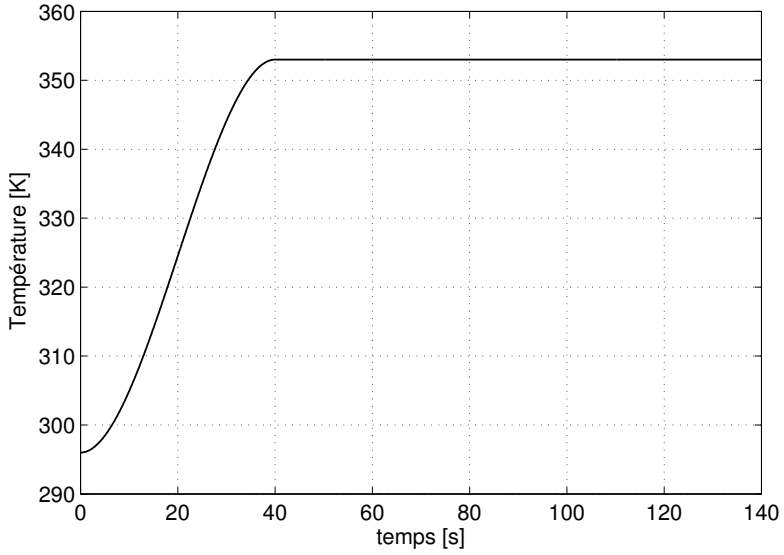

FIGURE 5.1: Température imposée en $x = h_{susp}$ pendant les simulations numériques.

La température de consigne est dans ces conditions atteinte en 40 secondes, ce qui est cohérent par rapport à la réalité physique.

Au niveau du filtre, en $x = 0$, le flux de chaleur peut se décomposer en deux termes convectifs, le premier dû au flux de liquide chaud et le second dû aux pertes en partie basse de la cellule. Avec h_{filt} le coefficient d'échange au filtre (cf. paragraphe 4.1.2.3 page 104), on pose :

$$n \cdot \lambda_{eq} \left.\frac{\partial T}{\partial x}\right|_{x=0} = h_{filt} \left(T|_{x=0} - T_{amb}\right) + \rho_l \, Cp_l \, \epsilon \, V_l \left.\frac{\partial T}{\partial x}\right|_{x=0} \tag{5.52}$$

5.2 Modèle numérique

La résolution des équations précédente est effectuée à l'aide de COMSOL Multiphysics. Cependant, les équations décrivant l'évolution de P_s et de σ_2 ne sont définies que sur le gâteau tandis que l'équation de conservation de l'énergie doit aussi être résolue dans la suspension.

Pour cette raison, il a été choisi de diviser le domaine d'étude total, noté Ω, en deux sous domaine représentant le gâteau et la suspension.

5.2.1 Définition du domaine d'étude

On décompose le domaine d'étude Ω en un domaine $\Omega_1 = [0, h_{gat}]$ représentant le gâteau, et un domaine $\Omega_2 = \left[h_{gat\,(t)}, h_{totale\,(t)}\right]$ représentant la suspension.

Initialement, l'épaisseur du domaine Ω est définie à partir des quantités initiales de solide et d'eau. On peut ainsi poser :

$$h_{totale\,(t=0)} = \frac{m_s/\rho_s + m_l/\rho_l}{A} \tag{5.53}$$

De plus, et de manière à calculer les valeurs sur les deux domaines à l'instant initial, on considère que le gâteau est formé sur une épaisseur de 10^{-5} pour $t = 0$. L'épaisseur considérée est de l'ordre de grandeur du diamètre médian des particules mises en suspension.

Ainsi P_s et σ_2 sont calculées sur Ω_1. Et on pose $P_s = \sigma_2 = 0$ sur Ω_2. La température est en revanche résolue sur les deux sous domaines, en posant l'égalité de la température du gâteau et de la suspension à l'interface en $x = h_{gat\,(t)}$.

5.2.2 Simulation de l'étape de filtration

Lors de la phase de filtration, une partie de l'eau présente dans la suspension initiale s'écoule hors du domaine d'étude tandis que la phase solide s'accumule au sommet du gâteau. il en résulte une diminution de l'épaisseur totale du domaine Ω_2 ainsi qu'une augmentation de celle de Ω_1.

En considérant que la diminution du volume total de l'échantillon est égale au volume de filtrat extrait, on a alors :

$$V_{piston} = q_m \tag{5.54}$$

Où q_m est la vitesse en fût vide.

En calculant le débit superficiel q_m à partir de la loi de Darcy sur la couche inférieure du gâteau, on otient :

$$V_{piston} = -\left(\frac{k}{\mu}\frac{\partial P_l}{\partial x}\right)_{x=0} \tag{5.55}$$

De plus, un volume $\Delta\mathcal{V}_f$ de filtrat extrait correspond à un volume $\Delta\mathcal{V}_f/\epsilon_{susp}$ de suspension. Ce volume contient un volume $\varphi_{susp}\,\Delta\mathcal{V}_f/\epsilon_{susp}$ de solide, qui est déposé à la

surface du gâteau simultanément à l'extraction du volume $\Delta\mathcal{V}_f$ de filtrat. Il en résulte une augmentation de volume du gâteau $\Delta\mathcal{V}_{gat}$, donnée par :

$$\Delta\mathcal{V}_{gat} = \frac{\varphi_{susp}}{\varphi_0\,\epsilon_{susp}}\,\Delta\mathcal{V}_f \tag{5.56}$$

En supposant que la solidosité du volume de gâteau qui se dépose est égale à la solidosité de gélification. Avec une section constante, la vitesse de croissance du gâteau V_{gat} s'écrit donc :

$$V_{gat} = \frac{\varphi_{susp}}{\varphi_0\,\epsilon_{susp}}\,V_{piston} \tag{5.57}$$

Il est alors possible de calculer la déformation des sous domaines Ω_1 et Ω_2 pendant la phase de filtration. Cette dernière laisse place à l'étape de consolidation quand le piston rentre en contact avec le gâteau, c'est-à-dire quand $h_{susp\,(t)} = 0$.

5.2.3 Simulation de l'étape de compression

À la fin de l'étape de filtration, les champs de pression solide, de température et de σ_2 ainsi que leurs dérivées temporelles sont extraits. Ces valeurs sont utilisées pour définie l'état initial de l'étape de consolidation.

La simulation de cette dernière est réalisée en ne définissant qu'un seul domaine d'étude $\Omega = \left[0, h_{totale\,(t)}\right]$.
L'épaisseur initiale du domaine est égale à l'épaisseur du gâteau à la fin de l'étape de filtration. La déformation du milieu est ensuite définie à l'aide de la vitesse du piston :

$$V_{piston} = q_m \tag{5.58}$$

5.2.4 Définition des variables d'entrée du modèle

Afin de rendre compte du fonctionnement du procédé, le modèle doit être paramétré de manière réaliste. Pour cela, les propriétés thermo-physiques déterminées au paragraphe 3.1 page 50, les lois de comportement déterminé à la partie 3.5.3 page 88, et les caractéristiques de l'appareillage présentées au paragraphe 3.3 sont utilisées.

Enfin, les variables associées au procédé proprement dit, comme la température de consigne et la dynamique de mise sous pression, sont adaptées aux données expérimentales que l'on cherche à simuler. Ainsi, la figure 5.2 donne une comparaison entre la pression appliquée par la servopresse en début d'expérience et la fonction utilisée pour la simulation numérique.

Enfin, les quantités de produits initialement disposées dans la cellule sont adaptées au cas par cas.

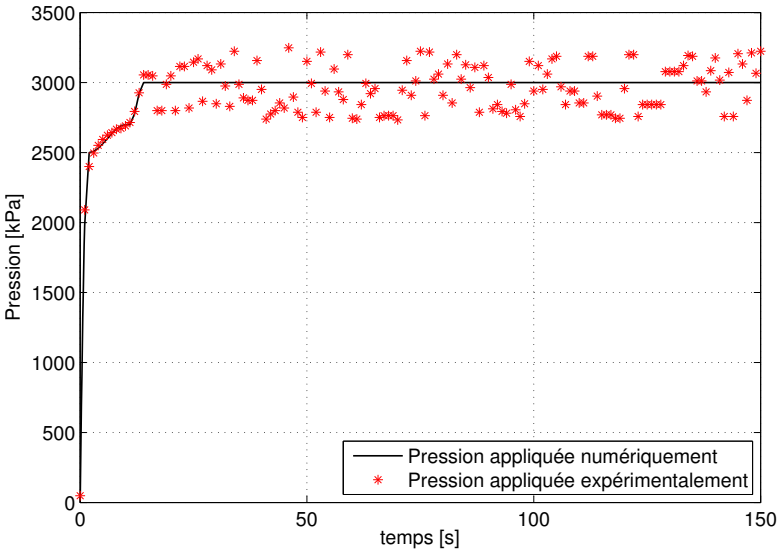

FIGURE 5.2: Comparaison entre la pression appliquée lors d'une expérience et la fonction utilisée dans le modèle numérique

5.2.5 Résolution numérique

La résolution numérique est réalisée, pour l'étape de filtration, sur les domaines Ω_1 et Ω_2 avec des maillages initiaux composés d'éléments de 10^{-7} m pour le domaine Ω_1, et de 2.10^{-2} m pour le domaine Ω_2. La taille des éléments des deux maillages ont deux ordres de grandeur de différence, ce qui permet aux éléments de se déformer tout en restant d'une taille raisonnable.

Pendant l'étape de compression, le domaine d'étude est subdivisé en éléments d'une taille de 10^{-4} m.

Les calculs sont effectués avec le solver UMFPACK 4.2 (Davis, 2004). La discrétisation temporelle est effectuée selon un schéma implicite.

5.2.6 Calcul des grandeurs observables

Le modèle numérique calcule les valeurs locales sur le domaine de calcul. Cependant, les valeurs intéressantes pour l'étude de l'efficacité de l'opération sont macroscopiques. Il s'agit en particulier de la masse de filtrat extraite de l'échantillon, de la teneur en eau de l'échantillon ou de l'efficacité de la séparation. Celles-ci doivent être calculées *a*

posteriori.

Si la masse de solide dans la cellule reste constante au cours de l'opération, la masse d'eau contenue dans la cellule évolue avec le temps et est donnée par :

$$m_l = A\left(\int_{\Omega_1} \rho_l\, \epsilon\, dx + \int_{\Omega_2} \rho_l\, \epsilon\, dx\right)$$

À partir de la masse de liquide restant dans l'échantillon, on peut calculer la quantité de filtrat recueilli par différence avec la masse d'eau initialement présente.

D'autre part, la teneur en eau du milieu est aussi calculée à partir de la masse d'eau dans l'échantillon par :

$$X_e = \frac{m_l}{m_s} \tag{5.59}$$

Enfin, la pression liquide est calculée à partir de la décomposition du gradient de pression liquide selon :

$$\frac{\partial P_l}{\partial x} = \mathcal{F}\,\frac{\partial P_s}{\partial x} + \Lambda\,\frac{\partial T}{\partial x} \tag{5.60}$$

L'équation précédente est intégrée a posteriori afin de calculer la pression liquide locale sur le domaine d'étude. Dans le cadre de cette étude, la formulation classique des transferts de forces entre les deux phases a été retenue, soit $\mathcal{F} = 1$.

5.2.7 Récapitulatif du modèle mathématique

5.2.7.1 filtration

P_s est obtenue sur Ω_1 en résolvant l'équation :

$$\frac{\rho_l|_{x=0}\, q_m\, \rho_l}{\bar{\rho}^2}\frac{\partial \varphi}{\partial x} + \frac{\rho_l}{\rho_s}\frac{\partial \varphi}{\partial t} + \epsilon\rho_l \cdot \left(\alpha_f - \frac{\Lambda}{K_p}\right) \cdot \left(\frac{1}{\rho_s}\frac{\partial T}{\partial t} + \frac{\rho_l|_{x=0}\, q_m \varphi}{\bar{\rho}^2}\frac{\partial T}{\partial x}\right)$$
$$= \mathcal{F}\frac{\epsilon\rho_l}{\rho_s K_p}\frac{\partial P_s}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial x}\left[-\mathcal{F}\frac{\rho_l\, \varphi\, k}{\mu\, \bar{\rho}}\frac{\partial P_s}{\partial x} - \frac{\rho_l\, \varphi\, k}{\mu\, \bar{\rho}}\Lambda\frac{\partial T}{\partial x}\right]$$
$$+ \mathcal{F}\frac{\rho_l|_{x=0}\, q_m \epsilon \varphi \rho_l}{K_p \bar{\rho}^2}\frac{\partial P_s}{\partial x}$$

Avec la condition initiale :

$$P_s = 0$$

0n peut poser les conditions aux limites :

$$\text{Au filtren} \cdot \left(\frac{\rho_l\, \mathcal{F}\, \varphi\, k}{\mu\, \bar{\rho}}\frac{\partial P_s}{\partial x} + \frac{\rho_l\, \varphi\, k}{\mu\, \bar{\rho}}\Lambda\frac{\partial T}{\partial x}\right) = -\frac{\rho_l \varphi\, P_l}{\bar{\rho}\, \mu\, R_m}$$

Au sommet du gâteau$P_s = 0$

La valeur de σ_2 sur Ω_1 est obtenue en résolvant l'équation différentielle ordianire :

$$\eta\left(\frac{1}{E_1} + \frac{1}{E_2}\right)\frac{\partial \sigma_2}{\partial t} + \sigma_2\left(1 - \frac{\eta}{E_2^2}\frac{\partial E_2}{\partial t}\right) = P_s + \frac{\eta}{E_1}\frac{\partial P_s}{\partial t}$$

Avec la condition initiale : $\sigma_2 = 0$

La température sur Ω_1 et Ω_2 est calculée par l'équation de conservation de l'énergie :

$$\frac{\partial}{\partial x}\left[\lambda_{eq}\frac{\partial T}{\partial x}\right] = (\rho\, Cp)_{eq}\frac{\partial T}{\partial t} + (\rho_l\, Cp_l\, \epsilon\, V_l + \rho_s\, Cp_s\, \varphi\, V_s)\frac{\partial T}{\partial x}$$

Avec à $t = 0$: $T = 0$

Les conditions aux limite sont données par :

$$\text{Au filtre :} n \cdot \lambda_{eq}\frac{\partial T}{\partial x} = h_{filt}\,(T - T_{amb}) + \rho_l\, Cp_l\, \epsilon\, V_l)\frac{\partial T}{\partial x}$$

$$\text{Au piston :} T_{x=h_{gat}^-} = T_{imp}$$

Avec T_{imp} suivant une fonction de Heaviside

A l'interface entre le gâteau et la suspension, on suppose un équilibre thermique :

$$T_{(x=h_{gat}^-)} = T_{(x=h_{gat}^+)}$$

5.2.7.2 compression

En compression, P_s est obtenue sur Ω en résolvant l'équation :

$$\frac{\rho_l|_{x=0}\ q_m\,\rho_l}{\bar{\rho}^2}\frac{\partial\varphi}{\partial x}+\frac{\rho_l}{\rho_s}\frac{\partial\varphi}{\partial t}+\epsilon\rho_l\cdot\left(\alpha_f-\frac{\Lambda}{K_p}\right)\cdot\left(\frac{1}{\rho_s}\frac{\partial T}{\partial t}+\frac{\rho_l|_{x=0}\ q_m\varphi}{\bar{\rho}^2}\frac{\partial T}{\partial x}\right)$$
$$=\mathcal{F}\frac{\epsilon\rho_l}{\rho_s K_p}\frac{\partial P_s}{\partial t}+\frac{\partial}{\partial x}\left[-\mathcal{F}\frac{\rho_l\,\varphi\,k}{\mu\,\bar{\rho}}\frac{\partial P_s}{\partial x}-\frac{\rho_l\,\varphi\,k}{\mu\,\bar{\rho}}\Lambda\frac{\partial T}{\partial x}\right]$$
$$+\mathcal{F}\frac{\rho_l|_{x=0}\ q_m\epsilon\varphi\rho_l}{K_p\bar{\rho}^2}\frac{\partial P_s}{\partial x}$$

On peut poser les conditions aux limites :

$$\text{Au filtre}n\cdot\left(\frac{\rho_l\,\mathcal{F}\,\varphi\,k}{\mu\,\bar{\rho}}\frac{\partial P_s}{\partial x}+\frac{\rho_l\,\varphi\,k}{\mu\,\bar{\rho}}\Lambda\frac{\partial T}{\partial x}\right)=-\frac{\rho_l\varphi\,P_l}{\bar{\rho}\,\mu\,R_m}$$

$$\text{Au pistonn}\cdot\left(\mathcal{F}\frac{\rho_l\,\varphi\,k}{\mu\,\bar{\rho}}\frac{\partial P_s}{\partial x}+\frac{\rho_l\,\varphi\,k}{\mu\,\bar{\rho}}\frac{\partial P_l}{\partial T}\frac{\partial T}{\partial x}\right)=-\frac{\rho_l\,\varphi\,k}{\mu_l\,\bar{\rho}}\frac{\partial T}{\partial x}$$

La condition initiale est obtenue par extraction des données en fin de filtration.

La valeur de σ_2 sur Ω_1 est obtenue en résolvant l'équation différentielle ordinaire :

$$\eta\left(\frac{1}{E_1}+\frac{1}{E_2}\right)\frac{\partial\sigma_2}{\partial t}+\sigma_2\left(1-\frac{\eta}{E_2^2}\frac{\partial E_2}{\partial t}\right)=P_s+\frac{\eta}{E_1}\frac{\partial P_s}{\partial t}$$

Avec comme condition initiale la valeur calculée en fin de filtration.

La température sur Ω est calculée par l'équation de conservation de l'énergie :

$$\frac{\partial}{\partial x}\left[\lambda_{eq}\frac{\partial T}{\partial x}\right]=(\rho\,Cp)_{eq}\frac{\partial T}{\partial t}+(\rho_l\,Cp_l\,\epsilon\,V_l+\rho_s\,Cp_s\,\varphi\,V_s)\frac{\partial T}{\partial x}$$

Le champs de température initial est repris à partir de la filtration.

Les conditions aux limite sont données par :

$$\text{Au filtre }:n\cdot\lambda_{eq}\frac{\partial T}{\partial x}=h_{filt}\ (T-T_{amb})+\rho_l\,Cp_l\,\epsilon\,V_l)\frac{\partial T}{\partial x}$$

$$\text{Au piston }:T_{x=h_{gat}^-}=T_{imp}$$

Avec T_{imp} suivant une fonction de Heaviside

5.3 Résultats de simulation numérique

5.3.1 Modélisation de la filtration

5.3.1.1 Grandeurs macroscopiques

La figure 5.3 donne les quantités de filtrat recueillies expérimentalement et calculées par le modèle numérique, pendant la phase de filtration, dans le cas d'une suspension

de cellulose déshydratée mécaniquement à température ambiante sous une pression de 300 kPa.

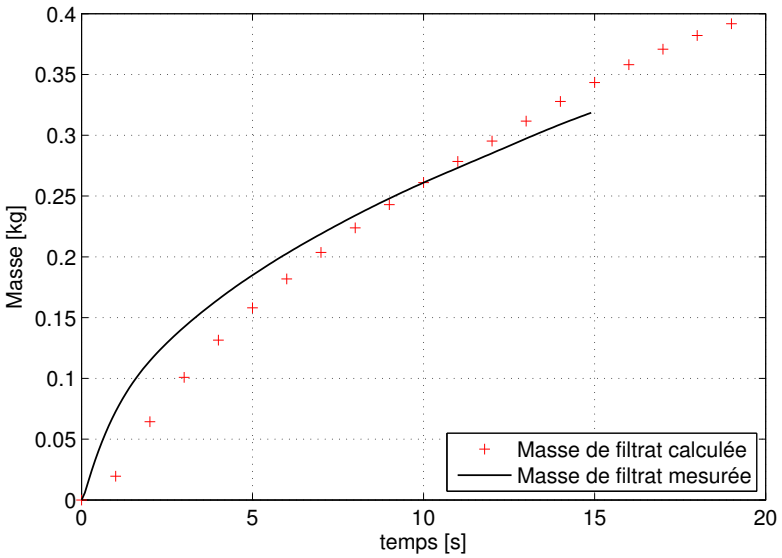

FIGURE 5.3: Masses de filtrat recueillie expérimentalement et calculée numériquement pendant la filtration d'une suspension de cellulose à 300 kPa sans assistance thermique.

Il apparaît que le modèle numérique sur-évalue la masse de filtrat extrait au début de l'opération de filtration. Cette surévaluation atteint une différence de 60 grammes pour un temps de 2 secondes. Cet écart semble dû à une surévaluation du débit initial de filtrat. Ainsi, pour les temps supérieurs à 2 secondes, on note une diminution de l'écart entre la valeur calculée et les données mesurées. Ceci est dû à une sous-estimation du débit de filtrat qui va entrainer une sous-estimation de la masse de filtrat calculée en fin de filtration, soit pour des temps supérieurs à 10 secondes. Ces évolutions sont cohérentes avec les valeurs d'épaisseurs données par la figure 5.4. La déformation calculée est ainsi surévaluée pour les premières secondes de la filtration, ce qui correspond à la surévaluation de la quantité de liquide extrait de l'échantillon.

Globalement, les données macroscopiques calculées restent proches des données expérimentales et permettent de rendre compte de la filtration.

L'épaisseur du gâteau calculée par le modèle ne peut pas être comparée directement avec des valeurs expérimentales. Cependant, les mesures de pression liquide données par la figure 5.5 montrent que la croissance du gâteau est elle aussi surévaluée pour

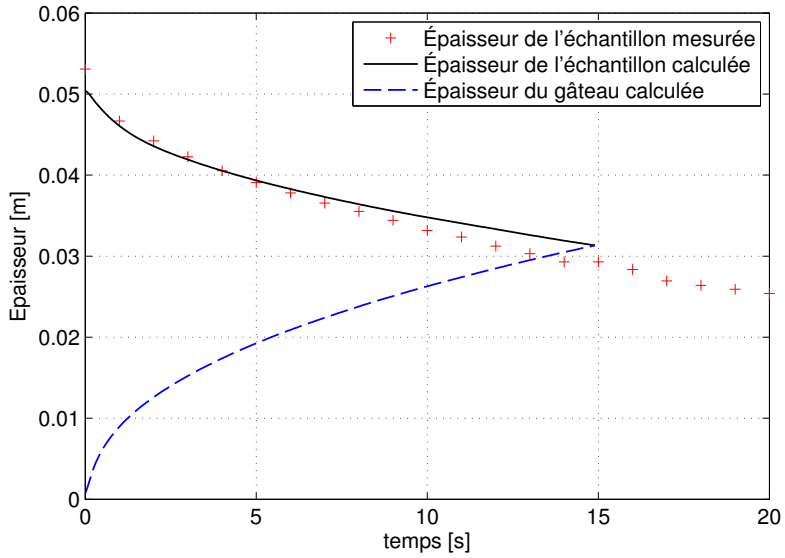

FIGURE 5.4: Épaisseur d'un échantillon de cellulose et du gâteau formé pendant la filtration à 300 kPa sans assistance thermique.

TABLE 5.1: Temps mis par le gâteau pour atteindre différentes epaisseurs

	Constaté	Calculée
5 mm	2 s	$<$ 1s
10 mm	4 s	1,5 s
20 mm	5 s	5 s

les temps courts comme le montre le tableau 5.1. Ces temps étant ceux pour lesquels le gâteau atteint les épaisseurs données, on peut considérer que la croissance réelle du gâteau est moins rapide que celle calculée pour les temps courts.

Ceci est dû au mode de calcul de l'épaisseur du gâteau qui est basé sur le débit de filtrat : une surévaluation du débit entraîne une surévaluation du volume de solide déposé au sommet du gâteau.

5.3.1.2 Grandeurs microscopiques

La comparaison des pressions liquides mesurée à 5, 10 et 15 mm du filtre avec les valeurs calculées est proposée sur la figure 5.5.

Pour toutes les hauteurs considérées, la pression liquide calculée est sous-évaluée pendant l'ensemble de la phase de filtration, avec un écart supérieur à 50 kPa. Cepen-

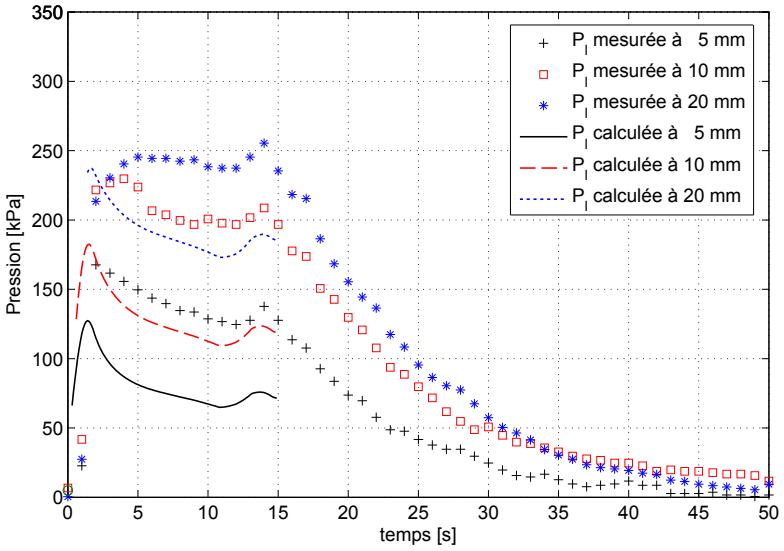

FIGURE 5.5: Pressions liquides mesurées dans une suspension de cellulose filtrée à 300 kPa à température ambiante

dant, l'évolution temporelle des pressions calculées est relativement cohérente aveccelle observée expérimentalement.

5.3.1.3 Étude de sensibilité aux paramètres du modèle de filtration

De manière à quantifier l'importance relative des paramètres sur la réponse du modèle numérique, on procède à une étude de sensibilité. Le débit massique de filtrat et la pression liquide à 5 mm du filtre ont été choisies comme réponse du modèle. On pourra alors déterminer les voies de recherche à privilégier pour améliorer le modèle numérique.

Afin de quantifier la sensibilité de la réponse du modèle à une variation d'un paramètre x_i, on définit le coefficient de sensibilité de la réponse au paramètre x_i comme :

$$S_{i\,(t,\mathcal{X})} = \left(\frac{\partial y}{\partial x_i}\right)_{x_j, j\neq i} \tag{5.61}$$

Avec y la réponse du modèle, calculée pour les temps t avec le jeu de paramètres $\mathcal{X}$. Pour calculer la dérivée partielle de y par raport à x_i, la méthode de perturbation centrée a été retenue. La réponse est ainsi calculée pour un jeu de paramètres après avoir perturbé le paramètre que l'on étudie avec une perturbation négative $(-\Delta x_i)$ puis avec une perturbation positive $(+\Delta x_i)$. $S_{i\,(t,\mathcal{X})}$ s'écrit alors :

$$S_{i\,(t,\mathcal{X})} = \frac{y_{f\,(x_i+\Delta x_i)} - y_{f\,(x_i-\Delta x_i)}}{2\,\Delta x_i} \tag{5.62}$$

Où y est soit le débit massique de filtrat en $kg.s^{-1}$, soit la pression liquide à 5 mm en Pa. Afin de pouvoir comparer les coefficients de sensibilité entre eux on utilise la sensibilité reduite S_i^* définie comme :

$$S^*_{i\,(t,\mathcal{X})} = \frac{x_i}{2\,\Delta x_i}\left(y_{f\,(x_i+\Delta x_i)} - y_{f\,(x_i-\Delta x_i)}\right) \tag{5.63}$$

Ainsi tous les coefficients ont la même dimension que la réponse étudiée. Pour chaque paramètre étudié, les coeficients de sensibilité reduites sont étudiées sur la durée de filtration la plus courte compte tenu des différences induites par la modification des paramètres.

Il a été décidé de calculer la sensibilité du débit massique de filtrat et de la pression liquide à 5 mm à :

- La pression de consigne
- La résistance du média filtrant
- La solidosité de gélification
- Les paramètres E_2^0 et a_2 qui décrivent l'évolution de la compressibilité avec la pression solide.
- Les paramètres E_1, η_0 et ζ décrivant la dynamique de déformation des milieux poreux.
- Les modules a_k et b_k présents dans la loi d'évolution de la perméabilité avec la solidosité.

Chacun de ces paramètres a été soumis à des perturbations de 5% par rapport à leur valeur nominale.

Pour comparer les sensibilités réduites entre elles, les valeurs obtenues sont tracées sur un même graphique en prenant comme référence la simulation de la filtration de cellulose à 300 kPa à température ambiante. Les valeurs nominales sont données sur la table 5.2. Les résultats complets pour le débit massique de filtrat sont donnés sur la figure 5.6.

Il apparaît que les paramètres ayant la plus grande influence sur le débit massique de filtrat sont a_k et particulièrement b_k qui déterminent l'évolution de la perméabilité avec la solidosité, ainsi que les paramètres φ_0 , E_2^0 et a_2 qui déterminent le coefficient d'élasticité apparente du milieu E_2 .

TABLE 5.2: Valeurs nominales pour l'étude de la sensibilité des réponses du modèle en filtration

P_{cons}	R_{filt}	φ_0	E_2^0	a_2
300 kPa	$2{,}74.10^{9}$ m^{-1}	0,19	$-1{,}75.10^{5}$ Pa	0,0159
E_1	η_0	ζ	a_k	b_k
$-32{,}1.10^{6}$ Pa	$-15{,}32.10^{7}$ $Pa.s^{-1}$	14,109	$3{,}91.10^{-11}$ m^2	-9,56

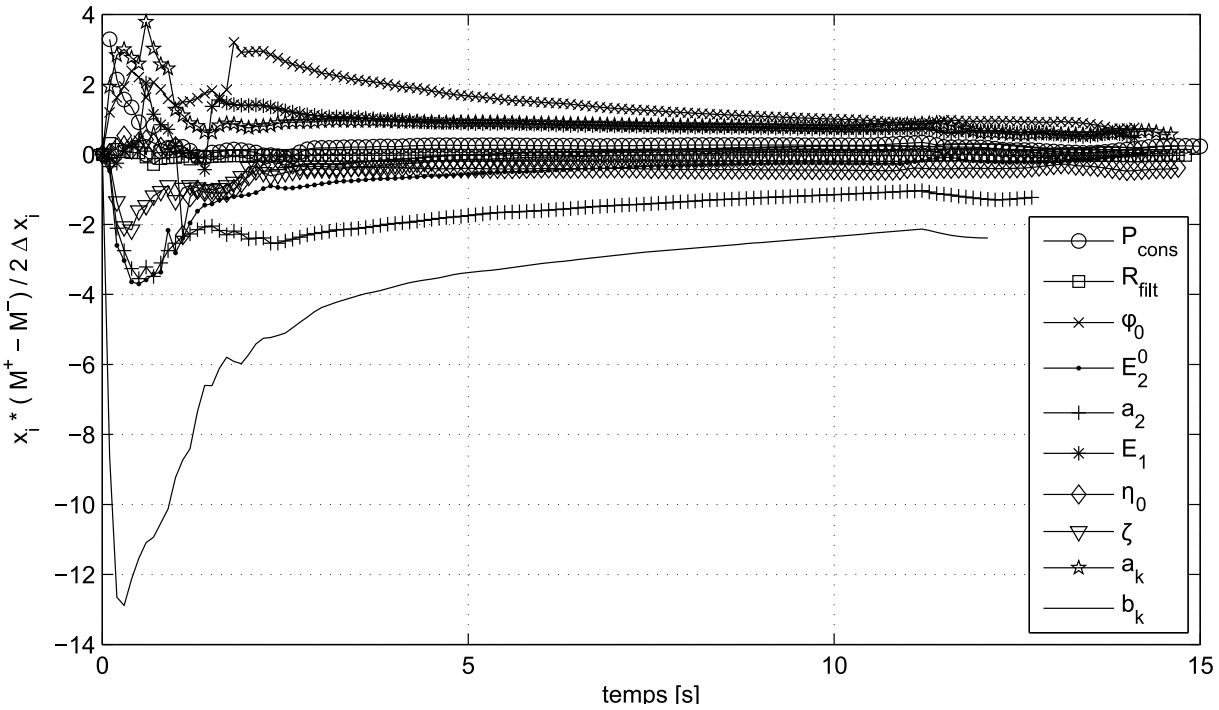

FIGURE 5.6: Sensibilité aux paramètres du débit massique calculé pour une filtration à température ambiante.

Le modèle numérique proposé est donc particulièrement sensible aux propriétés du milieu. De plus, les paramètres décrivant la viscosité apparente du milieu (E_1, η_0 et ζ) ont assez peu d'influence sur le débit massique, ce qui peut s'expliquer par l'importance moindre de la déformation retardée lors de la constitution du gâteau de filtration.
Le modèle numérique n'est quasiment pas sensible à la résistance du filtre R_{filt}. En effet, la résistance à l'écoulement induite par le gâteau en formation est beaucoup plus importante que celle induite par le filtre, ce qui explique le peu de poid de ce paramètre. Enfin, après les première étape de la filtration, jusqu'à un temps d'environ 1 seconde, le débit de filtrat est très peu sensible à la pression appliquée. Le lissage réalisé sur la valeur numérique de la pression appliqué n'a donc que peu d'influence sur la masse de

filtrat calculée pour les temps supérieurs à 1 seconde.

En ce qui concerne la pression liquide calculée dans le gâteau, l'étude de la sensibilités montrent que les paramètres les plus influents sont le paramètre b_k, la solidosité de gélification φ_0 et la pression de consigne (cf. figure 5.7).
Viennent ensuite les paramètres E_1, E_2^0 et a_2 .

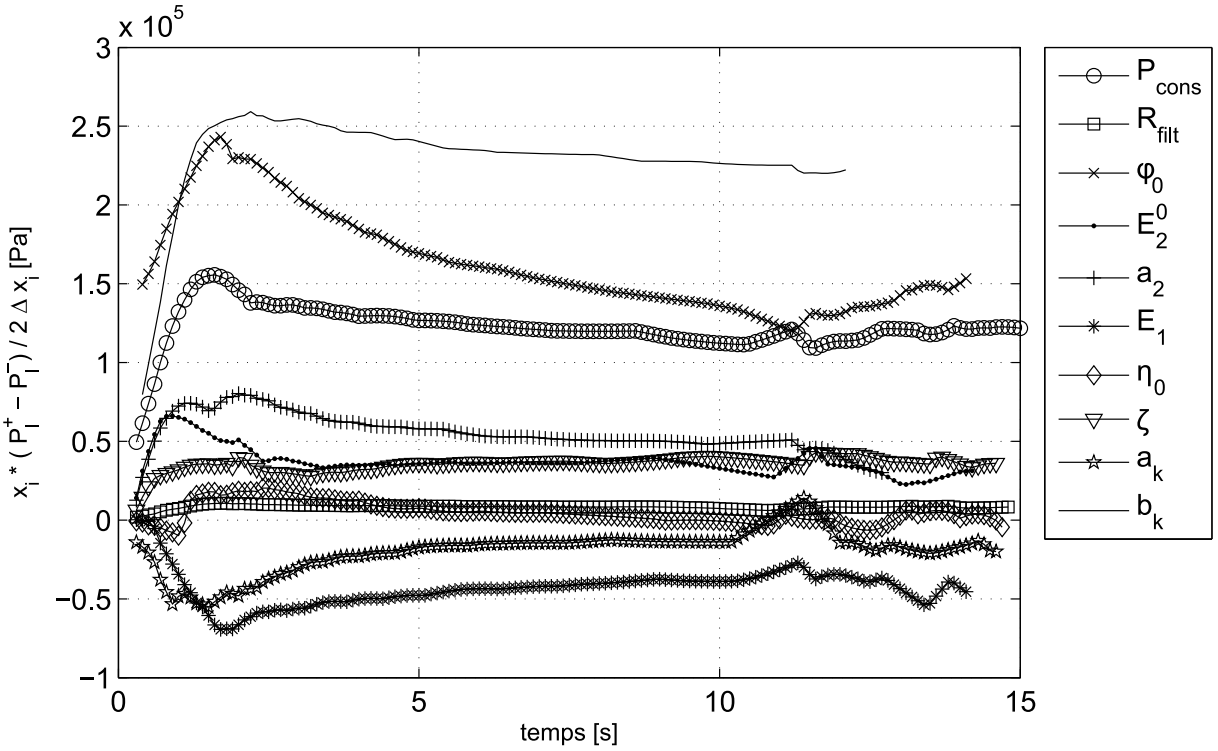

FIGURE 5.7: Sensibilité de la pression liquide calculéeaux paramètres du modèle à 5 mm du filtre pour une filtration à température ambiante.

Comme pour le débit massique de filtrat, les paramètres décrivant les propriétés du milieu influent particulièrement sur la pression liquide calculée par le modèle numérique. Cependant, on note que si le débit de filtrat est relativement peu sensible à la pression appliquée pendant la phase de filtration, la pression du liquide est particulièrement sensible à ce paramètre. Ce résultat est cohérent : le gâteau de filtration étant peu consolidé lors de la filtration, la valeur de la pression appliquée n'a que peu d'importance sur le débit de filtrat. En revanche, la pression de pore dans le gâteau dépend fortement de la pression de la suspension au sommet du milieu poreux.
Enfin, le pression de pore calculée est sensible au module d'élasticité E_1 tandis que le

débit de filtrat y est relativement peu sensible. Ceci peut s'expliquer par l'influence de ce paramètre sur la valeur locale du champ de contrainte utilisé pour calculer la valeur de la pression de pore.

5.3.2 Modélisation de la compression à température ambiante

Après l'étude de l'étape de filtration dans la partie précédente, nous allons nous intéresser à l'étape de consolidation qui suit celle-ci.
L'état final de la filtration obtenue par simulation diffère sensiblement des observations expérimentale. Pour ne pas intoduire e biais dans cette partie, les résultats expérimentaux sont utilisés comme données initiales.

En se basant sur les relevés de pression liquide aux temps courts, on peut situer la transition entre l'étape de filtration et celle de compression. Elle correspond à la rupture de pente sur les courbes de pressions liquides, comme illustré sur la figure 5.8 pour le talc.

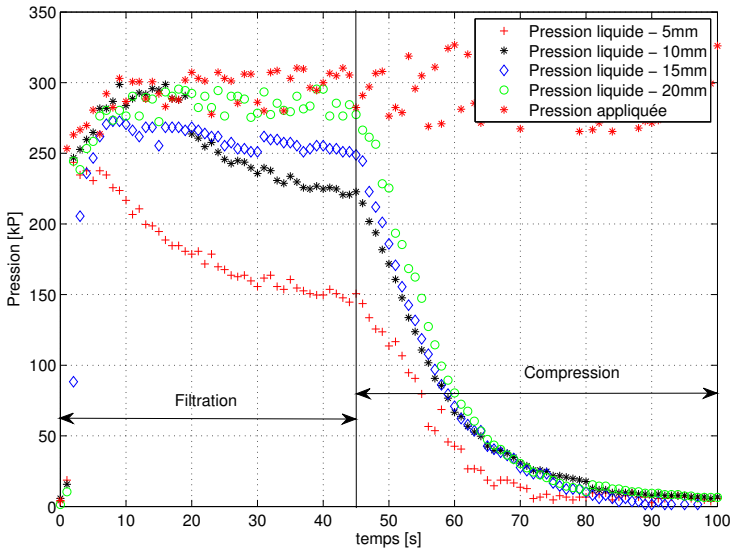

FIGURE 5.8: Détermination de la transition filtration-compression lors de la déshydratation mécanique d'une suspension de talc.

Dans le cas de suspensions de talc, l'étape de consolidation débute 45 secondes après le début de l'opération. Dans le cas de suspension de cellulose (cf. figure 5.9), la filtration ne dure que 14 secondes. Ces valeurs concernent des expériences conduites sans

assistance thermique mais les durées de filtration peuvent facilement être transposées aux expériences conduites avec le piston maintenu à 80°C (cf. annexe page XV).

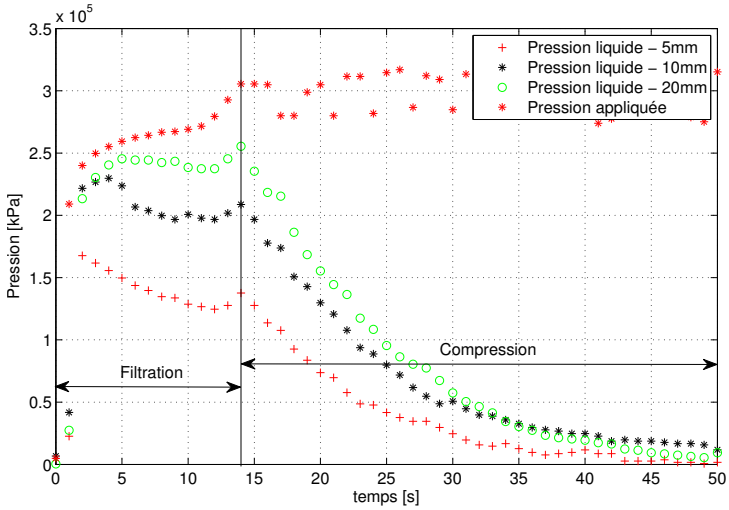

FIGURE 5.9: Détermination de la transition filtration-compression lors de la déshydratation mécanique d'une suspension de cellulose. Les mesures du capteur de pression liquide à 15 mm du filtre étant aberrantes, elles n'ont pas été représentées

Seules les données de pression liquide sont disponibles, tandis que la définition de l'état initial pour l'étape de compression nécessite la connaissance du champ de pression solide. Pour cette raison, on doit recalculer le champs de pression solide à partir des valeurs de pression liquide disponibles a l'aide de l'équation :

$$P_{s\,(x,t)} = \int_0^x \mathcal{F} \frac{\partial P_{l\,(x,t)}}{\partial x}\, dx = P_{appliquée\,(t)} - P_{l\,(x,t)} \tag{5.64}$$

Les relevés de pression liquide ainsi que la pression appliquée permettent ainsi d'obtenir la valeur de la pression solide à 5, 10, 15 et 20 mm du filtre. De plus, on sait qu'au niveau du filtre le débit instantané de filtrat est relié à la pression liquide par :

$$Q = -\frac{P_{l\,(x=0)}}{\mu_l\, R_{inf}} \tag{5.65}$$

Soit, toujours avec $P_{s\,(x)} = P_{appliquée} - P_{l\,(x)}$,

$$P_{s\,(x=0)} = P_{appliquée} + Q\, \mu_l\, R_{inf} \tag{5.66}$$

Les valeurs de pression solide sont alors interpolées de manière à fournir l'état initial du champs de contrainte pour la simulation de la consolidation seule. Les valeurs de

pression solide sont aussi calculées pour le pas d'acquisition suivant afin d'évaluer la valeur de $(\partial P_s/\partial x)_{t=0}$. Les valeurs ainsi que les données d'interpolation sont détaillées en annexe 6.

La figure 5.10 présente la comparaison entre l'épaisseur de l'échantillon calculée et celle mesurée au cours de la compression d'un gâteau de cellulose à 300 kPa à température ambiante.

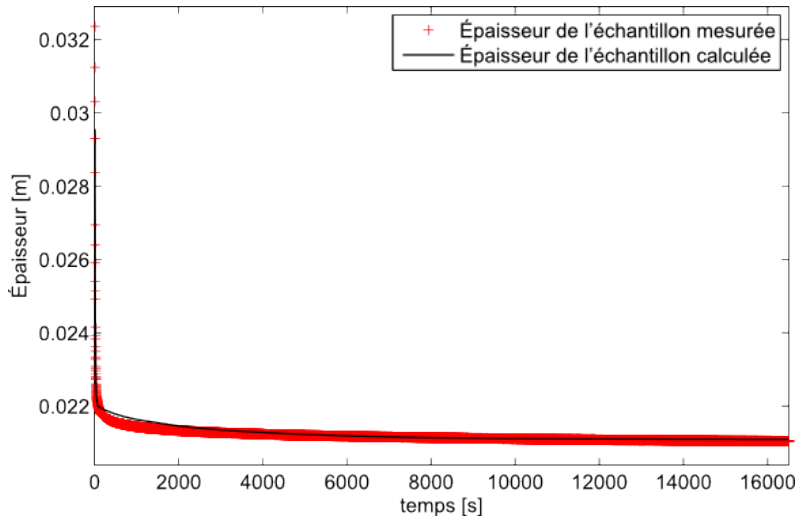

FIGURE 5.10: Épaisseurs mesurée et calculée d'un gâteau de cellulose pendant une compression à 300 kPa sans assistance thermique

On note que, pour les temps longs, les données simulées et les observations expérimentales sont en bon accord. Cependant, on observe un écart significatif pour les temps courts (détaillé sur la figure 5.11) avec une différence sensible de la dynamique d'évolution au bout de 50 à 60 secondes. Enfin, pour les temps supérieurs à 100 secondes, l'épaisseur calculée devient inférieure à celle mesurée.

Ces constatations sont cohérentes avec les observation des paliers de compression décrits dans la partie 3.5.1.3 page 81 sur les gâteaux de cellulose, avec une déformation surévaluée dans un premier temps qui conduit plus rapidement à l'équilibre mécanique.

Ces constatations sont cohérentes avec la comparaison des masses de filtrat extraites obtenues expérimentalementet par simulation (cf. 5.12).

On note ainsi une sur-évaluation de la masse de filtrat calculée au début de la conso-

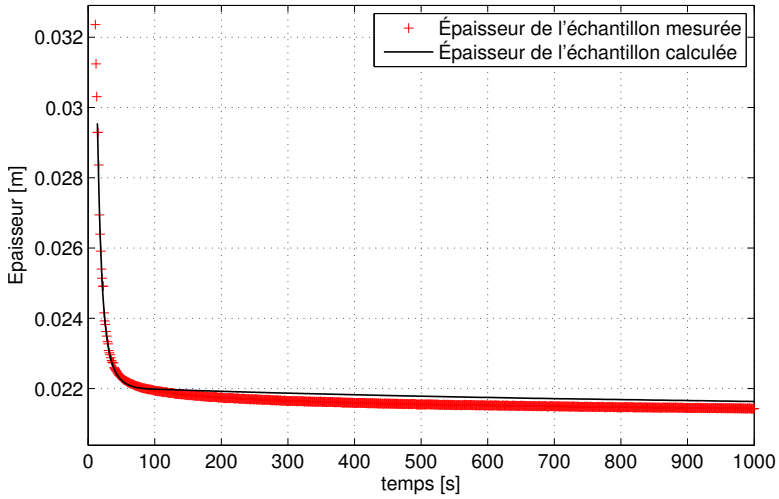

FIGURE 5.11: Épaisseurs mesurée et calculée d'un gâteau de cellulose au début d'une compression à 300 kPa sans assistance thermique

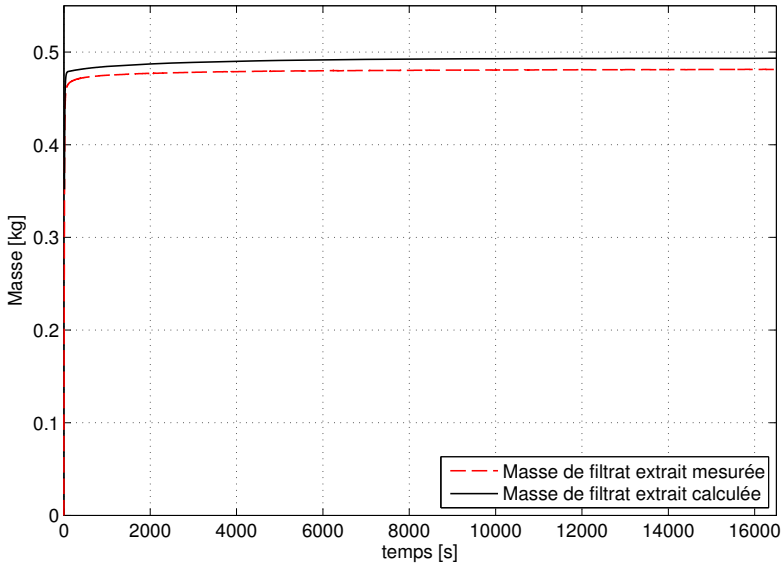

FIGURE 5.12: Masse de filtrat expulsé d'un gâteau de cellulose au début d'une compression à 300 kPa sans assistance thermique

lidation. La différence entre la masse calculée et la masse mesurée est de 12 grammes, soit 2,5% de la masse de filtrat mesurée, ce qui reste faible.

Le modèle décrit permet de représenter de manière réaliste l'opération de compression du gâteau de filtration quand l'état du gâteau à la transition est donné à partir des

données expérimentales. Les simulations permettent ainsi de décrire la masse de filtrat extraite ainsi que l'épaisseur finale d'échantillon de cellulose.
Cependant, le modèle montre ses limites en ce qui concerne la représentation de la dynamique de la déformation pour les temps courts.
Ceci doit être relié à la difficulté de représenter le comportement mécanique des milieux poreux formés avec le modèle du solide linéaire standard. Les erreurs de représentation de la mécanique entraîne des erreurs sur l'épaisseur de l'échantillon ainsi que sur la masse de filtrat qui en est extraite.

La figure 5.13 permet de comparer les pressions liquides mesurées et calculées à différentes distances du filtre.

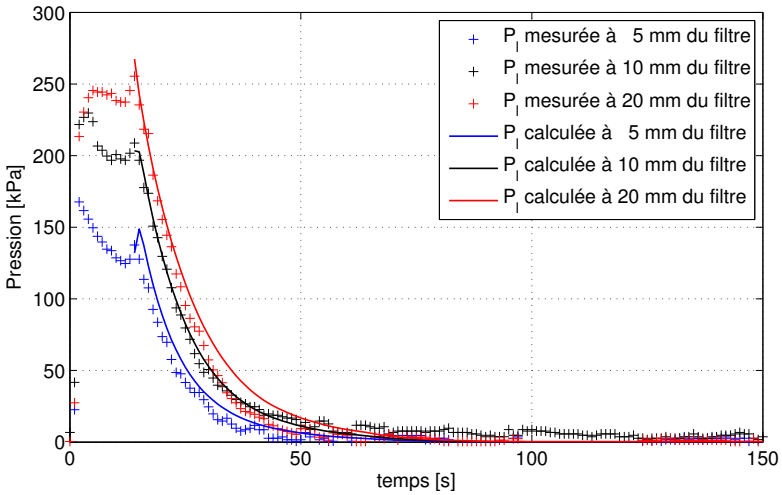

FIGURE 5.13: Pressions de pore calculée et mesurée dans un gâteau de cellulose au début d'une compression à 300 kPa sans assistance thermique

Après les premières secondes pendant lesquelles les pressions de pore mesurées correspondent aux pressions mesurées, on note une légère sur-évaluation du champ de pression calculée dans le gâteau. Pour un temps de 80 secondes, les pressions calculées et mesurées se dissipent dans le milieu poreux consolidé. Les pressions liquides mesurées comme celles calculées restent nulles pendant le reste de la simulation.
Cependant, l'écart entre les pressions de pore mesurées et celles calculées n'atteignent que 20 kPa environ pour des temps de 30 à 40 secondes, soit l'ordre de grandeur de l'incertitude de mesure. La sur-évaluation des pressions liquides constatée est donc peu significative.

Le modèle présenté permet donc de rendre compte de l'évolution du champ de pression de pore pendant la phase de consolidation du gâteau de filtration. Cependant, ces observations ne sont valables que dans le cas où la consolidation est simulée à part, en définissant l'état initial à partir des données expérimentales.

5.3.3 Modélisation de la compression assistée thermiquement

La simulation de l'étape de compression réalisée avec une assistance thermique est réalisée de manière analogue à celle de l'opération à température ambiante, en se basant sur les données expérimentales d'expériences conduites avec le piston maintenu à 80°C. On considére que le milieu poreux est à température ambiante au début de l'étape de compression.
La comparaison des épaisseurs mesurée et calculée pendant la compression sous 300 kPa d'un gâteau de cellulose est proposée sur la figure 5.14.

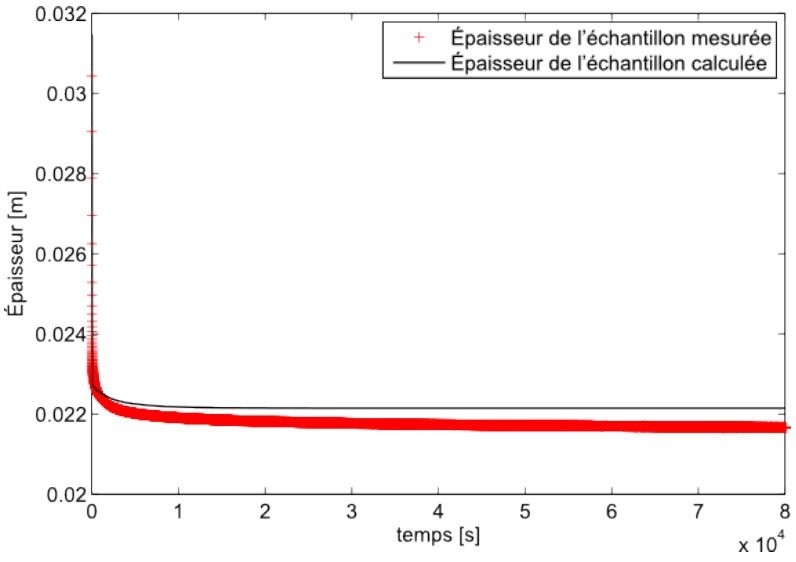

FIGURE 5.14: Épaisseurs mesurée et calculée d'un gâteau de cellulose pendant une compression à 300 kPa avec $T_{piston} = 80°C$

Contrairement aux données à température ambiante, on observe un écart sensible entre les données expérimentaleset la simulation à la fin de l'expérience. Ainsi l'écart entre les données mesurée et calculée atteint 0,46 mm, soit 2,12% de l'épaisseur réelle de l'échantillon.

Pour les temps courts, (cf. figure 5.15), on note le même type de comportement que pour les expériences conduites à température ambiante. La déformation initiale est ainsi sur-évaluée, ce qui conduit à une sous-évaluation de l'épaisseur de l'échantillon. Puis le taux de déformation diminue de manière importante, conduisant à une épaisseur calculée plus importante que l'épaisseur mesurée à partir d'un temps d'environ 500 secondes. Cette dynamique se retrouve en comparant la masse de filtrat calculée avec

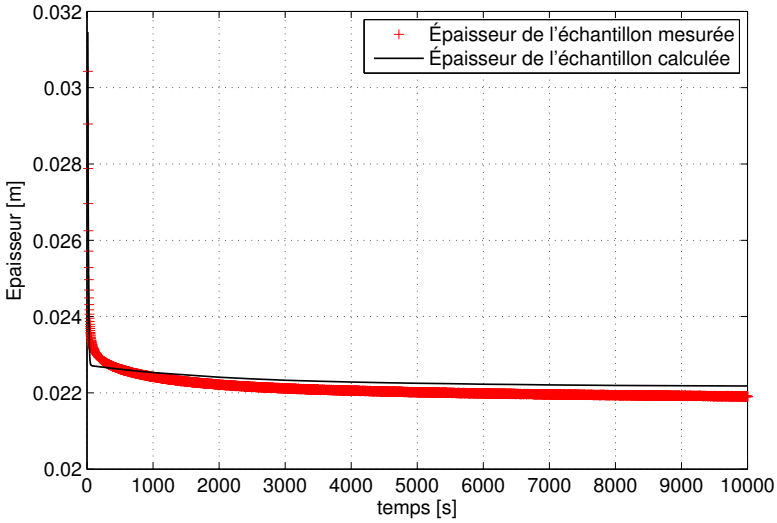

FIGURE 5.15: Épaisseurs mesurée et calculée d'un gâteau de cellulose au début d'une compression à 300 kPa avec $T_{piston} = 80°C$

celle mesurée comme le montre la figure 5.16 pour les temps courts.
Les premières secondes de la compression sont marquées par une surévaluation de la masse de filtrat, que l'on peut relier à la surévaluation de la déformation du milieu.

Pour les temps supérieurs à 300 secondes, la masse de filtrat calculée devient inférieure à la masse mesurée. Cette sous-estimation conduit, pour les temps longs, à une sous-estimation de la masse de filtrat recueilli à la fin de l'opération. On a ainsi un écart de 22,7 grammes entre la masse finale de filtrat calculée et la masse mesurée, soit un écart de 4,7 %. Ainsi, les grandeurs macroscopiques permettant de décrire l'opération sont correctement décrites par le modèle proposé pour les temps longs dans le cas de la déshydratation mécanique assistée thermiquement. Cependant, et comme dans le cas d'expériences réalisées sans assistance thermique, la dynamique de l'opération pour les temps courts est mal représentée par le modèle.

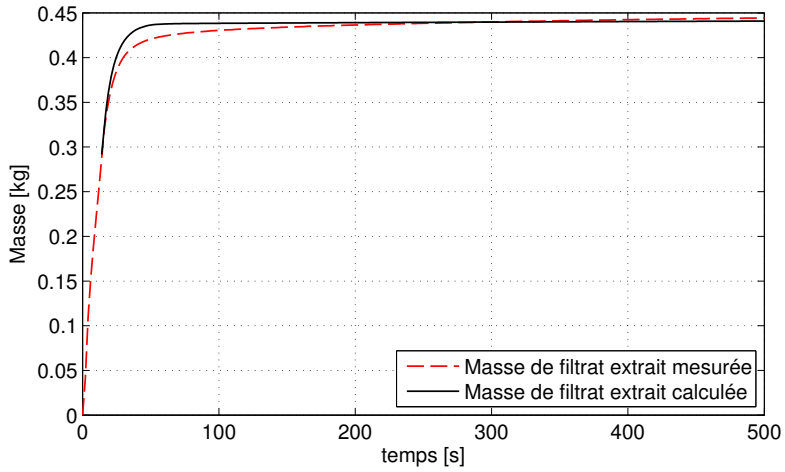

FIGURE 5.16: Masse de filtrat expulsé d'un gâteau de cellulose pendant une compression à 300 kPa avec $T_{piston} = 80°C$

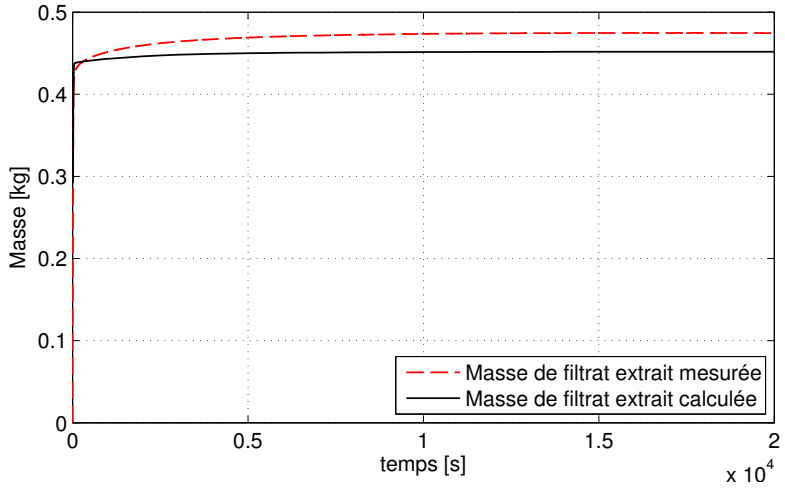

FIGURE 5.17: Masses de filtrat observée et simulée lors de la compression d'un gâteau de cellulose à 300 kPa avec $T_{piston} = 80°C$

Cependant, la comparaison de la température calculée au niveau du filtre avec la valeur mesurée par un thermocouple fin, proposée sur la figure 5.18, met en évidence un écart d'environ 10°C entre les deux grandeurs. Cet écart peut être dû soit à de mauvaises hypothèses sur l'estimation des paramètres thermiques effectifs du milieu poreux soit, plus vraisemblablement, à une mauvaise estimation du coefficient d'échange thermique entre l'échantillon et le milieu extérieur (cf. 4.1.2.3 page 104).
L'écart de température mis en évidence entraîne des différences significatives entre les

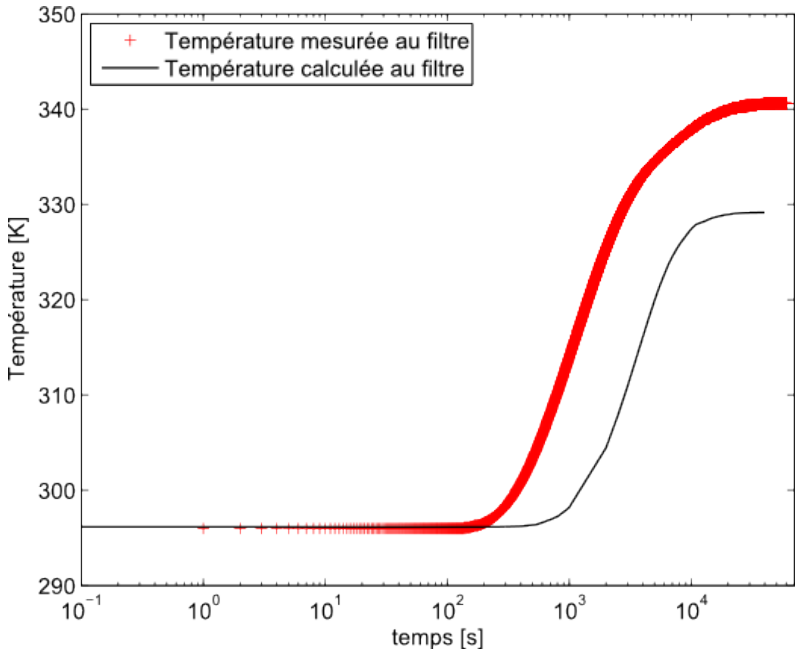

FIGURE 5.18: Température au niveau du filtre pendant la déshydratation d'un gâteau de cellulose pendant une compression à 300 kPa avec $T_{piston} = 80°C$

propriétés du milieux réelles et calculées du milieu poreux. Ces écart entraînent des déviations entre le comportement réel des produits et celui calculé, ce qui peut expliquer les différences relevées précédement sur les grandeurs caractéristiques de l'opération.

En ce qui concerne le champ de pression de pore dans le milieu, les valeurs calculées à 5, 10 et 20 mm du filtre sont données pour les temps courts sur la figure 5.19.

Comme pour les expériences effectuées à température ambiante, le champ de pression de pore est calculé de manière réaliste au début de la compression. Cependant l'effet de l'assistance thermique sur le champ de pression de pore n'est pas visible sur les données de simulation. Ainsi, alors que les pressions mesurées commencent à réaugmenter à partir de 40 secondes, la ré-augmentation de la pression de pore calculée n'est que très légèrement visible à 20 mm du filtre à partir de 80 secondes (cf. figure 5.20. De plus, pour les temps long, les valeurs de pression calculées sont inférieures d'un ordre de grandeur à celles mesurées. Ainsi, la pression de pore maximale est de 5,5 kPa.

Néanmoins, nous considérons que le modèle proposé permet de siuler la réapparition d'un gradient de pression de pore dans le gâteau sous l'effet de l'apport d'énergie thermique. La pressurisation thermique étant causée par les différences entre la déformation

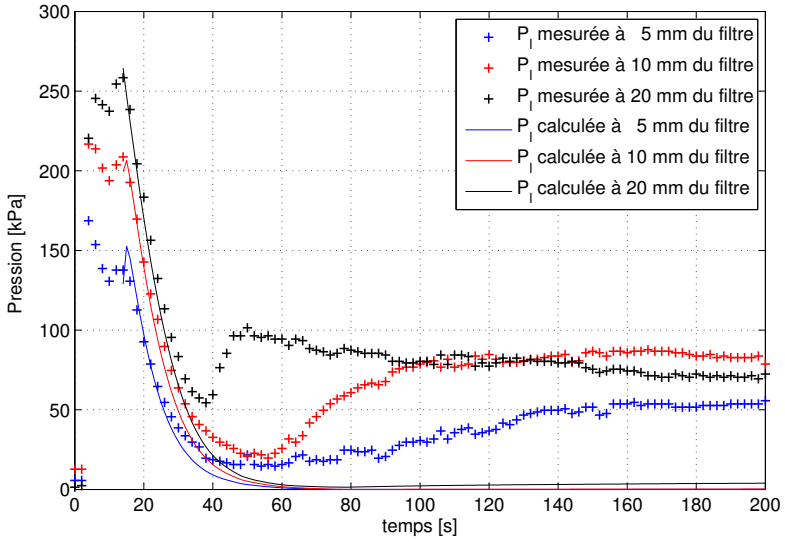

FIGURE 5.19: Pressions de pore calculée et mesurée dans un gâteau de cellulose au début d'une compression à 300 kPa avec $T_{piston} = 80°C$

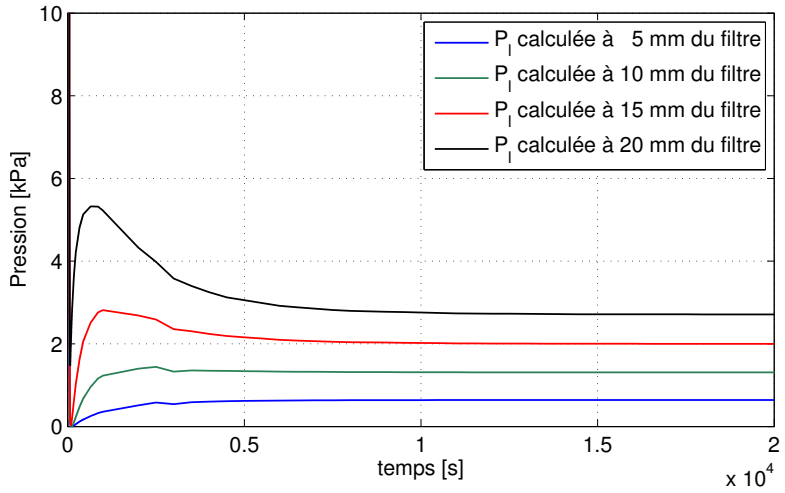

FIGURE 5.20: Pressions de pore calculée dans un gâteau de cellulose pendant une compression à 300 kPa avec $T_{piston} = 80°C$

de la phase solide et la dilatation thermique de l'eau, les erreurs faites sur la détermination de la déformation et la sous estimation du champ de température peuvent être la cause des différences observées sur la valeur de la pressions liquides.

Enfin, si le modèle permet de simuler la pressurisation thermique, il ne montre pas

la dissipation de ce gradient de pression sous l'effet d'un écoulement supplémentaire.

5.3.4 Étude de sensibilité aux paramètres du modèle pendant la phase de compression

Comme dans le cas de la filtration, une étude de sensibilité est réalisée afin de mettre en évidence les paramètres les plus influents sur la réponse du modèle ce compression.

En plus des paramètres cités au paragraphe 5.3.1.3 lors de l'étude de sensibilité de l'étape de filtration, les termes quantifiant l'influence de la température sur le milieu sont inclus cette étude. La consolidation est en effet la seule des deux étapes où l'influence de l'apport d'énergie thermique a été constatée expérimentalement.

Pour cela, il a été choisi de faire varier de 3% :

- la température imposée au piston,
- les paramètres $beta$ décrivant l'influence de la température sur la viscosité apparente η du milieu
- le paramètre d_k décrivant l'influence de la température sur la variation de la perméabilité en fonction de la solidosité
- le paramètre b_2 décrivant l'influence de la température sur le module d'élasticité E_2

Le choix d'une variation de 3%, au lieu de 5% pour l'étude de la phase de filtration, a été fait afin de ne pas déstabiliser le modèle numérique par une grande variation de la pression de consigne au moment de la transition. L'état initial est calculé à partir des états finaux de la filtration avec une valeur de pression appliquée non modifiée de manière à ne pas propager les erreurs faite lors de la filtration dans l'étude de sensibilité.

La figure 5.21 présente le résultat de l'étude de sensibilité du débit massique de filtrat aux paramètres étudiés pour les 100 premières secondes. Au dela de t=100 secondes, ausun paramètre n'a d'influence sur la réponse.

Les paramètres les plus influents sur le débit de filtrat sont b_k, φ_0, E_2^0, a_2, a_k et la pression de consigne P_{cons}, c'est-à-dire les paramètres déjà mis en évidence par l'étude de sensibilité pour l'étape de filtration. On remarque cependant que l'influence des paramètres décrivant la viscosité du milieu (E_1, η_0 et ζ) sont peu influents lors de la compression. Ceci peut s'expliquer par la compaction plus importante du milieu : étant plus tassé, le milieu se comporte de façon moins visqueuse.

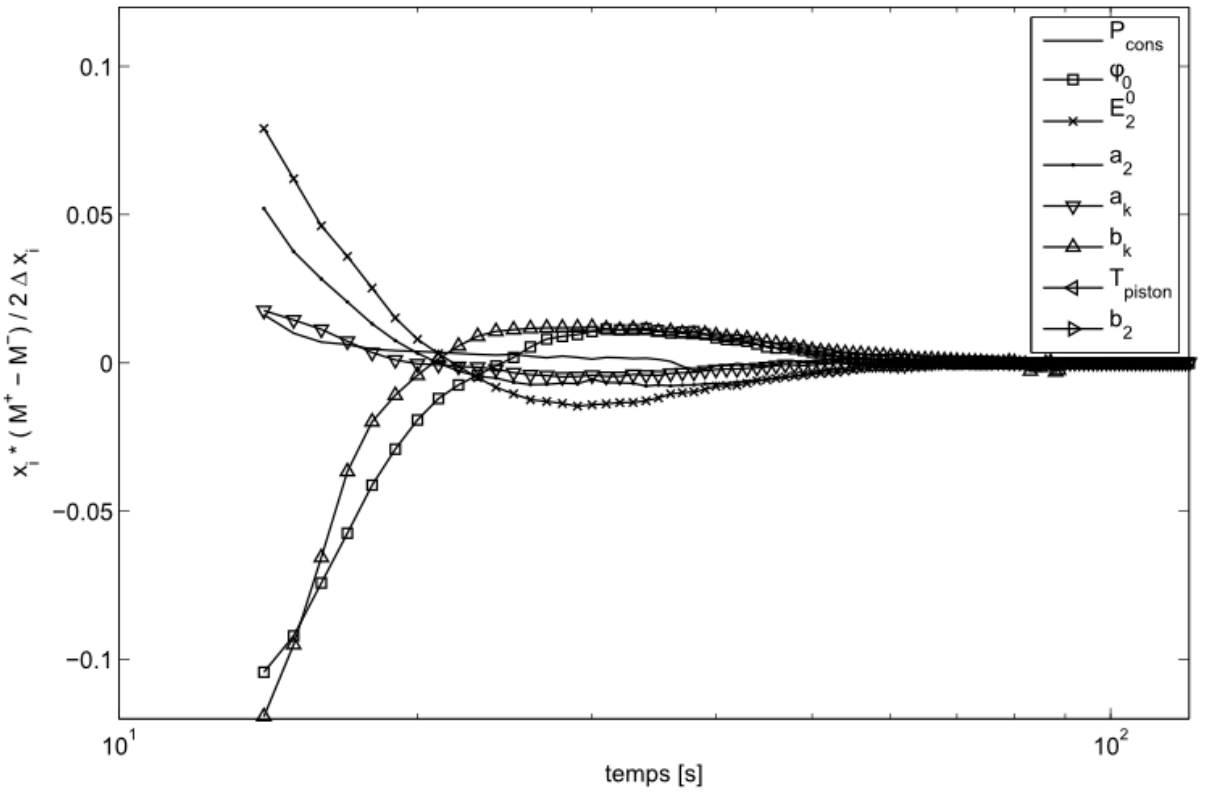

FIGURE 5.21: Sensibilité du débit de filtrat aux paramètres du modèle de compression

Les effets des paramètres liés au transfert thermique (T_{piston},b_2, d_k et β) sont négligeables sur l'intervalle de temps considéré, le régime thermique ne s'étant pas encore établi. Notons cependant que l'influence des paramètres liés au transfert thermique, y compris la température de consigne du piston, est tout aussi faible pour les temps plus longs.

Les paramètres critiques identifiés par l'étude de sensibilité sont la solidosité de gélification et le paramètre $\mathbf{b_k}$ qui quantifie l'évolution de la perméabilité avec la solidosité. La sensibilité étant négative, l'augmentation de ces deux paramètres entrainera une diminution du débit de filtrat. L'importance de la solidosité de gélification est due à son utilisation comme état de référence pour le calcul de la déformation : sa modification entraîne la modification de toutes les solidosités calculées, et donc de la quantité d'eau présente dans le gâteau. L'influence du paramètre $\mathbf{b_k}$ indique que l'opération de consolidation est largement déterminée par l'écoulement du fluide dans le milieu poreux. Ceci est à relier à la faible importance des paramètres visqueux. En effet, l'écoulement du liquide limite naturellement les taux de déformation du milieu, ce qui réduit d'autant

l'importance relative du paramètre η.

Le débit de filtrat se montre également sensible à la pression appliquée sur le milieu, ainsi qu'au paramètre E_2^0, et dans une moindre mesure à α_2, paramètres décrivant la part élastique de la déformation et son évolution avec σ_2.

En ce qui concerne l'influence des différents paramètres sur la pression de pores calculée à 5 mm du filtre, les résultats sont reportés sur la figure 5.22.

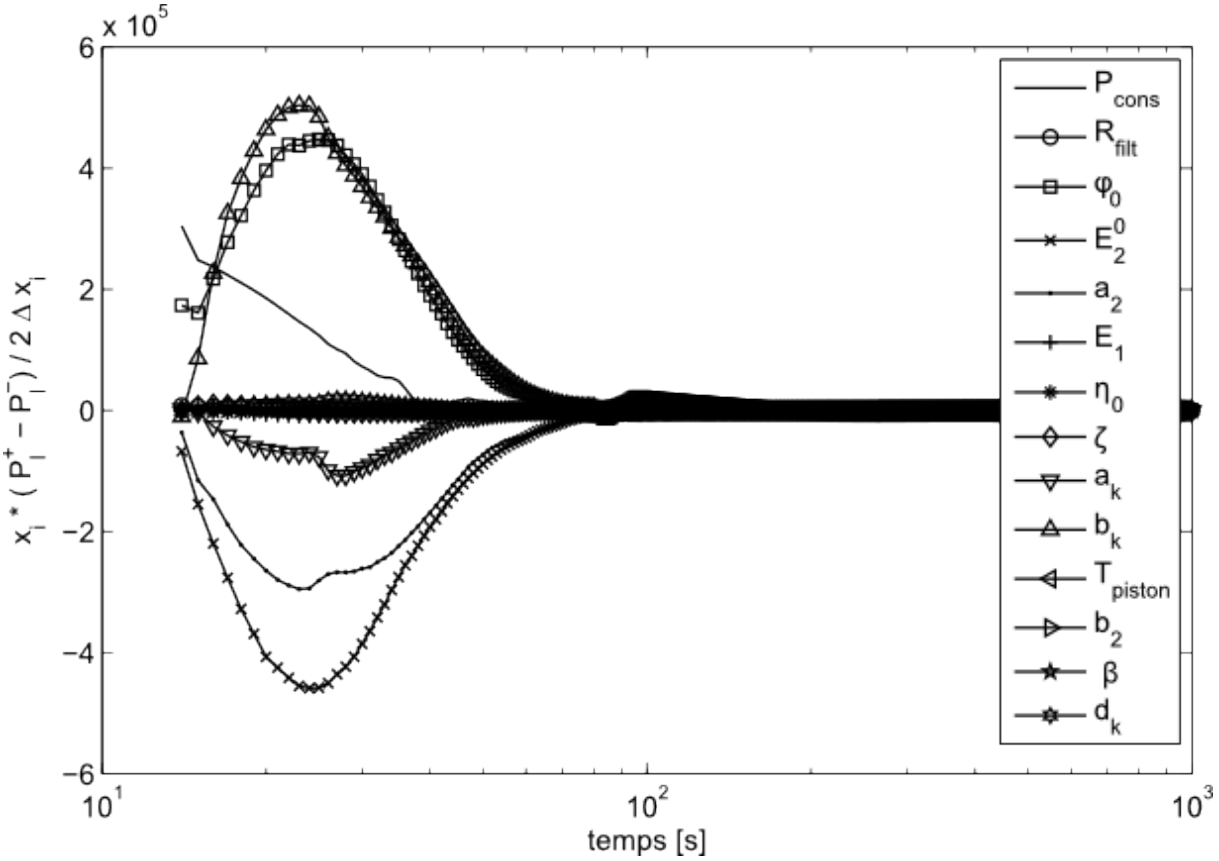

FIGURE 5.22: Sensibilité de la pression de pore aux paramètres du modèle de compression

Pour les temps inférieurs à 1000 secondes, les paramètres ayant le plus d'influence sur la valeur de la pression de pores sont les mêmes que ceux mis en évidence précédemment.

5.4 Conclusion sur la modélisation de l'opération

Le modèle numérique élaboré au cours de cette étude se révèle, après comparaison avec les données expérimentales, insuffisant pour étudier la totalité de l'opération de déshydratation mécanique assistée thermiquement. Le principal problème concerne la phase de filtration pendant laquelle la dynamique de la séparation est mal rendue par le modèle numérique. Il en résulte des écarts importants entre les dynamiques observées et celles calculées pendant la phase de consolidation qui suit.

Pour cette raison, l'étape de consolidation a été simulée séparément de celle de filtration, en utilisant les données expérimentales pour définir l'état initial du milieu poreux au début de la compression.
Dans ces conditions, le modèle rend compte de manière réaliste de la consolidation réalisée à température ambiante, tant du point de vue des grandeurs macroscopiques que du champ de pression de pore.

Enfin, la simulation de l'opération réalisée avec un apport d'énergie thermique a montré que les principaux mécanismes mis en évidence au cours de l'étude expérimentale sont globalement représentés par le modèle numérique. Le modèle permet en particulier de simuler la réapparition d'un gradient de pression de pores dans l'épaisseur du gâteau.
Cependant, la comparaison des résultats numériques avec les données expérimentales montre des différences de comportement importantes pour la cellulose. Ainsi la rhéologie des produits n'est pas correctement représentée par le modèle du solide linéaire standard, ce qui entraîne des différences significatives sur les quantités de filtrat recueilli pendant l'opération.
Compte tenu de l'influence de la température sur les propriétés des milieux poreux, la différence de 10°C entre les valeurs relevées et les températures calculée peut également être responsable de différences significatives entre les observations expérimentales et les simulations.

De plus, les effets de l'intensification thermique sont partiellement représentées. Le modèle proposé permet effectivement de montrer une pressurisation thermique des gâteaux mais les valeurs de pression liquide obtenues diffèrent largement des observations expérimentales. Là encore, le choix du modèle rhéologique et les valeurs des propriétés thermiques des gâteaux expliquent probablement les différences observées.

En plus de la comparaison des résultats de simulation avec les données expérimentales, des études de sensibilité du modèle numérique ont été effectuées. Les étapes de filtration et de compression ont été étudiées séparément, en s'intéressant au débit de filtrat et à la valeur de la pression de pore à 5 mm du filtre.
Dans les deux cas, l'étude de sensibilité met en évidence une sensibilité importante du modèle numérique à la valeur de la perméabilité et à son évolution avec la solidosité. En ce qui concerne les paramètres rhéologiques, l'étude de sensibilité montre que les réponses du modèle numérique de l'opération sont particulièrement sensibles aux paramètres définissant l'état d'équilibre ainsi que la solidosité de gélification. Par contre, les réponses du modèle sont peu sensibles aux paramètres caractérisant l'aspect visqueux du produit.

Le modèle numérique présenté possède l'avantage de prendre en compte tous les effets de l'apport d'énergie thermique mis en évidence lors de l'étude expérimentale. Malgré ses limitations, en particulier sur le calcul des déformations du milieu poreux, il forme ainsi un bon point de départ pour des études ultérieures. En effet l'utilisation de COMSOL Multiphysics permet de mettre en place des modèles numériques modulaires, le calcul de la déformation pouvant ainsi aisément être revu pour s'adapter à des produits dont le comportement est différent.

Chapitre 6

Conclusions et perspectives

Le centre RAPSODEE de l'École des Mines d'Albi-Carmaux travaille depuis de nombreuses années sur l'intensification de la déshydratation mécanique pour le traitement des déchets pâteux (boues de papeterie, de bentonite...) et de la biomasse humide. Contrairement aux autres voies d'intensification thermique actuellement étudiées, les conditions opératoires retenues conduisent à l'élimination de l'eau sous forme liquide.
En plus de limiter la dégradation thermique des produits potentiellement thermosensibles, évacuer l'eau sous forme liquide réd45t significativement les coûts de fonctionnement par rapport au séchage thermique. Ce procédé a été breveté en 2007, notamment pour son application aux boues de bentonite et à la biomasse humide (luzerne, algue, ...).
Les gains résultant de l'intensification thermique dépendent cependant des produits traités et l'identification des champs d'application de l'opération nécessite la connaissance des mécanismes physiques mis en jeu.

L'objectif principal de ce travail était ainsi l'identification des phénomènes physiques mise en jeu los de l'application du procédé à des suspensions saturées. Cette identification n'est possible que par l'acquisition d'informations sur le comportement des produits à l'échelle locale pendant la déshydratation mécanique assistée thermiquement. Pour cette raison, il est nécessaire de mettre en place des outils expérimentaux permettant l'accès à ces grandeurs locales. La phénoménologie observée est ensuite validée par la modélisation des phénomènes physiques identifiés. Pour cela, les propriétés des matériaux et des milieux poreux traités doivent être connues, en particulier les propriétés mécaniques.

L'état de l'art a montré que les modifications des propriétés du milieu poreux

pendant l'opération, et en particulier celles de la perméabilité, influencent de manière importante l'efficacité de l'opération de séparation. Les cellules de compression-perméabilité sont habituellement utilisées pour caractériser ces propriétés, mais les outils disponibles fonctionnent à température ambiante. Compte tenu des conditions opératoires du procédé développé à l'École des Mines d'Albi-Carmaux, une cellule de compression-perméabilité permettant de travailler en température a été conçue, construite et mise en oeuvre. Cet outil a également été conçu pour caractériser la déformation d'un milieux poreux sous l'effet d'une contrainte. Il est inséré dans une servopresse permettant d'appliquer une contraintes maximale de 25 kN soit une pression maximale de 1500 kPa avec un écart type inférieur à 5 kPa pour les cellules utilisées. De plus, la servopresse permet d'imposer des vitesses de déplacement jusqu'à 90mm.s^{-1}, le déplacement du piston étant mesuré à 10^{-5} m près.

Cet outil a permis de déterminer la loi d'évolution de la perméabilité de produits modèles, à température ambiante et à 80 °C pour des pressions imposées sur les échantillons entre 50 et 1100 kPa. Des différences significatives dans les valeurs de perméabilité selon la composition des milieux, d'une part, et leur température, d'autre part, ont ainsi pu être mises en évidence. Les mesures ont montré une diminution de la perméabilité des gâteaux de cellulose de $3{,}5.10^{-13}$ m^2 pour une pression appliquée de 50 kPa à $1{,}3.10^{-15}$ m^2 pour une pression appliquée de 1100 kPa. De plus, une augmentation de 35% de la perméabilité des gâteaux de talc a été observée entre 22 et 80°C. De manière à traduire les évolutions de la perméabilité en fonction des propriétés des milieux poreux, des lois d'évolutions linéaires prenant en compte les effets de la température ont été posées entre la solidosité et le logarithme de la perméabilité.

L'installation utilisée permet également de mesurer la déformation du milieu en réponse à des paliers de contraintes entre 30 et 1100 kPa pour des températures entre 20 et 80°C. Les données expérimentales relevées au cours de ces expériences ont servi à la mise en place d'un modèle de comportement mécanique, basé sur le modèle du solide linéaire standard. Ce modèle rhéologique permet de décrire la déformation des produits viscoélastiques. Pour tenir compte de l'influence de la température, les coefficients intervenant dans ce corps ont été définis comme des fonctions de la température.

Après la caractérisation des produits utilisés, une étude des phénomènes physiques mis en jeu lors de la déshydratation mécanique assistée thermiquement à des produits modèles a été réalisée en utilisant des cellules de filtration-compression. Les dispositifs expérimentaux utilisés sont munis de pistons chauffés par des résistances électriques ou

par circulation d'un fluide caloporteur permettant de fixer la température sur la face supérieure de l'échantillon, l'évacuation du filtrat se faisant par la face inférieure. La cellule est instrumentée avec des capteurs de pression de pore répartis tous les 5 mm sur la hauteur de cette cellule. Ils Permettent de mesurer la pression avec une précision de mesure de 0,2% à température ambiante et de 10% à 80°C. Ainsi instrumenté, ce dispositif permet le suivi de la pression de la phase liquide dans le milieu poreux pendant l'étape de filtration jusqu'à la consolidation finale du gâteau lorsque la déshydratation est réalisée à température ambiante ou sous assistance thermique.

Le suivi de la pression liquide à température ambiante permet d'estimer la croissance du gâteau de filtration, ainsi que d'ientifier la transition entre l'étape de filtration et celle de consolidation. Lors de déshydratation à 1125 kPa, le gradient de pression de pore dans les gâteaux a été évalué à 14 $MPa.m^{-1}$ pour les gâteaux de talc à la transition filtration-compression. Ce gradient de pression liquide disparait ensuite au cours de la compression des gâteaux. Pour les expériences réalisées sous assistance thermique, il a été montré que, du fait d'un temps caractéristique plus long, l'apport de chaleur n'a pas d'influence sur la filtration et le début de la consolidation. Cependant pour les temps longs, on observe une réapparition du gradient de pression de pore dans les milieux poreux sous l'effet de l'apport d'énergie thermique. Dans le cas du talc consolidé sous 1125 kPa, sa valeur est de 2,5 $MPa.m^{-1}$. L'explication suivante a été proposée : en diminuant la masse volumique de l'eau, la température entraîne une augmentation de la pression du liquide à proximité du piston. Du fait de la consolidation de la matrice poreuse, le gradient de pression résultant ne peut se dissiper immédiatement par écoulement, ce qui conduit à la pressurisation du milieu poreux. Pour des temps plus longs, l'augmentation de la température au niveau du média filtrant modifie les propriétés physiques du milieu (compressibilité et perméabilité du solide et viscosité du liquide), conduisant à des conditions plus favorables à l'écoulement de la phase liquide. Un écoulement de filtrat additionnel est ainsi observé lorsque le gradient de pression liquide atteint une valeur critique, entraînant une dissipation de ce gradient.

Les phénomènes physiques supposés en jeu dans l'opération de déshydratation assistée thermiquement et identifiés au travers de l'étude expérimentale ont été traduits sous la forme d'un modèle mathématique basé sur les équations de conservation de la masse et de l'énergie couplées à un modèle rhéologique.
L'équation de conservation de la masse suit une approche conventionnelle, mais tenant compte de l'influence de la température sur la perméabilité par l'intermédiaire de la loi de comportement identifiée expérimentalement. De plus, l'influence de la température

sur la pression du liquide a été formalisée en utilisant le principe de la pressurisation thermique. Pour le modèle thermique, un équilibre local a été supposé. Enfin, le modèle rhéologique est basé sur le modèle du solide linéaire standard, pour lequel les paramètres ont été déterminé expérimentalement. Ce modèle global a été introduit dans le logiciel COMSOL Multiphysics et résolu avec le solveur UMFPACK. Les équations sont résolues sur deux sous domaines, respectivement associés à la suspension et au gâteau, pendant la phase de filtration, l'épaisseur de ces domaines variant au cours du processus. En fin de filtration, les données obtenues en fin de filtration sont reprises comme état initial de l'étape de compression, qui est modélisée à part en suivant la même formulation physique.

La comparaison des résultats de simulation avec les données expérimentales au cours de l'opération de filtration montre que la loi de comportement mécanique utilisée ne permet pas de représenter de manière satisfaisante la filtration. Si la simulation permet de retrouver les évolutions générales des variables macroscopiques (telle que la masse de filtrat extraite) et du champ de pression de pore dans le gâteau, les résultats numériques ne sont pas parfaitement en accord avec les valeurs mesurées expérimentalement. Pour cette raison, l'analyse des résultats du modèle pendant l'étape de consolidation du milieu poreux s'est basée sur les données expérimentales à la transition entre la filtration et la compression. Au cours de cette dernière étape, le modèle permet de représenter l'ensemble des phénomènes physiques observés expérimentalement lors de la déshydratation mécanique assistée thermiquement, et particulièrement le phénomène de pressurisation thermique. Cependant, la modélisation actuelle de la déformation des milieux poreux et des transferts de chaleur dans le gâteau, si elle permet de retrouver les tendances, est insuffisante pour rendre compte de manière réaliste de la dynamique de l'opération.
Ainsi, le modèle numérique de l'opération décrit, s'il constitue une bonne base pour la simulation de la déshydratation mécanique assistée thermiquement, devra être modifié pour améliorer la représentation du comportement mécanique du milieu poreux. Une étude de sensibilité de la réponse du modèle aux paramètres montre, que durant le début de la consolidation, les paramètres décrivant l'élasticité et la perméabilité du milieu sont les plus influents et que la viscosité apparente du produit n'a qu'une influence secondaire.
De plus, une étude plus poussée des propriétés thermiques effectives des gâteaux ainsi que des coefficients d'échanges de la cellule d'analyse devra être réalisée afin de calculer de manière plus précise le champ de température dans le milieu. Ceci passera, entre autres, par la réalisation d'un modèle à deux dimensions de l'opération qui permettra

de prendre en compte l'influence des pertes pariétales.

Du fait de l'importance de la déformation sur la dynamique de déshydratation mécanique, une meilleure prise en compte de l'aspect mécanique de l'opération est la principale perspective d'amélioration identifiée. Pour cela, un dispositif de tomographie de résistance électrique a été conçu. En l'adaptant sur la cellule montée sur la servopresse, il sera possible de disposer de mesures expérimentales de l'évolution de la solidosité du milieu poreux pendant un palier de compression.

Les données expérimentales obtenues avec l'installation modifiée permettront d'affiner la détermination du comportement mécanique des produits, le cas échéant en utilisant des lois de comportement différentes. Ces lois pourront alors être utilisées dans le modèle numérique pour obtenir une meilleure représentation de la déformation. Enfin, dans l'optique de l'application de l'opération de déshydratation mécanique assistée thermiquement à des produits réels, une étude expérimentale similaire au présent travail devra être mise en oeuvre pour estimer l'influence d'une phase gazeuse sur l'opération de séparation. De plus, un modèle triphasique de l'opération devra être réalisé pour permettre de simuler de manière réaliste l'opération sur les produits réels.

Bibliographie

N. Abbasi, H. Rahimi, A. A. Javadi et A. Fakher : Finite difference approach for consolidation with variable compressibility and permeability. *Computer and Geotechnics*, 34(1):41–52, 2007.

C. Bergins : Mechanical/thermal dewatering of lignite. part 2 : A rheological model for consolidation and creep process. *Fuel*, 83(3):267–276, 2004.

C. Bergins, S. Berger et K. Strauss : Dewatering of fossil fuels and suspensions of ultrafine particles bg mechanical/thermal dewatering. *Chemical Engineering & Technology*, 22(11):923, 1999.

C. Bergins, J. Hulston, K. Strauss et A. L. Chaffee : Mechanical/thermal dewatering of lignite. part 3 : Physical properties and pore structure of mte product coals. *Fuel*, 86(1-2):3–16, 2007.

M. A. Biot : General theory of three-dimentional consolidation. *Journal of Applied Physics*, 12:155, 1941.

R. Burger : Phenomenological foundation and mathematical theory of sedimentation-consolidation processes. *Chemical Engineering Journal*, 80(1-3):177–188, 2000.

R. Burger, F. Concha et F. M. Tiller : Applications of the phenomenological theory to several published experimental cases of sedimentation processes. *Chemical Engineering Journal*, 80(1-3):105–117, 2000.

R. Buscall et L. R. White : On the consolidation of concentrated suspensions 1 : the theory of sedimentation. *J. Chem. Soc. Faraday Trans.*, 1(83):873, 1987.

P.C. Carman : Fluid flow through granular beds. *Chemical Engineering Research and Design*, 15(a):150–166, 1937.

I. L. Chang et D. J. Lee : Ternary expression stage in biological sludge dewatering. *Water Research*, 32(3):905–914, 1998.

M. Chijimatsu, T.S. Nguyen, L. Jing, J. De Jonge, M. Kohlmeier, A. Millard, A. Rejeb, J. Rutqvist, M. Souley et Y. Sugita : Numerical study of the thm effects on the near-field safety of a hypothetical nuclear waste repository–bmt1 of the decovalex iii project. part 1 : Conceptualization and characterization of the problems and summary of results. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 42(5-6):720–730, 2005.

M. L. Christensen et M. Hinge : The influence of creep on cake solid volume fraction during filtration of core-shell particles. *Colloids and surfaces A - Physicochemical and engineering aspects*, 320(1-3):227–232, 2008.

M. L. Christensen et K. Keiding : Creep effects in activated sludge filter cakes. *Powder Technology*, 177(1):23–33, 2007.

S. A. Clayton, O. N. Scholes, A. F. A. Hoadley, R. A. Wheeler, M. J. McIntosh et D. Q. Huynh : Dewatering of biomaterials by mechanical thermal expression. *Drying Technology*, 24(7):819–834, 2006.

G. Copin-Montégut : Propriétés physiques de l'eau de mer. *In Techniques de l'Ingénieur*. Éditions Techniques de l'Ingénieur, 1996.

S. Couturier : *Étude de la déshydratation mécanique assistée thermiquement.* Thèse de doctorat, ENSAM, 2002.

S. Couturier, M. Valat, J. Vaxelaire et J.R. Puiggali : Enhanced expression of filter cakes using a local thermal supply. *Separation and Purification Technology*, 57(2):321 – 328, 2007.

D. Curvers, K. C. Maes, H. Saveyn, B. De Baets, S. Miller et P. Van der Meeren : Modelling the electro-osmotically enhanced pressure dewatering of activated sludge. *Chemical Engineering Science*, 62(8):2267 – 2276, 2007.

N. Cusso-Grau : Energy balance of a thermally assisted mechanical dewatering process. Mémoire de mastère, ETSEIB, 2009.

H. Darcy : *Les fontaines publiques de la ville de Dijon.* Dalmont, V, 1856.

C. David : Étude d'un procédé couplant déshydratation mécanique et séchage par contact appliqué à des boues de papeterie. Mémoire de mastère, Université Paul Sabatier–Toulouse 3, 1999.

T. A. Davis : Algorithm 832 : Umfpack v4.3—an unsymmetric-pattern multifrontal method. *ACM Trans. Math. Softw.*, 30(2):196–199, 2004.

M. Eberl, K. A. Landman et P. J. Scales : Scale-up procedures and test methods in filtration : a test case on kaolin plant data. *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, 103(1-2):1–10, 1995.

M. Fathi-najafi et H. Theliander : Determination of local filtration properties at constant-pressure. *Separations Technology*, 5(3):165–178, 1995.

S. Ghabezloo, J. Sulem et J. Saint-Marc : The effect of undrained heating on a fluid-saturated hardened cement paste. *Cement and Concrete Research*, 39(1):54 – 64, 2009.

N. Grimi, I. Praporscic, N. Lebovka et E. Vorobiev : Selective extraction from carrot slices by pressing and washing enhanced by pulsed electric fields. *Separation and Purification Technology*, 58(2):267–273, 2007.

C. Johansson et H. Theliander : Validation of predicted local profiles in cake filtration. *Chemical Engineering Research & Design*, 85(A2):220–228, 2007.

G. F. Kamst, O. S. L. Bruinsma et J. deGraauw : Solid-phase creep during the expression of palm-oil filter cakes. *AIChE Journal*, 43(3):665–672, 1997.

M. Kaviany : *Principles of heat transfer in porous media*. Springer, 1995.

M. A. Koenders et R. J. Wakeman : The initial stages of compact formation from suspensions by filtration. *Chemical Engineering Science*, 51(16):3897–3908, 1996.

J. Kozeny : About capillaries conducting water in the earth. *Sitzber. Akd. Wiss. Wien, Math. Naurv. Kasse*, 136:271–306, 1927.

E. J. La Heij : *An analysis of sludge filtration and expression*. Thèse de doctorat, Eindhoven University of technology, 1994.

E. J. La Heij, P. J. A. M. Kerkhof, A. J. M. Herwijn et W. J. Coumans : Fundamental aspects of sludge filtration and expression. *Water Research*, 30(3):697–703, 1996.

A.H. Lachenbruch : Frictional heating, fluid pressure, and the resistance to fault motion. *Journal of geophysical research*, 85:6097–6112, 1980.

K. A. Landman, C. Sirakoff et L. R. White : Dewatering of flocculated suspensions by pressure filtration. *Phys. Fluids A*, A(3):1495, 1991.

K. A. Landman, L. R. White et M. Eberl : Pressure filtration of flocculated suspensions. *AIChE Journal*, 41(7):1687–1700, 1995.

J. E. Lee, J. K. Lee et H. K. Choi : Filter press for electrodewatering of waterworks sludge. *Drying Technology*, 25(10):1649–1657, 2007.

W. M. Lu, Y. P. Huang et K. J. Hwang : Methods to determine the relationship between cake properties and solid compressive pressure. *Separation and Purification Technology*, 13(1):9 – 23, 1998a.

W. M. Lu, Y. P. Huang et K. J. Hwang : Stress distribution in a confined wet cake in the compression-permeability cell and its application. *Powder Technology*, 97 (1):16–25, 1998b.

T. Mahmood, M. Zawadzki et S. Banerjee : Pilot study of impulse drying industrial sludge. *Environmental Science & Technology*, 32(12):1813–1816, 1998.

A. Mahmoud, P. Arlabosse et M. A. Fernandez : Application of a thermally assisted mecanical dewatering process to biomass. soumis à Biomass & Bioenergy (octobre 2009), 2009.

A. Mahmoud, A. Fernandez, T. M. Chitu et P. Arlabosse : Thermally assisted mechanical dewatering (tamd) of suspensions of fine particles : Analysis of the influence of the operating conditions using the response surface methodology. *Chemosphere*, 72(11):1765–1773, 2008.

D. Mihoubi, J. Vaxelaire, F. Zagrouba et A. Bellagi : Mechanical dewatering of suspension. *Desalination*, 158(1-3):259 – 265, 2003.

F.J. Millero et A. Poisson : International one-atmosphere equation of state of seawater. *Deep-sea research Part A - Oceanographic research papers*, 28(6):625–629, 1981.

OTV : *Traiter et valoriser les boues*. OTV, 1997. ISBN 2-9511059-0-8.

U. A. Peuker et W. Stahl : Scale-up of steam pressure filtration. *Chemical Engineering and Processing*, 38(4-6):611 – 619, 1999.

U. A. Peuker et W. Stahl : Steam pressure filtration : Mechanical-thermal dewatering process. *Drying Technology*, 19(5):807–848, 2001.

S. Rebouillat, D. Leclerc et G. Baluais : La déshydratation par filtration-pressage.modélisation de la compression unidirectionnelle. *Entropie*, 121:13–29, 1985.

K. Rietema : Science and technology of dispersed two-phase systems–i and ii. *Chemical Engineering Science*, 37(8):1125–1150, 1982.

B. F. Ruth : Correlating filtration theory with industrial practice. *Ind. Eng. Chem.*, 38(6):564–571, 1946.

P. Sedin, C. Johansson et H. Theliander : On the measurement and evaluation of pressure and solidosity in filtration. *Chemical Engineering Research & Design*, 81 (A10):1393–1405, 2003.

M. Shirato, T. Murase, H. Kato et S. Fukaya : Fundamental analysis for espression under constant pressure. *Filtration and Separation*, 7:277–282, 1970.

M. Shirato, M. Sombuichi, H. Kato et T. Aragaki : Internal flow mechanism in filter cakes. *AIChE Journal*, 15(3):405, 1969.

M. Shirato, K. Swamee et al : Industrial expression equation for solid-liquid mixture under constant pressure. *Jour. Chem. Ing. of japan*, 12:51–55, 1979.

R.H. Sibson : Interactions between temperature and pore-fluid pressure during earthquake faulting and a mechanism for partial or total stress relief. *Nature - Physical science*, 243:66, 1973.

M. C. Smythe et R. J. Wakeman : The use of acoustic fields as a filtration and dewatering aid. *Ultrasonics*, 38(1-8):657–661, 2000.

P. B. Sorensen, P. Moldrup et J. Hansen : Filtration and expression of compressible cakes. *Chemical Engineering Science*, 51(6):967–979, 1996.

K. Stamatakis et C. Tien : Cake formation and growth in cake filtration. *Chemical Engineering Science*, 46(8):1917–1933, 1991.

K. Strauss : *Method and device for reducing the water content of water containing Brown coal.* Thèse de doctorat, Université de Dortmund, 1995.

E. S. Tarleton : Cake filter scale-up, simulation and data acquisition - a new approach. *Journal of the Chinese Institute of Chemical Engineers*, 39(2):151–160, 2008.

K. Terzaghi et R. B. Peck : *Soils mechanics in engineering practice.* Wiley, 1948.

C. Tien, S. K. Teoh et R. B. H. Tan : Cake filtration analysis–the effect of the relationship between the pore liquid pressure and the cake compressive stress. *Chemical Engineering Science*, 56(18):5361–5369, 2001.

F. M. Tiller et J. R. Crump : Solid-liquid separation, an overview. *Chemical Engineering Progress*, 73(10):65–75, 1977.

F. M. Tiller, S. Haynes et W. M. Lu : The role of porosity in filtration VII effect of side-wall friction in compression-permeability cells. *AIChE Journal*, 18(1):13–20, 1972.

F. M. Tiller et C. S. Yeh : The role of porosity in filtration. part xi : Filtration followed by expression. *AIChE Journal*, 33(8):1241–1255, 1987.

F.M. Tiller et W.F. Leu : Basic data fitting in filtration. *J. Chin. Inst. Chem. Engrs*, 11:61–70, 1980.

I Tosun, M. S. Willis, F. Desai et G. G. Chase : Analysis of drag and particulate stress in porous media flows. *Chemical Engineering Science*, 50(12):1961–1969, 1995.

H. WEINGÄRTNER, E. U. Franck, G Wiegand, N Dahmen, G. Schwedt, F. H. Frimmel, B. C. Gordalla, K. Johannsen, R. S. Summers, W. Höll, M. Jekel, R. Gimbel, R. Rautenbach et W. H. Glaze : *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, chapitre Water. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co, 2002.

R. A. Wheeler : *Mechanical thermal expression : Characterisation and modelling of the compression mechanism.* Thèse de doctorat, Monash University, 2007.

R. A. Wheeler, A.F.A. Hoadley et S. A. Clayton : Modelling the mechanical thermal expression behaviour of lignite. *Fuel*, 88(9):1741 – 1751, 2009.

S Whitaker : Flow in porous-media. 1. a theoretical derivation of darcy's-law. *Transport in porous media*, 1(1):3–25, 1986.

M. S. Willis, C. Shen et M. D. Green : Investigations of the fundamental assumptions relating compression-permeability data with filtration. *Canadian Journal of Chemical Engineering*, 52(331-337):331–337, 1974.

R. M. Wu, D. J. Lee, C. H. Wang, J. Zhao et R. B. H. Tan : Discrepancy in cake characteristic measurement : Compression-permeability cell. *Journal of Chemical Engineering of Japan*, 33(6):869–878, 2000.

J. Zhao, C. H. Wang, D. J. Lee et C. Tien : Plastic deformation in cake consolidation. *Colloid and Interface Science*, 261:133–145, 2003.

Liste des symboles

Lettres grecques

α Résistance spécifique du gâteau [m^{-2}]

α_i Coefficient de dilatation thermique de la phase i [K^{-1}]

δ Déformation [-]

ϵ Porosité [-]

ϵ_s Porosité surfacique [-]

φ Solidosité, ou part volumique de solide dans le milieu [-]

λ Conductivité thermique [$W.m^{-1}.K^{-1}$]

μ Viscosité dynamique du liquide [Pa.s]

η Viscosité apparente du milieu poreux [Pa.s]

ρ Masse volumique [$kg.m^{-3}$]

σ Pression sur la phase solide [Pa]

σ_2 Pression virtuelle sur la phase solide s'applicant sur la module d'élasticité E_2, [Pa]

τ Tortuosité du milieu [-]

ζ Coefficient de l'équation de 3.29 [-]

ω Coordonnée dans le repère matériel [m]

$\bar{\Omega}$ Domaine d'étude. Coordonnées matérielles

Ω Domaine d'étude. Coordonnées physiques

Lettres latines

$\mathcal{A}$	Aire de l'interface sur un volume $d\mathcal{V}$ [m^2]
A	Section du milieu poreux [m^2]
a	Coefficient de diffusion thermique [$m^2.s^{-1}$]
$\mathbf{a}_k$	Coefficient de l'équation 3.18 [-]
$\mathbf{b}_k$	Coefficient de l'équation 3.18 [-]
$\mathbf{c}_k$	Coefficient de l'équation 3.18 [-]
$\mathbf{d}_k$	Coefficient de l'équation 3.18 [-]
C	Coefficient de consolidation [$m^2.s^{-1}$]
C_p	Capacité calorifique massique [$J.kg^{-1}.K^{-1}$]
E	Module d'élasticité [Pa^{-1}]
e	Taux de vide du milieu [-]
$\mathcal{F}$	Coéficient de transfert de force interphasique [-]
$\mathbf{h}$	Coefficient de transfert thermique [$W.m^{-2}.K^{-1}$]
h	Épaisseur [m]
K	Compressibilité isotherme [Pa^{-1}]
k	Perméabilité du milieu [m^2]
L	Longueur caractéristique [m]
M	Débit massique de filtrat [$kg.s^{-1}$]
m_i	Masse de la phase i dans l'échantillon [m]
P	Pression [Pa]
Pe	Nombre de Peclet [-]
Q	Débit volumique [$m^3.s^{-1}$]
q	Vitesse en fut vide [$m.s^{-1}$]
R	Résistance du filtre [m^{-1}]
S	Salinité [$g.l^{-1}$]
S_{spe}	Surface spécifique de la phase solide [m^{-1}]
T	Température locale [K]

t Temps [s]

t_{diff} Temps caractéristique de diffusion [s]

$\mathcal{V}$ Volume [m^3]

V Vitesse [$m.s^{-1}$]

x Coordonnée dans le repère physique [m]

X_e Teneur en eau en base sèche [kg eau par kg de matière sèche]

Indices

0 Valeur pour le gâteau à la solidosité de gélification

∞ Valeur à l'équilibre

amb Condition ambiante

c Valeur dans le circuit hydraulique

eq Milieu global

gat Gâteau

inf Valeur au média poreux inférieur de la cellule CP

int Valeur à l'interface solide-liquide

l Phase liquide

m Valeur au média poreux de la cellule FC

s Phase solide

sup Valeur au média poreux supérieur de la cellule CP

$susp$ Échantillon

f Filtrat

Table des figures

1.1 Classification des procédés de séparation solide liquide. 2
1.2 Schémas de principe de la filtration-compression 4
1.3 Schéma de principe d'un filtre presse à membranes. 5
1.4 Schéma de principe d'une presse à vis. 5
1.5 Schéma de principe d'un filtre à bande. 6
1.6 Schéma de principe d'un procédé complet de séchage 6
1.7 Influence de la siccité intermédiaire sur la consommation globale pour une tonne de matière sèche. 7
1.8 Effets de la pression et de la température sur la siccité finale 9

2.1 Principe de la filtration unidimensionnelle et notations utilisées 15
2.2 Volume de filtrat récupéré pour différentes suspensions 17
2.3 Bilan de forces sur une particule immobile 22
2.4 Bilan de forces global 23
2.5 Exemple de milieu poreux présentant des porosités surfaciques différentes pour une porosité volumique de 0,5 24
2.6 Comparaison des valeurs moyennes de la résistance spécifique du gâteau 26
2.7 Représentation de Maxwell du modèle de Taylor-Marchant 29
2.8 Représentation de Maxwell du modèle du solide linéaire standard 31
2.9 Représentation du modèle utilisé par Bergins pour simuler la déformation de lignites. 32
2.10 Principe du procédé MTE. 34
2.11 Humidité finale en fonction de la température d'opération pour différents produits. 35
2.12 Influence de la température sur la cinétique de déshydratation de suspensions de kaolin. . . 36
2.13 Cellules d'analyse pour le procédé MTE utilisées à l'université de Monash. 37
2.14 Teneur en eau finale de lignites de différentes provenances traitées par déshydratation mécanique assistée thermiquementen fonction de la pression et de la température opératoire . . 37
2.15 Filtration sous pression de vapeur. 38

2.16 Cellule de filtration sous pression de vapeur. 39
2.17 Teneur en eau finale en fonction de la quantité et de la pression de vapeur d'eau. 39
2.18 Cellule de filtration-compression utilisée par Couturier. 40
2.19 Épaisseur du gâteau et températures au cours de la déshydratation mécanique assistée thermiquement 41
2.20 Effets calculés de la pression et de la température de consigne sur la siccité finale de luzerne. 42
2.21 Porosité de lignite australienne traitée par le procédé MTE selon les conditions opératoires. 42
2.22 Variation de la perméabilité de la lignite en fonction du taux de vide. 43

3.1 Schéma de principe d'une cellule compression-perméabilité 55
3.2 Installation générale, la ligne rouge représente le niveau du filtre 56
3.3 Plaque métallique percée servant de support au média filtrant supérieur. 57
3.4 Photo du support de filtration en Téflon® 57
3.5 Détail de la cellule de filtration-compression 58
3.6 Photo du piston de la cellule de compression perméabilité. 59
3.7 Installation de la cellule de compression perméabilité 60
3.8 Schéma de l'installation globale 61
3.9 Pression appliquée par la servopresse sur un palier à 300 kPa 62
3.10 Pression appliquée par la servopresse. Paliers entre 50 kPa et 1100 kPa 62
3.11 Schéma de l'installation pour la détermination de la perte de charge dans le circuit hydraulique 63
3.12 Écart entre la pression moyenne appliquée par la presse et la pression du liquide demandée. 64
3.13 Schéma de l'installation pour la détermination de la résistance du média filtrant inférieur au passage du liquide 65
3.14 Schéma de la cellule de compression-perméabilité utilisée pour la détermination de la perméabilité 67
3.15 Pression du liquide dans le piston et débit instantané de filtrat au cours d'une mesure de la perméabilité d'un gâteau de talc consolidé à 700 kPa. 68
3.16 Comparaison de la perméabilité en fonction de la pression solide à température ambiante pour des gâteaux de talc et de cellulose. 70
3.17 Graphique $t/\mathcal{V} = f(\mathcal{V})$ pour une suspension de cellulose filtrée sous 300 kPa 70
3.18 Comparaison de la perméabilité en fonction de la solidosité à température ambiante pour des gâteaux de talc et de cellulose. 72
3.19 Evolution de la perméabilité de gâteaux de talc en fonction de la solidosité à température ambiante et à 80°C. 73
3.20 Evolution de la perméabilité de gâteaux de cellulose en fonction de la solidosité à température ambiante et à 80°C. 74
3.21 Comparaison des lois d'évolution de la perméabilité avec la solidosité. 75

3.22 Comparaison des perméabilités mesurées et calculées pour la cellulose. 76
3.23 Comparaison des perméabilités mesurées et calculées pour le talc. 77
3.24 Solidosité à l'équilibre en fonction de la pression solide pour des gâteaux de talc 79
3.25 Solidosité à l'équilibre en fonction de la pression solide pour des gâteaux de cellulose 80
3.26 Début de la consolidation d'un gâteau de cellulose à 300 kPa. 81
3.27 Résultats standards d'essai de compression à 300 kPa. 82
3.28 Résultats standards d'essais de compression à 1100 kPa. 82
3.29 Comparaison de la solidosité de gâteaux de talc à température ambiante et à 80°C pour un palier de 30 à 300 kPa. 83
3.30 Comparaison de la solidosité de gâteaux de talc au début d'une compression à température ambiante et à 80°C pour un palier de 30 à 300 kPa. 84
3.31 Comparaison de la solidosité de gâteaux de cellulose au début d'une compression à température ambiante et à 80°C pour un palier de 30 à 300 kPa. 84
3.32 Comparaison de la solidosité de gâteaux de cellulose pendant une compression à température ambiante et à 80°C pour un palier de 30 à 300 kPa. 85
3.33 Schéma de principe du modèle solide linéaire standard 86
3.34 Solidosités finales expérimentales et calculées pour des gâteaux de talc. 90
3.35 Solidosités finales expérimentales et calculées pour des gâteaux de cellulose 90
3.36 Solidosité d'un gâteau de talc pendant une compression à 300 kPa. 92
3.37 Solidosité d'un gâteau de talc au début d'une compression à 300 kPa. 92
3.38 Solidosité d'un gâteau de cellulose pendant une compression à 300 kPa. 93
3.39 Solidosité d'un gâteau de cellulose au début d'une compression à 300 kPa. 93
3.40 Solidosité de gâteaux de talc pendant une compression de 30 à 300 kPa à 80°C. 94
3.41 Solidosité de gâteaux de cellulose pendant un palier de 30 à 300 kPa à 80°C. 95

4.1 Schéma de principe d'une cellule de filtration-compression 98
4.2 Détail de la cellule de filtration-compression 99
4.3 Photo du support de filtration en Teflon 99
4.4 Cellule de filtration-compression dans la presse 100
4.5 Schéma de la cellule de compression-perméabilité utilisée comme cellule de filtration-compression 101
4.6 Régulation de la pression appliquée par la presse. Palier de pression à 340 kPa 102
4.7 Pressions appliquées en début de déshydratation sur des suspensions de talc pour différentes pressions de consigne 102
4.8 Température du piston au cours de l'opération. 104
4.9 Implantation des capteurs de température 105
4.10 Dimensions d'un capteur de pression liquide. 106

4.11 Photo d'un capteur de pression liquide avec son dispositif de fixation. 106
4.12 Installation d'un capteur dans la chemise. 107
4.13 Comparaison de la pression appliquée et pression mesurée non corrigée 107
4.14 Pression liquide corrigée en fonction de la pression appliquée. Cellule filtration-compression 108
4.15 Pression liquide corrigée en fonction de la pression appliquée. Cellule de compression-perméabilité 109
4.16 Pression liquide corrigée en fonction de la pression appliquée, piston à 80°C 110
4.17 Masse de filtrat et pression appliquée pendant le début de la déshydratation à 1125 kPa et T_{amb} 112
4.18 Masse de filtrat et pression appliquée au début de la déshydratation à 1125 kPa et température ambiante en fonction du temps adimensionné. 113
4.19 Masse de filtrat pendant la déshydratation mécanique de suspensions de talc à 340 et 1125 kPa à température ambiante. 114
4.20 Masse de filtrat pendant la déshydratation mécanique de suspensions de cellulose à 340 et 1125 kPa à température ambiante. 115
4.21 Pression appliquée et de pore pendant la déshydratation mécanique d'une suspension de talc à 1125 kPa. 116
4.22 Pression appliquée et pression liquides pendant la déshydratation mécanique de suspension de cellulose à 1125 kPa. 117
4.23 Comparaison des pressions liquides réduites dans l'échantillon pour la déshydratation de suspension de talc et de cellulose à 1125 kPa et température ambiante. 118
4.24 Profils de pression liquide dans un échantillon de talc déshydraté à 1125 kPa et température ambiante. 119
4.25 Profils de pression liquide dans un échantillon de cellulose déshydraté à 1125 kPa et température ambiante. 120
4.26 Masse de filtrat éliminé lors d'expériences de déshydratation de suspension de talc. 122
4.27 Cinétiques de déshydratation de suspensions de talc. 123
4.28 Cinétiques de déshydratation de suspensions de cellulose. 124
4.29 Masse de filtrat éliminé lors d'expériences de déshydratations de suspensions de talc ou de cellulose à 80°C. 125
4.30 Température au centre du filtre pendant une déshydratation mécanique assistée thermiquement d'une suspension de cellulose à 1125 kPa et 80°C. 127
4.31 Pressions liquides réduites pendant la déshydratation mécanique de suspensions de cellulose à 1125 kPa. Comparaison entre le procédé isotherme et assisté thermiquement à 80°C 127
4.32 Pressions de pore dans un gâteau de talc consolidé à 1125 kPa et chauffé à 80°C 129
4.33 Gradient de pression liquide dans un gâteau de cellulose pour une température de piston de 80°C. 130

4.34 Gradient de pression liquide dans un gâteau de talc pour une température de piston de 80°C. 130

4.35 Température au centre du filtre et masse de filtrat récupéré pendant une déshydratation mécanique assistée thermiquement d'une suspension de cellulose à 1125 kPa et 80°C. 131

4.36 Cinétique de déshydratation de suspensions de talc dans le procédé intensif 132

5.1 Température imposée en $x = h_{susp}$ pendant les simulations numériques. 146

5.2 Comparaison entre la pression appliquée lors d'une expérience et la fonction utilisée dans le modèle numérique 149

5.3 Masses de filtrat recueillie expérimentalement et calculée numériquement pendant la filtration d'une suspension de cellulose 153

5.4 Épaisseur d'un échantillon de cellulose et du gâteau formé pendant la filtration à 300 kPa sans assistance thermique. 154

5.5 Pressions liquides mesurées dans une suspension de cellulose filtrée à 300 kPa à température ambiante 155

5.6 Sensibilité aux paramètres du débit massique calculé pour une filtration à température ambiante. 157

5.7 Sensibilité de la pression liquide calculéeaux paramètres du modèle à 5 mm du filtre pour une filtration à température ambiante. 158

5.8 Détermination de la transition filtration-compression lors de la déshydratation mécanique d'une suspension de talc. 159

5.9 Détermination de la transition filtration-compression lors de la déshydratation mécanique d'une suspension de cellulose. 160

5.10 Épaisseurs mesurée et calculée d'un gâteau de cellulose pendant une compression à 300 kPa sans assistance thermique 161

5.11 Épaisseurs mesurée et calculée d'un gâteau de cellulose au début d'une compression à 300 kPa sans assistance thermique 162

5.12 Masse de filtrat expulsé d'un gâteau de cellulose au début d'une compression à 300 kPa sans assistance thermique 162

5.13 Pressions de pore calculée et mesurée dans un gâteau de cellulose au début d'une compression à 300 kPa sans assistance thermique 163

5.14 Épaisseurs mesurée et calculée d'un gâteau de cellulose pendant une compression à 300 kPa avec $T_{piston} = 80°C$ 164

5.15 Épaisseurs mesurée et calculée d'un gâteau de cellulose au début d'une compression à 300 kPa avec $T_{piston} = 80°C$ 165

5.16 Masse de filtrat expulsé d'un gâteau de cellulose pendant une compression à 300 kPa avec $T_{piston} = 80°C$ 166

5.17 Masses de filtrat observée et simulée lors de la compression d'un gâteau de cellulose à 300 kPa avec $T_{piston} = 80°C$ . . . 166
5.18 Température au niveau du filtre pendant la déshydratation d'un gâteau de cellulose pendant une compression à 300 kPa avec $T_{piston} = 80°C$ . . . 167
5.19 Pressions de pore calculée et mesurée dans un gâteau de cellulose au début d'une compression à 300 kPa avec $T_{piston} = 80°C$ . . . 168
5.20 Pressions de pore calculée dans un gâteau de cellulose pendant une compression à 300 kPa avec $T_{piston} = 80°C$ . . . 168
5.21 Sensibilité du débit de filtrat aux paramètres du modèle de compression . . . 170
5.22 Sensibilité de la pression de pore aux paramètres du modèle de compression . . . 171

1 Pression liquide corrigée en fonction de la pression appliquée. Capteur à 5 mm du filtre à température ambiante . . . VI
2 Pression liquide corrigée en fonction de la pression appliquée. Capteur à 5 mm du filtre à 80 degrés celsius . . . VII
3 Pression liquide corrigée en fonction de la pression appliquée. Capteur à 10 mm du filtre à température ambiante . . . VIII
4 Pression liquide corrigée en fonction de la pression appliquée. Capteur à 10 mm du filtre à 80°C . . . IX
5 Pression liquide corrigée en fonction de la pression appliquée. Capteur à 15 mm du filtre à température ambiante . . . X
6 Pression liquide corrigée en fonction de la pression appliquée. Capteur à 15 mm du filtre à 80 degrés celsius . . . XI
7 Pression liquide corrigée en fonction de la pression appliquée. Capteur à 20 mm du filtre à température ambiante . . . XII
8 Pression liquide corrigée en fonction de la pression appliquée. Capteur à 20 mm du filtre à 80 degrés celsius . . . XIII

9 Relevé de pressions liquide pendant la déshydratation d'une suspension de talc à température ambiante . . . XV
10 Données et courbes d'interpolations . . . XVI
11 Relevé de pressions liquide pendant la déshydratation d'une suspension de talc à 80°C . . . XVII
12 Données et courbes d'interpolations . . . XVIII
13 Relevé de pressions liquide pendant la déshydratation d'une suspension de talc à température ambiante . . . XIX
14 Données et courbes d'interpolations . . . XX
15 Relevé de pressions liquide pendant la déshydratation d'une suspension de cellulose à 80°C . . . XXI
16 Données et courbes d'interpolations . . . XXII

Liste des tableaux

3.1 Propriétés des solides 52
3.2 Conductivités thermiques des solides en fonction de la température 52
3.3 Écarts types de la pression appliquée par la presse en fonction de la valeur de consigne . . . 61
3.4 Valeur expérimentale de la résistance du média filtrant inférieur. Chemise en Téflon® 66
3.5 Valeur expérimentale de la résistance du média filtrant supérieur. Chemise en Téflon® . . . 66
3.6 Valeurs des coefficients de l'équation 3.18 pour la cellulose et le talc 77
3.7 Solidosité de gélification et paramètres de l'équation du coefficient E_2 pour le talc et la cellulose 91
3.8 Valeurs du coefficient E_1 et des paramètres de l'équation 3.29 pour la cellulose et le talc . . 91
3.9 Valeurs du coefficient β de l'équation 3.29 pour la cellulose et le talc 95

4.1 Valeur expérimentale de la résistance du média filtrant 104
4.2 Coefficients d'échange thermique entre le produit et les parois de la cellule de filtration-compression 105
4.3 Compositions des suspensions initiales pour les expériences de déshydratation mécanique. . 110
4.4 Durée moyenne du transitoire initial. 112
4.5 Teneur en eau finale. 132

5.1 Temps mis par le gâteau pour atteindre différentes epaisseurs 154
5.2 Valeurs nominales pour l'étude de la sensibilité des réponses du modèle en filtration 157

1 Variations des propriétés de l'eau avec la température. D'après WEINGäRTNER *et al.* (2002) III

2 Données d'étalonnage du capteur à 5 mm du filtre à température ambiante V
3 Données d'étalonnage du capteur à 5 mm du filtre à 80°C VII
4 Données d'étalonnage du capteur à 10 mm du filtre à température ambiante VIII
5 Données d'étalonnage du capteur à 10 mm du filtre à 80°C IX
6 Données d'étalonnage du capteur à 15 mm du filtre à température ambiante X

7 Données d'étalonnage du capteur à 15 mm du filtre à 80°C XI
8 Données d'étalonnage du capteur à 20 mm du filtre à température ambiante XII
9 Données d'étalonnage du capteur à 20 mm du filtre à 80°C XIII

10 Données pour le calcul des pressions solides locales à t=0 XVI
11 Données pour le calcul des pressions solides locales à t=1 seconde XVI
12 Données pour le calcul des pressions solides locales à t=0 XVII
13 Données pour le calcul des pressions solides locales à t=1 seconde XVII
14 Données pour le calcul des pressions solides locales à t=0 XIX
15 Données pour le calcul des pressions solides locales à t=2 secondes XIX
16 Données pour le calcul des pressions solides locales à t=0 XXI
17 Données pour le calcul des pressions solides locales à t=1 seconde XXI

Annexes

Influence de la température sur les propriétés thermo-physiques de l'eau

Les propriétés thermophysiques de l'eau dépendent de la température. Celles-ci sont définies par rapport aux valeurs trouvées dans la littérature et données par le tableau suivant :

TABLE 1: Variations des propriétés de l'eau avec la température. D'après WEINGäRTNER *et al.* (2002)

T °C	μ_l [10^{-6} Pa.s]	ρ_l [kg.m^{-3}]	α_l [K^{-1}]	Cp_l [kJ.kg^{-1}.K^{-1}]	λ_l [W.K^{-1}.m^{-1}]
20	1002	998,2	$2{,}07.10^{-04}$	4181.8	0.602
25	890,3	997,05	—	—	—
30	797,5	995,65	$3{,}03.10^{-04}$	4178.4	0.617
40	653,0	992,23	$3{,}85.10^{-04}$	4178.5	0.631
50	547,1	988,03	$4{,}58.10^{-04}$	4180.6	0.642
60	466,6	983,19	$5{,}23.10^{-04}$	4184.3	0.652
70	403,9	977,76	$5{,}84.10^{-04}$	4189.5	0.660
80	353,8	971,79	$6{,}41.10^{-04}$	4196.3	0.669

Les variations des propriétés de l'eau sont représentées par des fonctions dont les paramètres sont ajustés sur les données de la littérature par les équations 1 à 5 avec la température en Kelvin.

$$\mu_l = 1,466.10^{-7}\ T^2 - 1,051.10^{-4}\ T + 0,0192 \quad (1)$$

$$\rho_l = -3,385.10^{-3}\ T^2 + 1,743\ T + 778 \quad (2)$$

$$\alpha_l = -4,46.10^{-8}\ T^2 + 3,56.10^{-5}\ T - 6,4.10^{-3} \quad (3)$$

$$\lambda_l = 0,0011\ T + 0,2837 \quad (4)$$

$$Cp_l = 0,0095\ T^2 - 5,874\ T + 5087,8 \quad (5)$$

Le coefficient de dilatation thermique de l'eau (α_l) permet de définir la variation de volume de l'eau soumise à une augmentation de température. Avec le coefficient de compressibilité isotherme de l'eau

$1/K_l$, il permet de quantifier la contrainte créée dans le fluide confiné par l'augmentation de température.

Le coefficient de compressibilité isotherme sera pris constant dans la gamme de pression et de température examinée, avec K_p=2,17.10^9 Pa.

Etalonnage des capteurs de pression liquide

Capteur à 5 mm du filtre

Température ambiante

TABLE 2: Données d'étalonnage du capteur à 5 mm du filtre à température ambiante

Pression de consigne [kPa]	300	500	700	900	1100
Pression appliquée moyenne [kPa]	305	506	711	909	1102
Ecart type pression appliquée [kPa]	10.32	8.81	8.79	8.36	3.71
Pression mesurée moyenne [kPa]	318	497	687	875	1056
Incertitude de mesure [kPa]	21	18	18	17	8

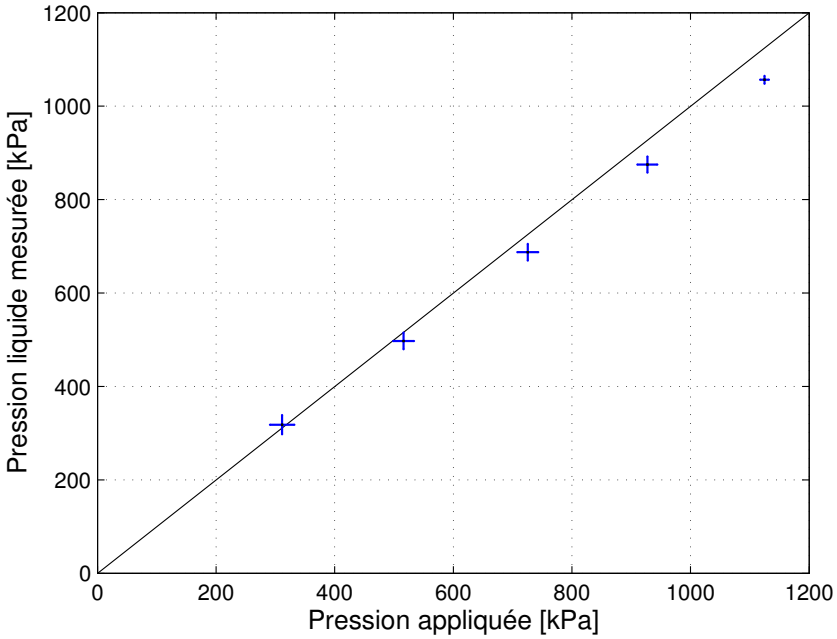

FIGURE 1: Pression liquide corrigée mesurée par le capteur à 5 mm du filtre à température ambiante, en fonction de la pression appliquée sur la cellule compression-perméabilité. Les lignes horizontales (resp. verticales) représentent l'écart type dû à la régulation de la pression (resp. la précision de mesure)

Piston maintenu à 80 degrés celsius

TABLE 3: Données d'étalonnage du capteur à 5 mm du filtre à 80°C

Pression de consigne [kPa]	300	500	700	900	1100
Pression appliquée moyenne [kPa]	299	497	692	898	1095
Ecart type pression appliquée [kPa]	10	9	9	8	4
Pression mesurée moyenne [kPa]	269	474	619	804	978
Incertitude de mesure [kPa]	27	47	62	80	98

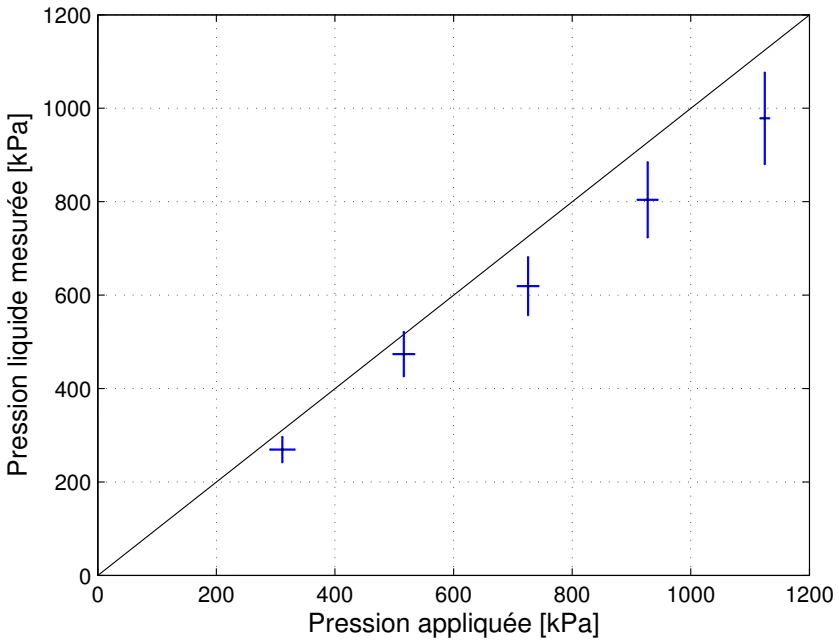

FIGURE 2: Pression liquide corrigée mesurée par le capteur à 5 mm du filtre à 80 degrés celsius, en fonction de la pression appliquée sur la cellule compression-perméabilité. Les lignes horizontales (resp. verticales) représentent l'écart type dû à la régulation de la pression (resp. la précision de mesure)

Capteur à 10 mm du filtre

Température ambiante

TABLE 4: Données d'étalonnage du capteur à 10 mm du filtre à température ambiante

Pression de consigne [kPa]	300	500	700	900	1100
Pression appliquée moyenne [kPa]	305	506	711	909	1102
Ecart type pression appliquée [kPa]	10	9	9	8	4
Pression mesurée moyenne [kPa]	315	496	686	874	1056
Incertitude de mesure [kPa]	21	18	18	17	9

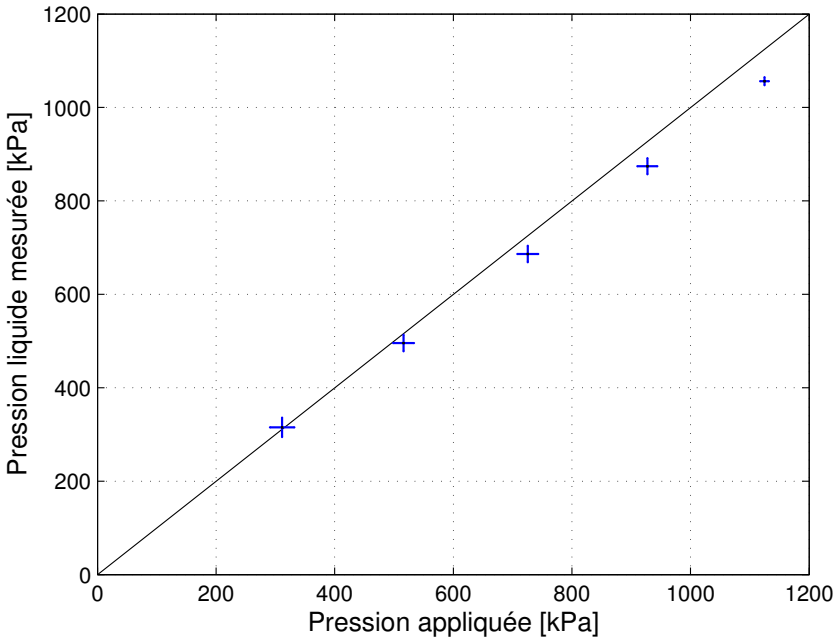

FIGURE 3: Pression liquide corrigée mesurée par le capteur à 10 mm du filtre à température ambiante, en fonction de la pression appliquée sur la cellule compression-perméabilité. Les lignes horizontales (resp. verticales) représentent l'écart type dû à la régulation de la pression (resp. la précision de mesure)

Piston maintenu à 80 degrés celsius

TABLE 5: Données d'étalonnage du capteur à 10 mm du filtre à 80°C

Pression de consigne [kPa]	300	500	700	900	1100
Pression appliquée moyenne [kPa]	299	497	692	898	1095
Ecart type pression appliquée [kPa]	10	9	9	8	4
Pression mesurée moyenne [kPa]	266	442	616	801	975
Incertitude de mesure [kPa]	32	53	74	96	117

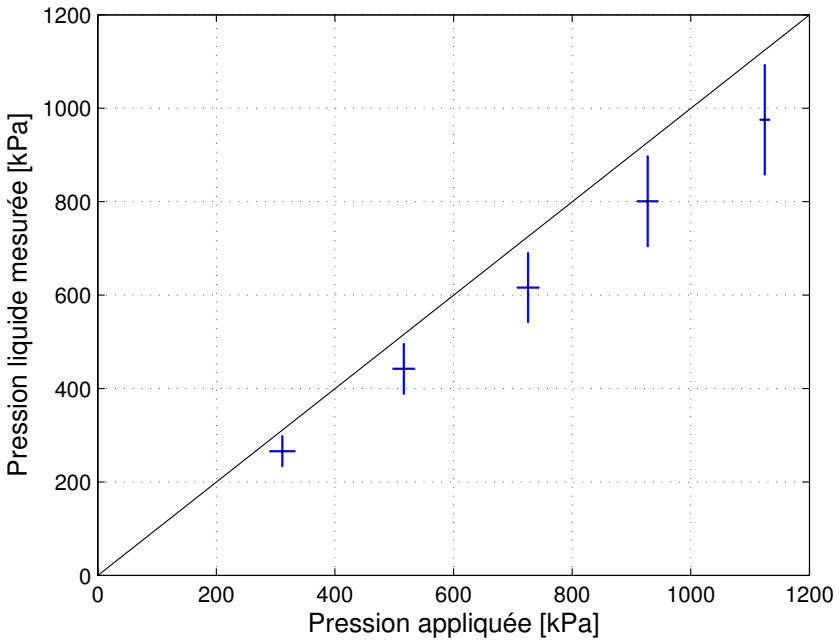

FIGURE 4: Pression liquide corrigée mesurée par le capteur à 10 mm du filtre à 80°C, en fonction de la pression appliquée sur la cellule compression-perméabilité. Les lignes horizontales (resp. verticales) représentent l'écart type dû à la régulation de la pression (resp. la précision de mesure)

Capteur à 15 mm du filtre

Température ambiante

TABLE 6: Données d'étalonnage du capteur à 15 mm du filtre à température ambiante

Pression de consigne [kPa]	300	500	700	900	1100
Pression appliquée moyenne [kPa]	305	506	711	909	1102
Ecart type pression appliquée [kPa]	10	9	9	8	4
Pression mesurée moyenne [kPa]	318	496	685	871	1051
Incertitude de mesure [kPa]	21	18	18	17	9

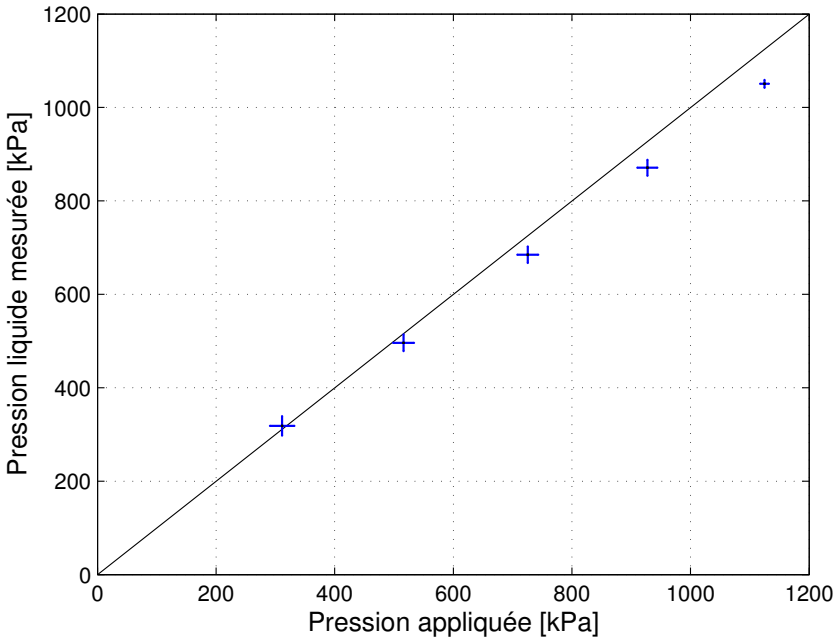

FIGURE 5: Pression liquide corrigée mesurée par le capteur à 15 mm du filtre à température ambiante, en fonction de la pression appliquée sur la cellule compression-perméabilité. Les lignes horizontales (resp. verticales) représentent l'écart type dû à la régulation de la pression (resp. la précision de mesure)

Piston maintenu à 80 degrés celsius

TABLE 7: Données d'étalonnage du capteur à 15 mm du filtre à 80°C

Pression de consigne [kPa]	300	500	700	900	1100
Pression appliquée moyenne [kPa]	299	497	692	898	1095
Ecart type pression appliquée [kPa]	10	9	9	8	4
Pression mesurée moyenne [kPa]	263	436	607	789	960
Incertitude de mesure [kPa]	66	106	147	190	231

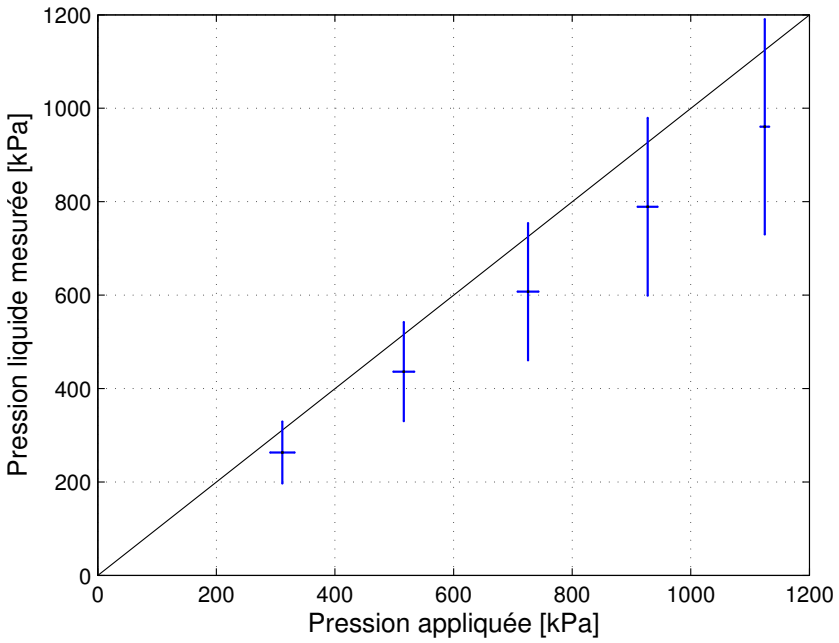

FIGURE 6: Pression liquide corrigée mesurée par le capteur à 15 mm du filtre à 80 degrés celsius, en fonction de la pression appliquée sur la cellule compression-perméabilité. Les lignes horizontales (resp. verticales) représentent l'écart type dû à la régulation de la pression (resp. la précision de mesure)

Capteur à 20 mm du filtre

Température ambiante

TABLE 8: Données d'étalonnage du capteur à 20 mm du filtre à température ambiante

Pression de consigne [kPa]	300	500	700	900	1100
Pression appliquée moyenne [kPa]	305	506	711	909	1102
Ecart type pression appliquée [kPa]	10	9	9	8	4
Pression mesurée moyenne [kPa]	321	501	690	877	1059
Incertitude de mesure [kPa]	21	18	18	17	9

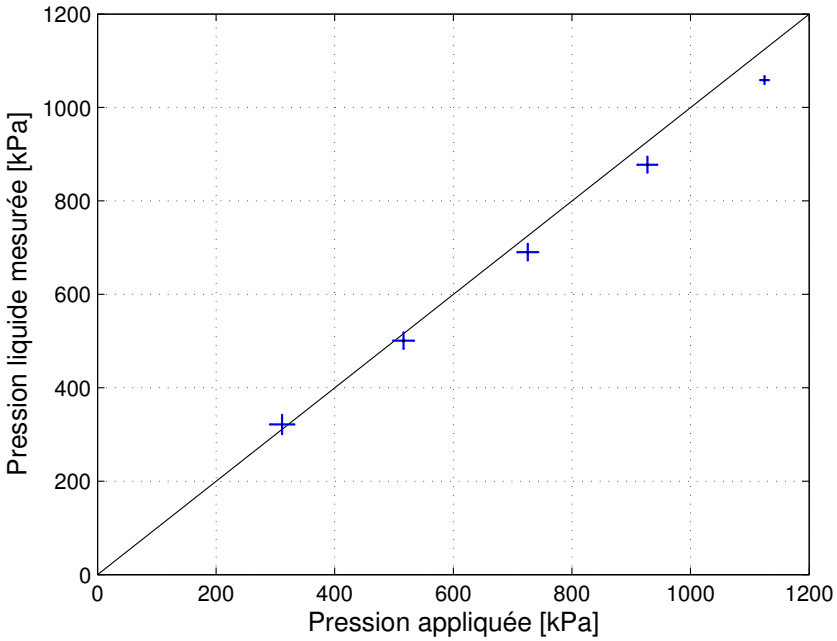

FIGURE 7: Pression liquide corrigée mesurée par le capteur à 20 mm du filtre à température ambiante, en fonction de la pression appliquée sur la cellule compression-perméabilité. Les lignes horizontales (resp. verticales) représentent l'écart type dû à la régulation de la pression (resp. la précision de mesure)

Piston maintenu à 80 degrés celsius

TABLE 9: Données d'étalonnage du capteur à 20 mm du filtre à 80°C

Pression de consigne [kPa]	300	500	700	900	1100
Pression appliquée moyenne [kPa]	299	497	692	898	1095
Ecart type pression appliquée [kPa]	10	9	9	8	4
Pression mesurée moyenne [kPa]	264	437	608	790	961
Incertitude de mesure [kPa]	67	106	147	190	231

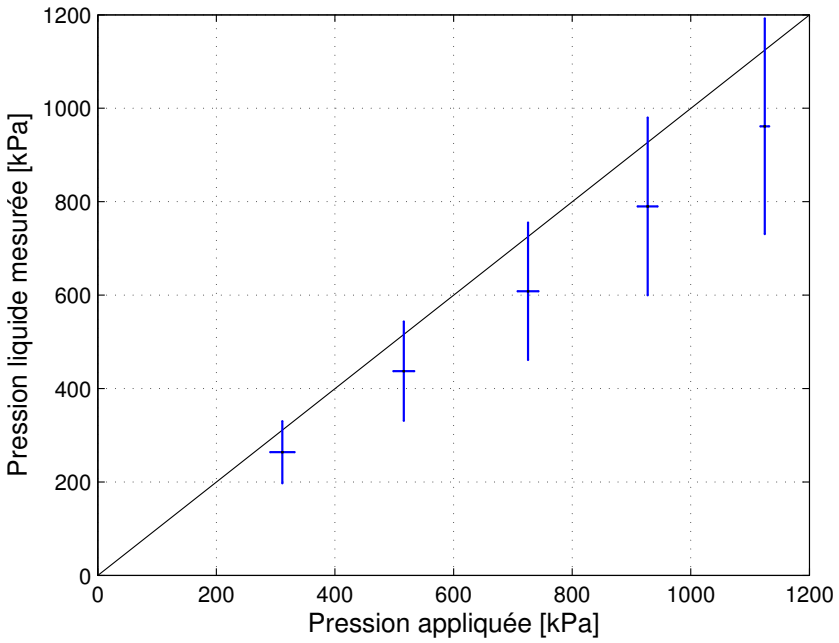

FIGURE 8: Pression liquide corrigée mesurée par le capteur à 20 mm du filtre à 80 degrés celsius, en fonction de la pression appliquée sur la cellule compression-perméabilité. Les lignes horizontales (resp. verticales) représentent l'écart type dû à la régulation de la pression (resp. la précision de mesure)

Détermination des transitions, et calcul de la pression solide en début de consolidation

Déshydratation mécanique de suspension de talc

Expérience à température ambiante

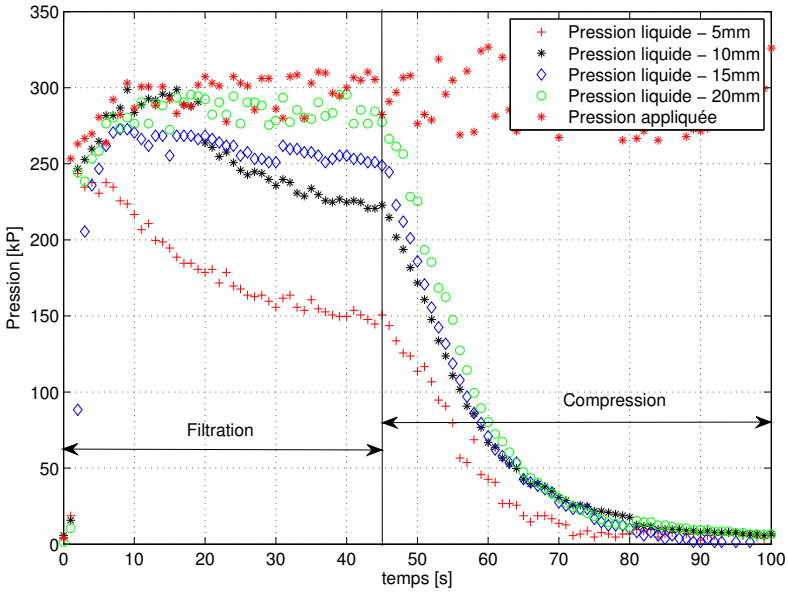

FIGURE 9: Relevé de pressions liquide pendant la déshydratation d'une suspension de talc à température ambiante

TABLE 10: Données pour le calcul des pressions solides locales à t=0

Distance au filtre	0	5.10^{-3} m	10.10^{-3} m	15.10^{-3} m	20.10^{-3} m
Débit de filtrat [$m^3.s^{-1}$]	0,00036587	–	–	–	–
Pression liquide [Pa]	826.3958989	150661	222728	248867	277417
Pression appliquée [Pa]	282424				
Pression solide [Pa]	299179	131763	59696	33558	5007

TABLE 11: Données pour le calcul des pressions solides locales à t=1 seconde

Distance au filtre	0	5.10^{-3} m	10.10^{-3} m	15.10^{-3} m	20.10^{-3} m
Débit de filtrat [$m^3.s^{-1}$]	$3,63471.10^{-4}$	–	–	–	–
Pression liquide [Pa]	816	143661	214728	244527	266417
Pression appliquée [Pa]	290909				
Pression solide [Pa]	299184	147248	76181	46382	24492
$(dP_s/dt)_{t=0}$ [$Pa.s^{-1}$]	5	15485	16485	12825	19485

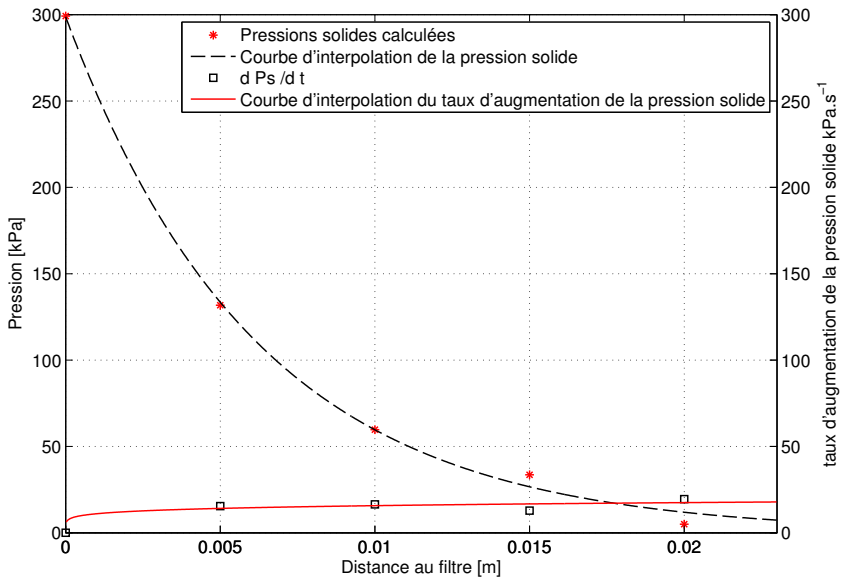

FIGURE 10: Données et courbes d'interpolations

$$P_{s\,(\omega)}\Big|_{t=0} = 2,988.10^{5} \cdot e^{-161,1\,\omega} \tag{6}$$

$$\frac{\partial P_s}{\partial t}_{(\omega)}\Big|_{t=0} = 3,186.10^{4}\,\omega^{0,1534} + 6,84.10^{-4} \tag{7}$$

Expérience avec assistance thermique

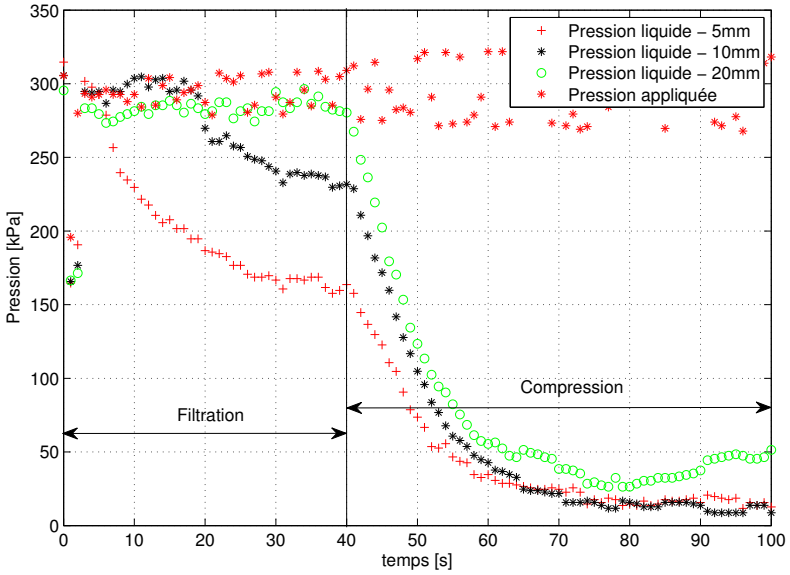

FIGURE 11: Relevé de pressions liquide pendant la déshydratation d'une suspension de talc à 80°C

TABLE 12: Données pour le calcul des pressions solides locales à t=0

Distance au filtre	0	5.10^{-3} m	10.10^{-3} m	20.10^{-3} m
Débit de filtrat [$m^3.s^{-1}$]	$3{,}995.10^{-4}$	–	–	–
Pression liquide [Pa]	896	163661	231728	280417
Pression appliquée [Pa]	309091			
Pression solide [Pa]	299112	145430	77362	28674

TABLE 13: Données pour le calcul des pressions solides locales à t=1 seconde

Distance au filtre	0	5.10^{-3} m	10.10^{-3} m	20.10^{-3} m
Débit de filtrat [$m^3.s^{-1}$]	$3.719.10^{-4}$	–	–	–
Pression liquide [Pa]	834	157661	228728	267417
Pression appliquée [Pa]	312121			
Pression solide [Pa]	299166	154460	83393	44704
$(dP_s/dt)_{t=0}$ [$Pa.s^{-1}$]	53	9030	6030	16030

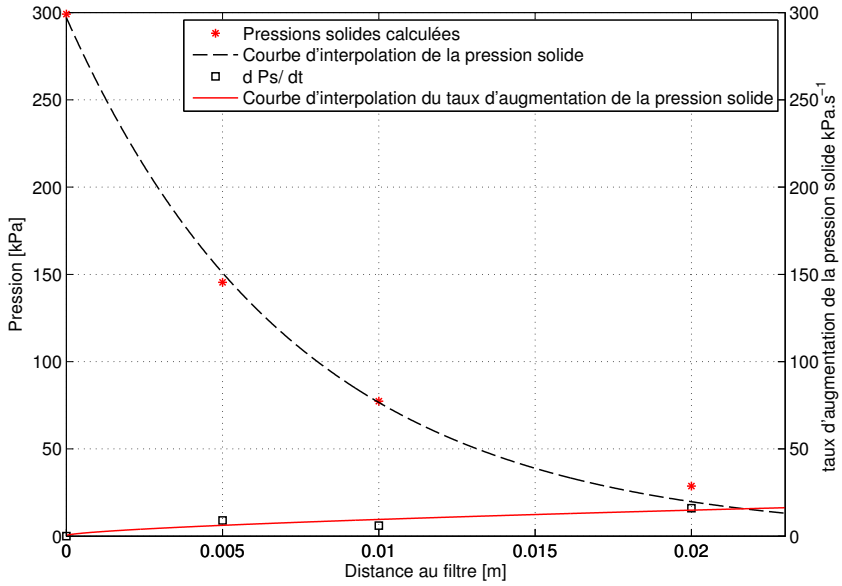

FIGURE 12: Données et courbes d'interpolations

$$P_{s\,(\omega)}\Big|_{t=0} = 2,971.10^{5} \cdot e^{-135,6\,\omega} \tag{8}$$

$$\frac{\partial P_s}{\partial t}_{(\omega)}\Big|_{t=0} = 1,923.10^{5}\,\omega^{0,6612} + 432,8 \tag{9}$$

Déshydratation mécanique de suspension de cellulose

Expérience à température ambiante

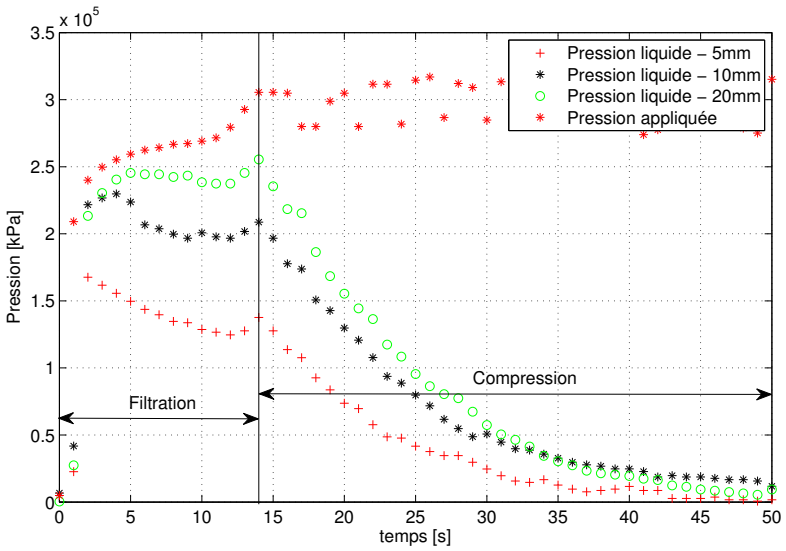

FIGURE 13: Relevé de pressions liquide pendant la déshydratation d'une suspension de talc à température ambiante

TABLE 14: Données pour le calcul des pressions solides locales à t=0

Distance au filtre	0	5.10^{-3} m	10.10^{-3} m	20.10^{-3} m
Débit de filtrat [$m^3.s^{-1}$]	$9{,}669.10^{-4}$	–	–	–
Pression liquide [Pa]	2170	137661	208728	255417
Pression appliquée [Pa]	305455			
Pression solide [Pa]	297866	167794	96726	50038

TABLE 15: Données pour le calcul des pressions solides locales à t=2 secondes

Distance au filtre	0	5.10^{-3} m	10.10^{-3} m	20.10^{-3} m
Débit de filtrat [$m^3.s^{-1}$]	$9{,}510.10^{-4}$	–	–	–
Pression liquide [Pa]	2134	127661	196728	235417
Pression appliquée [Pa]	305455			
Pression solide [Pa]	298030	177794	108726	70038
$(dP_s/dt)_{t=0}$ [$Pa.s^{-1}$]	18	5000	6000	10000

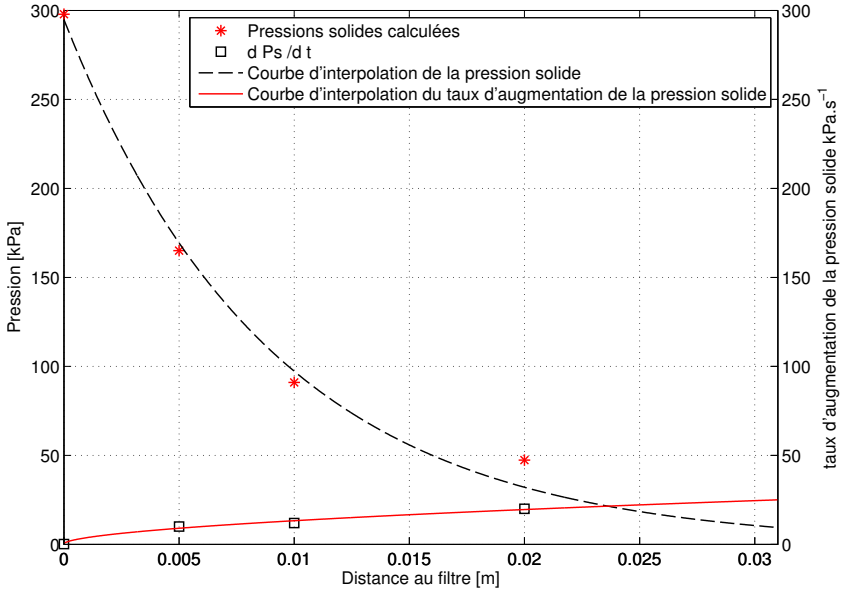

FIGURE 14: Données et courbes d'interpolations

$$P_{s\,(\omega)}\Big|_{t=0} = 2,949.10^{5} \cdot e^{-110,9\,\omega} \tag{10}$$

$$\frac{\partial P_s}{\partial t}_{(\omega)}\Big|_{t=0} = 1,781.10^{5}\,\omega^{0,568} + 264 \tag{11}$$

Expérience avec assistance thermique

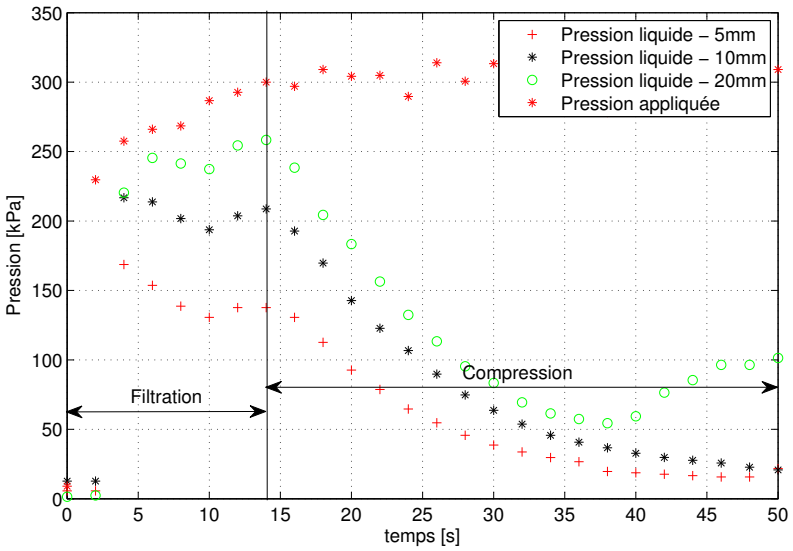

FIGURE 15: Relevé de pressions liquide pendant la déshydratation d'une suspension de cellulose à 80°C

TABLE 16: Données pour le calcul des pressions solides locales à t=0

Distance au filtre	0	5.10^{-3} m	10.10^{-3} m	20.10^{-3} m
Débit de filtrat [$m^3.s^{-1}$]	$8{,}067.10^{-5}$	–	–	–
Pression liquide [Pa]	181	137661	208728	258417
Pression appliquée [Pa]	300000			
Pression solide [Pa]	297742	162339	91271	41583

TABLE 17: Données pour le calcul des pressions solides locales à t=1 seconde

Distance au filtre	0	5.10^{-3} m	10.10^{-3} m	20.10^{-3} m
Débit de filtrat [$m^3.s^{-1}$]	$5{,}728.10^{-5}$	–	–	–
Pression liquide [Pa]	129	130661	192728	238417
Pression appliquée [Pa]	296970			
Pression solide [Pa]	300000	291400	284332	210644
$(dP_s/dt)_{t=0}$ [$Pa.s^{-1}$]	427	1985	6485	8485

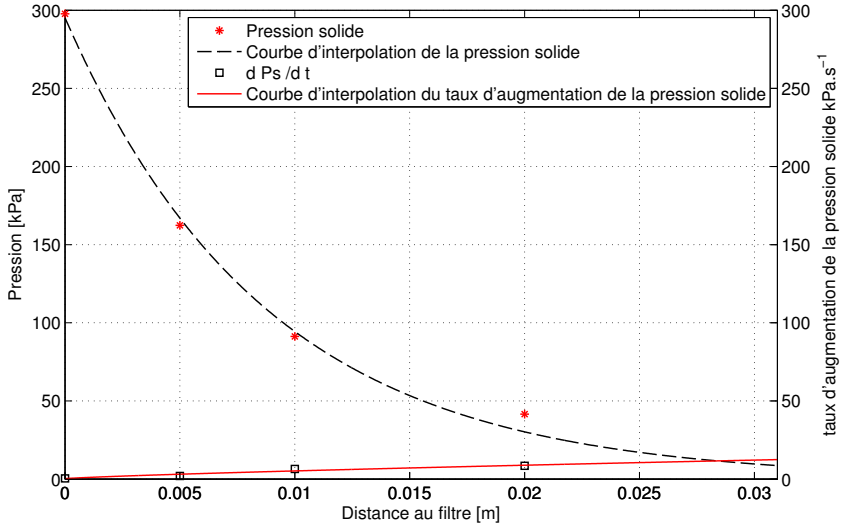

FIGURE 16: Données et courbes d'interpolations

$$P_{s\ (\omega)}\Big|_{t=0} = 2,953.10^{5} \cdot e^{-114\,\omega} \tag{12}$$

$$\frac{\partial P_s}{\partial t}_{(\omega)}\Big|_{t=0} = 1,929.10^{5}\ \omega^{0,77943} + 228,3 \tag{13}$$

Doctorat de l'Université de Toulouse
Délivré par l'Institut National Polytechnique de Toulouse
École doctorale MEGeP
Spécialité :Génie des Procédés et de l'environnement
Soutenu le 2 décembre 2009
Etienne Chantoiseau

Identification des mécanismes mis en jeu lors de la déshydratation assistée thermiquement par suivi de la pression de pores

Ce travail s'intéresse à l'identification des mécanismes physiques en jeu lors de la déshydratation assistée thermiquement. Une cellule de filtration/compression a été instrumentée avec des capteurs de pression liquide. Ces mesures permettent de suivre la formation du gâteau de filtration, sa consolidation puis les évolutions thermomécaniques induites par l'apport de chaleur. Sous l'effet du chauffage, elles montrent l'apparition d'un gradient de pression liquide, qui induit un écoulement additionnel. Un modèle mathématique est ensuite proposé. Des caractérisations en cellule de compression/perméabilité sont utilisées pour déterminer les lois d'évolution des propriétés du milieu poreux. Le modèle permet de retrouver les évolutions des grandeurs macroscopiques et locales mais pas les cinétiques. Ceci a été attribué au modèle de déformation du milieu poreux choisi.

Milieu poreux, Pression liquide, Déshydratation mécanique, Perméabilité, Intensification thermique.

Identification of the physical phenomena involved during thermally assisted mechanical dewatering by pore pressure measurement

In the scope of thermally assisted mechanical dewatering process, this work focuses on the identification of physical mechanisms involved in the thermally assisted mechanical dewatering. Operating conditions ensure that the water is expelled in liquid phase. An experimental study on talc and cellulose saturated suspensions highlights the gains in terms of final dry solid contend involved by the thermal intensification. The filtration-compression test cell is instrumented with pore liquid sensors along the cake thickness that allows to measures the pressure of the interstitial liquid phase. Obtained data highlight an increase of the liquid pressure in the heated side of the cake during thermally assisted mechanical dewatering. Indeed, as the temperature increases the water density decrease. As the cake consolidation restricts the flow a liquid pressure gradient reappears inside the cake. As the temperatures on the filter side of the cake increase, the thermally induced liquid pressure gradient vanishes with an additional filtrate outflow.
In order to measure the porous media properties a compression-permeability cell has been build. This apparatus allows permeability measurement to be conducted for different temperature and loading on the porous media. A physical model including the thermal pressurization has been implemented in COMSOL Multiphysics in order to simulate the process. The model confirms the thermal pressurization occurring during thermally assisted mechanical dewatering, but because of deviation in the calculated mechanical behavior and temperature of the porous media, the model can't depict the experimental additional filtrate outflow.

Porous media, liquid pressure, Mechanical dewatering, Permeability, Thermal Intensification.

Laboratoire RAPSODEE
École des Mines d'Albi-Carmaux
Campus Jarlard
81013 Albi CT Cédex 09
France