

T003-53
C517
1968

Chemical Reaction Engineering

Proceedings of the Fourth European Symposium,
held in Brussels, 9-10-11 September 1968

Supplement to
CHEMICAL ENGINEERING SCIENCE



PERGAMON PRESS

OXFORD NEW YORK TORONTO
SYDNEY BRAUNSCHWEIG

Pergamon Press Ltd., Headington Hill Hall, Oxford
Pergamon Press Inc., Maxwell House, Fairview Park, Elmsford,
New York 10523

Pergamon of Canada Ltd., 207 Queen's Quay West, Toronto 1

Pergamon Press (Aust.) Pty. Ltd., 19a Boundary Street,
Rushcutters Bay, N.S.W. 2011, Australia

Vieweg & Sohn GmbH, Burgplatz 1, Braunschweig

Copyright © 1971 Pergamon Press Ltd.

*All Rights Reserved. No part of this publication may be
reproduced, stored in a retrieval system, or transmitted, in any
form or by any means, electronic, mechanical, photocopying,
recording or otherwise, without the prior permission of
Pergamon Press Ltd.*

First edition 1971

Library of Congress Catalog Card No. 57-14963

PROCEEDINGS OF THE
FOURTH EUROPEAN SYMPOSIUM ON
CHEMICAL REACTION ENGINEERING

Brussels, 9–10–11 September 1968

Organized by

The Working Party for Chemical Reaction Engineering

as

The 81st Meeting of the European Federation of Chemical Engineering

with cooperation from:

The Committee on Applied Kinetics and Reaction Engineering, American Chemical Society

and

The Chemical Reaction Engineering and Chemical Kinetics Committee, American Institute of Chemical Engineers

Symposium Committee

Chairman : Prof. dr. ir. G.F. Froment, University of Ghent.

Editorial Secretary: Prof. dr. ir. R. Jottrand, University of Brussels.

Treasurer : Mr. C. Desguin, Solvay et Cie, Brussels.

Members : Dr. Van Heerden, Staatsmijnen, Geleen.

Prof. dr. ir. L.J. Hellinckx, University of Leuven.

Dr. J. Hoogschagen, AKU, Arnhem.

Dr. A. Macq, UCB, Brussels.

Ir. M. Pahlavouni, Solvay et Cie, Brussels.

Delegate from Working Party:

Dr. ir. J.G. Van de Vusse, Koninklijke Shell Laboratorium, Amsterdam.

CONTENTS

	PAGE
Opening Address: G.F. FROMENT	1

FIRST SESSION

TRANSPORT PHENOMENA IN FLUIDIZED BEDS AND SLURRY REACTORS

Mélange des gaz dans un réacteur à lit fluidisé : M. PAHLAVOUNI et F. NISOL	7
Gas-liquid mass transfer in gas-liquid fluidized beds: K. ØSTERGAARD and W. SUCHOZEBSKI	21
Fractional conversion of dispersed phase in multistage solid-liquid reactors: Z. NOVOSAD and M. ŘEHÁKOVÁ	31
A study of non-catalytic aspects of catalyst particle influence in slurried bed reactors: C.G.M. SLESSER, W.T. ALLEN, A.R. CUMMING, U. PAWLOWSKY and J. SHIELDS	41

SECOND SESSION

DESIGN PRINCIPLES OF FIXED BED CATALYTIC REACTORS

Development of models in the design of fixed bed catalytic reactors: C. MCGREAVY and D.L. CRESSWELL	59
Numerical analysis of a packed bed tubular reactor: control and elimination of hot spot: JOHN R. PARIS and WILLIAM F. STEVENS	73
The effect of incomplete mixing on the degree of conversion in adiabatic fixed bed cold shot reactors: T. STEENSLAND, O.A. ASBJØRNSSEN and S.G. TERJESEN	81
The "diluted-catalyst" fixed-bed reactor for exothermic catalytic reactions: P.H. CALDERBANK, A. CALDWELL and G. ROSS	93
Effect of heat and mass transfer inside catalyst particles on the heterogeneous catalytic reaction: V. HLAVÁČEK and M. MAREK	107
Zur Dimensionierung katalytischer Festbettreaktoren: W. RICHARZ und M.A. SGARLATA LATTMANN	123

THIRD SESSION

TRANSPORT PHENOMENA IN LIQUID PHASE AND GAS LIQUID REACTORS

The rate of conversion in polycondensation processes as determined by combined mass transfer and chemical reaction: P.J. HOFTYZER and D.W. van KREVELEN	139
Selectivity in consecutive reactions in gas-liquid contacting reactors: H. INOUE and T. KOBAYASHI	147
Influence of mixing on the conversion in spray tower fat splitters: A.J.M. DONDEERS, J.B. WIJFELS and K. RIETEMA	159
Zur Hydrodynamik zweiphasig durchströmter Schütttschichten: W. HEILMANN und H. HOFMANN	169
Liquid mixing and oscillations in sparged horizontal cylindrical vessels: F.J. ZUIDERWEG and C. BRUINZEEL	183
Gas hold-ups, interfacial areas and mass transfer coefficients in gas-liquid contactors: T. REITH and W.J. BEEK	191
The specific contact area in gas-liquid reactors: L.L. van DIERENDONCK, J.M.H. FORTUIN and D. VENDERBOS	205
Measuring techniques for the determination of the drop size distribution in turbulent liquid-liquid dispersions: J.W. van HEUVEN and J.C. HOEVENAAR	217

FOURTH SESSION

CHEMICAL KINETICS AND REACTOR DESIGN

Calculation of differential rates from experiments with packed tubular reactors: JOHN BEEK and HOWARD L. HASSELL	229
A contribution to kinetic studies performed on a nonisothermal pilot-plant reactor: V. PEXIDR, J. CERNY and J. PASEK	239
Analysis of nonselective poisoning: effects on bifunctional catalyst systems: JOHN B. BUTT	255

Contents

Catalyst deactivation: STEPHEN SZEP and OCTAVE LEVENSPIEL	265
Hydrogenation of fatty acid esters to fatty alcohols: K.M.K. MUTTZALL and P.J. VAN DEN BERG	277
Fundamental aspects of the design of tubular cracking units: A.G. BUEKENS and G.F. FROMENT	287
Analysis of a continuous shock wave reactor for ethylene pyrolysis: P.F. HAGERTY, J.L. MARKLEY and J.D. TINKLER	299
Simultaneous absorption of H ₂ S and CO ₂ in alkaline solutions: FRANCESCO GIOIA, GIANNI ASTARITA and GIUSEPPE MARRUCCI	309

FIFTH SESSION

DESIGN OF INDUSTRIAL PROCESSES

The urea stripping process: the technical manufacture of urea, with carbon dioxide used both as reactant and as stripping gas: P.J.C. KAASENBROOD	317
Zur technischen Ausführung der Hochdruck-Polyäthylensynthese: KARL SCHOENEMANN, RUDOLF STEINER und GERHARD LUFT	329
Mathematical model of HNO ₃ oxidation-absorption equipment: M. KOUKOLIK and J. MAREK	347
Nitric acid formation in a packed bubble column: A.J. CARLETON and F.H.H. VALENTIN	361
Optimal design of a xylene fractionation and isomerization plant: G. VOLPICELLI and P. CALIA	371
Optimale Reaktionsbedingungen für die Um-Aminierung eines Harnstoffs: W. GAUTSCHI, V. KOHL, J. KONECNY und W. REGENASS	381
Kinetics of non-catalytic, non-isothermal, gas-solid reactions: hydrofluorination of UO ₂ : EDUARDO C. COSTA and J.M. SMITH	389

SIXTH SESSION

REACTOR STABILITY AND CONTROL

Optimal control for pyrolytic reactors: A.P. JACKMAN and R. ARIS	411
Thermische Instabilitäten bei exothermen katalytischen Gasreaktionen in adiabatischer Kontaktschicht: E. WICKE, G. PADBERG und H. ARENS	425
Dynamisches Verhalten eines luftgekühlten Abschnittsreaktors zur Dampfphasen-Oxydation eines Kohlenwasserstoffs: E. GILLIARD, J.P. HUBER, A. MAUERHOFER, W. REGENASS und F. VEILLON	439
Thermal ignition and stability of batch reactors with nonuniformly-initiated radiation-induced reactions: L.H. SHENDALMAN and F.B. HILL	449
Zum dynamischen Verhalten stark exothermer katalytischer Reaktionen im offenen Gaskreislauf: P. HUGO	459
Closing Address: L.J. HELLINCKX	473

Opening Address

by G. F. FROMENT

MONSIEUR LE RECTEUR, MESDAMES, MESSIEURS,

En ma qualité de Président j'ai l'honneur et le plaisir de vous souhaiter la bienvenue au 4^e Symposium « Génie des Réactions Chimiques ». Tout d'abord je voudrais excuser le Ministre de la Politique Scientifique et de la Programmation, M. Theo Lefèvre, qui aurait beaucoup aimé d'assister à cette séance d'ouverture, mais que ces fonctions ont appelé à l'étranger aujourd'hui.

Ce Symposium est organisé à l'initiative du Groupe de Travail « Génie des Réactions Chimiques » de la Fédération Européenne du Génie Chimique, dont c'est la 81^e manifestation. Le Groupe de Travail a chargé un comité belgo-hollandais de l'organisation, qui a été patronnée par les cinq sociétés belges membres de la Fédération Européenne du Génie Chimique. Il s'agit de la Branche Belge de la Société de Chimie Industrielle, de la Société Royale Belge des Ingénieurs et des Industriels, de la Société Chimique de Belgique que je salue ici en la personne de leurs présidents ou représentants.

Tot de patronerende verenigingen behoren ook de Koninklijke Vlaamse Ingenieursvereniging en de Vlaamse Chemische Vereniging en het doet mij bijzonder genoegen hen hier respectievelijk door hun voorzitter en onder-voorzitter vertegenwoordigd te zien.

Pour la première fois deux sociétés américaines ont collaboré à ce Symposium. Ce sont le Committee on Applied Kinetics and Reaction Engineering de l'American Chemical Society et le Chemical Reaction Engineering and Chemical Kinetics Committee de l'American Institute of Chemical Engineers. Je reviendrai plus tard sur leur contribution.

Le cadre dans lequel les principales manifestations de ce Symposium auront lieu est celui de l'Université libre de Bruxelles, qui a bien voulu mettre à notre disposition ce prestigieux auditoire

et d'autres locaux encore. Que Monsieur le Recteur veuille bien croire à notre sincère gratitude. Nul n'est besoin de vous dire la somme d'efforts et de moyens nécessités par l'organisation d'un Symposium comme celui-ci. Dès le départ Solvay & C^{ie} et l'Union Chimique-Chemische Bedrijven ont contribué de façon essentielle et généreuse. Je suis particulièrement heureux de pouvoir signaler la présence à cette séance d'ouverture de M. J. Solvay, Administrateur de Solvay & C^{ie} et de M. D. Janssen, Administrateur-Directeur général adjoint de l'U.C.B.

LADIES AND GENTLEMEN,

It is a great pleasure to welcome you to the Fourth European Symposium on "Chemical Reaction Engineering". The first one of the series took place in Amsterdam in 1957, at the initiative of a group of Dutch specialists, with Professor Vlughter as Chairman. Since then sufficient time has elapsed to enable an objective evaluation of its importance. It is certainly no exaggeration to state that this First Symposium was a landmark in the development of chemical engineering. It gave rise to a new discipline called "Chemical Reaction Engineering", defined by its initiators as a "new branch of science, aiming at controlling the chemical conversions on a technical scale and called ultimately to lead to appropriate and successful reactor design".

Of course, the chemical industry had been designing and running reactors long before 1957. In many, if not in most, cases a more or less empirical approach, based on inventiveness, previous experience and progressive scaling up, had been used.

In many cases, though, considerable effort had been directed towards a better knowledge of the equilibrium of the reaction, of its selectivity and its rate—in other words of what is now called specifically "Applied Kinetics".

In many cases also physical aspects of the process, such as flow phenomena, mass and heat transfer, had been thoroughly studied. Yet, quoting again the organizers of the First Symposium, "The knowledge of these phenomena separately is insufficient. The development of chemical conversions on a technical scale can only be understood from the relation and interaction between the above-mentioned phenomena."

While a couple of papers illustrated the general philosophy and approach, other papers presented at the First Symposium introduced, redefined or clearly stated such concepts as residence time distribution, segregation, optimum temperature sequences and multiple steady states, which are now universally used.

This First Symposium drew the attention of a wide audience to developments that had been going on in a much more discrete way and its impact was very strong. A Working Party for Chemical Reaction Engineering was founded in the European Federation of Chemical Engineering. A great number of papers published in the following years can be traced back directly to the Symposium. In universities and industrial research centres increased attention was given to this field, and progressively teams were set up or reorganized in the spirit of the new discipline.

This increased interest was clearly reflected in the Second Symposium, which took place in 1960, again in Amsterdam, with Prof. Kramers as Chairman: the number of papers presented was twice that of 1957. Even if this Symposium did not supply as many fundamentally new insights, according to Prof. Van Krevelen in his final review "it delivered a lot of material to confirm assumptions or theories which so far had not been proved sufficiently". In addition, optimization theory and the use of computers made their first appearance in the 1960 edition.

The Third Symposium, which took place in 1964 in Amsterdam, with Dr. C. Van Heerden as Chairman, is best characterized, I believe, by its strongly emphasized attempt to swing from concepts and ideal situations to real processes, with their many facets.

Overlooking the Symposia I find a strong guiding line running through all three of them. I mean the continuous preoccupation of being

realistic, of avoiding oversimplification in theoretical work, of promoting a confrontation of theory and practice.

MEINE DAMEN UND HERREN,

Wir stehen nun am Anfang des 4. Symposiums. Der doppelte Charakter des Themas "Chemical Reactor Design and Development. Principles and Applications" gibt in gewisser Weise dasselbe Leitmotiv wieder, das in den früheren Symposien gefunden wurde. Wir haben achtundreizig Beiträge angenommen. Einige sind vorwiegend theoretisch, andere mehr praktisch. Insgesamt geben Sie ein ziemlich komplettes Bild der heutigen chemischen Reaktionstechnik.

Transportphänomenen in Mehrphasenreaktoren, wie in Fliessbetten, Reaktoren mit suspendierten Feststoffen, Gas-Flüssigkeitsreaktoren, füllen zwei Zitsungen. Aus diesen Beiträgen ergibt sich, dass unsere Kenntnisse dieser Systeme noch fragmentarisch sind und dass wir uns noch im Prozess des Datensammelns befinden.

Die Wichtigkeit der Kinetik für die Reaktorplanung wird von einer Anzahl Aufsätze hervorgehoben. Das ist ein sehr wesentlicher Aspekt der chemischen Reaktionstechnik, womit wir konfrontiert werden, solange neue Katalysatoren und neue Prozesse entwickelt werden und solange neue und verbesserte analytische und Recheninstrumente die Verfeinerung von Modellen gestatten. Grosse Aufmerksamkeit wird dem Festbetteaktor geschenkt. Die Weiterentwicklung der Rechenautomaten hat es ermöglicht vollständigere Modelle auf zu stellen, welche die Wechselwirkungen zwischen Kinetik und Transportphänomenen einbeziehen.

Ferner wird von einigen Beiträgen das zunehmende Interesse an dem nicht-stationären Verhalten von Reaktoren wiedergegeben, das durch die Entwicklung verfeinerter Kontrollsysteme veranlasst wird.

Und schliesslich berichten einige Autoren über industrielle Prozesse oder konzentrieren sich mehr auf den Prozes im ganzen. Diese bilden zusammen eine Sitzung: "Entwurf industrieller Prozesse".

Ich vertraue darauf dass dieses Symposium, wie die vorigen, zur Weiterentwicklung der Planung und des Betriebs chemischer Reaktoren beitragen wird, auch wenn diese Aufgaben einige Aspekte

enthalten die nicht—oder ungenügend—auf diesem Symposium behandelt werden—ich meine technologische und mechanische Aspekte, Instrumentation, das Verhalten von Katalysatoren, Betriebsgefahren... und menschliche Erfindungsgabe. Einige dieser Themen gehören eigentlich nicht zum Schema des Chemical Reaction Engineering, während andere als Ergänzung zu der fundamentelle Einstellung, die unsere Symposien charakterisiert haben, geeignet wären.

LADIES AND GENTLEMEN,

With respect to the previous Symposia the present edition presents a couple of innovations—there is no reason for repeating things in the same way, no matter how successful they were. The boom in the field of Chemical Reaction Engineering is reflected by the number of papers, which jumped, in spite of a severe screening, from 27 in 1964 to 38. It would have been a pity to reduce the number of papers further than we did. Yet, 38 papers is too much to be handled along the lines of the previous Symposia. Instead of introducing parallel sessions we had recourse to the reporter system. We hope it will have your consensus. Anyway, I am sure you will appreciate the efforts of our reporters Prof. R. Jottrand, Dr. C. Van Heerden, Dr. J. Van de

Vusse, Dr. K. Simmrock, Prof. D. Thoenes and Prof. A. Asbjørnsen, who will present the essential points of the papers and place them in context with respect to the general progress of the field.

We have innovated in another matter, too. The previous Symposia had been limited to European communications. We thought it would be stimulating to confront American and European ways of approach. Contacts were established with the Committee on Applied Kinetics and Reaction Engineering of the American Chemical Society, Chairman Dr. R.L. Goring, and the Chemical Reaction Engineering and Chemical Kinetics Committee of the American Institute of Chemical Engineers, Chairman Prof. K.B. Bischoff. It was found that both committees displayed similar views as to international co-operation and they readily agreed to select U.S. contributions.

The co-operation we had from these committees was one of the pleasant aspects of the organization of this Symposium.

LADIES AND GENTLEMEN,

I herewith declare the Symposium opened and in recognition of the American co-operation I invite Dr. R.L. Goring to preside at the first session.

FIRST SESSION

**TRANSPORT PHENOMENA IN FLUIDIZED BEDS
AND SLURRY REACTORS**

Chairman: R. L. GORRING

Reporter: R. JOTTRAND

Secretary: S. WAJC

Mélange des gaz dans un réacteur à lit fluidisé

par M. PAHLAVOUNI et F. NISOL

Laboratoire de recherche de la Société Solvay & C^{ie}, Bruxelles

Résumé — Dans certains réacteurs à lit fluidisé, il s'avère nécessaire d'introduire l'un des réactifs gazeux au-dessus de la plaque perforée. La présente étude analyse les phénomènes relatifs à l'injection de ce gaz dans le lit.

L'appareillage utilisé comporte un lit $\varnothing = 400$ mm, $H = 4500$ mm, fluidisé à l'air; du CO_2 est introduit comme traceur dans le lit. Le mélange des gaz est apprécié grâce à des prélèvements continus en divers points du lit. L'utilisation de sondes à capacité permet de suivre l'évolution des bulles.

On montre que le mélange des gaz est directement lié à la dimension des bulles. Celle-ci est influencée par le niveau dans le lit et par la granulométrie du solide. On montre également que le gaz injecté dans un lit présentant de grosses bulles se localise initialement dans la phase « émulsion ».

1. Introduction

1.1. BUT DE L'ÉTUDE

Dans certains réacteurs à lit fluidisé, le mélange des réactifs avant leur introduction sous la grille peut conduire à la formation de produits indésirables. Cet inconvénient peut être évité par l'introduction de l'un au moins des réactifs au-dessus de la grille.

A titre d'exemple, on peut citer un réacteur de cracking où le combustible est introduit sous la grille, le comburant immédiatement au-dessus de la grille et la charge à craquer plus haut dans le lit. Ce procédé possède le double avantage d'éviter tout début de combustion sous la grille et toute oxydation de la charge à craquer.

L'étude des réacteurs à lit fluidisé se fait généralement grâce à un modèle mathématique faisant intervenir les phases « émulsion » et « bulles » et un échange de gaz entre ces phases. La présente étude a

été entreprise pour mieux pénétrer les phénomènes à considérer dans le modèle mathématique, ainsi que pour analyser les mécanismes relatifs à l'injection d'un gaz dans le lit et pour vérifier si le mélange de ce gaz et du gaz de fluidisation principal est suffisamment rapide par rapport à la réaction. L'étude a une portée générale : elle n'est pas limitée à une réaction déterminée.

Étant donné les difficultés d'extrapolation, il a été décidé d'étudier, à température ambiante et à la pression atmosphérique, le mélange d'air et d'un gaz traceur (CO_2) dans un réacteur de dimensions déjà importantes ($\varnothing = 400$ mm, $H = 4500$ mm).

1.2. TECHNIQUES UTILISÉES

- L'emploi de sondes à capacité fournit des renseignements concernant la hauteur et la vitesse de montée des bulles.
- L'injection en continu d'un gaz traceur (CO_2) au-dessus de la grille et le dosage en continu du gaz prélevé en divers points du lit permettent de suivre l'évolution du mélange du gaz traceur et de l'air de fluidisation. L'analyse du gaz se fait par un appareillage original, à inertie faible, permettant de différencier les teneurs en CO_2 des phases « émulsion » et « bulles ».
- L'utilisation simultanée et au même endroit du lit d'un dispositif de prélèvement continu du gaz et d'une sonde à capacité permet d'attribuer les teneurs en traceur respectivement aux bulles et à l'émulsion.

1.3. VARIABLES ÉTUDIÉES

Plusieurs charges ont été fluidisées, ce qui permet de comparer le mélange des gaz pour différentes

granulométries. L'analyse granulométrique et les caractéristiques de ces charges sont données au tableau 1. Le bicarbonate à granulométrie étalée a été choisi parmi plusieurs autres solides possibles, parce que ce produit coule très facilement et se fluidise sans grosses bulles. Le bicarbonate classé n'est autre que le bicarbonate étalé dont les fines et les grosses particules ont été éliminées par tamisage.

TABLEAU 1. Caractéristiques des charges fluidisées

Dimensions, mm	Sable, % poids	Dimensions, mm	Bicar- bonate étalé, % poids	Bicar- bonate classé, % poids
< 0,125	6,0	< 0,044	30,5	12,5
0,125–0,177	9,5	0,044–0,062	28,5	40,0
0,177–0,250	37,5	0,062–0,088	21,0	33,0
0,250–0,350	23,0	0,088–0,125	12,0	12,5
0,350–0,500	9,5	> 0,125	8,0	2,0
> 0,500	14,5			
Q_{mf} , m ³ N/h m ²	140	Q_{mf} , m ³ N/h m ²	24	
ρ_{mf} , kg/m ³	1365	ρ_{mf} , kg/m ³	1060	

Les essais ont été conduits avec un débit d'air de fluidisation égal à 140 m³ N/h (soit respectivement 8 et 50 fois le débit minimum de fluidisation du sable et des bicarbonates) et un débit de CO₂ introduit au-dessus de la plaque perforée égal à 9 m³ N/h. Les essais relatés ci-après ne considèrent pas l'influence de ces deux débits sur le mélange des gaz.

L'influence d'obstacles placés dans le lit a été étudiée en introduisant dans la colonne un faisceau de tubes verticaux.

2. Appareillage

2.1. LIT FLUIDISÉ

Le lit fluidisé (400 mm de diamètre et 4500 mm de hauteur) est représenté à la figure 1.

Des tubulures latérales permettent de réaliser, à plusieurs niveaux, l'injection du gaz traceur, le prélèvement des échantillons gazeux, le placement des sondes à capacité et la mesure de la pression. (Les mesures de pression permettent notamment le calcul de la hauteur du lit fluidisé.)

Pour certains essais, en vue d'étudier l'influence d'obstacles placés dans le lit, nous avons introduit dans la chambre de fluidisation un faisceau tubulaire composé de 18 tubes verticaux, $\varnothing$ ext. = 24 mm, obturés à leurs extrémités.

L'air de fluidisation est fourni par un compresseur à anneau liquide. Il est séché sur silicagel avant son introduction dans le lit (la présence d'humidité perturbe les mesures par sondes à capacité).

À la sortie du lit, l'air traverse plusieurs cyclones et un filtre. Dans le cas d'un solide à granulométrie fine, la sous-verse du premier cyclone est prolongée par un tube vertical plongeant dans le lit.

2.2. DÉTECTION DES BULLES

La détection des bulles qui s'élèvent dans le lit fluidisé est basée sur les variations de la capacité d'une sonde formée de deux plaques parallèles, plongée dans le lit. Cette méthode a déjà été utilisée précédemment par Morse et Ballou⁽¹⁾, Bakker et Heertjes⁽²⁾ et Lanneau⁽³⁾. Les variations de capacité résultent de la différence entre les constantes diélectriques des bulles et de l'émulsion. Bakker et Heertjes⁽⁴⁾ proposent des relations biunivoques entre la constante diélectrique et la porosité.

La mesure de capacité s'effectue par un pont de mesure Wayne-Kerr du type transformateur à trois électrodes; ce dispositif élimine les capacités parasites (câble, etc.). La fréquence de l'oscillateur alimentant le pont correspond à $\omega = 2\pi f = 10\,000$ rad sec⁻¹; elle a permis d'utiliser une sonde (plaques 25 mm $\times$ 20 mm écartées de 8 mm) présentant une capacité mesurée dans l'air de 0,75 pF. Les variations de capacité se traduisent par une tension de déséquilibre du pont, d'abord amplifiée, puis enregistrée par un enregistreur galvanométrique rapide (fréquence propre 14 Hz).

L'équilibrage se fait en plongeant la sonde dans le solide au repos (opération conduite avec un maximum de sensibilité du pont et par contrôle d'un œil magique). Le réglage de la sensibilité se fait

ensuite en plongeant la sonde dans l'air et en ajustant le taux d'amplification pour amener la plume du galvanomètre enregistreur à fond d'échelle. Ce mode opératoire donne de meilleurs résultats que par équilibrage du pont dans l'air, la ligne de base de l'enregistrement étant moins régulière dans ce dernier cas (la quantité de solide dans les bulles n'est pas constante).

2.3. INJECTION DU GAZ TRACEUR

Le CO_2 est injecté dans l'axe du lit par un tube $\varnothing$ int. = 16 mm, coudé vers le bas. Ce tube peut être placé à plusieurs niveaux.

Le dispositif d'injection du gaz traceur doit

permettre l'envoi dans le lit d'un échelon de CO_2 . Il doit permettre de plus de régler le débit du gaz traceur avant de l'envoyer dans le lit. L'échelon de gaz traceur est réalisé par le jeu de deux vannes magnétiques à commandes inversées.

2.4. PRÉLÈVEMENT ET ANALYSE DES ÉCHANTILLONS GAZEUX

L'appréciation du mélange du CO_2 avec l'air de fluidisation a nécessité la mise au point d'un dispositif d'analyse continue du gaz prélevé au sein du lit, permettant de suivre en tout point l'évolution de la teneur en CO_2 . Cette teneur fluctue au rythme du passage des bulles au point de prélèvement.

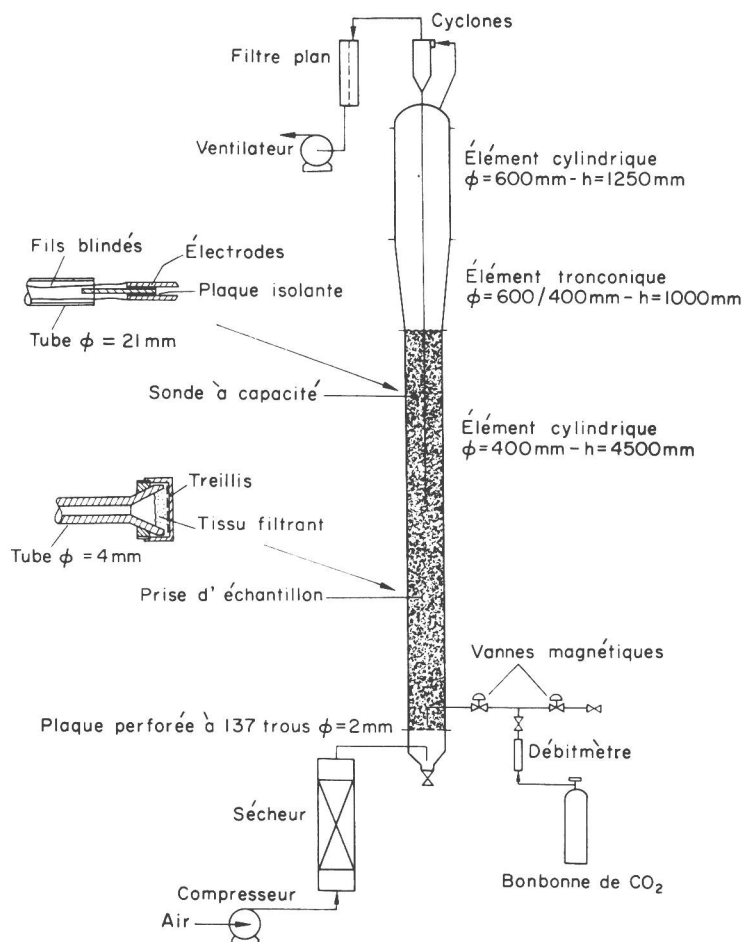


FIG. 1. Schéma de l'installation.

Les dispositifs d'analyse généralement utilisés^(5, 6) présentent une grande inertie et ne mesurent qu'une teneur moyenne sans fournir de renseignements concernant chaque phase séparée.

Nous avons recherché un appareillage plus évolué, à inertie faible, permettant de différencier les teneurs des deux phases. Cet appareillage est représenté à la figure 2.

La teneur en CO_2 se mesure par absorption dans l'infra-rouge au moyen d'un analyseur non dispersif à récepteur sélectif. Dans la conception des cellules, nous avons cherché à diminuer leur volume et à

éviter les espaces morts et les turbulences. La partie électronique de l'analyseur classique a été modifiée pour sortir un signal alternatif (fréquence = 5 Hz) au lieu d'un signal continu, ce qui permet de limiter au maximum l'inertie du système. Après amplification et suppression d'une alternance, le signal est recueilli par un enregistreur galvanométrique rapide (fréquence propre = 14 Hz). L'enregistrement de la teneur en CO_2 se présente sous la forme d'une succession de pics. L'amplificateur doit conserver la proportionnalité entre l'amplitude du signal et la teneur en CO_2 du gaz (entre 0 et 10 %).

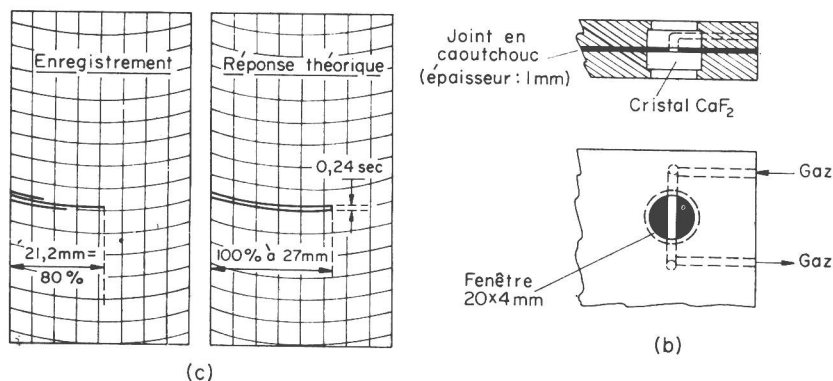
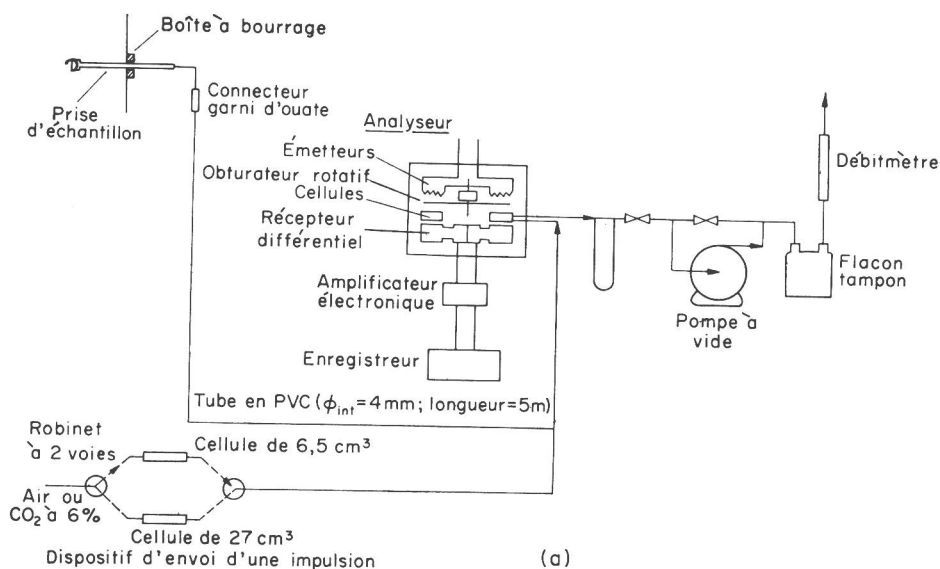


FIG. 2. Analyseur de CO_2 .