

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

MÉMOIRE PRÉSENTÉ À  
L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À CHICOUTIMI  
COMME EXIGENCE PARTIELLE  
DE LA MAÎTRISE EN INGÉNIERIE

par

**CARL LABERGE**

**CARACTÉRISATION THERMOÉLECTRIQUE  
DU LIT DE COKE UTILISÉ LORS DU PRÉCHAUFFAGE  
D'UNE CUVE D'ÉLECTROLYSE DE TYPE HALL-  
HÉROULT**

Octobre 2003



### **Mise en garde/Advice**

Afin de rendre accessible au plus grand nombre le résultat des travaux de recherche menés par ses étudiants gradués et dans l'esprit des règles qui régissent le dépôt et la diffusion des mémoires et thèses produits dans cette Institution, **l'Université du Québec à Chicoutimi (UQAC)** est fière de rendre accessible une version complète et gratuite de cette œuvre.

Motivated by a desire to make the results of its graduate students' research accessible to all, and in accordance with the rules governing the acceptance and diffusion of dissertations and theses in this Institution, the **Université du Québec à Chicoutimi (UQAC)** is proud to make a complete version of this work available at no cost to the reader.

L'auteur conserve néanmoins la propriété du droit d'auteur qui protège ce mémoire ou cette thèse. Ni le mémoire ou la thèse ni des extraits substantiels de ceux-ci ne peuvent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

The author retains ownership of the copyright of this dissertation or thesis. Neither the dissertation or thesis, nor substantial extracts from it, may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

## REMERCIEMENTS

Les travaux faisant l'objet du présent rapport ont été effectués à l'Université du Québec à Chicoutimi (UQAC) au sein du Centre de recherche sur l'aluminium (CURAL), dans le cadre du projet START-Cuve réalisé pour le compte de la société Alcan Inc.

Je tiens en premier lieu à remercier mon directeur de maîtrise M. Laszlo I. Kiss pour son support, sa compréhension, sa motivation, son expertise et sa disponibilité tout au long de mon projet. Je désire également remercier toute l'équipe de START-Cuve, et tout spécialement M. Martin Désilets (Alcan, CRDA) et M. Mario Fafard (Université Laval, dépt. Génie Civil), pour leur implication dans le projet. La réalisation de ces travaux n'auraient pas été possible sans l'importante contribution de MM. Patrice Paquette et Julien Tremblay, (techniciens CURAL) au niveau de la construction des montages expérimentaux.

Je tiens également à remercier Alcan Inc., le Fonds Québécois de la Recherche sur la Nature et les Technologies (NATEQ), le Conseil de Recherches en Sciences Naturelles et en Génie du Canada (CRSNG) et le Centre Québécois de Recherche et Développement sur l'Aluminium (CQRDA) pour leur support financier.

Pour finir, j'aimerais remercier Annie, Amélie ainsi que mes parents pour leur précieux support moral ainsi que pour leurs encouragements durant la réalisation de ces travaux.

## SOMMAIRE EXÉCUTIF

La conductivité thermique effective et la résistivité électrique effective du lit de coke servant au préchauffage des cuves d'électrolyse de type P-155 ainsi que les résistances de contact thermiques et électriques entre le lit et les blocs anodique et cathodique ont été déterminées expérimentalement en fonction de l'épaisseur du lit et de la température. Pour ce faire, un montage expérimental reproduisant les conditions présentes au préchauffage a été conçu et construit. Les mécanismes de conduction thermiques et électriques à travers les matériaux granulaires, les principaux modèles disponibles dans la littérature ainsi que les techniques de mesure de conductivité thermique sont présentés. Suite à l'analyse des résultats, des lois de comportement au niveau de la conductivité thermique effective et de la résistivité électrique effective sont proposées. Le comportement thermoélectrique du lit de coke en fonction de la pression mécanique appliquée et de la densité de courant est également étudié.



## EXECUTIVE SUMMARY

The effective thermal conductivity and electrical resistivity of the coke bed used for the preheating of the P-155 type aluminum reduction cell, as well as the thermal and electrical contact resistance between the bed and the anode and cathode blocks have been determined experimentally in function of temperature and bed thickness. In order to obtain the required data, an experimental setup reproducing the conditions in which the coke bed is submitted during the warming-up of the cell has been designed and built at the Université du Québec à Chicoutimi (UQAC). The mechanisms of thermal and electrical conduction in granular materials, the main models available in the scientific literature on the subject and the thermal conductivity measurement techniques are reviewed. Based on the analysis of the results, constitutive laws are proposed for effective thermal conductivity and electrical resistivity. The thermoelectrical behavior of the coke bed in function of the mechanical pressure applied and of the current density is also discussed.

## TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS.....	II
SOMMAIRE EXÉCUTIF.....	III
EXECUTIVE SUMMARY .....	IV
<b>1 INTRODUCTION .....</b>	<b>21</b>
1.1 PREAMBULE.....	21
1.2 CUVE D'ELECTROLYSE DE TYPE HALL-HEROULT .....	23
1.2.1 <i>Composition</i> .....	23
1.2.2 <i>Préchauffage</i> .....	24
1.2.3 <i>Opération</i> .....	25
1.3 CONTRIBUTION A LA RECHERCHE .....	28
1.3.1 <i>Objectif général</i> .....	28
1.3.2 <i>Objectifs secondaires</i> .....	28
1.3.3 <i>Retombées pour l'industrie</i> .....	28
<b>2 THEORIE DE CONDUCTION ÉQUIVALENTE DANS UN MATÉRIAU GRANULAIRE .....</b>	<b>30</b>
2.1 MECANISMES DE CONDUCTION ELECTRIQUE ET THERMIQUE.....	30
2.1.1 <i>Conduction électrique dans les solides métalliques</i> .....	30
2.1.2 <i>Conduction thermique dans les métaux et diélectriques</i> .....	32
2.1.3 <i>Liens entre la conduction électrique et la conduction thermique</i> .....	36
2.2 CONDUCTION THERMIQUE DANS UN MATERIAU GRANULAIRE .....	37
2.2.1 <i>Conduction</i> .....	38
2.2.2 <i>Rayonnement</i> .....	40
2.2.3 <i>Convection</i> .....	40
2.3 CONDUCTION ELECTRIQUE DANS UN MATERIAU GRANULAIRE .....	40
2.4 LE COKE UTILISE POUR LE PRECHAUFFAGE .....	42
2.4.1 <i>Structure atomique</i> .....	44
2.4.2 <i>Facteurs ayant une influence sur les propriétés thermoélectriques du coke</i>	46
<b>3 REVUE DES MODÈLES THÉORIQUES DE CONDUCTION ÉLECTRIQUE ET THERMIQUE .....</b>	<b>54</b>
3.1 REVUE DE LITTÉRATURE : LE COKE CALCINE .....	54
3.2 MODELES DE CONDUCTION EQUIVALENTE DANS UN LIT GRANULAIRE .....	57
3.2.1 <i>Type I</i> .....	58
3.2.2 <i>Type II</i> .....	60
3.2.3 <i>Type III</i> .....	63
3.2.4 <i>Transfert par rayonnement</i> .....	74
3.2.5 <i>Résistance de contact</i> .....	76

<b>4</b>	<b>TECHNIQUES DE MESURE DE CONDUCTIVITÉ THERMIQUE.....</b>	<b>81</b>
4.1	INTRODUCTION .....	81
4.2	TECHNIQUES DE MESURES EN REGIME ETABLI.....	82
4.2.1	Mesure du flux thermique .....	83
4.2.2	Mesure à partir d'un flux axial.....	85
4.2.3	Mesure à partir d'un flux radial.....	92
4.2.4	Chauffage direct .....	95
4.2.5	Avantages et inconvénients des méthodes en régime établi .....	97
4.3	TECHNIQUES DE MESURE EN REGIME TRANSITOIRE.....	98
4.3.1	Méthode « flash ».....	99
4.3.2	Méthode par chauffage monotone .....	104
4.3.3	Avantages et inconvénients des méthodes en régime transitoire.....	106
<b>5</b>	<b>CONCEPTION DU MONTAGE EXPÉRIMENTAL.....</b>	<b>108</b>
5.1	OBJECTIFS.....	108
5.2	PRESENTATION GENERALE.....	109
5.3	COMPOSANTES DU MONTAGE.....	110
5.3.1	Description générale.....	110
5.3.2	Blocs anodique et cathodique.....	111
5.3.3	Boîtier et isolation .....	113
5.3.4	Injection de gaz neutre.....	114
5.3.5	Support du montage.....	115
5.3.6	Chariot.....	115
5.3.7	Source de courant .....	116
5.3.8	Four cubique.....	116
5.4	INSTRUMENTATION .....	117
5.4.1	Position des thermocouples .....	118
5.5	SIMULATION DU MONTAGE .....	119
5.6	MAQUETTE DE VISUALISATION .....	121
5.7	MONTAGE DE VISUALISATION QUASI 2D.....	122
<b>6</b>	<b>CONSTRUCTION DU MONTAGE EXPÉRIMENTAL .....</b>	<b>124</b>
6.1	GENERALITES .....	124
6.2	CHOIX DES THERMOCOUPLES .....	124
6.2.1	Montage expérimental .....	125
6.2.2	Expérimentation.....	126
6.2.3	Résultats.....	127
6.2.4	Évaluation de l'incertitude .....	131
6.2.5	Changement du bloc anodique .....	132
6.3	MESURE DE LA GEOMETRIE DES BLOCS CATHODIQUES ET ANODIQUES.....	133
6.4	INSTALLATION DES THERMOCOUPLES .....	135
6.4.1	Préparation des thermocouples .....	135
6.4.2	Collage des thermocouples.....	135

6.5	COLLAGE DES BLOCS .....	136
<b>7</b>	<b>TECHNIQUE DE DÉTERMINATION DES VALEURS À CARACTÉRISER....</b>	<b>138</b>
7.1	APPAREIL.....	138
7.2	HYPOTHESES DE BASE.....	139
7.3	CONDUCTIVITE THERMIQUE .....	140
7.3.1	<i>Méthode de détermination de la conductivité thermique effective du lit....</i>	<i>140</i>
7.4	RESISTIVITE ELECTRIQUE.....	144
7.5	RESISTANCE DE CONTACT AUX INTERFACES .....	145
<b>8</b>	<b>CARACTÉRISATION EXPÉRIMENTALE DU LIT DE COKE.....</b>	<b>149</b>
8.1	CARACTERISATION PHYSIQUE DU COKE A L'ETUDE.....	149
8.1.1	<i>Granulométrie.....</i>	<i>149</i>
8.1.2	<i>Forme des grains .....</i>	<i>154</i>
8.1.3	<i>Masses volumiques et porosités.....</i>	<i>155</i>
8.2	CARACTERISATION THERMOELECTRIQUE DES ECHANTILLONS .....	159
8.2.1	<i>Procédure expérimentale.....</i>	<i>160</i>
8.3	SOURCES D'INCERTITUDES.....	165
8.3.1	<i>Hypothèse du plan adiabatique .....</i>	<i>165</i>
8.3.2	<i>Températures aux interfaces.....</i>	<i>166</i>
8.3.3	<i>Thermocouples.....</i>	<i>167</i>
8.3.4	<i>Épaisseur du lit de coke constante.....</i>	<i>169</i>
8.3.5	<i>Résistances de contact identiques aux deux interfaces.....</i>	<i>172</i>
<b>9</b>	<b>RÉSULTATS ET ANALYSES.....</b>	<b>174</b>
9.1	CARACTERISATION THERMOELECTRIQUE.....	174
9.1.1	<i>Présentation des essais .....</i>	<i>174</i>
9.1.2	<i>Profils de température à l'intérieur du montage .....</i>	<i>176</i>
9.1.3	<i>Conductivité thermique du bloc cathodique .....</i>	<i>177</i>
9.1.4	<i>Résistivité électrique effective du lit de coke .....</i>	<i>181</i>
9.1.5	<i>Résistances de contact électriques aux interfaces .....</i>	<i>186</i>
9.1.6	<i>Conductivité thermique effective du lit de coke .....</i>	<i>196</i>
9.1.7	<i>Résistances de contact thermique aux interfaces .....</i>	<i>201</i>
9.1.8	<i>Distribution de température aux surfaces de contact.....</i>	<i>208</i>
9.1.9	<i>Effet de la pression appliquée sur le lit .....</i>	<i>211</i>
9.1.10	<i>Distribution de température – quasi 2D.....</i>	<i>218</i>
9.1.11	<i>Effet de la densité de courant .....</i>	<i>220</i>
9.1.12	<i>Distribution de température externe du montage .....</i>	<i>226</i>
9.2	ANALYSE DES MODELES THEORIQUES .....	228
9.2.1	<i>Modèles – Conductivité thermique .....</i>	<i>228</i>
9.2.2	<i>Modèles – conductivité électrique .....</i>	<i>235</i>
9.3	LOIS DE COMPORTEMENT RETENUES .....	236
9.3.1	<i>Thermique .....</i>	<i>236</i>
9.3.2	<i>Électrique.....</i>	<i>239</i>

<b>10 DISCUSSION ET CONCLUSION.....</b>	<b>244</b>
10.1 DISCUSSION .....	244
10.1.1 Montage expérimental .....	244
10.1.2 Résultats expérimentaux .....	244
10.1.3 Lois de comportement.....	249
10.1.4 Résistivité en fonction de la pression.....	251
10.1.5 Effet d'échelle .....	252
10.1.6 Sensibilité de la résistivité électrique effective .....	253
10.1.7 Influence des non-homogénéités.....	254
10.1.8 Homogénéité du lit de coke.....	255
10.2 NOTIONS TRANSFERABLES A L'INDUSTRIE .....	259
10.3 CONCLUSIONS.....	261
<b>BIBLIOGRAPHIE.....</b>	<b>265</b>
<b>ANNEXE 1 : PLANS DU MONTAGE EXPERIMENTAL CARLA .....</b>	<b>273</b>
<b>ANNEXE 2 : PHOTOS DU MONTAGE EXPERIMENTAL CARLA.....</b>	<b>289</b>
<b>ANNEXE 3 : FICHES DESCRIPTIVES DES ISOLANTS UTILISES .....</b>	<b>294</b>
<b>ANNEXE 4 : POSITION DES THERMOCOUPLES DANS LES BLOCS ANODIQUE ET CATHODIQUE .....</b>	<b>298</b>
<b>ANNEXE 5 : CALCUL D'INCERTITUDE – CONDUCTIVITE THERMIQUE DU BLOC CATHODIQUE .....</b>	<b>302</b>
<b>ANNEXE 6 : CALCUL D'INCERTITUDE – ESTIMATION DE LA TEMPERATURE AUX INTERFACES.....</b>	<b>315</b>
<b>ANNEXE 7 : GRAPHIQUES INTENSITE – TEMPERATURE – RESISTIVITE EN FONCTION DU TEMPS .....</b>	<b>318</b>

## LISTE DES FIGURES

FIGURE 1.1 : SCHEMA D'UNE CUVE D'ELECTROLYSE EN PRECHAUFFAGE (ALCAN).....	24
FIGURE 1.2 : SCHEMA D'UNE CUVE D'ELECTROLYSE EN OPERATION (ALCAN) .....	26
FIGURE 1.3 : SALLE DE CUVE USINE GRANDE-BAIE (ALCAN) .....	27
FIGURE 2.1 : COEFFICIENTS DE LORENZ (WIEDEMANN-FRANZ RATIO) DE GRAPHITES (MANTELL (1968)) .....	34
FIGURE 2.2 : MODES DE TRANSPORT DE LA CHALEUR DANS UN MATERIAU GRANULAIRE .....	38
FIGURE 2.3 : IONISATION D'UN GAZ ENTRE DEUX SURFACES RAPPROCHEES .....	41
FIGURE 2.4 : GRAIN DE COKE CALCINE .....	42
FIGURE 2.5 : STRUCTURE CRISTALLINE : GRAPHITE (GAUCHE) ET DIAMANT (DROITE) (MANTELL (1968)) .....	45
FIGURE 2.6 : STRUCTURE DU CARBONE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE (FISCHER & PERRUCHOUD (1985)).....	48
FIGURE 2.7 : ÉCHELLES DE STRUCTURE MACROSCOPIQUE : A) GRAIN, B) MATERIAU EN VRAC.....	50
FIGURE 3.1 : MODELE DE MAXWELL .....	59
FIGURE 3.2 : MODELE DE KRISCHER.....	61
FIGURE 3.3 : A) MODELE DE KUNII-SMITH POUR LIT DE PARTICULES NON-CONSOLIDEES , B) VUE AGRANDIE DU CONTACT SOLIDE .....	64
FIGURE 3.4 : PARTICULE DEFORMABLE DE ZEHNER-SCHLÜNDER .....	67
FIGURE 3.5 : CELLULE UNITAIRE PROPOSEE PAR ZEHNER-SCHLÜNDER .....	67
FIGURE 3.6 : POLYEDRES DE VORONOI : A) ARRANGEMENT BIDIMENSIONNEL, B) VUE TRIDIMENSIONNELLE DANS LAQUELLE CHAQUE FACE REPRESENTA UN CONTACT ENTRE PARTICULES (CHENG ET AL. (1999)).....	72
FIGURE 3.7 : EFFET DE LA CONDUCTIVITE RELATIVE DES PHASES (CHENG ET AL. (1999)) .....	73

FIGURE 3.8 : CONTRIBUTION DE LA CONDUCTION PAR LE GAZ INTERSTITIEL (GAP- CONDUCTANCE) AU TRANSFERT DE CHALEUR TOTAL A L'INTERFACE (JOINT CONDUCTANCE) (SONG ET AL. (1992)) .....	79
FIGURE 4.1 : MONTAGE CYLINDRIQUE AVEC ISOLATION SEULEMENT (POUR BON CONDUCTEURS).....	86
FIGURE 4.2 : MONTAGE AVEC ELEMENT CHAUFFANT PLACE ENTRE DEUX ECHANTILLONS (BON CONDUCTEURS) .....	87
FIGURE 4.3 : MONTAGE ISOLE AVEC MESURE DE FLUX A L'AIDE D'UN MATERIAU ETALON .....	88
FIGURE 4.4 : COMPARAISON DES PROFILS DE TEMPERATURE AVEC ET SANS ELEMENTS CHAUFFANTS D'APPOINT .....	90
FIGURE 4.5 : MESURE DE LA CONDUCTIVITE THERMIQUE D'UN LIQUIDE PAR FLUX AXIAL .....	91
FIGURE 4.6 : MONTAGE DE MESURE DE CONDUCTIVITE THERMIQUE AVEC FLUX RADIAL .....	93
FIGURE 4.7 : TIGE METALLIQUE ISOLEE AVEC CHAUFFAGE DIRECT (PRODUIT PAR EFFET JOULE) .....	96
FIGURE 4.8 : PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT DE LA METHODE FLASH .....	100
FIGURE 4.9 : EXEMPLE DE MONTAGE UTILISANT LA METHODE DE CHAUFFAGE MONOTONE .....	104
FIGURE 4.10 : TEMPERATURE EN FONCTION DU TEMPS A LA SURFACE ET AU CENTRE D'UN ECHANTILLON .....	106
FIGURE 5.1 : SCHEMA DE PRINCIPE DU MONTAGE .....	110
FIGURE 5.2 : COMPOSITION DU MONTAGE EXPERIMENTAL CARLA .....	111
FIGURE 5.3 : ÉCHANTILLON DE BLOC ANODIQUE A) VUE DE PROFIL, B) VUE EN PLONGEE .....	112
FIGURE 5.4 VUE EN COUPE - BOITIER DU MONTAGE .....	114
FIGURE 5.5 : MESURE DE TEMPERATURE ET POTENTIEL AVEC UN THERMOCOUPLE .....	117
FIGURE 5.6 : RESULTATS DE LA SIMULATION PAR ELEMENTS FINIS.....	119

FIGURE 5.7 : MAQUETTE DE VISUALISATION DU CHAUFFAGE DU LIT DE COKE.....	122
FIGURE 5.8 : MONTAGE DE VISUALISATION QUASI 2D.....	123
FIGURE 6.1: A) BLOC DE CUIVRE UTILISE POUR CREER UN MILIEU ISOTHERME, B) MONTAGE EXPERIMENTAL, C) FOUR UTILISE POUR LE TEST, D) VUE A L'INTERIEUR DU FOUR AVANT CHAUFFAGE .....	126
FIGURE 6.2: HISTOGRAMME DES LECTURES DES THERMOCOUPLES PAR RAPPORT A UNE TEMPERATURE DE REFERENCE AUX ENVIRONS DE 500°C.....	129
FIGURE 6.3 : HISTOGRAMME DES LECTURES DES THERMOCOUPLES PAR RAPPORT A UNE TEMPERATURE DE REFERENCE AUX ENVIRONS DE 700°C.....	129
FIGURE 6.4 : HISTOGRAMME DES LECTURES DES THERMOCOUPLES PAR RAPPORT A UNE TEMPERATURE DE REFERENCE AUX ENVIRONS DE 1000°C.....	130
FIGURE 6.5 APPAREIL DE MESURE 3 AXES .....	134
FIGURE 6.6 : BLOC LORS DE LA MESURE AVEC TIGE METALLIQUE .....	134
FIGURE 6.7 : COLLAGE DES THERMOCOUPLES DU BLOC CATHODIQUE .....	136
FIGURE 6.8 : COLLAGE DU BLOC ANODIQUE A L'ELECTRODE SUPERIEURE.....	137
FIGURE 7.1: MONTAGE EXPERIMENTAL CARLA.....	138
FIGURE 7.2: SCHEMATISATION DU PROFIL DE TEMPERATURE PREVU A L'INTERIEUR DU MONTAGE SANS MISE SOUS TENSION DU LIT .....	141
FIGURE 7.3 : SCHEMATISATION DU PROFIL DE TEMPERATURE PREVU A L'INTERIEUR DU MONTAGE AVEC MISE SOUS TENSION DU LIT.....	143
FIGURE 7.4 : RESISTANCES DU LIT DE COKE.....	145
FIGURE 8.1 : SEPARATEUR 50/50.....	150
FIGURE 8.2 : COURBE GRANULOMETRIQUE DU COKE CALCINE UGB .....	153
FIGURE 8.3 : FORME DES GRAINS DE COKE .....	155
FIGURE 8.4 : VISUALISATION DE LA COMPOSITION DU COKE EN VRAC.....	156
FIGURE 8.5 : A) MISE EN PLACE DU LIT DE COKE, B) MISE EN PLACE DU CHARIOT DANS LE MONTAGE.....	162
FIGURE 8.6 : SCHEMATISATION DE LA PRESSION APPLIQUEE AUX INTERFACES .....	173



FIGURE 9.1 : PROFIL DE TEMPERATURE AU CENTRE DES BLOCS POUR A) ESSAI # 8 ET B) ESSAI # 25.....	177
FIGURE 9.2 : PROFIL DE TEMPERATURE A EQUILIBRE A L'INTERIEUR DU BLOC CATHODIQUE, ESSAI # 9 .....	178
FIGURE 9.3 : CONDUCTIVITE THERMIQUE DU BLOC CATHODIQUE .....	179
FIGURE 9.4 : RESISTIVITES ELECTRIQUES EQUIVALENTES TOTALES MESUREES, PAR ESSAI .....	181
FIGURE 9.5 : RESISTIVITES ELECTRIQUES EQUIVALENTES MESUREES, PAR EPAISSEUR DE L'ESSAI .....	182
FIGURE 9.6 : RESISTIVITES ELECTRIQUES EQUIVALENTES MESUREES, PAR BLOC ANODIQUE.....	182
FIGURE 9.7 : RESISTIVITE EQUIVALENTE ET INTENSITE DU COURANT EN FONCTION DU TEMPS, ESSAI # 5.....	184
FIGURE 9.8 : RESISTANCES ELECTRIQUES EFFECTIVES DU LIT ET RESISTANCES DE CONTACT DES INTERFACES.....	187
FIGURE 9.9 : RESISTANCE ELECTRIQUE DU LIT ET RESISTANCE DE CONTACT DES INTERFACES .....	188
FIGURE 9.10 : RESISTIVITE EFFECTIVE NETTE DU LIT (SANS LES RESISTANCES DE CONTACT AUX INTERFACES).....	189
FIGURE 9.11 : CONDUCTIVITE ELECTRIQUE VS. EPAISSEUR DE POUDRE DE SI (DUBOIS ET AL. (2002)) .....	191
FIGURE 9.12 : ESSAI DE DISTRIBUTION DE CONTRAINTES PAR PHOTOELASTOMETRIE (TRAVERS ET AL. (1986)) .....	192
FIGURE 9.13 : IMAGE DES CHAINES DE FORCES DANS UN MATERIAU GRANULAIRE 3D TEL QUE VU ENTRE DEUX POLARISEURS CIRCULAIRES (LIU ET AL. (1995)) .....	193
FIGURE 9.14 : EFFET DE LA FORCE APPLIQUEE PAR LES GRAINS SUR LA PAROI LATERALE, ESSAI # 12 ET # 13.....	194
FIGURE 9.15 : CONDUCTIVITE THERMIQUE EFFECTIVE DU LIT DE COKE (INCLUANT LES RESISTANCES AUX INTERFACES).....	198

FIGURE 9.16 : CONDUCTIVITE THERMIQUE EFFECTIVE TOTALE, PAR EPAISSEURS .....	199
FIGURE 9.17 : CONDUCTIVITE THERMIQUE EFFECTIVE TOTALE, PAR TYPE D'ESSAI (AT OU ST) .....	200
FIGURE 9.18 : RESISTANCE DE CONTACT THERMIQUE D'UN INTERFACE.....	201
FIGURE 9.19 : RESISTANCE DE CONTACT THERMIQUE CONFONDUE DES INTERFACES...	202
FIGURE 9.20 : RESISTANCE THERMIQUE EFFECTIVE TOTALE DU LIT DE COKE ET DES INTERFACES .....	205
FIGURE 9.21 : RESISTANCE THERMIQUE EFFECTIVE DU LIT DE COKE SEULEMENT ET DES INTERFACES .....	205
FIGURE 9.22 : CONDUCTIVITE THERMIQUE EFFECTIVE DU LIT DE COKE AVEC ET SANS LES INTERFACES .....	206
FIGURE 9.23 : RESISTANCE THERMIQUE EFFECTIVE TOTALE DU LIT DE COKE AVEC ET SANS LES INTERFACES .....	207
FIGURE 9.24 : DISTRIBUTION DE TEMPERATURE AUX INTERFACES DU LIT DE COKE (ESSAI #16) .....	209
FIGURE 9.25 : DISTRIBUTION DE TEMPERATURE AUX INTERFACES DU LIT DE COKE (ESSAI #17) .....	209
FIGURE 9.26 : DISTRIBUTION DE TEMPERATURE – ANODE-LIT DE COKE (ESSAIS # 28 ET # 21) .....	210
FIGURE 9.27 : DISTRIBUTION DE TEMPERATURE – ANODE-LIT DE COKE (ESSAIS # 26 ET # 13) .....	211
FIGURE 9.28 : ANALYSE DE LA DIFFERENCE DE POTENTIEL EN FONCTION DE LA PRESSION APPLIQUEE .....	213
FIGURE 9.29 : ANALYSE DE LA DIFFERENCE DE POTENTIEL EN FONCTION DE LA PRESSION APPLIQUEE .....	215
FIGURE 9.30 : RESISTIVITE ET TEMPERATURE A EQUILIBRE EN FONCTION DE LA PRESSION .....	215
FIGURE 9.31 RESISTIVITE EN FONCTION DE LA PRESSION .....	216

FIGURE 9.32 : DISTRIBUTIONS DE TEMPERATURE A L'INTERIEUR DU MONTAGE QUASI 2D .....	219
FIGURE 9.33 : ANALYSE DE LA RESISTIVITE EN FONCTION DE L'INTENSITE DU COURANT (190°C, LIT DE 52,36 MM ET 1 BALAYAGE/SEC) .....	222
FIGURE 9.34 : ANALYSE DE LA RESISTIVITE EN FONCTION DE L'INTENSITE DU COURANT (190°C, LIT DE 52,36 MM ET 1 BALAYAGE/30 SEC).....	223
FIGURE 9.35 : ANALYSE DE LA RESISTIVITE EN FONCTION DE L'INTENSITE DU COURANT (400°C, LIT DE 52,36 MM ET 1 BALAYAGE/30 SEC) .....	223
FIGURE 9.36 : ANALYSE DE LA RESISTIVITE EN FONCTION DE L'INTENSITE DU COURANT (800°C, LIT DE 52,36 MM ET 1 BALAYAGE/30 SEC) .....	224
FIGURE 9.37 : ANALYSE DE LA RESISTIVITE EN FONCTION DE L'INTENSITE DU COURANT (1000°C, LIT DE 52,36 MM ET 1 BALAYAGE/45 SEC) .....	224
FIGURE 9.38 : DISTRIBUTION DE TEMPERATURE OBTENUE AVEC UNE CAMERA INFRAROUGE : A) ELECTRODE INFERIEURE, B) BOITIER.....	227
FIGURE 9.39 : COMPARAISON DES VALEURS EXPERIMENTALES AVEC LE MODELE DE KRISCHER .....	230
FIGURE 9.40 : COMPARAISON DES VALEURS EXPERIMENTALES AVEC LES MODELES DE YAGI-KUNII ET KUNII-SMITH .....	232
FIGURE 9.41 : COMPARAISON DES VALEURS EXPERIMENTALES AVEC LES MODELES KRISCHER ET KRISCHER-VORTMEYER.....	233
FIGURE 9.42 : COMPARAISON DES VALEURS EXPERIMENTALES AVEC LE MODELE DE ZEHNER-SCHLÜNDER.....	234
FIGURE 9.43 : COMPARAISON DES MODELES DE CONDUCTIVITE THERMIQUE EQUIVALENTE .....	237
FIGURE 9.44 : COMPARAISON DU MODELE KRISCHER-VORTMEYER ET RESISTANCES DE CONTACT AVEC LES VALEURS DE RESISTANCES OBTENUES EXPERIMENTALEMENT .....	237
FIGURE 9.45 : COMPARAISON DU MODELE KRISCHER-VORTMEYER AVEC LES CONDUCTIVITES THERMIQUES OBTENUES EXPERIMENTALEMENT.....	239

FIGURE 9.46 : DROITE DE REGRESSION DECRIVANT LA RESISTIVITE ELECTRIQUE EFFECTIVE DU LIT.....	240
FIGURE 9.47 : LOI DE PUISSANCE DECRIVANT LA RESISTANCE DE CONTACT DES DEUX INTERFACES EN FONCTION DE LA TEMPERATURE.....	241
FIGURE 9.48 : LOI DE COMPORTEMENT POUR LA RESISTIVITE ELECTRIQUE EFFECTIVE TOTALE POUR DIFFERENTES EPAISSEURS COMPARE AVEC LES VALEURS EXPERIMENTALES .....	242
FIGURE 9.49 : LOI DE COMPORTEMENT POUR LA RESISTANCE ELECTRIQUE EFFECTIVE TOTALE POUR DIFFERENTES EPAISSEURS COMPARE AVEC LES VALEURS EXPERIMENTALES .....	243
FIGURE 10.1 : SCHEMATISATION DE L'EFFET D'ECHELLE.....	253
FIGURE 10.2 : DISTRIBUTION DE TEMPERATURE AUX INTERFACES DU LIT DE COKE (ESSAI #17).....	255
FIGURE 10.3 : DISTRIBUTIONS DE TEMPERATURE A L'INTERIEUR DU MONTAGE QUASI 2D .....	257

## **LISTE DES TABLEAUX**

TABLEAU 2.1 : SPECIFICATIONS GENERALES DU COKE UTILISE POUR LA FABRICATION D'ANODES .....	44
TABLEAU 3.1 : RESUME DES EXPRESSIONS UTILISEES POUR DETERMINER LE FACTEUR D'ECHANGE DANS L'EQUATION DE DAMKÖHLER (NASR ET AL. (1994)) .....	75
TABLEAU 6.1: POINTAGE TOTAL OBTENU POUR CHACUN DES THERMOCOUPLES.....	127
TABLEAU 6.2 : ÉCART-TYPE MOYEN CALCULE POUR LES TROIS ESSAIS .....	131
TABLEAU 6.3 : ANODE 2 : ÉCART-TYPE MOYEN CALCULE POUR LES TROIS ESSAIS.....	132
TABLEAU 6.4 : ANODE 2 : ÉCART DE TEMPERATURE MAXIMAL CALCULE POUR LES TROIS ESSAIS .....	132
TABLEAU 8.1 : ANALYSE GRANULOMETRIQUE ECHANTILLON # 1 .....	152
TABLEAU 8.2 : ANALYSE GRANULOMETRIQUE ECHANTILLON # 2 .....	152
TABLEAU 8.3 : ANALYSE GRANULOMETRIQUE ECHANTILLON # 3 .....	152
TABLEAU 8.4 : RESULTAT DES ESSAIS – MASSE VOLUMIQUE COKE EN VRAC.....	157
TABLEAU 8.5 : MASSE VOLUMIQUE DU COKE : EN VRAC, DES GRAINS ET SOLIDE .....	158
TABLEAU 8.6 : POROSITE DU COKE : EN VRAC, DES GRAINS ET TOTALE.....	158
TABLEAU 9.1 : LISTE DES ESSAIS REALISES .....	175
TABLEAU 9.2 : RESULTAT DES ESSAIS DE CONDUCTIVITE THERMIQUE EFFECTIVE .....	197
TABLEAU 9.3 : DONNEES DE BASE DES MODELES .....	229

## LISTE DES ABRÉVIATIONS

$\text{\AA}$	Angström ( $1 \times 10^{-10}$ m)
$A$	Aire, $\text{m}^2$
$AT$	essai réalisé avec mise sous tension électrique du lit (Avec Tension)
$a$	coefficient arrangement spatial des phases (Krischer)
$b$	taux de chauffe, $^{\circ}\text{C/s}$
$B$	facteur de déformation (modèle Zehner-Schlünder (1970))
$B_r$	nombre de transmission du rayonnement (Vortmeyer (1980))
$c$	chaleur spécifique du réseau, $\text{J/kg}\cdot\text{K}$
$C_f$	facteur de forme dans le modèle de Zehner-Schlünder
$C_s$	constante de rayonnement d'un corps noir ( $5,67 \times 10^{-8} \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-4}$ )
<i>CARLA</i>	montage expérimental de <i>CAR</i> actérisation en <i>LAB</i> oratoire du lit de coke
$d$	diamètre d'une particule ou diamètre moyen, mm
$d_i$	diamètre des particules de la fraction $i$ d'un matériau granulaire, mm
$d_p$	taille moyenne des pores, mm
$D_{60}$	diamètre supérieur de 60% des particules, mm
$D_{10}$	diamètre supérieur de 10% des particules, mm
$\bar{E}$	champ électrique, $\text{V/m}$
$F$	facteur d'échange (Vortmeyer (1980))
$h_p$	coefficient de transfert de chaleur de rayonnement entre deux surfaces solides, $\text{W/m}^2\cdot\text{K}$
$h_{rs}$	coefficient de transfert de chaleur de rayonnement entre deux espaces vides, $\text{W/m}^2\cdot\text{K}$
$h_{rv}$	coefficient de transfert de chaleur à travers le contact solide entre deux particules en contact, $\text{W/m}^2\cdot\text{K}$
$\bar{j}$	densité de courant, $\text{A/m}^2$

$I$	intensité du courant électrique, A
$k$	conductivité thermique, W/m·K
$k_1, k_2$	conductivité thermique réduite (Krischer)
$k_e$	conductivité thermique effective, W/m·K
$k_g$	conductivité thermique phase gazeuse, W/m·K
$kn$	nombre de Knudsen
$k_s$	conductivité thermique phase solide (grain), W/m·K
$k_p$	conductivité thermique due aux phonons, W/m·K
$L$	nombre de Lorenz ( $2,45 \times 10^{-8}$ watt ohm deg <sup>-2</sup> )
$\ell$	parcours libre moyen, Å
$n_0$	nombre d'électrons par unité de volume
$N_A$	nombre d'Avogadro ( $6,0225 \times 10^{23}$ molécules/g·mole)
$p$	pression, Pa
$q$	flux de chaleur, W
$\dot{q}$	génération volumétrique d'énergie, W/m <sup>3</sup>
$Q_i$	proportion volumétrique relative de la fraction $i$ d'un matériau granulaire
$r$	coefficient de corrélation
$R$	Résistance (thermique en K/W et électrique en Ohm)
$R_c$	Résistance de contact thermique ou électrique, K·m <sup>2</sup> /W ou Ohm·m
$R_{ct}$	Résistance de contact thermique, K·m <sup>2</sup> /W
$R_{ce}$	Résistance de contact électrique, Ohm·m
$R_e$	Résistance thermique ou électrique effective totale, K/W ou Ohm
$R_{ee}$	Résistance électrique effective totale, Ohm
$R_{et}$	Résistance thermique effective totale, K/W
$R_l$	Résistance thermique ou électrique effective du lit seulement, K/W ou Ohm
$R_{le}$	Résistance électrique effective du lit seulement, Ohm

$R_{lt}$	Résistance thermique effective du lit seulement, K/W
$R_m$	Rayon d'une molécule, Å
$ST$	essai réalisé sans mise sous tension électrique du lit (Sans Tension)
$T$	température, K ou °C
$T_{sa}$	température à la surface du bloc anodique, K ou °C
$T_{sc}$	température à la surface du bloc cathodique, K ou °C
$U$	coefficient d'uniformité ( $D_{60}/D_{10}$ )
$V$	potentiel électrique, Volts
$V_d$	vitesse de dérive ( <i>drift velocity</i> )
$x$	variable quelconque ou coordonnée axiale, m
$z$	coordonnée axiale, m

### Lettres grecques

$\alpha$	facteur de déformation (Hsu (1994)) ou diffusivité thermique, m <sup>2</sup> /s
$\beta$	rapport de la longueur effective entre le centre des particules sur le diamètre moyen des particules (Yagi & Kunii (1957))
$\gamma$	rapport de l'épaisseur effective du film de fluide adjacent à la surface de contact de deux particules sur le diamètre moyen des particules (Yagi & Kunii (1957))
$\delta$	épaisseur de l'échantillon (Équation 4.8), m
$\Delta L$	épaisseur du lit de coke, mm
$\Delta V$	différence de potentiel, Volt
$\varepsilon$	émissivité
$\kappa$	constante de Boltzmann ( $1,381 \times 10^{-23}$ J/K)
$\rho$	résistivité électrique ou masse volumique, Ohm·m ou kg/m <sup>3</sup>
$\rho_e$	résistivité électrique effective du lit (totale), Ohm·m
$\rho_{grain}$	masse volumique d'un grain de coke, kg/m <sup>3</sup>



$\rho_{lit}$	résistivité électrique effective du lit (nette), Ohm·m
$\rho_{solide}$	masse volumique du coke solide, kg/m <sup>3</sup>
$\rho_{vrac}$	masse volumique du coke en vrac, kg/m <sup>3</sup>
$\sigma$	conductivité électrique (S/m)
$\tau_{1/2}$	demi-temps de montée (Équation 4.8), s
$v$	vitesse moyenne des électrons
$v_p$	vitesse moyenne des phonons
$\phi$	coefficient d'aplanissement
$\Phi$	paramètre de Maxwell
$\psi$	porosité
$\omega$	rapport de la longueur effective du solide relative à la conduction thermique sur le diamètre moyen des particules (Yagi & Kunii (1957))

## 1

## INTRODUCTION

### 1.1 PRÉAMBULE

Il est bien connu dans l'industrie de l'aluminium que l'un des facteurs ayant le plus d'influences sur la durée de vie d'une cuve d'électrolyse est la qualité de sa mise en opération. La première étape de ce procédé est le préchauffage initial ; durant une période de temps relativement courte (typiquement 24 h à 48 h), on chauffe la cuve de la température ambiante jusqu'à la température d'opération ( $\sim 960^{\circ}\text{C}$ ). Il va sans dire que ce chauffage intensif entraîne des contraintes mécaniques importantes dans différentes parties de la cuve due à l'expansion thermique des matériaux composant cette dernière. Ainsi, des fissures peuvent alors se créer, principalement dans le bloc cathodique. Lorsque ce phénomène se produit, l'aluminium liquide réussit à s'infiltrer au travers des matériaux réfractaires de la cuve lors de l'opération de cette dernière.

L'aluminium liquide vient alors attaquer l'acier de la barre collectrice et les matériaux réfractaires, mettant ainsi en péril son intégrité structurale et son bon fonctionnement. La vie utile de la cuve est alors atteinte et cette dernière doit être remplacée. Lorsque bien construite et ayant subi un bon préchauffage, le potentiel de durée de vie du type de cuve d'électrolyse à l'étude (P-155) est de l'ordre de 2500 jours. Cependant, si la cuve souffre d'un défaut de fabrication ou a subi un mauvais préchauffage,

cette durée de vie baisse dramatiquement, pouvant n'atteindre que quelques jours dans certains cas.

Le remplacement d'une cuve est une opération très coûteuse et qui génère des déchets industriels potentiellement dangereux (brasques). Le projet START-Cuve (Désilets *et al.* (2003)), dans lequel s'inscrit le présent projet de caractérisation, vise à simuler le préchauffage d'une cuve d'électrolyse de type Hall-Héroult à l'aide de la méthode des éléments finis (MEF) afin de mieux comprendre ce qui se passe au niveau mécanique, thermique et électrique à l'intérieur d'une cuve. Avec une meilleure connaissance des phénomènes se produisant au préchauffage, il pourrait être possible d'identifier les points critiques de l'opération et d'y apporter des améliorations afin de réduire les concentrations de contraintes, principalement dans le bloc cathodique, et ainsi prolonger la durée de vie des cuves.

Il existe plusieurs techniques différentes pour réaliser le préchauffage d'une cuve d'électrolyse :

- la « **méthode rapide** », qui consiste à déposer l'anode directement sur la cathode, à mettre la cuve sous tension et à verser le métal (aussi appelée « crash start ») ;
- le **préchauffage au coke** qui consiste à placer un lit de coke granulaire entre l'anode et la cathode et à mettre la cuve sous tension (méthode la plus répandue dans l'industrie) ;
- le **préchauffage au métal**, qui est utilisé dans le cas de reprise des activités suite à une interruption ;
- la **cuisson d'anode Söderberg**;

– **le préchauffage au gaz.**

Dans le type de cuve à l'étude, le préchauffage est effectué à l'aide d'un lit de coke granulaire placé directement entre l'anode et la cathode. Lorsque qu'un courant électrique est à appliqué à l'anode, d'importantes quantités de chaleur sont transmises à la cuve par effet Joule lorsque que le courant passe à travers le lit de coke. Afin de simuler correctement le préchauffage de la cuve, il s'avère essentiel de bien connaître les propriétés du lit de coke qui est de fait l'élément qui agit comme source d'énergie.

## **1.2 CUVE D'ÉLECTROLYSE DE TYPE HALL-HÉROULT**

### **1.2.1 Composition**

Une cuve d'électrolyse est composée d'un caisson d'acier dans lequel est installé un revêtement constitué de matériaux carbonés et de réfractaires tel que présenté à la Figure 1.1. Des anodes, composées en majeure partie de coke et de brai de pétrole, sont installées au dessus des blocs cathodiques. Ces anodes sont retenues en place grâce à des tiges anodiques en acier, attachées à la superstructure de la cuve. Ces dernières ont à être remplacées régulièrement parce que le carbone qu'elles contiennent fait partie intégrante de la réaction d'électrolyse.

La cathode est le cœur de la cuve. Elle doit être résistante au métal fondu, à l'abrasion et aux contraintes thermiques et mécaniques induites lors du préchauffage et de l'opération. Elle doit également posséder une bonne conductivité électrique afin de minimiser les coûts énergétiques. Une défaillance à ce niveau entraîne à coup sûr la perte de la cuve, à court ou moyen terme.

La cathode est composée de plusieurs blocs cathodiques liés ensemble à l'intérieur de la cuve à l'aide de *pâte à brasquer*, une pâte composée de d'agréats carbonés et de brai. Les blocs cathodiques sont reliés aux *barres omnibus* à l'aide de *barres collectrices* scellées à l'intérieur de ces dernières à l'aide de fonte lors de la fabrication. Étant donné leur importance, une attention toute particulière est apportée à leur fabrication. Zhang *et al.* (1994) peut être consulté pour une description plus complète des matériaux présents dans la cuve.

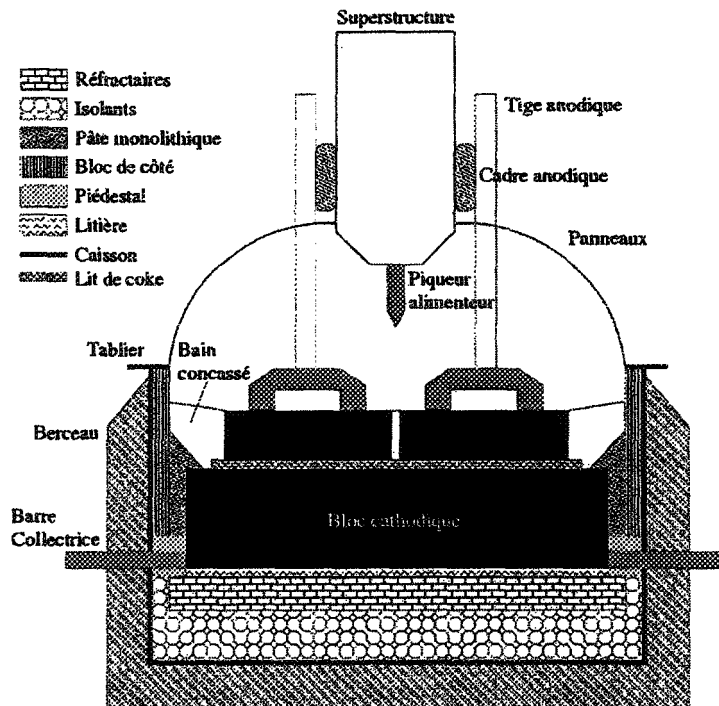


Figure 1.1 : Schéma d'une cuve d'électrolyse en préchauffage (Alcan)

### 1.2.2 Préchauffage

Lors du préchauffage, un lit de coke de pétrole calciné est mis en place sur le bloc cathodique selon un patron prédéfini. Les blocs anodiques sont par la suite déposés sur le

lit de coke et la cuve est mise sous tension. Le lit de coke oppose alors une forte résistance au passage du courant et d'importantes quantités d'énergie sont ainsi libérées par effet Joule. La tension est maintenue sur le lit pour une période de temps prédéterminée qui varient d'une usine à l'autre, selon les expériences vécues par les équipes de démarrage. Le processus de préchauffage d'une cuve n'est donc pas assez bien connu pour faire l'objet d'un consensus parmi tous les intervenants dans le domaine.

### **1.2.3 Opération**

Lorsque le préchauffage est terminé, une certaine quantité d'électrolyte fondu est versé dans la cuve. Par la suite, on ajoute une certaine quantité d'aluminium en fusion dans la cuve. En opération, on retrouve donc une certaine quantité d'aluminium fondu au fond de la cuve, pour stabiliser sa condition thermique. Entre cette couche de métal et la surface de l'anode on retrouve un électrolyte composé en majeure partie de cryolite. La Figure 1.2 schématise une cuve en opération.

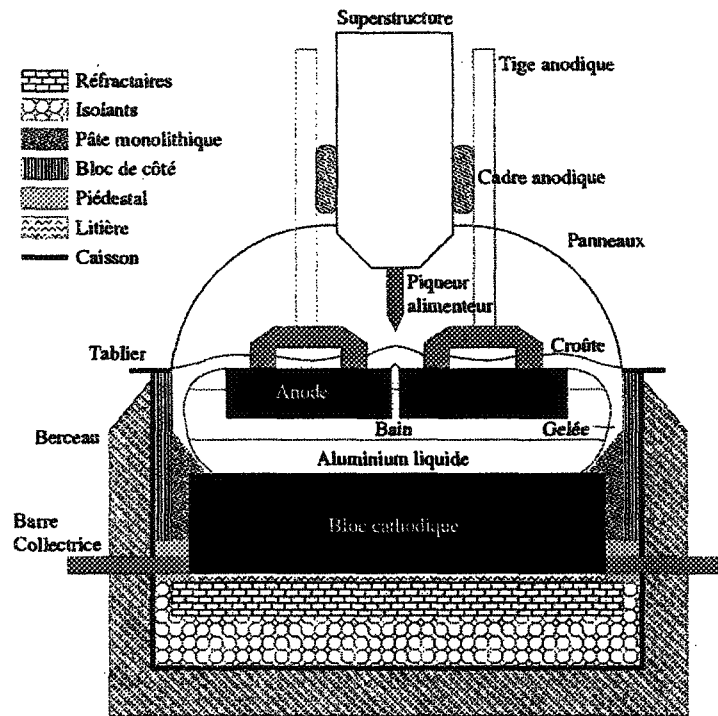
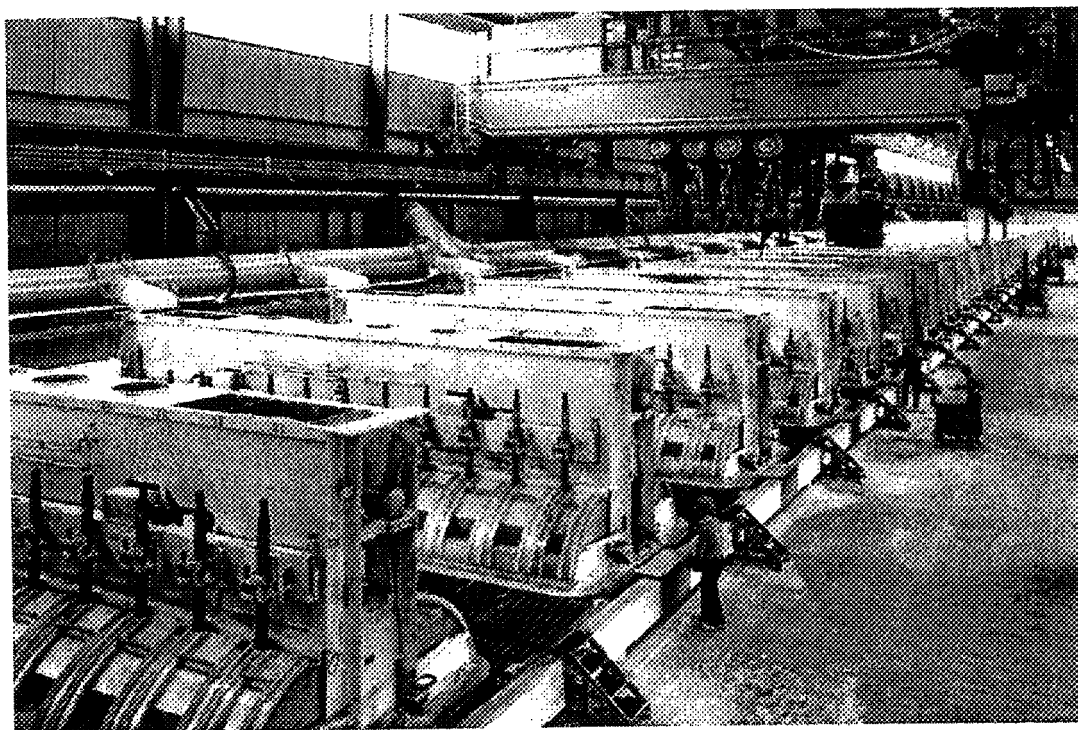


Figure 1.2 : Schéma d'une cuve d'électrolyse en opération (Alcan)

La cuve est alimentée en alumine de façon semi-continue à l'aide de *piqueteurs alimenteurs*. L'électrolyse de l'alumine en solution dans l'électrolyte, obtenue par le passage d'un courant électrique entre l'anode et la cathode, permet d'obtenir du métal pur, qui se dépose sur le bloc cathodique. Du métal est ainsi extrait de chaque cuve à intervalle régulier et ces dernières sont opérés en continu. Dans une usine de production d'aluminium, plusieurs cuves sont connectées en séries et reliées entre elles à l'aide de *barres omnibus* tel que montré à la Figure 1.3.



**Figure 1.3 : Salle de cuve Usine Grande-Baie (Alcan)**



## **1.3 CONTRIBUTION À LA RECHERCHE**

### **1.3.1 Objectif général**

Les travaux présentés ici visent à déterminer la conductivité thermique, la résistivité électrique ainsi que les résistances de contact aux interfaces du lit de coke servant au préchauffage d'une cuve à anodes précuites. Ces valeurs sont déterminées pour le même matériau que celui utilisé en pratique et sous les mêmes conditions de température, de pression et de densité de courant. Les résultats obtenus seront par la suite utilisés pour définir les caractéristiques du lit de coke qui sera simulé à l'aide de la méthode des éléments fini dans le modèle START-Cuve.

### **1.3.2 Objectifs secondaires**

Lorsque la caractérisation thermique et électrique du lit et des résistances de contact aura été réalisée, les résultats pourront être comparés avec des modèles existant dans la littérature. Des lois de comportement basées sur des modèles théoriques pourraient alors être utilisées permettant ainsi de simuler l'effet de la variation d'autres paramètres que ceux étudiés sur le comportement thermoélectrique du lit de coke.

### **1.3.3 Retombées pour l'industrie**

La mise en place du lit de coke est une étape importante dans le processus de préchauffage parce que la qualité de l'homogénéité du préchauffage en est directement dépendante. En effet, une meilleure connaissance du comportement du lit de coke servant au préchauffage des cuves pourrait aider à mieux planifier et d'améliorer les procédures de

mise en place. La détermination de lois de comportement pourrait également servir à tendre vers des conditions d'opérations optimales en ajustant les caractéristiques du lit au préchauffage.

Le but visé par le projet START-Cuve est de générer des connaissances permettant une mise en marche plus douce et mieux contrôlée dans le but de minimiser les contraintes mécaniques internes et ainsi allonger la vie moyenne des cuves d'électrolyse. Un tel accomplissement aurait d'importants impacts au niveau économique et environnemental.

## 2

## THÉORIE DE CONDUCTION ÉQUIVALENTE DANS UN MATÉRIAU GRANULAIRE

### 2.1 MÉCANISMES DE CONDUCTION ÉLECTRIQUE ET THERMIQUE

#### 2.1.1 Conduction électrique dans les solides métalliques

##### 2.1.1.1 La loi d'Ohm

Lorsque il est question de lois de conduction électrique, il est souvent référé à celle qu'on appelle la *loi d'Ohm*. Cette dernière est utilisée de façon courante pour déterminer l'intensité du courant électrique dans des circuits conventionnels en stipulant que l'intensité du courant électrique est égal au rapport de la différence de potentiel sur la résistance électrique entre deux points tel que :

$$I = \frac{\Delta V}{R} \quad \text{Équation 2.1}$$

En pratique, cette définition simple peut servir à décrire l'intensité du courant passant dans un fil ou dans une ampoule électrique par exemple. Cependant, lorsque l'on étudie des systèmes plus complexes, on se doit d'utiliser la loi d'Ohm sous sa forme différentielle, beaucoup plus générale. L'équation apparaissant plus haut est d'ailleurs dérivée de la forme différentielle de la loi d'Ohm. Ainsi, cette dernière stipule que, dans un milieu isotrope, une densité de courant  $\vec{j}$  est instaurée lorsqu'un champ électrique  $\vec{E}$ ,

dérivant du potentiel  $V$ , est appliqué suivant une trajectoire donnée, dû à la situation hors d'équilibre ainsi créée. Suivant ce principe, on obtient l'équation suivante :

$$\vec{j} = \sigma \vec{E} \quad \text{Équation 2.2}$$

ou

$$\vec{j} = -\sigma \left( \frac{\partial V}{\partial x}, \frac{\partial V}{\partial y}, \frac{\partial V}{\partial z} \right) \quad \text{Équation 2.3}$$

où le coefficient  $\sigma$  représente la conductivité, définie comme un scalaire positif. Pour un milieu anisotrope, la conductivité est plutôt représentée par un tenseur d'ordre 2.

#### **2.1.1.2 Rôle des électrons libres**

Dans un matériau conducteur, on retrouve des électrons libres de se mouvoir partout à l'intérieur du solide, formant ce que l'on nomme un « gaz électronique ». Lorsqu'un solide conducteur est soumis à un champ électrique, les électrons se mettent à circuler dans la direction opposée au champ, provoquant par le fait même un mouvement de charge et, par conséquent, un courant électrique possédant une certaine densité de courant  $\vec{j}$  proportionnelle au champ électrique  $\vec{E}$  suivant la loi d'Ohm.

Cependant, les électrons soumis à un champ électrique n'accélèrent pas indéfiniment, ce qui aurait pour effet de faire que le courant électrique irait toujours en augmentant sous un même potentiel, ce qui n'est pas le cas. En fait, les électrons entrent constamment en contact avec d'autres particules, principalement des molécules et des impuretés, ce qui a

pour effet de stopper leur course. On appelle  $\ell$ , la trajectoire libre moyenne (*mean free path*) qui représente en fait la distance moyenne que parcourent les électrons avant d'être stoppés. À partir de ce concept, on définit également une vitesse moyenne pour les électrons, aussi appelée vitesse de dérive (*drift velocity*), notée  $V_d$ , et un temps moyen entre les collisions. Suivant cette hypothèse, on comprend pourquoi le courant demeure constant sous un potentiel électrique constant, suivant la loi d'Ohm.

La conductivité électrique dans un métal décrit donc la facilité avec laquelle les électrons se meuvent à l'intérieur du solide et est déterminée à partir de la loi d'Ohm. Afin de calculer la conductivité électrique, on doit déterminer la vitesse moyenne des électrons et leur nombre afin de déterminer la densité de courant. On doit également connaître le champ électrique étant à l'origine du courant. La conduction électrique dans les matériaux conducteurs, comme les métaux, est donc due aux électrons libres.

## **2.1.2 Conduction thermique dans les métaux et diélectriques**

### **2.1.2.1 Conduction électronique et phononique**

La chaleur peut être conduite de deux façons : par conduction électronique et par conduction phononique. La conduction électronique est la conduction de la chaleur par les électrons libres présents dans les métaux. Ainsi lorsque l'on augmente la température à un endroit sur un solide, de l'énergie est transmise aux électrons libres situés à cet endroit qui acquièrent alors de l'énergie cinétique. Ces derniers ont alors tendance à se déplacer vers les zones de plus basse énergie, diffusant ainsi la chaleur partout dans le solide. À l'état

d'équilibre, l'échange net d'électrons est nul et la température est constante. La conductivité électronique est décrite par la relation suivante :

$$k_e = \frac{1}{2} \kappa n_0 \ell v \quad \text{Équation 2.4}$$

où  $\kappa$  représente la constante de Boltzmann,  $n_0$  le nombre d'électrons par unité de volume,  $\ell$  la trajectoire libre moyenne et  $v$  la vitesse moyenne des électrons.

Il est possible de relier la conduction thermique à la conduction électrique pour les métaux à température « pas trop basse » (Kittel (1998)). En effet, la loi de Wiedemann-Franz stipule que dans ces conditions, le quotient « conductivité thermique/conductivité électrique » est directement proportionnel à la température, le coefficient de proportionnalité étant indépendant du métal considéré. On appelle ce coefficient le « nombre de Lorenz » et est défini par :

$$L = \frac{k}{\sigma T} \quad \text{Équation 2.5}$$

où le nombre de Lorenz  $L$  vaut  $2,45 \times 10^{-8}$  watt ohm deg<sup>-2</sup> et où la température  $T$  est exprimée en Kelvin [K]. Pour un solide non métallique, le coefficient de Lorenz n'est pas constant. À titre d'exemple, la Figure 2.1 montre le coefficient de Lorenz (appelé ici Wiedemann-Franz ratio) pour différents matériaux carbonés graphitiques en fonction de la température.

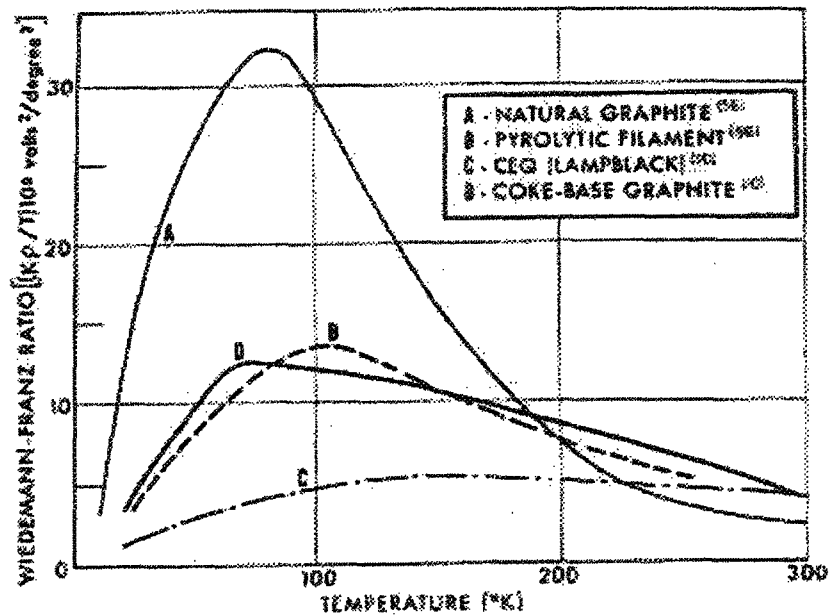


Figure 2.1 : Coefficients de Lorenz (Wiedemann-Franz ratio) de graphites (Mantell (1968))

La conduction phononique est due aux vibrations des atomes dans le réseau cristallin. En effet, les ions dans un cristal sont toujours en mouvement, et oscillent continuellement autour de leur position. Leur degré d'oscillation est fonction de la température qui leur confère une énergie cinétique plus élevée à mesure qu'elle augmente. En oscillant, le cristal émet des quantas d'énergie qui sont appelés « phonons » et auquel est associé le transfert de chaleur. L'équation suivante donne la conductivité thermique due aux phonons :

$$k_p = \frac{1}{3} c l v_p$$

Équation 2.6

où  $c$  représente la chaleur spécifique du réseau,  $\ell$  la trajectoire moyenne libre des phonons et  $v_p$  la vitesse moyenne des phonons. Plus la température est élevée, plus la distance moyenne parcourue par les phonons est élevée et plus la conductivité thermique est élevée. Étant donné que les électrons libres entrent en collision avec les phonons, plus la température est élevée, plus les phonons bougent et plus fortes sont les chances de collisions avec les électrons libres. Ainsi, la conduction thermique due aux électrons diminue avec la température.

### **2.1.2.2 Phénomènes aux températures élevées**

Tous les solides qui sont à une température supérieure au zéro absolu émettent un certain rayonnement thermique. Ce rayonnement résulte de l'émission de photons par le solide suite à la recombinaison des électrons avec les « trous » des atomes. Plus la température augmente et plus le rayonnement thermique devient important car l'émittance d'un corps varie comme la température à la puissance quatre. Ainsi, à haute température, le rayonnement thermique devient un mode de transport de la chaleur prédominant et doit être considéré dans les échanges de chaleur. Il est possible de ramener le rayonnement thermique sous la forme d'une conductivité thermique de rayonnement. Cette dernière varie alors en fonction de la température (en K) élevée au cube.

### **2.1.2.3 Dépendance de la conductivité sur la température**

Suite à ce qui a été vu dans les sections précédentes, les observations suivantes peuvent être faites. Dans un solide conducteur (métal), où la conduction électronique est le



principal mode de transport de la chaleur, la conductivité thermique diminue avec l'augmentation de la température due à l'augmentation des collisions avec les phonons. Dans un diélectrique, où la conduction phononique est le principal mode de transport de la chaleur, la conductivité thermique augmente avec l'augmentation de la température due à l'augmentation du rayon d'action des phonons qui transmettent ainsi la chaleur plus facilement.

### **2.1.3 Liens entre la conduction électrique et la conduction thermique**

La conduction électrique implique un mouvement de charges à l'intérieur d'un matériau sous l'influence d'un champ électrique. D'une même manière, la conduction thermique implique un mouvement de chaleur sous l'influence d'une différence de température. Les vecteurs de ces deux formes de conduction sont dans chacun des cas des électrons. Cependant, c'est ici que s'arrêtent les généralités au point de vue des similitudes.

Dans le cas de conduction électrique, on attribue aux électrons libres présent dans le matériau, souvent appelé « nuage d'électrons », la majeure partie du phénomène de mouvement de charges électriques. Dans les matériaux qui sont bons conducteurs, comme les métaux par exemple, on retrouve beaucoup d'électrons libres. Cependant, dans les faits, ces électrons ne sont pas totalement « libres » de se déplacer. Ils doivent faire face à plusieurs obstacles comme les vibrations de la matrice cristalline, les autres électrons, les impuretés, etc. L'importance de ces obstacles varie en fonction du niveau d'énergie de la matière, c'est-à-dire en fonction de la température. Lorsqu'on augmente la température, la matrice cristalline se met à vibrer plus rapidement et avec plus d'amplitude, augmentant le

nombre de collision avec les électrons libres ce qui, pour le cas des métaux, explique le fait que la conductivité électrique diminue avec l'augmentation de température.

Au niveau de la conductivité thermique, le comportement par rapport à la température dépend de la structure atomique du matériau, c'est à dire du mode de conduction de la chaleur dominant. Si, à basse température, la conductivité électronique (due aux électrons libres) est dominante, comme c'est le cas dans les métaux, la conductivité thermique aura tendance à diminuer jusqu'à ce que le phénomène de conduction phononique devienne plus important que la conduction électronique. À partir de ce moment, la conductivité thermique se met à augmenter. Dans le cas où la conductivité thermique est due majoritairement au mouvement des phonons, cette dernière a tendance à augmenter avec une augmentation de la température.

## 2.2 CONDUCTION THERMIQUE DANS UN MATÉRIAU GRANULAIRE

D'un point de vue macroscopique, lorsqu'il est question de la conduction thermique dans un lit granulaire constitué d'une phase discontinue solide et d'une phase continue gazeuse, les termes conduction *équivalente* ou *effective* sont souvent utilisés. Cependant, en regardant à plus petite échelle, il en ressort que l'on n'est pas en présence d'un simple problème de conduction mais bien que les trois modes de transport de la chaleur sont présents dans le matériau. En effet, en plus de la conduction dans les grains et entre les grains aux points de contact ainsi que dans la phase continue, il y a également transfert de chaleur par rayonnement entre les grains ainsi que par convection dans le fluide interstitiel. Les trois modes de transport sont illustrés à la Figure 2.2.

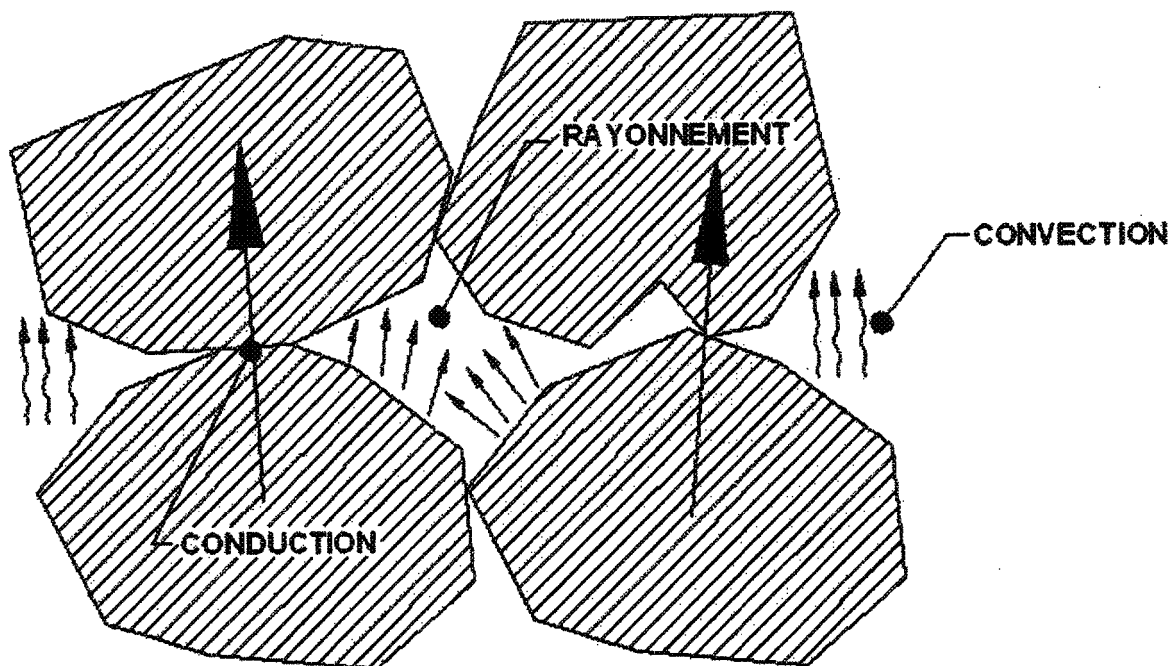


Figure 2.2 : Modes de transport de la chaleur dans un matériau granulaire

La contribution de chacun de ces modes de transport de la chaleur à la conductivité équivalente du matériau dépend de plusieurs paramètres dont les plus importants sont les suivants : la pression mécanique appliquée sur le matériau, la température, la porosité, la forme des grains, la conductivité intrinsèque des matériaux composants la phase continue et la phase discontinue et la pression du fluide interstitiel. La relation entre les paramètres et les modes de transport est discutée dans les sections qui suivent.

### 2.2.1 Conduction

Le phénomène de conduction est présent à plusieurs endroits dans un matériau granulaire :

- Conduction solide à l'intérieur des particules

- Conduction entre les grains, à travers les surfaces en contact
- Conduction dans le gaz
- Conduction dans le gaz à l'interface

La conduction solide à l'intérieur des particules est toujours présente et ne dépend que des propriétés intrinsèques de la particule. Cependant, la conduction entre les grains est fonction de la pression appliquée sur le lit et du poids propre, des propriétés mécaniques, de la rugosité et de la forme des particules.

En ce qui concerne l'effet de la conduction dans le gaz interstitiel, celle-ci peut avoir une certaine influence si la porosité du lit ou la pression dans le gaz est réduite à un point tel que la taille moyenne des pores en vient à être du même ordre de grandeur que le parcours moyen libre des molécules de gaz ( $\ell$ ). Le parcours moyen libre des molécules est calculé à l'aide de l'équation suivante (Kaviany (1991)) :

$$\ell = \frac{\kappa T}{2^{5/2} \pi R_m^2 p} \quad \text{Équation 2.7}$$

La mesure de la probabilité de collisions entre molécules comparée à la taille des pores est donnée par le nombre de Knudsen défini par l'Équation 2.8.

$$Kn = \frac{\ell}{d_p} \quad \text{Équation 2.8}$$

Ainsi, la conduction dans le gaz sera significative seulement si le nombre de Knudsen est élevé. Autrement, la contribution de la conduction dans le gaz est considérée comme

négligeable. Donc, même si la dimension des pores est grande et suppose un nombre de Knudsen très bas, il est certain que ce même nombre deviendra très élevé au voisinage des points de contact. C'est pour cette raison qu'il est important de considérer l'effet du gaz, même si il n'y a pas de conduction dans les pores.

### 2.2.2 Rayonnement

Le rayonnement est toujours présent dans un matériau granulaire. Son rôle peut cependant être plus ou moins important en fonction de quelques facteurs. Le plus important est le niveau de température. Aux températures élevées, le rayonnement est le mode de transfert dominant tandis qu'aux basses températures, il est souvent négligé. Les autres facteurs qui ont une influence sur le transfert par rayonnement sont les propriétés optiques des surfaces et de la phase continue ainsi que la distance entre les surfaces solides.

### 2.2.3 Convection

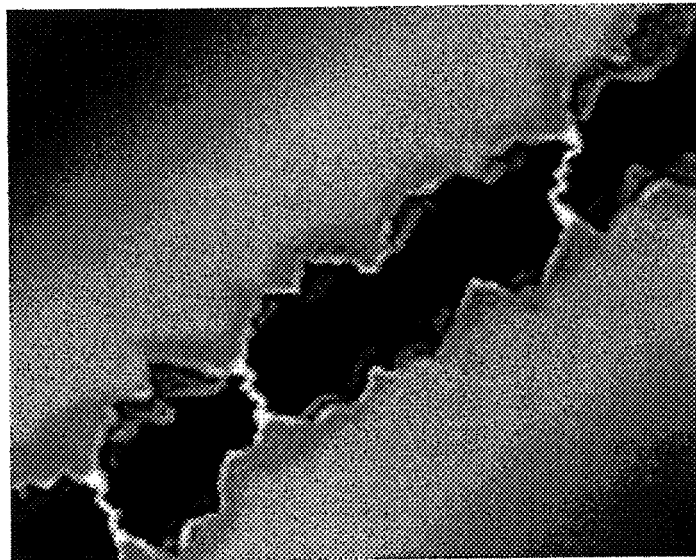
Comme on suppose un fluide stagnant, on ne considère que la convection naturelle. Cette dernière peut être non négligeable si la porosité est grande, c'est à dire si la taille des particules est importante et si le matériau est uniforme. Autrement, ce facteur est souvent ignoré (Tsotsas & Martin (1987)).

## 2.3 CONDUCTION ÉLECTRIQUE DANS UN MATÉRIAU GRANULAIRE

On définit également la conductivité électrique d'un matériau granulaire au niveau du matériel en vrac comme étant une conductivité *équivalente* ou *effective*. Cependant, au niveau électrique, il est usuel d'utiliser l'inverse de la conductivité, c'est à dire la *résistivité*

pour décrire le transport de charges. On reprend alors la même nomenclature et on parle alors de *résistivité équivalente* ou *effective*.

Contrairement à la conductivité thermique équivalente, la conductivité électrique équivalente ne fait intervenir que le phénomène de conduction. Tout comme au niveau thermique, il y a conduction à travers les grains et entre les grains aux points de contact. Il existe également la possibilité d'avoir une contribution du gaz si ce dernier est ionisé. En effet, l'ionisation électrique d'un gaz se produit lorsqu'un champ électrique intense est appliqué. Les électrons arrachés par les forces électrostatiques sont alors accélérés et acquièrent une grande énergie cinétique qui leur permet, par collision avec d'autres atomes, de propager l'ionisation. Enrichi en charges libres (électrons et ions positifs), le gaz devient alors conducteur, et une décharge s'amorce ([www.webencyclo.com](http://www.webencyclo.com)).



**Figure 2.3 : Ionisation d'un gaz entre deux surfaces rapprochées<sup>1</sup>**

---

<sup>1</sup> Source : [www.electrolube.com](http://www.electrolube.com)

Ce phénomène est accompagné de hausses de températures locales importantes (*hot spots*). Cette hausse de température risque d'entraîner une réorganisation de la zone de contact en un état plus stable ce qui fait que le phénomène est transitoire. La résistivité équivalente en régime établi n'est donc fonction que de la résistivité des particules et de la qualité des contacts entre ces dernières.

## 2.4 LE COKE UTILISÉ POUR LE PRÉCHAUFFAGE

Le matériau granulaire utilisé pour réaliser le préchauffage du type de cuve d'électrolyse à l'étude est le *coke calciné*. Le coke calciné est produit à partir du traitement thermique à haute température (1200°C à 1350°C) du *coke vert* ou *coke de pétrole*, qui est un sous-produit pétrolier provenant de la pyrolyse de résidus lourds issus de la distillation du pétrole.

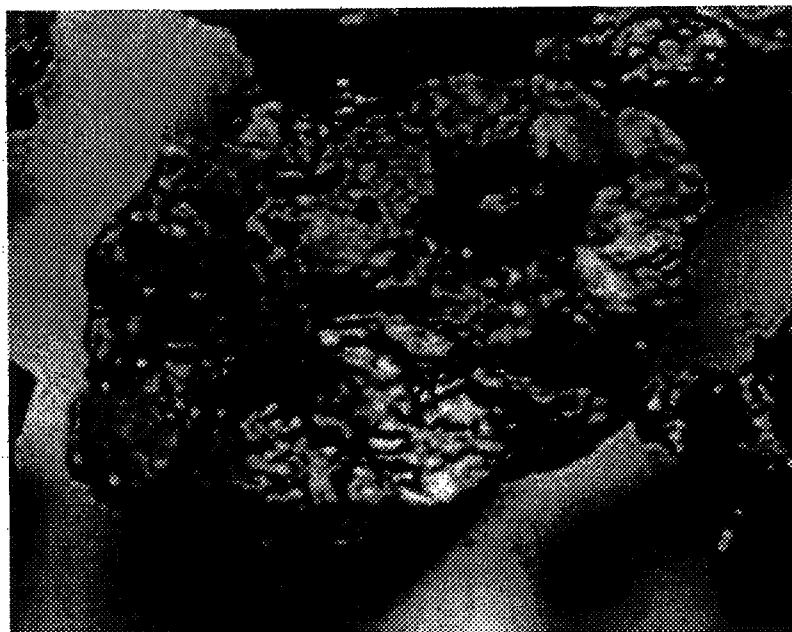


Figure 2.4 : Grain de coke calciné

La calcination du coke permet de diminuer sa concentration en matières volatiles, d'éliminer l'eau et d'augmenter le pourcentage de carbone afin de créer un produit pratiquement inerte. Le résultat est donc un produit de carbone dur, dense avec un faible taux d'hydrogène et une bonne conductivité électrique (Ellis & Paul (2000)). C'est pourquoi il est utilisé dans l'industrie de l'aluminium, principalement pour la fabrication des anodes. En effet, les anodes utilisées dans les cuves d'électrolyses sont principalement constituées de coke calciné et de brai liquide afin de maintenir une haute teneur en carbone, nécessaire dans le procédé d'électrolyse utilisé dans les usines actuellement. Le Tableau 2.1 (en anglais) présente les spécifications générales du coke utilisé pour la fabrication d'anodes. Il est à noter que ces valeurs peuvent varier en fonction de plusieurs facteurs dont les principaux sont la matière première utilisée et la méthode de calcination. De plus, le coke utilisé pour le préchauffage doit avoir une granulométrie prédéterminée et assez uniforme pour des raisons qui seront expliquées dans un autre chapitre.



Tableau 2.1 : Spécifications générales du coke utilisé pour la fabrication d'anodes<sup>2</sup>

Properties	Petroleum Coke	
	Raw	Calcined
Moisture, wt%	8-10	< 0.30
Hydrogen, wt%	---	< 0.10
Ash, wt%	< 0.40	< 0.40
VM, wt%	< 11.5	< 0.40
Sulfur, wt%	< 3.5	< 3.0
V, wppm	< 300	< 250
Ni, wppm	< 200	< 200
Si, wppm	< 250	< 200
Fe, wppm	< 300	< 300
Ca, wppm	< 200	< 150
Na, wppm	< 100	< 100
Shot Coke Content, %	0	0
Vibrated Bulk Density (VBD), g/cc	---	> 0.84
Apparent Density (Hg), g/cc	---	> 1.70
Real Density (He), g/cc	---	2.050-2.080
Electrical Resistivity, ohm-in	---	< 0.042
Air Reactivity @600C (Fast), %/min	---	< 0.25
Air Reactivity @525C (Slow), %/min	---	< 0.30
CO2 Reactivity, %	---	< 12.0
Grain Stability, %	---	> 75
Pulverization Factor	---	0.9-1.1
Hardgrove Grindability Index (HGI)	75-85	32-40
Sizing: Screen Test, Cumulative%		
+30 mm	---	0.0
+8 mm	---	> 8.0
+4 mm	---	30-40
+2 mm	---	> 45
-1 mm	---	< 30
-0.25 mm	---	< 15

### 2.4.1 Structure atomique

Le carbone est un élément qui peut adopter de nombreuses formes. En nature, on retrouve deux sources de carbone pure : le graphite et le diamant. En combinaison avec d'autres éléments, on le retrouve principalement sous forme de dioxyde de carbone, gazeux ou dissous dans l'eau, de masses rocheuses de carbonate de calcium, de magnésium et de fer ainsi que sous forme d'hydrocarbures (Mantell (1968)). Le carbone apparaît sous trois

<sup>2</sup> Source : Ellis *et al.* (2000)

formes allotropiques soit : le diamant, le graphite et le carbone amorphe (aussi appelé *noir de carbone*). Tous sont solides, insolubles dans la plupart des solvants communs mais capables de se dissoudre dans un métal fondu. Lorsque traité thermiquement, la recristallisation se fait habituellement sous forme de graphite et parfois, si le refroidissement se fait sous haute pression, sous forme de diamant. La Figure 2.5 montre la structure cristalline du graphite et du diamant.

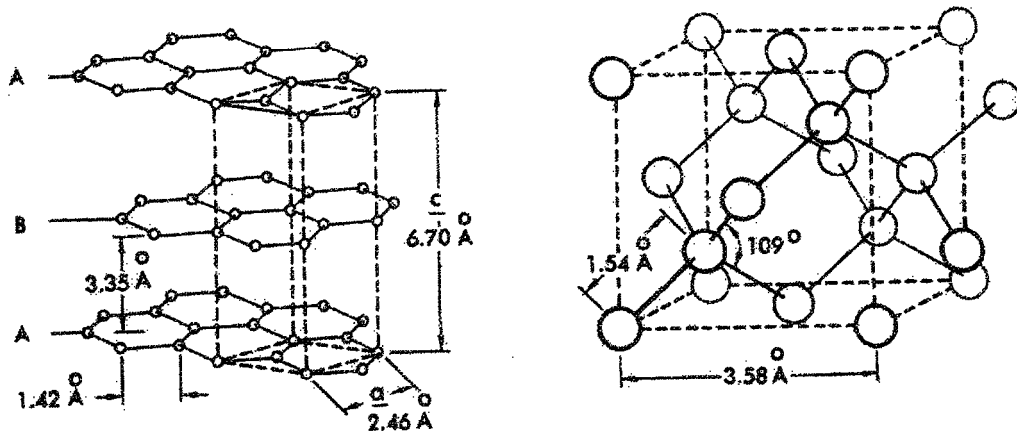


Figure 2.5 : Structure cristalline : graphite (gauche) et diamant (droite) (Mantell (1968))

Ainsi, mis à part le diamant, le carbone solide se retrouve sous forme de plaquettes d'atomes de carbone arrangées selon un patron hexagonal, ces plaquettes étant capables de s'ordonner à différents degrés. La structure de carbone la plus ordonnée est le graphite, montré à la figure plus haut. De l'autre côté, la forme la moins ordonnée est appelée « carbone amorphe » et est constituée d'un petit nombre de plaquettes superposées, d'un diamètre de l'ordre de 25 Å, parallèles entre elles mais disposées aléatoirement dans chaque

plan et formant des paquets. Ces paquets sont orientés aléatoirement les uns par rapport aux autres.

Entre ces deux extrêmes, on retrouve une gamme de structures intermédiaires dont le coke fait partie. Selon Berry et Edgeworth-Johnstone (1944) tout les types de coke seraient constitués d'infimes cristallites entourés par des composés organiques de masse moléculaire élevée. La calcination du coke permet de réduire la distance interplanare (Figure 2.1) et d'augmenter la taille des cristallites. La structure moléculaire de divers coques peut donc être très différente selon leur historique de température. La structure du coke est donc évolutive et change en fonction de la température et du temps, ce qui a un effet sur ses propriétés thermique et électrique. Il devient donc très difficile de décrire avec précision la structure atomique d'un tel matériau.

## **2.4.2 Facteurs ayant une influence sur les propriétés thermoélectriques du coke**

Les propriétés thermiques et électriques d'un coke varient principalement selon trois types de facteurs. Ces facteurs sont liés à la nature du matériau (composition chimique, structure atomique, historique de température), à la structure macroscopique du matériaux (granulométrie, porosité, forme des grains, gaz interstitiel) et aux conditions d'expérimentation (température, pression, densité, densité de courant).

### **2.4.2.1 Nature du matériau**

Le dictionnaire Robert donne la définition suivante du mot *coke* : « résidu solide de la carbonisation ou de la distillation de certaines houilles grasses ». Les houilles grasses

étant des hydrocarbures lourds contenant plus de 25% de matières volatiles, le coke peut être produit à partir de différentes sources dont les plus communes sont le charbon et le pétrole. Dans le cas qui nous concerne, le *coke de pétrole* est produit à la suite du *craquage* des résidus lourds (houille) issus du procédé de distillation. Le craquage est un procédé thermique qui vise à extraire des hydrocarbures légers par scission des molécules de produits plus lourds.

Bien que le coke soit composé en majeure partie de carbone, beaucoup d'autres éléments y sont également présents. Les principaux sont : hydrogène, oxygène, soufre, vanadium, nickel et cendres (Ellis *et al.* (2000), Gomez & Rao (1998)). La proportion de ces éléments dans le coke dépend directement de sa température de cokéfaction et, pour le coke calciné, de sa température de calcination. Plus l'historique de température est élevé, plus la proportion de carbone devient importante vis à vis des autres composants dont certains composants volatils, comme l'eau et l'hydrogène, peuvent, à la limite, être extraits complètement (Mantell (1968), Ellis *et al.* (2000)).

Le traitement thermique du coke change sa composition mais, encore plus important au niveau des propriétés de transport, sa structure atomique. L'effet du traitement thermique sur la structure et sur les propriétés du coke ont déjà fait l'objet de plusieurs études (Hardin *et al.* (1993,1994), Garwin & Steinkuhler (1951), Marzec *et al.* (1994) , Fischer & Perruchoud (1985), Berry & Edgeworth-Johnstone (1944), Gomez & Rao (1998)). Ainsi, tel que mentionné à la section précédente, le coke peut être décrit simplement comme étant formé d'une multitude de cristallites emprisonnés dans une matrice de carbone amorphe. Durant le processus de calcination, le coke tend à former une

phase fluide qui constitue la base de formation de noyaux d'où les cristallites croissent. La structure grandit ainsi à mesure que la température augmente, facilitant le processus de graphitisation (Fischer & Perruchoud (1985)). La Figure 2.6 montre l'évolution de la structure du carbone en fonction de la température.

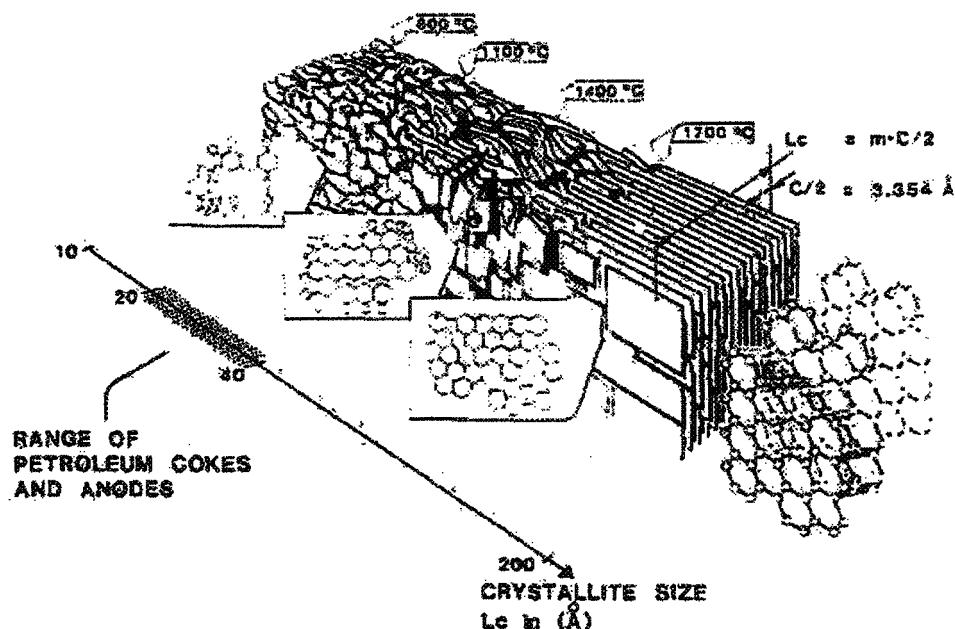


Figure 2.6 : Structure du carbone en fonction de la température (Fischer & Perruchoud (1985))

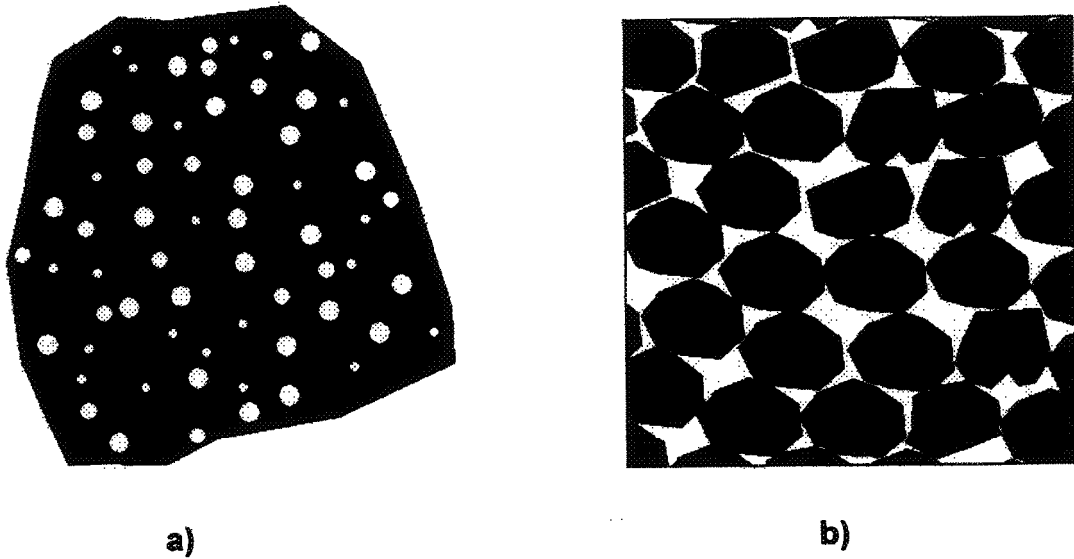
Le graphite possède une conductivité électrique beaucoup plus élevée que le carbone amorphe. Ainsi, le fait de traiter thermiquement le coke a pour effet de diminuer de façon importante sa résistivité électrique (Davis & Auvil (1935), Marzec *et al.* (1994)). Les essais à température ambiante réalisés par Hardin *et al.* (1993) sur différents cokes de pétroles ont montrés qu'une augmentation de la température de calcination de 1200°C à 1500°C avait pour conséquence de diminuer du tiers (1/3) la résistivité électrique des échantillons testés (*anode grade cokes*).

La dépendance de la conductivité thermique en regard des températures de cokéfaction et de calcination a fait l'objet de beaucoup moins d'attention. Il est cependant possible de conclure que, mesurés à une même température, un coke ayant subi un traitement thermique à température plus élevée possède une meilleure conductivité thermique. En effet, le traitement thermique permet d'augmenter le nombre et la taille des cristallites, et donc le taux de graphitisation du coke (Kasai *et al.* (1993)). Le graphite étant un excellent conducteur de chaleur, augmenter le taux de graphitisation a pour effet, pour des mêmes conditions d'expérimentations, d'augmenter la conductivité thermique.

#### **2.4.2.2 Structure macroscopique du matériau**

D'un point de vue macroscopique, il est possible de voir le coke à deux échelles : au niveau du grain et au niveau du matériau en vrac. Les deux échelles ont en commun que le coke est poreux dans chacun des cas. Cependant, leurs structures diffèrent totalement, tel que montré à la Figure 2.7.

Effectivement, le grain de coke est constitué d'une matrice faite de coke solide dans laquelle sont emprisonnées des bulles de gaz. Des fissures ou autres défauts peuvent également être présents dans le matériau. La conduction solide, autant thermique qu'électrique, joue donc un rôle prédominant au niveau de la particule. Des essais réalisés par Kasai *et al.* (1993) ont montrés que la conductivité thermique équivalente du coke, au niveau du grain, augmentait avec une augmentation de la température et diminuait avec une augmentation de la porosité. On mentionne également dans cette étude que l'effet du rayonnement sur la conductivité équivalente est très petite.



**Figure 2.7 : Échelles de structure macroscopique : a) grain, b) matériau en vrac**

Le matériau en vrac est quant à lui constitué d'une multitude de grains solides, possédants des propriétés intrinsèques, entassés les uns contre les autres. Ainsi, contrairement à ce qui se passe au niveau du grain, on a dans le matériau en vrac une matrice gazeuse dans laquelle sont emprisonnés une série de grains solides, en contact les uns avec les autres. Au niveau électrique, on ajoute donc principalement la notion de résistance de contact à la conduction solide. Au niveau thermique, on se doit de considérer non seulement l'ajout de résistances de contact mais bien de tous les modes de transport de la chaleur.

Des résistances de contact étant présentes entre chacun des grains, ce phénomène revêt une importance toute particulière dans la détermination de la résistance équivalente du matériau en vrac. La notion de résistance de contact faisant l'objet d'une section distincte,

on ne discute ici que les facteurs géométriques pouvant avoir une influence sur cette dernière.

Mentionnons tout d'abord la forme des grains, qui aura une influence sur le nombre de contacts et sur la possibilité d'utiliser un modèle déterministe ou stochastique pour représenter le matériau. En effet, une forme de grains homogènes, de forme régulière et de dimension uniforme facilitera l'utilisation d'un modèle analytique tandis que le simple fait d'avoir un matériau de forme irrégulière rend l'utilisation d'un tel modèle difficile, favorisant par conséquent l'utilisation d'un certain niveau d'empirisme. Cela n'écarte toutefois pas de manière absolue l'utilisation de modèles analytiques.

La granulométrie joue également un rôle important, toujours au niveau des résistances de contact, mais aussi au niveau du transfert de chaleur par rayonnement et par convection. En effet, une granulométrie étalée, *i.e.* étant constitué de grains de diamètres effectifs variés, résulte en une porosité plus faible et donc un nombre de contacts plus élevé entre les grains. Le transfert de chaleur par rayonnement est donc fortement influencé par le fait qu'une granulométrie étalée augmente le nombre de barrières thermique (effet d'écran) pour une même distance et contribue à diminuer son influence (Fedina *et al.* (1997)). La taille des grains a également une importance. En effet, il est connu que la résistivité est fonction du diamètre moyen des particules de carbone. Ainsi, aux particules de plus petit rayon correspond la plus grande résistivité (Pacault (1965)). La taille des grains et la porosité ont également une influence sur la convection.

Le gaz interstitiel peut jouer un rôle important au niveau de la conductivité thermique, surtout lors de mesures à « basse » température, où la contribution du gaz peut



devenir non négligeable en rapport avec le transfert de chaleur global en fonction des conditions, tel que mentionné précédemment.

#### **2.4.2.3 Conditions d'expérimentation**

Les conditions d'expérimentation ont une grande influence sur les conductivités thermique et électrique équivalente d'un matériau granulaire. Les plus importantes sont certainement la pression mécanique appliquée sur le matériau et la température de l'essai.

Au niveau de la conduction électrique équivalente, la qualité des contacts entre les grains est le facteur ayant le plus d'influences sur la résistivité totale du lit. La pression appliquée sur le lit joue donc un rôle important, étant directement responsable de la qualité des contacts entre les grains. Une variation de pression à basse pression a un effet beaucoup plus important que la même variation à une pression plus élevée (Davis & Auvil (1935)). C'est dire que la conductivité n'est pas linéaire en fonction de la pression. La pression joue également un rôle au niveau de la conduction thermique. En effet, les mêmes phénomènes discutés au niveau électrique sont vrais au niveau thermique. De plus, le changement de porosité provoqué par une variation de pression risque d'avoir un impact sur le rayonnement et la convection entre les grains.

La méthode de mise en place du lit de coke peut également jouer un rôle sur les propriétés thermoélectriques. En effet, la manière dont un lit granulaire est construit peut avoir une influence sur la distribution des forces internes, donc sur l'homogénéité des propriétés dans le lit. La création de « chaînes de forces » serait favorisée dans le sens du déplacement des grains lors de la mise en place, avant leur stabilisation dans le lit. Les

« chaînes de forces » représentent des chemins de concentrations de contrainte sur certains grains ce qui fait que la distribution de contraintes à l'intérieur du matériau n'est pas uniforme. Ce phénomène a été étudié pour des tas de matériaux granulaires, pour différentes méthodes de mise en place des grains (Claudin (1999)).

### 3

## REVUE DES MODÈLES THÉORIQUES DE CONDUCTION ÉLECTRIQUE ET THERMIQUE

Le comportement des matériaux granulaires est étudié depuis longtemps dans différentes sphères du domaine scientifique. En effet, plusieurs études ont été menées pour développer des modèles permettant de prédire le comportement des matériaux granulaires. Différents modèles ont été développés pour diverses applications, tout dépendant du champ d'activité dans lequel les recherches ont été menées. C'est dans les domaines du génie chimique, du génie géologique, de la physique et bien sûr du génie thermique, que la plupart des modèles pouvant décrire le comportement thermique et/ou électrique du coke granulaire à l'étude ont été développés.

### 3.1 REVUE DE LITTÉRATURE : LE COKE CALCINÉ

De par l'utilisation répandue des matériaux granulaires, l'étude expérimentale du caractère thermoélectrique de ces derniers a fait l'objet d'une imposante quantité de publications. C'est pour cette raison que le présent texte est concentré sur les travaux ayant été réalisés à haute température sur des matériaux de même nature que le matériau étudié. Le coke étant utilisé à grande échelle dans l'industrie métallurgique depuis plusieurs années, il est possible de retrouver certaines données expérimentales dans la littérature.

En 1935, des essais de conductivité électrique ont été réalisés sur du coke de charbon pour différentes températures de carbonisation (Davis & Auvil (1935)). Davis & Auvil ont

étudié les facteurs affectant la résistance électrique de coke broyé. Ces derniers ont observés que la résistivité électrique tend à augmenter avec une diminution de la taille des grains, principalement du à l'augmentation du nombre de résistances de contact. L'effet de l'épaisseur de l'échantillon étudié est également discuté. Il est de plus mentionné que la pression appliquée d'un côté d'une masse de particules solides n'est pas distribuée également à travers toute la matrice comme c'est le cas pour un liquide. En tenant compte des effets de friction et d'emboîtement des particules, il est possible d'observer un gradient de pression à partir du point d'application. Ainsi, il a été observé qu'une augmentation de l'épaisseur de l'échantillon avait tendance à diminuer la pression moyenne appliquée sur chaque grain ce qui a pour conséquence d'augmenter la résistance de contact entre les grains. Il est à noter que les essais ont été effectués à l'intérieur d'un cylindre de petit diamètre (1/4 pouce) avec une granulométrie fine. Les effets de la durée de la pression appliquée ont également été étudiés dans le cadre de cette étude.

Des essais portant sur la conductivité thermique et la résistivité électrique ont été menées en Union Soviétique par Lutkov *et al.* durant années 70. Ces derniers ont mesuré la conductivité thermique et la résistivité électrique équivalente de coke brut et graphitisé. Dès le départ, on mentionne que la conductivité thermique et électrique dépendent de la température de l'essai, des conductivités thermique et électrique des particules, de la granulométrie, de la pression mécanique appliquée et du gaz interstitiel. Les essais ont été effectués pour deux (2) granulométries (0-5mm et 5-15mm), sous trois (3) pressions mécaniques différentes et sous diverses atmosphères (vide, argon, hélium) pour des températures variant entre 100°C et 2200°C.

On conclut à la suite de ces expériences que la température est un facteur très influent. Entre autre, on constate que la conductivité thermique mesurée à 2000°C est 12 fois plus élevée qu'à 100°C tandis que la résistivité électrique à 2000°C est la moitié de celle à 100°C. Les effets de la pression mécanique, du fluide gazeux et de la granulométrie sont également discutés. Selon Brandtzaeg et Øye (1985), la conductivité électrique du coke de pétrole est fortement influencée par le contact entre les grains, donc par la structure du matériau en vrac. Il est également mentionné que la résistivité du coke tend à diminuer avec l'augmentation de température.

Plus récemment, en 1993, des essais visant à déterminer la conductivité thermique effective du coke ont été menés par Kasai *et al.* Ces essais ont été réalisés au moyen de la méthode flash (expliquée au Chapitre 4) sur des échantillons de petite taille. C'est donc la conductivité thermique effective des grains qui a été déterminée. À la suite de ces essais, l'expression suivante est proposée :

$$k_s = \left( 0.973 + 6.34 \times 10^{-3} (T - 273) \right) \left( 1 - \psi_{\text{grain}}^{2/3} \right) \quad \text{Équation 3.1}$$

D'autres auteurs ont effectué des essais sur différentes particules réfractaires à haute température (Nasr *et al.* (1994), Fedina *et al.* (1997)). Il en ressort comme comportement général que des conductivités thermiques effectives plus élevées sont obtenues avec des particules plus grosses et possédant une conductivité thermique plus élevée. Fedina *et al.* mentionne d'ailleurs que ces expérimentations confirment un fait bien connu, à savoir que la conductivité thermique effective est pratiquement indépendante de la conductivité

thermique de la phase solide (Tsostas & Martin (1987)). En effet, à basse température, la conduction par le gaz ainsi que les résistances de contact gouvernent la conductivité thermique. À haute température, le transfert par rayonnement dans les pores ne vient qu'augmenter la conductivité équivalente.

Nasr *et al.* (1994) ont comparés leurs résultats avec les modèles de Kunii-Smith et Zehner-Schlünder. Leurs comparaisons montrent que les deux modèles donnent de bons résultats à haute température mais tendent à surestimer la conductivité effective à basse température.

### **3.2 MODÈLES DE CONDUCTION ÉQUIVALENTE DANS UN LIT GRANULAIRE**

Dans un matériau granulaire, les trois mécanismes de transfert de chaleur peuvent être présents soit : la conduction, la convection et le rayonnement. Cependant, en fonction des applications et des domaines de recherches dans lesquels les modèles de conductivité équivalente ont été développés, certains de ces mécanismes peuvent devenir négligeables et ne font pas tous systématiquement partie intégrante des différents modèles. Au niveau électrique, bien que de nombreuses expériences aient été réalisées sur les matériaux granulaires, très peu de littérature est disponible à ce sujet (Vandewalle *et al.* (2000)). Parmi les causes possibles de cet état de fait, on note d'une part que les applications où l'on cherche à caractériser les matériaux granulaires au niveau électrique sont relativement peu nombreuses et que, d'autre part, la conductivité électrique effective est fortement dépendante de plusieurs facteurs sensibles tel que la pression mécanique, la porosité, la

température, etc., et qu'il est difficile de déterminer un modèle général. Les modèles présentés ici traitent donc tous du problème de conduction thermique équivalente.

Dans le cadre de la présente étude, la conductivité thermique équivalente doit être déterminée à haute température, il est donc certain que le rayonnement thermique jouera un rôle important. Il est donc essentiel que cet aspect soit considéré au niveau thermique.

Tel que mentionné par Tsotsas & Martin dans leur revue des modèles servant à décrire la conductivité thermique des matériaux granulaires, les modèles existants peuvent être classés, suivant la méthode de résolution du problème, dans les catégories suivantes (Tsotsas & Martin (1987)) :

- Type I : on traite le milieu granulaire comme un milieu continu et on résout l'équation de Laplace à l'intérieur et autour des particules.
- Type II : Le système est simulé par une combinaison de résistances en série et en parallèle.
- Type III : On utilise le concept de cellule unitaire, représentative de l'ensemble du matériau, en utilisant quelques hypothèses simplificatrices.

### 3.2.1 Type I

Dès 1873, Maxwell dans *A Treatise on Electricity and Magnetism* (Maxwell (1873)) propose un modèle analytique permettant de déterminer la conductivité équivalente d'un matériau biphasique formé de sphères dispersées dans un milieu continu, le tout à température constante. Les formules servant à calculer la conductivité des deux phases sont les suivantes :

$$\frac{k_e}{k_g} = \frac{1+2\Phi}{1-\Phi} \quad \text{Équation 3.2}$$

$$\Phi = (1-\psi) \frac{\frac{k_s}{k_g} - 1}{\frac{k_s}{k_g} + 2} \quad \text{Équation 3.3}$$

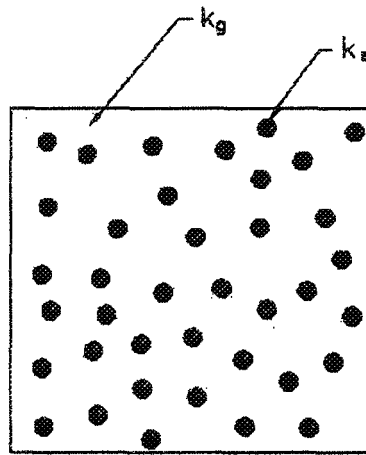


Figure 3.1 : Modèle de Maxwell

Plus tard, Lord Rayleigh, en 1892, proposa un modèle devant servir à prédire la conductivité équivalente d'un milieu biphasique formé de particules cylindriques ou sphériques distantes, ordonnées selon un patron rectangulaire (Rayleigh (1892)). Plusieurs modèles dérivés des modèles de Maxwell et Rayleigh ont par la suite été proposés (Doyle (1978), Nielsen (1974), Hamilton & Crosser (1962)). Parmi les modèles dérivés, Nielsen propose entre autre une modification au modèle de Maxwell pour prendre en considération l'effet de la nature et de la forme des particules.



Wakao et Kato (1968) ont obtenu une solution numérique par une méthode de relaxation (relaxation method) pour un arrangement de sphères orthorhombique ( $\Psi = 0.395$ ) et cubique ( $\Psi = 0.476$ ). Leur modèle traite le problème du transfert de chaleur par conduction et par rayonnement. Plus récemment, Vargas & McCarthy (2002) ont utilisés une technique numérique TPD (Thermal Particle Dynamics) pour étudier la conduction dans un milieu granulaire en présence d'un fluide stagnant. La méthode permet d'obtenir à la fois les propriétés mécaniques et de transport d'un matériau granulaire. Il est donc possible de tenir compte de la pression mécanique appliquée un lit granulaire. La technique est toujours en développement.

### 3.2.2 Type II

Un des modèles de ce type le plus connu est certainement celui proposé par Krischer, en 1956, et qui permet de déterminer les limites supérieures et inférieures de conductivité pour des matériaux granulaires. Pour ce faire, on modélise le matériau granulaire par une combinaison de résistances en série et en parallèle disposées tel qu'illustré à la Figure 3.2 pour simuler le comportement d'une cellule unitaire.

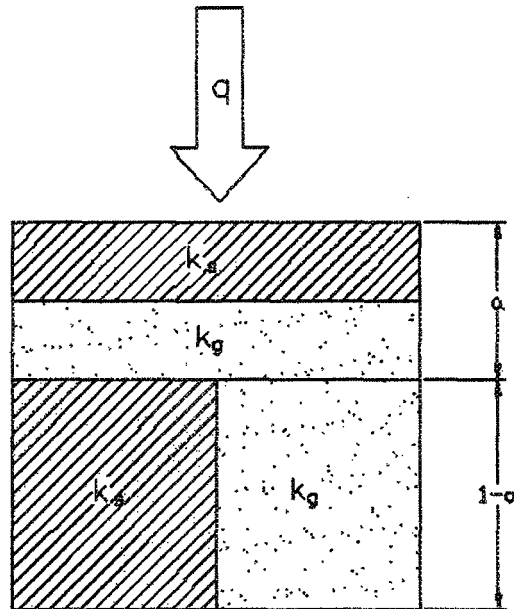


Figure 3.2 : Modèle de Krischer

Ainsi, si le paramètre noté  $a$  sur la figure tend vers 1, on obtient un cas où les résistances sont placées en série uniquement. On tend alors vers la limite inférieure de conductivité. Inversement, si ce même paramètre tend vers 0, on obtient alors la limite supérieure de conductivité. Dans la réalité, le paramètre  $a$ , qui doit être déterminé expérimentalement n'est ni 1 ni 0 mais se situe entre ces deux valeurs, en fonction de plusieurs facteurs (granulométrie, forme des grains, pression, etc.), différents pour chaque matériau biphasique. Pour un lit granulaire compacté, on recommande une valeur  $a \approx 0,2$ . Les équations suivantes présentent le modèle de Krischer :

$$k_e = \frac{k_g}{\frac{1-a}{k_s} + \frac{a}{k_g}}$$

Équation 3.4

$$k_i = \psi + (1 - \psi) \frac{k_s}{k_g} \quad \text{Équation 3.5}$$

$$k_2 = \left( \psi + \frac{k_g}{k_s} (1 - \psi) \right)^{-1} \quad \text{Équation 3.6}$$

D'autres modèles, plus complexes que celui de Krischer, tenant compte de paramètres secondaires comme le transfert par rayonnement et le transfert par convection ont aussi été proposés (Tsostas & Martin (1987)).

Selon Yagi et Kunii, la conductivité effective peut être séparée en deux termes dont l'un est indépendant de l'écoulement du fluide et l'autre dépendant du mélange latéral du fluide dans le lit. Pour un lit granulaire composé de sphères, en négligeant l'effet du contact solide (donc indépendant de la pression mécanique), et de la convection le système d'équations suivante est proposé :

$$\frac{k_e}{k_g} = \frac{\beta(1 - \psi)}{\gamma \left( \frac{k_g}{k_s} \right) + \frac{1}{(1/\omega) + (dh_{rs}/k_g)}} + \psi \beta \frac{dh_{rv}}{k_g} \quad \text{Équation 3.7}$$

$$h_{rs} = 0.1952 \{ \epsilon / (2 - \epsilon) \} \cdot \{ (T + 273) / 100 \}^3 \quad \text{Équation 3.8}$$

$$h_r = \left[ \frac{0.1952}{\left\{ 1 + \frac{\psi}{2(1-\psi)} \cdot \frac{1-\varepsilon}{\varepsilon} \right\}} \right] \cdot \{(T + 273)/100\}^3 \quad \text{Équation 3.9}$$

où les quantités  $\beta$ ,  $\omega$  et  $\gamma$  sont définies en rapport avec les propriétés du lit et dépendent notamment du diamètre et de la configuration des particules ainsi que de la porosité. Pour le clinker de ciment, on propose  $\beta = 1$ ,  $\omega = 0,050$  et  $\gamma = 1$ . Il est également mentionné que le diamètre et la conductivité thermique des particules solides affectent sérieusement la conductivité thermique effective d'un lit.

En 1995, Hsu *et al.* proposent une méthode à plusieurs paramètres (*lumped-parameter model*) inspirée par les travaux de Zehner-Schlünder et Kunni-Smith, expliqués plus bas, sur des modèles à lignes de flux parallèles. Des expressions algébriques sont dérivés pour des modèles 2D et 3D périodiques composés de cylindres et de cubes.

### 3.2.3 Type III

#### 3.2.3.1 Modèle de Kunii-Smith (1960)

En 1960, Kunni et Smith proposent un modèle analytique permettant d'effectuer le calcul de la conductivité thermique équivalente d'un matériau granulaire en définissant une cellule unitaire avec lignes de flux parallèles. Ce modèle prend en compte tous les modes de transfert de chaleur présents entre deux sphères en contact baignant dans un fluide stagnant. Ainsi, les mécanismes de transfert de chaleur suivants sont considérés :

1. Le transfert de chaleur à travers le fluide dans les espaces vides entre les deux sphères par conduction et rayonnement (en supposant un gaz non-absorbant);

## 2. Le transfert de chaleur à travers la phase solide :

- a. Transfert de chaleur à travers la surface de contact entre les particules.
- b. Conduction à travers le gaz stagnant au voisinage de la surface de contact entre les particules.
- c. Rayonnement entre les surfaces solides (en considérant un gaz non-absorbant).
- d. Conduction à travers la phase solide

Ces mécanismes sont illustrés à la Figure 3.3.

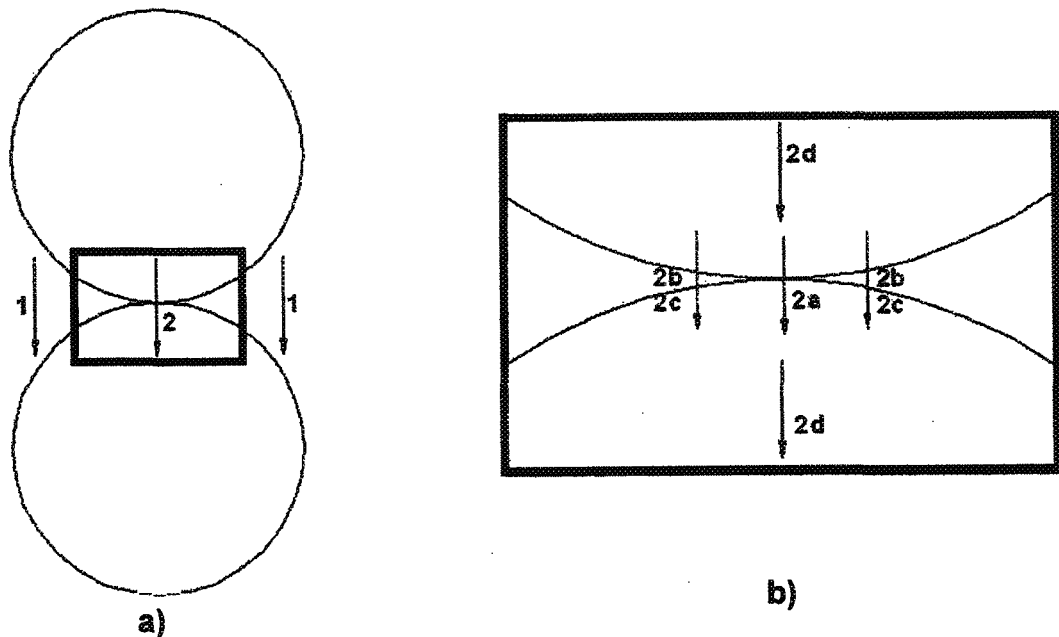


Figure 3.3 : a) Modèle de Kunii-Smith pour lit de particules non-consolidées , b) vue agrandie du contact solide

Les mécanismes 1 et 2 sont en parallèles l'un avec l'autre. De plus, à l'intérieur du mécanisme 2, les mécanismes 2a, 2b et 2c sont en parallèles les uns avec les autres et leur

combinaison est en série avec le mécanisme 2d. En suivant ces hypothèses, Kunii et Smith en arrivent l'équation suivante :

$$\frac{k_e}{k_g} = \psi \left[ 1 + \beta \frac{h_{rv} \cdot d}{k_g} \right] + \frac{\beta(1-\psi)}{\frac{1}{\omega + \frac{d}{k_g}(h_p + h_{rs})} + \gamma \left( \frac{k_g}{k_s} \right)} \quad \text{Équation 3.10}$$

où  $h_{rs}$  représente le coefficient de transfert de chaleur de rayonnement entre deux surfaces solides,  $h_{rv}$  représente le coefficient de transfert de chaleur de rayonnement entre deux espaces vides et  $h_p$  le coefficient de transfert de chaleur à travers le contact solide entre deux particules en contact.

Si le rayonnement est négligeable et si on considère que le contact solide (mécanisme 2a) est également négligeable, l'Équation 3.10 est grandement simplifiée et devient :

$$\frac{k_e}{k_g} = \psi + \frac{\beta(1-\psi)}{\omega + \gamma \left( \frac{k_g}{k_s} \right)} \quad \text{Équation 3.11}$$

Les quantités  $\beta$ ,  $\omega$  et  $\gamma$  sont définies en rapport avec les propriétés du lit et dépendent notamment du diamètre et de la configuration des particules ainsi que de la porosité.

On rapporte que la conductivité thermique équivalente peut être déterminée avec une précision raisonnable en utilisant l'Équation 3.11. Cependant, si le rayonnement doit être considéré, des paramètres supplémentaires, tel que les coefficients de transfert de chaleur

de rayonnement doivent être déterminés et contribuent à compliquer le modèle. Ces coefficients peuvent être déterminés à l'aide de l'Équation 3.8 et de l'Équation 3.9 déterminées par Yagi et Kunii. Sauf à très basse pression, on évalue que le terme  $h_p$  peut généralement être négligé.

### 3.2.3.2 Modèle Zehner-Schlünder (1970)

En 1970, Zehner et Schlünder (Zehner & Schlünder (1972), Tsotsas & Martin (1986), Bauer & Schlünder (1978), Tsotsas & Schlünder (1991)) proposent un modèle basé sur une cellule unitaire avec lignes de flux parallèles. Le modèle permet de faire varier la forme de la particule qui sert à définir la cellule unitaire. L'Équation 3.12 décrit la forme de la particule employée, le coefficient  $B$  étant le facteur de déformation.

$$r^2 + \frac{z^2}{(B - (B - 1)z)^2} = 1 \quad \text{Équation 3.12}$$

La Figure 3.4 montre l'effet de la valeur que prend le coefficient  $B$  sur l'allure de la cellule unitaire. Ainsi, pour  $B = 1$ , la particule est sphérique, pour  $B < 1$ , la particule tend vers une forme allongée tandis qu'un  $B > 1$  donne une particule qui tend à ressembler à un cylindre arrondi.

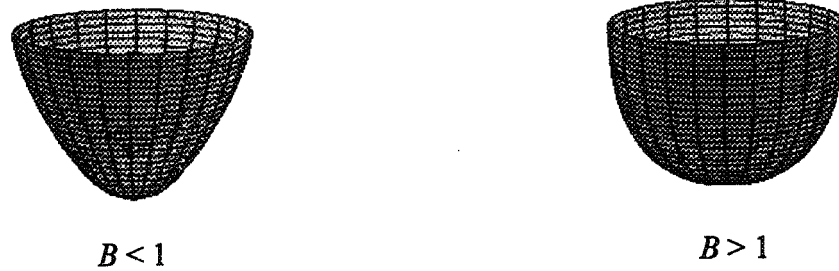


Figure 3.4 : Particule déformable de Zehner-Schlünder

La cellule unitaire est divisée en deux cylindres annulaires. Le cylindre intérieur est composé de deux particules en contact et d'une partie fluide. Le cylindre extérieur est réservé à la phase fluide uniquement, tel que montré à la Figure 3.5.

Avec un bon choix du coefficient  $B$ , le vide entre les deux particules peut être diminué. De cette façon, l'erreur causée par l'hypothèse des lignes de flux parallèles peut être compensée à un certain degré.

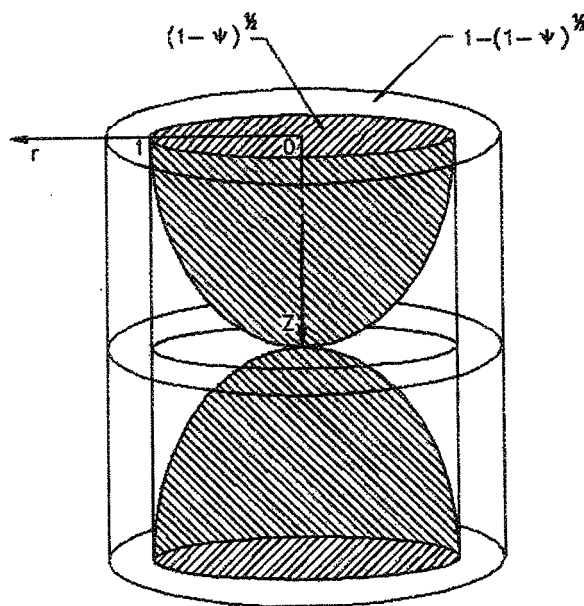


Figure 3.5 : Cellule unitaire proposée par Zehner-Schlünder



Le facteur de déformation peut donc être utilisé comme un paramètre d'ajustement dans le but de décrire le transfert de chaleur pour une particule autre que sphérique. La relation entre la porosité et  $B$  établit une limite à l'ajustement arbitraire du paramètre. La relation suivante donne la relation entre  $B$  et  $\psi$

$$\psi = 1 - \left[ \frac{B}{(B-1)^3} (3 - 4B + B^2 + 2 \ln B) \right]^2 \quad \text{Équation 3.13}$$

Une bonne approximation peut être obtenue par :

$$B \approx 1.25 \left( \frac{1-\psi}{\psi} \right)^{\frac{10}{9}} \quad \text{Équation 3.14}$$

Une fois le facteur de déformation connu, il est possible de déterminer la conductivité thermique du cœur de la cellule unitaire ( $k_{core}$ ) pour déterminer la conductivité effective du lit à l'aide de l'Équation 3.15.

$$\frac{k_e}{k_g} = 1 - \sqrt{1-\psi} + \frac{k_{core}}{k_g} \sqrt{1-\psi} \quad \text{Équation 3.15}$$

$$\frac{k_{core}}{k_g} = \frac{2}{N} \left( \frac{\frac{k_s}{k_g} - 1}{\frac{B}{N^2} \frac{k_s}{k_g} \ln \left( \frac{k_s}{B k_g} \right) - \frac{B+1}{2} - \frac{B-1}{N}} \right)^{-1} \quad \text{Équation 3.16}$$

$$N = 1 - B \left( \frac{k_s}{k_g} \right)^{-1} \quad \text{Équation 3.17}$$

Les équations précédentes ont par la suite été modifiées par les auteurs afin de prendre compte d'autres paramètres tel que le rayonnement thermique, la pression, l'aplanissement des surfaces ainsi que la forme et la granulométrie des particules. Le modèle généralisé peut être décrit par les équations suivantes (Zehner & Schlünder (1972), Tsotsas & Martin (1987), Tsotsas & Schlünder (1991)):

$$\frac{k_e}{k_g} = (1 - \sqrt{1 - \psi}) \psi \left[ (\psi - 1 + k_G^{-1})^{-1} + \frac{k_{rad}}{k_g} \right] + \sqrt{1 - \psi} \left[ \varphi \frac{k_s}{k_g} + (1 - \varphi) \frac{k_{core}}{k_g} \right] \quad \text{Équation 3.18}$$

$$\begin{aligned} \frac{k_{core}}{k_g} = \frac{2}{N} & \left\{ \frac{B \left( \frac{k_s}{k_g} + \frac{k_{rad}}{k_g} - 1 \right)}{N^2 \frac{k_G}{k_g} \frac{k_s}{k_g}} \ln \frac{\frac{k_s}{k_g} + \frac{k_{rad}}{k_g}}{B \frac{k_G}{k_g} + \left( 1 - \frac{k_G}{k_g} \right) \left( \frac{k_s}{k_g} + \frac{k_{rad}}{k_g} \right)} \right\} \\ & + \frac{2}{N} \left\{ \frac{B+1}{2B} \left[ \frac{k_{rad}}{k_G} - B \left( 1 + \frac{1 - \frac{k_G}{k_g}}{\frac{k_G}{k_g}} \frac{k_{rad}}{k_g} \right) \right] - \frac{B-1}{N \frac{k_G}{k_g}} \right\} \end{aligned} \quad \text{Équation 3.19}$$

$$N = \frac{k_g}{k_G} \left( 1 + \frac{\frac{k_{rad}}{k_g} - B \frac{k_G}{k_g}}{\frac{k_s}{k_g}} \right) - B \left( \frac{k_g}{k_G} - 1 \right) \left( 1 + \frac{k_{rad}}{k_s} \right) \quad \text{Équation 3.20}$$

$$B = C_f [(1 - \psi) / \psi]^{1/5} f(\zeta) \quad \text{Équation 3.21}$$

$$\frac{k_{rad}}{k_g} = \frac{4C_s}{2/\varepsilon - 1} T^3 \frac{d}{k_g} \quad \text{Équation 3.22}$$

Pour un lit de particules à granulométrie étalée :

$$d = \left( \sum \frac{Q_i}{d_i} \right)^{-1} \quad \text{Équation 3.23}$$

où  $Q_i$  représente la proportion volumétrique occupée par la particule de dimension  $d_i$  des  $i$  fractions du lit granulaire. La fonction de distribution  $f(\zeta)$  est quant à elle définie comme :

$$f(\zeta) = 1 + 3\zeta \quad \text{Équation 3.24}$$

où

$$\zeta = \left[ \frac{\sum Q_i/d_i^2}{(\sum Q_i/d_i)^2} - 1 \right]^{0.5} \quad \text{Équation 3.25}$$

L'équation Équation 3.22 donnant la conductivité thermique due au rayonnement est dérivée de la formule ayant la forme suivante, proposée par plusieurs auteurs et souvent nommée d'après Damköhler (Tsostas & Martin (1987)) :

$$k_{rad} = 4C_s F d T^3 \quad \text{Équation 3.26}$$

Où  $F$  est une fonction qui dépend des propriétés optiques des surfaces et de la géométrie du matériau. Cette fonction est discutée plus en détail dans la section traitant du transfert par rayonnement dans les matériaux granulaires.

Le modèle de Zehner-Schlünder a été repris et modifié à de nombreuses reprises dans littérature (Critoph & Turner (1994), Hsu *et al.* (1994)). Entre autre, Hsu *et al.* (1994) ont modifié le modèle original pour prendre en compte une surface de contact finie au prix de l'introduction d'un paramètre supplémentaire, appelé facteur de déformation noté  $\alpha$  et introduit à l'intérieur de l'Équation 3.12 comme suit :

$$r^2 + \frac{z^2}{((1+\alpha)B - (B-1)z)^2} = 1 \quad \text{Équation 3.27}$$

Le but de cette modification était de tenir compte de la sous-estimation des valeurs de conductivité effective dans le modèle de Zehner-Schlünder lorsque le rapport des coefficients  $k_s/k_g$  est très élevé. Ce sujet est discuté à la section suivante.

Tsotsas et Schlünder ont, en 1991, évalués l'impact de la dispersion de la taille des particules sur la conductivité thermique de lits granulaires fixes. Ils en viennent à la conclusion que tout modèle adéquat pour déterminer la conductivité thermique de lits granulaires fixes avec particules sphériques sans mouvements de fluides peut être utilisé seulement en utilisant la porosité du lit et le diamètre moyen des grains. Ils recommandent l'utilisation d'une fonction de distribution égale à  $f(\zeta) = 1$ .

### 3.2.3.3 Autres modèles

Cheng *et al.* (1999) soulignent qu'un désavantage de plusieurs méthodes utilisant le concept de cellule unitaire est le fait que plusieurs paramètres possèdent un caractère empirique et doivent être déterminées expérimentalement ou faire l'objet d'un ajustement

de courbe. Ils proposent deux modèles reposant sur le principe de cellule unitaire mais en traitant la structure du lit de façon analytique en décrivant le lit comme étant composés de *polyèdres de Voronoi* tel que montré à la Figure 3.6.

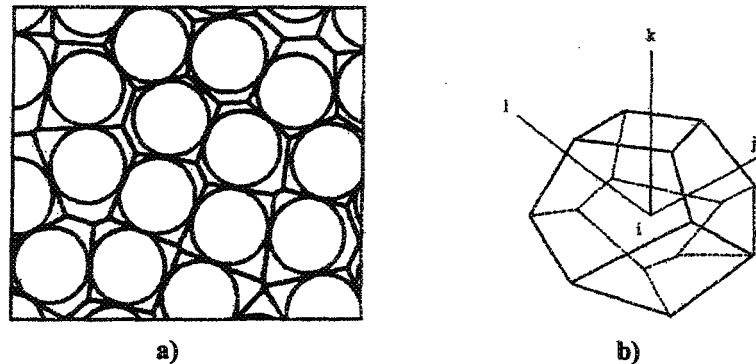


Figure 3.6 : Polyèdres de Voronoi : a) arrangement bidimensionnel, b) vue tridimensionnelle dans laquelle chaque face représente une contact entre particules (Cheng *et al.* (1999))

Cette approche nécessite toutefois une connaissance approfondie de la structure du lit, structure qui n'est pas simple à déterminer dans la plupart des cas. L'importance de l'angle de contact entre les particules a été démontré par Siu et Lee (2000) à l'aide d'un modèle basé sur le principe de la cellule unitaire. En effet, ces derniers proposent un modèle qui tient compte de l'angle de contact entre les particules en remplaçant un lit donné, dont on ne connaît pas l'angle de contact entre les particules, par un lit de structure connue en les reliant au moyen de la porosité. La technique est recommandée pour des lits dont la porosité varie entre 0,2 et 0,5.

Certains auteurs mentionnent que les modèles de Kunni-Smith et Zehner-Schlunder ont tendance à sous estimer la conductivité thermique équivalente pour des ratio conductivité solide sur conductivité du fluide trop élevés (Cheng *et al.* (1999), Kaviany

(1991)). En effet, la conductivité relative des phases peut avoir un effet sur la validité des modèles utilisés. Si le ratio de la conductivité des grains sur la conductivité du gaz est trop élevé, la contribution du transfert par le contact entre les grains devient beaucoup plus importante et le concept de lignes de flux parallèles utilisé dans plusieurs modèles ne tient plus. Il faut alors considérer des « constriction flux lines » (Cheng *et al.* (1999)). La Figure 3.7 montre que, dans la gamme d'essais réalisés, la validité de quelques modèles en fonction du ratio conductivité des grains sur conductivité du gaz, notés respectivement  $k_s$  et  $k_f$ . La conductivité équivalente est ici représentée par  $k_e$ .

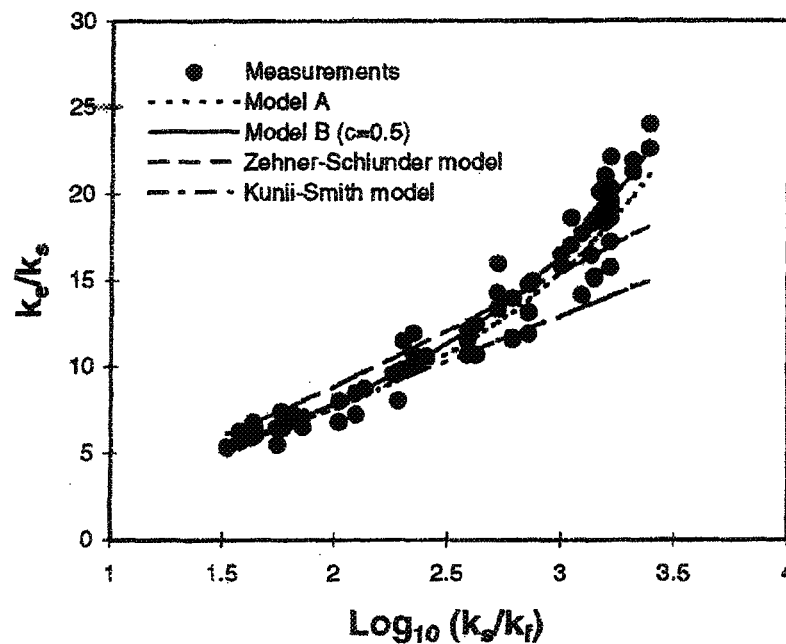


Figure 3.7 : Effet de la conductivité relative des phases (Cheng *et al.* (1999))

Il est possible de voir que les modèles comparés (les modèles A et B sont ceux de Cheng) suivent la tendance des données mesurées jusqu'à un ratio d'environ 300 ( $\text{Log}_{10} 300 = 2.47$ ). Cette valeur est bien en au-delà du ratio des conductivités entre les particules de coke solide et l'air ambiant ( $k_{\text{coke}}/k_{\text{air}} \approx 50$  à  $25^\circ\text{C}$ ), pour lequel un modèle utilisant des

lignes de flux parallèles risque donc de donner de bons résultats au niveau de la conductivité équivalente, en n'incluant pas l'effet du rayonnement et de la convection.

Slavin *et al.* (2002) ont proposés un modèle pour déterminer la conductivité thermique effective pour un lit granulaire en présence de gaz, sans ajustement de paramètres sauf à basse pression et température. Le modèle est basé sur des sphères en contact et la conductivité effective est déterminée par une suite de conductances en parallèle et en série. La rugosité des surfaces est considérée et une méthode complexe pour la déterminer est proposée. Le modèle n'a été testé qu'à basse température.

### 3.2.4 Transfert par rayonnement

Dans le cadre de la détermination de la conductivité thermique effective de matériaux granulaires à haute température, il est absolument impératif de considérer le transfert de chaleur par rayonnement, qui devient le mode de transfert de la chaleur dominant à haute température.

Comme il est difficile d'obtenir les variables nécessaires au traitement rigoureux du transfert de chaleur par rayonnement pour un matériau donné, ce dernier est la plupart du temps simplifié en utilisant l'approximation de diffusion en considérant le matériaux granulaire comme étant un milieu pseudo-homogène (Nasr *et al.* (1994), Vortmeyer (1980)). Cette simplification permet de déterminer une conductivité de rayonnement équivalente entre les particules, notée  $k_{rad}$ . En général, les expressions rapportées dans la littérature (Vortmeyer (1980), Wakao & Kato (1969)) adoptent la forme proposée par Damköhler, présentée plus haut dans le modèle de Zehner-Schlünder (Équation 3.26).

Dans cette équation, le facteur d'échange  $F$  a été déterminé par plusieurs auteurs, le Tableau 3.1 présente les plus connus.

Il est à noter que dans le tableau, le facteur d'échange est noté  $E$  et que  $\phi$  représente la porosité. À la suite d'essais, Nasr *et al.* (1994) recommande l'utilisation des facteurs d'échange déterminés par Schotte, Vortmeyer et Wakao & Kato. Il est important de noter que, bien que les facteurs d'échanges qui apparaissent plus haut ne sont fonction que de la porosité et de l'émissivité des surfaces, il est a été prouvé que la conductivité thermique du solide peut avoir une forte influence sur la conductivité de rayonnement équivalente (Singh & Kaviany (1994)).

Tableau 3.1 : Résumé des expressions utilisées pour déterminer le facteur d'échange dans l'équation de Damköhler (Nasr *et al.* (1994))

Investigator	Exchange Factor, E
Chen and Churchill (1963)	$\frac{2}{d_p (\kappa + 2 \sigma)}$
Godbee and Ziegler (1966)	$\frac{\epsilon \phi}{(1 - \phi)}$
Kamiuto (1991)*	$\frac{(4/9)}{(1 - \phi) [1 + 1.5 (1 - \phi) - 0.75 (1 - \phi)^2] (1 - \omega g)}$
Kasperek (1976)	$\frac{P + \epsilon}{(1 - P)}$
Kunii and Smith (1960)	$\frac{1}{(1 + \frac{\phi}{1 - \phi} \frac{1 - \epsilon}{2 \epsilon})}$
Laubitz (1959)	$\frac{\epsilon [1 - (1 - \phi)^{2/3} + (1 - \phi)^{1/3}]}{(1 - \phi)}$
Pavlyukevich (1990)	$\frac{8}{9} \frac{\phi^2}{(1 - \phi)}$
Schotte (1960)	$\epsilon$
Vortmeyer (1978)	$\frac{2 P + \epsilon (1 - P)}{2 (1 - P) - \epsilon (1 - P)}$
Wakao and Kato (1969)	$\frac{2 \epsilon}{(2 - 0.264 \epsilon)}$
Zehner-Bauer-Schlünder (1970, 1978)	$\frac{\epsilon}{(2 - \epsilon)}$



### 3.2.5 Résistance de contact

La résistance de contact entre un matériau granulaire et une surface plane est caractérisée par un nombre fini de particules ayant chacune un ou plusieurs points en contact avec la surface. Ces contacts sont de qualités variables tout dépendant de la géométrie et de la rugosité des particules et de la surface. Les points de contacts entre les particules et la surface sont eux même caractérisés par un certain nombre de *microcontacts*, qui représentent en fait les seuls vrais contact solides entre les matériaux. Ainsi, la vraie interface de contact est caractérisée par plusieurs facteurs importants (Yovanovich (1986)) :

1. Un contact intime est présent seulement en quelques points discrets de l'interface nominale (contact entre une particule et la surface).
2. Le rapport entre les vraies surfaces en contact et la surface de contact nominale est habituellement de moins de 5 %.
3. La pression aux vrais contacts est beaucoup plus importante que la pression apparente de contact (qui est elle même beaucoup plus importante que la pression apparente globale entre le matériau en vrac et la surface).
4. Un petit espace existe entre les régions de la surface nominale de contact où il n'y a pas de vrai contact, cet espace est habituellement occupé par une troisième substance.
5. L'interface est idéalisée comme étant une ligne mais a une épaisseur fini (les *microcontacts* ne sont pas tous sur une même ligne) qui peut varier entre 0,5  $\mu\text{m}$  pour les surfaces lisses à 60  $\mu\text{m}$  ou plus pour les surfaces très rugueuses.

6. Le transfert de chaleur à l'interface (*joint conductance*) peut prendre place par conduction entre les vrais points de contact (*contact conductance*), par conduction à travers la troisième substance présente dans l'espace entre les vrais contacts (*gap conductance*) et par rayonnement entre les surfaces du contact nominal qui ne sont pas réellement en contact (*radiation conductance*), dans le vide ou si le gaz n'est pas absorbant. Selon les conditions, tous ces modes de transferts peuvent agir simultanément.

Le procédé de transfert de chaleur à travers l'interface est complexe parce que la résistance thermique peut dépendre de plusieurs paramètres dont les suivants :

- a ) Géométrie des solides en contact : la rugosité et l'ondulation de la surface.
- b ) L'épaisseur de l'espace entre les surfaces nominales pas en contact.
- c ) Le type de fluide interstitiel, sa conductivité et sa pression.
- d ) Les conductivités des surfaces en contacts.
- e ) Les propriétés mécaniques des surfaces en contact : déformations élastiques des points en contact et déformations plastiques des pics les plus hauts (les points de contacts à haute pression mécanique).
- f ) Température moyenne aux interfaces.

Quant au transfert de charges électriques, uniquement les paramètres énoncés en a ), b ), d ) et e ) s'appliquent, en ne considérant pas d'ionisation du gaz interstitiel sous de faibles différences de potentiel lorsque le système est à équilibre.

Si le rayonnement est négligeable, la conduction thermique à travers le gaz interstitiel est souvent le mode de transport de la chaleur dominant (Song *et al.* (1992)).

L'importance relative (comparé à la conduction solide entre les vrais points de contact) de la conduction à travers le gaz interstitiel dépend fortement de la pression de contact, de la micro dureté, de la rugosité et de pente moyenne des aspérités, de la pression du gaz, de la température et du rapport entre la conductivité thermique du gaz et des solides formant le contact. À titre d'exemple, la Figure 3.8 montre la conductance totale et la contribution de la conduction par le gaz interstitiel en fonction de la pression pour un interface d'acier inoxydable type 304 d'une rugosité effective de  $5,65\text{ }\mu\text{m}$  avec azote à  $76\text{ kPa}$  (Song *et al.* (1992)).

Dans le cas qui nous intéresse, la pression appliquée sur le lit de coke par les blocs anodiques est relativement faible, de l'ordre de  $10\text{ kPa}$ . La conduction par le gaz interstitiel devrait donc jouer un rôle important. Plusieurs modèles et expressions analytiques visant à déterminer la conduction par le gaz interstitiel et la conduction entre les vrais points de contact existent dans la littérature (Kaganer (1966), Rohsenow *et al.* (1998), Yovanovich). Ces modèles nécessitent cependant la connaissance de plusieurs propriétés physiques du matériau tel que les propriétés mécaniques des grains, la rugosité des surfaces en contact, la géométrie interne du matériau granulaire, etc. Ces données n'étant malheureusement pas disponibles pour le coke calciné étudié et la détermination de tout ces paramètres dépassant de loin les objectifs et l'envergure du projet, ces modèles ne seront pas utilisés ici et ne sont donc pas présentés.

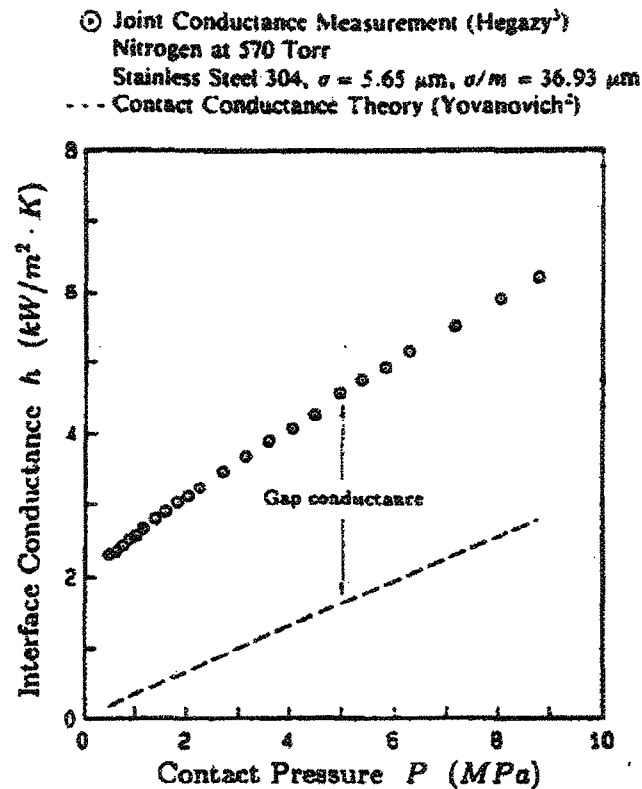


Figure 3.8 : Contribution de la conduction par le gaz interstitiel (*gap-conductance*) au transfert de chaleur total à l'interface (*joint conductance*) (Song *et al.* (1992))

### 3.2.5.1 Résistance de contact thermique à une interface

Lors de leurs travaux, Bauer et Schlünder (1978) traitent de l'effet que peut avoir un lit granulaire en contact avec une surface plane, causée par l'augmentation de la porosité près de la paroi. On mentionne que cette augmentation de porosité entraîne une diminution des points de contact entre les particules. Le transfert de chaleur par rayonnement est également affecté par ce changement de porosité. Comme les deux effets sont contradictoires et de même ordre de grandeur, on propose que le phénomène soit négligé.

D'autre part, Peterson et Fletcher (1988) ont réalisés des essais afin de déterminer expérimentalement la conductance thermique entre un lit de particules sphériques et une

surface plane à basse température. Une expression analytique tirée de la combinaison d'un modèle de contact entre une grosse sphère et une surface plane et d'un modèle considérant un grand nombre d'aspérités microscopiques est présentée. Cette expression ne considère cependant pas la contribution du gaz (*gap conductance*) et l'effet du rayonnement. Les résultats des essais réalisés montrent que les résultats issus du modèle proposé sont en accord avec les résultats expérimentaux. De plus, sous ces conditions, la conductance de contact à un interface est du même ordre de grandeur que la conductance du lit et qu'elle peut être fortement influencée par la pression mécanique appliquée.

## 4

# TECHNIQUES DE MESURE DE CONDUCTIVITÉ THERMIQUE

Ce chapitre traite des différentes méthodes de mesure de la conductivité thermique. Les deux grandes classes de techniques de mesures y sont abordées : les techniques en régime établi et en régime transitoire. Des explications sont fournies pour les principaux arrangements dans le cas des techniques en régime établi. Dans le cas des techniques en régime transitoire, les méthodes « flash » et par chauffage monotone sont expliquées. Les aspects théoriques de base pour chaque grande classe de techniques sont également traités.

## 4.1 INTRODUCTION

Dans le domaine du transfert de chaleur, une des propriétés les plus importantes à connaître lorsque l'on désire travailler avec un matériau est sans contredit sa conductivité thermique. Pour la plupart des matériaux d'usage courant, ces valeurs sont déjà établies et facilement disponibles. Cependant, tel n'est pas le cas pour tous les matériaux. En effet, certains matériaux de composition, dont les matériaux granulaires font partie, demandent un constant besoin de nouvelles mesures, toujours plus précises et plus étendues.

Il existe deux grands groupes de techniques visant à mesurer la conductivité thermique : les méthodes en régime établi et les méthodes en régime transitoire. Quelques techniques de chaque groupe sont étudiées plus en détail dans le présent chapitre. Il faut cependant garder à l'esprit qu'il existe d'autres techniques que celles mentionnées ici,

chacune ayant ses limitations, et qu'il n'existe pas de solution unique qui puisse satisfaire toutes les contraintes imposées par les différents matériaux.

## 4.2 TECHNIQUES DE MESURES EN RÉGIME ÉTABLI

À l'aide des techniques de mesure en régime établi, on détermine la conductivité thermique  $k$  en évaluant le flux et la distribution de température à l'équilibre à l'intérieur d'un matériau. La technique consiste en fait à créer une différence de température à l'intérieur d'un échantillon en y forçant un flux thermique mesurable afin de créer une différence de température, elle aussi mesurable, que l'on devra déterminer lorsque le système aura atteint son équilibre.

La conductivité thermique  $k$  est donc calculée à partir de la loi de Fourier :

$$q = -kA \frac{\partial T}{\partial x} = -kA \frac{\Delta T}{\Delta x} \quad \text{Équation 4.1}$$

où  $A$  représente l'aire de la section de l'échantillon en  $\text{m}^2$ ,  $q$  le flux de chaleur en Watts,  $\Delta T$  la différence de température en K et  $\Delta x$  la distance entre les points de mesure en m.

En observant les termes de cette équation, il apparaît évident que la difficulté de cette technique réside dans l'évaluation du flux thermique. En effet, il est difficile de produire un flux thermique unidirectionnel et d'en déterminer la valeur avec précision.

À l'aide de différents montages, les techniques de mesure en régime établi rendent possible la mesure autant de la conductivité thermique des solides que celle des liquides ou

des gaz. Il est également possible de mesurer la conductivité thermique pour une large gamme de température, partant des températures très basses allant jusqu'aux températures très élevées (avec des montages différents).

#### **4.2.1 Mesure du flux thermique**

Tel qu'écrit précédemment, il est difficile d'évaluer la valeur du flux thermique passant au travers d'un échantillon avec précision, et cela pour plusieurs raisons. Premièrement, il n'existe pas d'isolation parfaite et non plus de montages parfaits. Il est très facile de perdre de la chaleur par les côtés d'un échantillon, que ce soit par conduction, par rayonnement ou même par convection, ce qui fait qu'il est difficile de générer un flux de chaleur unidirectionnel. Deuxièmement, il n'existe pas vraiment d'appareils capables de mesurer un flux de chaleur aisément et avec une bonne précision.

Les méthodes de mesure du flux thermique se divisent en deux grandes classes : les méthodes absolues et les méthodes comparatives.

##### **4.2.1.1 Méthodes absolues**

Les méthodes absolues consistent à mesurer un flux de chaleur directement. Pour ce faire, on peut utiliser la mesure de la puissance électrique envoyée à l'échantillon dans le cas d'un élément chauffant, la chaleur de vaporisation dans le cas d'un flux de chaleur provoqué par vapeur ou encore le bilan thermique d'un calorimètre à eau agissant comme élément chauffant ou comme puits de chaleur. Cette méthode a l'avantage de nous donner



directement le flux de chaleur aux extrémités d'un échantillon mais ne nous garantit toutefois pas que le flux traversera l'échantillon sans pertes et que le flux mesuré correspond à celui passant entre les points de mesure de température.

#### 4.2.1.2 Méthode comparative

La méthode comparative consiste à se servir d'un matériau « étalon », dont la conductivité thermique est bien connue, qui est placé en série avec l'échantillon à caractériser. Si la température est mesurée en deux points à l'intérieur de l'étalon, il est possible d'obtenir ainsi le flux de chaleur passant par ce dernier, qui devrait être le même flux de chaleur que celui passant par l'échantillon. Par la suite, la conductivité thermique de l'échantillon peut être déterminée directement en utilisant l'équation suivante :

$$k_1 = k_2 \frac{A_2 (\Delta T / \Delta x)_2}{A_1 (\Delta T / \Delta x)_1} \quad \text{Équation 4.2}$$

Où  $k_1$ ,  $A_1$ ,  $\Delta T_1$  et  $\Delta x_1$  représentent les propriétés du matériau à caractériser et  $k_2$ ,  $A_2$ ,  $\Delta T_2$  et  $\Delta x_2$  les propriétés du matériau étalon.

Cette méthode, bien qu'en apparence plus simple, comporte cependant son lot d'incertitudes et de complications. En effet, la précision de la mesure du flux dépend maintenant de la précision de la mesure de température qui sera réalisée à l'intérieur du matériau étalon. Ce qui fait que la mesure de la conductivité thermique de l'échantillon est calculé à partir de quatre points de mesure de température au lieu de deux comme dans le cas des méthodes absolues. Il est également important de noter que, dû aux pertes de chaleur latérales, il soit fort possible que le flux étant passé par l'étalon ne soit pas tout à

fait le même qui passera par l'échantillon. De plus, la mesure du flux dépend ici de la valeur de la conductivité thermique du matériau étalon qui comporte elle aussi son lot d'incertitudes.

Il est aussi à noter que la plupart des capteurs de flux fabriqués sur une base commerciale utilisent une méthode comparative dans l'évaluation du flux de chaleur.

#### **4.2.2 Mesure à partir d'un flux axial**

La technique de mesure à partir d'un flux axial consiste à produire et diriger un flux de chaleur à travers un échantillon dans une seule direction, de manière à créer une distribution de température la plus unidimensionnelle possible. Cette façon de faire est l'une des plus utilisées car ce type de montage utilise des échantillons de forme cylindrique ou encore rectangulaire de dimensions variables, qui sont faciles à préparer et que l'on est capable d'obtenir pour la plupart des matériaux et dans la plupart des cas.

Tel que mentionné précédemment, la difficulté ici est de mesurer le flux de chaleur correctement et d'éviter les pertes de chaleur. Aussi, deux options principales s'offrent à nous : un montage avec isolation de côté et/ou avec éléments chauffants d'appoint (« *guard heaters* »).

##### **4.2.2.1 Montage avec isolation de côté seulement**

Lorsque qu'il est question d'un montage avec isolation de côté seulement, on fait référence à un montage qui ne possède pas de contrôle du flux de chaleur avec éléments de

chauffage d'appoint, tel qu'abordé plus loin. La figure suivante montre un exemple de montage cylindrique avec isolation de côté, pour un bon conducteur thermique.

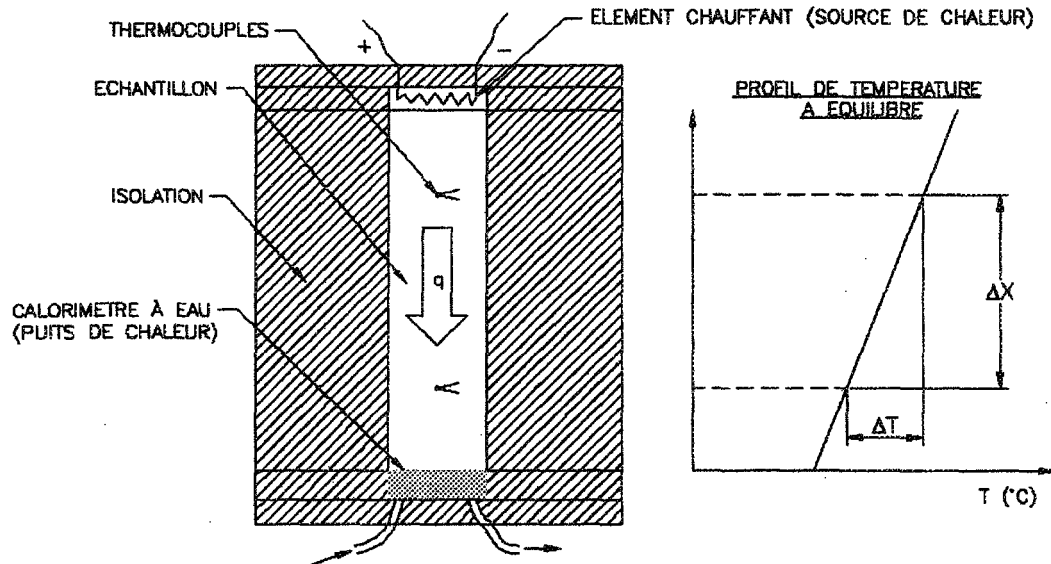


Figure 4.1 : Montage cylindrique avec isolation seulement (pour bon conducteurs)

Il est possible de voir sur la Figure 4.1 qu'un échantillon dont le rapport diamètre sur longueur est petit est utilisé dans le cas d'un bon conducteur dans le but d'avoir une différence de température assez grande entre les deux points de mesure. En effet, en augmentant l'écart de température mesurée, l'incertitude sur la mesure est minimisée. Il est également à noter que, en supposant une isolation parfaite, il devient facile de déterminer la conductivité thermique du matériau avec la loi de Fourier.

Dans le cas des matériaux qui sont de moins bon conducteurs thermiques, le même type de montage est utilisé mais avec des échantillons ayant un rapport diamètre sur longueur beaucoup plus grand (en forme de disque). En agissant ainsi, l'écart de température obtenu est du même ordre de grandeur qu'avec les matériaux bons conducteurs

et les pertes par les côtés sont minimisée en réduisant la surface de ces derniers ainsi que le temps d'atteinte du point d'équilibre. Si le disque est suffisamment large par rapport à son épaisseur, on peut considérer que le centre du disque se comporte comme une plaque infinie et que le champ de température n'est pas affecté par les pertes de chaleur latérales. Cependant, dans la réalité, aucune isolation n'est parfaite et le flux de chaleur mesuré, dans chacun des cas, ne sera jamais exactement le flux de chaleur qui passe par l'échantillon.

Il est possible d'obtenir de meilleurs résultats et de minimiser les pertes de chaleur en plaçant l'élément chauffant entre deux échantillons identiques de chaque côtés de ce dernier en prenant soin d'installer des puits de chaleurs identiques à l'autre extrémité de chaque échantillon. Un exemple d'un tel montage apparaît à la Figure 4.2.

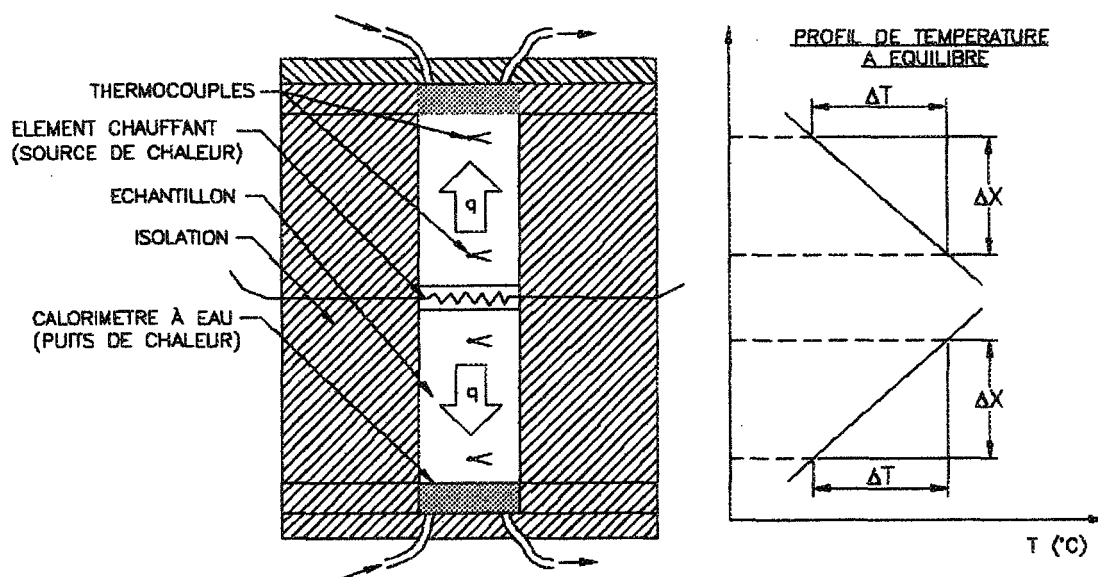


Figure 4.2 : Montage avec élément chauffant placé entre deux échantillons (bon conducteurs)

Avec un montage tel que montré à la Figure 4.2, il est possible d'obtenir deux valeurs de conductivité thermique avec un même essai et de minimiser les pertes de chaleur.

de l'élément. Ainsi, avec une bonne isolation des côtés, on devrait obtenir de meilleurs résultats avec un montage comme celui de la Figure 4.2 qu'avec un montage comme celui de la Figure 4.1, dû aux des pertes de chaleur de l'élément chauffant qui devraient être presque nulles, le flux de chaleur n'ayant d'autre choix que de passer par les échantillons.

Il est également possible de réaliser un montage qui utilise une méthode comparative pour déterminer le flux de chaleur tel que montré à la Figure 4.3.

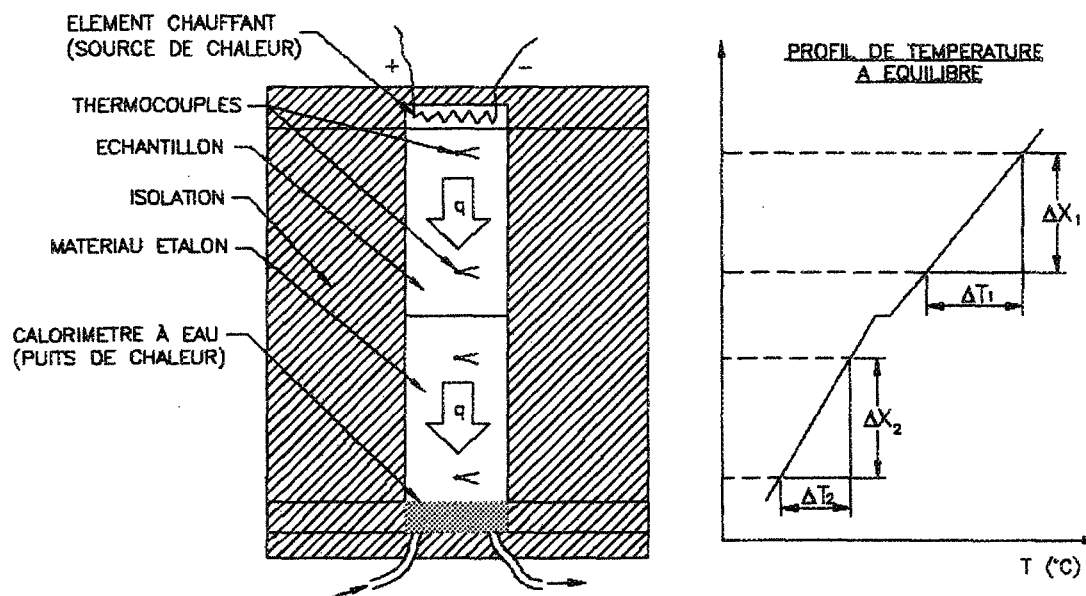


Figure 4.3 : Montage isolé avec mesure de flux à l'aide d'un matériau étalon

On utilise par la suite l'Équation 4.2 afin de calculer la conductivité thermique du matériau à caractériser. Dans un cas comme celui-ci, les points importants à surveiller sont la qualité de l'isolation des côtés, l'exactitude de la valeur de la conductivité thermique du matériau « étalon », l'exactitude des distances entre les points de mesure et la précision des mesures de températures de l'étalon et de l'échantillon.

Il est à noter que les montages avec isolation de côté seulement offrent de bien meilleurs résultats à basse et moyenne températures qu'à températures élevées, dû bien évidemment, aux pertes de chaleur qui deviennent plus importantes à mesure que la température augmente. Aussi, la mesure de la conductivité thermique de matériaux possédant une faible conductivité thermique est limitée à des matériaux qui sont bien meilleurs conducteurs thermiques que l'isolant utilisé pour empêcher les pertes de chaleur dans le montage.

#### **4.2.2.2 Montage avec éléments chauffants d'appoint (« guard heaters »)**

Les éléments chauffants d'appoint sont des éléments chauffants qui ne contribuent pas au flux de chaleur envoyé vers l'échantillon mais qui ne servent qu'à contrôler la direction de ce dernier en créant des surfaces adiabatiques. La Figure 4.4 montre le principe de contrôle de la direction du flux de chaleur avec des éléments chauffants d'appoint.

Comme il est possible de le constater, les éléments chauffants d'appoint servent à diriger le flux de chaleur et sont tous contrôlés indépendamment à partir de fluxmètres installés aux interfaces où l'on désire que le flux de chaleur soit nul. De cette façon, il est possible d'obtenir un profil de température uniforme à l'intérieur de l'échantillon dans la direction parallèle au flux de chaleur. Notons qu'il est préférable d'utiliser un tel système avec des matériaux dont la conductivité thermique n'est pas trop élevée afin d'obtenir de meilleurs résultats.

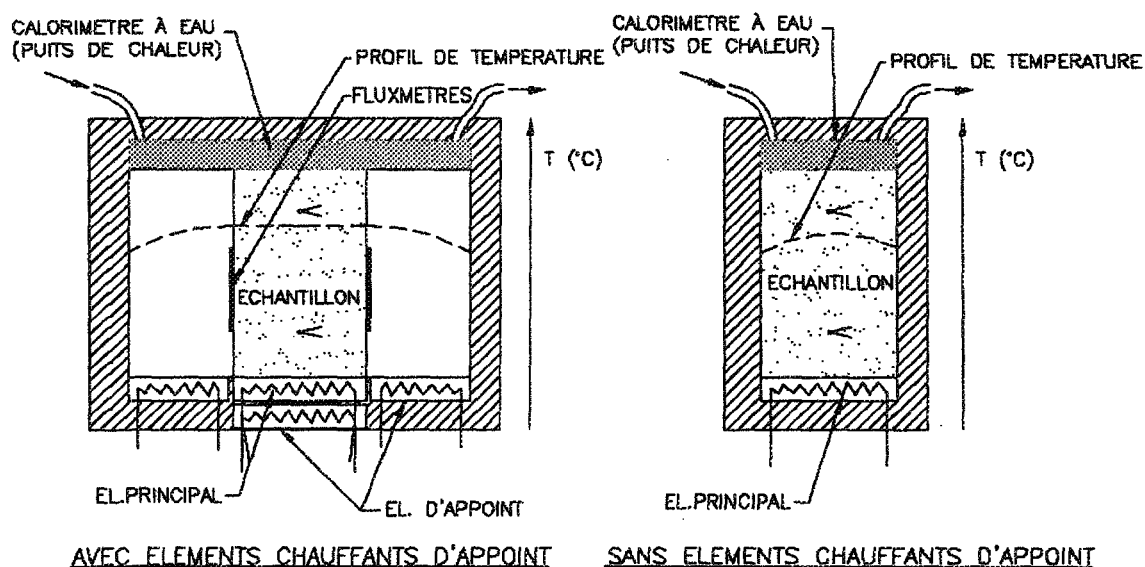


Figure 4.4 : Comparaison des profils de température avec et sans éléments chauffants d'appoint

Il existe une multitude de façons différentes de se servir des éléments chauffants d'appoint pour diverses applications dans divers montages. Par exemple, certains montages ne possèdent qu'un élément d'appoint sous l'élément principal afin de s'assurer que le flux de chaleur soit dirigé vers l'échantillon en entier. On peut également utiliser des éléments d'appoint entre deux échantillons identiques (ce qui permet de ne pas installer d'élément d'appoint sous l'élément principal). Il est aussi possible d'utiliser d'autres techniques en combinaison avec des éléments d'appoint comme par exemple l'utilisation d'un matériau « étalon ».

Cette technique est largement utilisée pour la précision de ses résultats à haute température. Cependant, le temps de mesure est long dû à la période de stabilisation des différents contrôles des éléments d'appoint. De plus, le coût d'un tel montage peut s'avérer très élevé de par tous les appareils de contrôle et de mesure qu'il nécessite.

Un tel système permet également de mesurer la conductivité thermique des matériaux isolants car la création d'un profil de température uniforme est possible ici grâce au fait que les surfaces adiabatiques de côté ne sont pas formées avec une isolation mais bien par des éléments chauffants dont la puissance est contrôlée.

#### 4.2.2.3 Application : Mesure de la conductivité thermique d'un liquide

Tel que cité plus haut, il est également possible de mesurer la conductivité thermique d'un liquide ou d'un gaz à l'aide d'un montage avec flux axial. À titre d'exemple, la Figure 4.5 nous montre un montage servant à mesurer la conductivité thermique d'un liquide.

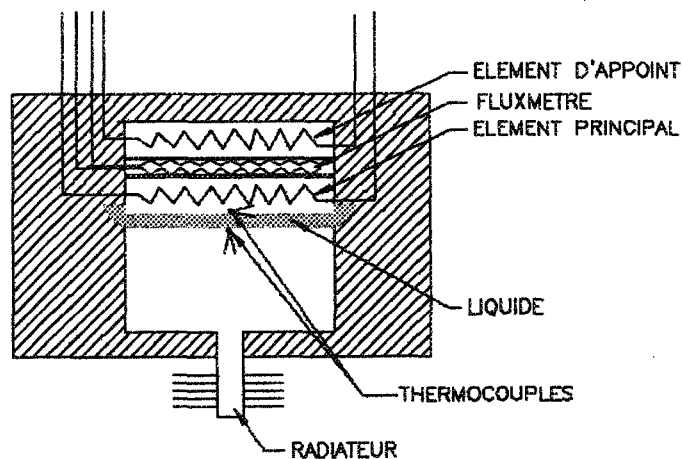


Figure 4.5 : Mesure de la conductivité thermique d'un liquide par flux axial

Il est à noter que le matériau dans lequel l'élément chauffant principal est emboîté ainsi que le matériau qui sert de puits de chaleur doivent être bons conducteurs thermiques afin que les mesures de températures soient les plus précises possibles. Il est aussi important que la couche test de liquide soit mince afin d'éviter la convection naturelle dans



cette dernière. En effet, en présence de convection, le transport de la chaleur n'est alors plus exclusivement fait par conduction à travers le liquide et on obtient alors des résultats erronés et surestimés.

#### **4.2.3 Mesure à partir d'un flux radial**

Une autre technique de mesure en régime établi consiste à forcer un flux de chaleur radial, ce qui implique que l'échantillon doit entourer la source de chaleur ou vice-versa. L'idéalisation d'un tel arrangement est un échantillon sphérique avec un élément chauffant au centre qui propage un flux de chaleur uniforme dans toutes les directions. Il n'y aurait alors aucune perte de chaleur et il serait possible de déterminer précisément la conductivité thermique d'un matériau.

Bien que ce type d'arrangement semble idéal, il est difficilement réalisable en pratique. En effet, il est tout d'abord difficile de produire un flux de chaleur parfaitement uniforme dans toutes les directions. Aussi, il est extrêmement difficile d'obtenir un échantillon ayant la forme d'une sphère creuse (ou pleine et instrumentée) parfaitement uniforme.

Ainsi, la plupart du temps, les mesures de conductivités thermiques réalisées à partir de flux radiaux sont effectuées sur des montages cylindriques. Un exemple de montage avec flux radial avec les extrémités isolées apparaît à la Figure 4.6.

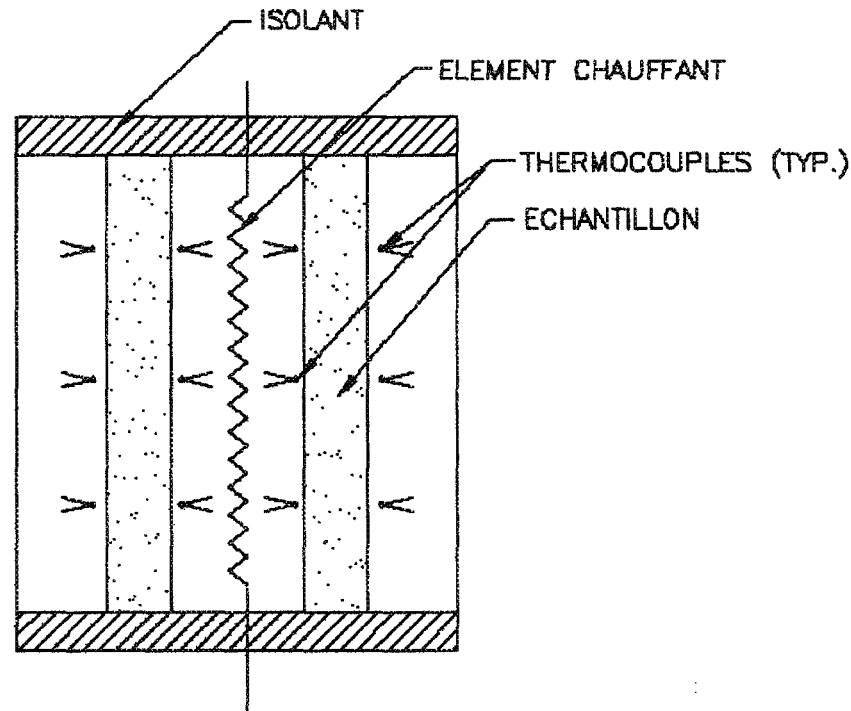


Figure 4.6 : Montage de mesure de conductivité thermique avec flux radial

Lorsque bien construit, ce type de montage permet des mesures d'une grande précision due au fait que les pertes de chaleur sont réduites au minimum et que l'on est ainsi capable d'obtenir une bonne évaluation du flux de chaleur. Cet exemple implique une mesure absolue du flux thermique et la conductivité thermique  $k$  est alors obtenue par :

$$k = q \frac{\ln(r_2/r_1)}{2\pi L(T_1 - T_2)} \quad \text{Équation 4.3}$$

Où  $k$  représente la conductivité thermique du matériau (en  $\text{W/k}\cdot\text{m}$ ),  $q$  le flux de chaleur envoyé à l'échantillon (en W),  $r_2$  et  $T_2$  le rayon et la température du point de rayon extérieur (respectivement en m et en K),  $r_1$  et  $T_1$  le rayon et la température du point de rayon intérieur (respectivement en m et en K) et  $L$  la longueur de l'échantillon cylindrique.

Cette technique de mesure est surtout employée pour la mesure de la conductivité thermique de matériaux granulaires, de poudres ainsi que pour d'autres échantillons de bonne taille pouvant adopter la forme voulue. Il est également possible d'installer des éléments chauffants d'appoint à chaque extrémité du cylindre afin d'encore mieux circonscrire le flux de chaleur en limitant les pertes de chaleur axiales. Le système de garde et le ratio longueur/diamètre doivent alors être adapté en fonction de l'ordre de grandeur de la conductivité à mesurer.

En utilisant un montage semblable à celui de la Figure 4.6, il est aussi possible de mesurer la conductivité thermique de liquides ou de gaz. En effet, si l'espace entre les parois des cylindres intérieurs et extérieurs sont assez rapprochés (afin d'éviter la convection naturelle) et si ces deux mêmes cylindres sont fabriqués avec un matériaux suffisamment bon conducteur pour éviter le plus possible les erreurs dans les lectures de température, il est possible de mesurer la conductivité thermique de gaz ou de liquides pour une large gamme de température.

Bien qu'étant de loin la plus populaire des méthodes à flux radial, la méthode utilisant une forme cylindrique n'est pas la seule façon de déterminer la conductivité thermique à partir d'un tel flux. En effet, bien que difficilement réalisable tel qu'écrit plus haut, il peut être possible de mesurer la conductivité thermique à l'aide d'un montage adoptant la forme d'une sphère creuse dans laquelle est placée une source de chaleur dont la puissance est connue. Un montage sans aucune perte de chaleur est alors obtenu et la conductivité thermique est alors donnée par :

$$k = q \frac{(1/r_1 - 1/r_2)}{4\pi(T_1 - T_2)} \quad \text{Équation 4.4}$$

où  $k$  représente la conductivité thermique du matériau (en W/k\*m),  $q$  le flux de chaleur envoyé à l'échantillon (en W),  $r_2$  et  $T_2$  le rayon et la température du point de rayon extérieur (respectivement en m et en K) et  $r_1$  et  $T_1$  le rayon et la température du point de rayon intérieur (respectivement en m et en K).

Il est également possible de mesurer la conductivité thermique en régime établi à l'aide d'arrangements ellipsoïdal dont qui ne sont pas traités ici.

Il est à noter qu'il est aussi possible d'employer, comme dans le cas des méthodes axiales, un matériau « étalon », i.e. une méthode comparative pour évaluer le flux thermique. Cependant, cette méthode est rarement utilisée parce qu'elle ne comporte pas d'avantages importants sur la méthode absolue.

#### 4.2.4 Chauffage direct

Une autre technique de mesure en régime établi est celle consistant à faire passer un courant électrique directement à travers l'échantillon à analyser dans le but de produire de la chaleur par effet joule. Cette méthode est évidemment réservée à des matériaux qui sont bons conducteurs électriques comme les métaux par exemple. Étant donné l'infinité de formes, de dimensions et de conditions aux limites possibles pour ce type d'arrangement, il est difficile de définir une équation unique nous permettant d'obtenir la conductivité thermique d'un matériau avec génération de chaleur interne. Cependant, il est possible,

pour des géométries et des conditions aux limites simples, de déterminer la conductivité thermique à l'aide de l'équation suivante :

$$\frac{\partial}{\partial x} \left( k \frac{\partial T}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left( k \frac{\partial T}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left( k \frac{\partial T}{\partial z} \right) = -\dot{q} \quad \text{Équation 4.5}$$

Qui est l'équation générale de la conduction avec génération de chaleur en régime établi où le terme  $\dot{q}$  représente la génération de chaleur interne (en  $\text{W/m}^3$ ).

La figure suivante montre un exemple de montage possible en utilisant une technique avec chauffage direct.

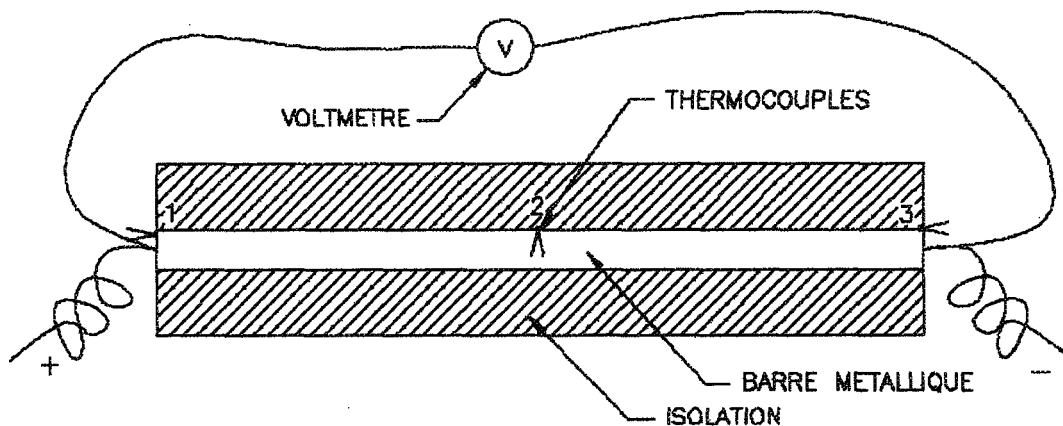


Figure 4.7 : Tige métallique isolée avec chauffage direct (produit par effet Joule)

Pour cet exemple, une isolation parfaite est considérée sur toute la longueur de la tige avec le flux de chaleur sortant uniquement par les deux bouts. On mesure la température aux extrémités et au centre de la tige. La chaleur générée dans la tige étant égale à la puissance électrique dissipée, on obtient l'équation suivante :

$$k = \frac{1}{8\rho} \frac{(V_1 - V_3)^2}{(T_2 - T_1)} \quad \text{Équation 4.6}$$

Où  $k$  représente la conductivité thermique du matériau,  $\rho$  sa résistivité électrique,  $V_1$  et  $V_3$  les voltages aux points 1 et 3 et  $T_1$  et  $T_2$  les températures aux points 1 et 2.

#### **4.2.5 Avantages et inconvénients des méthodes en régime établi**

Il est à noter que les commentaires qui suivent sont généraux et ne s'appliquent pas à un montage en particulier mais bien aux possibilités générales de la technique.

##### **4.2.5.1 Avantages**

Les montages utilisant les méthodes de mesure en régime établi permettent de mesurer la conductivité thermique des matériaux pour une large gamme de température, des plus basses aux plus élevées. De par l'importante variété de types de montages qu'il est possible de réaliser, ces techniques permettent de tester autant les bons que les mauvais conducteurs pour de nombreuses formes et dimensions. La préparation des échantillons est dans la plupart des cas assez facile et il est possible de déterminer la conductivité thermique de gaz, de liquides et de solides avec une bonne précision. Il peut également être possible de pouvoir déterminer la résistivité électrique des matériaux avec les mêmes types de montage.

##### **4.2.5.2 Inconvénients**

Parce que l'on doit attendre d'avoir atteint un équilibre thermique dans le système, les mesures en régime établi sont souvent longues. De par cette lenteur et parce que

certaines systèmes, comme ceux utilisant des éléments chauffants d'appoint, nécessitent un bon contrôle, ces montages peuvent parfois devenir très coûteux.

### 4.3 TECHNIQUES DE MESURE EN RÉGIME TRANSITOIRE

Dans ce type de techniques, la conductivité thermique est déterminée à partir de l'évolution de la température en fonction du temps. En effet, il est possible de calculer la diffusivité thermique à partir de ces données et, si on connaît la capacité thermique du matériau, on peut alors calculer sa conductivité thermique. L'équation de conduction de chaleur unidimensionnelle en régime transitoire se lit comme suit :

$$\rho c_p \left( \frac{\partial T}{\partial t} \right) = \frac{\partial}{\partial x} \left( k \frac{\partial T}{\partial x} \right) \quad \text{Équation 4.7}$$

En supposant la conductivité thermique constante à une température donnée, on obtient que la diffusivité égale à  $\alpha = \frac{k}{\rho c_p}$ . Ainsi, en résolvant l'Équation 4.7 pour les bonnes conditions aux limites et initiales, la diffusivité thermique du matériau est obtenue et il devient par la suite facile de calculer la conductivité thermique lorsque l'on connaît  $\rho$  et  $c_p$ .

Certaines techniques en régime transitoire offrent de plus la possibilité de déterminer la capacité thermique du matériau moyennant quelques efforts supplémentaires.

Avec les développements technologiques des dernières années, les techniques de mesure en régime transitoire se sont beaucoup développées et jouissent actuellement d'une popularité grandissante, notamment dû à la bonne qualité et à la bonne reproductibilité des

résultats ainsi qu'à la vitesse à laquelle il est possible d'obtenir de les obtenir. Parmi les techniques de mesure en régime transitoire les plus utilisées, on note entre autres la méthode « flash », la méthode du fil chauffant, la méthode de chauffage monotone, la méthode de chauffage comparatif et la méthode « step-wise cooling » pour ne nommer que celles –ci. Dans le présent chapitre, nous aborderons plus particulièrement les principes de fonctionnement des méthodes « flash » et de chauffage monotone.

#### **4.3.1 Méthode « flash »**

Une des méthodes transitoires les plus utilisées actuellement est sans contredit la méthode « flash ». Dans cette technique, des échantillons adoptant la forme de disques minces de petite dimension sont utilisés (ordre de grandeur d'une pièce de monnaie). Le principe de la technique consiste à chauffer un côté de l'échantillon à l'aide d'une impulsion lumineuse. Cette impulsion peut être produite à l'aide d'un « flash » photographique ou bien à l'aide d'un laser par exemple. Par la suite, l'évolution de la température en fonction du temps de l'autre côté de l'échantillon est mesuré et analysé. La Figure 4.8 montre schématiquement le principe de fonctionnement.

Avant l'émission du rayon lumineux, les deux faces de l'échantillon sont à la même température. Après le déclenchement de la lampe, une partie de l'énergie émise par ce dernier est absorbée par la face exposée de l'échantillon. La variation de température du côté froid en fonction du temps est alors enregistrée.



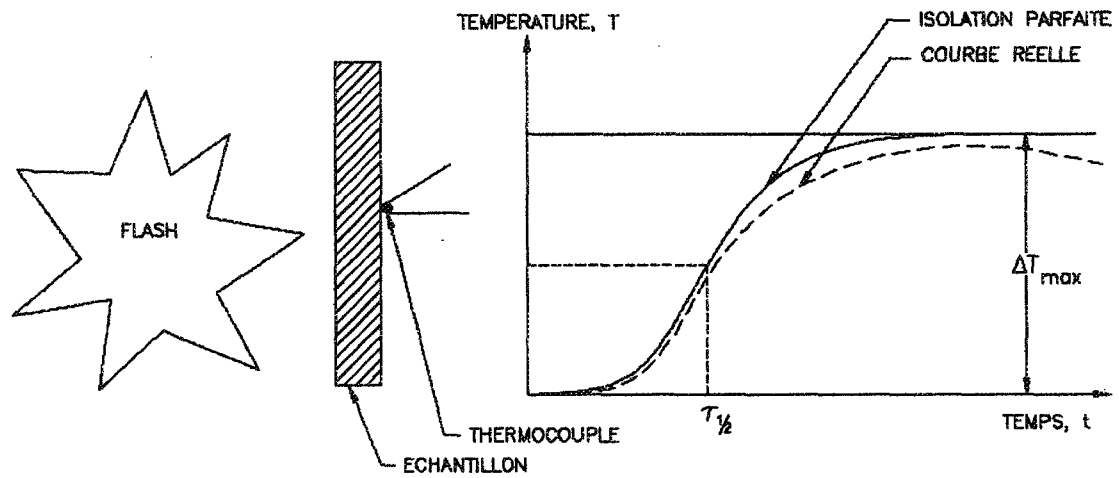


Figure 4.8 : Principe de fonctionnement de la méthode flash

En observant le graphique de la Figure 4.8, il est possible de voir que la température augmente de façon exponentielle jusqu'au moment où elle atteint un point d'équilibre partout à l'intérieur de l'échantillon. Dans un tel cas, la diffusivité thermique peut être calculée à partir de l'équation suivante, dérivée par *Parker et al.* (Kiss (1996)) :

$$\alpha = 1.37 \frac{\delta^2}{\pi^2 \tau_{1/2}} \quad \text{Équation 4.8}$$

Où  $\alpha$  représente la diffusivité thermique,  $\tau_{1/2}$  le demi-temps de montée et  $\delta$  l'épaisseur de l'échantillon. Le demi-temps de montée est en fait le temps que met l'échantillon à atteindre la moitié de l'augmentation de température maximale  $\Delta T_{\max}$ . Il est à remarquer que dans cette équation, la diffusivité thermique n'est fonction que d'une longueur et d'un temps et non pas de la température. En effet, la valeur de la température n'a pas d'importance car seulement le demi-temps de montée est requis. Il est donc important d'avoir des lectures de température précises mais pas nécessairement exactes. Il est également à noter que la mesure de la diffusivité est déterminée de façon absolue.

Cette équation ne s'applique cependant que dans le cas où l'échantillon serait parfaitement isolé, subissait une conduction unidirectionnelle et ne perdait aucune chaleur durant tout le temps de la montée de température. Or, il est évident qu'il s'agit ici d'une situation idéalisée qui se ne produit pratiquement jamais dans la réalité. En effet, plus le matériau sera bon conducteur, comme les métaux par exemple, plus le temps de montée sera court et moins il y aura de pertes de chaleur donc, plus le test se rapprochera de la situation idéalisée. À l'inverse, plus le matériau sera isolateur, plus le temps de montée sera long et plus il y aura perte de chaleur et par conséquent, inexactitude en utilisant la formule de *Parker* (Équation 4.8). Certaines techniques d'analyse permettent cependant de tenir compte de cette inexactitude dans l'utilisation de la méthode flash.

La méthode « flash » permet des mesures sur une large gamme de température autant pour les bons que les mauvais conducteurs. En effet, il suffit alors de placer le montage dans un four ou dans un refroidisseur et d'ajuster les dimensions des échantillons en conséquence. Il faut cependant s'assurer d'avoir un excellent contrôle de la température dans le but d'obtenir des mesures précises étant donné que l'on mesure de petits écarts de température.

#### **4.3.1.1 Mesure de la capacité thermique**

En utilisant un matériau étalon, il est aussi possible à l'aide de la méthode « flash » de déterminer la capacité thermique d'un échantillon. Pour ce faire, le matériau étalon doit être soumis au même « flash » que l'échantillon à tester dans le but de pouvoir déterminer

exactement l'énergie absorbée par l'échantillon lors de l'impulsion. Lorsque cette valeur est connue, la capacité thermique peut être calculée à partir de l'équation suivante :

$$\rho c_p = \frac{Q_0}{\delta A \Delta T_{\max}} \quad \text{Équation 4.9}$$

Où  $\rho$  représente la masse volumique,  $c_p$  la chaleur spécifique,  $Q_0$  l'énergie absorbée par l'échantillon,  $\delta$  l'épaisseur de l'échantillon,  $A$  l'aire de la surface réceptrice de l'échantillon et  $\Delta T_{\max}$  l'augmentation de température maximale à l'intérieur de l'échantillon.

Étant donné que nous connaissons la capacité thermique du matériau étalon, il est possible à l'aide de l'Équation 4.9 de trouver l'énergie absorbée par l'étalon. Puisque les deux matériaux ont été soumis au même flash, cette valeur est la même pour les deux et on a alors qu'à l'utiliser pour en déduire la capacité thermique de l'échantillon. Contrairement à la mesure de la diffusivité thermique, qui est absolue par la méthode flash, la mesure de la capacité thermique est une mesure comparative.

Parce que l'énergie absorbée par un matériau est fonction de son émissivité, l'échantillon et l'étalon doivent être recouverts d'une mince couche d'un enduit ayant l'émissivité la plus élevée possible (ex. : peinture noire) afin que les deux disques absorbent la même quantité d'énergie et aussi pour augmenter le transfert de chaleur.

#### **4.3.1.2 Points importants à retenir pour l'expérimentation**

Comme la technique demande des mesures précises autant en ce qui concerne les lectures de température que les lectures de temps, on se doit d'apporter une attention particulière à l'instrumentation qui sera intégrée au système. Plus le matériau sera bon conducteur et les échantillons petits, plus il sera important d'utiliser des thermocouples munis de fils fins afin de ne pas changer la capacité thermique du matériau ou de créer un puits de chaleur et ainsi changer le profil de température. Lorsque des métaux sont testés, les deux fils du thermocouple peuvent être connectés directement sur la surface afin d'obtenir la meilleure lecture possible. Lorsque des matériaux isolants sont testés, le côté froid doit être recouvert d'une mince couche métallique (ex. argent) sur lequel on connecte les deux fils. Il est à noter qu'il est également possible d'utiliser un pyromètre optique ou tout autre type de thermomètre répondant aux exigences afin de mesurer la température.

Aussi, lors de la préparation des échantillons, un soin particulier doit être pris afin que les deux faces soient parfaitement parallèles. Dans un cas où elles ne le seraient pas, le champ de température à l'intérieur du disque ne serait plus unidimensionnel et les hypothèses faites dans l'élaboration de la méthode ne tiendraient plus.

Un autre point important à considérer est la source lumineuse. En effet, cette dernière doit envoyer un faisceau uniforme sur toute la surface de l'échantillon et de l'étalon dans le but d'obtenir de bons résultats.

### 4.3.2 Méthode par chauffage monotone

Les essais par chauffage monotone sont la plupart du temps effectués sur des échantillons ayant la forme d'un cylindre creux. L'échantillon est alors chauffé à un taux constant (d'où le nom de chauffage monotone) à partir de son axe central ou à partir de sa surface extérieure et la température est mesurée en fonction du temps au centre et à la surface de l'échantillon. Il existe une multitude de configuration de montage, n'utilisant pas nécessairement un cylindre creux, qui évaluent la diffusivité thermique à partir de la résolution de l'Équation 4.7 pour différentes conditions aux limites. La figure suivante montre un exemple de montage par chauffage monotone.

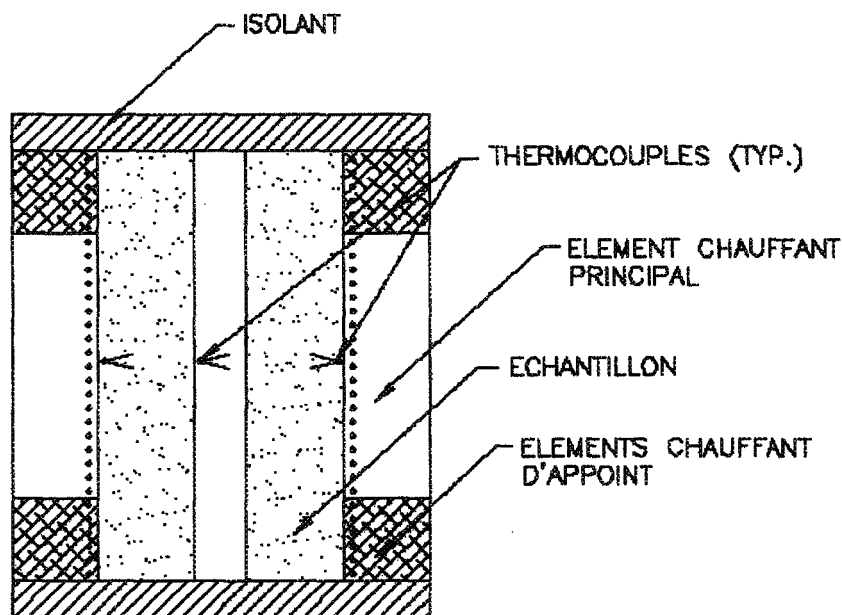


Figure 4.9 : Exemple de montage utilisant la méthode de chauffage monotone

Dans cet exemple, l'échantillon est chauffé à partir de sa surface extérieure et le montage est muni d'éléments chauffants d'appoint qui servent à contrôler le flux de

chaleur, tel que vu précédemment. Ce type de montage est plus approprié pour mesurer la conductivité thermique des matériaux isolants, spécialement des matériaux granulaires et des poudres parce qu'il est difficile d'obtenir des échantillons solides de la forme désirée. L'équation de conduction exprimée en coordonnées cylindrique est :

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \left( \frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} \right) \quad \text{Équation 4.10}$$

et la condition aux limites suivantes est appliquée:

$$T_{\text{surface}} = bt \quad \text{Équation 4.11}$$

où  $b$  représente le taux de chauffe (K/min). En résolvant l'équation et en faisant tendre le temps  $t$  vers l'infini, on obtient, après quelques manipulations, l'équation suivante :

$$\alpha = \frac{bR^2}{4\Delta T} \quad \text{Équation 4.12}$$

où  $\alpha$  représente la diffusivité thermique,  $b$  le taux de chauffe de l'extérieur de l'échantillon,  $R$  le rayon extérieur de l'échantillon et  $\Delta T$  la différence de température entre la surface et le centre de l'échantillon. Le graphique suivant montre le comportement de la température dans l'échantillon en fonction du temps lorsque soumis à une augmentation de température uniforme à sa surface extérieure.

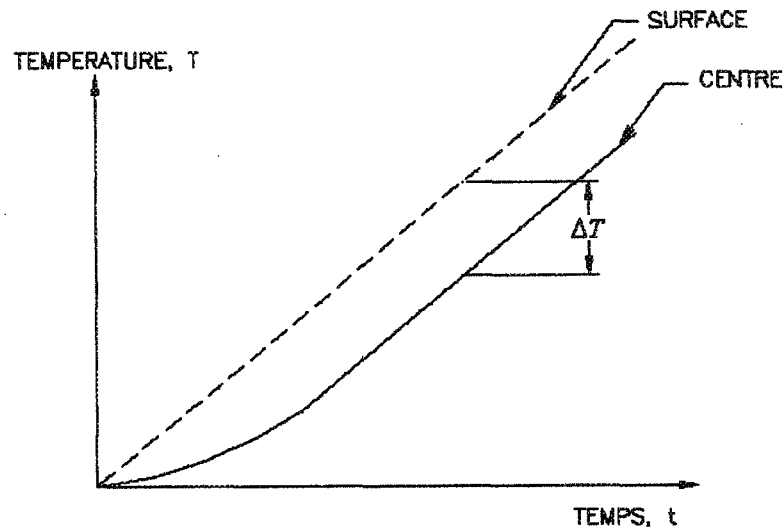


Figure 4.10 : Température en fonction du temps à la surface et au centre d'un échantillon

Comme il est possible de le voir sur le graphique, lorsque le temps tend vers l'infini, la différence de température entre le centre et la surface de l'échantillon est constant.

Cette technique permet d'obtenir des résultats à haute température et de vérifier la dépendance de la conductivité thermique par rapport à la température. De plus, des résultats de bonne qualité sont obtenus en relativement peu de temps. Il peut également être possible de déterminer d'autres propriétés thermiques avec cette méthode.

#### 4.3.3 Avantages et inconvénients des méthodes en régime transitoire

Il est à noter que les commentaires qui suivent sont généraux et ne s'appliquent pas à un montage en particulier mais bien aux possibilités générales de la technique.

#### **4.3.3.1 Avantages**

Le plus grand avantage des techniques de mesure en régime transitoire est sûrement la rapidité avec laquelle il est possible de réaliser les essais. Aussi, ces méthodes permettent habituellement de déterminer plus d'une propriété. De plus, il est possible de réaliser les essais sur de petits échantillons et sur une large gamme de température et avec une très bonne précision et reproductibilité.

#### **4.3.3.2 Inconvénients**

Étant donné que les propriétés sont déduites à partir d'équations analytiques, le traitement des données est souvent complexe et les montages nécessitent, dans la plupart des cas, un appareillage sophistiqué, donc habituellement coûteux. La préparation des échantillons pouvant parfois nécessiter une grande précision et beaucoup de raffinements, une quantité importante de travail risque d'être consacré à cet aspect.



## 5

# CONCEPTION DU MONTAGE EXPÉRIMENTAL

### 5.1 OBJECTIFS

L'objectif principal visé dans la conception du montage expérimental est la caractérisation thermoélectrique du lit de coke dans les mêmes conditions que celles présentes lors du préchauffage.

Plus spécifiquement, les objectifs visés au niveau de la caractérisation sont :

- Détermination de la conductivité thermique effective du lit de coke;
- Détermination de la résistivité électrique effective du lit de coke;
- Détermination des résistances de contact thermique et électrique entre le lit de coke et les blocs anodiques et cathodiques;
- Possibilité d'étudier l'effet d'homogénéité du chauffage.

Au niveau de la reproduction des conditions d'opération, les principaux paramètres dont il faut tenir compte sont :

- Températures atteintes au niveau du lit;
- Épaisseurs de mise en place;
- Coke utilisé (matériau de 1<sup>er</sup> chauffage);
- Interfaces entre le lit et les matériaux (utilisation des mêmes matériaux que ceux utilisés en usine);
- Densité de courant;
- Pression appliquée sur le lit.

## 5.2 PRÉSENTATION GÉNÉRALE

Le montage expérimental de *CAR*actérisation en *LAB*oratoire (*CARLA*) mis au point à l'Université du Québec à Chicoutimi (UQAC) tente de reproduire les conditions présentes lors du préchauffage au niveau de la température, de la pression mécanique appliquée, de la densité de courant, des matériaux présents aux interfaces et de l'épaisseur du lit de coke. Ainsi, l'échantillon de coke est placé sur un bloc cathodique. Par la suite, un bloc anodique de même dimension est déposé sur le lit de coke. Une pression suffisante est appliquée sur l'anode afin de reproduire la pression appliquée sur le lit en usine lors du préchauffage. Par la suite, un flux de chaleur est forcé à travers le lit de coke à l'aide d'un four localisé au-dessus de l'anode. Des essais pour déterminer la conductivité thermique en régime établi sont ainsi réalisés. La méthode utilisée pour déterminer la conductivité thermique du lit de coke, dans le cadre de la présente expérimentation, fait donc partie de la catégorie des techniques de mesure en régime établi, tel que vu au chapitre précédent.

Des électrodes sont branchées sur les blocs anodique et cathodique de manière à être en mesure de faire passer un courant électrique dans le lit de coke. Il est alors possible de réaliser des essais pour déterminer la résistivité électrique du lit de coke. Parallèlement, le passage du courant au travers du lit génère de la chaleur par effet Joule. Il est également possible, pour des conditions particulières qui sont expliquées un peu plus loin, de déterminer la conductivité thermique du lit et de calibrer le montage par la même occasion. La Figure 5.1 présente un schéma du montage.

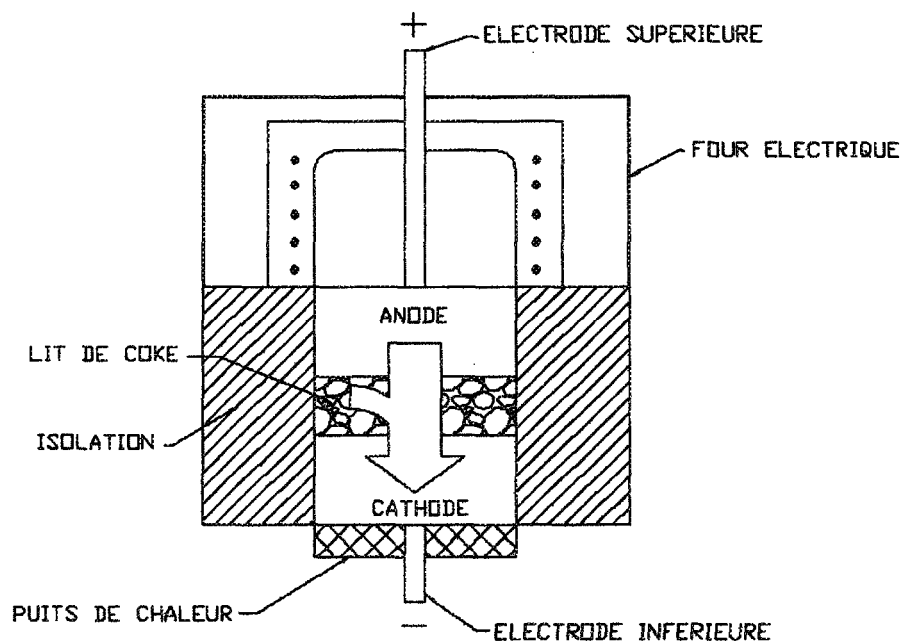


Figure 5.1 : Schéma de principe du montage

### 5.3 COMPOSANTES DU MONTAGE

#### 5.3.1 Description générale

Le cœur du montage expérimental est donc constitué d'un échantillon cylindrique de cathode sur lequel repose un lit de coke d'épaisseur variable sur lequel est à son tour déposé un échantillon cylindrique d'anode de même diamètre. Les blocs cathodiques et anodiques sont instrumentés de manière à être capables de mesurer la température et le potentiel électrique à plusieurs endroits à l'intérieur des blocs. Chaque bloc est fixé à une électrode servant à répartir le courant électrique et la chaleur uniformément à l'intérieur de ces derniers. Cet empilement est isolé thermiquement sur toute sa circonférence et le tout est contenu dans un boîtier métallique hermétique. Un système d'injection de gaz neutre est installé de façon à protéger les matériaux carbonés contre une éventuelle oxydation. La Figure 5.2 montre les éléments principaux du montage.

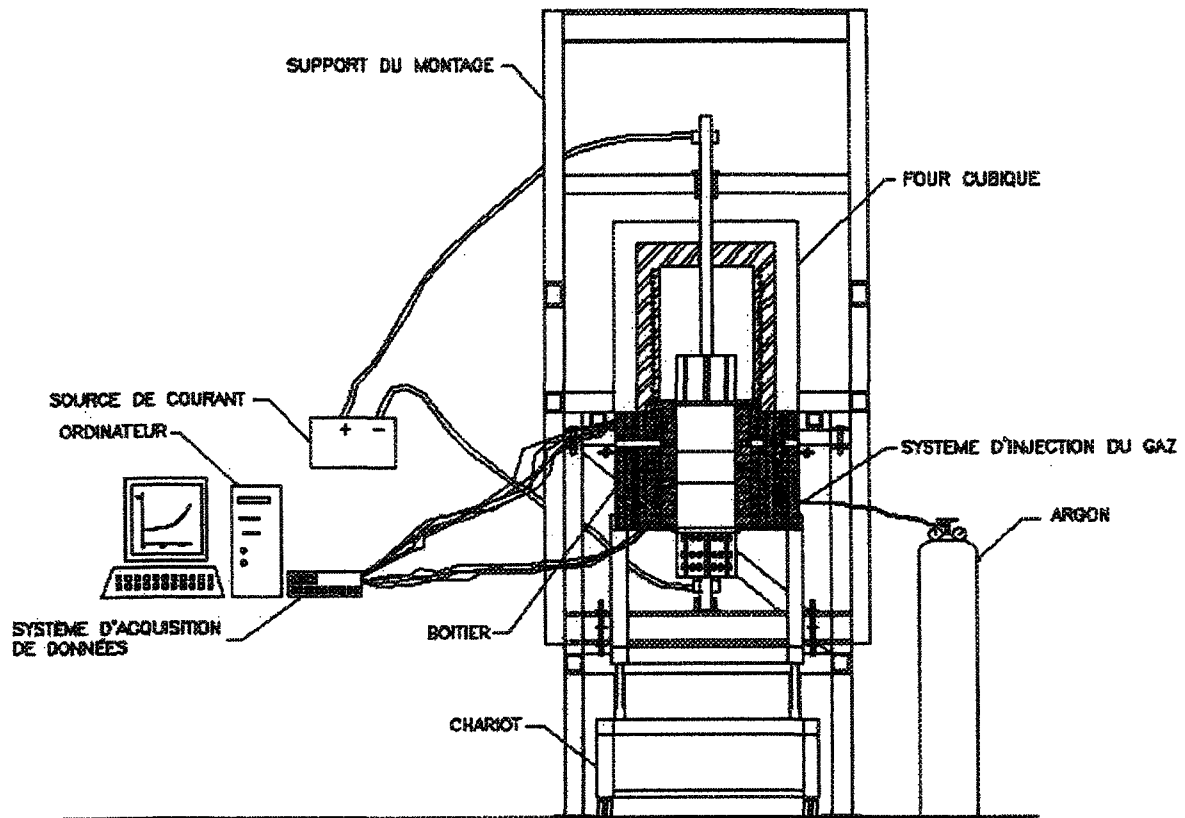
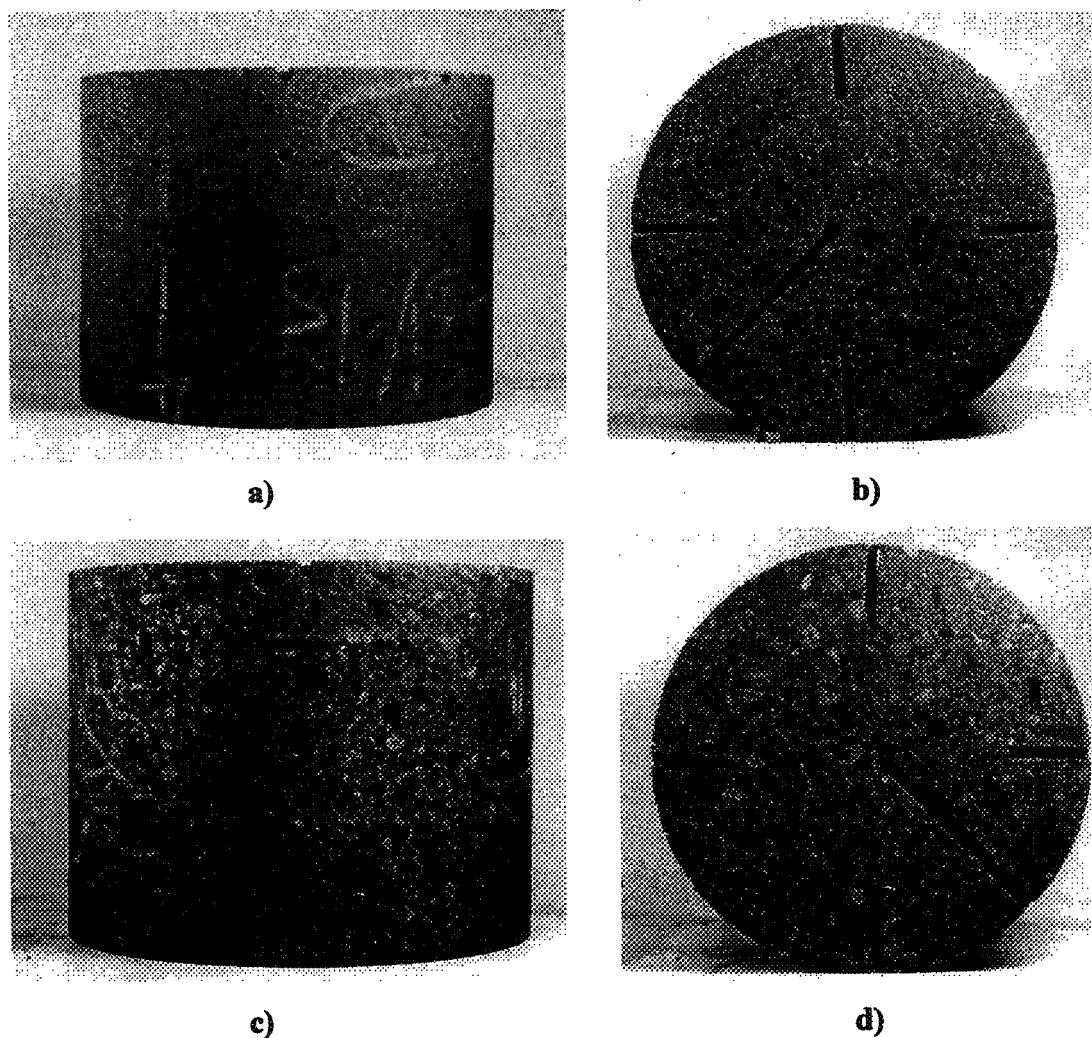


Figure 5.2 : Composition du montage expérimental CARLA

### 5.3.2 Blocs anodique et cathodique

Les échantillons de blocs anodiques et cathodiques ont été fournis par la compagnie Alcan Inc. (Alcan). Ces derniers ont été carottés à même des blocs anodiques et cathodiques neufs, tels que ceux utilisés à l'usine Grande-Baie, Société d'électrolyse et de chimie Alcan ltée. Chaque bloc a un diamètre de 195 mm pour une hauteur de 150 mm. Lors du carottage, trois échantillons de chaque matériau ont été prélevés advenant le cas où les blocs auraient à être remplacés. Chaque échantillon a été percé par les techniciens du Centre de recherche et développement Arvida (CRDA) selon un patron prédéterminé. Ainsi, dix (10) trous de 3,4 mm ont été percés à l'intérieur de chaque échantillon.

Les échantillons de blocs anodiques et cathodiques utilisés apparaissent à la figure suivante :



**Figure 5.3 : Échantillon de bloc anodique a) vue de profil, b) vue en plongée  
Échantillon de bloc cathodique c) vue de profil, d) vue en plongée**

Des électrodes faites d'acier inoxydable SS310 et munies d'ailettes servant à favoriser la distribution uniforme de la chaleur, de l'électricité et des contraintes pouvant survenir suite à l'expansion thermique des matériaux sont fixées à l'extrémité de chaque

bloc. L'électrode supérieure est fixée au bloc anodique au moyen d'une colle à base de graphite fournie par Alcan ainsi que par quatre (4) boulons, afin de soutenir le poids de ce dernier. L'électrode inférieure n'est fixée qu'à l'aide de la colle à base de graphite. De plus, cette dernière est solidement fixée au boîtier inférieur mais en est isolée électriquement et thermiquement. L'assemblage entre l'électrode et le boîtier est étanche.

### 5.3.3 Boîtier et isolation

Afin de faciliter les manipulations, l'empilement servant à caractériser le lit de coke est abrité dans un boîtier d'acier inoxydable constitué de deux parties : une partie inférieure et une partie supérieure. Ces deux parties sont assemblées ensemble à l'aide d'une bride munie d'un cordon d'étanchéité. La partie supérieure du boîtier est fixée au four de façon à être retirée facilement et est retenue par le support du montage. L'intérieur du boîtier est montré à la Figure 5.4. Afin d'obtenir un flux de chaleur unidirectionnel dans l'empilement, il est nécessaire de limiter au maximum les pertes de chaleur latérales. Cela est accompli au moyen d'un agencement de différents isolants. Les matériaux isolants sont disposés d'une façon précise, établie en fonction des caractéristiques recherchées dans le montage, surtout au niveau structural.

Ainsi, les blocs et le lit sont d'abord entourés sur toute leur circonférence par un isolant rigide *MT-29B*\* de 50 mm d'épaisseur, disposés sous formes d'anneaux de 25 mm de diamètre empilés autour des échantillons. Un feuillard métallique poli, fait d'Inconel, devant servir de barrière au rayonnement ainsi qu'à circonscrire le gaz neutre près des blocs

---

\* Dénomination commerciale, vendu par Pyrotek inc.

et du lit ceinture le tout. Un panneau d'isolant rigide *M-Board*<sup>\*</sup> est installé au bas de la partie supérieure du boîtier afin de maintenir en place les matériaux isolants contenus dans cette partie. Le reste de l'isolation est constitué de laine isolante *Kaowool*<sup>\*</sup> tel qu'illustré à la Figure 5.4.

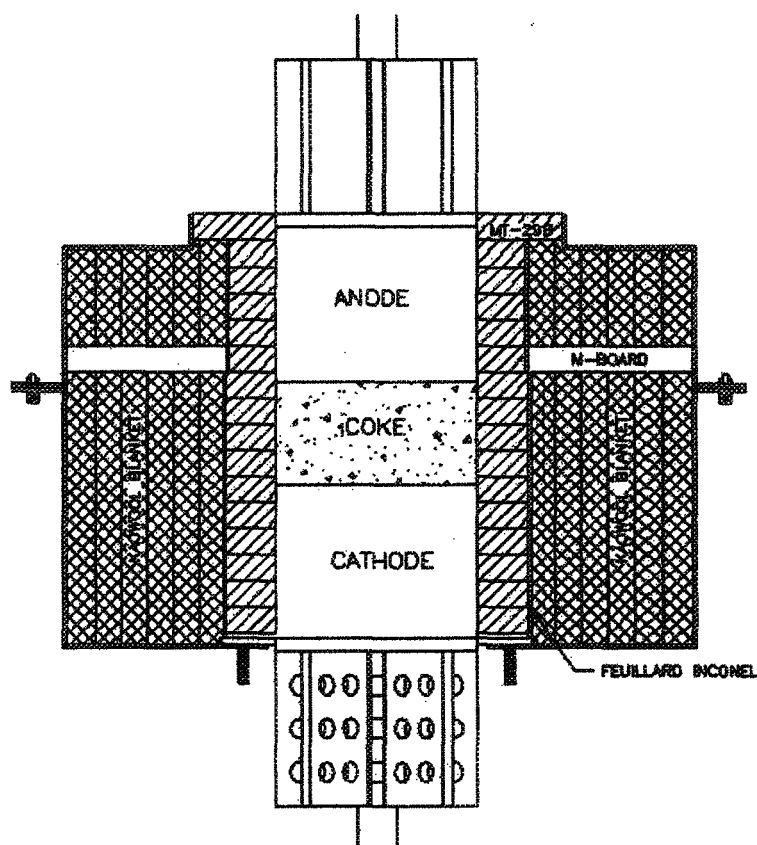


Figure 5.4 Vue en coupe - Boîtier du montage

### 5.3.4 Injection de gaz neutre

Dans le but de protéger les matériaux carbonés contre l'oxydation possible à haute température, un système d'injection de gaz neutre (argon) est présent à l'intérieur du montage. Pour les premiers essais effectués, une seule entrée de gaz a été installée à la base

<sup>\*</sup> Dénomination commerciale, vendu par Pyrotek inc.

du bloc cathodique. Par la suite, une deuxième entrée, localisée à l'interface entre les deux boîtiers a été mise en place. Le gaz arrivant par cette dernière entrée était chauffé afin de ne pas nuire à la reproductibilité des résultats obtenus par les premiers essais en refroidissant le bloc anodique. Le gaz parvient aux blocs au moyen d'un tube d'acier inoxydable, troué en plusieurs endroits, faisant un tour complet autour des échantillons. Les trous pratiqués dans le tube sont effectués de manière à ce que les jets de gaz ne soient pas dirigés vers les blocs, afin de prévenir tout entraînement d'air possible. En effet, comme le montage n'est pas sous vide, une certaine quantité d'air est emprisonnée dans les matériaux isolants et risque de venir attaquer le carbone des blocs et du lit de coke.

### **5.3.5 Support du montage**

Le support du montage est entièrement constitué d'acier. Il comporte un cadre rigide fixé à la structure principale, capable de reprendre d'importants efforts. La partie inférieure du cadre est constituée d'une poutre amovible reliée au chariot décrit dans la section suivante. Ce cadre servira éventuellement à réaliser des essais où des pressions mécaniques élevées sont nécessaires dans autre projet de caractérisation relié au projet START-Cuve. Dans le présent projet, le support sert également à supporter le four et la partie supérieure du boîtier ainsi qu'à servir de guide pour le chariot et la partie inférieure.

### **5.3.6 Chariot**

La partie inférieure du boîtier est montée sur un chariot mobile. La partie inférieure du cadre rigide du support du montage est également fixée sur ce chariot. Ce dernier est constitué de deux parties qui sont reliées entre elles à l'aide de tiges coulissantes. Il est



ainsi possible de faire monter ou descendre à l'aide d'un vérin mécanique la partie supérieure du chariot, sur lequel sont fixés les parties inférieures du cadre rigide et du boîtier. Ce système est essentiel afin de permettre la mise en place du lit de coke et l'accessibilité aux composantes. Le chariot sert également à faciliter l'ajustement des composantes avant l'assemblage et la mise en marche du système.

### 5.3.7 Source de courant

Lorsque mis sous tension, le montage est alimenté à partir d'une source de courant continu programmable à affichage digital de marque *Xantrex* d'une puissance nominale de 6000 W. La source est capable d'agir comme source de courant ou comme source de potentiel avec des capacités nominales respectives de 300 A et 20 V. Elle est branchée aux électrodes au moyen de connecteurs en laiton. Comme la section transversale du lit de coke possède une aire d'environ 300 cm<sup>2</sup> et que la densité de courant dans les cuves d'électrolyse est autour de 1 A/cm<sup>2</sup>, la source est en mesure de reproduire la densité de courant passant par le lit au moment du préchauffage.

### 5.3.8 Four cubique

Le four utilisé est un four cubique *Lindberg Blue* capable d'opérer à une température maximale de 1200°C. Le four est muni d'un contrôleur programmable qui assure la stabilité du four. Le four a été placé de manière à ce que la partie supérieure du boîtier s'insère dans son ouverture. De plus, un trou a été effectué dans la partie supérieure afin de laisser passer la tige de l'électrode supérieure.

## 5.4 INSTRUMENTATION

Les objectifs visés par le montage expérimental *CARLA* sont la caractérisation thermique et électrique du lit de coke et de ses interfaces de contact. À l'intérieur du montage, l'information nécessaire à la détermination de ces caractéristiques se limite à des lectures de température et de potentiel électrique à des endroits spécifiques. Ces données sont obtenues à l'aide de thermocouples gainés à soudure isolée de type N (Nicrosil-Nisil). En effet, les mesures de potentiel sont effectuées à partir de la gaine du thermocouple. Afin d'obtenir le potentiel électrique en un endroit précis, la gaine est isolée électriquement du montage et des blocs sur toute sa longueur excepté à l'extrémité, tel qu'illustré à la Figure 5.5. Cela permet d'obtenir, à l'aide d'un même instrument, des lectures de température et de potentiel aux mêmes points.

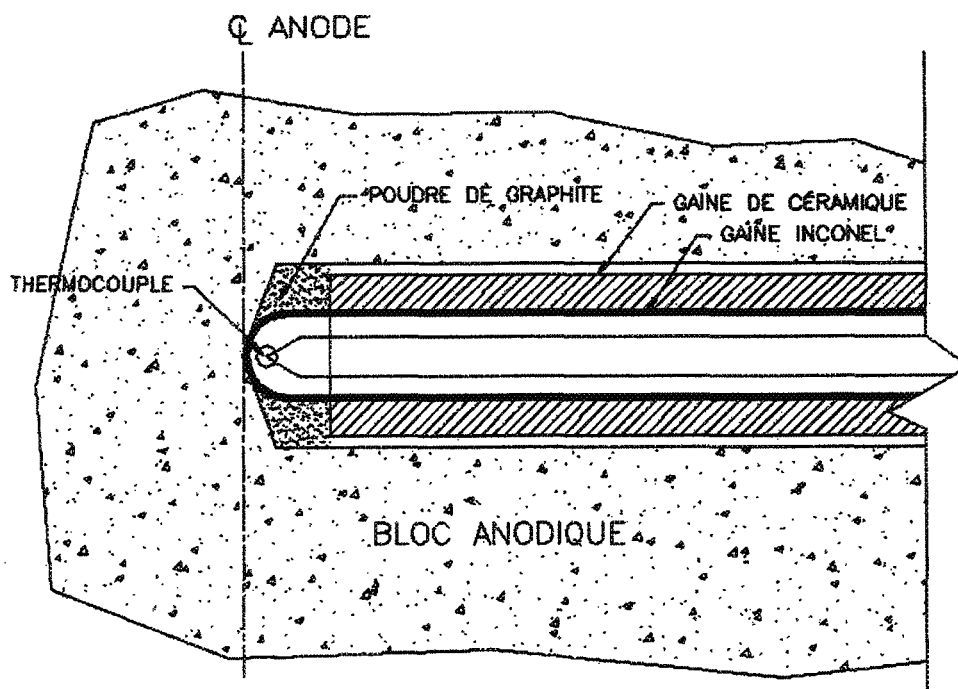


Figure 5.5 : Mesure de température et potentiel avec un thermocouple

Les thermocouples et les gaines sont branchés à un système d'acquisition de données *Agilent 34970A* contrôlé par ordinateur. Les mesures de la température ambiante, de la température de l'air près de l'électrode inférieure et de la température de chauffage de la deuxième entrée de gaz neutre sont également enregistrées à l'aide du système d'acquisition. L'évolution des données en cours d'acquisition peut être visualisée sur l'écran de l'ordinateur. La valeur du courant électrique dirigé dans l'échantillon est constante et peut être notée directement à partir de la source de courant. Il en est de même pour la température de consigne du four.

#### **5.4.1 Position des thermocouples**

Dans le montage expérimental, les thermocouples servent à la fois à mesurer la température et le potentiel électrique en un point précis tel qu'expliqué un peu plus haut. Ainsi, dix (10) thermocouples ont été insérés dans chacun des blocs, distribués sur quatre (4) niveaux de la manière qui suit.

Le premier niveau est la face d'un bloc en contact avec le lit de coke ; sur ce niveau, cinq (5) thermocouples sont installés dans le bloc, près de la surface. Les trois (3) autres niveaux sont localisés à intervalle régulier entre le niveau 1 et le bout du bloc. On retrouve trois (3) thermocouples sur le niveau 2 et un (1) thermocouple sur chacun des niveaux suivants. On retrouve donc un (1) thermocouple au centre du bloc sur chacun des niveaux. Ce sont ces derniers qui permettront de connaître le profil de température et de potentiel dans les blocs. Les autres thermocouples aux niveaux 1 et 2 servent à déterminer l'homogénéité du chauffage du lit et, indirectement de la distribution de courant ainsi qu'à

estimer les pertes latérales possibles. Les plans d'insertion des thermocouples sont présentés en annexe.

## 5.5 SIMULATION DU MONTAGE

Afin de valider la conception du montage par rapport aux distributions de températures dans le montage ainsi qu'au choix des matériaux utilisés, une simulation par éléments finis du montage simplifié a été réalisée. La géométrie du modèle a été réalisée à partir du logiciel de dessin assisté par ordinateur (DAO) *IronCAD*®. Cette dernière a par la suite été importée dans le logiciel *DesignSTAR*®, interface utilisant le logiciel d'éléments finis *COSMOS/M*® pour réaliser le maillage et la résolution du problème. La Figure 5.6 montre le résultat d'une analyse au niveau thermique. Les températures sont en °C.

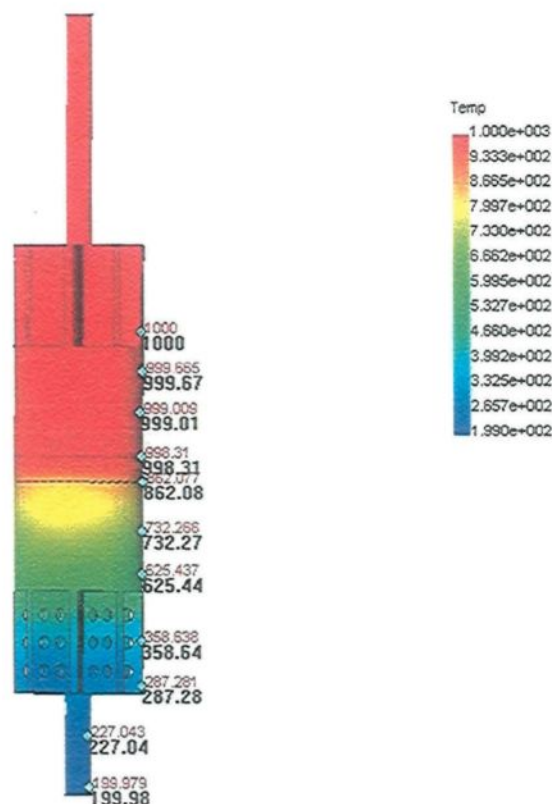


Figure 5.6 : Résultats de la simulation par éléments finis

Les conditions aux limites utilisées dans la simulation montrée sont les suivantes:

- Température de l'électrode supérieure uniforme et égale à 1000°C;
- Génération de chaleur à l'intérieur du lit ajustée pour obtenir un flux de chaleur nul dans le bloc anodique;
- Les blocs et le lit de coke sont isolés parfaitement dans la direction radiale;
- La température de l'air ambiant est de 20°C et le coefficient de transfert de chaleur à l'électrode inférieure est de 12 W/m<sup>2</sup>/K;

Pour la simulation, la conductivité des matériaux est considérée indépendante de la température. Les valeurs de conductivité utilisées pour les blocs anodiques et cathodiques ont été fournies par Alcan. La conductivité thermique du coke a été estimée selon les valeurs obtenues par Lutkov *et al.* (1973).

Les résultats des simulations avec le modèle montrent que les gradients de température à l'intérieur des blocs devraient être suffisants pour obtenir des valeurs de conductivité thermique de bonne qualité. Aussi, la conception de l'électrode inférieure est adéquate pour obtenir une distribution de température uniforme à l'intérieur du bloc cathodique. Les températures maximales obtenues par simulation permettent de conclure à une sélection adéquate des matériaux.

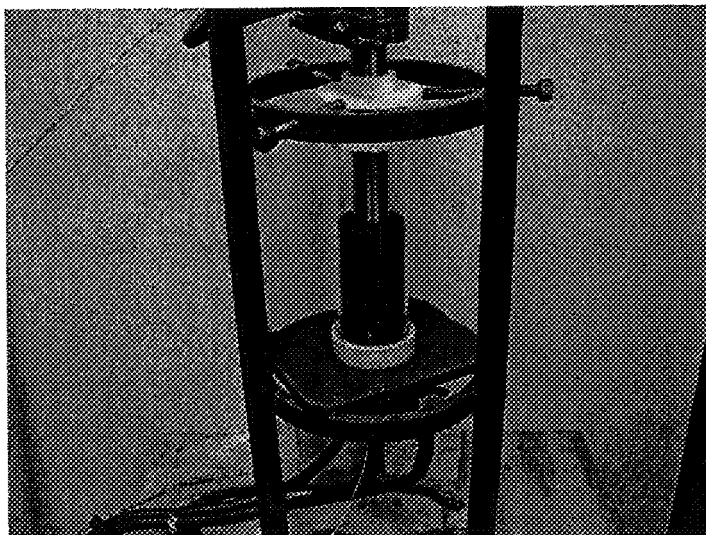
Le montage a également été simulé numériquement (Goulet *et al.* (2003)) à l'aide du logiciel d'analyse par élément fini ANSYS®. Les résultats obtenus montrent également une bonne corrélation avec les résultats expérimentaux.

## 5.6 MAQUETTE DE VISUALISATION

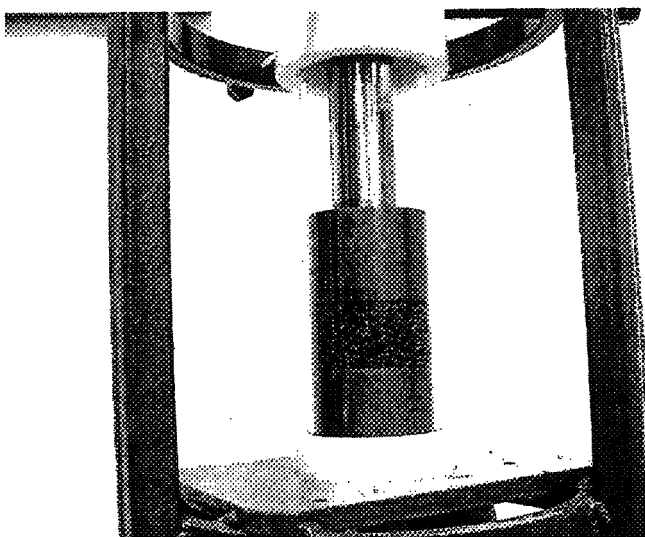
Une maquette de visualisation du chauffage du lit de coke a été réalisée en marge du montage expérimental *CARLA*. Cette maquette a été conçue avec comme objectifs de :

- Visualiser la mise sous tension du coke sur toute l'épaisseur de l'échantillon;
- Observer la distribution de température à l'intérieur du lit de coke (au moyen d'une caméra infrarouge);
- Effectuer des essais sur la résistivité électrique du matériau à plus petite échelle et en fonction de la pression.

Elle est constituée de deux blocs de graphite cylindriques servant d'anode et de cathode qui sont reliés à des électrodes métalliques. Les électrodes sont reliées à une source de courant continu. Un échantillon de coke d'épaisseur variable et d'un diamètre de 70,3 mm est déposé entre les deux blocs de graphite. Le tout est contenu dans un tube de quartz (silice fondue) maintenu en place à l'aide d'un support métallique. Le quartz est utilisé ici pour ses qualités optiques par rapport au rayonnement infrarouge et pour sa résistance à l'exposition à des températures élevées. Des thermocouples servent à lire la température à la surface du bloc inférieur et au centre du lit. La différence de potentiel à l'intérieur du lit est mesurée à partir des deux électrodes. De plus, il est possible de réaliser des essais de résistivité électrique en fonction de la pression mécanique. Il est en effet possible d'appliquer une pression mécanique supplémentaire au lit tout comme il est possible de le décharger au moyen d'un système de contrepoids et de poulies. La maquette apparaît à la Figure 5.7.



a)

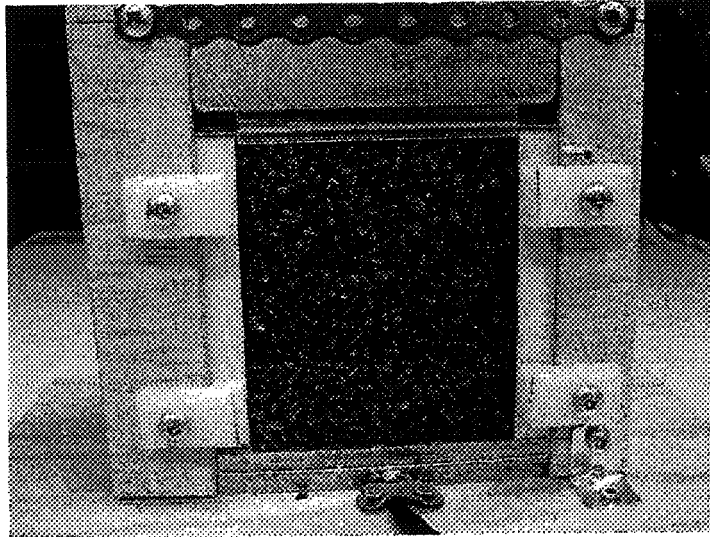


b)

**Figure 5.7 : Maquette de visualisation du chauffage du lit de coke**

## **5.7 MONTAGE DE VISUALISATION QUASI 2D**

Dans le but de vérifier la présence de chemins de conduction électrique préférentiels à travers le lit de coke, un montage de visualisation quasi bidimensionnel a été construit. Le montage apparaît à la Figure 5.8.



**Figure 5.8 : Montage de visualisation quasi 2D**

Le lit dans le montage a une épaisseur de 5 mm, une hauteur de 95 mm et une largeur de 80 mm. Le lit est retenu à l'avant par une fenêtre de silice fondue d'une épaisseur de 3 mm qui transmet le rayonnement visible ainsi que l'infrarouge de longueur d'onde plus basse que 3  $\mu\text{m}$ . Des électrodes de laiton forment les limites inférieures et supérieures du lit. L'électrode inférieure est fixe alors que l'électrode supérieure est mobile. Il est donc possible de faire varier la pression sur l'échantillon. Les deux électrodes sont reliées à une source de courant continue. Les chemins de conduction préférentiels sont par la suite observés à l'aide d'une caméra à infrarouge lorsque le lit est mis sous tension.



## 6

# CONSTRUCTION DU MONTAGE EXPÉRIMENTAL

### 6.1 GÉNÉRALITÉS

Le montage expérimental *CARLA* décrit au chapitre précédent a été entièrement conçu à l'UQAC. Une attention particulière a été portée à la réalisation de certaines étapes clés pendant la construction afin d'obtenir des résultats de qualité. Des descriptions des étapes les plus importantes de la construction sont présentées à l'intérieur de ce chapitre.

### 6.2 CHOIX DES THERMOCOUPLES

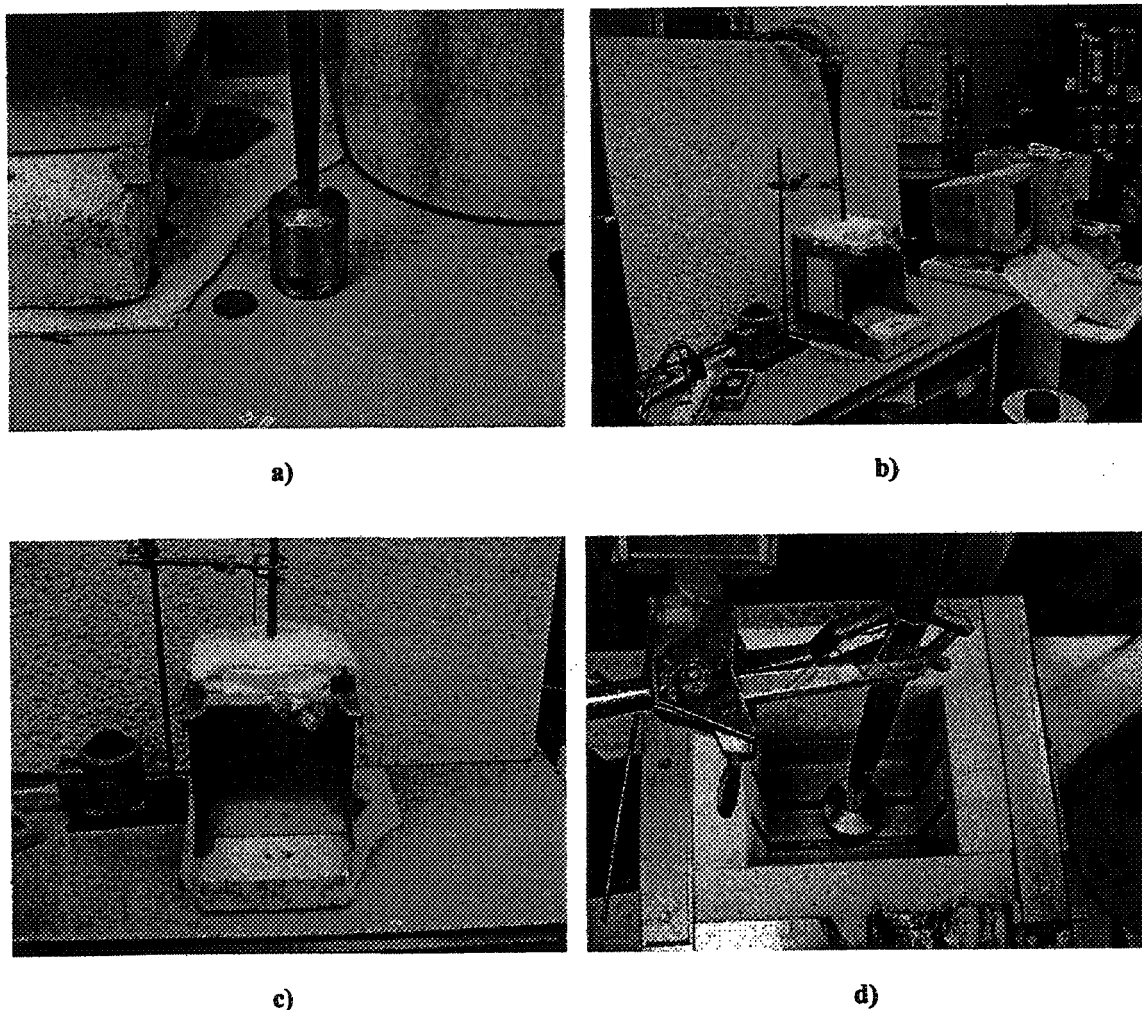
Les thermocouples utilisés dans le montage expérimental sont des thermocouples gainés en *Inconel* à soudure isolée de type « N » (Nicrosil-Nisil) de 1,6 mm de diamètre. L'incertitude de mesure absolue de la température de ces thermocouples, telle que fournie par le manufacturier, est de 2,2°C ou 0,75 % de la lecture, selon la plus grande des deux valeurs. Les mesures de température réalisées dans le montage commandent un bon niveau de précision au niveau de la température relative entre les thermocouples. En effet, l'exactitude de la mesure de flux thermique est liée à l'exactitude des différences de température lues entre les différents thermocouples et non pas à la valeur de la température absolue. Dans les faits, un ensemble de thermocouples pourrait présenter une grande incertitude de lecture par rapport à la température absolue et on pourrait tout de même obtenir des mesures de flux précises, pourvu que l'incertitude relative entre les lectures des thermocouples soit faible.

Afin d'être en mesure de réduire au minimum l'incertitude de lecture relative entre les thermocouples utilisés dans le montage expérimental, une sélection a été effectuée parmi un échantillon de thermocouples plus important que le nombre nécessaire pour les besoins du montage.

Le bloc anodique a été instrumenté de 10 thermocouples tout comme le bloc cathodique. Dans le processus de sélection, 50 thermocouples ont été utilisés afin de choisir ceux qui présentaient la plus faible incertitude de lecture entre eux, surtout à haute température.

### **6.2.1 Montage expérimental**

Les 50 thermocouples de type « N » ont été insérés de manière serrée dans un bloc de cuivre d'un diamètre extérieur d'environ 50 mm (voir Figure 6.1a)). Les thermocouples ont été placés de façon à ce que l'extrémité contenant la soudure de chaque thermocouple soit en contact direct avec le bloc de cuivre. Ces derniers étaient assez près les uns des autres pour être considérés comme étant dans des conditions isothermes. Le bloc a été placé dans un petit four expérimental contrôlé au moyen d'un variateur de tension ( voir Figure 6.1b)). Les thermocouples ont par la suite été branchés à un système d'acquisition de données externe contrôlé par un ordinateur.



**Figure 6.1:** a) Bloc de cuivre utilisé pour créer un milieu isotherme, b) Montage expérimental, c) Four utilisé pour le test, d) Vue à l'intérieur du four avant chauffage

### 6.2.2 Expérimentation

Trois (3) essais à des températures différentes ont été réalisés sur le montage. Lors du premier essai, la température à l'équilibre a été établie à environ  $580^{\circ}\text{C}$  pour un voltage, contrôlé par le variateur de tension, aux environs de 80 V. Le deuxième essai a été conduit aux environs de  $1015^{\circ}\text{C}$  sous une tension d'environ 120 V. Le dernier essai a été réalisé aux environs de  $700^{\circ}\text{C}$  sous une tension d'environ 95 V.

### 6.2.3 Résultats

À chaque pas de temps prédéterminé, la lecture de la température de chacun des 50 thermocouples a été enregistrée. À partir des résultats obtenus, la moyenne et l'écart type ont été déterminés pour plusieurs pas de temps, pour chacun des essais. Les thermocouples dont l'écart par rapport à la moyenne des mesures prises par l'ensemble des thermocouples pour un pas de temps donnée était plus petit que l'écart type calculé pour ce même pas de temps se sont vus attribués une valeur relative de 1. Ceux dont l'écart par rapport à la moyenne était plus grand que l'écart type se sont vu attribués la valeur 0. L'exercice a été effectué pour plusieurs pas de temps, pour chacun des essais, pour un total de 48. La somme du pointage obtenu pour chaque thermocouple pour l'ensemble des essais a été additionnée et est résumée dans le Tableau 6.1 :

**Tableau 6.1: Pointage total obtenu pour chacun des thermocouples**

Température	# 1	# 2	# 3	# 4	# 5	# 6	# 7	# 8	# 9	# 10
500°C	15	10	0	15	15	0	15	0	15	15
700°C	15	15	8	15	15	15	15	0	15	15
1000°C	18	18	2	18	18	18	18	0	17	18
TOTAL	48	43	10	48	48	33	48	0	47	48

Température	# 11	# 12	# 13	# 14	# 15	# 16	# 17	# 18	# 19	# 20
500°C	15	15	15	15	15	15	0	15	0	8
700°C	5	15	0	15	12	15	2	15	0	0
1000°C	18	18	18	18	18	18	0	18	0	0
TOTAL	38	48	33	48	45	48	2	48	0	8

Température	# 21	# 22	# 23	# 24	# 25	# 26	# 27	# 28	# 29	# 30
500°C	15	14	15	15	13	15	0	6	15	11

700°C	15	15	3	15	0	15	6	15	15	0
1000°C	18	18	0	18	0	18	0	18	18	1

TOTAL      48      47      18      48      13      48      6      39      48      12

Température	# 31	# 32	# 33	# 34	# 35	# 36	# 37	# 38	# 39	# 40
500°C	0	0	0	15	15	0	15	15	5	15
700°C	7	0	0	15	1	15	15	15	0	15
1000°C	0	0	0	18	0	14	18	18	1	12

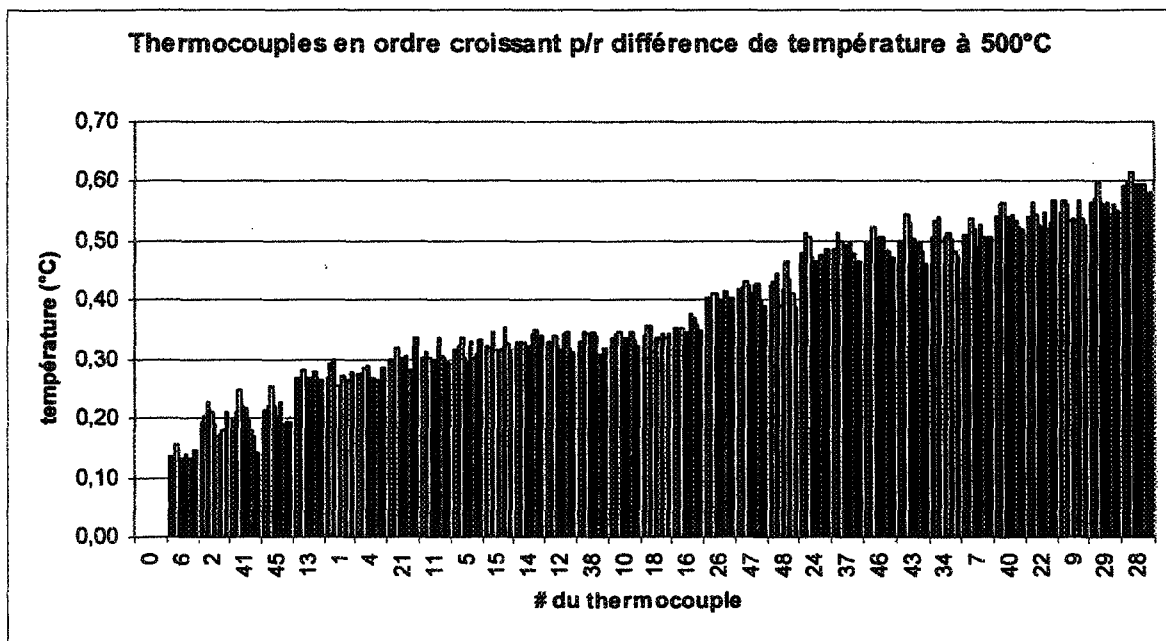
TOTAL      7      0      0      48      16      29      48      48      6      42

Température	# 41	# 42	# 43	# 44	# 45	# 46	# 47	# 48	# 49	# 50
500°C	5	12	15	12	12	15	15	15	13	0
700°C	15	0	11	0	15	15	12	15	0	0
1000°C	18	0	18	1	8	18	18	18	0	0

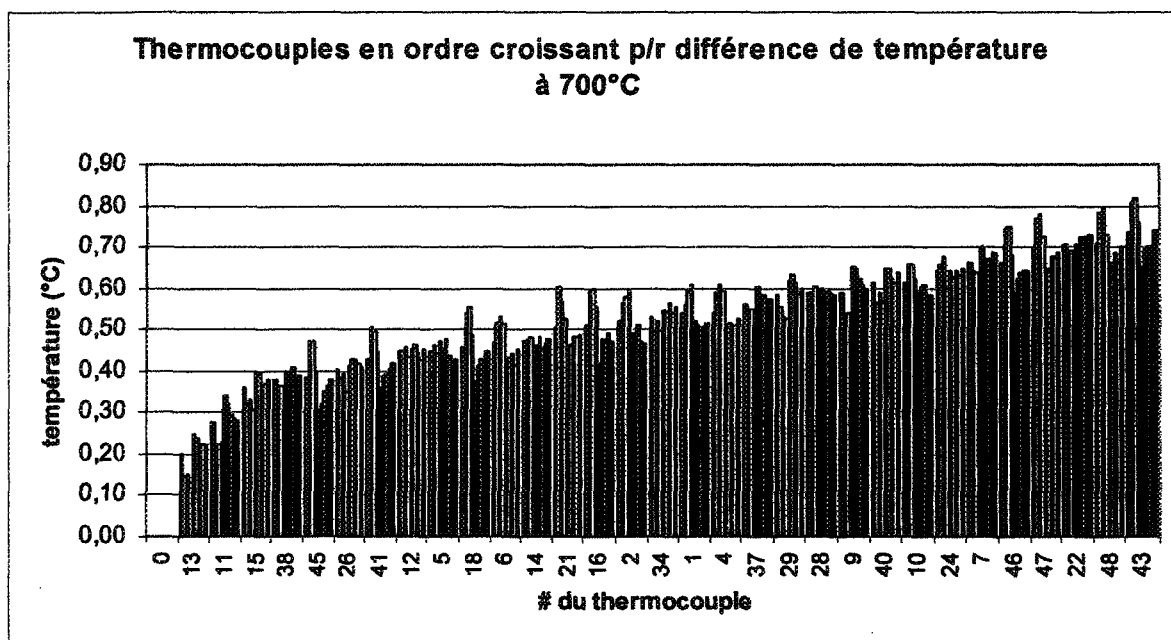
TOTAL      38      12      44      13      35      48      45      48      13      0

Cet exercice a été effectué dans le but de rejeter dès le départ les thermocouples ne présentant pas les qualités requises, c'est à dire un faible écart de lecture par rapport aux autres thermocouples et une bonne reproductibilité pour différentes températures. Ainsi, les thermocouples présentant un total de moins de 30 points ont été rejetés. Un total de 19 thermocouples a ainsi été mis de côté.

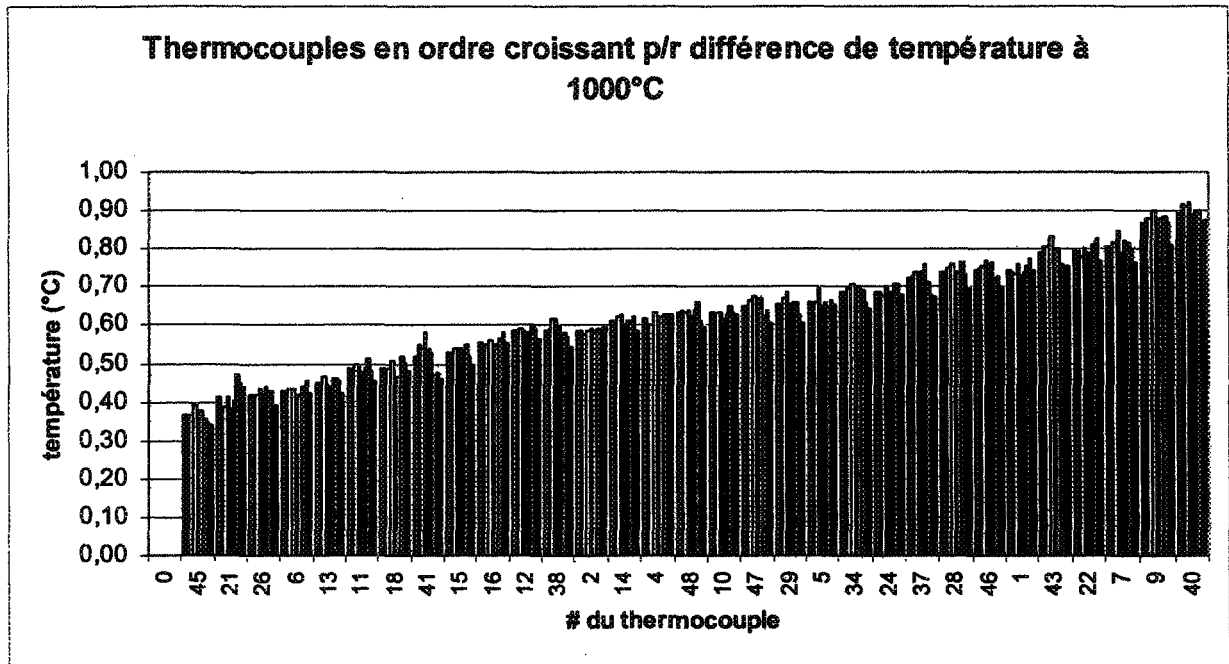
Les thermocouples présentant un total de plus de 30 points ou plus ont été comparés entre eux, au moyen de graphiques de type histogrammes à bande, par rapport à une température commune fixée arbitrairement. Ces graphiques sont présentés ci-dessous.



**Figure 6.2: Histogramme des lectures des thermocouples par rapport à une température de référence aux environs de 500°C**



**Figure 6.3 : Histogramme des lectures des thermocouples par rapport à une température de référence aux environs de 700°C**



**Figure 6.4 : Histogramme des lectures des thermocouples par rapport à une température de référence aux environs de 1000°C**

À partir de ces graphiques, les 20 thermocouples présentant le moins de différences entre eux pour chacun des paliers de température ont été sélectionnés. Parmi ces 20 thermocouples, les 8 thermocouples présentant les meilleures caractéristiques entre eux ont été sélectionnés pour être insérés au centre des blocs, où les mesures sont les plus critiques. Les autres thermocouples ont été séparés en paires et placés dans les blocs de façon à ce que les thermocouples localisés les plus près les uns des autres présentent le plus faible écart moyen possible.

### 6.2.4 Évaluation de l'incertitude

En calculant l'écart type des thermocouples qui ont été sélectionnés pour être placés au centre des blocs, c'est-à-dire ceux par lesquels seront extraits les valeurs principales recherchées dans l'expérimentation, les résultats présentés au Tableau 6.2 sont obtenus.

Tableau 6.2 : Écart-type moyen calculé pour les trois essais

Température moyenne	Écart type maximal
575°C	0,02 °C
658°C	0,13 °C
1015°C	0,04 °C

Ces valeurs représentent l'écart type maximal obtenu entre les lectures des thermocouples sélectionnés, évalué pour plusieurs pas de temps, pour chaque niveau de température testé. Ces valeurs représentent donc la meilleure estimation de l'incertitude sur la mesure de température d'un thermocouple. Comme les valeurs de température absolues ne sont pas nécessaires pour la détermination de la conductivité thermique, les possibilités d'incertitudes systématiques n'ont pas été évaluées. Les incertitudes sont donc considérées comme indépendantes et aléatoires.

Ainsi, suivant la formule de propagation des incertitudes pour une somme, la valeur de l'incertitude qui sera attribué aux thermocouples pour chaque différence de température  $\Delta T$  calculée à partir du montage en considérant l'écart type maximal enregistré sera de  $\sqrt{0,13^2 + 0,13^2} = 0,18^\circ\text{C}$ . Cette valeur est celle utilisée pour le calcul de l'incertitude sur conductivité thermique du bloc cathodique et sur la conductivité thermique équivalente du lit de coke.



### 6.2.5 Changement du bloc anodique

Suite au 1<sup>er</sup> essai réalisé avec le four à 1000°C, le bloc anodique et les thermocouples qui s'y trouvaient ont subi d'importants dommages ont dû être remplacés. Ainsi, dix (10) nouveaux thermocouples ont été choisis pour être insérés dans le bloc. Les thermocouples sélectionnés ont été choisis à même les thermocouples qui n'avaient pas été retenus lors de la première sélection. Ces derniers possèdent donc une erreur de lecture entre eux différente de ce qui a été déterminé précédemment. Ainsi, le même exercice a été réalisé pour évaluer la nouvelle erreur maximale sur  $\Delta T$ . Les résultats apparaissent aux tableaux suivants :

Tableau 6.3 : Anode 2 : Écart-type moyen calculé pour les trois essais

Température moyenne	Écart type moyen
575°C	0,17 °C
658°C	0,22 °C
1015°C	0,21 °C

Tableau 6.4 : Anode 2 : Écart de température maximal calculé pour les trois essais

Température moyenne	Écart maximal calculé
575°C	0,55 °C
658°C	1,25 °C
1015°C	0,63 °C

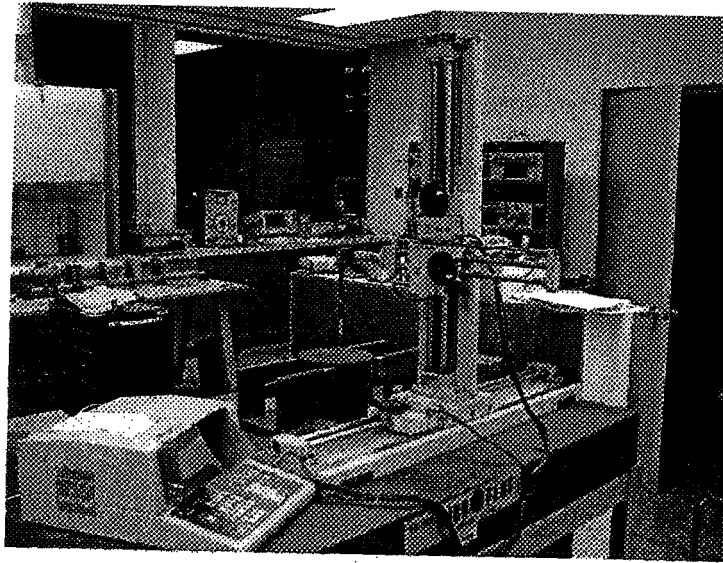
Comme il est possible de le remarquer, l'écart maximal calculé est plus élevé que ce qui a été déterminé précédemment. Cela aura cependant peu d'influences sur l'erreur de calcul sur les mesures étant donné que le flux est déterminé à partir du bloc cathodique.

### 6.3 MESURE DE LA GÉOMÉTRIE DES BLOCS CATHODIQUES ET ANODIQUES

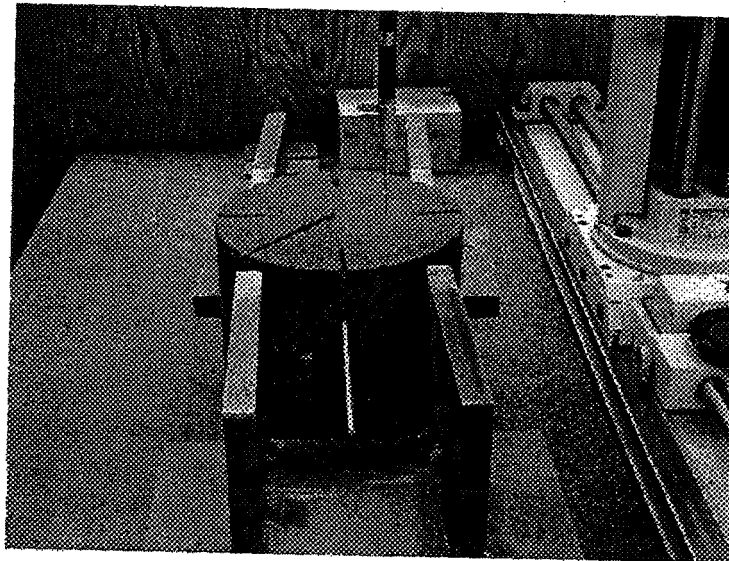
Afin d'être en mesure de déterminer avec précision le gradient thermique dans un bloc, il faut connaître non seulement la température en un point précis mais également la localisation spatiale de cette mesure à l'intérieur du montage. Bien qu'un patron de perçage précis ait été déterminé pour les blocs, il est techniquement très difficile d'atteindre exactement les positions demandées.

Ainsi, afin de connaître avec précision la position des lectures de températures et de potentiel électrique, la géométrie du bloc et la position des trous percés ont donc été mesurés à l'aide d'une machine capable de donner la position relative de points suivant 3 axes orthogonaux X, Y et Z. L'appareil utilisé apparaît à la Figure 6.5.

Pour chaque bloc, la hauteur et le diamètre des blocs ainsi l'axe de chaque trou ont été déterminés à l'aide de cet appareil. L'axe des rainures à la surface des blocs a été mesurée directement tandis que celle des trous pratiqués à l'intérieur des blocs a été mesurée à l'aide d'une tige métallique rigide qui a été insérée dans chaque trou apparaissant à la Figure 6.6. Les axes des trous ont été déterminés suivant le prolongement de l'orientation de la tige.



**Figure 6.5 Appareil de mesure 3 axes**



**Figure 6.6 : Bloc lors de la mesure avec tige métallique**

Une fois les axes déterminés, la profondeur des trous a été mesurée à l'aide d'un vernier. Ces informations ont par la suite été colligées afin de déterminer si il y avait lieu d'augmenter la profondeur de certains trous afin d'en parfaire la symétrie et l'alignement avec les autres. La position du fond de chaque trou dans chaque bloc est donc connue avec une bonne précision. L'incertitude sur les mesures prises par l'appareil fournie par le

fabricant est de  $\pm 0,04$  mm dans la direction X, de  $\pm 0,08$  mm dans la direction Y et de  $\pm 0,06$  mm dans la direction Z.

## **6.4 INSTALLATION DES THERMOCOUPLES**

### **6.4.1 Préparation des thermocouples**

Dans le but de s'assurer que les valeurs de potentiel mesurées par les thermocouples proviennent de l'emplacement voulu, une isolation électrique a dû être mise en place sur les thermocouples. Ainsi, une fois la sélection terminée, la gaine d'*Inconel* de chacun des thermocouples a été isolée sur toute sa longueur, sauf sur sa partie sensible, localisée à son extrémité. La longueur de chaque trou dans chaque bloc étant connue, des tubes de céramique *OMEGATITE*<sup>®</sup> de 1,6 mm de diamètre intérieur et de 3,2 mm de diamètre extérieur ont été taillés de manière à recouvrir la longueur du thermocouple qui doit être inséré dans les trous. Les thermocouples ont donc été insérés dans les tubes de céramique correspondants et collés à l'aide d'un adhésif commercial. La longueur restante des thermocouples, entre la partie recouverte par la céramique et la jonction de la sonde a été recouverte par une gaine de fibre de silice tressée *NEXTEL*<sup>®</sup>.

### **6.4.2 Collage des thermocouples**

Dans le but d'obtenir des mesures de température et de potentiel de bonne qualité, le contact entre le thermocouple et la paroi du bloc est très important. Ainsi, le thermocouple doit être en contact avec le bloc et être fixé solidement en place. Comme le diamètre des trous percés est plus grand que celui des thermocouples, le vide ainsi créé doit être rempli par un matériau bon conducteur de chaleur et d'électricité. Les thermocouples ont donc été

collés dans les blocs à l'aide d'une colle à base de graphite, produite par *Union Carbide* sous le nom de *RIGIDLOCK*. Cette colle possède une bonne conductivité thermique et électrique.

Après application, la colle doit être chauffée selon un taux de chauffe précis et pour la durée prescrite par le fabricant. Dans le cas présent, étant donné l'encombrement important créé par les thermocouples insérés dans les blocs, qui avaient à être maintenus en place solidement, une plaque chauffante a été utilisée pour la cuisson de la colle. Le montage utilisé apparaît à la Figure 6.7:

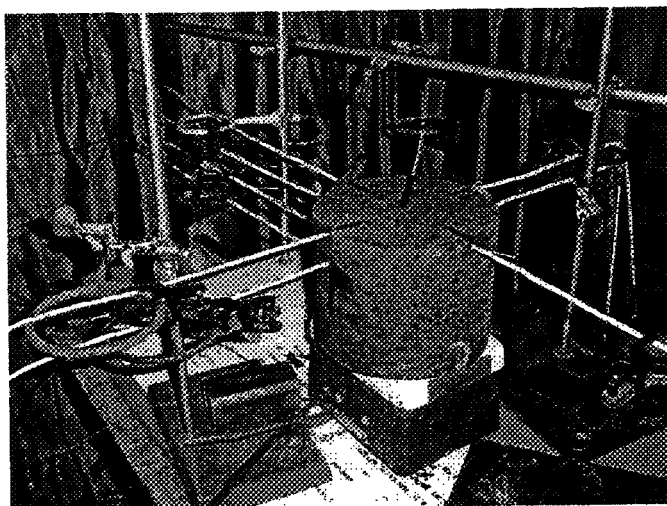


Figure 6.7 : Collage des thermocouples du bloc cathodique

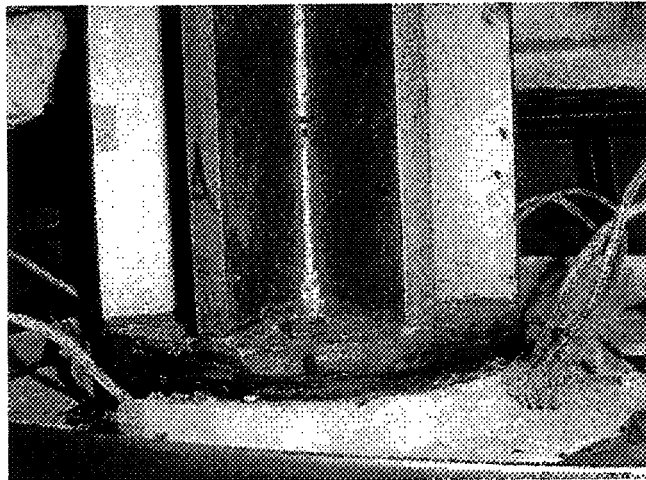
## 6.5 COLLAGE DES BLOCS

La qualité du lien et du contact entre les blocs de carbone et leurs électrodes respectives est importante. En effet, les blocs ont besoin d'avoir un lien mécanique de qualité pour être en mesure de demeurer solidaires lorsque soumis aux contraintes induites lors du chauffage par expansion thermique différentielle, par le soulèvement d'un bloc à l'aide d'une électrode ou pour reprendre les efforts de compression appliqués. Ce lien

mécanique est également très important au niveau de la résistance de contact thermique et électrique qui a avantage à être la plus faible possible dans les deux cas.

Une résistance thermique faible assure un flux de chaleur plus important, donc une meilleure qualité de mesure et assure par la même occasion une meilleure stabilité thermique. Une résistance électrique faible est d'autant plus importante qu'une génération de chaleur par effet Joule à une interface peut avoir comme effet d'agir comme bouclier thermique et ainsi venir réduire le flux de chaleur passant par l'échantillon.

De par leurs fonctions différentes, les blocs anodiques et cathodiques ont été assemblés à leurs électrodes de manières différentes. Le bloc cathodique est maintenu en place à l'aide d'une colle à base de poudre d'anthracite et de résine développée par Alcan. En plus d'être d'avoir été collé par ce même adhésif, le bloc anodique est fixé à l'électrode supérieure par quatre (4) boulons ancrés dans ce dernier. La figure suivante montre le collage du bloc anodique.



**Figure 6.8 : Collage du bloc anodique à l'électrode supérieure**

## 7

## TECHNIQUE DE DÉTERMINATION DES VALEURS À CARACTÉRISER

### 7.1 APPAREIL

L'appareil employé pour effectuer la caractérisation thermoélectrique du lit de coke est le montage expérimental *CARLA* conçu à l'UQAC spécialement pour les besoins du projet. Le montage est montré à la Figure 7.1.

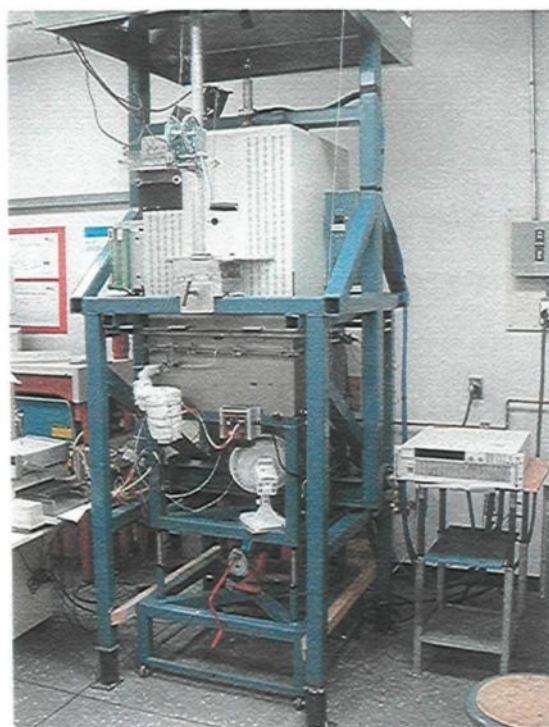


Figure 7.1: Montage expérimental *CARLA*

Une description détaillée de l'appareil est donnée au chapitre 5.

## 7.2 HYPOTHÈSES DE BASE

Afin de déterminer les conductivités thermique et électrique du lit de coke et de ses interfaces à l'aide du montage, les hypothèses suivantes sont posées :

- a ) L'épaisseur du coke est homogène sur toute la surface du lit;
- b ) La pression est transmise uniformément sur toute la surface du lit;
- c ) La résistance de contact anode-lit de coke est identique à la résistance cathode-lit de coke, aux niveaux électrique et thermique;
- d ) Le tassement possible du coke avec la pression et le chauffage est négligeable;
- e ) La porosité du coke une fois mise en place dans le montage est homogène et constante;
- f ) L'isolation radiale est parfaite, la distribution de température est linéaire à l'intérieur des blocs;
- g ) Le flux de chaleur imposé est unidirectionnel;
- h ) La pression est constante durant toute l'expérimentation;
- i ) Il n'y a pas de consommation du coke;
- j ) Le contact entre le lit de coke et les surfaces des blocs anodique et cathodique est homogène. On assume donc que la distribution de courant et de température est de même.



## **7.3 CONDUCTIVITÉ THERMIQUE**

### **7.3.1 Méthode de détermination de la conductivité thermique effective du lit**

La conductivité thermique effective du lit, incluant les résistances de contact avec les interfaces, peut être déterminée à partir de deux situations différentes : lorsque le lit n'est pas sous tension et lorsqu'il est sous tension. Dans les deux cas, la conductivité ne peut être déterminée que lorsque le montage est en régime établi.

#### **7.3.1.1 Chauffage avec le four uniquement (le lit n'est pas sous tension)**

Lorsque le montage n'est pas sous tension, le flux de chaleur passant par l'échantillon provient du four uniquement. Ainsi, lorsque le montage est à équilibre, il est possible d'utiliser la loi de Fourier (Équation 4.1) afin de déterminer la conductivité thermique effective du lit, incluant les résistances de contact aux interfaces. Afin d'être en mesure d'appliquer cette équation, il nous faut connaître deux (2) valeurs : le gradient de température dans le lit et le flux passant par l'échantillon. La Figure 7.2 schématise le profil de température dans le montage, incluant les résistances de contact.

Le gradient de température dans le lit est déterminé en extrapolant le profil de température linéaire de chacun des blocs jusqu'à son interface avec le lit de coke. La différence entre les températures obtenues de part et d'autre du lit est alors divisée par l'épaisseur du lit.

Le flux de chaleur est déterminé à l'aide d'un matériau étalon par lequel passe le flux de chaleur. Le bloc cathodique sert ici de matériau étalon. Des valeurs de conductivités thermiques pour ce dernier sont connues.

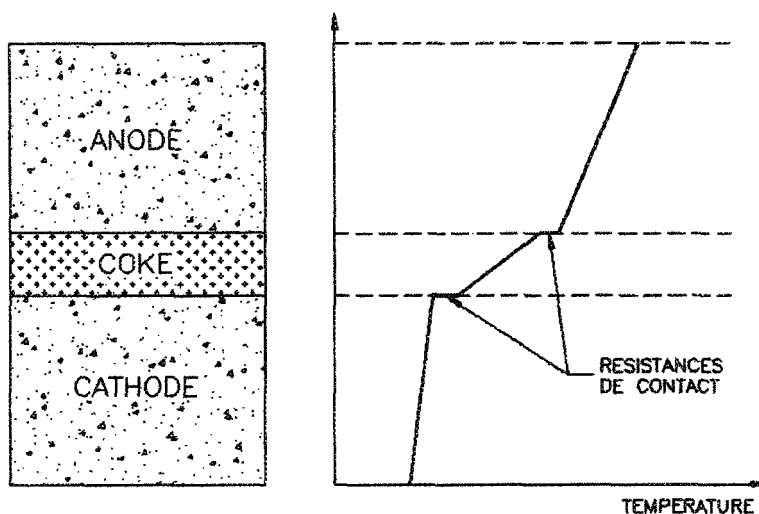


Figure 7.2: Schématisation du profil de température prévu à l'intérieur du montage sans mise sous tension du lit

Cependant, il faut savoir que la conductivité thermique peut varier d'un bloc cathodique à l'autre, tout dépendant des matériaux qui le composent et de leur provenance, de la « recette » de la pâte, de l'historique de cuisson du bloc, etc. Ainsi, des valeurs de flux plus précises seront obtenues en déterminant la conductivité thermique du bloc cathodique en place. Cet étalonnage est effectué lors de la mise sous tension du lit, tel qu'expliqué dans la section suivante. Ainsi, lorsque la conductivité thermique du bloc cathodique en fonction de la température est connue, il est possible de déterminer le flux de chaleur, en se référant aux températures obtenues dans le bloc.

L'ensemble des valeurs de conductivité thermique du lit à partir des essais sans mise sous tension du montage ne pourra donc pas être évaluées avant que l'ensemble des essais avec mise sous tension n'ait été effectué.

### **7.3.1.2 Chauffage avec le four et lit de coke sous tension**

Une fois la température de consigne du four fixée et l'équilibre atteint à l'intérieur du montage, un courant électrique est forcé au travers de l'échantillon. Pour ce faire, la source de courant branchée aux électrodes supérieure et inférieure est mise sous tension. Graduellement, l'intensité du courant est augmentée tout en suivant l'évolution du profil de température à l'intérieur des blocs. La résistivité électrique du lit de coke étant beaucoup plus importante que la résistivité des blocs, la chaleur générée par effet Joule à l'intérieur des blocs est donc considérée comme étant négligeable en regard de ce qui est développé dans le lit.

En procédant de cette manière, il est visé de produire un plan adiabatique au niveau de la surface de contact entre le lit de coke et le bloc anodique. Pour en arriver à cet état, il faut, tout en maintenant la température du four constante, obtenir une température uniforme à l'intérieur du bloc anodique et donc un gradient de température nul en faisant varier l'intensité du courant dans le lit de coke. Il est alors considéré que toute la chaleur développée par effet Joule dans le lit de coke est dirigée vers le bloc cathodique et qu'il n'y a pas d'apport de chaleur par le four. Dans ces conditions, on obtient un profil de température théorique conforme à ce qui est présenté à la Figure 7.3.

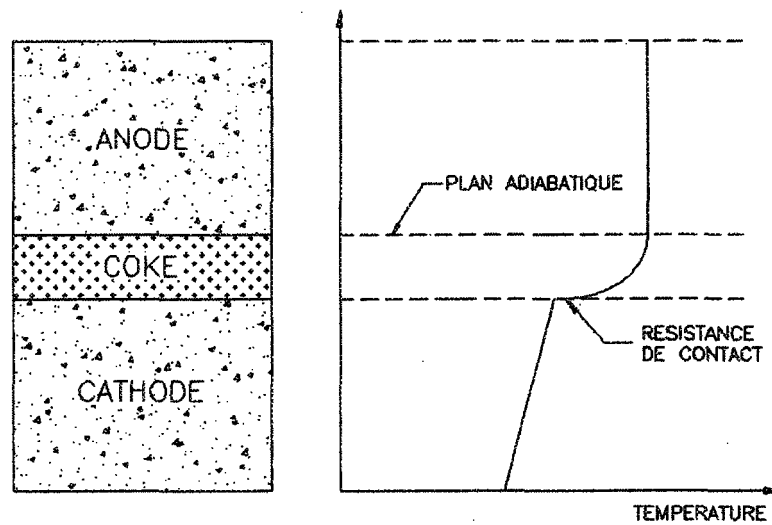


Figure 7.3 : Schématisation du profil de température prévu à l'intérieur du montage avec mise sous tension du lit

Ainsi, lorsque l'équilibre est atteint dans le montage et que l'ensemble du bloc anodique est à température constante, il est possible d'utiliser l'équation de diffusion de la chaleur pour décrire le profil de température unidimensionnel du lit (Incropera & Dewitt (1996)) :

$$\frac{d^2T}{dx^2} + \frac{\dot{q}}{k} = 0 \quad \text{Équation 7.1}$$

Il est à noter que la conductivité thermique  $k$  est considérée constante dans cette équation. En imposant comme conditions aux limites dans l'Équation 7.1 un gradient de température nul à l'interface anode-lit de coke et une température connue à la surface cathode-lit de coke, on résout pour obtenir :

$$T(x) = \frac{\dot{q}\Delta L^2}{2k} \left( 1 - \frac{x^2}{\Delta L^2} \right) + T_{sc} \quad \text{Équation 7.2}$$

Dans cette équation,  $x = 0$  est localisé à l'interface anode-lit de coke. On obtient donc à cette interface :

$$T(0) = \frac{\dot{q}\Delta L^2}{2k} + T_{sc} \quad \text{Équation 7.3}$$

Puisque l'on connaît  $T(0) = T_{sa}$  qui est la température à la surface du bloc anodique,  $\dot{q}$  qui est l'énergie volumétrique considérée uniforme à l'intérieur du lit,  $\Delta L$  l'épaisseur du lit et  $T_{sc}$  la température à la surface du bloc cathodique, il est possible de déterminer la conductivité thermique :

$$k = \frac{\dot{q}\Delta L^2}{2(T_{sa} - T_{sc})} \quad \text{Équation 7.4}$$

#### 7.3.1.2.1 Étalonnage du bloc cathodique

Afin d'être en mesure de déterminer la conductivité thermique du lit lorsque ce dernier n'est pas sous tension, la conductivité thermique du bloc cathodique en fonction de la température doit être établie. L'étalonnage de ce dernier est effectué à même les essais avec mise sous tension électrique du lit. En effet, lors de ces séries d'essais, sous l'hypothèse du plan adiabatique, toute l'énergie générée par le lit de coke doit passer par l'entremise du bloc cathodique. Puisque l'énergie électrique dissipée dans le lit est bien connue, il est par conséquent facile de connaître le flux de chaleur passant par ce bloc durant ces essais. Il est alors possible, en utilisant les lectures des thermocouples dans le bloc pour calculer le gradient de température à l'intérieur de ce dernier, de déterminer sa conductivité thermique en utilisant la *loi de Fourier* (Équation 4.1).

### 7.4 RÉSISTIVITÉ ÉLECTRIQUE

À partir des essais réalisés avec le montage sous tension électrique à différents niveaux de température, il devient assez simple de déterminer la résistivité électrique

équivalente du lit de coke incluant les résistances de contact des interfaces, en fonction de la température.

En effet, des lectures de potentiel électrique sont effectuées de part et d'autre du lit. Aussi, l'intensité du courant passant par le lit est également connue et mesurée. **En supposant une distribution de courant homogène**, on détermine donc la résistance effective du lit, incluant les résistances de contact, en utilisant la loi d'Ohm (Équation 2.1).

### 7.5 RÉSISTANCE DE CONTACT AUX INTERFACES

Le lit de coke tel qu'étudié peut être décrit comme une série de trois résistances placées en série, tel que présenté à la Figure 7.4.

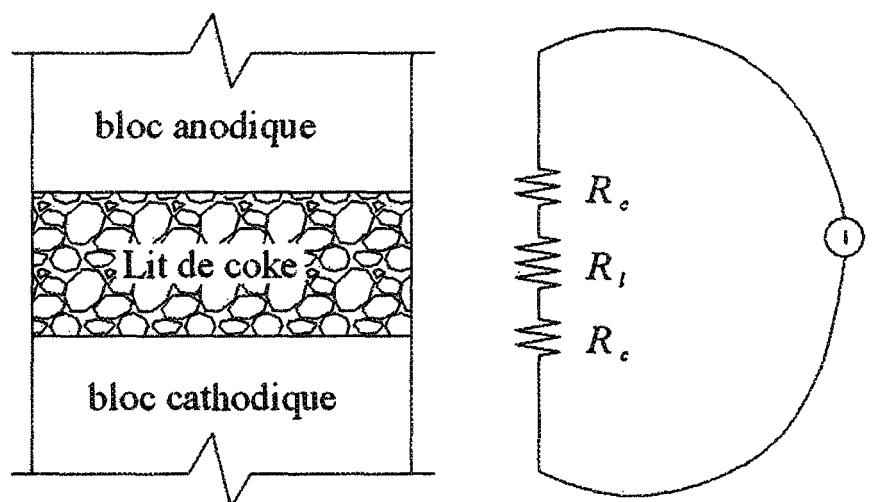


Figure 7.4 : Résistances du lit de coke

En partant du bloc anodique, une première résistance  $R_c$  est rencontrée. Cette dernière est la résistance de contact entre le bloc anodique et le lit de coke. Par la suite, sont rencontrées respectivement la résistance  $R_l$  qui représente la résistance effective du lit de coke et finalement une dernière résistance de contact entre le lit de coke et le bloc

cathodique notée également  $R_c$ . Les deux (2) résistances de contact portent la même notation parce que considérées comme identiques dans les hypothèses de départ. De plus, la technique utilisée ici ne permet pas de dissocier les deux résistances mais bien la résistance combinée de ces dernières. Ainsi, la résistance effective totale du lit, notée  $R_e$  se décrit comme suit :

$$R_e = 2 \cdot R_c + R_l \quad \text{Équation 7.5}$$

Au niveau thermique, lorsque le plan adiabatique entre l'anode et le lit est créée, il n'existe plus qu'une seule résistance et l'Équation 7.5 devient :

$$R_{et} = R_{ct} + R_{lt} \quad \text{Équation 7.6}$$

La résistance électrique du lit de coke, notée  $R_{le}$ , est définie comme étant :

$$R_{le} = \frac{\rho \Delta L}{A} \quad \text{Équation 7.7}$$

Où  $\rho$  représente la résistivité effective du lit de coke, constante pour une température donnée, peu importe l'épaisseur,  $\Delta L$ , l'épaisseur du lit de coke et  $A$  l'aire de la section du lit. Au niveau thermique, la résistance du lit se note :

$$R_{lt} = \frac{\Delta L}{k_e A} \quad \text{Équation 7.8}$$

Où  $k_e$  représente la conductivité thermique effective du lit. En remplaçant l'Équation 7.7 ou l'Équation 7.8 dans l'Équation 7.5, il apparaît que :

$$R_{ee} = \frac{\rho \Delta L}{A} + 2R_{ce} \quad \text{ou} \quad R_{et} = \frac{\Delta L}{k_e A} + 2R_{ct} \quad \text{Équation 7.9}$$

Et en utilisant l'Équation 7.6, l'équation suivant est obtenue :

$$R_{et} = \frac{\Delta L}{k_e A} + R_{ct} \quad \text{Équation 7.10}$$

Afin d'être en mesure de déterminer les résistances de contact à partir des résistances totale en utilisant les Équation 7.9 et Équation 7.10, des épaisseurs différentes de lit de coke ont dû être utilisées. Ainsi, telle que mentionné dans la description de l'expérimentation, des essais avec trois (3) épaisseurs différentes ont été effectués à différents niveaux de température. Par la suite, les résultats obtenus pour un même niveau de température mesuré et pour des épaisseurs différentes servent à déterminer les résistances de contact.

Les résistances de contact électrique aux interfaces sont calculées à partir de la méthode des moindres carrés, en utilisant une valeur de résistance totale obtenue pour chaque épaisseur, pour un même niveau de température. En supposant une relation linéaire entre l'épaisseur et la résistance totale, tel que montré à l'Équation 7.9, l'extrapolation de la droite au point d'épaisseur zéro donne la résistance de contact des interfaces.

Au niveau thermique, la méthode des moindres carrés n'est pas utilisée pour déterminer les relations linéaires car les valeurs de résistances de contact ne sont obtenues qu'à l'aide de deux valeurs de résistance totale issues de l'expérimentation. En effet, comme il n'était possible d'obtenir qu'une seule valeur de conductivité thermique par essai réalisé et qu'il n'était pas possible de comparer deux valeurs obtenues à pour des mêmes températures, le nombre de valeurs comparables était réduit comparativement à ce qui était disponible au niveau électrique et il n'a pas été possible de comparer plus de deux valeurs



ensemble. Le problème ne s'est pas posé au niveau électrique étant donné que des mesures ont été enregistrés durant toute la durée des expériences, ce qui fait que beaucoup de valeurs étaient disponibles pour une large gamme de températures et ce, pour toutes les épaisseurs. Les résistances de contact thermique aux interfaces ont donc été obtenues à partir de l'extrapolation, pour une épaisseur zéro, de la droite passant par deux points d'épaisseur différente, pour un même niveau de température.

## 8

## CARACTÉRISATION EXPÉRIMENTALE DU LIT DE COKE

### 8.1 CARACTÉRISATION PHYSIQUE DU COKE À L'ÉTUDE

Le coke de pétrole calciné utilisé pour le préchauffage, fourni par Alcan et échantillonné à l'usine Grande-Baie, a dû être caractérisé afin d'évaluer les paramètres pouvant avoir une influence sur son comportement thermoélectrique. Plus particulièrement, ces paramètres sont : la granulométrie, la forme des grains, la masse volumique (en vrac, des grains et solide) et la porosité.

#### 8.1.1 Granulométrie

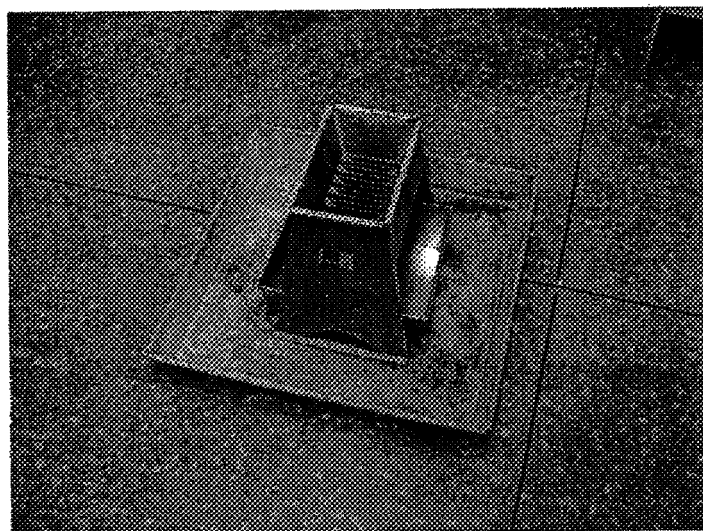
Le coke de préchauffage est un coke de pétrole calciné qui est composé à partir de différentes fractions granulaires, obtenues à l'aide de tamis. Selon les spécifications d'Alcan, la granulométrie recherchée est assez uniforme et varie entre 2,5 mm à 5 mm, selon des proportions prédéterminées. Parmi les justifications favorables à cette recherche d'uniformité, il est à noter, dans un premier temps, qu'un matériau à granulométrie uniforme est plus facile à préparer et, dans un deuxième temps, qu'un tel mélange a de faibles risques de subir de la ségrégation lors des manipulations et de la mise en place. Le mélange risque donc d'être assez homogène.

Ainsi, trois analyses granulométriques ont été réalisées à partir du même échantillon. Les analyses granulométriques ont été effectuées conformément à la norme *ASTM D5709 – 95 Standard Test Method for Sieve Analysis of Petroleum Coke* à une différence près. En

effet, la masse de coke utilisée pour chaque essai est moins importante que celle recommandée dans la norme. La procédure utilisée peut être résumée comme suit :

#### **8.1.1.1 Préparation de l'échantillon**

1. Passer le coke provenant de UGB dans un séparateur 50/50 (afin d'obtenir un échantillon représentatif) (voir Figure 8.1) jusqu'à obtention de l'échantillon désiré.
2. Peser l'échantillon (approximativement 500 g).



**Figure 8.1 : Séparateur 50/50**

#### **8.1.1.2 Analyse granulométrique**

3. Déterminer les tamis à utiliser en fonction de la granulométrie anticipée de l'échantillon à analyser. Le choix des tamis peut être ajusté après un premier essai.
4. Nettoyer minutieusement tous les tamis avant chaque utilisation en utilisant un pinceau ou une brosse métallique douce.

5. S'assurer que l'échantillon n'est pas trop volumineux par rapport à la taille des tamis. Il faut que tous les grains de l'échantillon soient en mesure d'être en contact avec les grilles des tamis durant le temps de secouage.
6. Empiler les tamis par ordre décroissant d'ouverture (pour avoir la plus petite ouverture à la base et la plus grande sur le dessus). S'assurer d'avoir un couvercle sur le dessus et une panne pour recueillir les fines particules à la base de l'empilement.
7. Secouer l'empilement de tamis durant 15 minutes, à l'aide d'un appareil approprié.
8. Peser les fractions de l'échantillon recueilli sur chaque tamis de façon cumulative.
9. La différence entre la masse finale combinée des fractions et la masse initiale de l'échantillon ne devrait pas dépasser 1%. Dans le cas contraire, ne pas considérer l'essai et recommencer la procédure.

#### **8.1.1.3 Résultat de l'analyse granulométrique**

Les résultats de l'analyse granulométrique effectuée apparaissent aux tableaux suivants. Il est à remarquer dans ces tableaux le faible pourcentage de perte de masse entre la pesée initiale et la pesée cumulative. Il est également à noter la consistance des résultats des différentes analyses.

Tableau 8.1 : Analyse granulométrique échantillon # 1

Échantillon #1				
Masse initiale (g):	515,89		% perte :	0,48%
Tamis (mm)	% retenu ind.	retenu cum. (g)	% retenu cum.	% passant cum.
4750	0,9%	4,38	0,85%	99,15%
4000	17,6%	94,81	18,47%	81,53%
3350	23,9%	217,54	42,37%	57,63%
2830	27,5%	358,48	69,82%	30,18%
2360	22,5%	473,88	92,30%	7,70%
1190	6,7%	508,45	99,03%	0,97%
600	0,1%	509,13	99,16%	0,84%
< 600	0,8%	513,42		

Tableau 8.2 : Analyse granulométrique échantillon # 2

Échantillon #2				
Masse initiale (g):	516,35		% perte :	0,13%
Tamis (mm)	% retenu ind.	retenu cum. (g)	% retenu cum.	% passant cum.
4750	0,8%	4	0,78%	99,22%
4000	17,5%	94,45	18,31%	81,69%
3350	25,2%	224,62	43,56%	56,44%
2830	29,3%	375,66	72,84%	27,16%
2360	20,8%	483,04	93,67%	6,33%
1190	5,4%	510,82	99,05%	0,95%
600	0,1%	511,52	99,19%	0,81%
< 600	0,8%	515,7		

Tableau 8.3 : Analyse granulométrique échantillon # 3

Échantillon #3				
Masse initiale (g):	544,46		% perte :	0,19%
Tamis (mm)	% retenu ind.	retenu cum. (g)	% retenu cum.	% passant cum.
4750	0,9%	4,76	0,88%	99,12%
4000	18,8%	107,15	19,72%	80,28%
3350	25,8%	247,51	45,54%	54,46%
2830	29,3%	406,82	74,86%	25,14%
2360	19,4%	512,37	94,28%	5,72%
1190	4,7%	537,76	98,95%	1,05%
600	0,1%	538,42	99,07%	0,93%
< 600	0,9%	543,45		

À partir des ces analyses, il est possible de déterminer la courbe granulométrique du matériau. La Figure 8.2 montre les courbes granulométriques obtenues des différents échantillons.

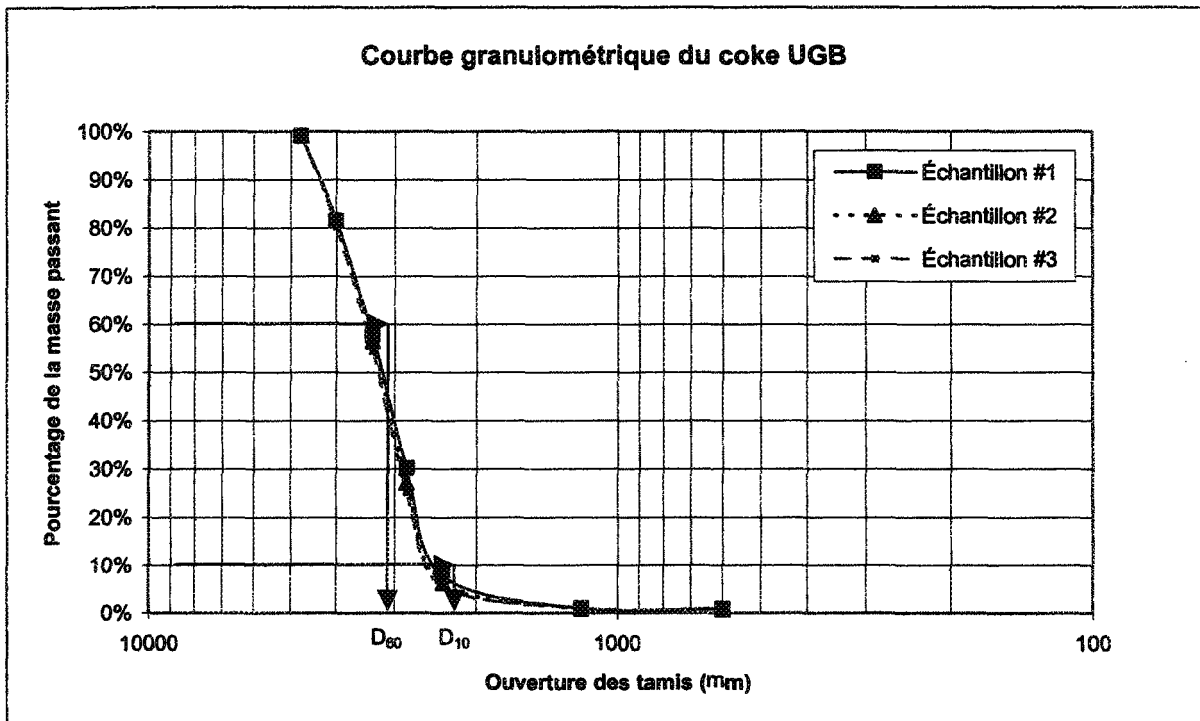


Figure 8.2 : Courbe granulométrique du coke calciné UGB

Il est à remarquer que les trois courbes se superposent presque parfaitement, ce qui confirme la répétitivité des analyses et donc, la fiabilité des résultats obtenus.

À titre indicatif, on peut utiliser une notion tirée de la mécanique des sols afin de qualifier quantitativement l'uniformité du matériau. On introduit donc ici la notion de *coefficient d'uniformité* notée  $U$  et défini comme suit :

$$U = \frac{D_{60}}{D_{10}} \quad \text{Équation 8.1}$$

Où  $D_{60}$  est le diamètre supérieur de 60% des particules et  $D_{10}$  est le *diamètre effectif* ou diamètre supérieur de 10% des particules. Pour le cas présent, on a  $D_{60} = 3,45$  mm et  $D_{10} = 2,47$  mm. Le coefficient d'uniformité  $U$  est donc de 1,4 ce qui représente un matériau granulaire considéré comme très uniforme (Jumikis (1967)).

### 8.1.2 Forme des grains

Le coke calciné est formé à partir de coke vert (voir section 2.4) qui, tout comme son nom l'indique, est calciné à haute température (1200°C à 1350°C). Cette opération est effectuée dans des fournaies rotatives et a entre autres pour but d'enlever l'humidité et les différents volatils contenus dans le coke vert. L'enlèvement de ces matières forme des cavités dans le matériau calciné. Il est alors obtenu un matériau poreux et concassé, qui peut être graphitisé à différents degrés. Ainsi, la géométrie des grains est très variable et on ne peut donc pas déterminer une géométrie de grain précise. En effet, bien que la majorité des grains présentent des arêtes vives et soient de formes diverses, d'autres présentent des angles arrondis. La figure suivante montre un aperçu de la forme que peuvent adopter les différentes particules.



Figure 8.3 : Forme des grains de coke

### 8.1.3 Masses volumiques et porosités

La masse volumique en vrac du coke utilisé a été déterminée à partir d'essais volumétriques. Un volume relativement important de coke a été utilisé afin d'obtenir la meilleure précision possible et ainsi minimiser l'erreur dans l'évaluation de cette propriété. Ainsi, un bécher de 2 litres ainsi qu'un cylindre gradué de 1 litre ont été utilisés. L'échantillon a été mis en place dans le contenant de la même manière que lorsqu'un échantillon est placé dans le montage expérimental, c'est-à-dire par pressages successifs à l'aide d'une plaque de façon à mettre la surface au niveau. La Figure 8.4 nous permet de déterminer intuitivement les relations nécessaires à la détermination des masses volumiques et porosités du coke en vrac, et des grains de coke à partir des masses volumiques.



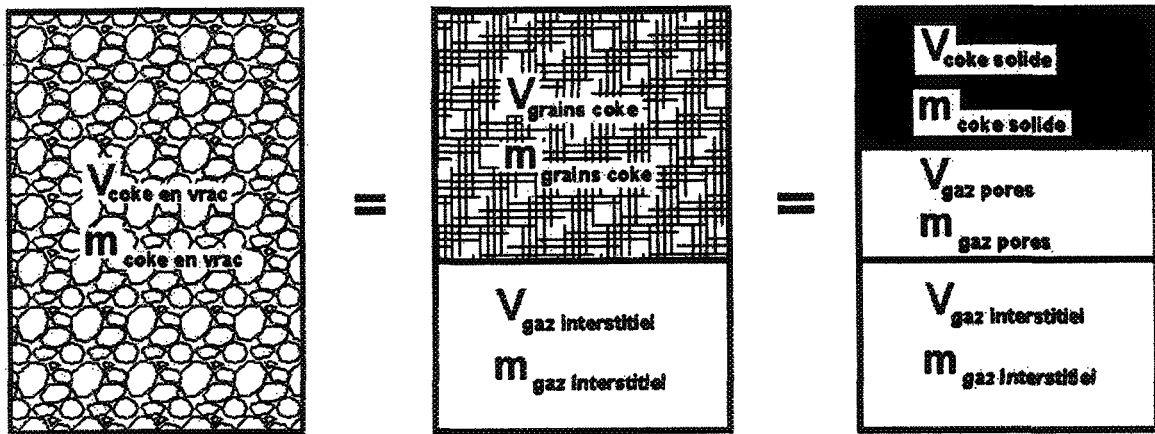


Figure 8.4 : Visualisation de la composition du coke en vrac

Ainsi, en considérant la masse de gaz comme étant négligeable,  $m_{\text{vrac}} = m_{\text{grain}} = m_{\text{solide}}$

et donc :

$$\rho_{\text{vrac}} = \frac{m_{\text{solide}}}{V_{\text{vrac}}} \quad \text{Équation 8.2}$$

$$\rho_{\text{grain}} = \frac{m_{\text{solide}}}{V_{\text{grain}}} \quad \text{Équation 8.3}$$

$$\rho_{\text{solide}} = \frac{m_{\text{solide}}}{V_{\text{solide}}} \quad \text{Équation 8.4}$$

$$\psi_{\text{vrac}} = \frac{V_{\text{vrac}} - V_{\text{grain}}}{V_{\text{vrac}}} \quad \text{Équation 8.5}$$

$$\psi_{\text{grain}} = \frac{V_{\text{grain}} - V_{\text{solide}}}{V_{\text{grain}}} \quad \text{Équation 8.6}$$

$$\psi_{\text{totale}} = \frac{V_{\text{vrac}} - V_{\text{solide}}}{V_{\text{vrac}}} \quad \text{Équation 8.7}$$

Où  $\rho$  représente la masse volumique ( $\text{kg/m}^3$ ),  $V$  le volume ( $\text{m}^3$ ),  $m$  la masse ( $\text{kg}$ ) et  $\psi$  la porosité.

À partir des mesures effectuées, il est possible d'obtenir le volume du coke en vrac ( $V_{\text{vrac}}$ ) et la masse du coke en vrac ( $m_{\text{vrac}}$ ). Conséquemment, il devient ainsi possible de déterminer la masse volumique du coke en vrac. Le tableau suivant montre les résultats :

Tableau 8.4 : Résultat des essais – Masse volumique coke en vrac

Essai	Volume	Masse	Masse volumique
Bécher 2 litres	0,002 $\text{m}^3$	1,4819 kg	740,95 $\text{kg/m}^3$
Cylindre 1 litre	0,001 $\text{m}^3$	0,7207 kg	720,70 $\text{kg/m}^3$

D'après les données fournies par Alcan, la masse volumique du coke solide varie entre 2060  $\text{kg/m}^3$  et 2080  $\text{kg/m}^3$ . Une valeur médiane de 2070  $\text{kg/m}^3$  est donc utilisée afin de déterminer les différentes propriétés du coke à l'étude.

Il est également nécessaire de connaître la masse volumique des grains de coke (incluant les pores à l'intérieur des particules). D'après les essais réalisés par Chen (1999), la masse volumique des grains de coke calciné (*particle density*) de la granulométrie recherchée devrait se situer aux environs de 1600  $\text{kg/m}^3$ .

Avec ces informations, il devient possible de dériver les relations permettant de déterminer toutes les différentes porosités, à partir des Équation 8.5 à Équation 8.7. Ainsi, en supposant un volume  $V_{coke\_vrac}$  de  $1 \text{ m}^3$ , il est facile d'obtenir les relations suivantes :

$$\psi_{vrac} = 1 - \frac{\rho_{vrac}}{\rho_{grain}} \quad \text{Équation 8.8}$$

$$\psi_{grain} = 1 - \frac{\rho_{grain}}{\rho_{solide}} \quad \text{Équation 8.9}$$

$$\psi_{totale} = 1 - \frac{\rho_{vrac}}{\rho_{solide}} \quad \text{Équation 8.10}$$

En utilisant ces relations ainsi que les valeurs déterminées précédemment, les résultats apparaissant au Tableau 8.6 sont obtenus:

**Tableau 8.5 : Masse volumique du coke : en vrac, des grains et solide**

$\rho_{vrac}$	$\rho_{grain}$	$\rho_{solide}$
$730 \text{ kg/m}^3$	$1600 \text{ kg/m}^3$	$2070 \text{ kg/m}^3$

**Tableau 8.6 : Porosité du coke : en vrac, des grains et totale**

$\psi_{vrac}$	$\psi_{grain}$	$\psi_{totale}$
0.54	0.23	0.65

Il est à remarquer que la porosité du coke en vrac (en ne considérant pas les vides à l'intérieur des grains) est relativement élevée. Cela peut s'expliquer par l'uniformité de la

granulométrie des grains et du fait que le matériau n'est ni vibré ni soumis à une pression importante.

Bien qu'il soit question de porosité pour chacune des trois valeurs déterminées précédemment, les structures de la porosité du coke en vrac et de la porosité des grains de coke ne sont pas les mêmes. En effet, dans le coke en vrac, le solide représente la phase discontinue alors que le gaz représente la phase continue. Au niveau du grain, c'est l'inverse. Le problème de l'évaluation des propriétés thermoélectrique au niveau du coke en vrac ne pourra donc pas être traité de la même manière que celle des grains de coke. Ces problèmes sont toutefois intimement reliés étant donné que les conductivités thermiques et électriques équivalentes des grains sont des paramètres nécessaires dans l'évaluation des propriétés du coke en vrac à l'aide de modèles. Il existe donc un problème à deux niveaux qui ne sera cependant pas traité comme tel ici. En effet, les grains de coke seront vus comme des particules solides possédants des propriétés intrinsèques qui sont tirées de la littérature.

## **8.2 CARACTÉRISATION THERMOÉLECTRIQUE DES ÉCHANTILLONS**

Pour une épaisseur de lit de coke et une température de four fixée, chaque essai est effectué en deux phases. La première consiste en l'atteinte de l'équilibre thermique à l'intérieur du montage. Cela est effectué au moyen d'un chauffage par le four uniquement, ce dernier forçant un flux de chaleur dans le montage. Parce que le flux passant par l'échantillon est connu (déterminé à l'aide des résultats d'étalonnage du bloc cathodique,

voir section 9.1.3), ces essais permettent de déterminer la conductivité équivalente du lit incluant les interfaces.

La deuxième phase de l'expérimentation consiste à mettre le lit de coke sous tension au moyen d'une source de courant continu. Par la suite, l'intensité du courant est augmenté graduellement tout en observant l'évolution du profil de température dans le montage jusqu'à l'atteinte d'une surface adiabatique au niveau de l'interface anode – lit de coke. À ce moment, toute l'énergie dissipée dans le lit de coke est dirigée vers le bloc cathodique et il devient ainsi possible de déterminer la conductivité thermique de ce dernier (caractérisation de la conductivité thermique du bloc cathodique). Cette expérimentation permet également de connaître la conductivité thermique du coke en utilisant l'équation de génération d'énergie interne unidimensionnelle à l'intérieur du lit en fixant les conditions aux limites appropriées. De plus, c'est cette partie de l'expérimentation qui permet de caractériser le lit de coke au niveau électrique. Comme le montage possède une capacité électrique pratiquement nulle, toute série de lectures de potentiel enregistrée peut théoriquement servir à déterminer la résistivité électrique équivalente du lit de coke et des interfaces.

## **8.2.1 Procédure expérimentale**

### **8.2.1.1 Partie I : Chauffage avec le four uniquement**

La procédure expérimentale de l'expérimentation avec chauffage par le four sans mise sous tension du lit suit les étapes suivantes :

1. Peser l'échantillon de coke nécessaire à l'obtention de l'épaisseur de coke requise pour l'essai selon la masse volumique obtenue expérimentalement et le volume à combler.
2. Après s'être assuré que la surface du bloc cathodique est propre, procéder à la mise en place du coke à l'intérieur du montage. Égaliser le coke afin d'obtenir une surface droite. À l'aide d'une plaque circulaire conçue à cet effet, mettre la surface de coke de niveau tout en pressant légèrement le matériau pour le mettre en place.
3. À l'aide de la plaque et d'un vernier, mesurer l'épaisseur de coke en place au centre de l'échantillon et en 4 points équidistants près de la circonférence de l'échantillon et comparer ces valeurs. Les mesures ne doivent pas varier entre elles de plus que 0,75 mm, cette valeur arbitraire correspondant à un degré de précision considéré acceptable vu la méthode de mise en place. Si ce n'est pas le cas, répartir le matériau en surface de manière à corriger le niveau et procéder à nouveau à la mesure des épaisseurs. Répéter cette étape jusqu'à obtention de mesures à l'intérieur de la tolérance requise.
4. Insérer le chariot sur lequel est monté la partie inférieure du boîtier dans le montage (voir Figure 8.5b)).
5. Nettoyer le joint d'étanchéité du boîtier ainsi que la bride de la partie supérieure.
6. À l'aide du vérin mécanique du chariot, soulever la partie supérieure de ce dernier jusqu'à ce que les plaques de la partie inférieure du cadre s'ajuste parfaitement à leurs plaques réciproques.
7. Mettre en place les boulons servant à joindre les plaques et unifier le cadre rigide.

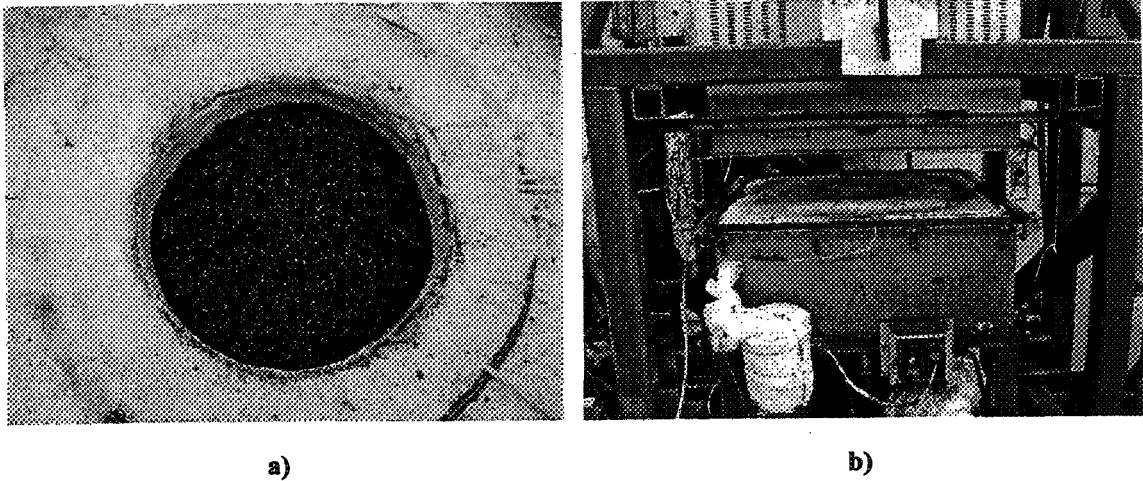


Figure 8.5 : a) Mise en place du lit de coke, b) mise en place du chariot dans le montage

8. Assembler les deux parties du boîtier à l'aide du système d'attache en place. Serrer délicatement les écrous à l'aide d'une clé hexagonale de manière successive jusqu'à l'obtention d'une tension égale dans tous les boulons.
9. Descendre délicatement le bloc anodique sur la surface de l'échantillon de coke à l'aide du bras de levage en place sur le montage.
10. Retirer le bras de levage du montage.
11. Brancher la source de courant aux électrodes supérieure et inférieure à l'aide des colliers de serrage.
12. Brancher le système d'alimentation en argon aux endroits requis.
13. Ouvrir les bonbonnes d'argon et ajuster les débits à l'aide des débitmètres en place. Les débits de gaz ne doivent pas être trop élevés de manière à ne pas entraîner l'air contenu dans les isolants près des blocs.
14. Brancher les thermocouples au système d'acquisition de données.

15. Programmer le système d'acquisition en fonction de l'instrumentation reliée et fixer l'intervalle de temps entre les mesures. L'intervalle choisi est habituellement de quinze minutes : l'enregistrement d'une quantité de données trop importante est ainsi évité, d'autant plus que les mesures sont effectuées en régime établi.
16. Mettre en marche le four et fixer la température de l'essai.
17. Démarrer les ventilateurs sous le montage afin d'assurer l'efficacité du puits de chaleur à l'électrode inférieure.
18. Mettre en route le système d'acquisition de données.
19. Suivre l'évolution du profil de température à l'intérieur des blocs. Lorsque la température à l'intérieur des blocs ne varie pas de plus que  $0.5^{\circ}\text{C}$  dans une heure, on arrête le système d'acquisition. Cette partie de l'essai est alors terminée.

#### **8.2.1.2 Partie II : Mise sous tension du lit**

Lorsque l'équilibre a été atteint avec chauffage par le four seulement, il est possible de procéder à la mise sous tension du lit tout en gardant le four en opération :

20. Brancher les prises de potentiel au système d'acquisition de données.
21. Programmer le système d'acquisition afin qu'il tienne compte des thermocouples et des prises de potentiel électrique.
22. Mettre en route le système d'acquisition de données.
23. Mettre la source de courant sous tension. La source pouvant agir comme source de potentiel ou de courant, il est important d'être en mode source de courant.



24. L'obtention de la surface adiabatique au bas de l'anode est un procédé itératif.  
Ajuster le courant en fonction du degré de température du four ainsi que de l'épaisseur de coke dans le montage et attendre. Une épaisseur de coke plus faible crée une résistance moins importante et nécessite par conséquent un courant plus élevé pour atteindre l'équilibre désiré.
25. À cette étape, il faut suivre attentivement l'évolution du profil de température à l'intérieur de l'anode. Si il est observé que l'équilibre semble s'établir de manière à obtenir un flux de chaleur dirigé vers le lit de coke, il faut augmenter l'intensité du courant. Inversement, si le flux de chaleur s'inverse et que une partie de la chaleur générée dans lit de coke est dirigée vers le four, il faut diminuer l'intensité du courant. Répéter cette procédure jusqu'à obtention de températures uniformes à l'intérieur du bloc anodique. Lors de toute variation de l'intensité du courant, il est très important de noter manuellement sur le système d'acquisition de données et sur papier, l'heure et la valeur de la variation parce que cette donnée n'est pas acquise automatiquement.
- NOTE :** Parce que la génération de chaleur à l'intérieur du lit n'est pas uniforme, pour des raisons qui sont discutées plus loin, il est nécessaire de considérer la température moyenne des thermocouples localisés sur un même plan dans l'évaluation de la température de ce plan.
26. Lorsque le montage est stabilisé et que les données nécessaires à la caractérisation du lit ont été obtenues, le système d'acquisition est arrêté.
27. Mise hors tension de la source de courant et arrêt du four.

28. Il est important de laisser le système d'alimentation d'argon actif durant toute la durée du refroidissement.
29. Attendre que le montage soit refroidi complètement avant de procéder à l'ouverture.

### **8.3 SOURCES D'INCERTITUDES**

Les sources d'incertitudes qui sont discutées ici sont celles qui ne font pas partie des incertitudes de mesure mais bien qui sont dues aux hypothèses posées au à la section 7.2.

#### **8.3.1 Hypothèse du plan adiabatique**

Lors de l'étalonnage du bloc cathodique et de la détermination de la chaleur générée par le lit de coke et ses résistances de contact, on pose comme hypothèse l'obtention d'un plan adiabatique au niveau de la surface inférieure de l'anode.

En théorie, cette hypothèse est valable et devrait permettre d'obtenir des résultats exacts. Cependant, en pratique, le système n'est pas parfait et il y a toujours un flux de chaleur passant par l'anode. Effectivement, il est toujours possible de mesurer une faible différence de température au niveau des différents thermocouples positionnés dans l'axe vertical au centre de l'anode lors de l'atteinte de l'« état d'équilibre », il y a donc toujours un transfert de chaleur résiduel dans l'anode, suivant l'axe vertical. Ce flux résiduel caractérise l'erreur d'un flux vertical nul dans l'anode. La puissance calculée au lit de coke ne correspond donc pas exactement au flux de chaleur qui passe par la cathode.

La différence entre les lectures des thermocouples présents dans l'anode possède, selon ce qui a été déterminé précédemment, une incertitude maximale de  $\pm 0,81$  °C. Cette

incertitude est du même ordre de grandeur que la différence de température que l'on peut observer entre deux thermocouples présents au centre de l'anode, sur la même ligne verticale.

Une certaine quantité de chaleur est également perdue en direction radiale. Cela est principalement dû au fait que l'isolation autour des blocs n'est pas parfaite, il existe donc une perte de chaleur par rayonnement et par conduction, en faveur de l'isolation. Une certaine quantité de chaleur est également perdue par la convection forcée autour des blocs, générée par l'injection d'argon autour de ces derniers.

Il est à remarquer que, plus la puissance électrique dissipée par le lit de coke est élevée, plus la source d'incertitude dû à l'inexactitude de l'hypothèse du plan adiabatique diminue. Effectivement, le rapport du transfert de chaleur par l'anode sur la chaleur générée dans le lit de coke diminue avec l'augmentation de la chaleur produite dans ce dernier.

### **8.3.2 Températures aux interfaces**

La température à la surface des blocs cathodiques et anodiques en contact avec le lit de coke est obtenue en extrapolant le profil de température mesuré dans les blocs. L'incertitude principale sur ces valeurs provient de l'incertitude sur la position des thermocouples dans les blocs. L'effet combiné de ces incertitudes est de plus amplifié par l'extrapolation (Thomas (1975)).

### 8.3.3 Thermocouples

Les lectures de température données par les thermocouples possèdent deux (2) principales sources d'incertitudes : l'incertitude de l'instrument et l'incertitude de la mesure de température de surface.

#### 8.3.3.1 Incertitude de l'instrument

Les thermocouples utilisés dans le montage sont des thermocouples de type « N » qui présentent, selon le manufacturier, une incertitude absolue de  $\pm 2,2^{\circ}\text{C}$  ou relative de  $\pm 0,75\%$ , selon la plus grande des deux valeurs.

Cependant, dans le cas présent, la valeur de l'incertitude sur les mesures données par les thermocouples est réduite. En effet, les thermocouples utilisés ont été sélectionnés parmi un ensemble de 50 thermocouples par rapport à l'écart maximal des températures mesurées pour différents niveaux de température. Ils présentent donc une incertitude minimale entre eux, facteur important dans le cas présent puisque le calcul des propriétés recherchées est effectué à l'aide de différences de température. Aussi, les thermocouples sélectionnés ont été placés à l'intérieur des blocs, de façon à ce que l'écart-type enregistré entre deux thermocouples, entre lesquels un gradient de température est calculé, soit minimal.

### **8.3.3.2 Incertitude sur la mesure de température à l'intérieur des blocs**

La mesure de la température à l'intérieur des blocs peut être considérée comme une mesure de température de surface. Dans ce type de mesure, deux facteurs principaux peuvent venir fausser la lecture enregistrée : la résistance de contact existant entre la surface et la jonction du thermocouple et l'effet d'ailette que peut produire le thermocouple dans certains cas. Dans le cas présent, l'effet d'ailette peut être négligé parce les thermocouples traversent les blocs le long des lignes isothermes. Une longueur suffisante de la gaine et des fils du thermocouple est donc à la même température que la jonction du thermocouple. Ne sont donc considérées ici que les résistances de contact présentes entre la parois des blocs à l'intérieur des trous et la jonction du thermocouple.

La mesure de la température prise par les thermocouples peut ainsi être faussée par les résistances de contact existant entre : la jonction du thermocouple et la gaine de recouvrement en inconel, entre la gaine et la colle graphitique et entre la colle graphitique et le bloc de carbone. Bien qu'il existe plusieurs interfaces, ces mêmes interfaces possèdent des caractéristiques importantes au point de vue thermique : ils sont de bonne qualité et les matériaux mis en jeux sont de bons conducteurs. De plus, ces différentes résistances de contacts sont localisées sur une très courte distance, (environ 3 mm) ce qui fait que l'incertitude sur la lecture ne peut pas être très importante. Elle peut tout au plus être de l'ordre du gradient de température présent entre chaque côté de la série d'interfaces. Ainsi, plus le gradient de température dans un bloc est grand, plus l'incertitude de lecture relative risque d'être grande. D'un autre côté, comme les résistances de contact de part et d'autre

d'un thermocouple sont à peu près égales et que la présence d'un thermocouple ne devrait pas affecter grandement la distribution de température à l'intérieur des blocs, se baser sur le gradient de température dans le calcul de l'incertitude tend à surestimer cette dernière.

### **8.3.4 Épaisseur du lit de coke constante**

L'épaisseur du lit de coke mesuré en place peut également devenir une source d'incertitudes. Premièrement parce que sa mesure présente une incertitude comme toutes les mesures de longueur prises à partir d'instruments. Deuxièmement parce qu'il s'agit d'un matériau granulaire : il est difficile d'obtenir un lit dont l'épaisseur est uniforme ou encore de mesurer l'épaisseur du lit en plusieurs points avec une bonne exactitude et une bonne reproductibilité. Troisièmement, parce qu'il est difficile d'être absolument certain du parallélisme des surfaces des blocs anodiques et cathodique entre elles. Ainsi, même si il était possible d'obtenir un lit de coke d'une épaisseur uniforme sur toute la surface de la cathode, il se pourrait tout de même que la surface de l'anode ne soit pas en contact avec le lit de coke de façon égale en tout point. Ces défauts peuvent avoir des conséquences importantes sur d'autres variables. Les principales sont mentionnées dans les sections qui suivent.

#### **8.3.4.1 Variation de la résistance du lit de coke**

La résistance étant fonction de l'épaisseur du matériau, une variation de l'épaisseur du lit aura nécessairement un effet sur la résistance du lit de coke. Par exemple, pour un lit de coke d'une épaisseur de 25 mm, une erreur de 1 mm dans la mesure signifie 4 %

d'incertitude, donc de différence qu'il devrait être possible de retrouver lors de la détermination de la résistance du lit. Ainsi, l'incertitude de mesure peut être ressentie de deux façons : lors du calcul de la conductivité thermique et de la résistivité électrique en utilisant l'épaisseur mesurée et lors de l'utilisation du gradient de température, faussé préalablement par la non-homogénéité de l'épaisseur du lit.

#### **8.3.4.2 Variation de la pression exercée sur le lit**

Puisqu'une force uniforme est appliquée par l'anode, la pression exercée par cette dernière sur le lit de coke est directement reliée à la qualité du contact qu'elle a avec ce dernier, donc à l'homogénéité de l'épaisseur du lit de coke ou parallélisme des surfaces du lit (et de la cathode) et de l'anode. La pression appliquée sur le lit a un effet direct sur les résistances thermique et électrique du lit de coke et par conséquent sur les résistances de contact avec les surfaces.

Il serait ainsi possible de voir survenir une situation où il n'y aurait pas de contact entre l'anode et le lit de coke en certains endroits. Cela risquerait d'entraîner une augmentation de la résistance totale du fait que la résistance de contact augmenterait au niveau thermique et deviendrait presque infinie au niveau électrique en certains endroits, la conduction solide étant limitée à quelques points de contact uniquement.

#### **8.3.4.3 Variation de la densité de courant dans le lit**

Une variation de la pression exercée sur le lit de coke risque de mener à une variation de la densité de courant appliquée sur le lit puisque la résistivité électrique est fonction de

la pression mécanique et de la qualité du contact entre les particules et avec la surface de l'anode. Une variation de la densité de courant sur le lit de coke entraîne donc également une variation de la température, la puissance dissipée devenant inégale dans la matrice. Ce phénomène est amplifié par le fait que la résistance du coke granulaire tend à diminuer avec l'augmentation de température, jusqu'à stabilisation.

#### **8.3.4.4 Variation de la température dans le lit**

Une variation de la pression mécanique entraînant une variation dans la conductivité thermique du coke et des interfaces, une différence entre les températures prises à différents endroits du lit devrait être enregistrable. Aussi, et de façon plus importante, une variation de la densité de courant dans le lit ajoute à ce phénomène. Une variation de la température dans le lit entraîne une variation spatiale des propriétés physiques du lit, qui sont directement reliées à la pression et à la température. Ainsi, ce sont les propriétés qui font l'objet de l'étude qui vont varier sur toute la surface du lit, en fonction de la température, de la pression appliquée et de la densité de courant. De ces trois paramètres, il n'est possible de connaître que la différence de température, les deux autres paramètres étant cependant en quelque sorte reliés à cette différence.

D'un autre côté, il faut être également conscient que ces effets doivent être réduits dû au fait qu'une certaine réorganisation des grains à l'intérieur du lit de coke se produit lors de la mise en place de l'anode et de l'application de la pression, de façon à rétablir un certain équilibre à l'intérieur de l'arrangement. Un certain degré de combustion et



d'aplanissement des particules risque également de se produire, menant ainsi à une redistribution plus égale de la charge sur le lit et de tout ce qui s'en suit.

En étant conscient de ce phénomène, des valeurs de conductivité et de résistivité moyennes pour l'ensemble du lit seront cependant déterminées.

### **8.3.5 Résistances de contact identiques aux deux interfaces**

Parce que la technique utilisée ici pour déterminer les résistances de contact entre le lit et les surfaces des blocs ne permet pas de les dissocier, il est posé comme hypothèse de départ qu'elles soient identiques. Cependant, dans les faits, ces deux résistances ne sont probablement pas identiques. Plusieurs raisons sous-tendent cette affirmation. En premier lieu, parce que le lit est déposé sur le bloc cathodique, il est certain que tous les grains qui sont à la surface inférieure du lit sont en contact avec ce dernier. Ce n'est cependant pas le cas pour le contact avec le bloc anodique parce que celui-ci ne peut épouser parfaitement la forme du lit comme le fait le bloc cathodique.

En appliquant une pression sur le lit uniquement aux zones de contact, il y a concentration de contraintes dans le lit sous ces zones de contact. En se basant sur la mécanique des sols (Boussinesq (1874)) et en supposant un matériau isotrope élastique, la pression à l'intérieur du lit est redistribuée selon un cône de concentration des contraintes dont la forme dépend des caractéristiques mécaniques du matériau. Ainsi, plus on descend dans le lit, plus la force appliquée est redistribuée sur un grand nombre de particules et plus la contrainte diminue. La Figure 8.6 illustre schématiquement le cheminement des contraintes dans le lit. Il en résulte que la pression aux interfaces est très différente entre

ces dernières. La distribution de pression sur une même interface peut également varier de façon importante.

L'interface de l'anode est donc soumise à des contraintes plus importantes mais sur une plus petite surface. L'interface de la cathode est soumise à de plus faibles contraintes mais sur une plus grande surface. La résistivité étant directement reliée à la pression et la résistance inversement proportionnelle à la surface, les deux effets se contrebalancent en partie et tendent à diminuer la différence qui pourrait exister entre les deux interfaces. L'incertitude possible sur l'hypothèse que les deux résistances de contact aux interfaces soient identiques s'en trouve pour autant diminuée.

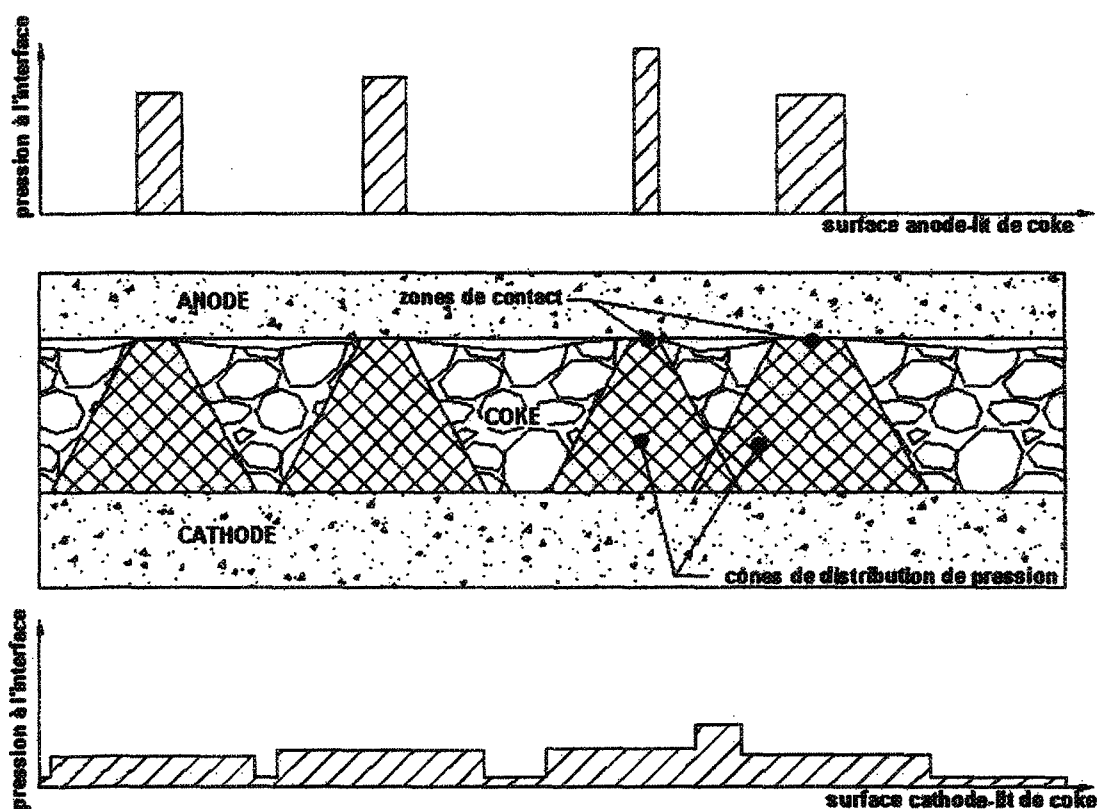


Figure 8.6 : Schématisation de la pression appliquée aux interfaces

## 9

## RÉSULTATS ET ANALYSES

### 9.1 CARACTÉRISATION THERMOÉLECTRIQUE

#### 9.1.1 Présentation des essais

En tout, un total de 28 essais ont été réalisés à l'aide du montage *CARLA* présenté aux chapitres 5 et 6, incluant des essais avec mise sous tension (*AT*) et sans mise sous tension (*ST*) du lit de coke. Des essais ont été réalisés avec injection de gaz argon pour des températures de four de 150°C, 200°C, 400°C, 600°C, 800°C et 1000°C. Un essai sous atmosphère ambiant (*air*) a été réalisé à 1000°C sans mise sous tension et à 925°C avec mise sous tension. La liste complète des essais réalisés apparaît au Tableau 9.1.

À l'intérieur de ce tableau, le nom de l'essai est représenté de la façon suivante :

- Le premier nombre représente l'épaisseur nominale du lit de coke utilisé durant l'expérimentation, en pouces.
- Le deuxième nombre représente la température du four lors de l'expérimentation.
- La mention *avecelec* signifie un essai avec mise sous tension du lit (*AT*) et *sanselec* un essai sans mise sous tension (*ST*).
- La mention *A2* signifie un essai réalisé avec le deuxième bloc anodique<sup>3</sup>.
- La mention *air* signifie un essai réalisé sous atmosphère ambiant (sans gaz argon).

---

<sup>3</sup> Le bloc anodique dans le montage a dû être remplacé complètement à la suite de l'essai # 13. Voir section 6.2.5.

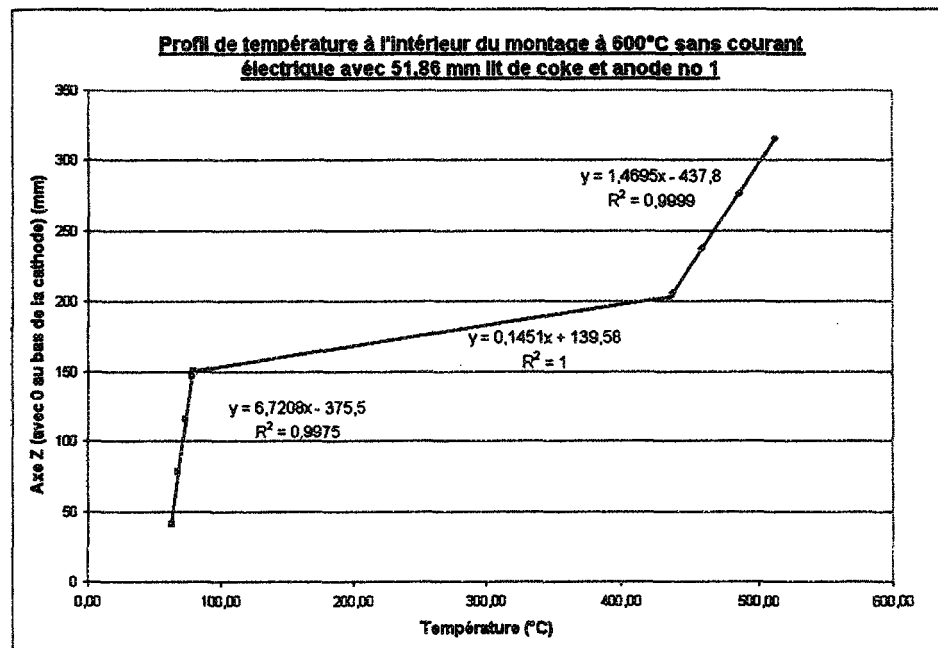
Tableau 9.1 : Liste des essais réalisés

Essai #	Nom essai	Temp. four	Épaisseur coke (mm)
1	1in_test200Csanselec	200°C	25,40
2	1in_test200Cavecelec	200°C	25,40
3	1in_test100Csanselec	150°C	25,40
4	1in_test400Csanselec	400°C	25,40
5	1in_test400Cavecelec	400°C	25,40
6	1in_test600Csanselec	600°C	25,40
7	1in_test600Cavecelec	600°C	25,40
8	2in_test600Csanselec	600°C	51,86
9	2in_test600Cavecelec	600°C	51,86
10	2in_test800Csanselec	800°C	51,86
11	2in_test800Cavecelec	800°C	51,86
12	1in_test1000Csanselec	1000°C	24,77
13	1in_test1000Cavecelec	1000°C	24,77
14	1in_test600CsanselecA2	600°C	25,88
15	1in_test600CavecelecA2	600°C	25,88
16	1in_test800CsanselecA2	800°C	25,88
17	1in_test800CavecelecA2	800°C	25,88
18	05in_test600CsanselecA2	600°C	12,13
19	05in_test600CavecelecA2	600°C	12,13
20	05in_test800CsanselecA2	800°C	12,13
21	05in_test800CavecelecA2	800°C	12,13
22	2in_test400CsanselecA2	400°C	52,36
23	2in_test400CavecelecA2	400°C	52,36
24	2in_test800CsanselecA2	800°C	52,36
25	2in_test1000CsanselecA2	1000°C	52,36
26	2in_test1000CavecelecA2	1000°C	52,36
27	1in_test925CsanselecA2air	925°C	25,15
28	1in_test925CavecelecA2air	925°C	25,15

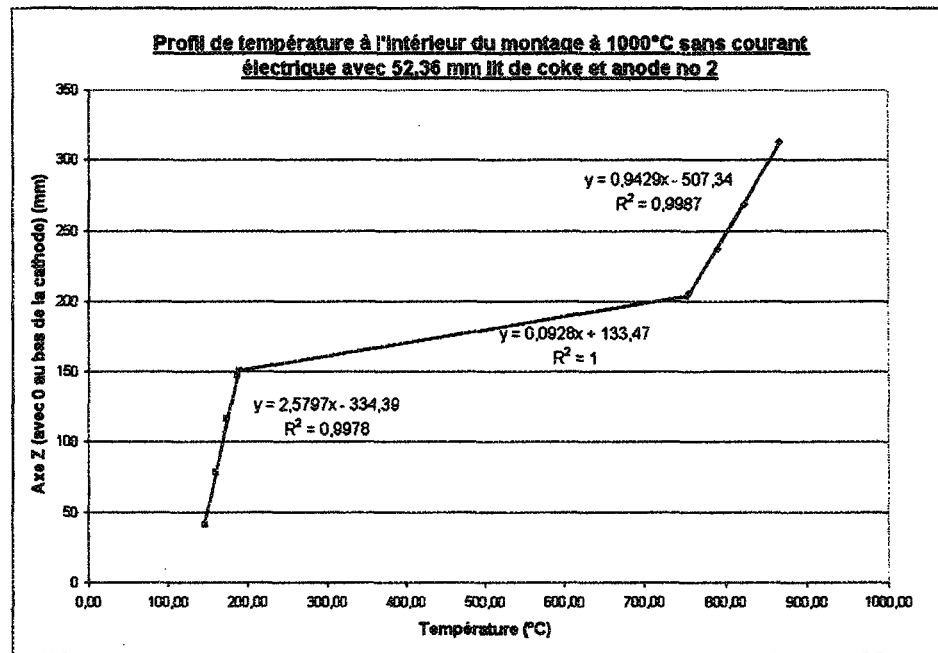
Il est à noter que la température du four n'est pas la même que la température au centre de l'échantillon. Ainsi, un essai avec une température de four de 1000°C ne signifie pas que le lit a été caractérisé à cette température. La température réelle de l'essai est toujours plus basse et doit être déterminée à la suite de l'analyse des mesures de températures réalisées.

### 9.1.2 Profils de température à l'intérieur du montage

Parmi les hypothèses de départ, il a été mentionné que les pertes de chaleur à l'intérieur du montage sont négligeables. Il est possible de vérifier rapidement cette hypothèse en observant le profil de température au centre de l'empilement. La Figure 9.1 montre le profil de température pour les essais # 8 et # 25. Le coefficient de détermination ( $R^2$ ) élevé pour chacune des droites de régression tracées à partir des profils dans chaque bloc donnent une bonne indication de la validité de l'hypothèse de départ. En effet, cela signifie que les valeurs mesurées se situent très près de la droite de régression tracée. La droite représentant le profil dans le lit étant tracée à partir de deux points seulement, il ne peut y avoir d'erreur par rapport aux données expérimentales et le coefficient de corrélation vaut par conséquent 1.



a)



b)

Figure 9.1 : Profil de température au centre des blocs pour a) essai # 8 et b) essai # 25

Quelques exemples de profils de température pour des essais *AT* et *ST* sont également présentés en Annexe.

### 9.1.3 Conductivité thermique du bloc cathodique

Le bloc cathodique employé à l'intérieur du montage a été caractérisé thermiquement à l'aide des essais *AT*. Cela a dû être réalisé parce que le flux de chaleur passant par l'échantillon lors des essais *ST* est déterminé à partir du bloc cathodique qui sert alors de matériau étalon, tel qu'expliqué dans la section 4.2.1.2 portant sur les méthodes comparatives.

Pour ce faire, le profil de température vertical à l'intérieur du bloc cathodique pour chaque essai *AT* a été déterminé. L'isolation radiale n'étant pas parfaite, de faibles pertes

de chaleur sont présentes, ce qui fait que le profil de température interne n'est pas tout à fait linéaire dans la direction longitudinale.

La figure suivante montre un exemple typique du profil de température observé à l'intérieur du bloc cathodique.

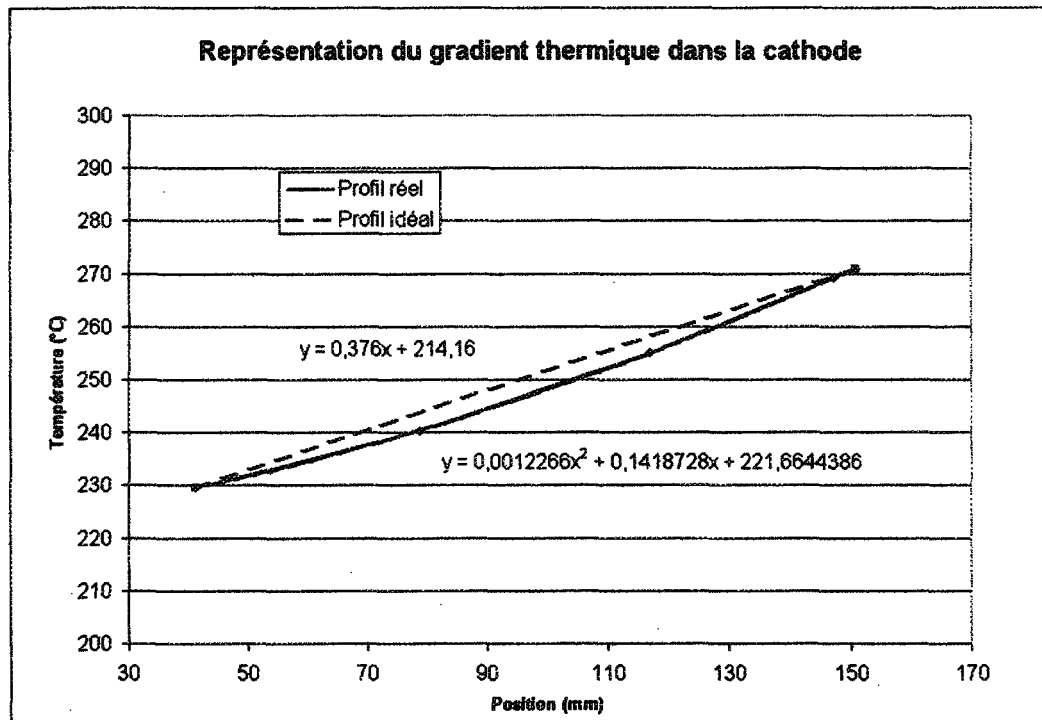


Figure 9.2 : Profil de température à équilibre à l'intérieur du bloc cathodique, essai # 9

Ainsi, si chaque valeur de conductivité thermique qu'il est possible d'obtenir est déterminée en utilisant le gradient thermique entre chaque point de mesure à l'intérieur du bloc, on obtient trois conductivités thermiques différentes, le gradient variant selon l'axe longitudinal dû aux pertes de chaleur radiales. Afin de contourner le problème, une fonction quadratique suivant le profil de température mesuré a été déterminée à l'aide de la méthode des moindres carrés, pour chaque essai *AT*. Le gradient thermique servant à caractériser le bloc cathodique pour un essai particulier a été tiré de l'évaluation de la

dérivée de cette équation au point de rencontre entre le lit et le bloc cathodique. De cette façon, on obtient le gradient de température linéaire qui aurait été observé dans le bloc si il n'y aurait pas eu de pertes de chaleur. L'incertitude dans l'évaluation des différentes valeurs de conductivités thermique pour chaque essai a été calculée. Les résultats de la caractérisation thermique du bloc cathodique sont montrés à la Figure 9.3.

La conductivité thermique du bloc semble diminuer avec l'augmentation de température. En traçant une droite de régression à travers la série de données, on vient confirmer cette tendance. De plus, la droite de régression se situe à l'intérieur des limites du calcul d'incertitude de toutes les valeurs de conductivités thermiques obtenues. Ainsi, l'équation de la droite de régression obtenue sera utilisée pour le calcul du flux de chaleur lors des essais *ST*.

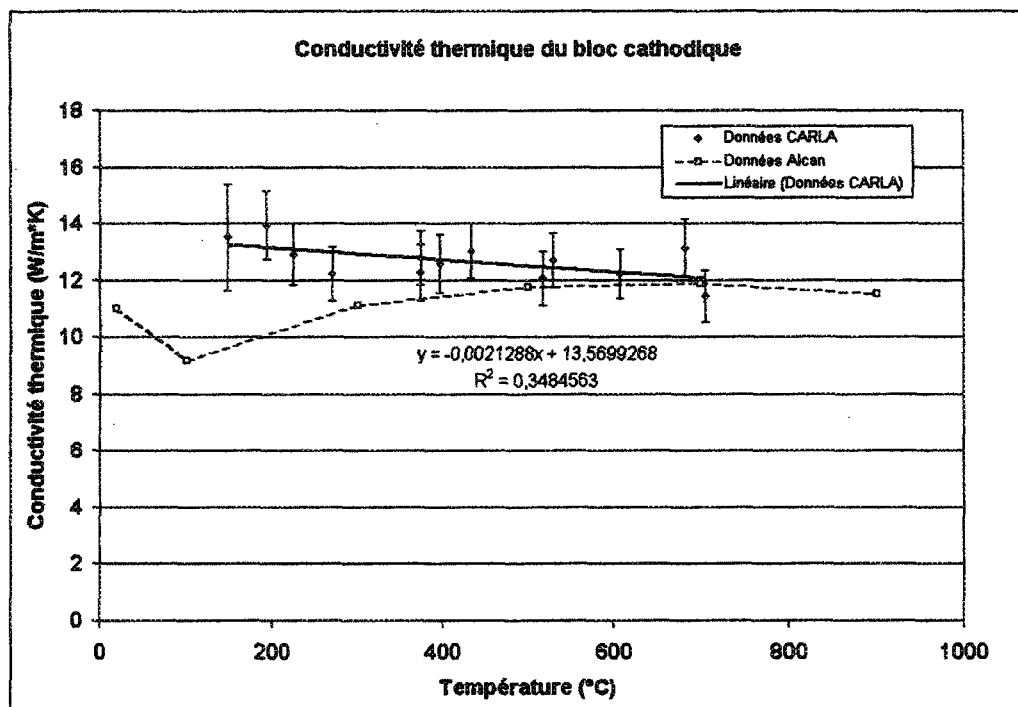


Figure 9.3 : Conductivité thermique du bloc cathodique



La conductivité thermique du bloc cathodique pour  $175^{\circ}\text{C} < T < 700^{\circ}\text{C}$  est donc défini par :

$$k_{cath} = 13,57 - 0,0021288T \pm 1,07 \text{ W/m/K} \quad \text{Équation 9.1}$$

L'incertitude sur l'Équation 9.1 est la moyenne arithmétique des incertitudes calculées pour chaque mesure.

L'évaluation du coefficient de corrélation linéaire  $r$  est défini par l'équation suivante (Taylor (2000)) :

$$r = \frac{\sum (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sqrt{\sum (x_i - \bar{x})^2 \sum (y_i - \bar{y})^2}} \quad \text{Équation 9.2}$$

La valeur de  $r$  pour les valeurs de conductivité thermique du bloc cathodique en fonction de la température est de  $-0,59$ . Pour le nombre de mesures obtenues (13), ce coefficient correspond à une probabilité que les facteurs soient décorrélés de seulement 3 %. La corrélation est donc *significative* (97 %) et il est possible d'en déduire que la conductivité thermique du bloc cathodique peut être liée à la température selon une relation linéaire de manière fiable.

Les données fournies par Alcan apparaissent également sur la même figure. À basse température, les données Alcan ne concorde pas avec les valeurs calculées, augmentant avec la température à l'inverse des résultats obtenus. Les deux séries tendent cependant à se confondre à partir d'environ  $700^{\circ}\text{C}$ . Les données fournies par Mantell (1968) montrent

une diminution généralisée de la conductivité thermique des électrodes de graphite avec l'augmentation de la température. Comme le bloc cathodique utilisé contient environ 20% de graphite, un comportement tel que celui observé semble réaliste.

### 9.1.4 Résistivité électrique effective du lit de coke

La résistivité électrique effective du lit de coke a été déterminée lors des essais *AT*. Toutes les valeurs de potentiel mesurées aux interfaces ont été utilisées pour déterminer la résistivité du lit de coke. Ainsi, une importante quantité de valeurs a été calculée. L'ensemble des résultats obtenus suite aux calculs de la résistivité électrique équivalente apparaît à la Figure 9.4 :

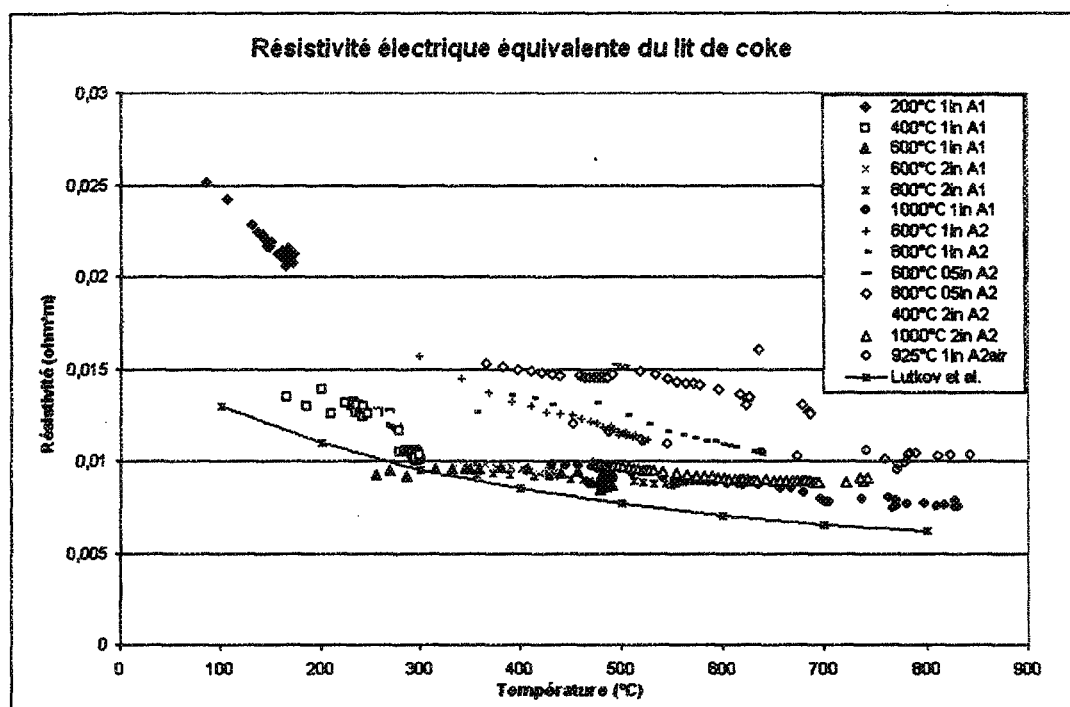


Figure 9.4 : Résistivités électriques équivalentes totales mesurées, par essai

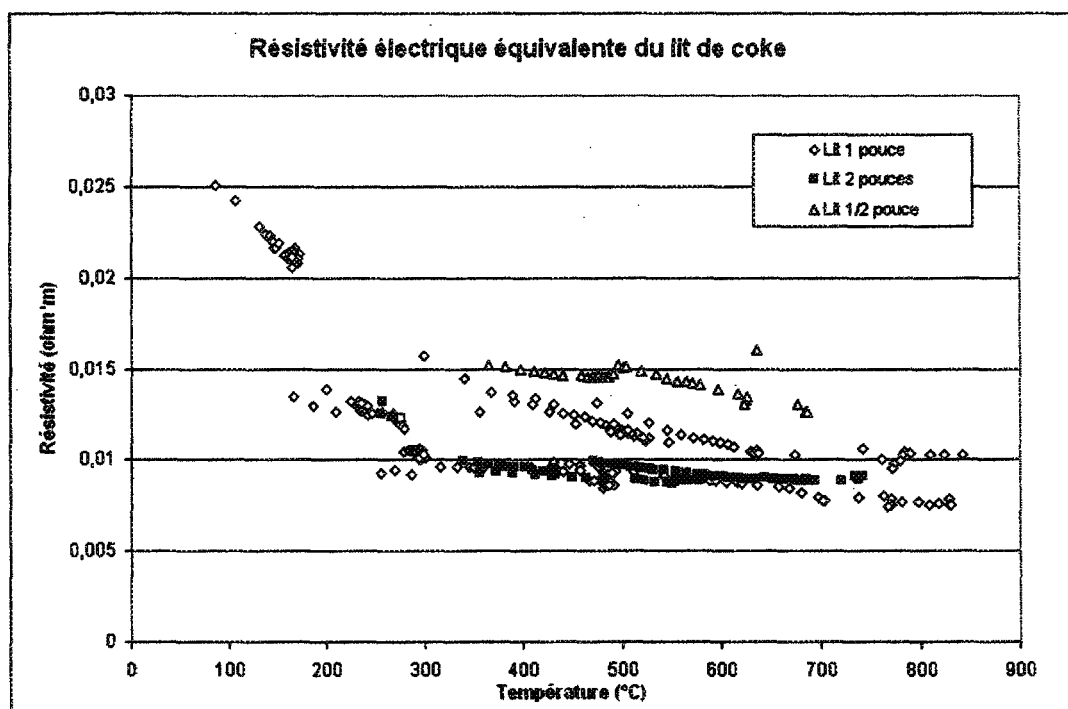


Figure 9.5 : Résistivités électriques équivalentes mesurées, par épaisseur de l'essai

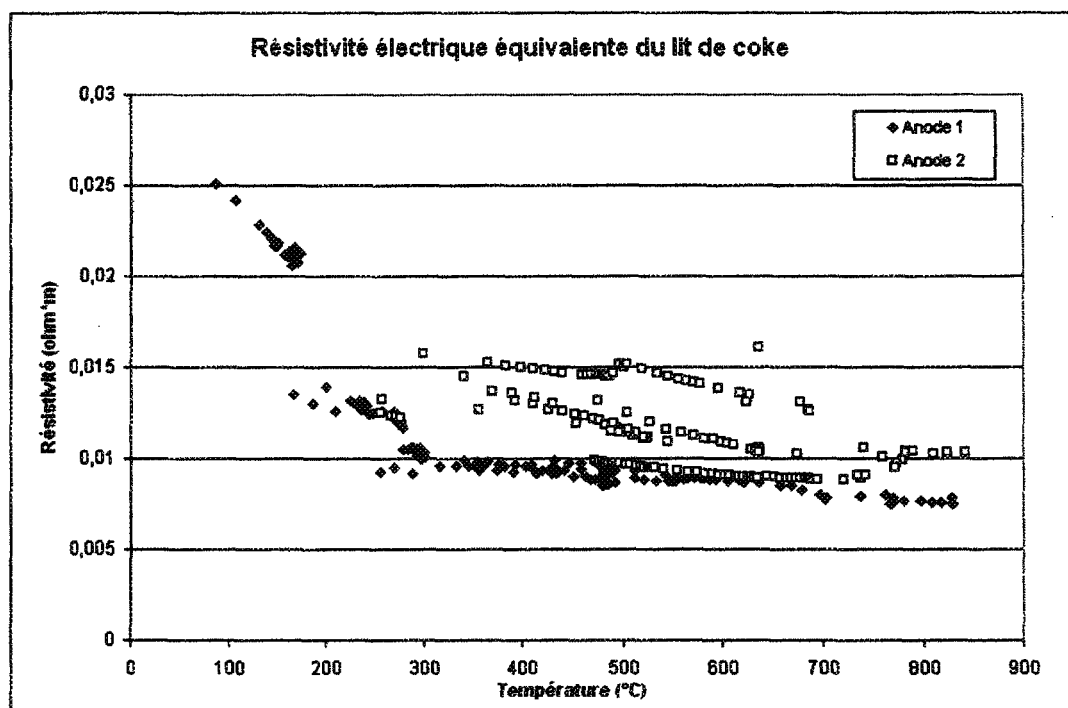


Figure 9.6 : Résistivités électriques équivalentes mesurées, par bloc anodique

Sur la Figure 9.4, les résultats obtenus par Lutkov *et al.* (1973) lors d'essais sur du coke graphitisé, d'une granulométrie variant entre 5 mm et 15 mm et sous une pression mécanique d'environ 8 kPa, montrent une résistivité et une tendance proche des résultats obtenus. Sur la même figure, on observe également que les valeurs de résistivité électrique semblent partagées entre trois paliers principaux. En se référant aux Figure 9.5 et Figure 9.6 on observe que, pour l'anode # 2, les trois paliers de résistivité correspondent aux trois épaisseurs testées, l'épaisseur la plus importante montrant la résistivité équivalente la plus basse.

Cependant, les données obtenues pour certains essais réalisés avec l'anode # 1 semblent contredire la tendance observée avec l'anode # 2. En effet, on observe que les essais # 5 (400°C 1in A1), # 7 (600°C 1in A1) et # 13 (1000°C 1in A1) ne suivent pas cette dernière. Bien qu'ayant tous été effectués avec une épaisseur nominale de 1 pouce, ces essais viennent plutôt se fondre dans les résultats obtenus lors des essais à 2 pouces. Dans le cas des essais # 5 et # 7, qui ont été effectués sur un même échantillon de coke, cette baisse de résistivité peut s'expliquer par une manipulation effectuée lors de l'essai # 5. Lors de cet essai, le lit a été vibré manuellement de manière légère à l'aide de l'électrode supérieure afin de visualiser si de faibles fluctuations de l'état des contraintes mécaniques avaient un effet important sur la résistivité électrique. Il semble que ce soit effectivement le cas.

La Figure 9.7 montre plus en détail la chute de résistivité observée lors de l'essai. Cette chute est de l'ordre de 10 %. En ce qui concerne l'essai # 13, aucune manipulation spécifique effectuée durant l'expérimentation n'explique le désaccord de la mesure avec la

tendance observée. Cependant, ayant observé auparavant l'importance que peut avoir de faibles mouvements mécaniques sur la résistivité équivalente, il est probable qu'une erreur expérimentale non répertoriée soit à la source de ce comportement. Il est possible de penser, par exemple, à une meilleure compaction au niveau du lit lors de la mise en place. Cet essai ne sera donc pas considéré lors de la détermination des résistances de contact des interfaces.

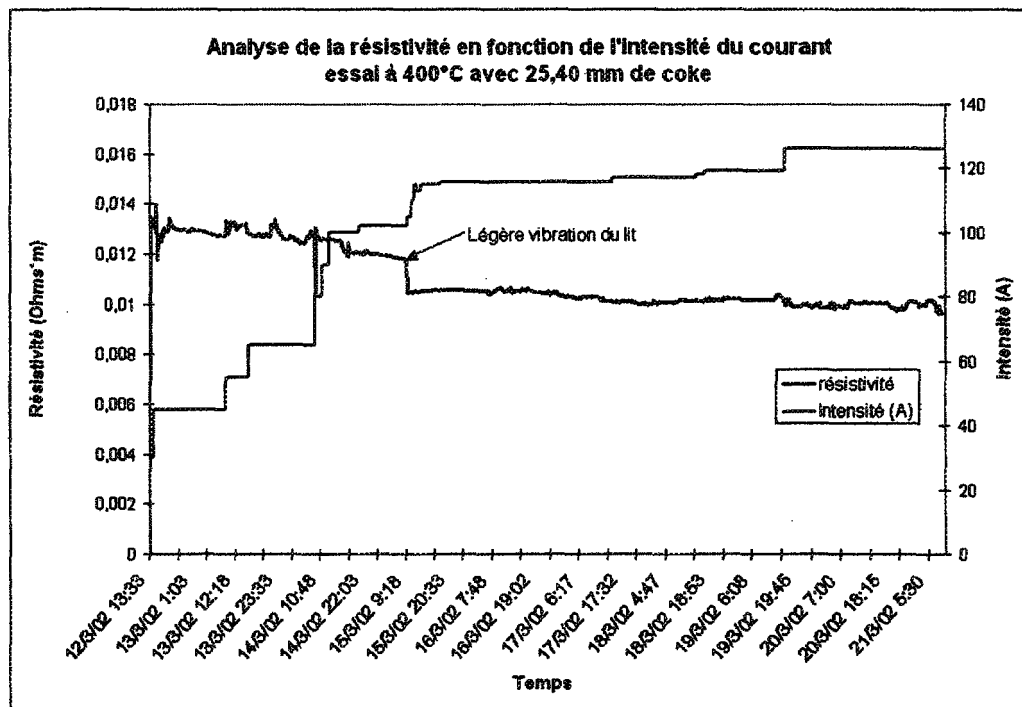


Figure 9.7 : Résistivité équivalente et intensité du courant en fonction du temps, essai # 5

L'essai # 2 (200°C 1in A1) semble également s'écarter des valeurs obtenues avec les autres essais à 1 pouce. En effet, on remarque que les valeurs de résistivité de cet essai représentent en moyenne environ le double de ce qui est observé à plus haute température. Cet essai semble donc, a priori, s'écarter des autres essais de par les valeurs obtenues, bien qu'ayant été effectué à une température plus basse. Il faut également considérer que cet

essai est le premier qui a été effectué et que des modifications ont été apportées au montage après ce dernier. Notamment au niveau de la fixation du bloc anodique à l'électrode supérieur. Il se peut donc qu'un incident non répertorié ait eu lieu durant l'expérimentation. Afin d'infirmer ou de confirmer cette valeur, l'essai a été repris sur la maquette de visualisation. Les résultats obtenus sont présentés à la Figure 9.31 où il est possible de voir que, pour une température d'environ 200°C et une pression semblable à celle présente dans la montage expérimental, la résistivité électrique du coke est d'environ 0,0135 ohm\*m. On écarte donc de l'analyse les valeurs reliées à l'essai # 2.

L'incertitude expérimentale sur les mesures de résistivité électrique équivalente a été déterminée à partir de la formule générale de propagation des incertitudes (Taylor (2000)), vraie si toutes les incertitudes sont indépendantes et aléatoires comme c'est le cas ici :

$$\delta q = \sqrt{\left(\frac{\partial q}{\partial x} \delta x\right)^2 + \dots + \left(\frac{\partial q}{\partial z} \delta z\right)^2} \quad \text{Équation 9.3}$$

Où  $\delta x, \dots, \delta z$  sont les incertitudes reliées aux mesures *indépendantes* et *aléatoires*  $x, \dots, z$  servant au calcul de la fonction  $q(x, \dots, z)$ .

La résistivité électrique équivalente est déterminée dans le cadre de la présente expérimentation par :

$$\rho = \frac{V \Delta L}{I A} \quad \text{Équation 9.4}$$

Où  $\Delta V$  est la différence de potentiel de part et d'autre du lit en Volt,  $\Delta L$  l'épaisseur du lit en mètre,  $I$  l'intensité du courant électrique en Ampères et  $A$  l'aire de la section transversale du lit en  $m^2$ .

Pour l'Équation 9.4, le calcul d'incertitude devient donc :

$$\frac{\delta \rho}{\rho} = \sqrt{\left(\frac{\delta \Delta V}{\Delta V}\right)^2 + \left(\frac{\delta \Delta L}{\Delta L}\right)^2 + \left(\frac{\delta I}{I}\right)^2 + \left(\frac{\delta A}{A}\right)^2} \quad \text{Équation 9.5}$$

En effectuant ce calcul, on obtient des valeurs d'incertitude pour la résistivité équivalente variant entre 0,5 % et 1,5 %. L'incertitude sur cette valeur est donc faible. La variabilité des résultats provient donc surtout de la sensibilité du matériau aux variations des conditions expérimentales.

### 9.1.5 Résistances de contact électriques aux interfaces

La méthode de détermination des résistances de contact aux interfaces a déjà été explicitée à la section 7.5. Les résultats de ces calculs sont présentés à la Figure 9.8 où sont représentés la résistance de contact aux deux interfaces, ainsi que la résistance totale du lit, incluant la résistance aux interfaces, pour différentes épaisseurs.

Il est à noter que les essais # 2, # 5, # 7 et # 13 n'ont pas été utilisés dans les calculs pour les raisons expliquées précédemment. La détermination des résistances de contact électrique aux interfaces étant réalisée à partir de séries constituées de valeurs de résistivité effective totale à un même niveau de température mais pour des épaisseurs différentes, l'étendue de températures pour laquelle des résultats sont calculés est limitée par l'épaisseur

pour laquelle les valeurs de résistivité se retrouvent sur la gamme de températures la plus limitée, c'est-à-dire par les essais à ½ pouce.

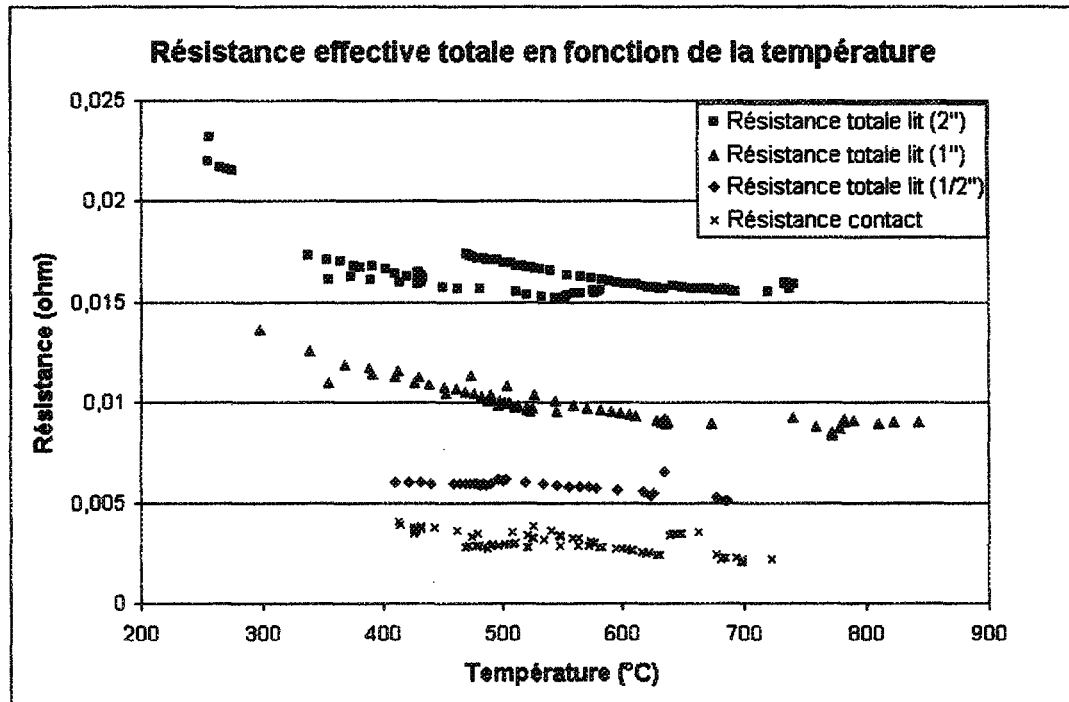


Figure 9.8 : Résistances électriques effectives du lit et résistances de contact des interfaces

À partir des résultats obtenus, la résistance de contact moyenne calculée est de l'ordre de 0,0032 ohms avec un l'écart-type de 16 %. Les valeurs de résistance effective nette pour un lit de ½ pouce se situent très près et même parfois en dessous de certaines valeurs de résistance de contact d'interfaces obtenues.

Observons maintenant les résistances nettes du lit pour différentes épaisseurs, une fois les résistances de contact soustraites pour chaque valeur (Figure 9.9). L'empilement est alors considéré comme représentant une suite de résistances en séries (voir section 7.5).



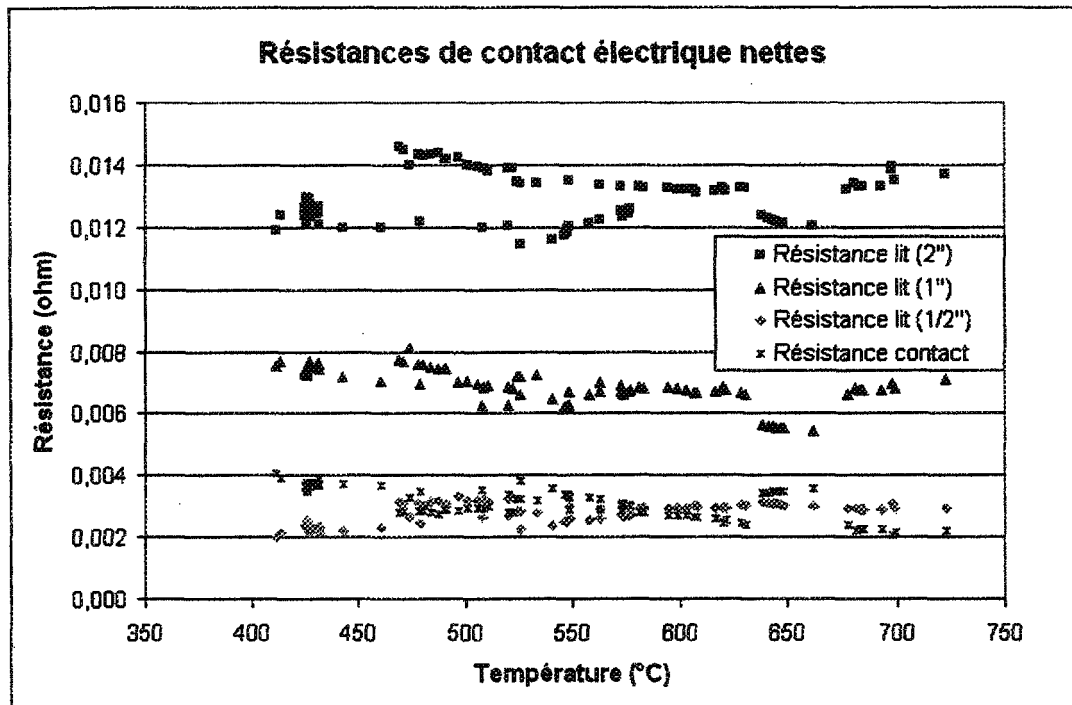


Figure 9.9 : Résistance électrique du lit et résistance de contact des interfaces

Il apparaît clair sur cette figure que les résultats obtenus au niveau des résistances nettes du lit montrent une certaine variabilité pour une même épaisseur. Aussi, en observant la Figure 9.10, où sont représentées les valeurs de résistivité nette du lit pour chaque série de données comparées, il apparaît qu'il y a encore une certaine variabilité entre les valeurs obtenues pour un même niveau de température. La série de donnée ne semble pas montrer une forte dépendance au niveau de la température. La résistivité moyenne est de 0,00749 ohm·m avec un écart type de 5 %. Rappelons que la littérature ainsi que les résultats de résistivité effective de la Figure 9.4 proposent une diminution de la résistivité électrique du coke en fonction de la température.

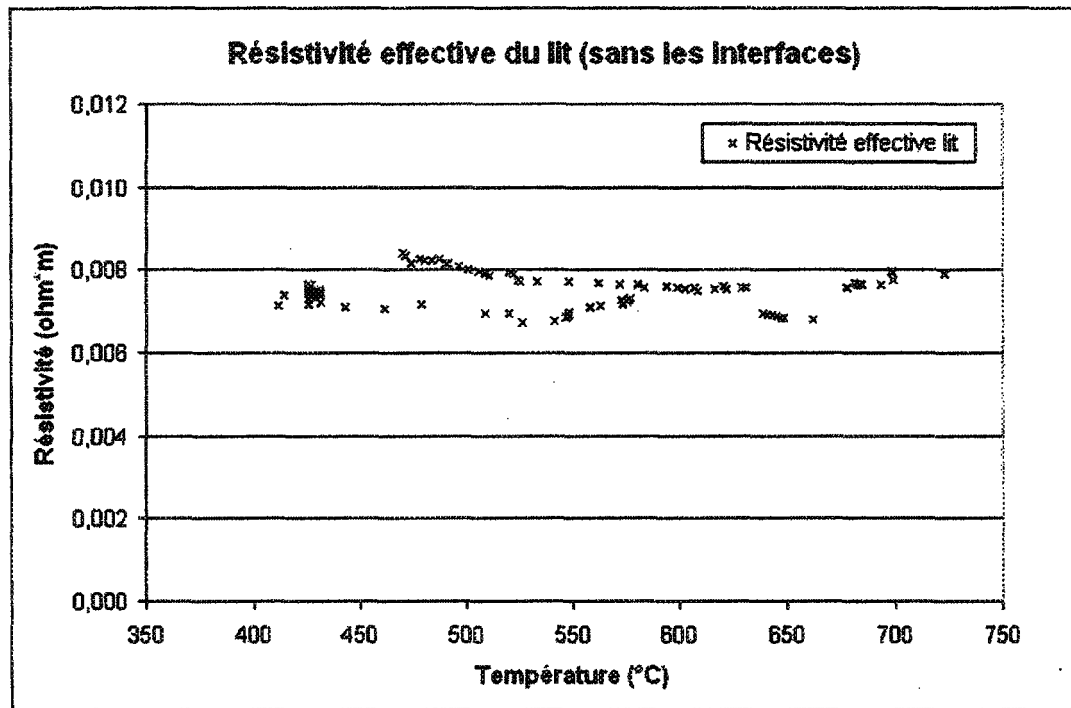


Figure 9.10 : Résistivité effective nette du lit (sans les résistances de contact aux interfaces)

À la lumière des résultats obtenus, il y a lieu de questionner certaines des hypothèses de départ posées, à savoir que la résistivité équivalente du coke ne varie pas en fonction de l'épaisseur ou que les résistances de contact aux interfaces sont constantes. Il a été supposé que la variation de la résistance effective totale du lit n'était due qu'aux résistances de contact entre le lit et les surfaces des blocs anodique et cathodique. Le fait que la résistivité effective intrinsèque du lit risque de varier en fonction de l'épaisseur n'a pas été considéré. À la lumière des résultats observés, il est devenu donc important de se pencher sur l'importance relative que peut avoir la variation de la résistivité électrique en fonction de l'épaisseur.

#### 9.1.5.1 Variation de la résistivité électrique en fonction de l'épaisseur

Tout en étant fonction du coefficient de friction (fonction de la rugosité des grains) entre les grains et des propriétés mécaniques de ces derniers, il est admis que la résistivité électrique dépend principalement de la pression entre les grains, paramètre qui caractérise le plus le contact entre ces derniers. Une augmentation de la pression entre deux surfaces tend donc à faire diminuer la résistance de contact entre ces dernières. Supposons un lit isotrope, composé d'un matériau montrant un comportement élastique linéaire, d'épaisseur et de section fixe limité en son périmètre par une paroi lisse, dont le contact avec la surface d'application de la pression est non-uniforme et qui repose sur une surface rigide à sa base. La distribution des contraintes devrait alors être telle que montrée à la section 8.3.5, suivant l'équation de Boussinesq. La résistivité électrique à l'intérieur du lit est alors fonction de la position dans l'échantillon jusqu'à une certaine limite où la pression est redistribuée à peu près également sur toute l'interface de contact du bas. La probabilité distribution de pression ne varie alors plus en fonction de la hauteur tel que montré par Blair *et al.* (2000).

Comme la résistivité équivalente d'un matériau granulaire est principalement caractérisée par la résistance de contact entre les grains, un meilleur contact devrait mener à une résistivité plus basse. La résistivité électrique interne de l'échantillon devrait ainsi être plus basse près de la surface de contact d'application de la pression et augmenter graduellement avec la redistribution de la force appliquée entre les grains qui entraîne une diminution de la qualité du contact entre ces derniers (Giraud *et al.* (1983)). Ainsi, pour un lit semi-infini, si on ne considère pas de résistance de contact aux interfaces, la résistivité

électrique effective du lit devrait continuer à augmenter de manière non linéaire en fonction de l'épaisseur jusqu'à ce que la hauteur du *cône de distribution de pression* devienne négligeable par rapport à la hauteur totale de l'échantillon.

Ainsi, la différence entre les résistivités mesurées entre des épaisseurs de hauteur espacées de façon régulière (ex. 1'', 2'', 3'', etc.) devrait diminuer avec l'augmentation de ces hauteurs. À titre d'exemple, la Figure 9.11 montre les résultats obtenus par Dubois *et al.* (2002). Lors de ces essais, la variation de la conductivité électrique en fonction de l'épaisseur de l'échantillon pour une poudre de Si a été mesurée pour des pressions mécaniques de 637 MPa (carrés), 509 MPa (cercles) et 382 MPa (triangles).

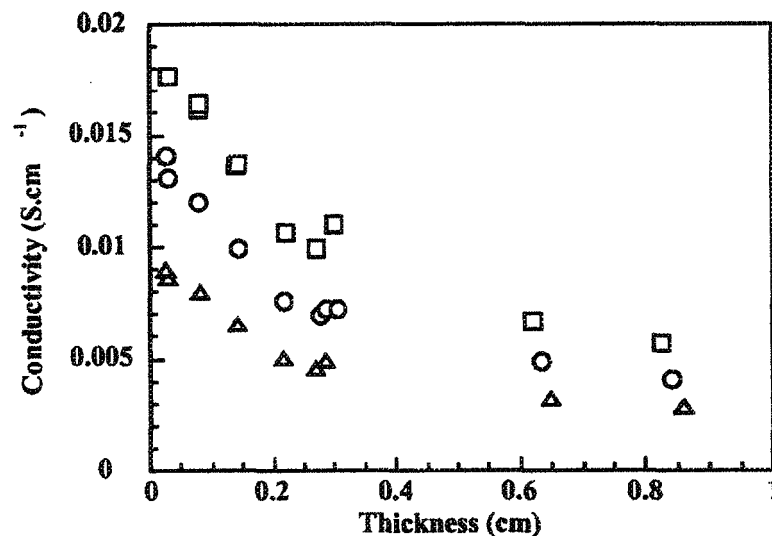
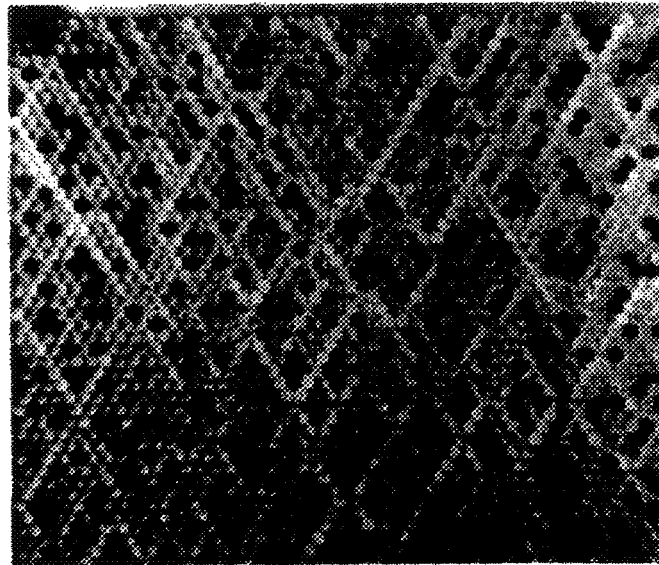


Figure 9.11 : Conductivité électrique vs. épaisseur de poudre de Si (Dubois *et al.* (2002))

Il est possible de remarquer sur cette figure que, sous une pression mécanique constante, la conductivité tend à diminuer avec l'épaisseur de l'échantillon. C'est dire que la résistivité devrait augmenter avec l'épaisseur.

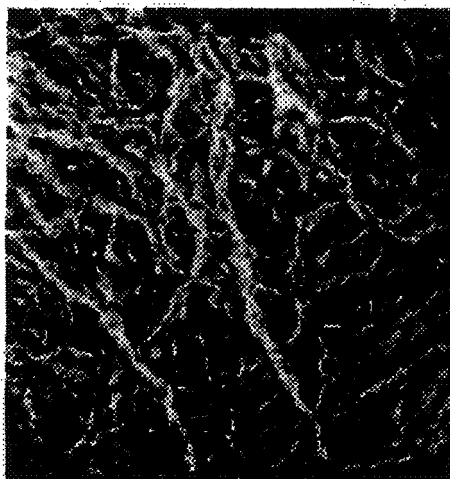
Tel que proposé plus haut, ce phénomène provient du fait que dans un matériau granulaire, la pression locale entre les particules, tend à varier sur l'épaisseur (Giraud *et al.* (1983)). Ainsi, cette pression locale diminue à mesure que l'on s'éloigne de la surface d'application de la force, l'anode dans notre cas. D'autres études ont même déterminé une fonction de probabilité de distribution des forces entre les grains et une surface de retenue (le bloc cathodique dans notre cas) en fonction de l'épaisseur d'un lit (Mueth *et al.* (1999), Blair *et al.* (2000), Erikson *et al.* (2002)). Des essais par photoélastométrie ont aussi démontrés ce phénomène sur des modèles 2D réalisés à l'aide de cylindres de *plexiglas* (Travers *et al.* (1986,1987)) tel que montré la Figure 9.12.



**Figure 9.12 : Essai de distribution de contraintes par photoélastométrie (Travers *et al.* (1986))**

Sur cette figure, un grain clair est soumis à de fortes contraintes alors qu'un grain foncé est sous faibles contraintes. Ainsi, on remarque quelques zones de fortes contraintes près de la surface d'application de la pression et près des côtés. L'intensité des contraintes

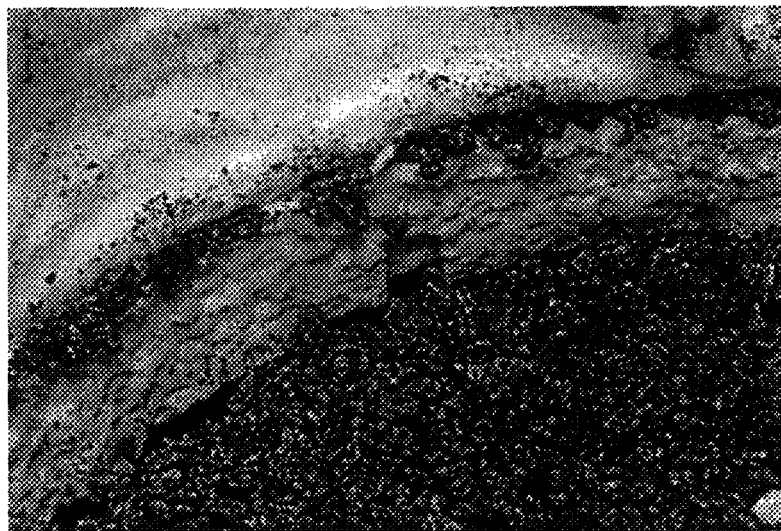
tend en général à diminuer avec l'éloignement des zones de contact jusqu'à atteindre une distribution à peu près uniforme près de la surface de retenue. Le patron hexagonal de distribution de contraintes est dû à l'arrangement ordonné des grains. Il est également possible de remarquer que, un peu partout à travers la matrice, certaines particules semblent ne pas être sous contrainte. Comme il est possible de s'y attendre, une tendance est observée similaire pour un lit tridimensionnel. L'exercice a été réalisé par Liu *et al.* (1995) pour des particules de Pyrex de 3 mm de diamètre, tel que montré à la Figure 9.13.



**Figure 9.13 : Image des chaînes de forces dans un matériau granulaire 3D tel que vu entre deux polariseurs circulaires (Liu *et al.* (1995))**

Sur cette figure, le matériau granulaire est conscrit dans une boîte rectangulaire et une force est appliquée à la surface supérieure. Les particules sous fortes contraintes apparaissent claires sur la figure. Il est possible de remarquer le caractère non-homogène de la distribution des chaînes de force et une diminution générale de l'intensité de ces chaînes à la face inférieure.

Si le matériau granulaire est conscrit à l'intérieur d'un cylindre par exemple, la friction entre les grains et entre les grains et la paroi du cylindre peut avoir une influence importante sur la distribution des contraintes mécaniques à l'intérieur du matériau granulaire comme il est également possible de le voir à la Figure 9.12 et à la Figure 9.13. Ce phénomène est mieux connu sous le nom de « effet de voûte » (*arching* ou *vault effect* en anglais). Ce phénomène est traité en détail par Claudin (1999). Un modèle heuristique de type « mécanique des milieux continus » basé sur l'observation des milieux granulaire a même été proposé par Janssen dès 1895 (Duran (1997)). L'approximation faite en considérant un matériau granulaire comme un matériau continu est soutenue par le comportement observé pour un matériau composé d'un grand nombre de particules et apparaît alors justifiable. Dans le cadre des présents essais sur le coke, cet effet a été observé. En effet, la force exercée par les grains sur la paroi verticale du matériau isolant retenant l'échantillon est nettement visible après certaines expérimentations, tel que montré à la Figure 9.14 pour l'essai # 13.



**Figure 9.14 : Effet de la force appliquée par les grains sur la parois latérale, essai # 12 et # 13**

L'effet aléatoire des chemins de contraintes et de la résistivité des matériaux granulaires observés est appuyé par la littérature. En effet, certains auteurs rapportent le caractère non-gaussien des fluctuations de la résistivité électrique à l'intérieur d'un matériau granulaire composé de sphères métalliques soumises à de faibles perturbations mécaniques ou thermiques (Vandewalle *et al.* (2000), Bonamy *et al.* (2000)) tel qu'il a été observé durant les essais et tel que montré plus loin, des Figure 9.33 à Figure 9.37. Les chemins de conduction électrique dans un matériau granulaire ont également été observés en fonction de la densité de courant dans le cas de poudres métalliques (Vandembroucq *et al.* (1997)).

Ainsi, la résistivité électrique tend à fluctuer sous de faibles perturbations mécaniques. Il est donc difficile de déterminer une loi de comportement pour la résistivité électrique d'un matériau granulaire sans tenir compte de la pression appliquée sur ce dernier. Il est d'ailleurs prouvé que la conductance en fonction de la contrainte d'un empilement de grains conducteur suit une loi de puissance dont l'exposant diffère de celui prévu par la loi de Hertz (Amni *et al.* (1988)). Il faut également connaître avec précision les caractéristiques physiques du matériau et des grains. Même en possédant avec exactitude toutes ses données, il n'est pas certain que la pression absolue appliquée sur le matériau granulaire en certains points en conditions réelles donnera des résultats équivalents aux résultats expérimentaux en supposant une résistivité uniforme pour le lit sous une pression moyenne.



### 9.1.5.2 Analyse

En observant les résultats obtenus, il apparaît probable que la résistivité électrique équivalente du lit de coke puisse varier en fonction de l'épaisseur. Cependant, il devient très difficile, de déterminer avec certitude les mécanismes causant ce phénomène. En effet, la présence de résistances de contact aux interfaces devrait produire un effet contraire à ce que devrait produire la variation de la résistivité intrinsèque du lit en fonction de l'épaisseur due à la distribution des contraintes internes. Les deux phénomènes s'opposent et il est pourtant observé une diminution de la résistivité avec l'augmentation de l'épaisseur.

Donc, la résistivité électrique effective du coke diminue avec l'augmentation de température et avec l'augmentation de l'épaisseur. La diminution de la résistivité électrique avec l'augmentation de l'épaisseur va à l'encontre de ce qui est rapporté dans la littérature au niveau des matériaux granulaires, ce qui laisse supposer que les résistances de contact aux interfaces qui ont été déterminées pourraient être en réalité plus importantes que ce qui est trouvé à la suite de l'analyse des données.

### 9.1.6 Conductivité thermique effective du lit de coke

La conductivité thermique effective du lit de coke a été déterminée à partir des essais *ST* et *AT*. Les résultats obtenus des essais *ST* utilisent la conductivité thermique de la cathode déterminée précédemment pour obtenir le flux de chaleur passant par le lit. Les résultats des essais *AT* sont calculés tel qu'expliqué à la section 7.3. Les valeurs obtenues sont résumées au Tableau 9.2 et représentées à la Figure 9.15. L'incertitude calculée sur la conductivité thermique est en moyenne de 11 %. Par ailleurs, les valeurs déterminées à

partir des essais *AT* présentent une incertitude légèrement inférieure à celle déterminée à partir des essais *ST*. Il en est ainsi parce que l'utilisation d'un matériau étalon pour déterminer le flux induit une plus grande incertitude que l'utilisation directe de la puissance électrique générée dans le lit.

Tableau 9.2 : Résultat des essais de conductivité thermique effective

Essai #	Temp. Four °C	Type essai	Temp. moy. °C	Épais. lit mm	$k_e$ W/m*K
1	200	<i>ST</i>	83	25,4	0,189
2	200	<i>AT</i>	165	25,4	0,265
3	100	<i>ST</i>	62	25,4	0,237
4	400	<i>ST</i>	163	25,4	0,245
5	400	<i>AT</i>	307	25,4	0,353
6	600	<i>ST</i>	256	25,4	0,320
7	600	<i>AT</i>	487	25,4	0,484
8	600	<i>ST</i>	257	51,86	0,339
9	600	<i>AT</i>	434	51,86	0,516
10	800	<i>ST</i>	354	51,86	0,416
11	800	<i>AT</i>	583	51,86	0,697
12	1000	<i>ST</i>	427	24,77	0,458
13	1000	<i>AT</i>	833	24,77	0,979
14	600	<i>ST</i>	256	25,88	0,326
15	600	<i>AT</i>	492	25,88	0,595
16	800	<i>ST</i>	353	25,88	0,400
17	800	<i>AT</i>	638	25,88	0,712
18	600	<i>ST</i>	237	12,13	0,263
19	600	<i>AT</i>	504	12,13	0,427
20	800	<i>ST</i>	333	12,13	0,321
21	800	<i>AT</i>	689	12,13	0,597
22	400	<i>ST</i>	162	52,36	0,265
23	400	<i>AT</i>	276	52,36	0,404
24	800	<i>ST</i>	362	52,36	0,433
25	1000	<i>ST</i>	471	52,36	0,552
26	1000	<i>AT</i>	738	52,36	0,979
27	1000	<i>ST</i>	441	25,88	0,556
28	925	<i>AT</i>	805	25,15	1,041

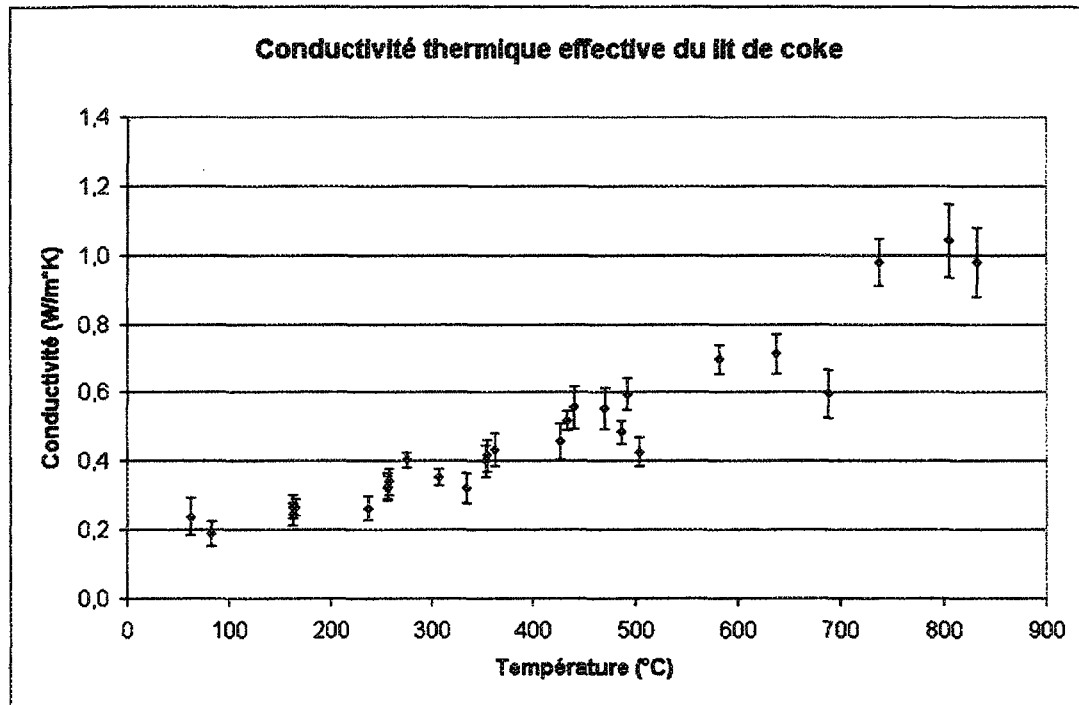


Figure 9.15 : Conductivité thermique effective du lit de coke (incluant les résistances aux interfaces)

La conductivité thermique effective totale, incluant les résistances de contact aux interfaces, tend à augmenter de manière non linéaire en fonction de la température. Ces résultats sont en accord avec ce qui est mentionné dans la littérature à ce sujet. L'augmentation de la conductivité thermique à haute température est surtout due à l'augmentation du transfert de chaleur par rayonnement, ce qui peut expliquer l'augmentation non linéaire des résultats en fonction de la température.

Par ailleurs, en analysant la conductivité thermique effective obtenue à partir des essais à différentes épaisseurs tel que montré à la Figure 9.16, il est possible d'observer que les valeurs de même épaisseur tendent à montrer une certaine corrélation.

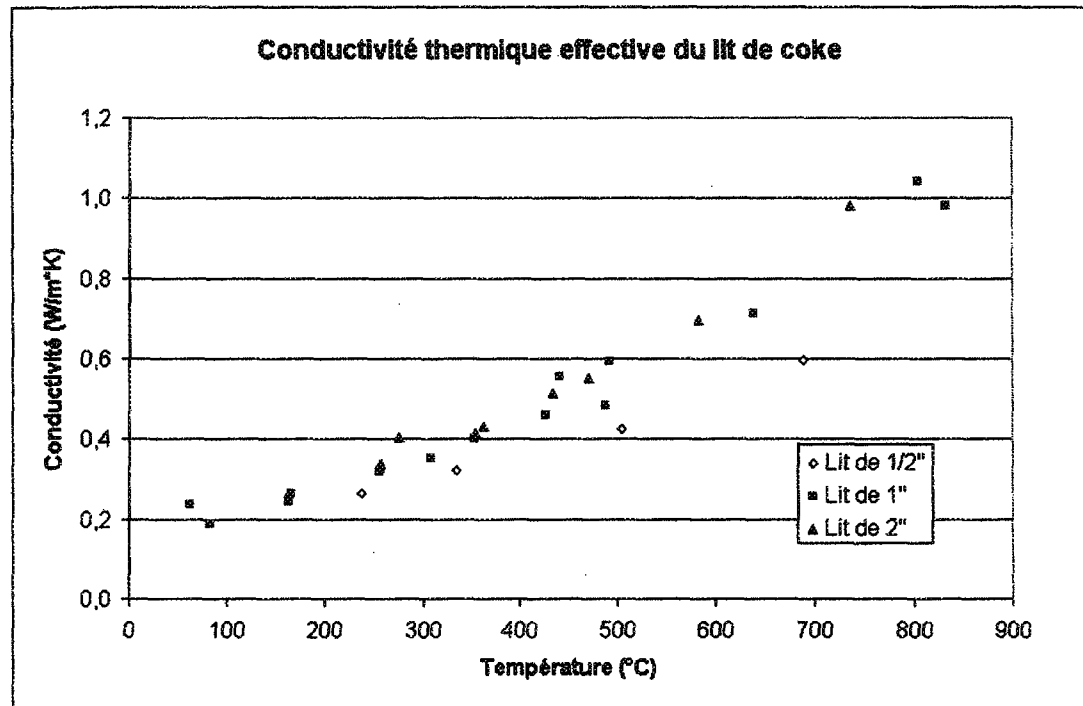


Figure 9.16 : Conductivité thermique effective totale, par épaisseurs

La conductivité thermique des essais à ½ pouce semble ainsi quelque peu inférieure à celle des autres épaisseurs. Aussi, la conductivité thermique des essais à 1 pouce semble légèrement plus basse que celle des essais à 2 pouces, pour toute la gamme des températures. Il apparaît donc que l'épaisseur de l'échantillon a un impact sur la conductivité thermique effective, tout comme ce qui a été observé au niveau de la résistivité électrique.

La technique de détermination de la conductivité thermique effective utilisée pour les essais *AT* suppose une seule résistance de contact à l'interface cathode - lit de coke tandis que celle utilisée pour les essais *ST* inclut les résistances de contact aux deux interfaces. Ainsi, dans l'éventualité où les résistances de contact aux interfaces sont de même intensité et influent de manière importante sur la conductivité thermique effective totale, il devrait y

avoir une distinction claire entre les conductivités thermique obtenues à l'aide des deux types d'essais. En analysant la Figure 9.17, il n'est pas possible d'observer une telle tendance. Cela laisse supposer que la variation de la conductivité thermique avec l'épaisseur pourrait être dû à un autre phénomène que celui posé au départ, soit la présence de résistances de contact aux interfaces, ou bien que les deux résistances de contact aux interfaces ne soient pas identiques. Ainsi, il se pourrait également que la résistance de contact entre le lit et le bloc cathodique soit plus importante que celle entre le lit et le bloc anodique. Tout comme dans le cas de la résistivité électrique, la variation de la pression entre les grains en fonction de la hauteur de l'échantillon pourrait avoir une influence sur la conductivité thermique, surtout à basse température (moins de contribution du rayonnement).

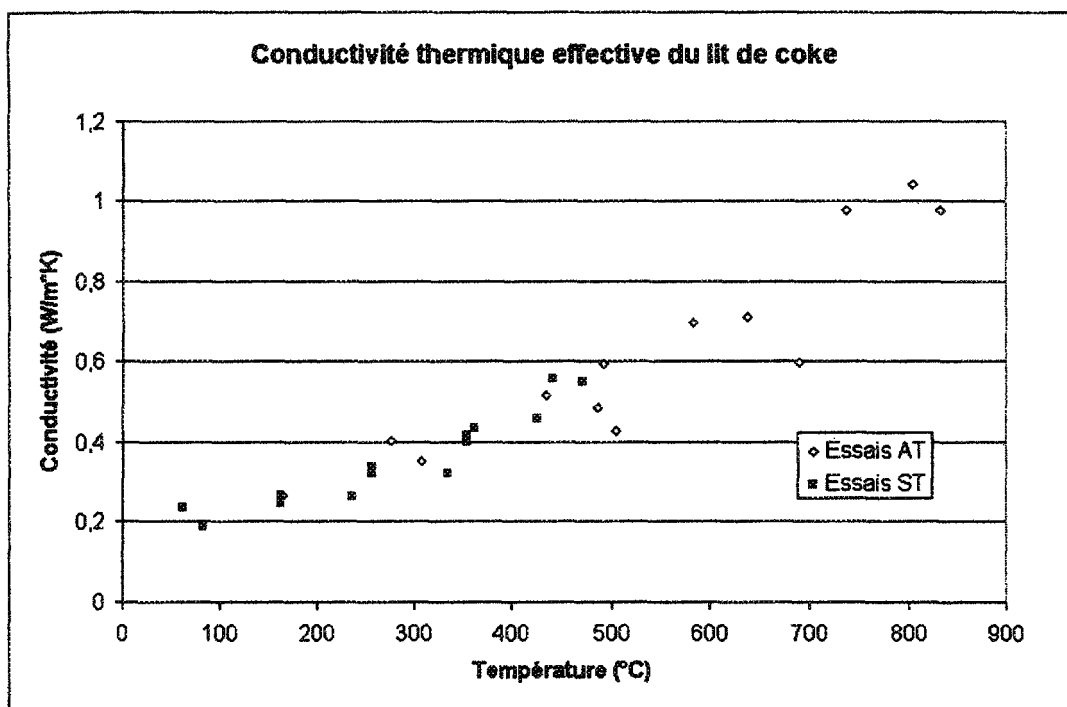


Figure 9.17 : Conductivité thermique effective totale, par type d'essai (AT ou ST)

### 9.1.7 Résistances de contact thermique aux interfaces

Afin de déterminer les résistances de contact thermique aux interfaces, tous les résultats des essais possédant une épaisseur différente et une température moyenne de lit proche ont été comparés de la même manière que ce qui a été réalisé au niveau électrique. Il a été considéré dans le calcul des résistances de contact le fait qu'une seule résistance de contact, celle entre le lit et le bloc cathodique, est mesurée lors des essais *AT* alors que les essais *ST* incluent les résistances des deux interfaces. Les résultats ont donc été traités pour n'obtenir qu'une seule résistance de contact, les deux résistances ayant été posées égales dans les hypothèses de départ. Les résistances de contact totales obtenues aux interfaces ont également été calculées, en supposant qu'il n'y avait pas de différences entre la résistance totale des interfaces pour les essais *AT* et *ST*.

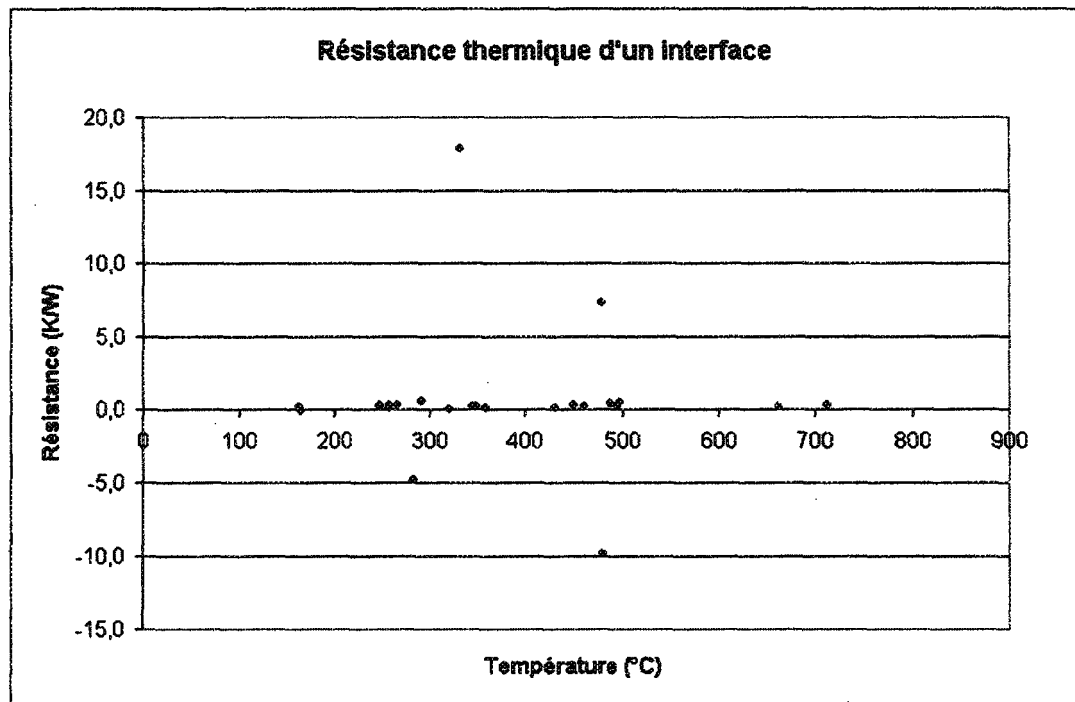


Figure 9.18 : Résistance de contact thermique d'un interface

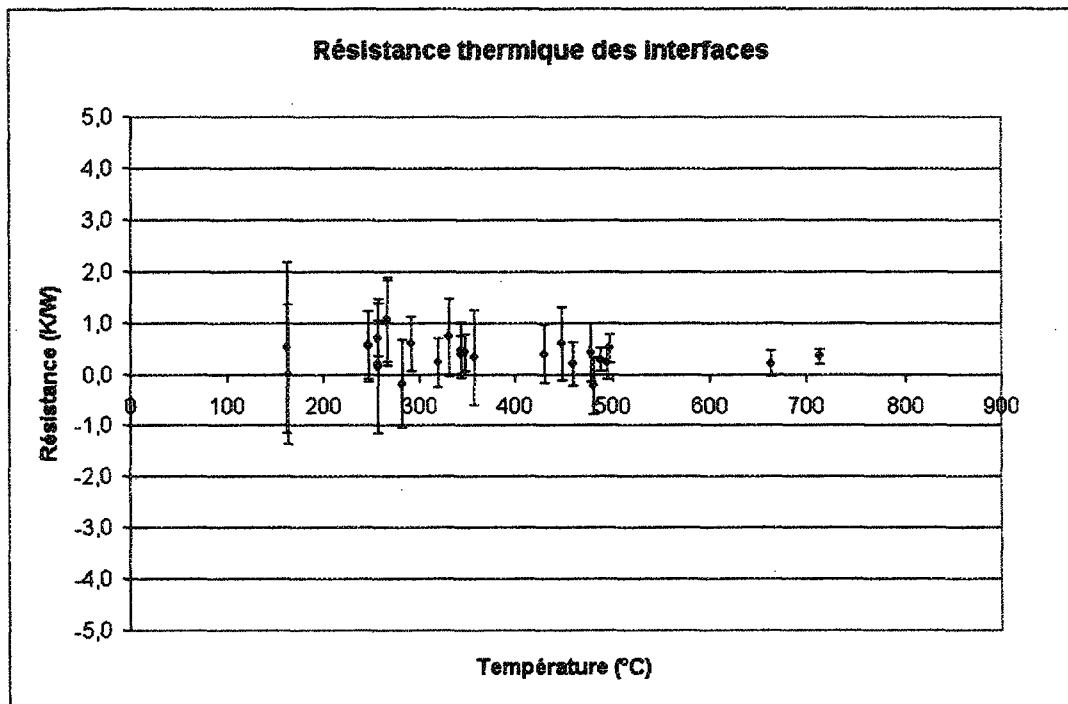


Figure 9.19 : Résistance de contact thermique confondue des interfaces

Les résultats obtenus apparaissent aux Figure 9.18 et Figure 9.19. Sur la Figure 9.18, on observe que 4 des 27 valeurs de résistance calculées s'écartent de façon importante de la tendance observable. Les valeurs discordantes ont toutes été obtenues lors de la comparaison d'essais *AT* et *ST* avec des épaisseurs différentes. Cela laisse croire que la valeur de la résistance de contact pourrait ne pas être la même pour chacun des interfaces ou bien que le type d'essai réalisé a une influence sur la résistance des interfaces. En déterminant la valeur de l'incertitude de l'extrapolation sur les valeurs discordantes, s'aperçoit par exemple que, pour la valeur près de  $-9 \text{ K/W}$ , l'incertitude est de  $\pm 25 \text{ K/W}$  ce qui ne donne aucune valeur à cette mesure. La technique utilisée afin de déterminer une seule des deux résistances de contact à l'aide de données issues des essais *AT* (une seule

résistance de contact à l'anode) et des essais *ST* (deux résistances de contact) est à l'origine de ce problème. En effet, la méthode utilisée pour ne considérer qu'une seule résistance lorsqu'il y en a deux (essais *ST*) est de ne considérer que la moitié de l'épaisseur réelle du lit donc, seulement la moitié de la valeur de la résistance totale. Si, en coupant de moitié l'épaisseur, cette dernière se retrouve près de l'épaisseur de l'autre valeur avec laquelle elle est comparé (un essai *AT*), une très faible incertitude sur les valeurs de résistance se transforme en de très fortes incertitudes suite à l'extrapolation. Par exemple, c'est le cas lorsque qu'un essai *ST* (2 résistances) réalisé à 1 pouce est comparé à un essai *AT* (1 résistance) réalisé à ½ pouce. La moitié de l'épaisseur de l'essai *ST* correspond alors à peu près à la valeur de l'épaisseur de l'essai *AT*, ce qui fait qu'il n'est pas possible d'obtenir de valeur de résistance de contact fiable pour un tel cas. Le scénario est le même lorsque l'on compare un essai *ST* de 2 pouces avec un essai *AT* de 1 pouce. C'est ce qui se passe dans tout les cas où les valeurs de résistances d'interfaces divergent de manière importante et c'est pourquoi ces dernières ne sont donc pas considérées.

D'autres part, il est observé sur la Figure 9.19 que les valeurs de résistances obtenues en supposant que les essais *AT* et *ST* possèdent la même résistance de contact d'interface totale donne des résultats mieux groupés. En effet, seulement 3 faibles valeurs de résistances négatives qui ne s'écartent pas des autres valeurs de manière excessive, si on considère l'incertitude associée à l'extrapolation, sont calculées.

Bien que les résultats obtenus en posant que les essais *AT* possèdent 2 résistances de contact d'interface semblent donner de bons résultats lorsque comparés avec les autres, ils ne font pas beaucoup de sens au point de vue physique, sauf si la résistance thermique entre



l'anode et le lit de coke est supposée négligeable, ce qui est loin d'être prouvé. Aussi, il y a lieu de ne pas considérer les 4 valeurs discordantes sur la Figure 9.18 parce que la méthode de calcul n'est pas valide pour le cas où l'épaisseur d'une valeur obtenue  $ST$  est le double d'une valeur obtenue avec un essai  $AT$ . En calculant l'écart type des valeurs avec une résistance de contact et deux résistances de contact aux interfaces, des valeurs de 0,125 K/W et 0,25 K/W sont respectivement obtenues. L'hypothèse de départ est donc considérée comme étant valide et il devient possible de procéder à l'analyse des valeurs en considérant que les essais  $AT$  ne possèdent qu'une seule résistance de contact thermique d'interface, tel que montré à la Figure 9.18. La résistance de contact thermique moyenne pour une interface est donc pour l'échantillon de 0,26 K/W ( $0,0078 \text{ K}\cdot\text{m}^2/\text{W}$ ) avec un écart type de 0,125 K/W ( $0,00375 \text{ K}\cdot\text{m}^2/\text{W}$ ) en considérant les valeurs comme indépendantes de la température. La Figure 9.20 montre les résistances thermiques effectives totales déterminées pour chaque essai en comparaison avec les résistances de contact pour une interface. Il peut être observé que chaque épaisseur montre une tendance claire de diminution non linéaire de la résistance thermique effective en fonction de la température. Il est cependant difficile de décrire le comportement des résistances aux interfaces en fonction de la température, l'incertitude sur les résultats étant relativement importante parce qu'amplifiés suite à l'extrapolation effectuée pour obtenir les résultats.

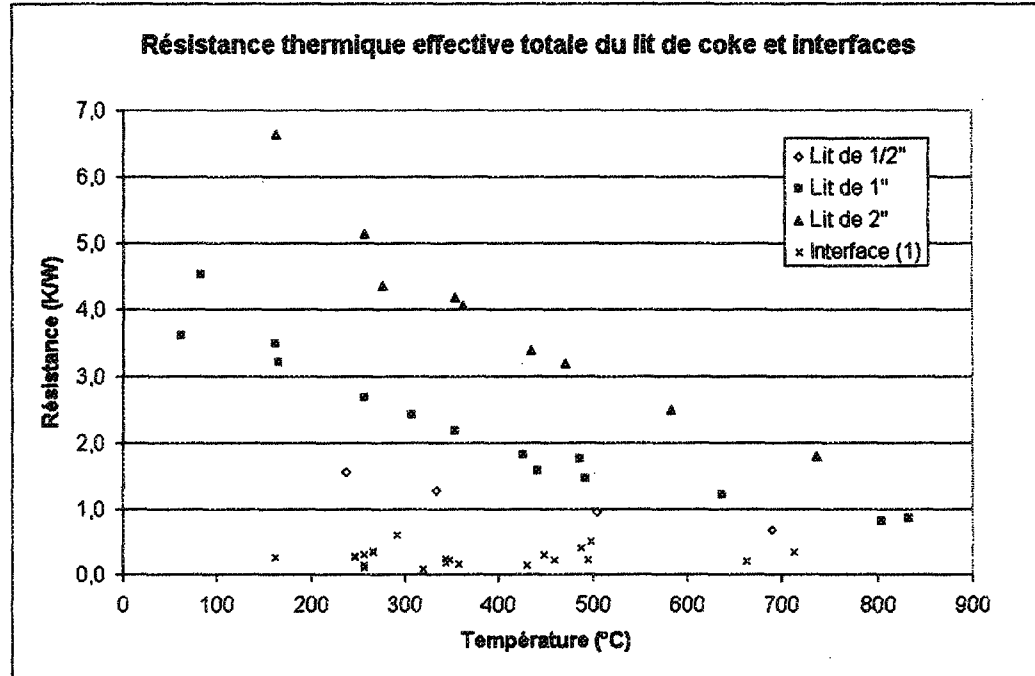


Figure 9.20 : Résistance thermique effective totale du lit de coke et des interfaces

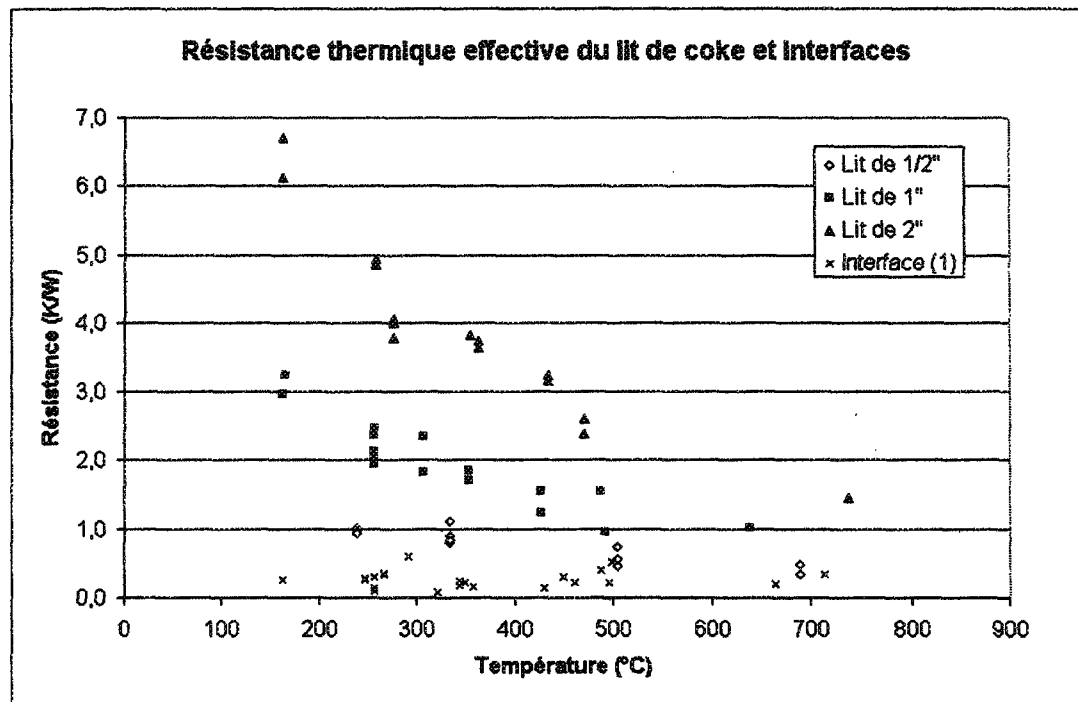


Figure 9.21 : Résistance thermique effective du lit de coke seulement et des interfaces

La Figure 9.21 montre les résistances effectives du lit obtenues en soustrayant les résistances de contact calculées avec ces valeurs. À la lumière de cette figure, le groupement des valeurs apparaît légèrement moins clair que dans le cas des valeurs de résistances effectives incluant les interfaces. Cela est dû au fait qu'une valeur donnée a pu être comparée avec plusieurs autres valeurs d'une autre épaisseur, si les températures moyennes des essais ne s'écartaient pas trop. Il est ainsi possible d'obtenir des valeurs de résistances thermiques effectives nettes du lit qui diffèrent légèrement entre elles pour un même essai lorsque ce dernier a été comparé avec plus d'un autre essai.

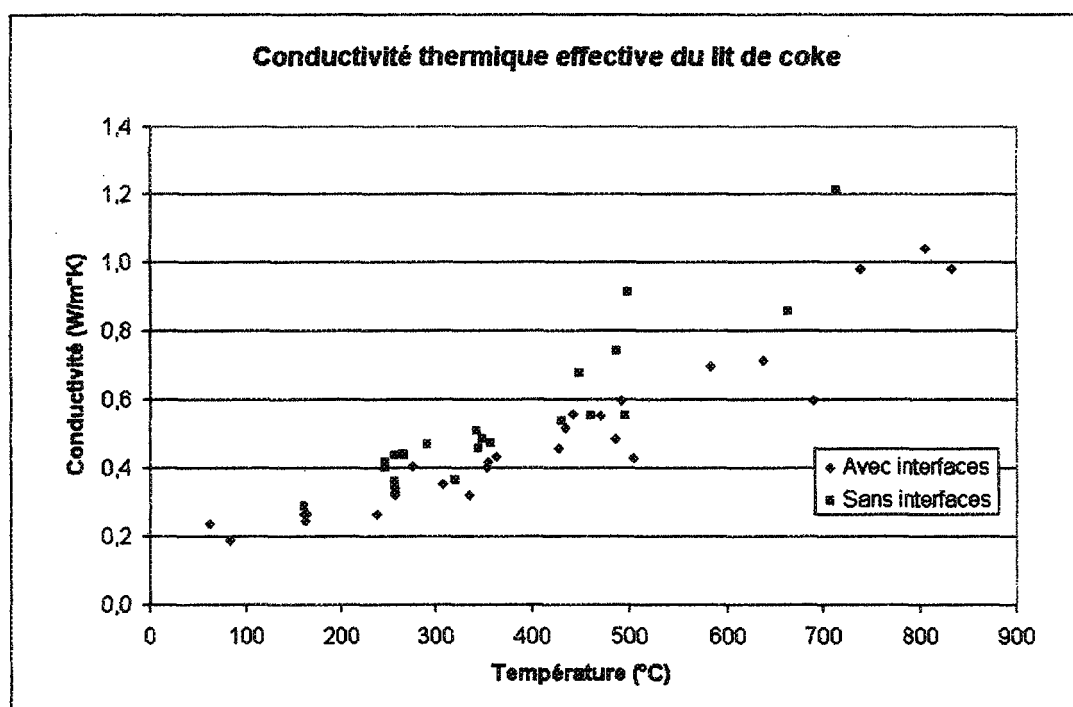


Figure 9.22 : Conductivité thermique effective du lit de coke avec et sans les interfaces

La Figure 9.22 montre les conductivités thermiques effectives totales et nettes (sans les interfaces). Tel qu'attendu, la conductivité thermique effective nette du lit est plus

élevée que la conductivité totale. Tel que vu au niveau des résistances un peu plus haut, les valeurs de conductivité sans interfaces sont légèrement plus étalées que les valeurs obtenues directement des expérimentations.

Il est néanmoins possible d'observer que les deux séries de données montrent la même tendance générale d'augmentation en fonction de la température.

La Figure 9.23 montre les résistances thermiques effectives totales et nettes par épaisseurs. Les valeurs nettes sont quelque peu plus étalées que les valeurs totales, tel qu'observé auparavant sur toutes les autres valeurs nettes déterminées. Les tendances des séries de valeurs nettes et totales pour une même épaisseur sont semblables, à la différence près que les valeurs nettes sont translatées négativement selon l'axe vertical.

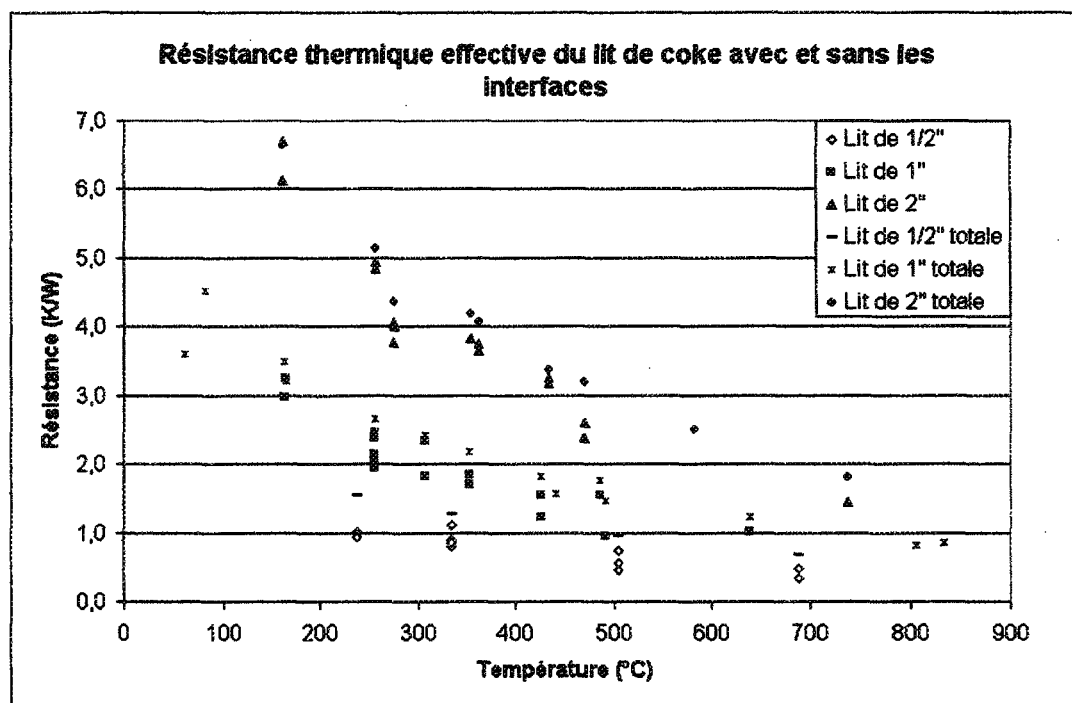


Figure 9.23 : Résistance thermique effective totale du lit de coke avec et sans les interfaces

### 9.1.8 Distribution de température aux surfaces de contact

La distribution de température aux surfaces de contact entre le lit de coke et les blocs anodique et cathodique est d'un grand intérêt. Effectivement, la connaissance de cette distribution peut fournir des indications importantes sur l'échantillon. Par exemple, durant les essais sans mise sous tension, il peut est possible, par déduction, de connaître quelques caractéristiques du lit qui sont interdépendantes comme l'homogénéité de l'épaisseur, l'uniformité du contact entre les surfaces et la distribution de pression à l'intérieur du lit.

Une distribution de température uniforme indique une bonne homogénéité du contact entre les surfaces qui résulte d'un bon alignement entre les surfaces en contact. Ainsi, si la distribution de température est uniforme, il est possible d'en déduire que le contact à la surface du lit est également assez uniforme. Un exemple de la représentation de la distribution de température à l'intérieur du lit apparaît à la Figure 9.24.

Sur cette figure, la distribution de température aux interfaces du lit avec les blocs cathodique et anodique est montrée. Les champs de température ont été obtenus par une technique d'interpolation spatiale, appelée *Krigeage* (Krige (1951)), à partir des 5 températures mesurées sur chaque surface à l'aide du logiciel *TRANSFORM*®. Les cercles foncés indiquent la limite physique de l'échantillon. On voit que pour cet essai, la distribution de température est assez uniforme, des différences maximales ne dépassants pas 3,5 °C pouvant être observées à la surface. Les essais avec mise sous tension sont plus révélateurs. En effet, les inhomogénéité du lit sont mises en relief par l'augmentation de température dans les zones où il a concentration de courant électrique, donc meilleur qualité du contact.

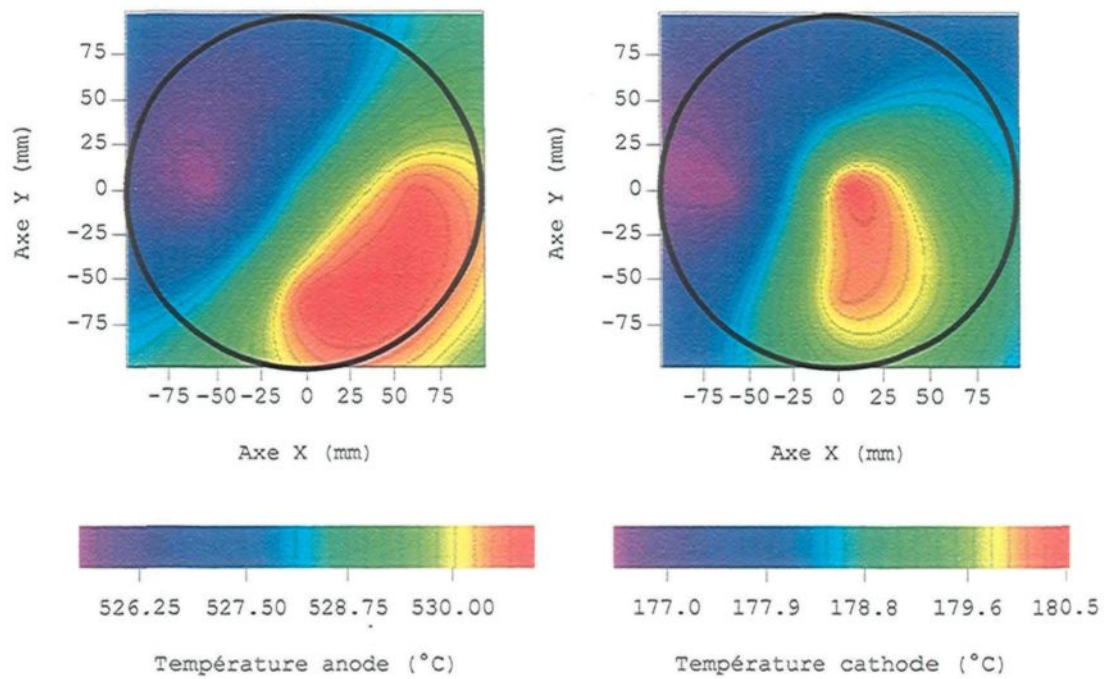


Figure 9.24 : Distribution de température aux interfaces du lit de coke (essai #16)

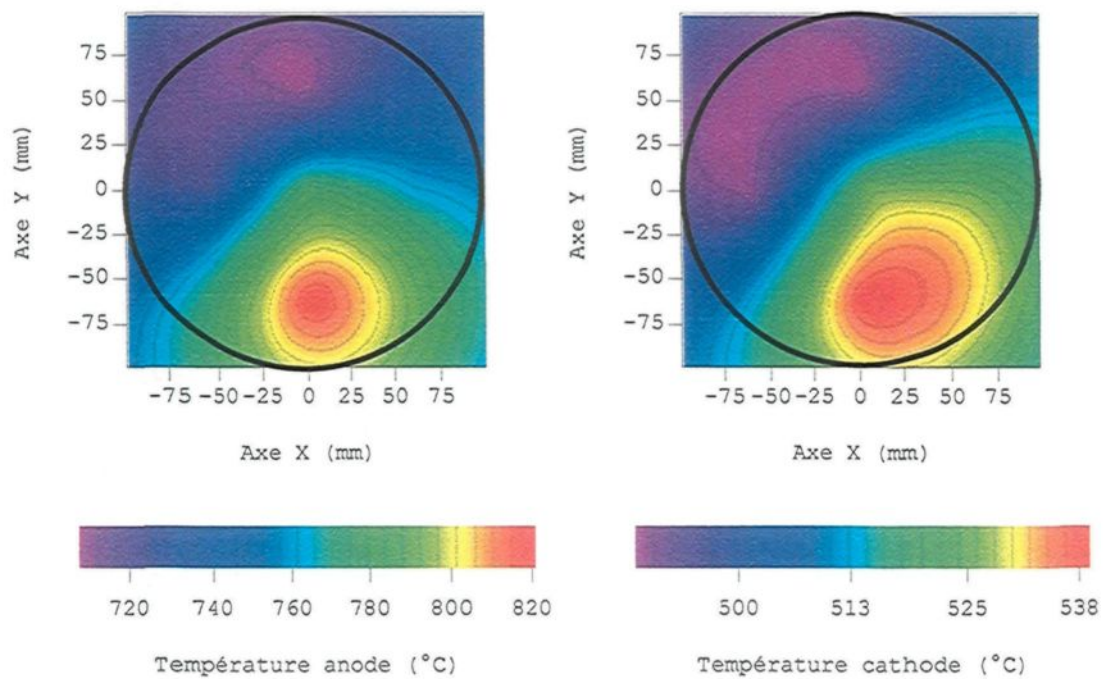
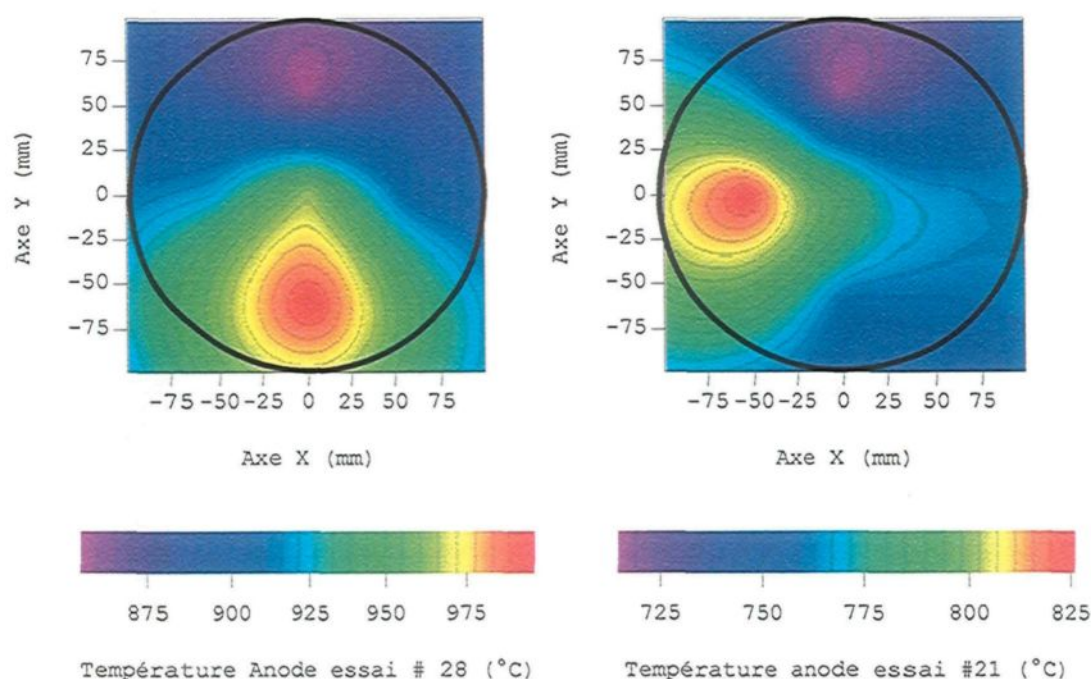


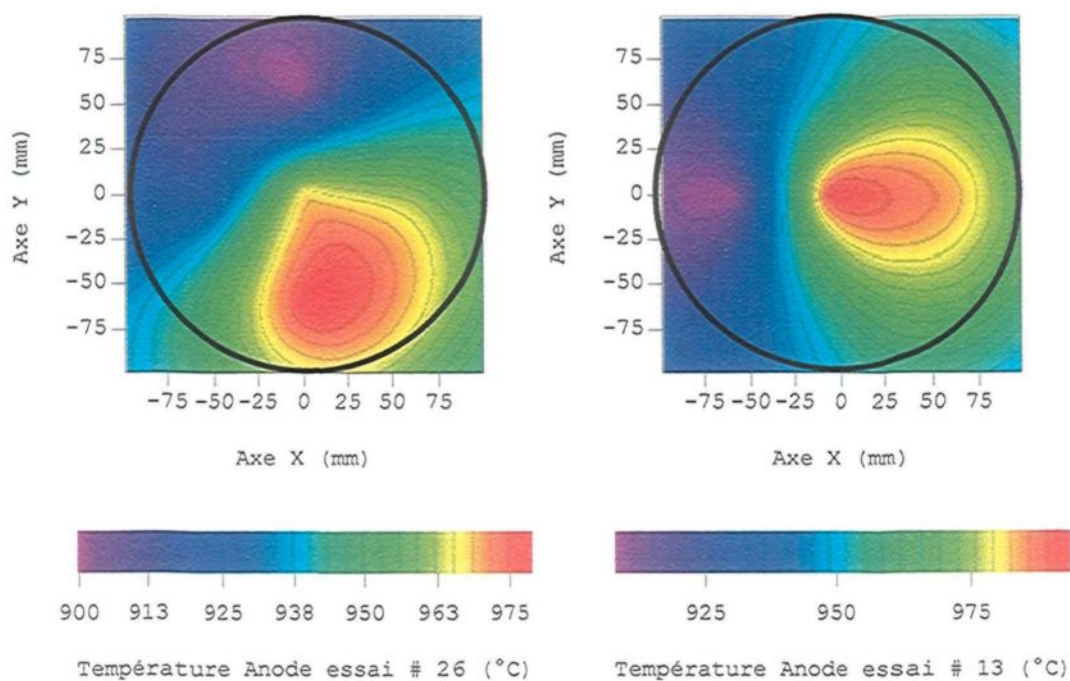
Figure 9.25 : Distribution de température aux interfaces du lit de coke (essai #17)

La Figure 9.25 montre la distribution de température aux interfaces dans les mêmes conditions mais avec mise sous tension. On remarque que la variation de température aux interfaces est beaucoup plus importante lors de cet essai. En effet, on peut observer des variations de plus de  $100^{\circ}\text{C}$  et de  $40^{\circ}\text{C}$  respectivement au contact avec l'anode et la cathode. Il y a donc une densité de courant plus élevée et un meilleur contact au niveau de l'interface dans la zone localisée autour du point (5,-60) sur la Figure 9.25. Il faut rappeler qu'il n'est possible ici que de cibler une zone où la densité de courant est plus élevée, le nombre de mesure de température étant trop limité pour obtenir un point précis. La zone de plus haute température correspond bien pour les essais *AT* et *ST*.



**Figure 9.26 : Distribution de température – Anode-lit de coke (essais # 28 et # 21)**





**Figure 9.27 : Distribution de température – Anode-lit de coke (essais # 26 et # 13)**

Il est aussi possible d'observer que le patron de distribution de température aux interfaces est différent pour chaque nouvelle mise en place du lit de coke. La Figure 9.26 et la Figure 9.27 montrent ce phénomène à l'aide d'autres essais réalisés avec mise sous tension.

### 9.1.9 Effet de la pression appliquée sur le lit

#### 9.1.9.1 Essai sur montage expérimental

Que la résistivité électrique d'un matériau granulaire soit fortement liée à la pression mécanique appliquée est un fait bien connu depuis déjà fort longtemps (Davis & Auvil (1935)), ne serait-ce que par le fait que les résistances de contact internes gouvernent le comportement du matériau au niveau électrique (Song *et al.* (1992)). Bien que sachant



cela, il peut cependant être intéressant d'observer l'importance relative qu'une légère augmentation de pression peut avoir sur la résistivité électrique, afin de connaître la sensibilité du système aux variations de contraintes mécaniques.

Un essai afin de vérifier l'importance de l'effet de la pression sur la résistivité électrique effective du lit de coke a donc été effectué à l'aide du montage *CARLA* suite à l'essai à 925°C sous atmosphère ambiant (essai # 28). Au moment de l'essai, la source de courant indiquait une intensité de 260 A (densité de courant nominale de 0,87 A/cm<sup>2</sup>) et cette valeur est demeurée inchangée durant toute la durée de l'expérimentation. La pression appliquée sur l'échantillon a été augmentée au moyen d'une masse déposée sur le dessus de l'électrode supérieure. La Figure 9.28 montre une partie des résultats obtenus.

Durant les essais précédents, la pression appliquée sur le lit était de 9,6 kPa. La pression supplémentaire appliquée au moyen de la masse déposée était de 1,4 kPa. On cherche donc à déterminer l'effet d'une faible augmentation de pression lorsque la pression appliquée sur l'échantillon est déjà relativement faible. En analysant les résultats obtenus, une diminution de la résistivité de l'ordre de 10 % est observée suite à une augmentation d'environ 15 % de la pression appliquée sur le lit. Après l'application de la pression supplémentaire, la résistivité continue de diminuer lentement. Lorsque la masse est retirée et que le niveau de pression retourne à sa valeur initiale (9,6 kPa), la résistivité augmente brusquement et continue d'augmenter lentement par la suite, jusqu'à stabilisation.

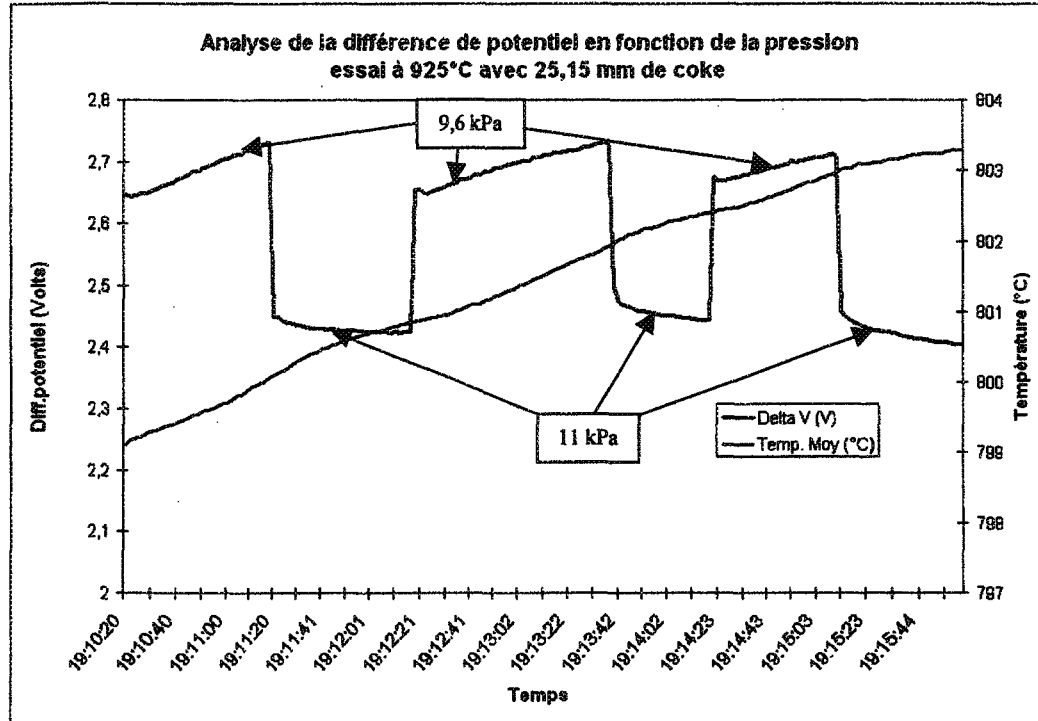


Figure 9.28 : Analyse de la différence de potentiel en fonction de la pression appliquée

Durant ce temps, la température moyenne dans le lit n'a variée que d'environ 3,5°C. Il est donc possible de considérer la résistivité électrique comme indépendante de la température pour la durée de l'essai (~ 6 minutes). À partir de cet essai, il est donc possible d'observer que :

- À **basse pression**, la résistivité électrique est fortement liée à la pression mécanique appliquée. Une faible variation de la pression peut donc avoir un impact significatif sur la résistivité électrique.
- Suite à une variation de pression, le système met un certain temps à se stabiliser, même lorsque l'on conserve une pression mécanique constante.

### **9.1.9.2 Essai sur la maquette de visualisation**

Afin d'observer le comportement du lit de coke sous une plus forte augmentation de pression, la maquette de visualisation présentée à la section 5.6 a été utilisée. La pression de départ appliquée sur le lit lors de cet essai est environ 10 % plus élevée que celle appliquée à l'intérieur du montage expérimental.

À partir de la pression mécanique de départ, la charge sur l'échantillon a été augmentée à trois reprises. Avant chaque augmentation de pression, l'atteinte d'un état d'équilibre suffisant a été obtenue à l'intérieur de la maquette. Par la suite, l'opération inverse a été réalisée afin de vérifier l'effet permanent qu'une augmentation de pression peut avoir sur le lit en compactant ce dernier.

La Figure 9.29 et la Figure 9.30 présentent les résultats obtenus. La Figure 9.31 présente les résultats d'un autre essai, après modification de la maquette, pour des pressions mécaniques variant entre 5 kPa et 20 kPa.

En analysant la Figure 9.29, on remarque que les valeurs de résistivité obtenues cadrent relativement bien avec les résultats obtenus à l'aide du montage expérimental. De plus, il est aussi possible d'observer qu'une augmentation de la pression mécanique amène une diminution de la résistivité électrique et que l'inverse est aussi vrai, tel que montré également à la Figure 9.28. L'état atteint immédiatement après une variation de la pression mécanique n'est cependant pas stable au niveau électrique.

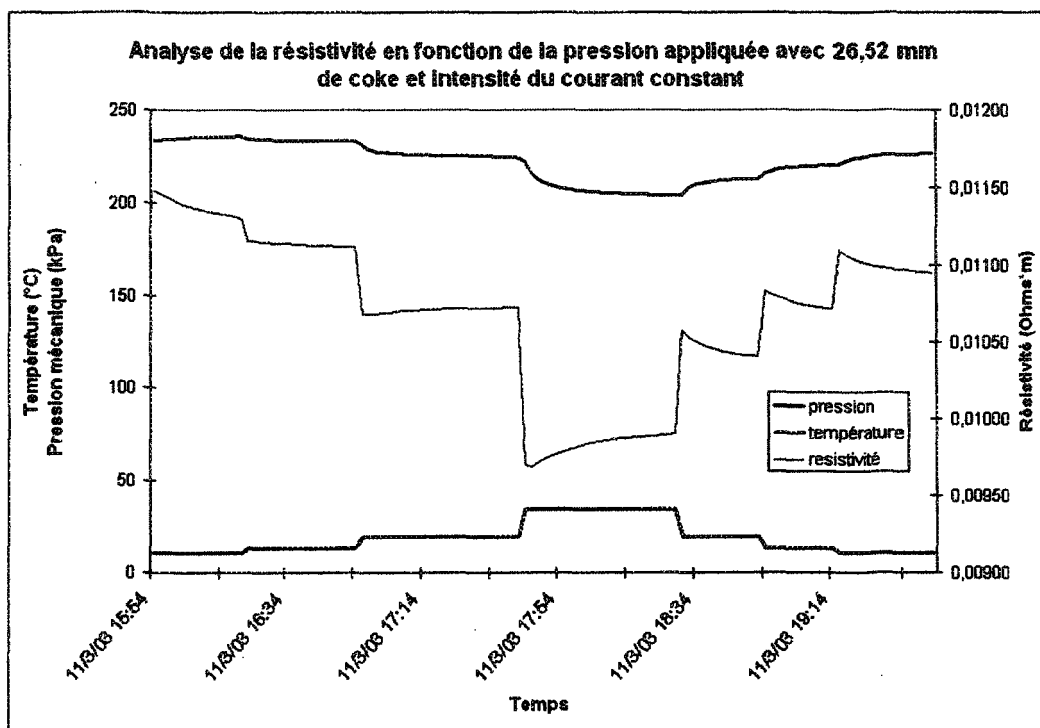


Figure 9.29 : Analyse de la différence de potentiel en fonction de la pression appliquée

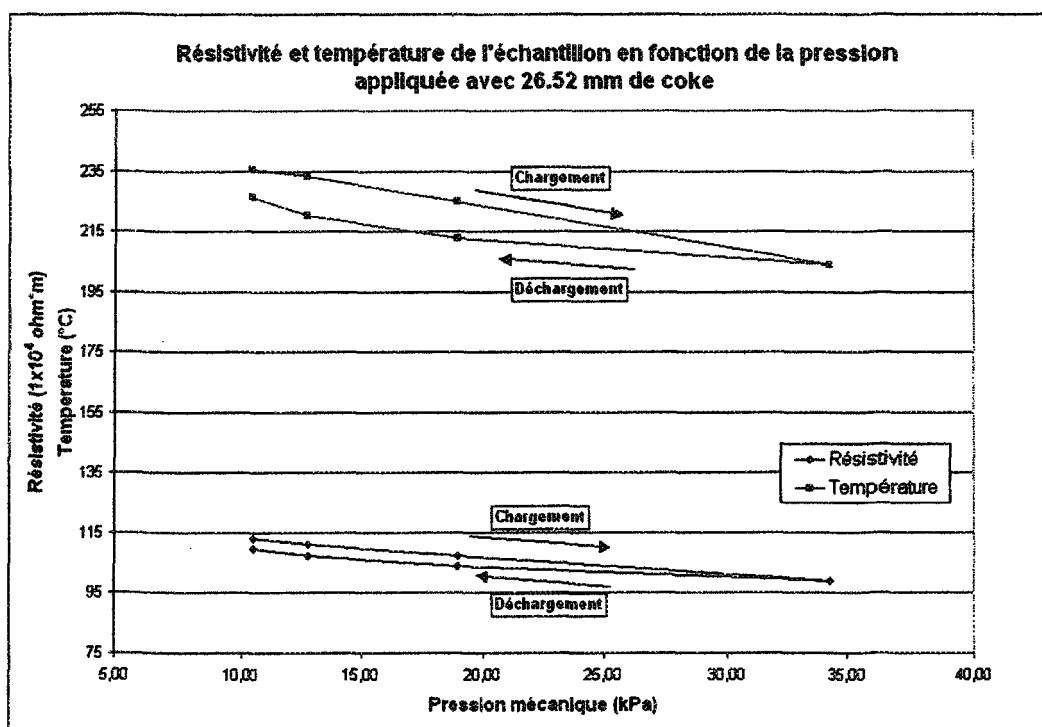


Figure 9.30 : Résistivité et température à équilibre en fonction de la pression

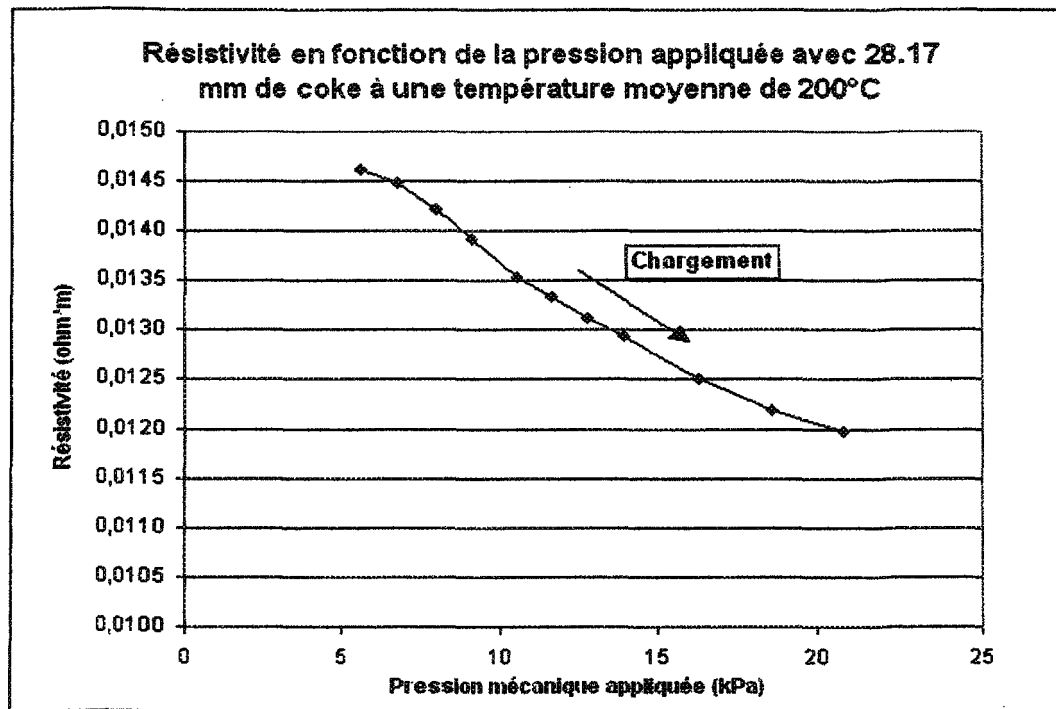


Figure 9.31 Résistivité en fonction de la pression

En effet, après une diminution brusque de la résistivité, cette dernière tend à augmenter jusqu'à l'atteinte d'un nouvel état d'équilibre. Inversement, après un augmentation brusque de la résistivité, cette dernière tend à diminuer légèrement jusqu'à atteinte d'un nouveau point d'équilibre.

Cela peut être dû au changement de la structure du contact entre les grains qui risque d'être affecté par une modification des conditions du passage du courant électrique. La qualité des contacts, et possiblement leurs nombres, étant modifiée presque instantanément sous l'effet d'une variation de pression, un changement brusque est observé. Cependant, après l'atteinte de cet état, les *microcontacts* présents à chaque point de contacts nominaux

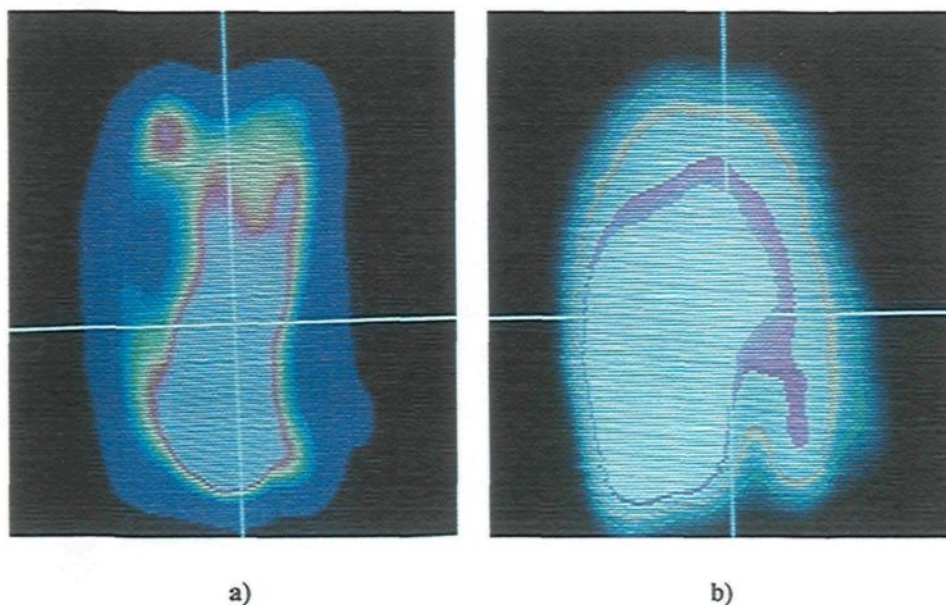
se modifient. Des changements importants au niveau de la température des interfaces, de la structure des contacts et des matériaux s'opèrent.

Par exemple, pour un contact en particulier, une augmentation de pression amène une augmentation de la surface des *microcontacts*, une augmentation de leurs nombres et une diminution de l'espace entre les surfaces qui ne sont pas en contact. Cela amène une diminution de la résistivité électrique instantanée mais aussi une diminution de la chaleur locale développée aux points de contact. Les conditions locales de haute température et le rapprochement de certaines surfaces chargées électriquement risquent d'entraîner la formation d'arcs électriques qui peuvent, à leur tour changer la qualité du contact en modifiant la topographie du contact, créant des couches de résidus ou en modifiant la structure cristalline du matériau.

La Figure 9.30 montre que la courbe de résistivité électrique n'est pas la même lors du chargement que lors du déchargement. Cela indique des changements irréversibles à l'intérieur du matériau. La courbe de chargement semble linéaire. Ce n'est pas le cas pour la Figure 9.31 où il est clairement possible de voir la variation de la résistivité en fonction de la pression. Le taux de variation de la résistivité sur la pression semble en effet diminuer avec l'augmentation de pression, ce qui apparaît logique. Plus la pression augmente, plus il y a consolidation du matériau. L'amélioration du contact entre les surfaces devient alors de plus en plus difficile et devrait, en principe, tendre vers le cas limite où les grains en viendrait à former un solide de densité égale à celle d'un grain individuel. Le même phénomène a également été observé par Davis & Auvil (1935) pour du coke granulaire.

### 9.1.10 Distribution de température – quasi 2D

Le montage de visualisation quasi 2D présenté à la section 5.7 a été utilisé afin de d'observer la présence de chemins préférentiels de conduction électrique à l'intérieur du coke. La distribution de température dans le montage est déterminée à l'aide d'une caméra infrarouge. Des essais basés sur le même principe de visualisation de chemins de courants préférentiels à l'aide d'une caméra infrarouge ont déjà été effectués par Vandembroucq *et al.* (1997) sur une fine poudre d'aluminium dans le but d'étudier l'*effet de Branly*. La présence de ces chemins entraîne une dissipation de chaleur par effet joule aux points de contact entre les grains et par conséquent une augmentation de la température locale. La Figure 9.32 présente quelques unes des images obtenues à l'aide du montage.





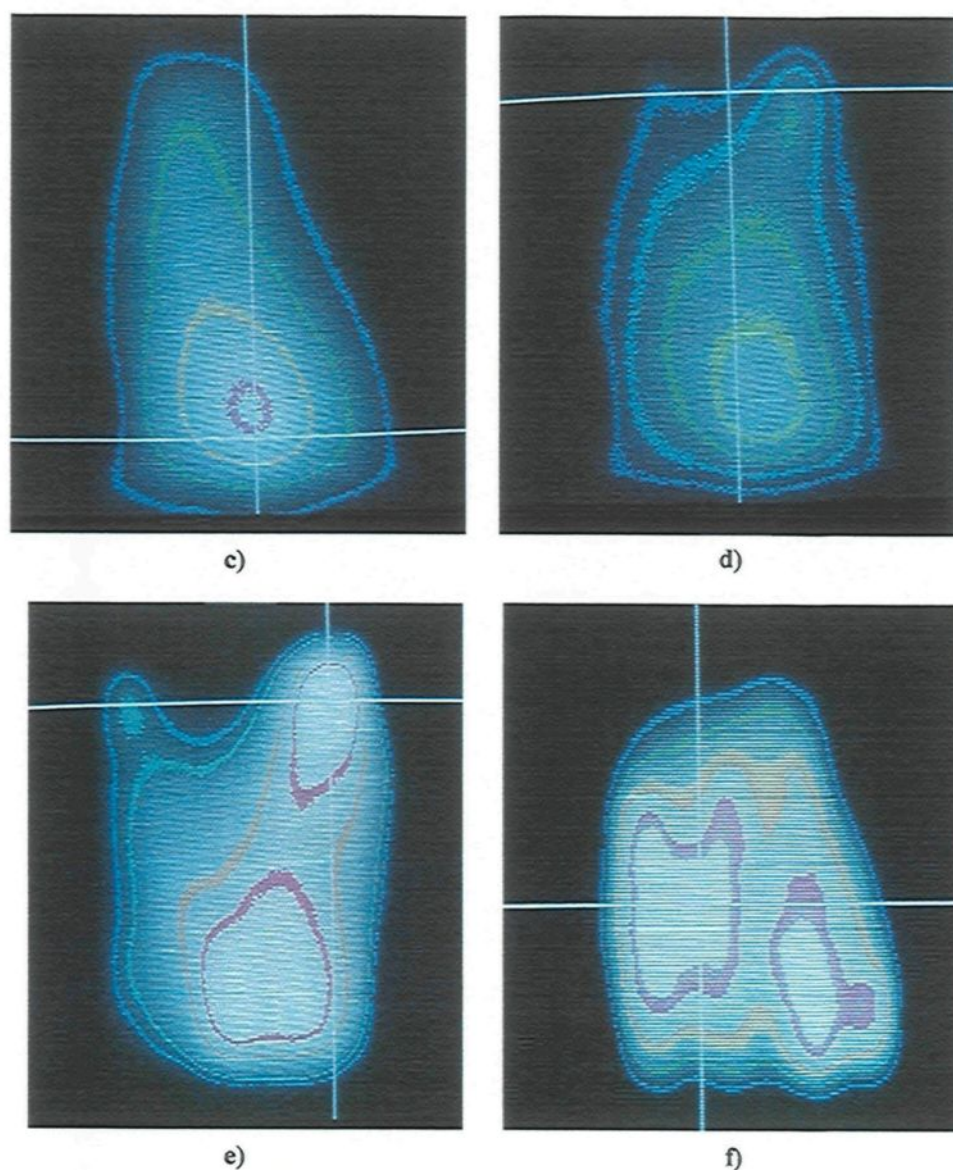


Figure 9.32 : Distributions de température à l'intérieur du montage quasi 2D

Entre la prise de chaque image, les conditions expérimentales ont été modifiées. Les modifications effectuées ont été l'application d'une charge supplémentaire ponctuelle sur le lit (compaction) ou une reconfiguration de l'agencement des grains (nouvelle mise en place du matériau). À la suite de ces essais, il a été possible d'observer le caractère non homogène de la distribution de courant, de la température et des forces à l'intérieur du lit



quasi 2D. En effet, les zones où sont observées les températures les plus élevées sont assurément les zones où il y a une dissipation plus importante de chaleur par effet Joule. Ces zones sont donc celles où la densité de courant est la plus importante. Le passage du courant électrique étant favorisé par un bon contact entre les grains, ces zones représentent également les zones où il est possible d'observer la présence de *chaînes de force*. À l'intérieur de ces *chaînes de forces*, les zones les plus chaudes représentent les points où le contact entre les grains est moins bon. De manière générale, ces zones sont présentes dans la partie inférieure du lit, ce qui signifie que la distribution des forces à l'intérieur du lit, et par conséquent les résistances de contact, ne sont pas homogènes sur toute l'épaisseur. Ainsi, il est possible de conclure que le contact entre les grains est généralement de moins bonne qualité dans la partie inférieure de l'échantillon. Les mêmes observations devraient être possibles pour un lit tridimensionnel, tel que montré par Liu *et al.* (1995) au niveau des *chemins de contrainte*.

#### 9.1.11 Effet de la densité de courant

Des essais visant spécifiquement à déterminer si la densité de courant électrique appliquée au lit a un effet sur la résistivité électrique effective ont été réalisés. Pour ce faire, le courant passant par le lit a été augmenté rapidement à plusieurs reprises et le rythme de la prise de mesure a été accéléré.

Ces essais sont motivés par le fait qu'il soit probable que l'augmentation de l'intensité du courant entraîne la formation de points chauds (*hot spots*) aux contacts entre les grains. Cette augmentation de température peut participer à modifier la structure

moléculaire du grain au niveau de la formation de cristaux ou tout simplement à favoriser la combustion du coke en ces points. Ces modifications peuvent avoir pour effet de modifier la nature du contact et ainsi faire varier la résistance de contact entre les grains. Une consommation des grains aux points de contacts peut également permettre une réorganisation interne des pressions mécaniques et ainsi faire varier la résistivité effective du lit.

Dans les faits, l'intensité du courant a été modifiée à divers degrés durant tous les essais avec mise sous tension électrique du lit afin d'obtenir le plan adiabatique recherché. Cependant, la faible fréquence des lectures durant ces essais (4 lectures/heure) ainsi que l'augmentation de température parfois importante entre les mesures ne permettent pas d'observer l'effet immédiat d'une variation de courant. C'est pourquoi des essais visant spécifiquement à observer le comportement de la résistivité électrique en fonction de la densité de courant ont été réalisés. Des essais à diverses températures avec des fréquences de 1 balayage aux 1, 30 et 45 secondes ont été réalisés pour un lit d'une épaisseur de 52,36 mm. Les résultats des différents essais apparaissent aux Figure 9.33, Figure 9.34, Figure 9.35, Figure 9.36 et Figure 9.37. Il est à noter que la température de l'essai indiquée est la température du four au moment de l'essai. La température moyenne de l'échantillon apparaît sur les différents graphiques. En observant les figures, il est possible de remarquer qu'en général, une variation brusque de l'intensité du courant a pour effet de créer une certaine perturbation au niveau de la résistivité électrique. En effet, une augmentation transitoire de la résistivité électrique est visible après l'augmentation de l'intensité du courant. Le phénomène est particulièrement bien visible aux Figure 9.36 et Figure 9.37.

Ce phénomène peut être expliqué en partie par la réorganisation de la structure interne du matériau granulaire dû à une augmentation rapide de la température aux points de contact entre les grains, entraînant une modification de la nature de ces contacts (combustion ou réorganisation). Le phénomène observé est transitoire et la résistivité tend par la suite à se rapprocher des valeurs observées avant l'augmentation de l'intensité du courant.

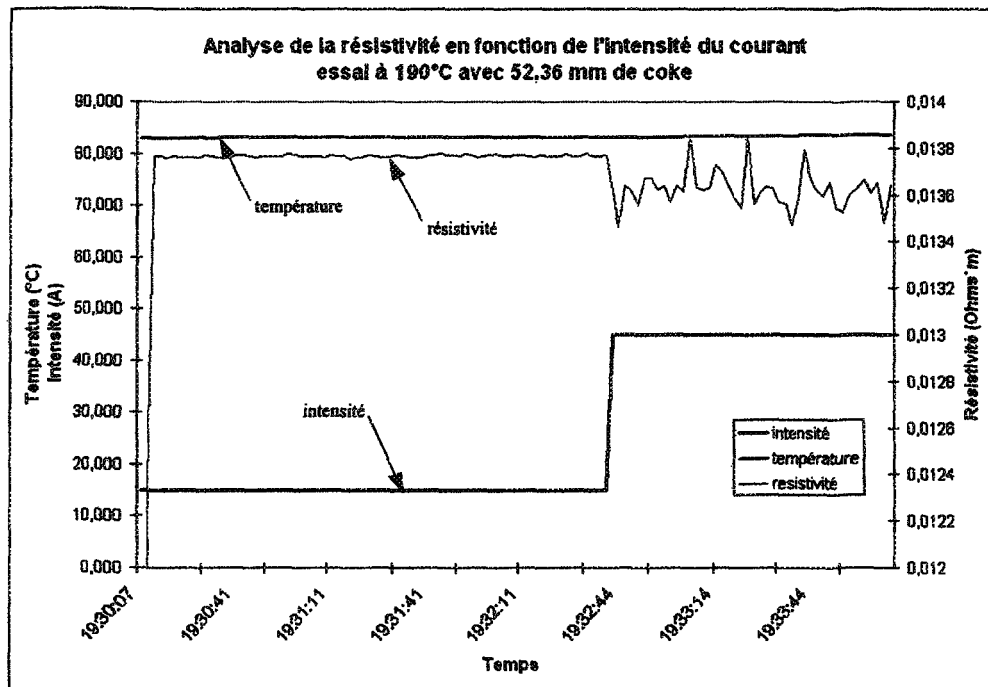
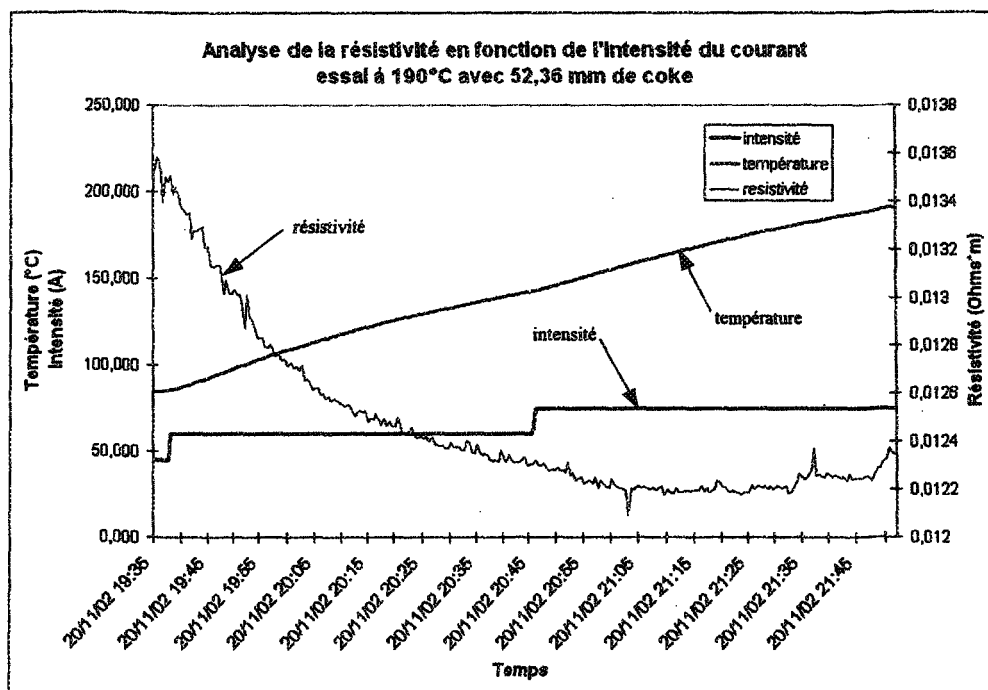
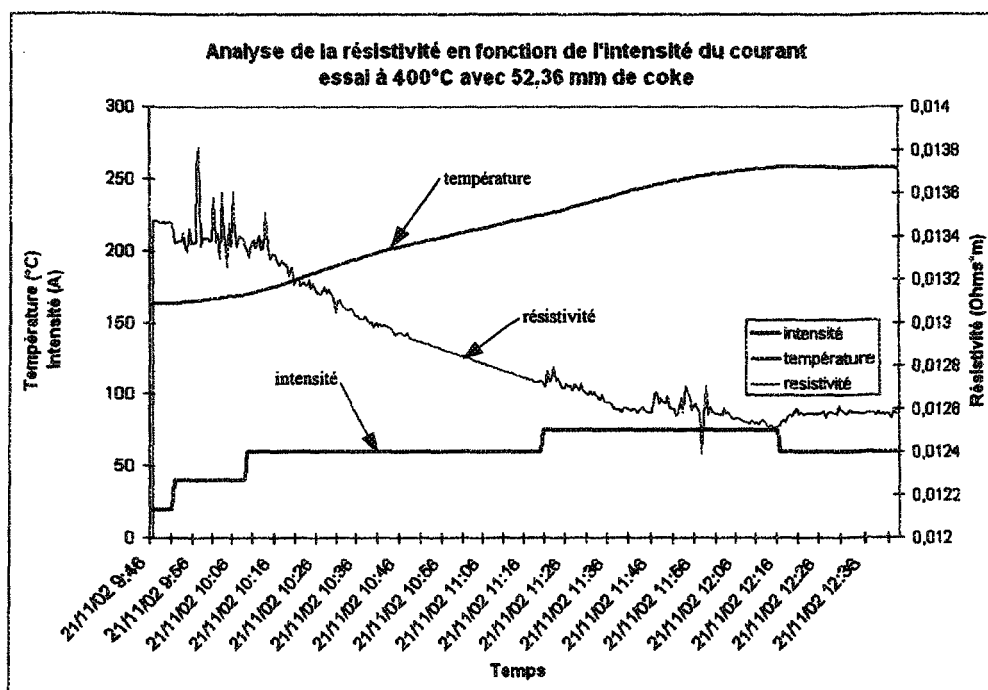


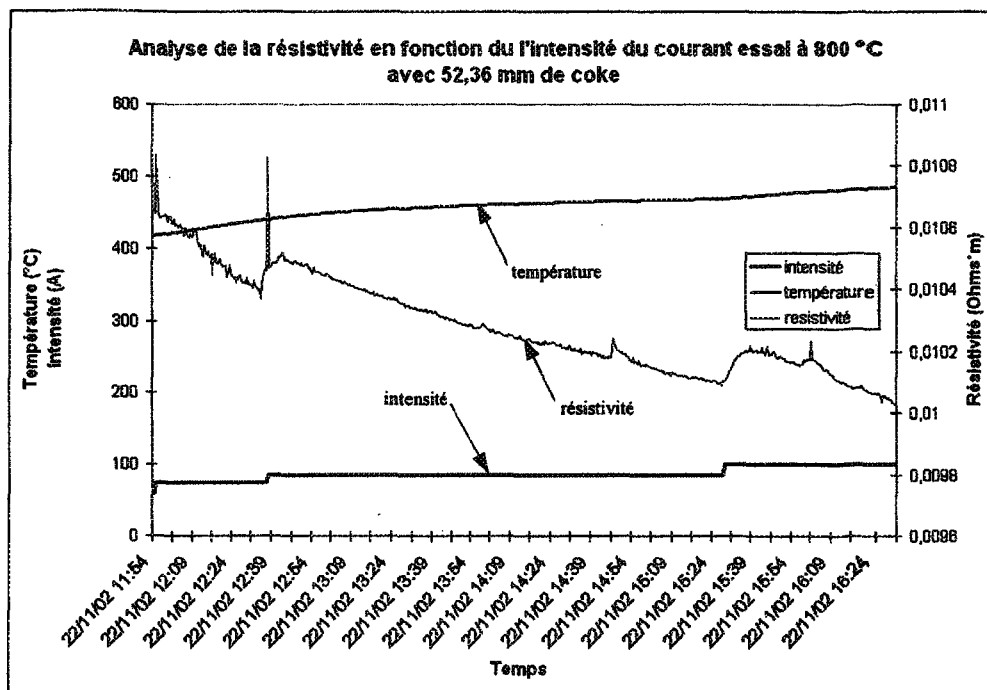
Figure 9.33 : Analyse de la résistivité en fonction de l'intensité du courant (190°C, lit de 52,36 mm et 1 balayage/sec)



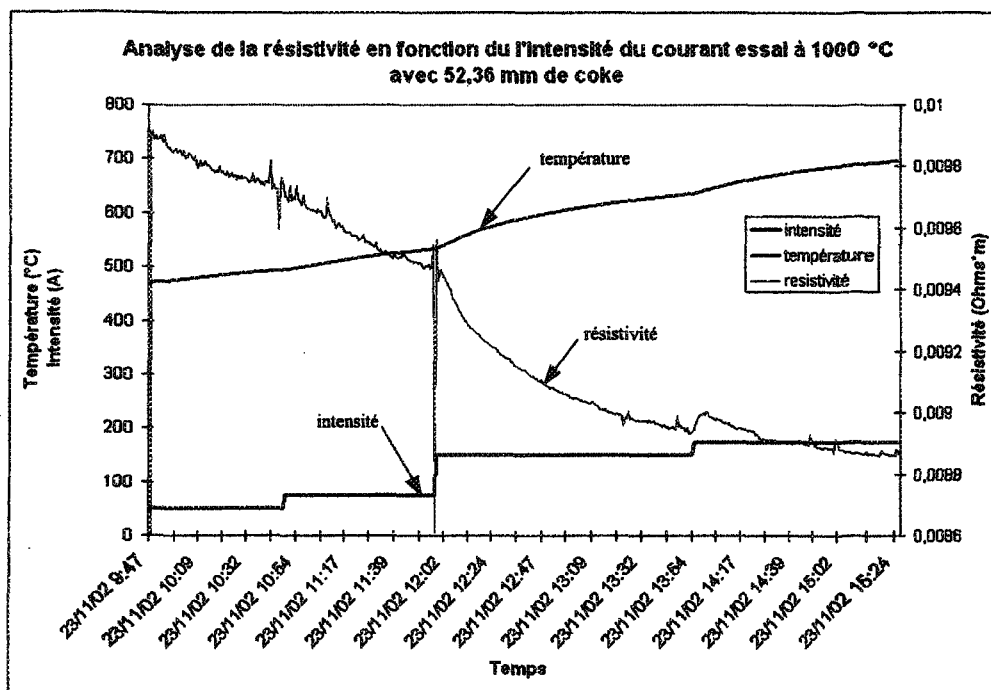
**Figure 9.34 : Analyse de la résistivité en fonction de l'intensité du courant (190°C, lit de 52,36 mm et 1 balayage/30 sec)**



**Figure 9.35 : Analyse de la résistivité en fonction de l'intensité du courant (400°C, lit de 52,36 mm et 1 balayage/30 sec)**



**Figure 9.36 : Analyse de la résistivité en fonction de l'intensité du courant (800°C, lit de 52,36 mm et 1 balayage/30 sec)**



**Figure 9.37 : Analyse de la résistivité en fonction de l'intensité du courant (1000°C, lit de 52,36 mm et 1 balayage/45 sec)**

Ce n'est cependant pas toujours le cas, tel que montré à la Figure 9.34, où il n'apparaît pas de variations importantes de la résistivité suite à une augmentation de l'intensité. Il se peut donc que le lit soit déjà stable ou qu'une augmentation trop faible de l'intensité du courant n'ait que peu d'effets sur la résistivité effective du lit et des interfaces.

D'un autre côté, en observant les figures résistivité effective - intensité du courant- température en fonction du temps qui apparaissent en annexe, il est possible de dégager une tendance générale. Sur toutes ces figures, il apparaît que, à moyen terme, la résistivité électrique tend à diminuer rapidement au départ et peu par la suite. Il faut cependant tenir compte du fait que la température augmente rapidement au départ et peu par la suite, tout comme la résistivité électrique. Aussi, en se référant à la Figure 9.4, il est possible de voir que, pour une gamme de températures donnée, la résistivité électrique ne varie que légèrement en fonction de ce dernier paramètre.

#### **9.1.11.1      *Effet du gaz neutre***

Un gaz neutre, l'argon, a été utilisé durant les essais afin de protéger les matériaux carbonés utilisés contre l'oxydation lors de l'exposition à haute température. Afin de vérifier si l'utilisation d'une telle technique pouvait avoir une influence sur les résultats des expérimentations, les essais # 27 et # 28 ont été réalisés en utilisant l'air ambiant au lieu de l'argon qui a été utilisé lors des essais précédents. À la suite de ces essais, il s'avère que l'utilisation de l'argon n'a pas d'effets remarquables tant au niveau de la résistivité

électrique qu'au niveau de la conductivité thermique équivalente. En effet, les résultats obtenus à la suite de ces essais s'intègrent parfaitement au reste des données. Au niveau de la résistivité électrique, cela peut être explicable par le fait que le gaz interstitiel, tant qu'il demeure isolant, n'a pas d'influence sur le passage du courant. Au niveau de la conductivité thermique, le gaz interstitiel joue un rôle important, mais seulement à basse température. Aussi, l'argon possède une conductivité thermique semblable à celle de l'air ce qui fait que l'influence d'utiliser un ou l'autre à ce niveau est minime. De plus, le matériau a été caractérisé à haute température, ce qui fait que la contribution de la conduction par le gaz par rapport au transfert de chaleur total s'en trouve diminuée de par l'augmentation du transfert de chaleur par rayonnement.

Le seul effet important observé lors de l'utilisation d'air au lieu de d'argon a été une légère consommation du lit de coke et des blocs en certains endroits. De plus, une hausse de température générale à l'intérieur du lit a été observée, probablement due à la combustion du matériau.

#### **9.1.12 Distribution de température externe du montage**

La distribution de température sur les surfaces externes du montage a été étudiée lors de l'utilisation afin de s'assurer qu'il n'y ait pas de pertes de chaleur non-prévues qui risquerait d'affecter la validité des résultats. La Figure 9.38 montre des images de l'électrode inférieure et du boîtier du montage obtenues à l'aide d'une caméra infrarouge *MIKRON* modèle 6T62/63.

Il est à noter que les valeurs de températures associées aux isocouleurs apparaissant sur les images ne sont pas données. Il en est ainsi parce que, étant donné que les différentes composantes du montage possèdent une émissivité différente, les valeurs de températures lues ne sont pas valides pour toutes les parties du montage. L'émissivité des surfaces n'est d'ailleurs pas connue avec exactitude. Le but ici est de montrer la distribution de température et les zones plus chaudes sur le montage. Les valeurs absolues de températures ne sont donc pas nécessaires. Il est possible de voir sur la Figure 9.38b) que la température de la section supérieure du boîtier localisée près du four semble plus élevée. Cela n'est cependant pas dû à une perte de chaleur à l'intérieur du boîtier.

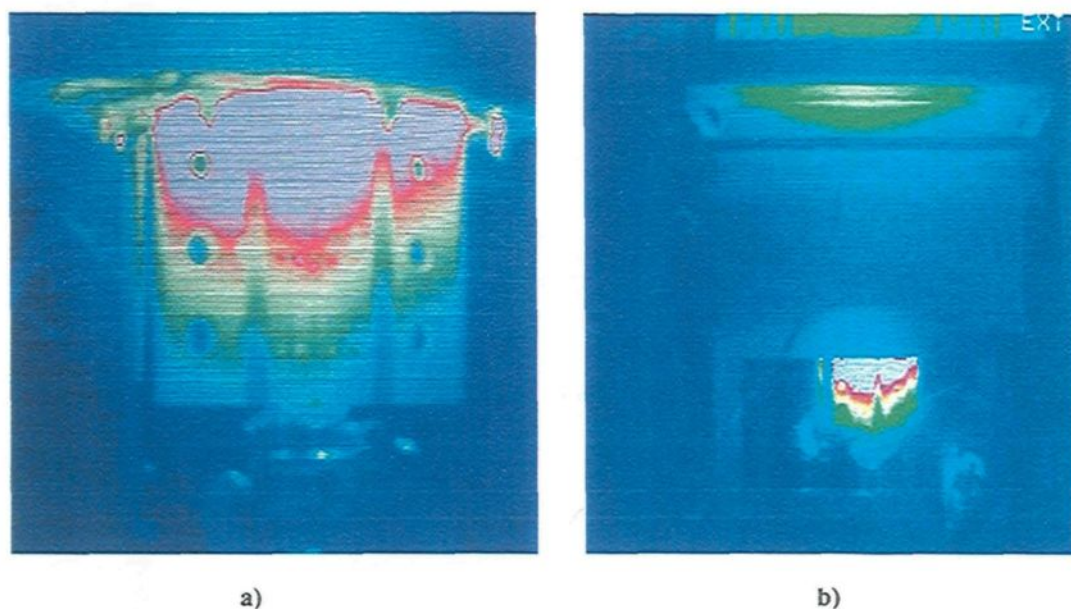


Figure 9.38 : Distribution de température obtenue avec une caméra infrarouge : a) électrode inférieure, b) boîtier

En effet, comme une partie du boîtier est en contact direct avec l'intérieur du four, la chaleur est transmise à cette zone du boîtier par conduction. C'est donc un phénomène



indépendant de ce qui se passe à l'intérieur du montage et qui n'affecte en rien la validité des hypothèses posées.

Le modèle élément fini présenté au chapitre 5 a pu être validé lors de l'utilisation du montage à l'aide de la caméra infrarouge. La distribution de température montrée à l'électrode inférieure concorde assez bien avec ce qui avait été obtenu lors de la simulation. Il est à noter que le transfert de chaleur sur le modèle simulé était effectué par convection naturelle alors que des ventilateurs ont été utilisés sur le montage afin d'augmenter le flux de chaleur dans les échantillons et ainsi augmenter la précision des mesures.

## **9.2 ANALYSE DES MODÈLES THÉORIQUES**

Afin d'être en mesure d'intégrer les résultats de la caractérisation thermoélectrique du coke calciné à l'intérieur du modèle START-Cuve, des lois de comportement doivent être établies pour le matériau au niveau électrique et thermique, en fonction de la température et de l'épaisseur. Ces lois de comportement peuvent adopter la forme de courbes issues de régressions linéaires obtenues à la suite d'expérimentations ou bien de modèles théoriques basés sur la physique du phénomène et sur les caractéristiques du matériau. L'utilisation d'un modèle est évidemment le cas idéal parce que cela signifie que le comportement du matériau est bien compris et que les résultats obtenus sont justifiés sur des bases physiques.

### **9.2.1 Modèles – Conductivité thermique**

Au chapitre 3, plusieurs modèles servant à déterminer la conductivité thermique effective d'un matériau granulaire ont été présentés. Parmi ces derniers, certains ne sont

tout simplement pas applicables dans le cadre de la présente étude de par les hypothèses soutenant leur validité, qui sont incompatibles avec les conditions d'expérimentations ou avec la nature du matériau étudié.

Ainsi, quelques modèles pouvant s'appliquer au cas du coke calciné ont été comparés. Les données de base utilisées dans les différents modèles apparaissent au Tableau 9.3.

Tableau 9.3 : Données de base des modèles

Description	Valeur	Source
$\Psi_{\text{vrac}}$	0,54	Sect. 8.1.3
$\Psi_{\text{grain}}$	0,23	Sect. 8.1.3
$d$	3,2 mm	Sect. 8.1.1
$\varepsilon$	0,8	Touloukian (1972)
$k_g$	$k_g = 2,94 \times 10^{-11} T^3 - 8,38 \times 10^{-8} T^2 + 1,26 \times 10^{-4} T - 5,00 \times 10^{-3}$	Incropera (1996)
$k_s$	Équation 3.1	Kaisai <i>et al.</i> (1993)

#### 9.2.1.1 Modèle de Krischer

Le modèle de Krischer, tel qu'expliqué dans la section 3.2.2, est un modèle qui pose que le matériau est constitué d'une combinaison de résistances en séries et en parallèle. Tel que montré aux Équations 3.4 à 3.6, la conductivité équivalente  $k_e$  pour ce modèle dépend de  $k_g$ ,  $k_s$ ,  $\psi$  et  $a$ , où  $a$  est un facteur qui varie entre 0 et 1. Ces deux valeurs représentent les cas limites où les deux composantes du matériau se retrouvent soit totalement en série ou en parallèle, tel qu'illustré à la Figure 3.2. La Figure 9.39 montre les résultats obtenus à partir du modèle de Krischer pour  $a = 1$ ,  $a = 0$  et  $a = 0,2$  ainsi que les valeurs obtenues expérimentalement.

Aussi, il est possible de voir que les valeurs expérimentales sont effectivement balisées par les cas limites. De plus, le modèle avec  $a = 0,2$  semble donner de bons résultats à basse température mais diverge rapidement à partir de  $200^{\circ}\text{C}$ . Ce comportement est normal car le modèle de Krischer ne considère pas l'effet du rayonnement, mode de transport dominant à haute température.

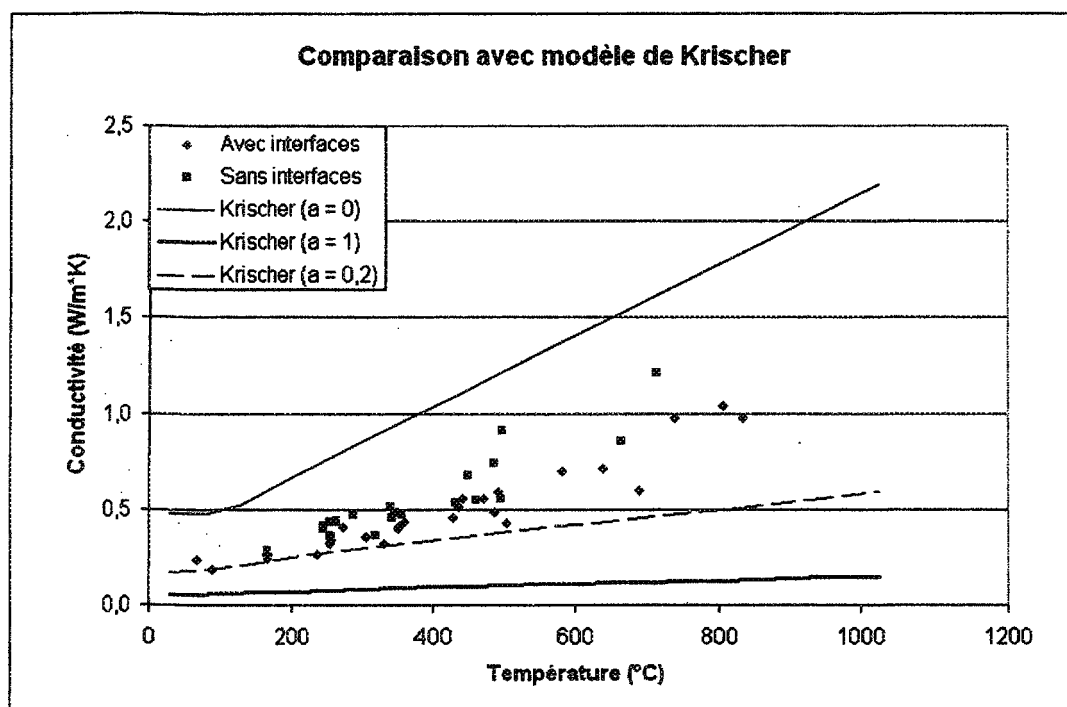


Figure 9.39 : Comparaison des valeurs expérimentales avec le modèle de Krischer

### 9.2.1.2 Modèles de Yagi-Kunii et Kunii-Smith

Le modèle de Yagi-Kunii (1957) est aussi un modèle basé sur une composition de résistances en parallèle et en série. Cependant, le modèle tient compte de la géométrie du système et de la contribution rayonnement. Il est important de noter que le modèle, tel que montré à la section 3.2.2, néglige l'effet du contact solide et de la convection naturelle. Le

système devient donc indépendant de la pression mécanique, si cette dernière n'affecte pas la porosité du lit.

Le modèle de Kunii-Smith (1960) est quant à lui un modèle analytique basé sur le concept de cellule unitaire avec lignes de flux parallèles. Le modèle tient compte de tous les modes de transports présents au contact entre deux particules, tel que montré à la section 3.2.3.1. Le modèle a été évalué ici en négligeant le contact solide entre les particules, cet aspect étant négligeable à basse pression, tel que proposé par les auteurs.

La Figure 9.40 présente les deux modèles qui sont comparés avec les données expérimentales. Dans le modèle de Yagi-Kunii, des valeurs  $\beta = 1$ ,  $\omega = 0,050$  et  $\gamma = 1$  ont été utilisées, tel que déterminé expérimentalement pour du clinker de ciment de granulométrie similaire à celle que du coke testé. Dans le modèle de Kunii-Smith, des valeurs  $\beta = 1$ ,  $\phi = 0,13$  et  $\gamma = 2/3$  ont été utilisées, conformément à ce qui a été prescrit par les auteurs, en fonction des caractéristiques du matériau.

Il est à remarquer que les deux modèles suivent la même tendance que les deux séries de données. Le modèle de Kunii-Smith semble cependant sous-estimer quelque peu la conductivité thermique équivalente du matériau par rapport au modèle de Yagi-Kunii. Ce dernier modèle concorde d'ailleurs presque parfaitement avec la série de données de conductivité thermique effective totale (incluant les interfaces de contact).

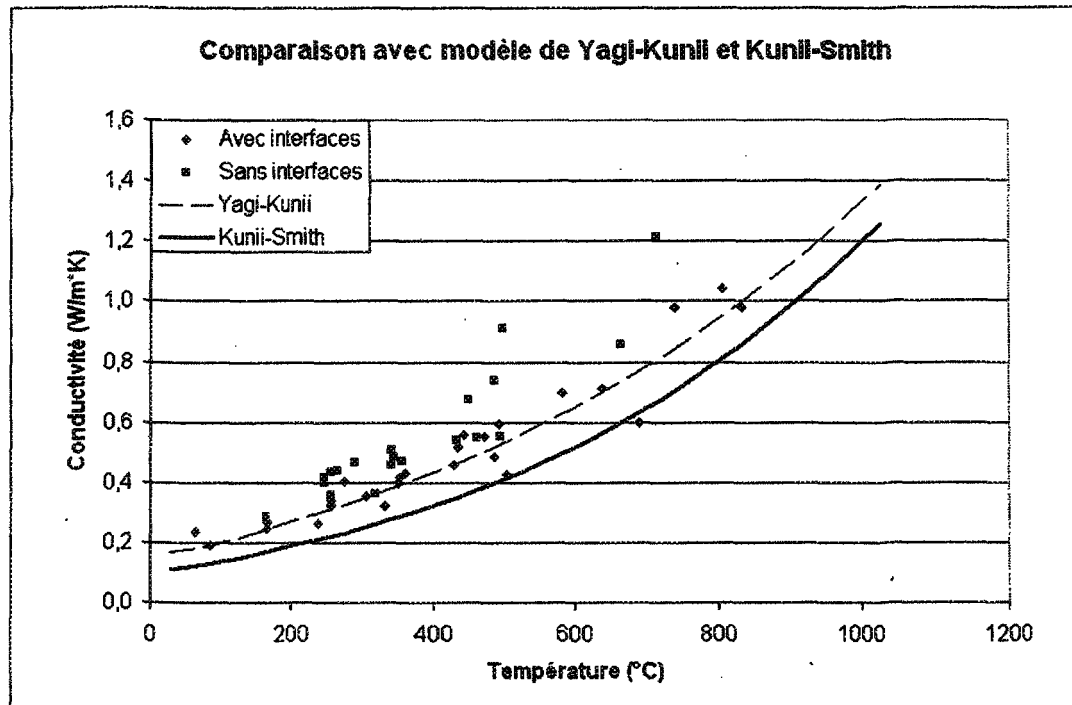


Figure 9.40 : Comparaison des valeurs expérimentales avec les modèles de Yagi-Kunii et Kunii-Smith

### 9.2.1.3 Modèle Krischer-Vortmeyer

Il a été observé à la section 9.2.1.1 que le modèle de Krischer avec  $a = 0,2$  correspond à la tendance observée mais uniquement à basse température. Selon les théories qui considèrent les matériaux granulaires comme des milieux quasi-homogènes, il est possible d'additionner algébriquement la conductivité de rayonnement équivalente  $k_{rad}$  à la conductivité thermique effective du matériau sans l'effet du rayonnement afin d'inclure l'effet du rayonnement (Vortmeyer (1980)). L'équation de Damkohler (Équation 3.26) est utilisée pour calculer  $k_{rad}$  en utilisant le facteur d'échange déterminé par Vortmeyer (Tableau 3.1), tel que proposé par Nasr (1994). La conductivité effective obtenue à l'aide du modèle de Krischer a été additionnée à la conductivité de rayonnement équivalente

déterminée, tel qu'expliquée précédemment. Les résultats apparaissent à la Figure 9.41 et sont comparés avec les valeurs obtenues expérimentalement.

On observe que les résultats calculés à l'aide du modèle Krischer-Vortmeyer correspondent bien avec les valeurs expérimentales obtenues en ne considérant pas les résistances de contact aux interfaces. De plus, on remarque que, en comparaison avec le modèle de Krischer seul, le transfert de chaleur dû au rayonnement domine à haute température.

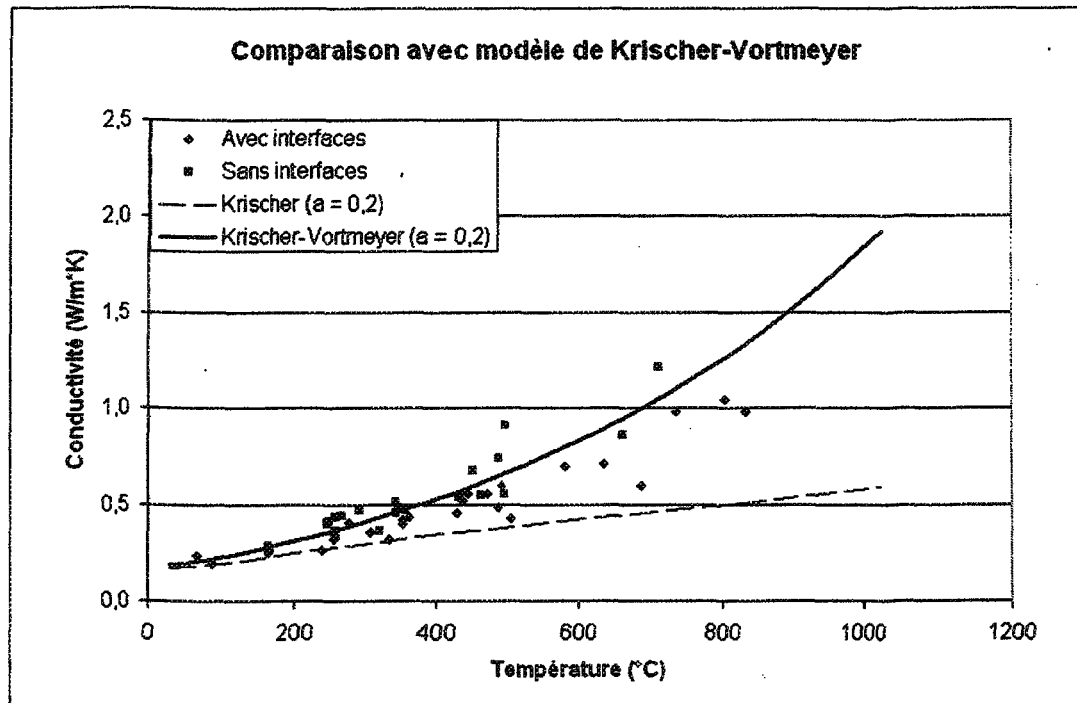


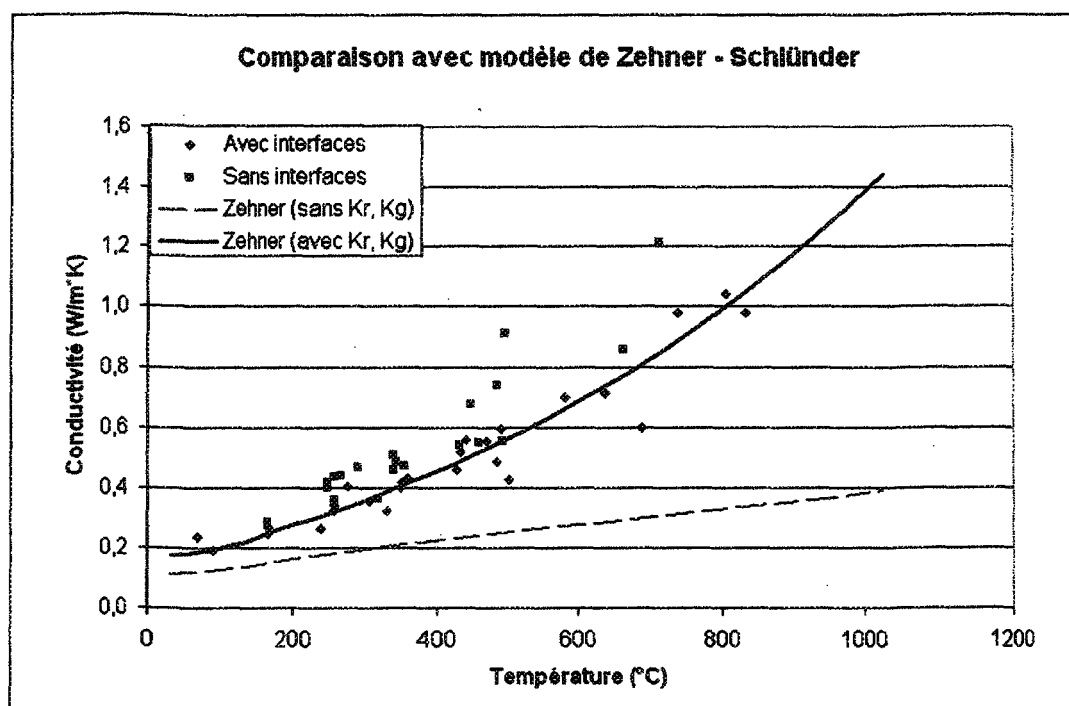
Figure 9.41 : Comparaison des valeurs expérimentales avec les modèles Krischer et Krischer-Vortmeyer

#### 9.2.1.4 Modèle de Zehner-Schlünder

Le modèle de Zehner-Schlünder généralisé, tel que présenté à la section 3.2.3.2, est un modèle basé sur une cellule unitaire avec lignes de flux parallèles lequel tient compte de

l'effet du rayonnement ainsi que de la géométrie des particules. Le modèle de base également présenté ne considère que l'effet de la conduction pure. Les deux modèles sont présentés à la Figure 9.42 et comparés avec les valeurs obtenues expérimentalement.

Les observations rapportées à la section précédente s'appliquent encore ici au niveau de l'importance du rayonnement lorsque l'on compare les deux modèles. Le modèle de Zehner-Schlünder généralisé correspond très bien avec les données expérimentales incluant les interfaces. Il semble par contre sous-estimer la conductivité effective du lit sans les interfaces de contact.



**Figure 9.42 : Comparaison des valeurs expérimentales avec le modèle de Zehner-Schlünder**

### 9.2.2 Modèles – conductivité électrique

Au niveau de la conductivité électrique équivalente, les modèles se font beaucoup plus rare dans la littérature (Vandewalle *et al.* (2000)). Parmi les justifications de cet état de fait, on note d'une part que les applications où l'on cherche à caractériser les matériaux granulaires au niveau électrique sont relativement peu nombreuses et que, d'autre part, comme la conductivité électrique effective est fortement dépendante de plusieurs facteurs sensibles tel que la pression mécanique, la porosité, la température, etc., il est difficile de déterminer un modèle général.

Il est aussi difficilement possible d'utiliser les mêmes modèles que ceux utilisés dans le cas de la détermination de la conductivité thermique effective parce que les mécanismes de transport de l'électricité et de la chaleur entre les particules ne sont pas les mêmes dans les deux cas.

Le principal obstacle à l'utilisation d'un modèle de conduction électrique dans le cas présent demeure cependant le fait que seulement peu de renseignements sont disponibles concernant les propriétés du coke étudié. Aussi, l'obtention de ces informations se veut une tâche d'une ampleur considérable et qui n'assure pas l'obtention de résultats valables. Aussi, pour les besoins du modèle numérique, la loi de comportement au niveau de la résistivité électrique effective du lit sera obtenue uniquement sur la base des résultats expérimentaux .



## 9.3 LOIS DE COMPORTEMENT RETENUES

### 9.3.1 Thermique

Suite à la comparaison des différents modèles étudiés en relation avec les données obtenues, les modèles de conductivité thermique effective donnant les meilleurs résultats ont été retenus et sont comparés à la Figure 9.43.

À la lumière de cette comparaison, il est aisé de réaliser que, en considérant la conductivité effective du lit de coke seul, sans les interfaces, le modèle Krischer-Vortmeyer semble donner les meilleurs résultats. Ainsi, en utilisant le modèle de Krischer-Vortmeyer (K-V) pour déterminer la conductivité effective du lit pour une épaisseur donnée, et que la résistance de contact moyenne aux interfaces trouvée pour chaque interface (0,125 K/W) est utilisée, il devient possible de déterminer la résistance de contact total pour un lit de dimensions données. Les résultats obtenus apparaissent à la Figure 9.44.

À partir de ces figures, il en ressort que le modèle proposé suit bien les valeurs de résistances obtenues expérimentalement, même si il les surestime très légèrement. La conductivité thermique effective totale du lit peut donc être obtenue à l'aide de l'équation suivante pour  $200^{\circ}\text{C} < T < 900^{\circ}\text{C}$  :

$$k_e = \frac{l}{\frac{l}{k_{K-V}} + 2 \frac{R}{\Delta L}} \quad \text{Équation 9.6}$$

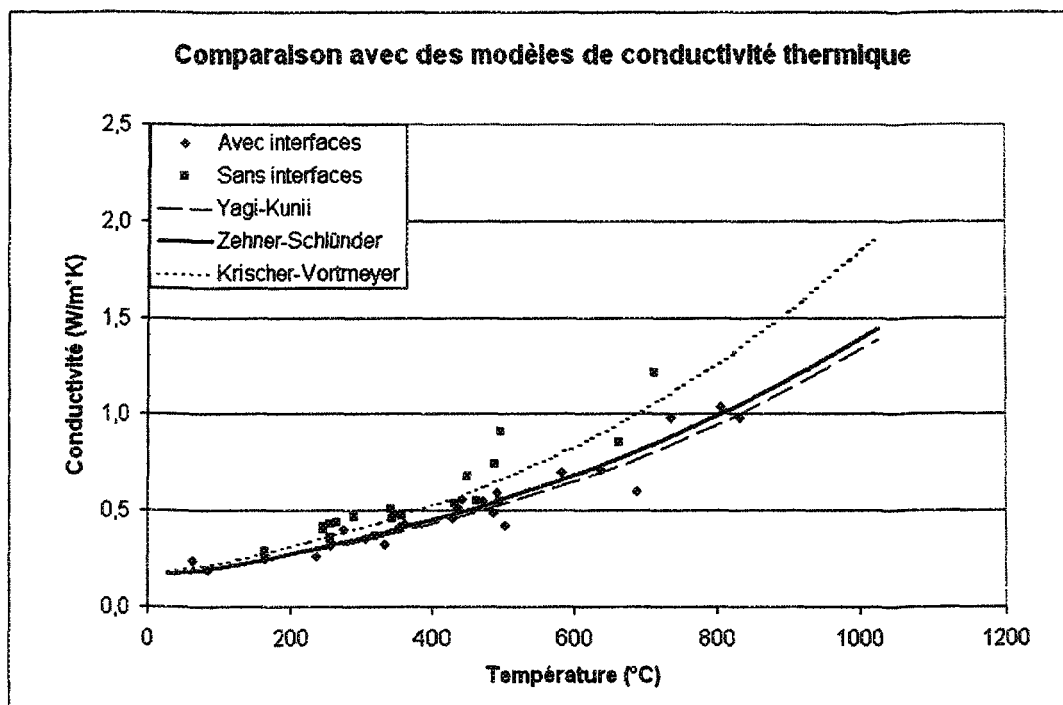


Figure 9.43 : Comparaison des modèles de conductivité thermique équivalente

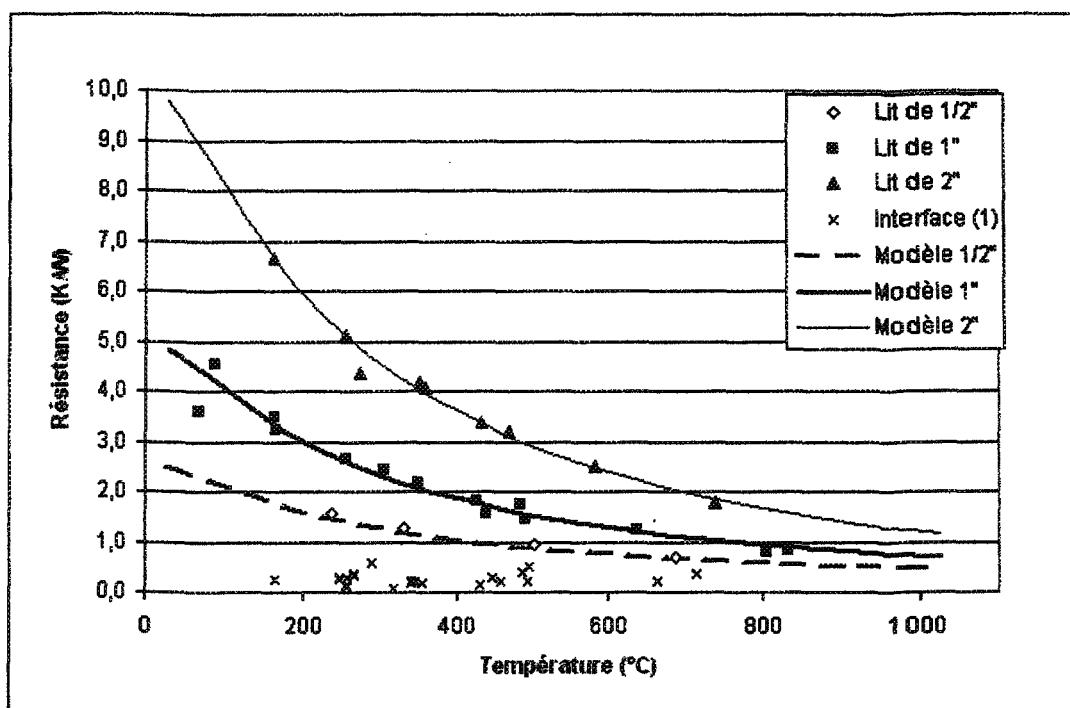


Figure 9.44 : Comparaison du modèle Krischer-Vortmeyer et résistances de contact avec les valeurs de résistances obtenues expérimentalement

Où  $R_{ct}$  est la résistance moyenne d'un interface égal  $0,0037 \text{ K}\cdot\text{m}^2/\text{W}$ . Il est à noter que cette valeur représente la limite inférieure des résistances trouvées expérimentalement et a été choisi parce menant aux meilleurs résultats. Aussi,  $k_{K-v}$  est la conductivité thermique effective du lit obtenue par :

$$k_{K-v} = \frac{k_g}{\frac{1-a}{k_1} + \frac{a}{k_2}} + 4C_s F d T^3 \quad \text{Équation 9.7}$$

Où les valeurs de  $k_1$  et  $k_2$  sont obtenues à l'aide des Équations 3.5 et 3.6 et où le paramètre  $a = 0,2$ . Le facteur d'échange  $F$  est obtenu par l'équation suivante (Vortmeyer (1980)) :

$$F = \frac{2B_r + \varepsilon(1 - B_r)}{2(1 - B_r) - \varepsilon(1 - B_r)} \quad \text{Équation 9.8}$$

Où  $B_r$  est appelé « nombre de transmission du rayonnement » et est fonction de la porosité du lit et de l'émissivité des particules. Une valeur de 0,1 est recommandée pour une porosité de 0,4 (Vortmeyer (1980)). Cette valeur est utilisée ici car représentant la meilleure estimation disponible. Les autres données de bases sont données au Tableau 9.3.

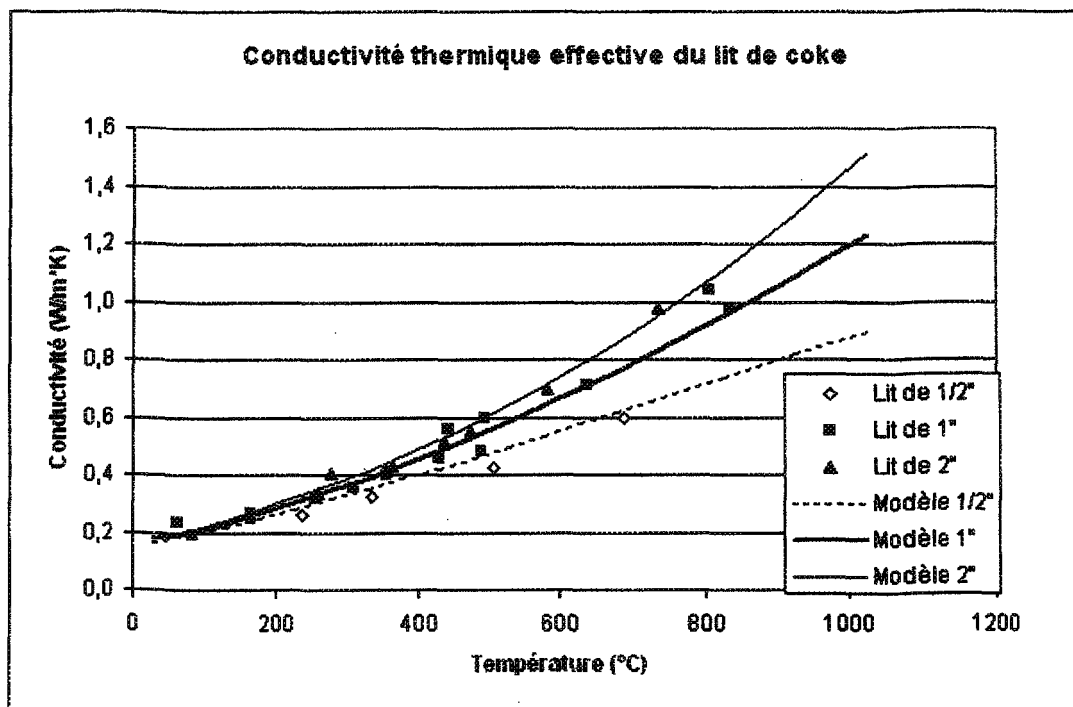


Figure 9.45 : Comparaison du modèle Krischer-Vortmeyer avec les conductivités thermiques obtenues expérimentalement

### 9.3.2 Électrique

Au niveau de la résistivité électrique, la loi de comportement sera déterminée uniquement à partir des résultats expérimentaux, pour les raisons expliquées plus haut. Ainsi, cela suppose que la loi ne sera valide que pour le matériau testé et uniquement pour des conditions similaires aux conditions d'expérimentation en terme de pression mécanique appliquée, de mise en place et de caractéristique des surfaces en contact avec le lit. La Figure 9.46 montre la droite de régression obtenue à partir des résultats pour la résistivité effective du lit de coke seulement (sans les interfaces). Le coefficient de corrélation  $|r|$  pour cette droite est de 0,5 %. La probabilité statistique que les valeurs soient décorrélées est très élevée et il n'y a donc pas lieu de lier la résistivité à la température dans ce cas.

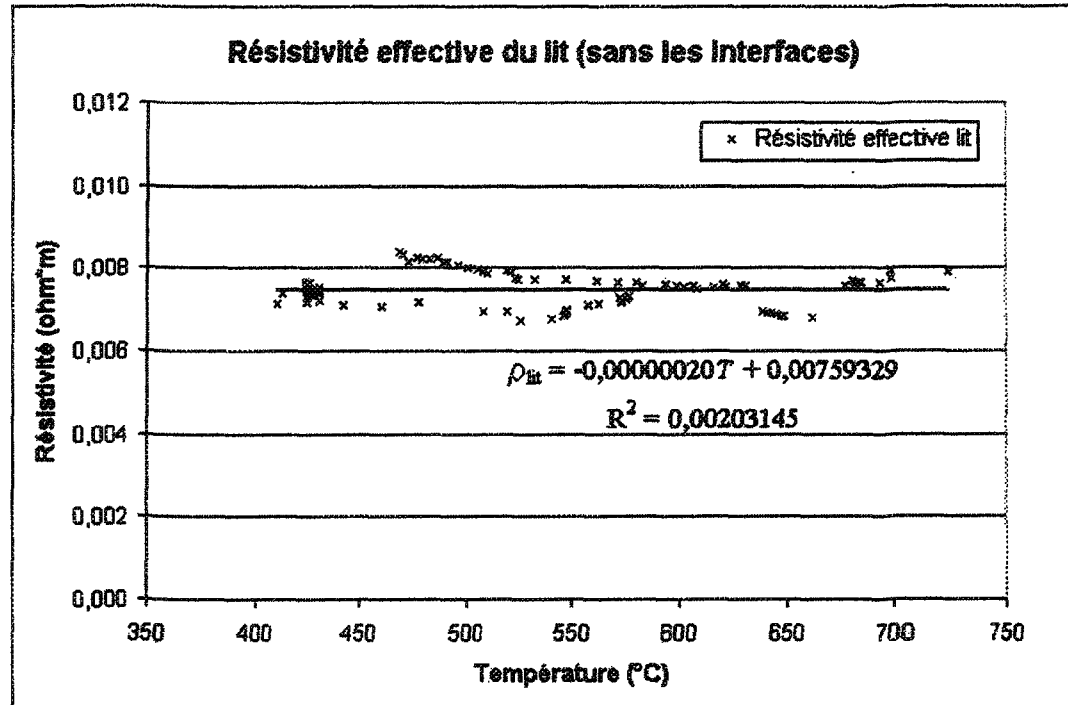


Figure 9.46 : Droite de régression décrivant la résistivité électrique effective du lit

Une valeur constante pour la résistivité électrique du lit sera donc utilisée, soit la valeur moyenne trouvée précédemment qui est de 0,00749 ohm.m.

La relation permettant de relier la résistance de contact aux interfaces avec la température est aussi déterminée à partir des données expérimentales. Dans ce cas, une loi de puissance a été utilisée parce que, après analyse, ce type de loi présente la meilleure corrélation avec les valeurs expérimentales. L'utilisation d'une droite de régression avec les données expérimentale dans ce cas aurait mené à des résistances négatives à hautes température ( $\sim 1000^\circ\text{C}$ ), ce qui est absurde. La loi de puissance présentée à la Figure 9.47 sera donc utilisée pour quantifier les résistances de contact aux interfaces en fonction de la température.

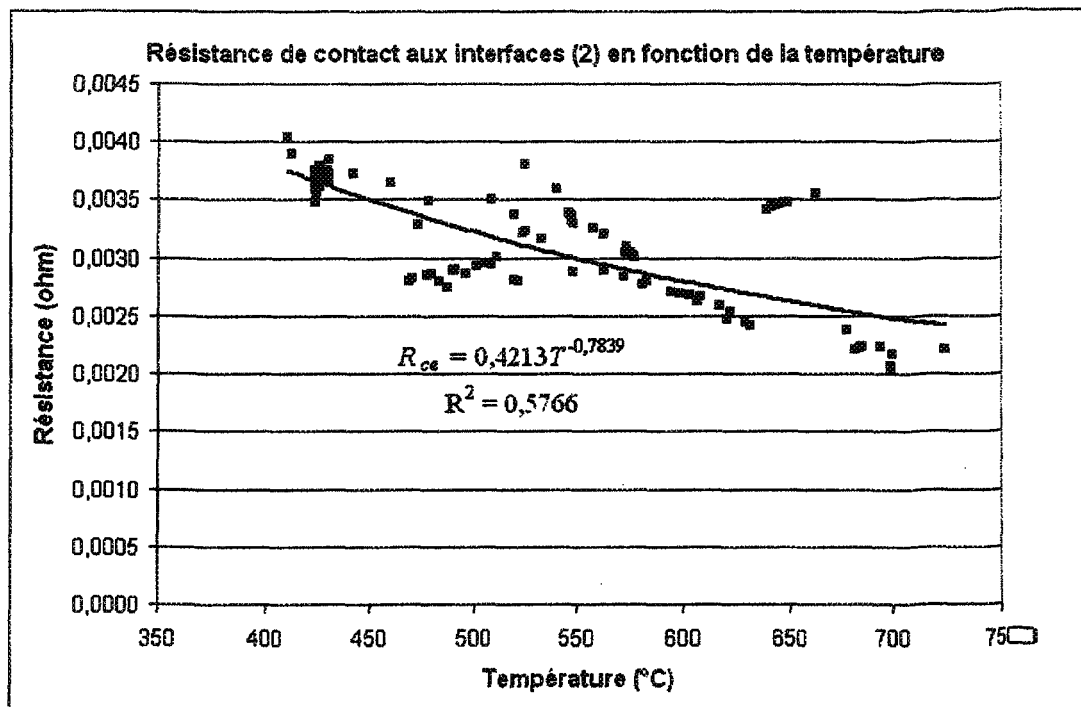


Figure 9.47 : Loi de puissance décrivant la résistance de contact des deux interfaces en fonction de la température

Le coefficient de corrélation  $|r|$  pour cette loi est de 76%, ce qui représente une probabilité que les valeurs soient décorrélées de moins de 0,1 %. La corrélation est donc *nettement significative*. Ainsi, en suivant ce qui a été fait au niveau de la conductivité thermique effective totale, la résistivité électrique effective totale pour  $350^{\circ}\text{C} < T < 750^{\circ}\text{C}$  sera donné par :

$$\rho_e = \rho_{lit} + \frac{0,03R_{ce}}{\Delta L} \quad \text{Équation 9.9}$$

Où le facteur 0,03 représente l'aire de l'échantillon utilisé lors des essais dans CARLA, en  $\text{m}^2$  et où  $\rho_{lit} = 0,00749 \text{ Ohm}\cdot\text{m}$  et  $R_{ce}$  est définie par l'équation suivante, tel que montré également à la Figure 9.47 :

$$R_{ce} = 0,4213T^{-0,7839} \text{ en Ohm}$$

Équation 9.10

La Figure 9.48 montre les résultats obtenus en utilisant l'Équation 9.9 pour des épaisseurs de 1/2", 1" et 2" comparé avec les valeurs expérimentales de résistivité électrique effective totale.

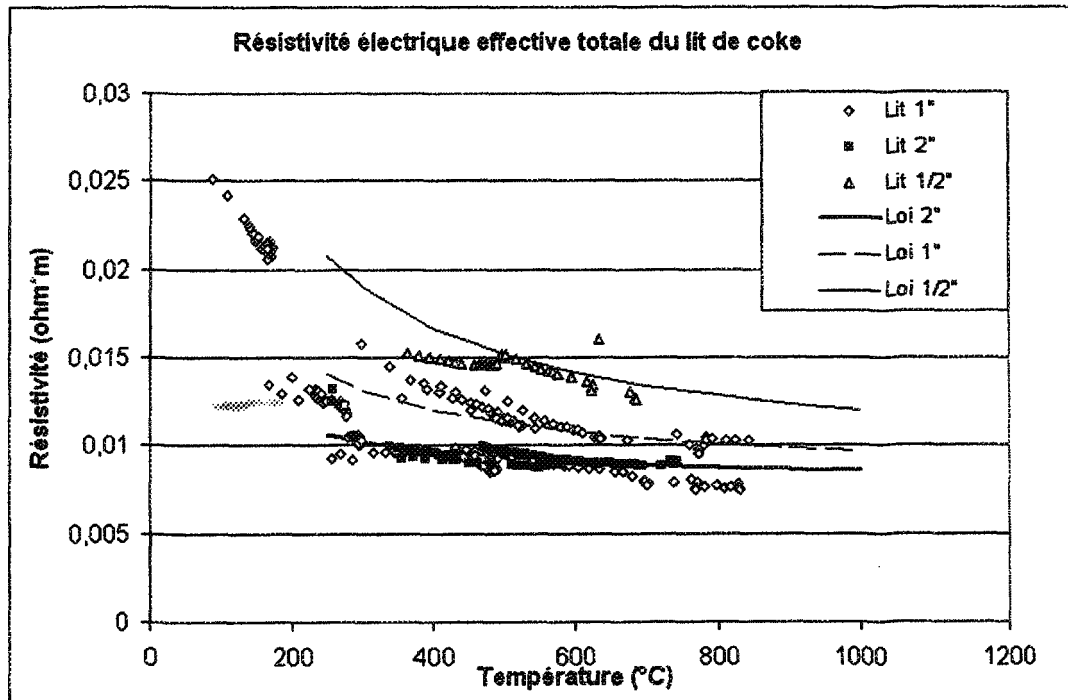


Figure 9.48 : Loi de comportement pour la résistivité électrique effective totale pour différentes épaisseurs comparé avec les valeurs expérimentales

Conséquemment, la résistance totale du lit peut donc être évaluée à partir de l'équation suivante :

$$R_{ee} = \frac{\rho_{li} \Delta L}{A} + \frac{0,03R_{ce}}{A}$$

Équation 9.11

Où  $A$  représente la surface du lit pour lequel la résistance doit être évaluée, en  $m^2$ .

La Figure 9.49 montre les résultats de l'Équation 9.9 comparés avec les valeurs expérimentales.

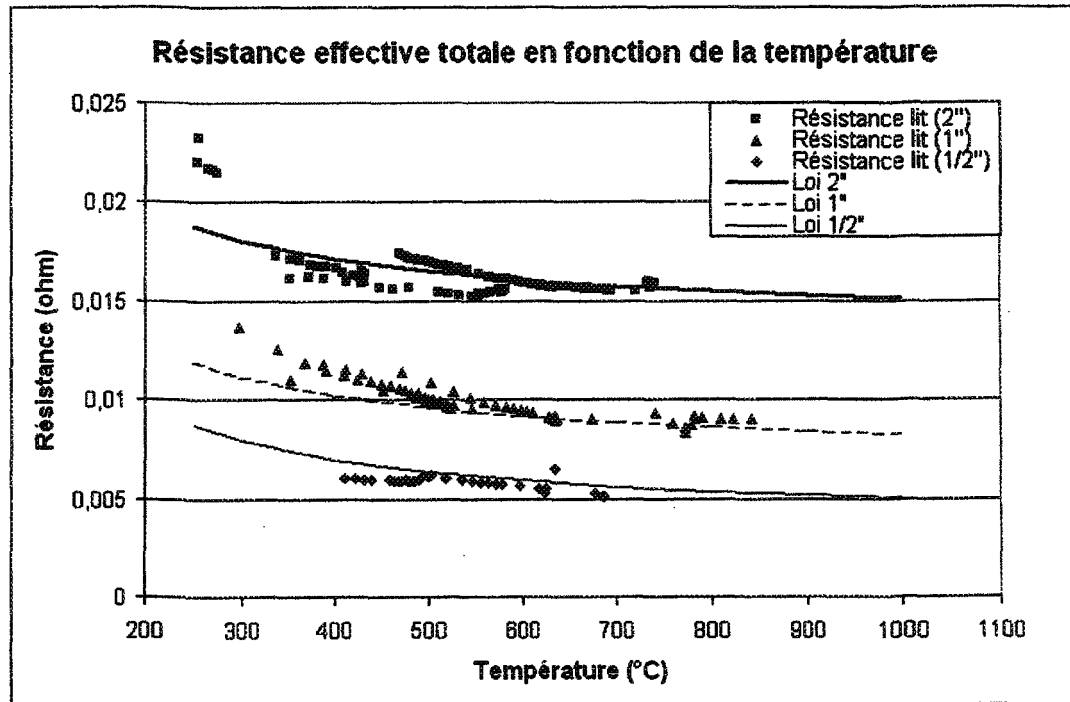


Figure 9.49 : Loi de comportement pour la résistance électrique effective totale pour différentes épaisseurs comparé avec les valeurs expérimentales

Sur la Figure 9.48 comme sur la Figure 9.49, on voit que la loi de comportement suit très bien les résultats expérimentaux, et ce, pour toutes les épaisseurs testées.



## 10

# DISCUSSION ET CONCLUSION

### 10.1 DISCUSSION

#### 10.1.1 Montage expérimental

Suite à la réalisation des essais de caractérisation thermoélectriques à l'aide du montage expérimental *CARLA*, la bonne qualité des résultats obtenus vient confirmer la validité des hypothèses de base posées. En effet, bien que dans les faits, aucune de ces hypothèses n'est rigoureusement juste, ces dernières ont permis d'obtenir les résultats expérimentaux attendus i.e. la détermination des conductivité thermique et résistivité électrique effectives du lit en fonction de son épaisseur et de la température. Les résistances de contact thermique et électrique des interfaces entre le lit de coke et les blocs anodique et cathodique ont également été déterminées à partir des résultats des essais. Ces résultats viennent donc confirmer la bonne conception du montage, autant au niveau thermique que électrique.

#### 10.1.2 Résultats expérimentaux

##### 10.1.2.1 Caractérisation électrique

La résistivité électrique effective totale du lit de coke à différentes températures pour différentes épaisseurs montre un comportement particulier. En effet, on remarque un clivage des résultats en fonction de l'épaisseur, les résistivités les plus importantes étant

associées aux épaisseurs les plus faibles. Toutes les séries de données montrent cependant la même tendance, *i.e.*, une diminution de la résistivité en fonction de la température, tel qu'attendu.

Quelques séries de données ont dû être écartées de l'analyse dû à de légères variations des conditions d'expérimentations qui ont résulté en d'importantes variations des résistivités mesurées, invalidant ces derniers résultats au niveau électrique. Ce phénomène démontre la grande variabilité de la résistivité électrique effective d'un matériau granulaire en fonction de déformations mécaniques internes, aussi minimales soit-elles, dû aux modifications que ces dernières apportent au niveau de la qualité du contact entre les particules. Il est en ainsi parce que la résistivité électrique effective est principalement fonction de la qualité du contact entre les particules.

Les résistances de contact entre le lit et les surfaces des blocs anodiques et cathodiques ont été déterminées. Les résultats montrent une résistance de contact totale pour les échantillons, incluant les deux interfaces, de l'ordre de  $3,2 \times 10^{-3}$  ohms ( $9,55 \times 10^{-5}$  ohms·m<sup>2</sup>). La résistance de contact à l'interface, tout comme la résistance effective totale, diminue avec l'augmentation de température. Les valeurs de résistance de contact aux interfaces trouvées ont été soustraites des valeurs effectives totales afin de déterminer les valeurs de résistances et de résistivité effectives nettes du lit. Si on compare les résistances nettes pour les différentes épaisseurs avec la résistance trouvée pour les interfaces, on voit que cette dernière est relativement importante. À titre d'exemple, pour un lit d'une épaisseur nominale de ½ pouce, la résistance du lit est similaire à la résistance de contact des deux interfaces, ce qui n'est certainement pas négligeable.

Aussi, les résultats montrent des résistances et une résistivité effective nette, *i.e.* sans les résistances de contact aux interfaces, indépendantes de la température. La résistivité effective nette devrait normalement suivre la même tendance que la résistivité effective totale (incluant les résistances de contact) parce que les résistances de contact ne devraient pas varier de manière importante en fonction de la température. En effet, tel que déjà mentionné, les résistances de contact aux interfaces sont gouvernés principalement par la qualité du contact entre les grains et les surfaces plutôt que par la résistivité électrique des matériaux. Le fait que la résistivité effective nette ne varie pas en fonction de la température contrairement à ce qui est observé pour la résistivité effective totale apparaît donc anormal et est dû à la technique de séparation des résistances, qui considère la résistivité du lit comme étant invariable pour différentes épaisseurs à une même température, ce qui n'est pas nécessairement vrai. En effet, il est démontré qu'un *effet d'épaisseur*, attribuable entre autre à la non-homogénéité des contacts entre les surfaces et le média poreux, à *l'effet d'arche* ainsi qu'à la non-homogénéité interne du matériau lui-même, est présent à l'intérieur d'un lit granulaire. Cet *effet d'épaisseur* devrait tendre à faire augmenter la résistivité avec l'augmentation de l'épaisseur, tel que mentionné à la section 9.1.5.1. C'est pourtant l'inverse qui est observé pour le lit de coke.

Comme cet *effet d'épaisseur* n'a pas été considéré dans les hypothèses de départ, il se peut donc que les résistances de contact aux interfaces soient quelque peu sous-estimées dans la loi de comportement proposé. Les valeurs de résistivité effective totale obtenues sont cependant valides car, à partir de ces dernières, on retrouve le comportement observé suite aux expérimentations.

Il est important de noter que la résistivité électrique effective trouvée ainsi que la résistance des interfaces n'a pas été caractérisée en fonction de la pression mécanique appliquée. D'un point de vue théorique, la caractérisation du lit en fonction de la pression aurait été souhaitable. Cependant, dans le cadre du projet START-Cuve, l'obtention de résultats pour les conditions réelles d'application sont suffisantes. La caractérisation du lit en fonction d'un paramètre supplémentaire, soit la pression mécanique, dépasse les objectifs de START-Cuve tout comme l'envergure du présent projet de maîtrise. Ainsi, la loi de comportement proposée n'est valide que pour une pression mécanique nominale de 10 kPa, telle que celle appliquée sur le lit lors du démarrage des cuves. Des essais visant à observer le comportement du matériau en fonction de la pression ont tout de même été effectués sur la maquette de visualisation présentée au chapitre 5. Les résultats ont montré que la résistivité du lit était effectivement fonction de la pression appliquée. À titre d'exemple, un essai réalisé sur *CARLA* pour un lit d'une épaisseur de 1 pouce, soumis à une pression mécanique nominale d'environ 10 kPa à 800°C, a montré qu'une augmentation de la pression mécanique de l'ordre 15 % entraîne une diminution de la résistivité effective totale (incluant les deux interfaces) d'environ 10%.

#### **10.1.2.2      *Caractérisation thermique***

Il est possible au niveau de la conductivité thermique effective totale d'observer un comportement semblable, mais de moindre envergure, à ce qui est observé au niveau électrique, soit un clivage des données en fonction de l'épaisseur. Les données sont relativement bien groupées et les essais qui ont dû être écartés de l'analyse au niveau

électrique montrent de bons résultats au niveau thermique. Il en est ainsi parce que la conduction entre les grains n'est pas le mode de transfert qui domine au niveau thermique contrairement à ce qui se passe au niveau électrique, ce qui diminue l'impact de variations de pression entre les grains. Les légères variations des conditions expérimentales notées n'ont donc pas d'influences notables sur la conductivité thermique effective totale. Tel que rapporté dans la littérature pour le coke et autres matériaux granulaires, il est clair que la conductivité thermique effective totale augmente avec l'augmentation de température. Au départ, on pose que les essais *AT* permettent de trouver une conductivité thermique effective totale comprenant une résistance de contact d'interfaces alors que les essais *ST* permettent de trouver des valeurs incluant deux résistances de contact d'interface. En observant les résultats, il est possible de voir que les essais *AT* et les essais *ST* présentent des valeurs semblables. Cela pourrait alors signifier que : les résistances de contact mesurées sont semblables dans les deux cas OU que le contact à l'anode soit négligeable OU que les deux résistances soient négligeables. Les résultats obtenus excluent cependant cette dernière hypothèse, les valeurs de résistances de contact des interfaces obtenues étant du même ordre de grandeur que la résistance nette d'un lit de ½ pouce d'épaisseur.

À l'analyse des résistances de contact thermique des interfaces obtenues, il apparaît que les valeurs de ces dernières sont très variables. En effet, la résistance moyenne d'une interface est  $0,0078 \text{ K}\cdot\text{m}^2/\text{W}$  avec un écart-type de  $0,00375 \text{ K}\cdot\text{m}^2/\text{W}$ . Aussi, il n'y a pas de corrélation claire entre la température et les valeurs obtenues. L'incertitude expérimentale élevée sur ces résultats est à l'origine de cette constatation et est due à la variabilité du phénomène. En effet, chaque nouvelle mise en place du lit modifie la géométrie des

interfaces et de leurs surfaces de contact. Il n'est donc pas possible de conclure à partir de ces résultats que la résistance thermique d'une interface varie en fonction de la température. Aussi, il se peut qu'un *effet d'épaisseur* dû au cheminement inhomogène des contraintes dans le matériau, semblable à ce qui a été expliqué au niveau électrique, soit présent dans le matériau. Un tel effet devrait tendre à faire diminuer la conductivité thermique effective en fonction de l'augmentation de l'épaisseur du lit.

### 10.1.3 Lois de comportement

#### 10.1.3.1 Conductivité thermique effective

Le modèle proposé au niveau de la conductivité thermique effective considère le matériau granulaire comme un milieu quasi-homogène, ce qui permet d'additionner algébriquement la conductivité effective excluant le rayonnement avec la conductivité effective de rayonnement. La conductivité effective excluant le rayonnement est évaluée à l'aide du modèle de Krischer (Équation 3.4), un modèle relativement simple qui décompose le milieu granulaire en une combinaison de résistances en série et en parallèle. La conductivité effective de rayonnement est obtenue avec l'équation de Damköhler (Équation 3.26) en utilisant le facteur de forme de Vortmeyer (Équation 9.8). La conductivité thermique effective du lit pour  $200^{\circ}\text{C} < T < 900^{\circ}\text{C}$  est donc décrite par les équations suivantes :

$$k_e = \frac{l}{\frac{l}{k_{k-v}} + 2 \frac{R_a}{\Delta L}}$$

$$k_{K-V} = \frac{k}{\frac{1-a}{k_1} + \frac{a}{k_2}} + 4C_s F d T^3$$

$$F = \frac{2B_r + \varepsilon(1-B_r)}{2(1-B_r) - \varepsilon(1-B_r)}$$

Où  $R_{ct}$  est la résistance moyenne d'une interface et est égale à 0,0037 K\*m<sup>2</sup>/W. Aussi,  $k_1$  et  $k_2$  sont obtenus à l'aide des Équations 3.5 et 3.6, le paramètre  $a = 0,2$  et  $B_r = 0,1$ .

La loi de comportement choisie pour la conductivité thermique effective est beaucoup plus versatile que celle choisie pour la résistivité électrique effective, parce que basée sur un modèle qui tient compte de plusieurs paramètres, dont les caractéristiques intrinsèques du matériau et du gaz interstitiel ainsi que de la configuration du lit (porosité). La valeur de la résistance de contact thermique utilisée dans le modèle est la limite inférieure des résistances de contact trouvées lors des essais. Il en est ainsi parce que cette valeur a montré la meilleure corrélation avec les résultats expérimentaux lors de l'analyse. La conductivité thermique effective est donc trouvée en additionnant algébriquement les résistances en séries de chacune des interfaces et du lit, tel que montré à l'Équation 9.6.

### 10.1.3.2 Résistivité électrique effective

La loi de comportement décrivant la résistivité électrique effective totale du lit de coke a été déterminée directement à partir des données expérimentales. Les résistances de contact des interfaces sont évaluées à l'aide d'une loi de puissance (Équation 9.10) obtenue

par la méthode des moindres carrés. La résistivité électrique effective du lit est considérée constante suite aux résultats obtenus qui ne montrent pas de variation en fonction de la température. La résistance électrique effective totale du lit est alors déterminée en additionnant la résistance des interfaces et la résistance du lit, tel que montré à l'Équation 9.9. Les relations suivantes donnent la résistivité effective totale du lit pour  $350^{\circ}\text{C} < T < 750^{\circ}\text{C}$  :

$$\rho_e = \rho_{lit} + \frac{0,03R_{ce}}{\Delta L}$$

$$R_{ce} = 0,4213T^{-0,7839} \text{ en Ohm}$$

Où  $\rho_{lit} = 0,00749 \text{ Ohm}\cdot\text{m}$ .

Il est important de noter que les comportements individuels que l'on obtient concernant la résistance effective du lit et la résistance des interfaces ne représentent pas nécessairement les comportements réels. Seulement l'addition de ces composantes montre le comportement réel mesuré. Il est donc important de ne pas utiliser les deux composantes séparément pour ne déterminer que la résistance de contact d'une interface ou la résistance effective du lit sans les interfaces. Aussi, la loi de comportement donnée à l'Équation 9.9 ne doit être utilisée que pour décrire le comportement du lit pour les mêmes conditions que celles présentes lors de l'expérimentation.

#### 10.1.4 Résistivité en fonction de la pression

La résistivité électrique est fortement reliée à la pression appliquée sur le lit. En effet, la résistivité électrique équivalente du lit est directement proportionnelle à la qualité



du contact entre les grains étant donné que le courant électrique n'est transmis que par conduction à travers ces interfaces. La conductivité thermique n'est quant à elle que peu influencé par la pression appliquée sur le lit, surtout à haute température, parce que la conduction thermique par le contact entre les grains ne représente pas le mode de transport dominant. Il est donc possible de déterminer une relation qui caractérise assez bien la conductivité thermique en ne tenant pas compte de la pression mécanique appliquée. Cependant, au niveau de la résistivité électrique, il est primordial de tenir compte de ce facteur, étant donné que cette caractéristique est liée au contact entre les grains, qui est principalement caractérisé par la pression de contact aux interfaces.

#### **10.1.5 Effet d'échelle**

Il est également important de noter qu'il est possible qu'un *effet d'échelle* puisse exister dans un lit granulaire, ayant un effet au niveau des pressions réelles appliquées en certains points du lit. Posons comme hypothèse qu'un bloc d'anode a besoin au minimum de trois points de supports sur le lit pour être en équilibre mécanique, tel que montré à la Figure 10.1.

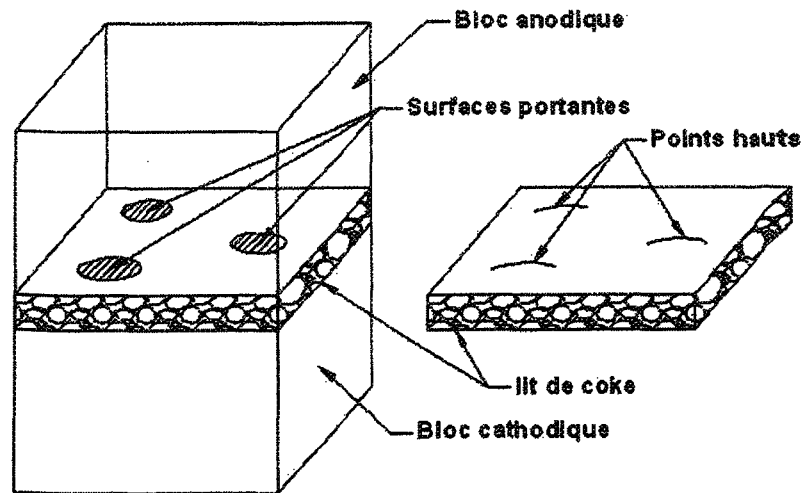


Figure 10.1 : Schématisation de l'effet d'échelle

Ainsi, en théorie, peu importe la dimension de l'aire nominale du bloc en contact avec le lit, il se peut toujours que le bloc ne soit en contact avec le lit qu'en trois points. Si le bloc est plus grand, donc possède une masse totale plus importante, mais ne possède pas plus de points de contact, la pression appliquée est plus grande sur ces points et la résistivité électrique effective totale du lit risque de s'en trouver diminuer, cette dernière étant fonction de la pression. Il se pourrait donc que l'on remarque des résistivités électriques plus basses en usine que celles mesurées expérimentalement, à cause de cet effet d'échelle.

#### 10.1.6 Sensibilité de la résistivité électrique effective

Les valeurs de résistivité électrique déterminées concordent relativement bien entre elles. Cependant, il est bon de mentionner que la valeur de résistivité trouvée est très sensible à l'organisation et à la géométrie du lit de coke. En effet, ces paramètres peuvent

être modifiés par de simples vibrations, par l'ajout d'une pression mécanique supplémentaire, dilatation thermique ou par tout autre mouvement imposé au lit.

### **10.1.7 Influence des non-homogénéités**

Le principe de mesure utilisé pour l'expérimentation repose sur des hypothèses supposant une certaine homogénéité à l'intérieur du montage. Ainsi, il est supposé que le transfert de chaleur est unidimensionnel (la distribution de température à l'intérieur des blocs est linéaire) ce qui signifie que : il n'y a pas de pertes de chaleur latérales et que la puissance est dissipée uniformément dans le lit de coke. Cela sous-entend également que les résistances de contacts entre le lit et les blocs sont uniformes sur toute la surface.

L'hypothèse d'homogénéité ne représente cependant qu'une approximation, puisque dans les faits, il est pratiquement impossible d'empêcher toute perte de chaleur en direction radiale, tout comme il est difficile d'obtenir une génération de chaleur uniforme partout dans le lit de coke et aux interfaces de contact. Ainsi, des différences de température sont observées au niveau radial et encore plus au niveau des surfaces de contact. À titre d'exemple, des différences de température de l'ordre de 100°C ont été observées à l'interface du lit et de l'anode pour l'essai # 17. La Figure 9.25 montre la distribution de température aux deux interfaces pour cet essai.

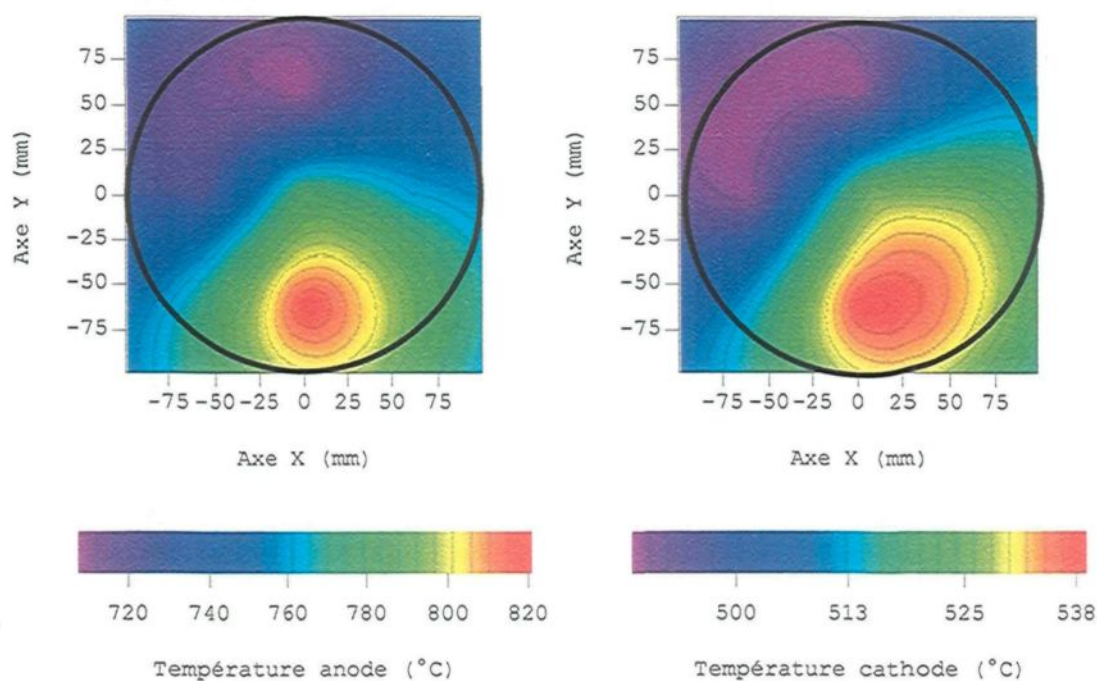


Figure 10.2 : Distribution de température aux interfaces du lit de coke (essai #17)

### 10.1.8 Homogénéité du lit de coke

Lorsque qu'il est question de l'homogénéité du lit de coke, plusieurs paramètres et propriétés interdépendants doivent être considérés. Il s'agit principalement de la température, de la pression, de la densité de courant et des propriétés physiques du lit de coke qui varient en fonction de ces paramètres.

La granulométrie du lit de coke et la forme des grains sont également des paramètres importants à considérer dans ce type d'expérimentation. Cependant, dans le cas présent, ces derniers ne devraient pas varier et ne seront donc pas appelés à jouer un rôle important, étant donné que toutes les expérimentations sont réalisées sur le coke utilisé pour le préchauffage des cuves de UGB.

### 10.1.8.1 *Homogénéité intrinsèque du lit*

Considérons le lit de coke sans ses interfaces de contact avec les blocs. Ainsi, les propriétés du lit devraient varier principalement avec la pression et la température. Considérons de plus que la température à l'intérieur du lit est dépendante de la pression (parce qu'elle influence la conductivité thermique et électrique) et que la distribution de pression à l'intérieur du lit, donc l'homogénéité des paramètres, est contrôlée par les caractéristiques du lit.

En premier lieu, la distribution de pression à l'intérieur du lit est contrôlée par l'homogénéité de l'épaisseur du lit de coke. En effet, une petite différence dans l'épaisseur du lit de coke à un seul endroit peu entraîner une concentration locale de pression dont l'importance sera fonction de la qualité des contacts entre les grains. Si la force de friction entre les grains est très forte, on devrait observer une concentration de pression plus forte que si la force de friction est faible, par la formation de chemins de contraintes. On peut analyser le phénomène en supposant les deux cas limites suivants : le cas d'un lit se comportant comme un fluide et le cas d'un lit solide. Si on suppose que le lit se comporte comme un fluide (pas de friction entre les grains), on devrait avoir une pression hydrostatique à l'intérieur du lit. D'un autre côté, si on considère un lit solide, on aura une forte concentration de pression à l'endroit où il y a contact avec les blocs. Il est évident que le lit de coke ne représente ni l'un ni l'autre de ces cas. Cependant, il se situe à l'intérieur de ces deux limites en fonction de la forme du lit, de la forme des grains et de leurs propriétés. Il faut aussi considérer le fait que, dans le montage, contrairement à ce qui se passe en usine, le lit de coke est retenu sur toute sa circonférence.

Ainsi, les propriétés du lit vont également être fonction de l'homogénéité de l'épaisseur, parce que cette dernière a une forte influence sur la pression locale et sur la température. Les essais réalisés sur le montage quasi 2D ont d'ailleurs montré que des chemins de contraintes existaient à l'intérieur du lit de coke, ces derniers augmentant la densité de courant et, par conséquent, la température dans ces zones. Un exemple des résultats obtenus apparaît à la Figure 9.32. Sur cette figure, on remarque la présence de points chauds à l'intérieur du lit. Il est également possible d'observer la forme du patron de contraintes internes.

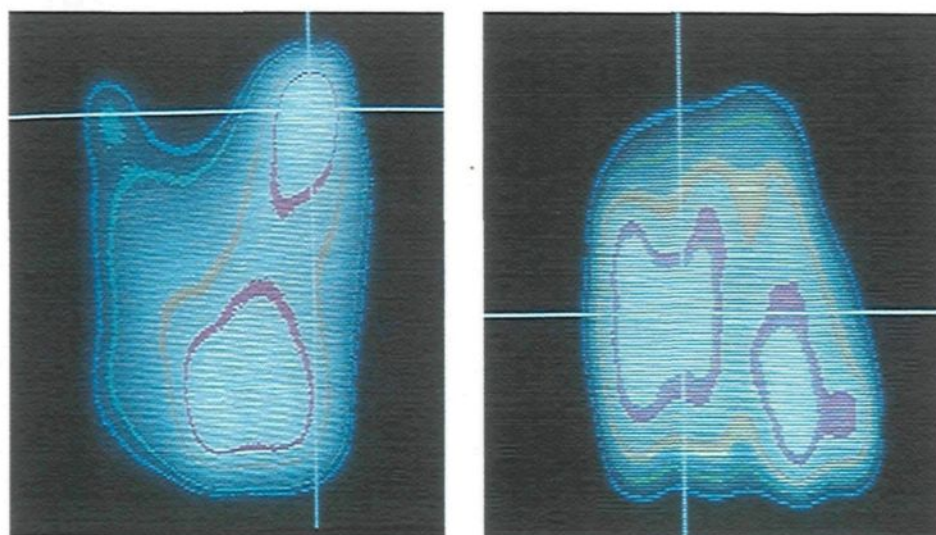


Figure 10.3 : Distributions de température à l'intérieur du montage quasi 2D

#### 10.1.8.2 *Homogénéité des interfaces de contact*

Il est important que la surface de contact du lit avec les blocs soit la plus uniforme possible, dans le but de favoriser une meilleure distribution de température et de courant. Au niveau électrique, la qualité du contact entre les blocs et le lit devient plus importante qu'au niveau thermique, dû au fait que l'électricité ne possède qu'un mode de transport,

soit par conduction alors que la chaleur peut également se propager par convection et par rayonnement. Ainsi, le fait d'avoir une certaine homogénéité au niveau des surfaces de contact assure une résistance électrique et thermique uniforme sur toute la surface du lit de coke et par le fait même, une distribution de courant et de flux thermique plus uniforme.

Un contact homogène entre deux surfaces peut être défini de manière idéale comme lorsque la totalité de chaque surface est en contact avec l'autre surface, avec une pression identique sur toute l'interface et lorsque les caractéristiques des surfaces (rugosité, matériau, etc.) sont identiques. L'application de ce concept théorique apparaissant plutôt utopique ici, l'homogénéité du contact entre le lit et une surface sera qualifié comme homogène par rapport à sa globalité. Ainsi, plus le nombre de points de contact sera élevé et réparti uniformément sur une interface et plus les forces appliquées à ces points seront uniformes, plus le contact global entre les surfaces, et par conséquent la génération de chaleur, tendra également à être homogène pour cet interface.

## 10.2 NOTIONS TRANSFÉRABLES À L'INDUSTRIE

Des lois de comportement pour la résistivité électrique et la conductivité thermique effective du lit ont été déterminées à partir des essais réalisés. Ces lois sont valides pour les conditions de préchauffages actuelles pour le type de cuves à l'étude (P-155) au niveau de la température, de la pression mécanique appliquée par les anodes et des matériaux utilisés.

Il y a cependant un autre point important à retenir de ces essais. Il s'agit du fait qu'il est très difficile d'avoir une distribution de courant et de température homogène dans le lit de coke. En effet, lors des expérimentations réalisées en laboratoire, *i.e.* sous conditions contrôlées, il a été impossible d'obtenir une distribution de température uniforme à la surface du lit lorsque le montage est sous tension. Des différences de température importantes ont été enregistrées aux interfaces des échantillons, ces derniers étant pourtant de faible dimension (environ 200 mm de diamètre). Aussi, à la suite des recherches effectuées, il est difficile de voir comment il pourrait être possible d'obtenir une distribution de courant et de température uniforme à l'intérieur d'un matériau granulaire. En effet, la nature même du matériau fait qu'il y aura forcément toujours un chemin préférentiel pour le courant électrique qui aura pour effet d'augmenter l'effet Joule et la température en un point du lit.

D'un autre côté, il faut noter que ces phénomènes, dans un contexte industriel où les anodes et cathodes sont de bonnes dimensions, sont des phénomènes qui seront probablement considérés comme étant « de surface » parce que les températures et courants se redistribuent de façon plus uniformes après les premiers centimètres, une fois passée les interfaces. Ainsi, si la température de surface des blocs cathodiques revêt une grande



importance, un soin particulier doit être apporté à la mise en place du coke. Aussi, si il est nécessaire d'éviter l'exposition de certaines parties de la cathode à des températures potentiellement très élevées (ex. petits joints), il est préférable de ne pas appliquer de coke sur ces parties, comme cela se fait actuellement.

Dans l'éventualité où il n'est pas prévu de remplacer le préchauffage au coke par une autre technologie à moyen terme, une étude portant sur les méthodes de mise en place, sur l'importance de l'*effet d'échelle* et de l'*effet d'arche* devrait être effectuée afin de tenter d'homogénéiser le processus de préchauffage.

### 10.3 CONCLUSIONS

- a) Un montage expérimental (*CARLA*) a été conçu et fabriqué à l'UQAC dans le but de caractériser le coke utilisé lors du préchauffage des cuves d'électrolyse au niveau thermoélectrique. Le montage utilise une méthode de mesure en régime établi.
- b) Le montage reproduit les conditions réelles présentes lors du préchauffage d'une cuve d'électrolyse au niveau des matériaux et des interfaces utilisées, de la gamme de température étudiée et de la pression mécanique appliquée sur le lit.
- c) Les propriétés recherchées sont la conductivité thermique effective, la résistivité électrique effective ainsi que les résistances de contact thermique et électrique aux interfaces avec l'anode et la cathode.
- d) Les différents essais réalisés ont permis de constater le caractère non homogène du préchauffage au coke. En effet, la distribution de pression non homogène à l'intérieur du lit de coke et aux interfaces entraîne une non homogénéité au niveau de la densité de courant et de la distribution de température à l'intérieur du lit et aux interfaces.
- e) La conductivité thermique effective du lit de coke en fonction de la température et de l'épaisseur a été déterminée. Les résultats des essais montrent que la conductivité thermique effective augmente avec l'augmentation de la température et que le rayonnement domine à haute température.
- f) La résistance de contact thermique pour une interface a été calculée à partir des hypothèses de départ. Elle apparaît ne pas varier en fonction de la température et a une valeur moyenne de  $0,0037 \text{ K}\cdot\text{m}^2/\text{W}$ . À titre d'exemple, cette valeur représente

environ 12 % de la résistance totale à 1000°C pour un lit d'une épaisseur de 1 pouce. Il faut cependant faire attention lors de l'interprétation de ces résultats : il est supposé que la conductivité thermique est constante sur toute l'épaisseur du lit et que les deux résistances de contact sont égales, ce qui reste à valider. N'en demeure pas moins que les résultats du modèle pour la conductivité thermique effective totale sont fidèles aux résultats expérimentaux.

- g) La résistivité électrique effective du lit de coke en fonction de la température et de l'épaisseur a été déterminée. Les résultats obtenus montrent que la résistivité électrique effective du coke étudié tend à diminuer avec l'augmentation de la température. La dépendance de la résistivité en fonction de la température apparaît beaucoup moins importante que ce qui est observé au niveau de la conductivité thermique.
- h) La résistance de contact électrique pour les deux interfaces a été déterminée. Elle tend à diminuer légèrement en fonction de la température. La valeur moyenne combinée de la résistance électrique pour deux interfaces est de  $9,6 \times 10^{-5} \text{ ohm} \cdot \text{m}^2$ .
- i) Une loi de comportement pour la conductivité thermique effective est proposée. Cette dernière est obtenue à partir du modèle de Krischer combiné à la conductivité thermique de rayonnement proposée par Vortmeyer, en supposant un lit quasi continu à lequel on additionne les résistances de contact thermique des interfaces trouvées. La loi de comportement donne de très bons résultats, pour toutes les épaisseurs testées. Il est possible, à partir du modèle, de faire varier la porosité, la conductivité thermique des grains et la conductivité thermique du gaz. Le diamètre

moyen des grains est également une variable du modèle au niveau de la contribution du rayonnement.

- j) Une loi de comportement pour la résistivité électrique effective a été déterminée à partir des résultats expérimentaux. La résistance électrique des interfaces provient d'une loi de puissance obtenue à l'aide de la méthode des moindres carrés. La résistivité électrique effective du lit (sans les interfaces) est considérée constante, conformément aux résultats obtenus. Les deux résistances (lit et interfaces) sont additionnées en série pour obtenir la loi de comportement. La loi de comportement obtenue n'est valide que pour les conditions d'expérimentation, i.e. pour une même pression mécanique ( $\sim 10$  kPa), pour le même matériau, les mêmes interfaces, les mêmes températures et les mêmes conditions de mise en place.
- k) La résistivité électrique effective du matériau est très sensible à tout ce qui risque d'avoir une influence sur la qualité du contact entre les particules. Parmi les facteurs les plus influents, il est important de noter : la pression mécanique appliquée, la compaction du lit (vibration ou dynamique) et la dilatation thermique, combustion ou modification de la structure cristalline des grains. Des essais effectués à température constante afin de vérifier l'effet de la pression sur la résistivité électrique effective montrent d'ailleurs clairement la corrélation entre les deux paramètres.
- l) La distribution de température observée aux interfaces n'est pas uniforme. Il en est déduit que la densité de courant n'est pas uniforme, tout comme la distribution de pression à la surface du matériau. À titre d'exemple, des différences de

températures de l'ordre de 100°C ont été observées à l'interface anode lit de coke sur l'échantillon de 195 mm de diamètre. Les points chauds ont été visualisés et leur localisation varie avec chaque nouvelle mise en place de l'échantillon.

- m) La distribution de température à l'intérieur du lit n'est également pas homogène. En effet, les essais réalisés sur le lit quasi-2D à l'aide d'une caméra infrarouge montrent d'importantes inhomogénéités au niveau de la distribution de température. Il en est par conséquent de même pour la densité de courant et pour la distribution de pression mécanique à l'intérieur de la matrice. La distribution de température observée varie en fonction de la mise en place des grains ainsi que de l'intensité et de la direction de la force appliquée sur le lit.
- n) Il a été observé que la résistivité électrique effective varie en fonction du temps et de l'intensité du courant. Ainsi, lors de la mise sous tension du lit, une diminution prononcée de la résistivité en fonction du temps a été observée, sur une courte période. Par la suite, une diminution plus régulière est observée, avec l'augmentation de température. Il est cependant à noter que la mise sous tension correspond également à une hausse brusque et importante de la température à l'intérieur du lit. Ce phénomène contribue certainement à la diminution de la résistivité. Il se crée donc un nouvel équilibre lors de la mise sous tension du lit, ce qui laisse supposer que cette action modifie les contacts entre les particules à l'intérieur du matériau.

## BIBLIOGRAPHIE

### RÉFÉRENCES GÉNÉRALES

1. CLAUDIN, P., *La physique des tas de sable*, Annales de physique, EDP Sciences, Vol. 24, No. 2 (1999).
2. DURAN, J., *Sables, poudres et grains – Introduction à la physique des milieux granulaires*, Eyrolles Sciences, Éditions Eyrolles (1997).
3. HOLMAN, J.P., *Experimental methods for engineers*, 6<sup>th</sup> edition, McGraw-Hill (1994).
4. INCROPERA, F.P., DEWITT, D.P., *Introduction to heat transfer*, 3<sup>rd</sup> Edition, John Wiley & Sons (1996).
5. JUMIKIS, A.R., *Introduction to soil mechanics*, D. Van Nostrand Company, Princeton, NJ (1967).
6. KASAP, S.O., *Principles of electrical engineering materials and devices*, McGraw-Hill (1997).
7. KAVIANY, M., *Principles of heat transfer in porous media*, Springer-Verlag (1991).
8. KISS, L.I., *Thermophysical properties in heat conduction*, short course LTAS, Université de Liège, Université du Québec à Chicoutimi (1996).
9. KITTEL, C., *Physique de l'état solide*, 7<sup>ième</sup> édition, Dunod, Paris (1998).
10. MANTELL, C.L., *Carbon and graphite handbook*, Interscience publishers, John Wiley & Sons (1968).
11. PACAULT, A., Le Groupe Français d'Étude des Carbones, *Les carbones, tomes 1&2*, Masson et Cie, Paris (1965).
12. TAYLOR, J., *Incertitudes et analyse des erreurs dans les mesures physiques*, Dunod, Paris (2000) (traduit par Lionel et Patrick Reynaud).
13. TOULOUKIAN, Y.S., POWELL, R.W., HO, C.Y., KLEMENS, P.G., *Thermophysical properties of matter, The TPRC Data Series Volume 2, Thermal Conductivity of Nonmetallic Solids*, Purdue Research Foundation (1970).

14. VAFAI, K., *Handbook of porous media*, Marcel Dekker, New York (2000).

### ARTICLES

15. AMMI, M., TRAVERS, T., BIDEAU, D., GERVOIS, A., MESSENGER, J.C., TROADEC, J.P., *Uniaxial compression of 2D and 3D packings : electrical conductivity measurements*, J. Phys. France, Vol. 49, p. 221-226 (1988).
16. *ASTM D5709 – 95 Standard Test Method for Sieve Analysis of Petroleum Coke*.
17. BAUER, R., SCHLÜNDER, E.U., *Effective radial thermal conductivity of packings in gas flow. Part II. Thermal conductivity of the packing fraction without gas flow*, Int. Chemical Engineering, Vol. 18, No. 2, p. 189-204 (1978).
18. BERRY, A. G. V., EDGEWORTH-JOHNSTONE, R., *Petroleum coke formation and properties*, Industrial and Engineering Chemistry, Vol. 36, No.12, p. 1140-1144 (1944).
19. BLAIR, D.L., MUEGGENBURG, N.W., MARSHALL, A.H., JAEGER, H.M., NAGEL, S.R., *Force distribution in 3D granular assemblies : Effects of packing order and inter-particle friction*, Physical Review E, Vol. 63, 041304 (2001).
20. BONAMY, D., LAURENT, L., CLAUDIN, P., J.P., BOUCHAUD, DAVIAUD, F., *Electrical conductance of a 2D packing of metallic beads under thermal perturbation*, Europhysics letters, Vol. 51, No. 6, p. 614-618 (2000).
21. BOUSSINESQ, J., *Annales des Ponts et Chaussées : Mémoires et Documents 5 Série*, Vol. VII, 2ième Semestre, p. 169-187 (1874).
22. BRANDTZAEG, S.R., ØYE, H.A., *High temperature calcination of anthracite, petrol coke and pitch coke*, Light Metals 1985, p. 839-852 (1985).
23. BUONANNO, G., CAROTENUTO, A., *The effective thermal conductivity of a porous medium with interconnected particles*, International Journal of Heat and Mass Transfer, Vol. 40, No. 2, p. 393-405 (1997).
24. CHEN, W., *Détermination des propriétés thermophysiques de matériaux granulaires*, Mémoire de maîtrise présenté à l'Université du Québec à Chicoutimi (1999).
25. CHENG, G.J., YU, A.B., ZULLI, P., *Evaluation of effective thermal conductivity from the structure of a packed bed*, Chemical Engineering Science, Vol. 54, p. 4199-4209 (1999).

26. COOPER, M.G., MIKIC, B.B., YOVANOVICH, M.M., *Thermal Contact Conductance*, International Journal of Heat and Mass Transfer, Vol.12, p. 279 (1969).
27. CRITOPH, R.E., TURNER, L., *Heat transfer in granular activated carbon beds in the presence of adsorbable gases*, Int. Journal of Heat and Mass Transfer, Vol. 38, No. 9, p. 1577-1585 (1995).
28. DAVIS, J.D., AUVIL, H.S., *Electrical conductivity of coke*, Industrial and engineering chemistry, Vol. 27, No. 10, p. 1196-1200 (1935).
29. DÉSILETS, M., MARCEAU, D., FAFARD, M., *START-Cuve : Thermo-electro-mechanical transient simulation applied to electrical preheating of a Hall-Héroult cell*, Light Metals 2003, p. 247-254 (2003).
30. DOYLE, W.T., *The Clausius-Mossotti problem for cubic arrays of spheres*, Journal of Applied Physics, Vol. 42, No. 2, p. 795-797 (1978).
31. DUBOIS, S., BÉRÉ, E., GROSBAS, P., STRABONI, A., *Correlation between compacity distribution in compressed Si powders and in Si sintered pellets*, The European Physical Journal B, Vol. 26, p. 35-39 (2002).
32. ELLIS, P.J., PAUL, C.A., *Tutorial : Petroleum Coke Calcining and Uses of Calcined Petroleum Coke*, Great Lakes Carbon Corporation, presented at the AIChE 2000 Spring National Meeting, Atlanta, GA, March 5-9 (2000) (*Unpublished*).
33. FEDINA, I., LITOVSKY, E., SHAPIRO, M., SHAVIT, A., *Thermal conductivity of packed beds of refractory particles : experimental results*, Journal of the American Ceramic Society, Vol. 80, No. 8, p. 2100-2108 (1997).
34. FISHER, W.K., PERRUCHOUD, R., *Influence of coke calcining parameters on petroleum coke quality*, Light Metals 1985, p. 811-826 (1985).
35. GARWIN, L., STEINKUHLER, B.E., *Coking of heavy residual oils : A laboratory-pilot plant correlative study*, Industrial and engineering chemistry, vol. 43, No. 11, p. 2586-2592 (1951).
36. GIRAUD, G., CLERC, J.P., GUYON, E., *Étude par des mesures de résistance électrique de la répartition des pressions dans un empilement désordonné de sphères*, Powder Technology, Vol. 35, Mai-Juin, p. 107-111 (1983).
37. GOMEZ, L., RAO, M.N., *Determination of length of crystallites in the petroleum coke (parameter Lc) through the technique of X-ray diffraction*, Light Metals 1998, p. 759-762 (1998).



38. GORRING, R.L., CHURCHILL, S.W., Thermal conductivity of heterogenous materials, *Chemical engineering progress*, Vol. 57, No. 7, p. 53-59 (1961).
39. GOULET, P., LABERGE, C., LACROIX, R., KISS, L.I., PERRON, J., Modeling of the coke bed used in the electrical preheat of an aluminum reduction cell, *Light Metals* 2003, p. 263-268 (2003).
40. HAMILTON, R.L., CROSSER, O.K., *Thermal conductivity of heterogeneous two-component systems*, *Ind. & Eng. Chem. Fundamentals*, Vol. 1, No. 3, p. 187-191 (1962).
41. HARDIN, E.E., BEILHARZ, C.L., ELLIS, P.J., McCOY, L., *A comprehensive review of the effects of calcination at various temperatures on coke structure and properties – Part II*, *Light Metals* 1994, p. 571-581 (1994).
42. HARDIN, E.E., BEILHARZ, C.L., MELVIN, L.L., *A comprehensive review of the effects of coke structure and properties when calcined at various temperatures*, *Light Metals* 1993, p. 501-508 (1993).
43. HSU, C.T., CHENG, P., WONG, K.W., *A lumped-parameter model for stagnant thermal conductivity of spatially periodic porous media*, *Journal of Heat Transfer*, Vol. 117, May, p. 264-269 (1995).
44. HSU, C.T., CHENG, P., WONG, K.W., *Modified Zehner-Schlunder models for stagnant thermal conductivity of porous media*, *Int. Journal of Heat and Mass Transfer*, Vol. 37, No. 17, p. 2751-2759 (1994).
45. KAGANER, M.G., *Contact Heat Transfer in Granular Material Under Vacuum*, *Inzhenerno – Fizicheskii Zhurnal*, Vol. 11, No. 1, p. 30-36 (1966).
46. KASAI, A., MURAYAMA, T., ONO, Y., *Measurement of effective thermal conductivity of coke*, *ISIJ International*, Vol. 33, No. 6, p. 697-702 (1993).
47. KRIGE, D.G. *A statistical approach to some basic mine valuation problems on the Witwatersrand*, *J. of Chem., Metal. and Mining Soc. of South Africa*, Vol. 52, p. 119-139 (1951).
48. KUNII, D., SMITH, J.M., *Heat transfer characteristics of porous rocks*, *A.I.Ch.E. Journal*, Vol. 6, No. 1, p. 71-78 (1960).
49. LESSARD, S., MONGA, *Statistiques : Concepts et méthodes*, Masson (1993).
50. LIU, C.H., NAGEL, S.R., SCHECTER, COPPERSMITH, S.N., MAJUMDAR, S., NARAYAN, O., WITTEN, T.A., *Force fluctuations in bead packs*, *Science*, Vol. 269, 28 July, p. 513-515 (1995).

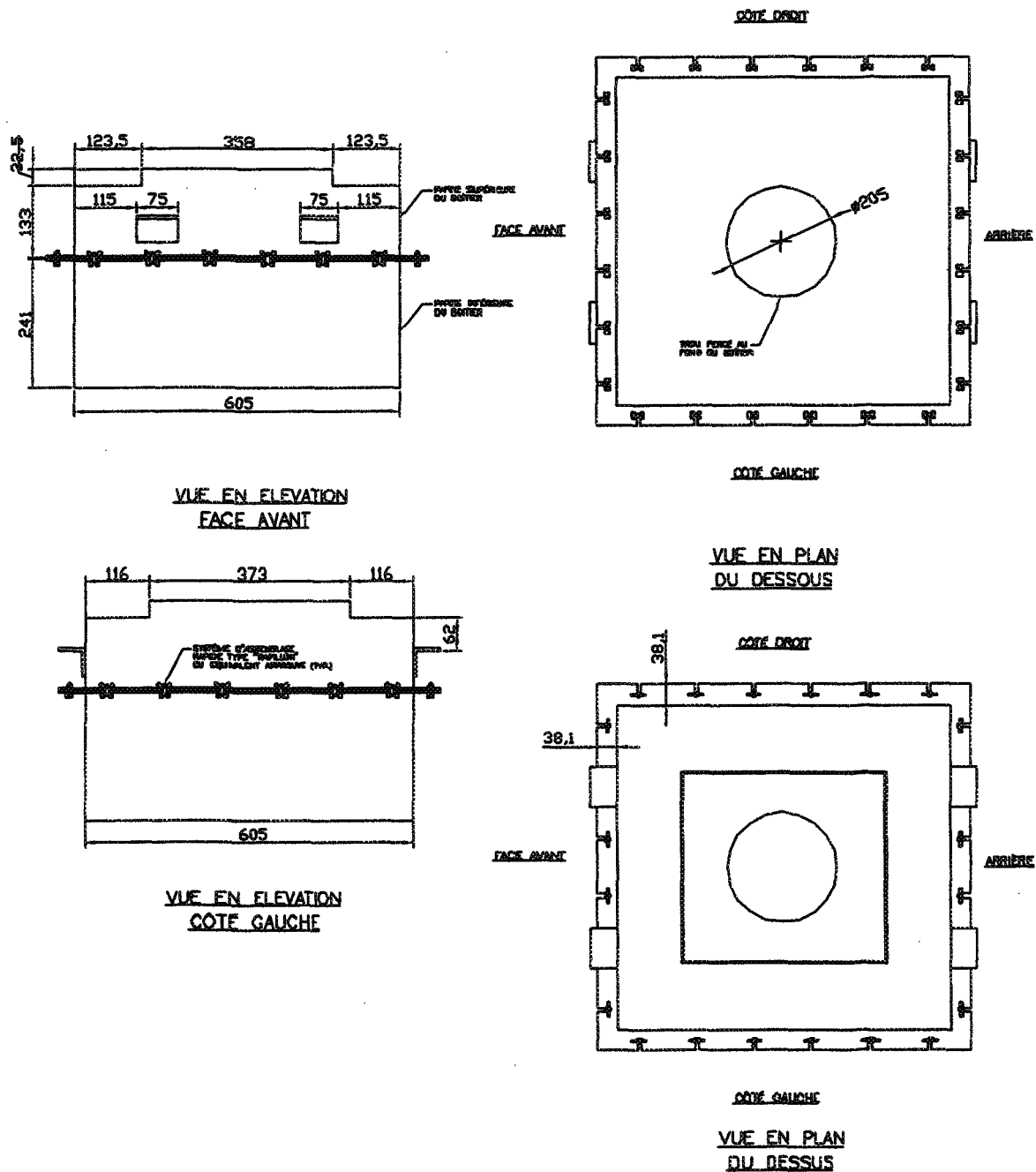
51. LUTKOV, A.I., MIKHAILOV, V.N., DYMOV, B.K., *Thermal and electrical conductivity of filler material in graphitizing*, Tsvetnye metally/Non-Ferrous Metals, p. 44-45 (1973).
52. MARZEC, A., CZAJKOWSKA, S., MOSZYNSKI, J., *Electrical resistivity of carbonised coals*, Energy & Fuels, Vol. 8, No. 6, p. 1296-1303 (1994).
53. MAXWELL, J.C., *A treatise on electricity and magnetism, Third edition, Volume I & II*, Dover publications (1954).
54. MUETH, D.M., JAEGER, H.M., NAGEL, S.R., *Force distribution in a granular medium*, Physical Review E, Vol. 57, p. 3164-3169 (1998).
55. NASR, K., VISKANTA, R., RAMADHYANI, S., *An experimental evaluation of the effective thermal conductivities of packed beds at high temperatures*, Journal of Heat Transfer, Vol. 116, Nov. (1994).
56. NIELSEN, L.E., *The thermal and electrical conductivity of two-phase systems*, Vol. 13, No. 1, p. 17-20 (1974).
57. OGNIWICZ, Y., YOVANOVICH, M.M., *Effective Conductivity of Regularly Packed Spheres: Basic Cell Model with Constriction*, Progress in Astronautics and Aeronautics: Heat Transfer with Thermal Control Systems, Vol.60, p 209 (1978).
58. PETERSON, G.P., FLETCHER, L.S., *Thermal Contact Conductance of Packed Beds in Contact With a Flat Surface*, Journal of Heat Transfer, Vol. 110, p. 38-41 (1988).
59. RAYLEIGH, L., *On the influence of obstacles arranged in rectangular order upon the properties of a medium*, The Philosophical Magazine, London, Taylor & Francis, Vol. 34, p. 481-502 (1892).
60. RAZNJEVIC, K., *Handbook of thermodynamic tables and charts*, Hemisphere publishing corporation, McGraw-Hill Book Company (1976).
61. ROHLF, J.W., *Modern physics from  $\alpha$  to  $Z^0$* , John Wiley & Sons (1994).
62. ROHSENOW, Warren M., CHO, Young I., HARTNETT, James P., *Handbook of Heat Transfer 3rd Edition*, McGraw Hill Professional (1998).
63. ROSSITER, P.L., *The electrical resistivity of metals and alloys*, Cambridge University Press (1987).
64. SINGH, B.P., KAVIANY, M., *Effect of solid conductivity on radiative heat transfer in packed beds*, Vol. 37, No. 16, p. 2579-2583 (1994).

65. SIU, W.W.M., LEE, S.H.-K., *Effective Conductivity computation of a packed bed using constriction resistance and contact angle effects*, International Journal of Heat and Mass Transfer, Vol. 43, p. 3917-3924 (2000).
66. SLAVIN, A.J., ARCAS, V., GREENHALGH, C.A., IRVINE, E.R., MARSH, D.B., *Theoretical model for the thermal conductivity of a packed bed of solid spheroids in the presence of a static gas, with no adjustable parameters except at low pressure and temperature*, Int. Journal of Heat and Mass Transfer, Vol. 45, p. 4151-4161 (2002).
67. SONG, S., YOVANOVICH, M.M., NHO, K., *Thermal Gap Conductance: Effects of Gas Pressure and Mechanical Load*, Journal of Thermophysics and Heat Transfer, January, Vol.6, No.1, p. 62 (1992).
68. SRIDHAR, M.R., YOVANOVICH, M.M., *Elastoplastic Constriction Resistance of Sphere-Flat Contacts: Theory and Experiment*, Journal of Heat Transfer, Vol. 118, No. 1, p. 202 (1996).
69. SRIDHAR, M.R., YOVANOVICH, M.M., *Elastoplastic Contact Conductance Model for Isotropic, Conforming rough Surfaces and Comparison with Experiments*, Journal of Heat Transfer, Vol. 118, No. 1, p. 3 (1996).
70. TAYLOR, B.N., KUYATT, C.E., *Guidelines for evaluating and expressing the uncertainty of NIST measurement results*, NIST technical note 1297, National Institute of Standards and Technology (1994).
71. THOMAS, T.R., *Extrapolation errors in thermal contact resistance measurements*, Journal of heat transfer, Vol. 97, No. 2, p. 305-307 (1975).
72. TRAVERS, T., AMMI, M., BIDEAU, D., GERVOIS, A., MESSENGER, J.C., TROADEC, J.P., *Uniaxial compression of 2D packing of Cylinders. Effects of weak disorder*, Europhysics Letters, Vol. 4, No. 3, p. 329-332 (1987).
73. TRAVERS, T., BIDEAU, D., GERVOIS, A., TROADEC, J.P., MESSENGER, J.C., *Uniaxial compression effects on 2D mixtures of 'hard' and 'soft' cylinders*, Journal of Physics A, Vol. 19, L1033-L1038 (1986).
74. TSOTSAS, E., MARTIN, H., *Thermal conductivity of packed beds : A review*, Chem. Eng. Process., Vol. 22, p. 19-37 (1987).
75. TSOTSAS, E., SCHLÜNDER, E.U., *Impact of particule size dispersity on thermal conductivity of packed beds : Measurement, Numerical simulation, Prediction*, Chem. Eng. Technol., Vol. 14, p. 421-427 (1991).

76. TURYK, P.J., YOVANOVICH, M.M., *Modeling of Effective Heat Transfer Properties in Basic Cells of Binary-Component Packed Beds*, ASME Winter Annual Meeting, San Francisco, CA, Dec 10-15 (1989).
77. VANDEMBROUCQ, D., BOCCARA, A.C., ROUX, S., *Breakdown patterns in Branly's coheror*, Journal de Physique III, Vol. 7, No. 2, p. 303-310 (1997).
78. VANDEWALLE, N., LENAERTS, C., DORBOLO, S., *Non-Gaussian electrical fluctuations in a quasi-2D packing of metallic beads*, Europhysics Letters, Vol. 53, p. 197-201 (2001)
79. VARGAS, W.L., MCCARTHY, J.J., *Conductivity of granular media with stagnant interstitial fluids via thermal particle dynamics simulation*, International Journal of Heat and Mass Transfer, Vol. 45, p. 4847-4856 (2002).
80. VORTMEYER, D., *Radiation in packed solids*, German Chemical Engineering, Vol.3, p. 124-138 (1980).
81. WAKAO, W., KATO, K., *Effective Thermal conductivity of packed beds*, Journal of chemical engineering of Japan, Vol., 2, No. 1, p. 24-33 (1969).
82. YAGI, S., KUNII, D., *Studies on effective thermal conductivities in packed beds*, A.I.Ch.E. Journal, Vol. 3, No. 3, p. 373-381 (1957).
83. YAGI, S., KUNII, D., WAKAO, N., *Studies on axial effective thermal conductivities in packed beds*, A.I.Ch.E. Journal, Vol. 6, No. 4, p. 543-546 (1960).
84. YOVANOVICH, M.M., *Recent Developments in Thermal Contact, Gap and Joint Conductance Theories and Experiment*, 8<sup>th</sup> International Heat Transfer Conference, San Francisco, CA, Vol.1, p. 35 (1986).
85. YOVANOVICH, M.M., CORDIER, H., COUTENCEAU, J., *Sur la Résistance due à un Contact Unique de Section Circulaire*, Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, Paris, Vol.268, p. 1 (1969).
86. YOVANOVICH, M.M., *Overall Constriction Resistance Between Contacting Rough, Wavy Surfaces*, International Journal of Heat and Mass Transfer, Vol.12, p. 1517 (1969).
87. YOVANOVICH, M.M., *Thermal Contact Correlations*, Progress in Astronautics and Aeronautics: Spacecraft Radiative Transfer and Temperature Control, Vol.83, p. 83 (1982).

88. ZEHNER, P., SCHLÜNDER, E.U., *Einfluss der Wärmestrahlung und des Druckes auf den Wärmetransport in nicht durchstromten Schüttungen*, Chemie Ingenieur Technik, (en Allemand), Vol. 44, no. 23, p. 1303-1308 (1972).
89. ZHANG, H., DE NORA, V., SEKHAR, J.A., *Materials used in the Hall-Heroult cell for aluminum production*, The Minerals, Metals & Materials Society, Warrendale, PA (1994).

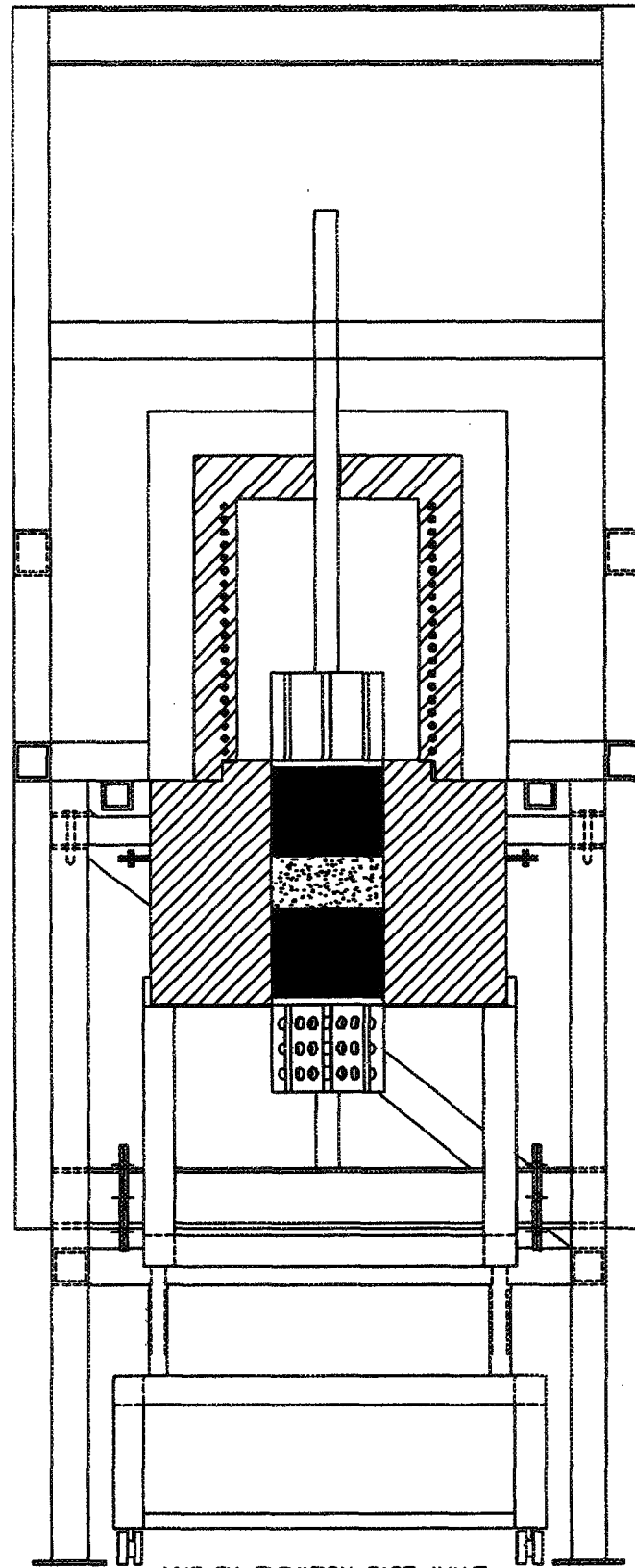
## **ANNEXE 1 : PLANS DU MONTAGE EXPÉRIMENTAL CARLA**



## NOTES

- LES SOUDURES DOIVENT ÊTRE FAITES SUR TOUTE LA LONGUEUR DES PIÈCES À ASSEMBLER
- LES PLAQUES UTILISÉES DANS LA FABRICATION DOIVENT AVOIR UNE ÉPAISSEUR DE 3.175 mm (1/8")
- LA PIÈCE DOIT ÊTRE ENTièrement CONSTRUITE DE STAINLESS STEEL AISI TYPE 304
- UNE VARIATION DE  $\pm 1.0$  mm PAR RAPPORT AUX DIMENSIONS SPÉCIFIÉES SERA TOLÉRÉE
- LE DESSUS DE LA BÔITE EST OUVERT ET LE DESSOUS EST FERMÉ ET DOIT ÊTRE PÉRIMÉ AU CENTRE TEL QU'INDIQUÉ
- LES PARTIES SUPÉRIEURES ET INFÉRIEURES DU BOTTIER DOIVENT ÊTRE INDÉPENDANTES ET S'ASSEMBLER DE FAÇON RAPIDE ET PRÉCISÉMENT
- TOUTES LES DIMENSIONS SONT EN MM

AUCUNE ÉCHELLE



VUE EN ELEVATION FACE AVANT

AUCUNE ÉCHELLE



START-Cuvas

Société de services et de matériel agricole et  
forestier et autres entreprises de l'industrie

UQAC

PROJET: MONTAGE EXPERIMENTAL "CARLA"

PAR: CARL LABERGE ING. STAG.

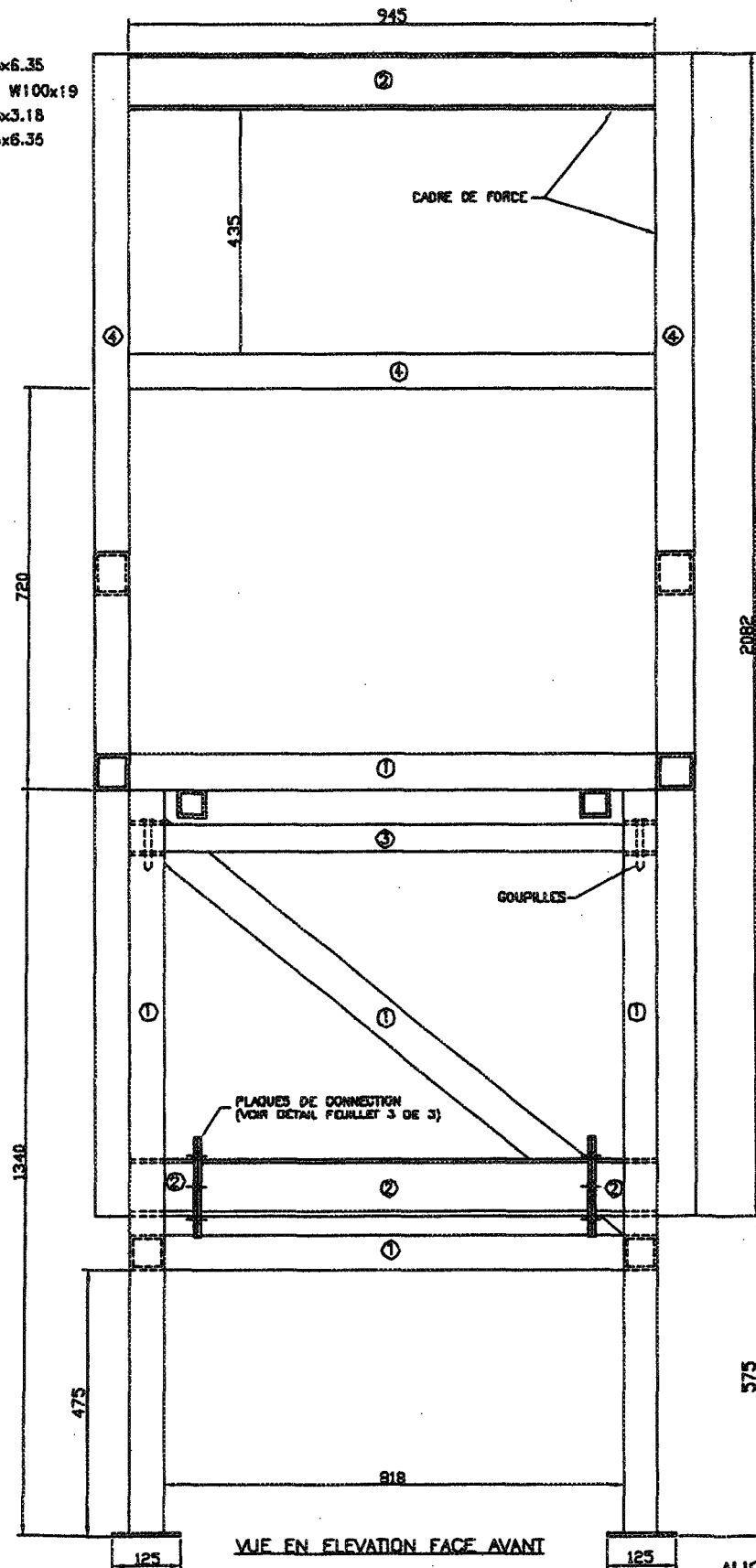
TITRE: ARRANGEMENT PROPOSE  
VUE EN ELEVATION DE LA FACE AVANT

DATE: SEPT 2001

FEUILLE 1 de 1



- ① HSS 63.5x63.5x6.35
- ② S100x14.1 OU W100x19
- ③ HSS 50.8x50.8x3.18
- ④ HRS 88.9x63.5x6.35



START-Crue

Service de consultation et de conseil en ingénierie



UOAC

PROJET: MONTAGE EXPERIMENTAL "CARLA"

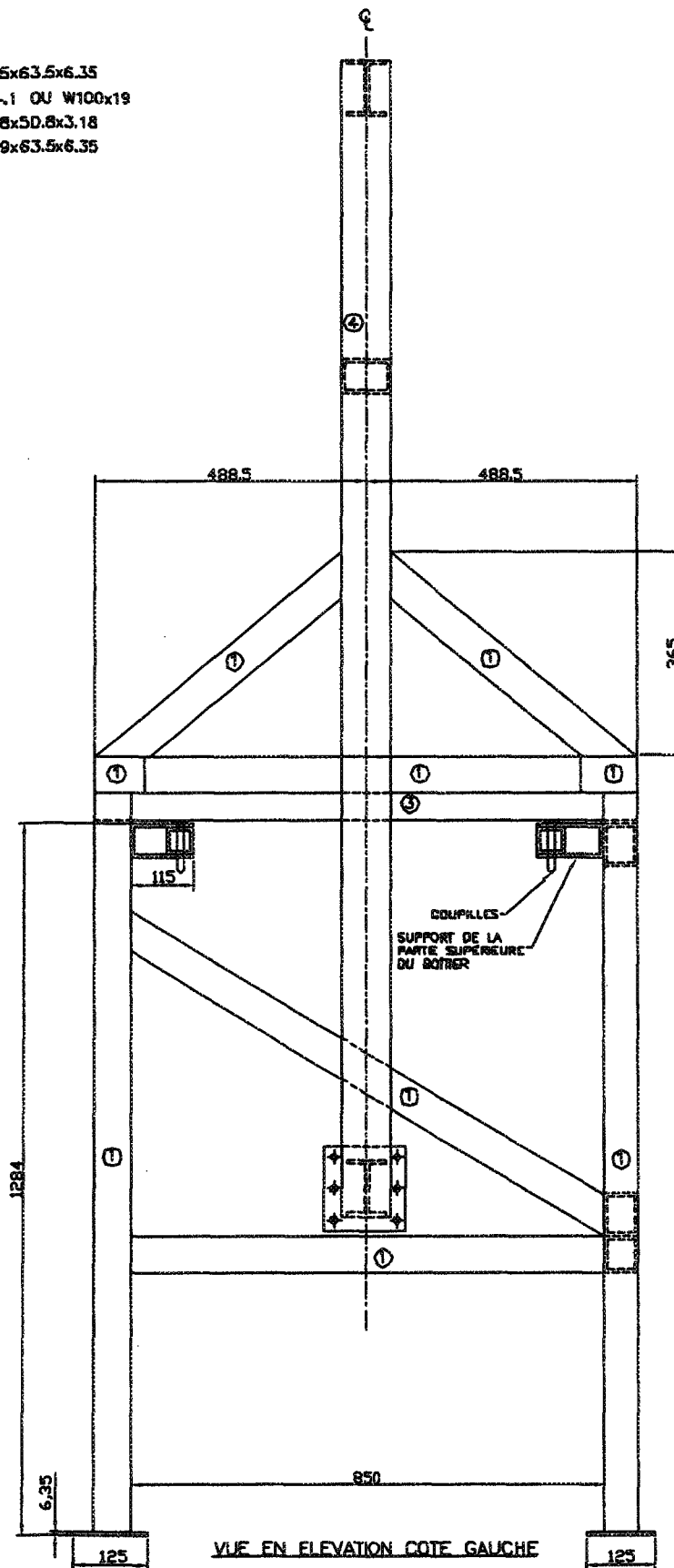
PAR: CARL LABERGE ING. STAG.

TITRE: SUPPORT DU MONTAGE  
VUE EN ELEVATION DE LA FACE AVANT

DATE: JUN 2001

FEUILLE 1 de 3

- ① HSS 63.5x63.5x6.35
- ② S100x14.1 OU W100x19
- ③ HSS 50.8x50.8x3.18
- ④ HRS 88.9x63.5x6.35



**START-CIVIL**

Services d'ingénierie et de construction  
pour les industries et les infrastructures



**UOAC**

PROJET: MONTAGE EXPERIMENTAL "CARLA"

PAR: CARL LABERGE ING.SIAG.

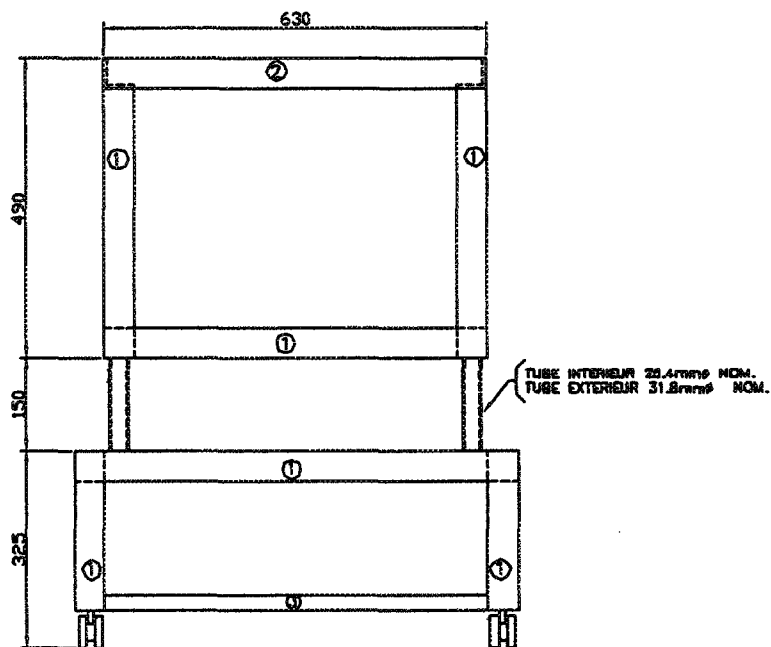
TITRE: SUPPORT DU MONTAGE  
VUE EN ELEVATION COTE GAUCHE

DATE: JUN 2001

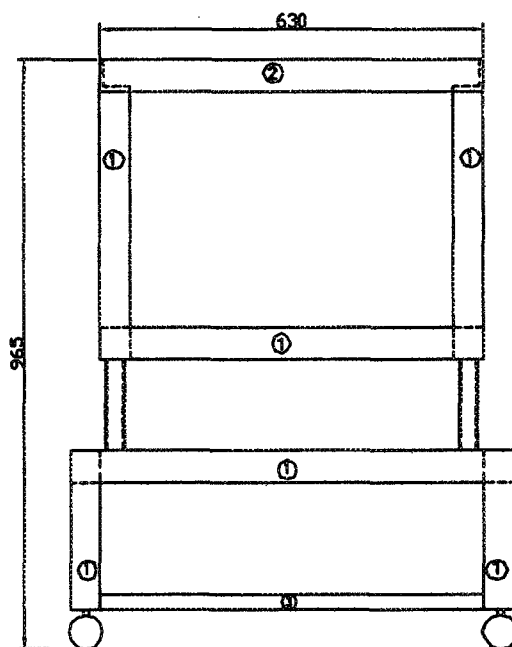
Feuille 2 de 3

AUCUNE ECHELLE





VUE EN ELEVATION  
FACE AVANT (POSITION BASSE)



VUE EN ELEVATION  
COTE GAUCHE (POSITION BASSE)

- ① HSS 50.8x50.8x3.18  
② L38.1x38.1x3.18  
③ L25.4x25.4x3.18

NOTES GENERALES

- 1- TOUT LES ASSEMBLAGES DEVONT ETRE EFFECTUES  
PAR DES SOUDURES SUR TOUTE LA LONGUEUR DES JOINTS  
2- UNE TOLERANCE D'AU PLUS  $\pm 1.8$ mm SERA ACCEPTE PAR  
RAPPORT AUX DIMENSIONS INSCRITES AUX PLANS  
3- TOUTES LES DIMENSIONS SONT EN MM

AUCUNE ECHELLE



START-CUBUS

Service Clientèle et Support Technique  
1-800-363-3636 ou 514-363-3636



UOAC

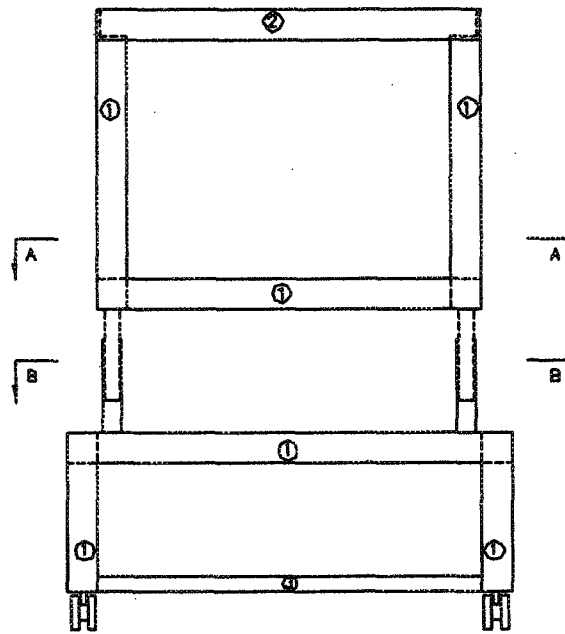
PROJET: MONTAGE EXPERIMENTAL "CARLA"

PAR: CARL LABERGE INO-STAG.

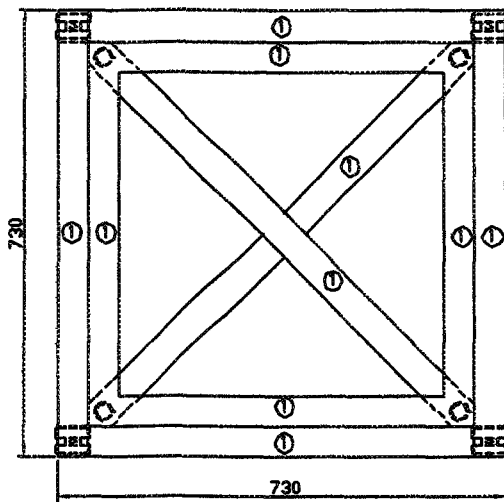
TITRE: CHARGES DU MONTAGE  
VUES EN ELEVATION

DATE: JUIN 2001

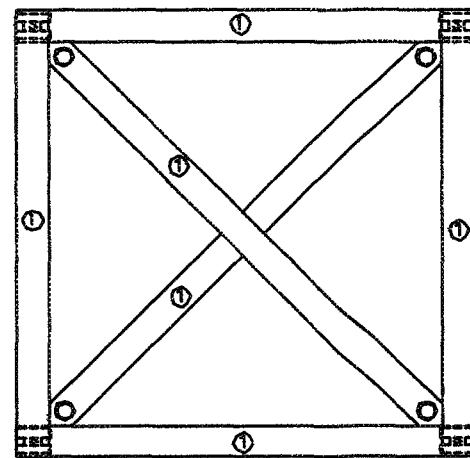
FEUILLE 1 de 2



VUE EN ELEVATION  
FACE AVANT (POSITION HAUTE)



COUPE A-A



COUPE B-B

- ① HSS 50.8x50.8x3.18
- ② L38.1x38.1x3.18
- ③ L25.4x25.4x3.18

NOTES GÉNÉRALES

- 1- TOUT LES ASSEMBLAGES DEVRAIENT ÊTRE EFFECTUÉS PAR DES SOUDURES SUR TOUTE LA LONGUEUR DES JOINTS
- 2- UNE TOLÉRANCE D'AU PLUS  $\pm 1.8\text{mm}$  SERA ACCEPTÉE PAR RAPPORT AUX DIMENSIONS INSCRITES AUX PLANS
- 3- TOUTES LES DIMENSIONS SONT EN MM

AUCUNE ÉCHELLE



START-C2000

Produit, conçu, fabriqué, assemblé et  
installé en usine par START-C2000



PROJET: MONTAGE EXPERIMENTAL "CARLA"

PAR: CARL LABERGE ING. STAG.

DATE: JUIN 2001

TITRE: CHARIOT DU MONTAGE  
VUE EN ELEVATION ET COUPE

FEUILLE 2 de 2

NOTES

LES SOUDURES DOIVENT ÊTRE  
FAITES SUR TOUTE LE POURTOUR  
DE LA PIÈCE EXISTANTE

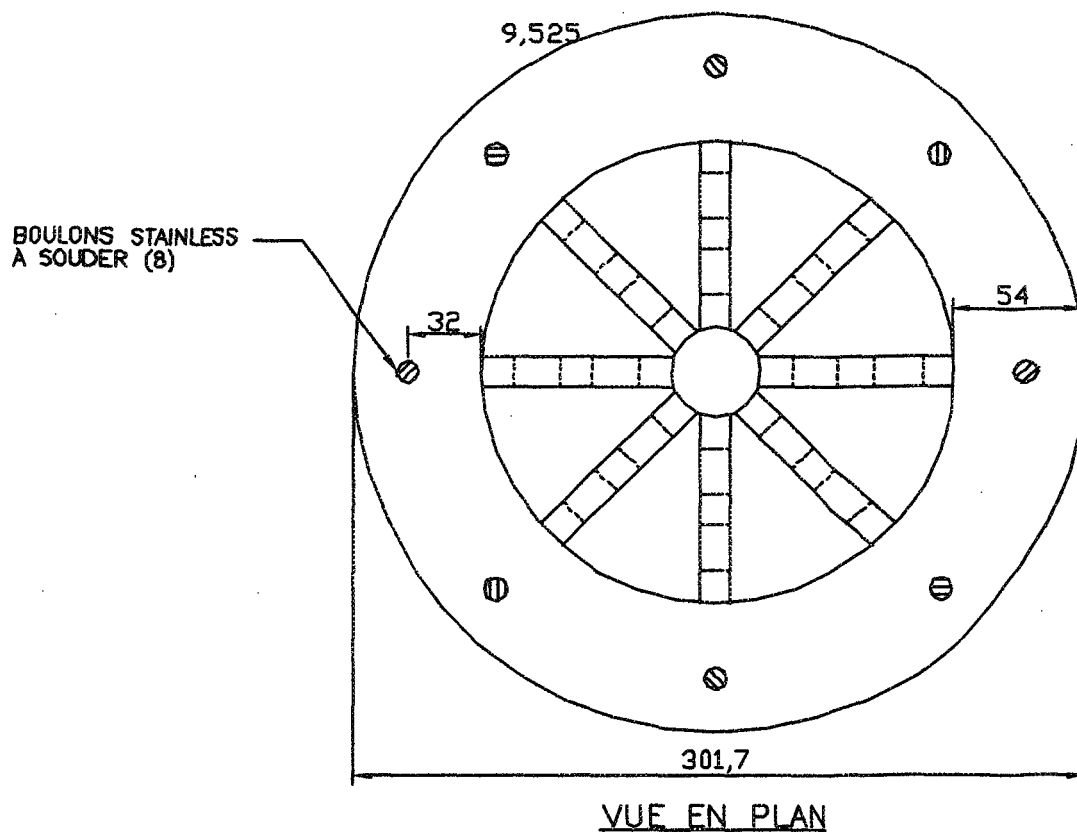
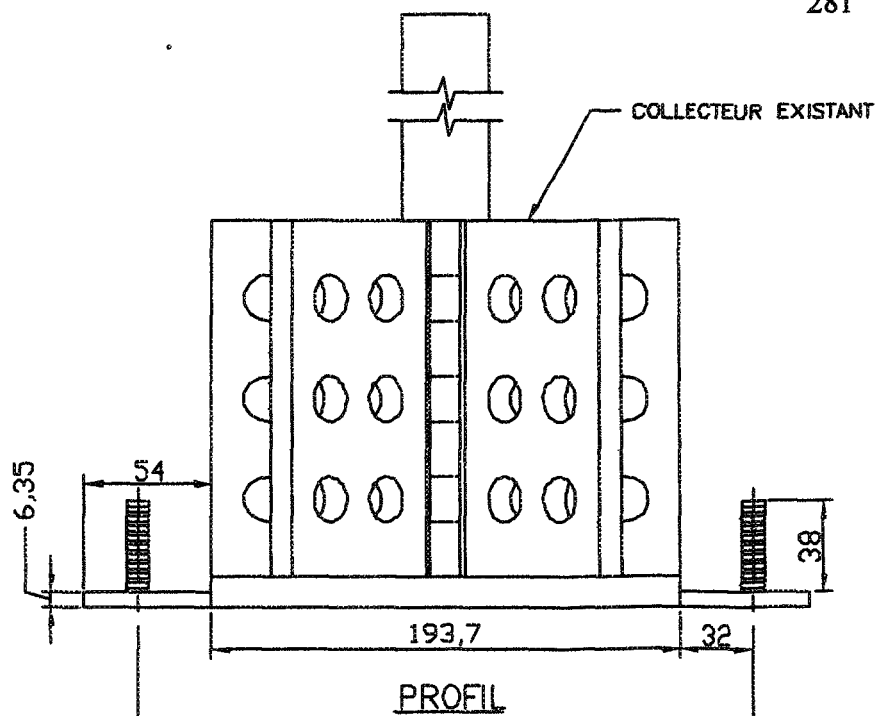
LA PLAQUE UTILISÉE DANS LA  
FABRIQUATION DOIVENT AVOIR UNE  
ÉPAISSEUR DE 6.35 mm (1/4 ")

LA PIÈCE DOIT ÊTRE ENTIÈREMENT  
CONSTITUÉ DE STAINLESS STEEL  
AISI TYPE 316 OU ÉQUIVALENT

LA PARTIE INFÉRIEURE DU COLLECTEUR  
DOIT ÊTRE TOURNÉE SI NÉCESSAIRE  
POUR AVOIR UNE SURFACE PLANE

LES BOULONS À SOUDER SUR LA BRIDE  
DOIVENT ÊTRE FAIT DE STAINLESS 316  
ET ÊTRE PARFAITEMENT PERPENDICULAIRE  
À LA BRIDE

TOUTES LES DIMENSIONS SONT  
EN MM



ECHELLE 1:3



Université  
du Québec  
à Chicoutimi

PROJET: MONTAGE EXPÉRIMENTAL "CARLA" - BRIDE À AJOUTER AU COLLECTEUR INFÉRIEUR

PAR: CARL LABERGE, ING.STAG.

DATE: NOV. 2001

TITRE: VUE EN PLAN, PROFIL ET DÉTAIL

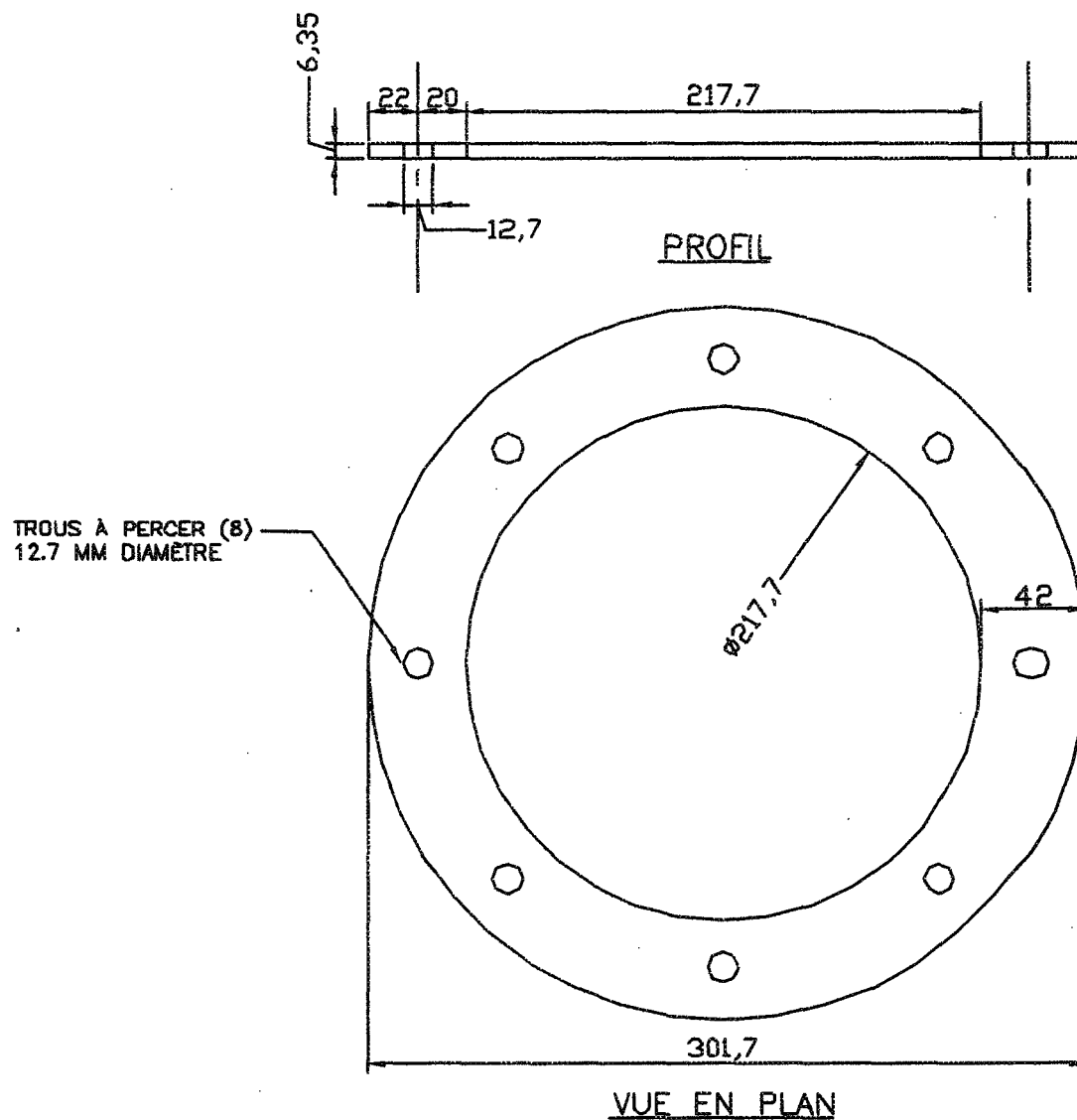
FEUILLET 1 de 1

NOTES

LA PLAQUE UTILISÉE DANS LA  
FABRIQUATION DOIVENT AVOIR UNE  
ÉPAISSEUR DE 6.35 mm (1/4 ")

LA PIÈCE DOIT ÊTRE CONSTITUÉE  
D'ACIER

TOUTES LES DIMENSIONS SONT  
EN MM



ECHELLE 1:3



Université  
du Québec  
à Chicoutimi

PROJET: MONTAGE EXPÉRIMENTAL "CARLA" - BRIDE DE RETENUE

PAR: CARL LABERGE, ING.STAG.

DATE: NOV. 2001

TITRE: VUE EN PLAN, PROFIL ET DÉTAIL

FEUILLET 1 de 1

NOTES

LES SOUDURES DOIVENT ETRE  
FAITES SUR TOUTE LA LONGUEUR  
DES PIÈCES A ASSEMBLER

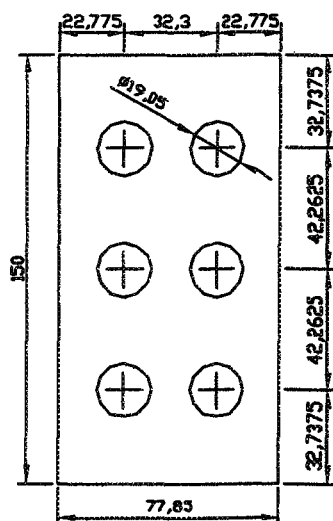
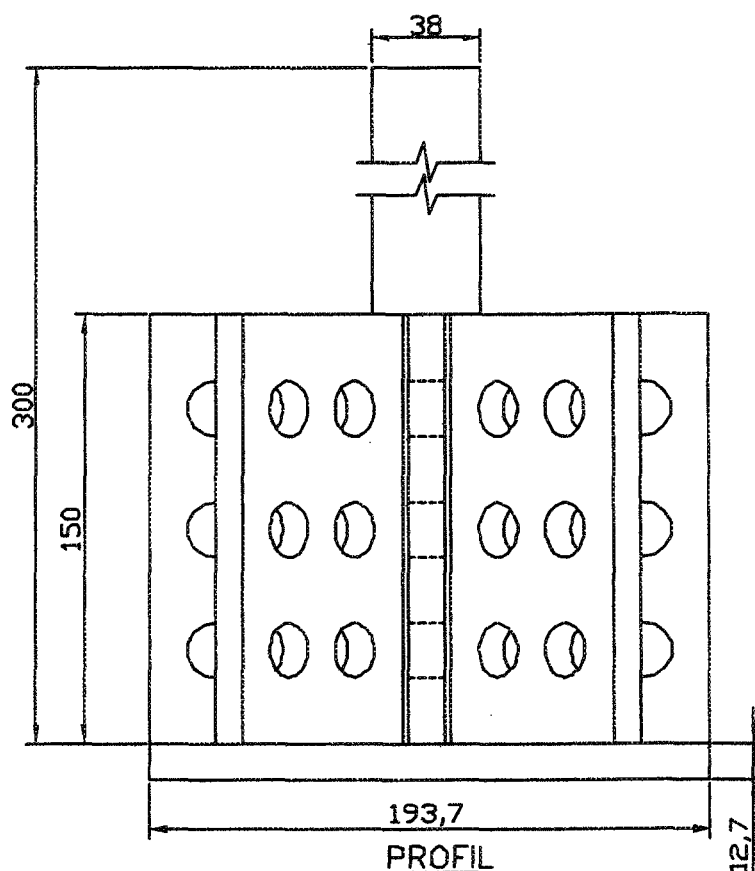
LES PLAQUES UTILISÉES DANS LA  
FABRIQUATION DOIVENT AVOIR UNE  
ÉPAISSEUR DE 12.7 mm

LA PIÈCE DOIT ETRE ENTièrement  
CONSTITUÉ DE STAINLESS STEEL  
AISI TYPE 310

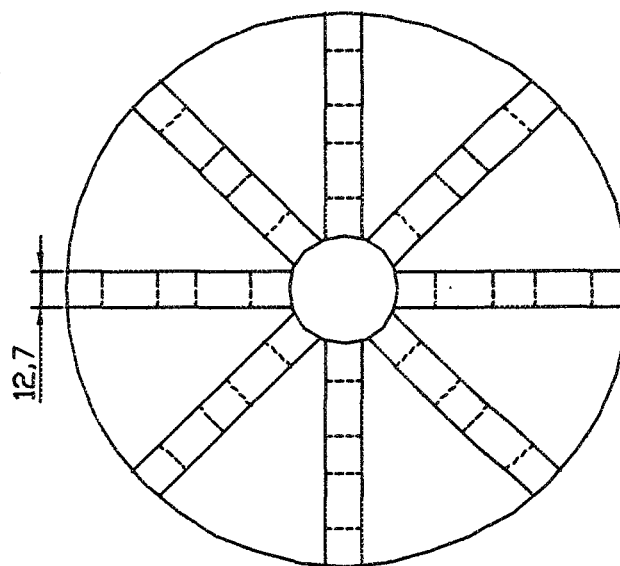
LA PARTIE INFÉRIEURE DU COLLECTEUR  
DOIT ETRE TOURNÉE POUR AVOIR UNE  
SURFACE PLANE

LA TIGE DU COLLECTEUR DOIT ETRE  
PARFAITEMENT PERPENDICULAIRE A LA  
SURFACE INFÉRIEURE DU COLLECTEUR

TOUTES LES DIMENSIONS SONT  
EN MM



DÉTAIL DES  
AILETTES



VUE EN PLAN

ÉCHELLE 1:2.5



Université  
du Québec  
à Chicoutimi

PROJET: MONTAGE EXPÉRIMENTAL "CARLA"—COLLECTEUR INFÉRIEUR

PAR: CARL LABERGE, ING.STAG.

DATE: JUIN 2001

TITRE: VUE EN PLAN, PROFIL ET DÉTAIL

FEUILLET 1 de 2



**NOTES**

LES SOUDURES DOIVENT ETRE  
FAITES SUR TOUTE LA LONGUEUR  
DES PIÈCES À ASSEMBLER

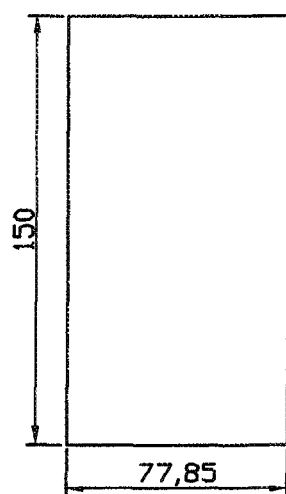
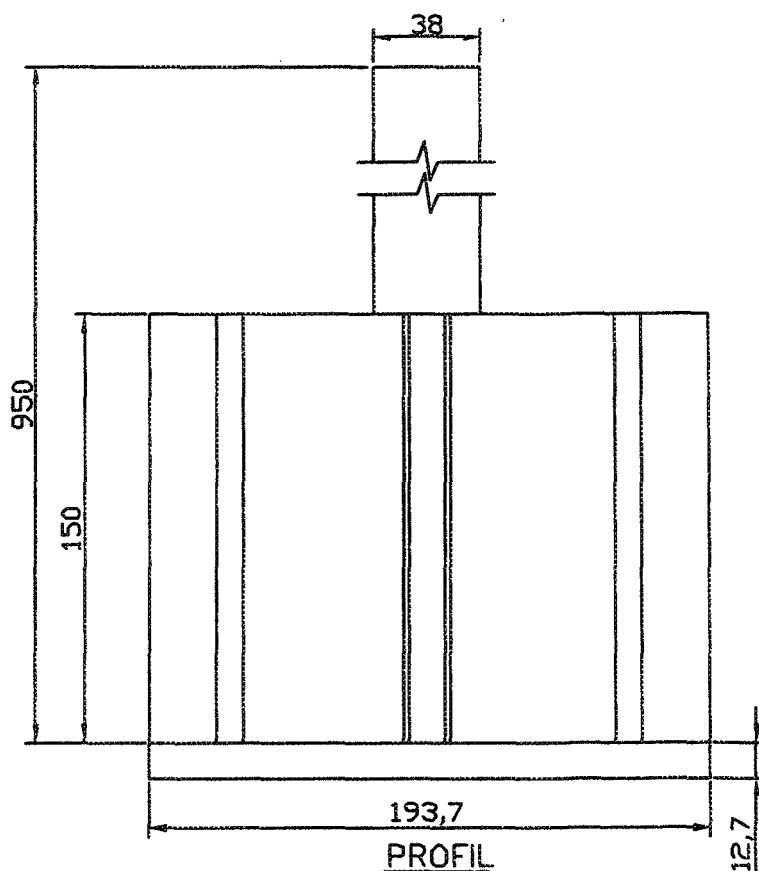
LES PLAQUES UTILISÉES DANS LA  
FABRIQUATION DOIVENT AVOIR UNE  
ÉPAISSEUR DE 12.7 mm

LA PIÈCE DOIT ETRE ENTièrement  
CONSTITUÉ DE STAINLESS STEEL  
AISI TYPE 310

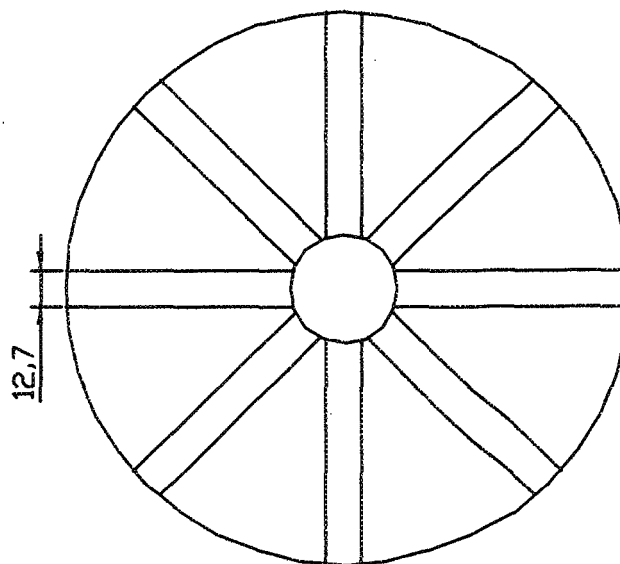
LA PARTIE INFÉRIEURE DU COLLECTEUR  
DOIT ETRE TOURNÉE POUR AVOIR UNE  
SURFACE PLANE

LA TIGE DU COLLECTEUR DOIT ETRE  
PARFAITEMENT PERPENDICULAIRE À LA  
SURFACE INFÉRIEURE DU COLLECTEUR

TOUTES LES DIMENSIONS SONT  
EN MM



DÉTAIL DES  
AILETTES



VUE EN PLAN

ÉCHELLE 1:2.5



Université  
du Québec  
à Chicoutimi

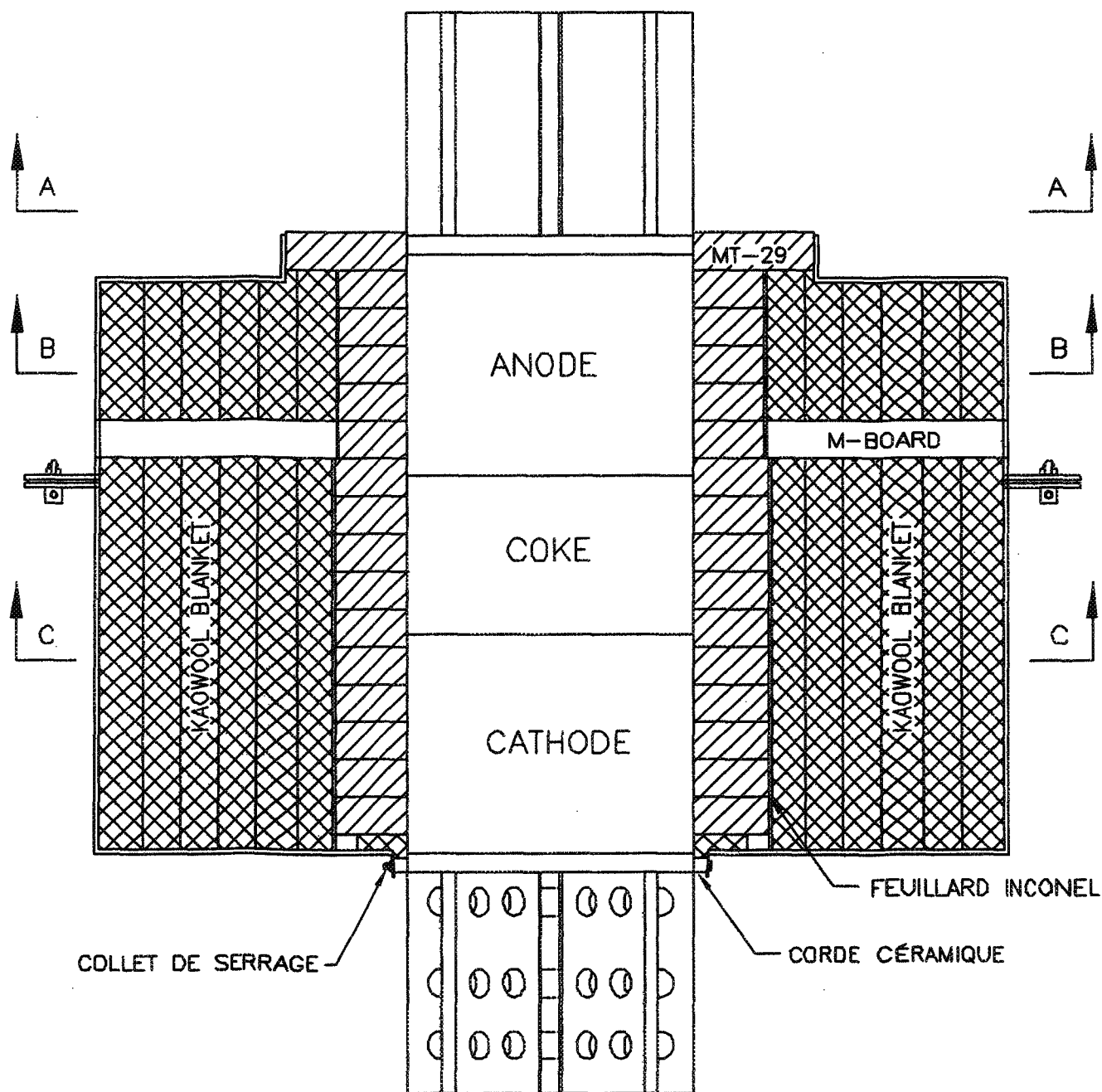
PROJET: MONTAGE EXPÉRIMENTAL "CARLA"—COLLECTEUR SUPÉRIEUR

PAR: CARL LABERGE, ING.STAG.

DATE: JUIN 2001



TITRE: VUE EN PLAN, PROFIL ET DÉTAIL

FEUILLET 2 de 2

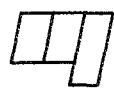


### PROFIL

### LEGENDE

-  MT-29B  
 KAOWOOL BLANKET

ECHELLE 1:4



Université  
du Québec  
à Chicoutimi

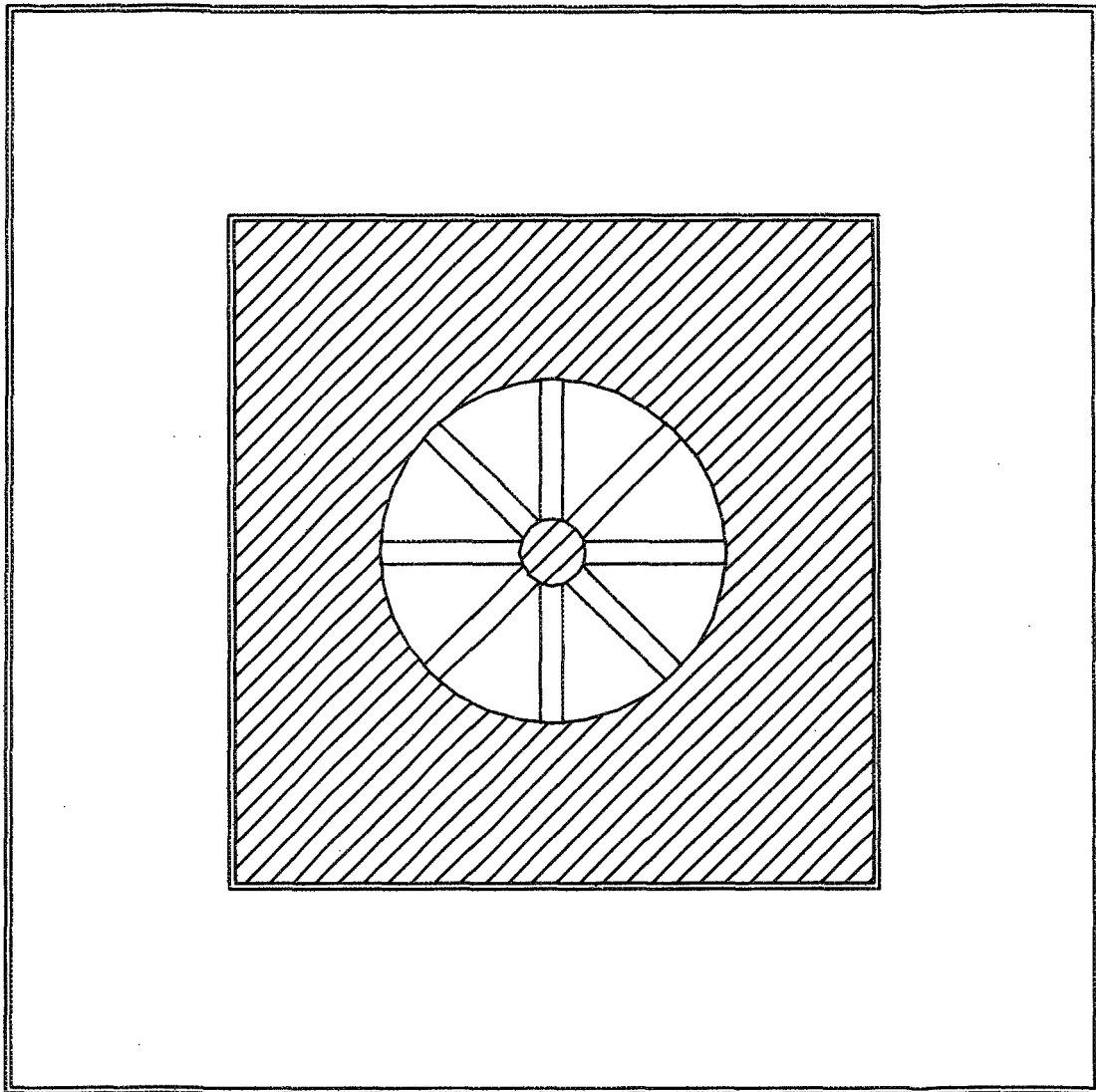
PROJET: MONTAGE EXPÉRIMENTAL "CARLA"

PAR: CARL LABERGE, ING.STAG.

TITRE: DÉTAIL DE L'ISOLATION DU BOÎTIER  
VUE DE PROFIL

DATE: OCT 2001

FEUILLET 1 de 4



COUPE A-A

LEGENDE



MT-29B



KAOWOOL BLANKET

ECHELLE 1:4



Université  
du Québec  
à Chicoutimi

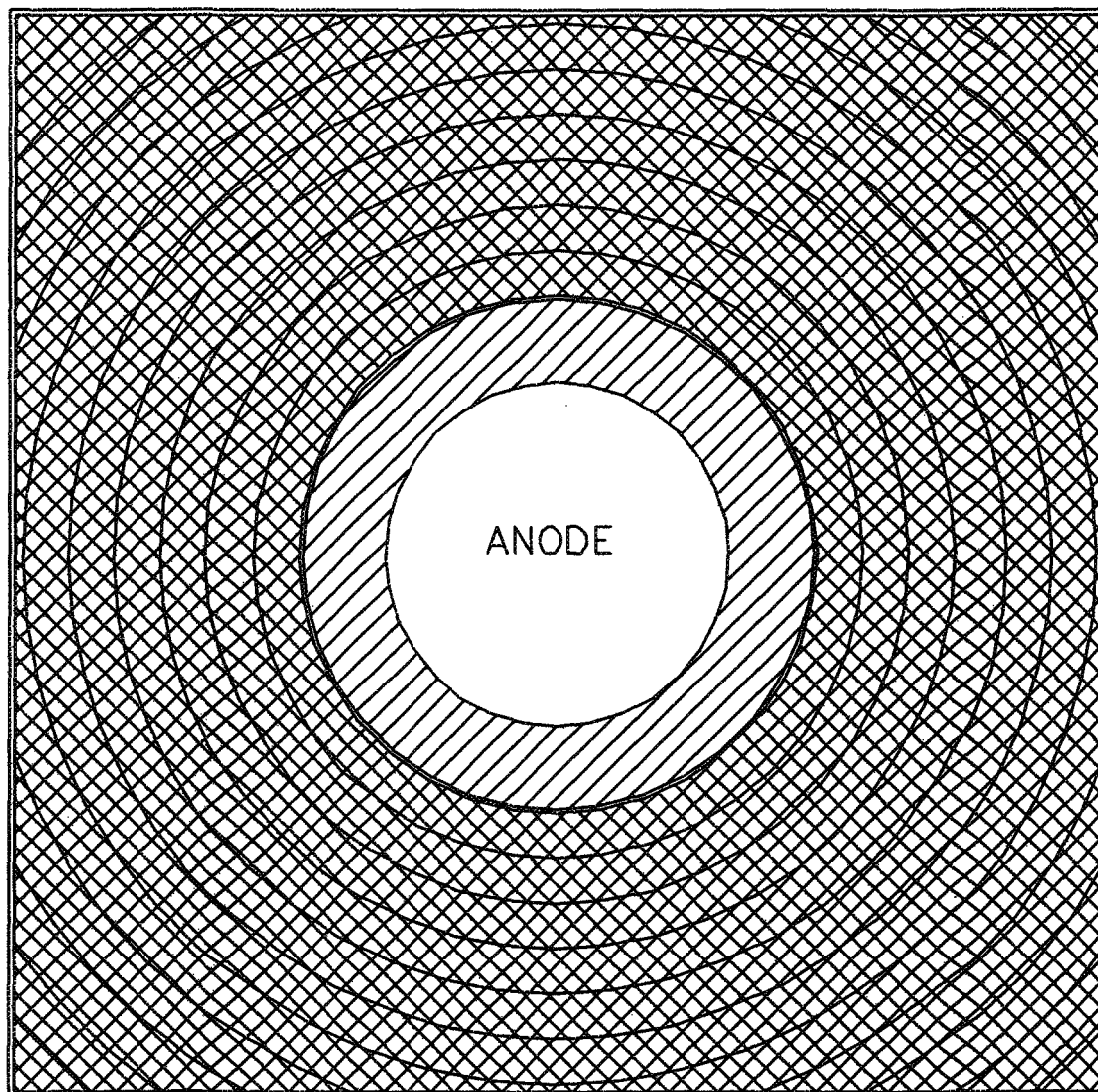
PROJET: MONTAGE EXPÉRIMENTAL "CARLA"

PAR: CARL LABERGE, ING.STAG.

TITRE: DÉTAIL DE L'ISOLATION DU BÔÎTIER  
COUPE A-A

DATE: OCT 2001

FEUILLET 2 de 4



COUPE B-B

LEGENDE



MT-298



KAOWOOL BLANKET

ECHELLE 1:4



Université  
du Québec  
à Chicoutimi

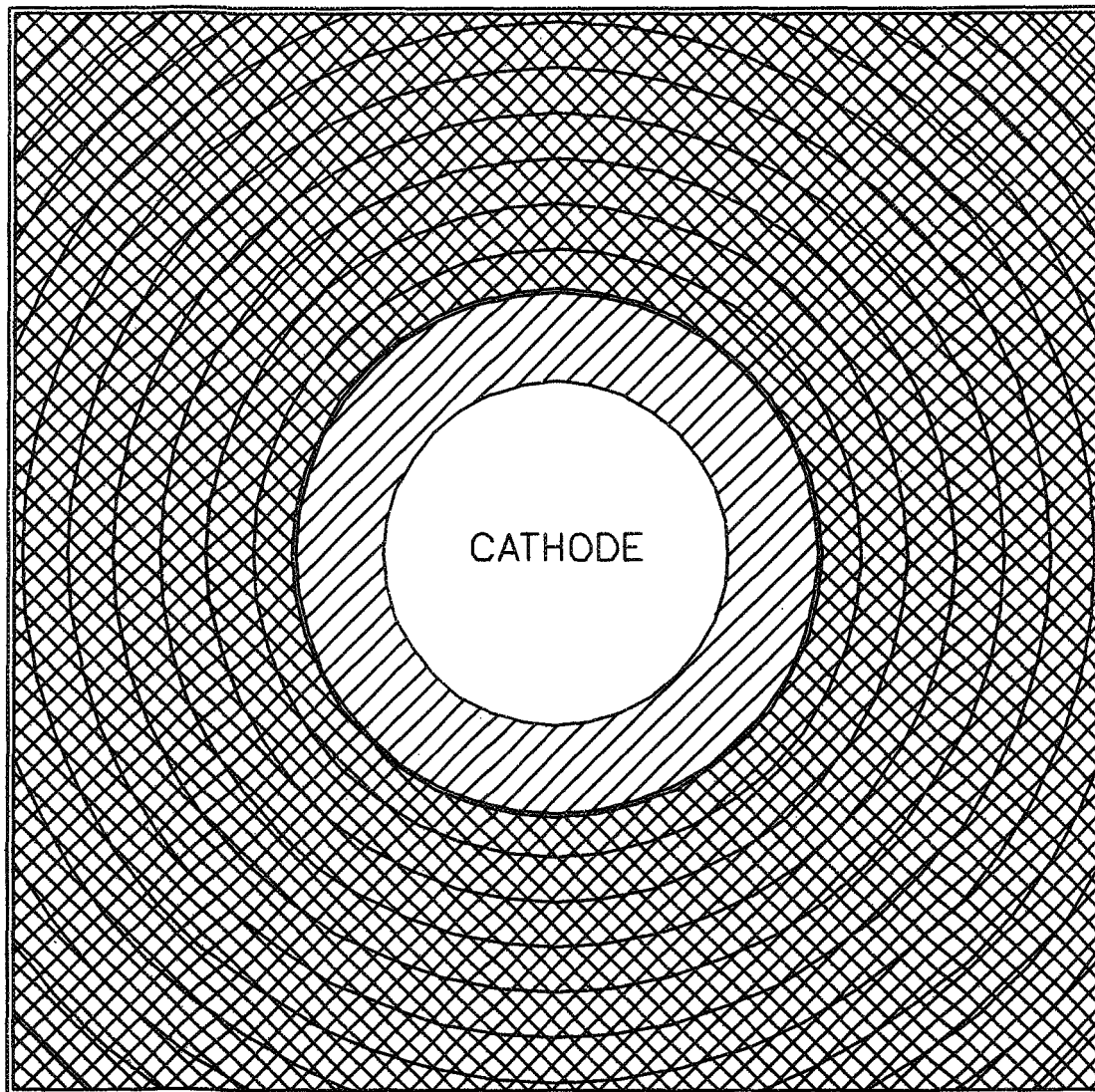
PROJET: MONTAGE EXPÉRIMENTAL "CARLA"

PAR: CARL LABERGE, ING.STAG.

TITRE: DÉTAIL DE L'ISOLATION DU BOÎTIER  
COUPE B-B

DATE: OCT 2001

FEUILLET 3 de 4



COUPE C-C

LEGENDE



MT-298



KAOWOOL BLANKET

ECHELLE 1:4



Université  
du Québec  
à Chicoutimi

PROJET: MONTAGE EXPÉRIMENTAL "CARLA"

PAR: CARL LABERGE, ING.STAG.

TITRE: DÉTAIL DE L'ISOLATION DU BOÎTIER  
COUPE C-C

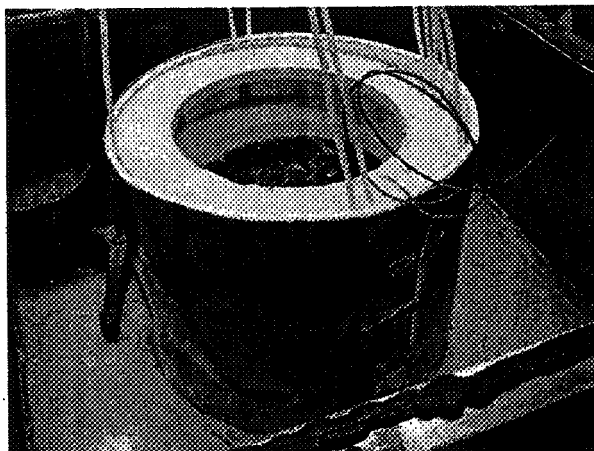
DATE: OCT 2001

FEUILLET 4 de 4

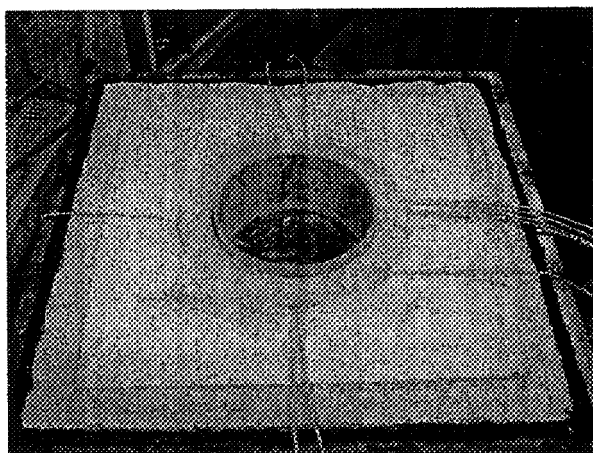
## **ANNEXE 2 : PHOTOS DU MONTAGE EXPÉRIMENTAL CARLA**



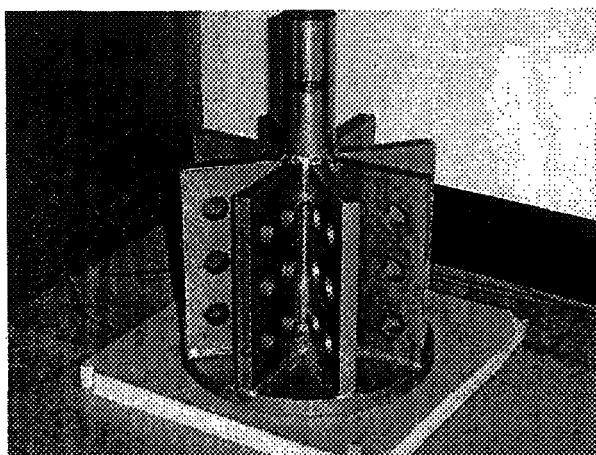
**Photo 1 : Anneaux d'isolant *MT-29B* avant montage**



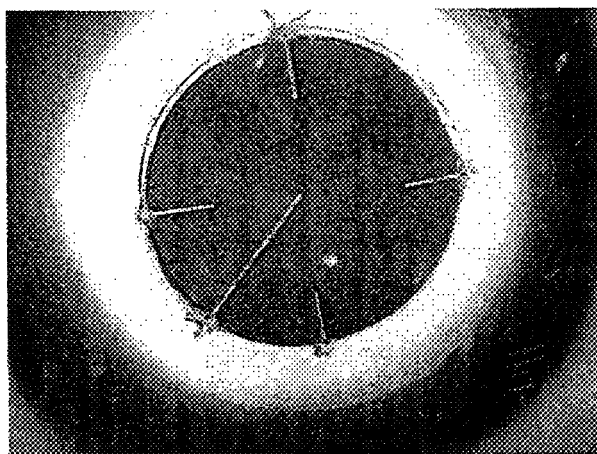
**Photo 2 : Mise en place du *MT-29B* - boîtier inférieur**



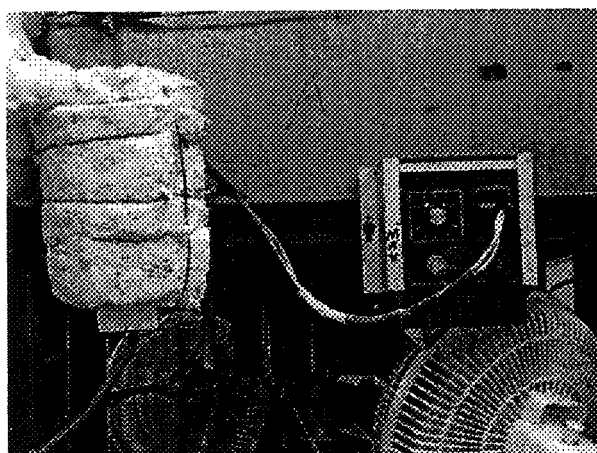
**Photo 3 : Mise en place de l'isolant *Kaowool* - Boîtier inférieur**



**Photo 4 : Electrode inférieure**

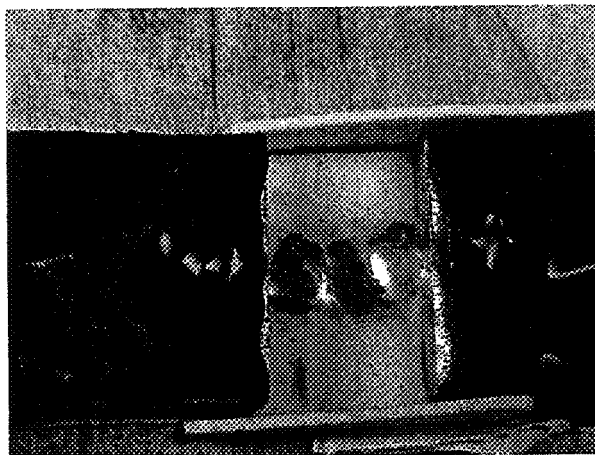


**Photo 5 : Disposition des thermocouples à l'interface bloc-lit de coke**

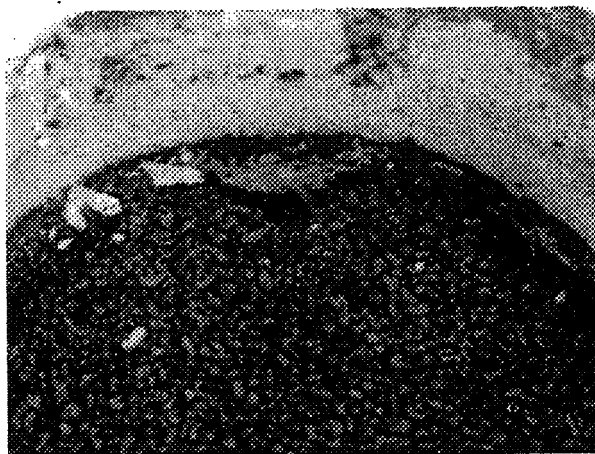


**Photo 6 : Système de chauffage du gaz argon**





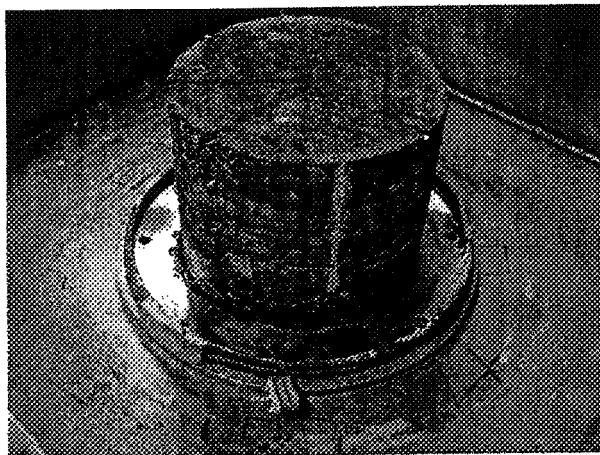
**Photo 7 : Visualisation des résistances de contact entre trois grains de coke**



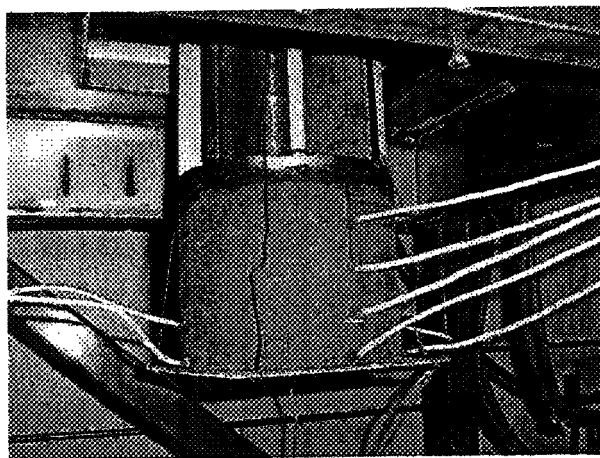
**Photo 8 : Consommation du lit de coke suite à l'essai # 28 (sans argon)**



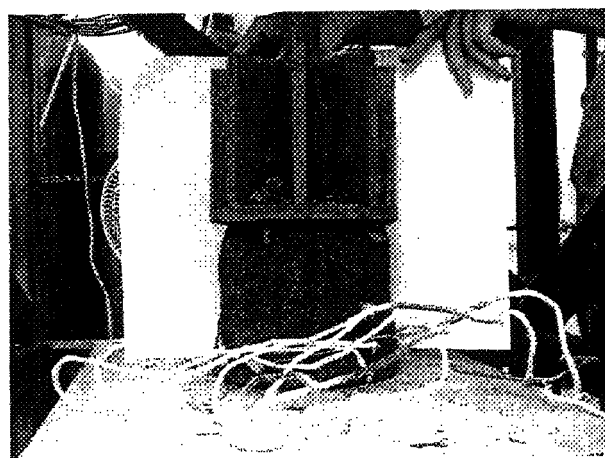
**Photo 9 : Consommation du bloc anodique suite à l'essai # 28 (sans argon)**



**Photo 10 : Bloc cathodique après essai # 28**



**Photo 11 : Bloc anodique # 1 neuf**



**Photo 12 : Bloc anodique # 1 après essai # 11**

### **ANNEXE 3 : FICHES DESCRIPTIVES DES ISOLANTS UTILISÉS**

Ceramic Fiber • Insulating Firebrick • Refractory Castables and Monolithics • Mortars • Firebrick • Fired Refractory Shapes

### KAOWOOL CERAMIC FIBER

	Kaowool B	Cerawool	Kaowool	Kaowool S	Cerablanket	Cerachem	Cerachrome
<b>Physical Properties</b>							
Color	white	white	white	white	white	white	blue/green
Density, pcf (Nominal)	4, 6, 8	4, 6, 8	3, 4, 6, 8, 12	4, 6, 8	3, 4, 6, 8	4, 6, 8	4, 6, 8
Thickness, in. (Nominal)	1-2	3-2	1-2	1-2	1-2	1-2	1-2
Melting point °F	3200	3200	3200	3200	3200	3200	3200
Max continuous use limit °F	1800	1800	1800	2000	2150	2400	2500
Maximum temperature rating °F			2300	2300	2400	2400	2600
<b>Chemical Analysis (Nominal)</b>							
Alumina, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	40-48	40-48	45	35-46	46	35	43
Silica, SiO <sub>2</sub>	45-55	45-55	50-55	54	50	54	
Iron oxide, Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>			1.0				
Titanium oxide, TiO <sub>2</sub>			1.7				
Calcium oxide, CaO			0.1				
Magnesium oxide, MgO			trace				
Alkalies, as Na <sub>2</sub> O			0.2				
Boron oxide, B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>			0.02				
Chromium oxide, Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>						15	
Zirconia				0-15			
Impurities	1-2	1-2		0-3	trace	trace	trace
Other							
<b>Thermal Conductivity, BTU-in./hr-ft<sup>2</sup>-°F (ASTM C 201)</b>							
Mean temperature, 8pcf							
@ 500°F	0.44	0.42	0.44	0.45	0.45	0.42	0.42
@ 1000°F	0.87	0.87	0.87	0.87	0.87	0.87	0.87
@ 1500°F	1.45	1.46	1.45	1.74	1.74	1.45	1.46
@ 1800°F			1.83	2.24	2.24	2.17	2.17
@ 2000°F							
Mean temperature, 6pcf							
@ 500°F	0.46	0.43	0.46	0.47	0.43	0.43	0.43
@ 1000°F	0.92	0.92	0.92	1.09	0.97	0.97	0.97
@ 1500°F	1.73	1.74	1.73	2.01	2.47	1.74	1.74
@ 1800°F			2.19	2.60		2.60	2.60
@ 2000°F				2.6	2.60		
Mean temperature, 4 pcf							
@ 500°F	0.54	0.56	0.54	0.54	0.56	0.56	0.56
@ 1000°F	1.29	1.35	1.29	1.36	1.35	1.35	1.35
@ 1500°F	2.30	2.47	2.30	2.50	2.47	2.47	2.47
@ 1800°F			2.98	3.34		3.70	3.70
@ 2000°F							

#### Military Specifications and Approvals

MIL-1-23128A 3, 6 pcf blanket  
MIL-1-24244 all blankets  
MIL-1-23128B 6, 8 pcf blanket

#### Non-Combustibility Classification per UL 723/ASTM E-793 for All Densities

Flame Spread 0  
Fuel Contribution 0  
Smoke Developed 0

#### Acoustical Performance per ASTM C-423 A and E-795

##### Sound Absorption Coefficient

Kaowool Blanket 250 Hz 300 Hz 1000 Hz 2000 Hz 4000 Hz NRC  
1"-4 pcf 0.29 1.00 1.04 0.99 0.98 0.85  
1"-6 pcf 0.50 0.92 0.91 0.91 0.94 0.80  
2"-4 pcf 0.92 1.01 1.01 1.03 1.10 1.00  
2"-6 pcf 0.80 0.72 0.86 0.92 1.02 0.85

#### Water Leachable Elements on Surface of Fiber, Typical Quantities, PPM

Boron	40
Chlorine	<5
Fluorine	<5
Sulphur	10
Sodium	40
Silicate	125

Data are average results of tests conducted under standard procedures and are subject to variation. Results should not be used for specification purposes.

Refer to the Material Safety Data Sheet (MSDS) for recommended work practices and other product safety information.

For further information, contact your nearest Thermal Ceramics technical sales office or your local Thermal Ceramics authorized distributor. You may also fax us toll-free at 1-800-KAOWOOL or write to Thermal Ceramics, P.O. Box 523, Dept. 148, Augusta, GA 30903.

ALBUQUERQUE, NM  
(505) 336-8894  
Fax: (505) 766-6194

CHICAGO, IL  
(800) 549-2442  
Fax: (815) 627-6296

DETROIT, MI  
(800) 590-4338  
Fax: (734) 489-7888

LOS ANGELES, CA  
(800) 560-8264  
Fax: (714) 321-4882

INTERNATIONAL  
(708) 766-4215  
Fax: (708) 766-4282

BATON ROUGE, LA  
(877) 722-6666

CLEVELAND, OH  
(877) 767-3588

HOUSTON, TX  
(800) 824-8878

TRANSPORTATION  
(800) 303-2266

THERMAL CERAMICS  
BURLINGTON, ONTARIO, CANADA  
Tel: (416) 633-1111

Ceramic Fiber • Insulating Firebrick • Refractory Castables and Monolithics • Mortars • Firebrick • Fired Refractory Shapes

### KAOWOOL® VACUUM FORMED PRODUCTS

	Kaowool PM	Kaowool M	Kaowool S	Kaowool HD	Kaowool HS	Kaowool HS-45
<b>Physical Properties</b>						
Color	white	beige	brown	beige	beige	white
Nominal density, pcf	15	17	20	26	28	42
Maximum temperature rating, °F	2300	2300	2300	2300	2300	2400
Continuous use limit, °F	2100	2000	2000	2200	2000	2400
Melting point, °F	3200	3200	3200	3200	3200	2800
Modulus of rupture, psi	175-250	100-130	150-180	159	230-260	450-550
Compressive strength, psi						
@ 5% deformation	15-25	20-30	30-50	53	60-80	200-250
@ 10% deformation	25-40	30-40	50-60	76	80-100	250-300
Linear shrinkage, %						
24 hrs @ 1500°F	0.2	1.2	1.0	0.1	0.8	0.5
24 hrs @ 1800°F	1.9	2.2	2.0	1.4	1.9	0.7
24 hrs @ 2000°F	2.4	2.8	2.3	2.5	0.6	0.05
24 hrs @ 2200°F	3.4	-	-	2.8	+0.1	0.6
24 hrs @ 2400°F	-	-	-	2.8	0.6	+0.1
<b>Chemical Analysis</b>						
Alumina, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	44	42	46	41	18	55
Silica, SiO <sub>2</sub>	56	56	53	53	81	35
Calcium Oxide, CaO	-	-	-	5	-	8
Other	<1	2	-	-	-	2
Loss of Ignition	4-7	4-7	5-8	5-8	5-8	5-8
Organic Material	3-6	3-6	4-7	4-7	4-7	4-7
<b>Thermal Conductivity, BTU•in./hr•ft<sup>2</sup>•°F</b>						
Mean temperature						
@ 500°F	0.40	0.47	0.59	0.57	0.68	1.02
@ 1000°F	0.59	0.71	0.80	0.80	0.84	0.96
@ 1500°F	0.87	1.04	1.12	1.13	1.12	1.16
@ 2000°F	1.27	1.52	1.58	1.60	1.58	1.72

Data are average results of tests conducted under standard procedures and are subject to variation. Results should not be used for specification purposes.

Refer to the Material Safety Data Sheet (MSDS) for recommended work practices and other product safety information.

For further information, contact your nearest Thermal Ceramics technical sales office or your local Thermal Ceramics authorized distributor. You may also fax us toll-free at 1-800-KAOWOOL or write to Thermal Ceramics, P. O. Box 523, Dept. 140, Augusta, GA 30909.

AUGUSTA, GA  
(800) 850-0854  
Fax: (706) 798-4334

CHICAGO, IL  
(800) 850-0854  
Fax: (800) 527-0865

DETROIT, MI  
(800) 850-0854  
Fax: (734) 460-7868

LOS ANGELES, CA  
(800) 850-0854  
Fax: (714) 521-4582

INTERMEDIATE  
(800) 798-4334  
Fax: (706) 798-4334

BAYON ROUGE, LA  
(877) 728-2888

CLEVELAND, OH  
(877) 798-3385

HOUSTON, TX  
(800) 850-0854  
Fax: (713) 460-7868

TRANSPORTATION  
(800) 850-0854  
Fax: (714) 521-4582

THERMAL CERAMICS  
SURREY, BRITAIN, CANADA  
Sales: 01753 74444

**MT-298 TECHNICAL DATA:****Physical Properties****Standard density**

288 kg/m<sup>3</sup>, 320 kg/m<sup>3</sup>, and 352 kg/m<sup>3</sup>  
 18 lbs/ft<sup>3</sup>, 20 lbs/ft<sup>3</sup>, and 22 lbs/ft<sup>3</sup>

**Available density**

Up to 352 kg/m<sup>3</sup> (Up to 22 lbs/ft<sup>3</sup>)

**Continuous service temperature**

1000°C (1832°F)

**Linear shrinkage after 24 hours (C-356)\***

0.3% at 538°C (1000°F)

0.6% at 815°C (1500°F)

1.0% at 954°C (1750°F)

**Compression/Resistance (C-165)\***

Density	% Deformation		
	10	20	30
kg/m <sup>3</sup>	MPa	MPa	MPa
288	0.3	0.7	1.1
320	0.5	0.9	1.7
352	1.0	1.9	3.4
lbs/ft <sup>3</sup>	lbs/in <sup>2</sup>	lbs/in <sup>2</sup>	lbs/in <sup>2</sup>
18	50	100	160
20	75	130	250
22	150	275	490

**Thermal conductivity (C-177)\***

°C	Standard	Hydrophobic
	W/(m·K)	W/(m·K)
260	0.029	0.029
537	0.042	0.048
649	0.049	0.056
°F	BTU in/hr/ft <sup>2</sup> ·°F	BTU in/hr/ft <sup>2</sup> ·°F
500	0.20	0.20
1000	0.29	0.33
1200	0.34	0.39

**Available forms**

Sheets: 457 x 600 mm (18 x 24 in)

Custom sizes are available

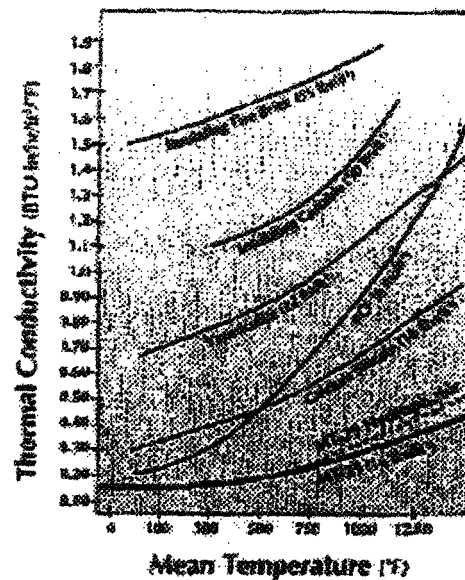
Standard and hydrophobic formulations

**Available thicknesses**

13, 19, 25, 32, 35, and 38 mm

0.5, 0.75, 1.0, 1.25, 1.375, and 1.5 in

**Comparison of Thermal Conductivity Values of Popular Insulating Materials\*\***



Please contact us for additional information.

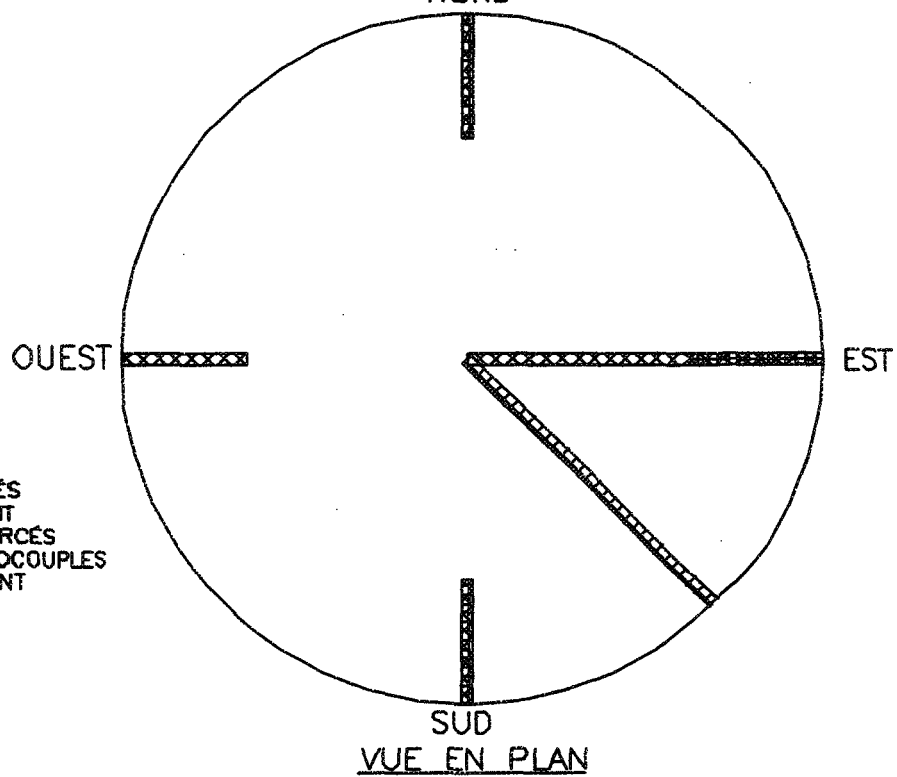
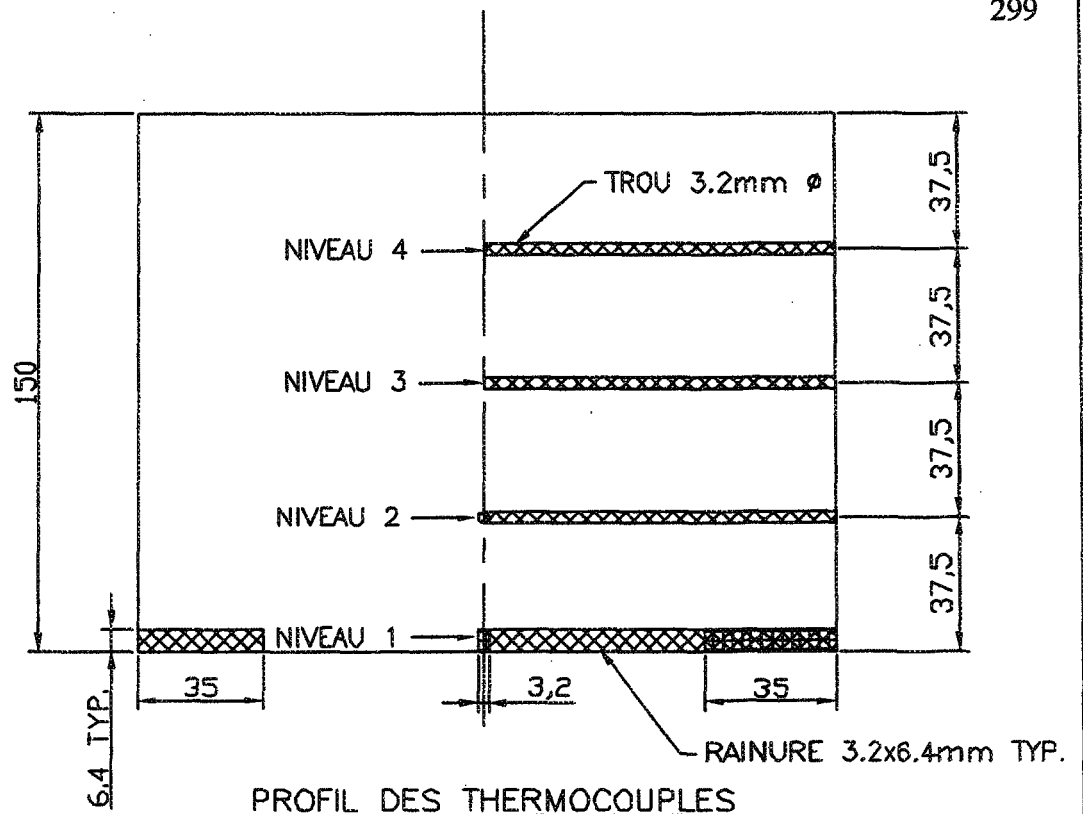
**Pyrotek**

\* Based on ASTM standards

\*\* The thermal conductivity curves for MT-298 shown on this graph, is based on average values obtained by sampling 18 paired MT-298 boards and 18 paired MT-298 tube liners, MT-298 panel, and MT-298 quilted insulation types.

Enter the physical and chemical properties listed represent typical, average values obtained in accordance with accepted test methods for the physical and chemical properties listed. They are intended as a technical service and are subject to change without notice.

**ANNEXE 4 : POSITION DES THERMOCOUPLES DANS LES BLOCS  
ANODIQUE ET CATHODIQUE**



NOTES:  
 LES THERMOCOUPLES LOCALISÉS  
 AUX NIVEAUX 2,3 ET 4 SERONT  
 INSÉRÉS DANS DES TROUS PERCÉS  
 DANS LES BLOCS. LES THERMOCOUPLES  
 LOCALISÉS AU NIVEAU 1 SERONT  
 INSÉRÉS DANS DES RAINURES  
 (GROOVE) FAIT DIRECTEMENT  
 SUR LA FACE DU BLOC ET  
 REMPLIS UNE FOIS LES  
 THERMOCOUPLES INSÉRÉS.

ECHELLE 1:2



Université  
 du Québec  
 à Chicoutimi

PROJET: MONTAGE EXPÉRIMENTAL "CARLA"—MACHINAGE DES BLOCS ANODIQUE ET CATHODIQUE

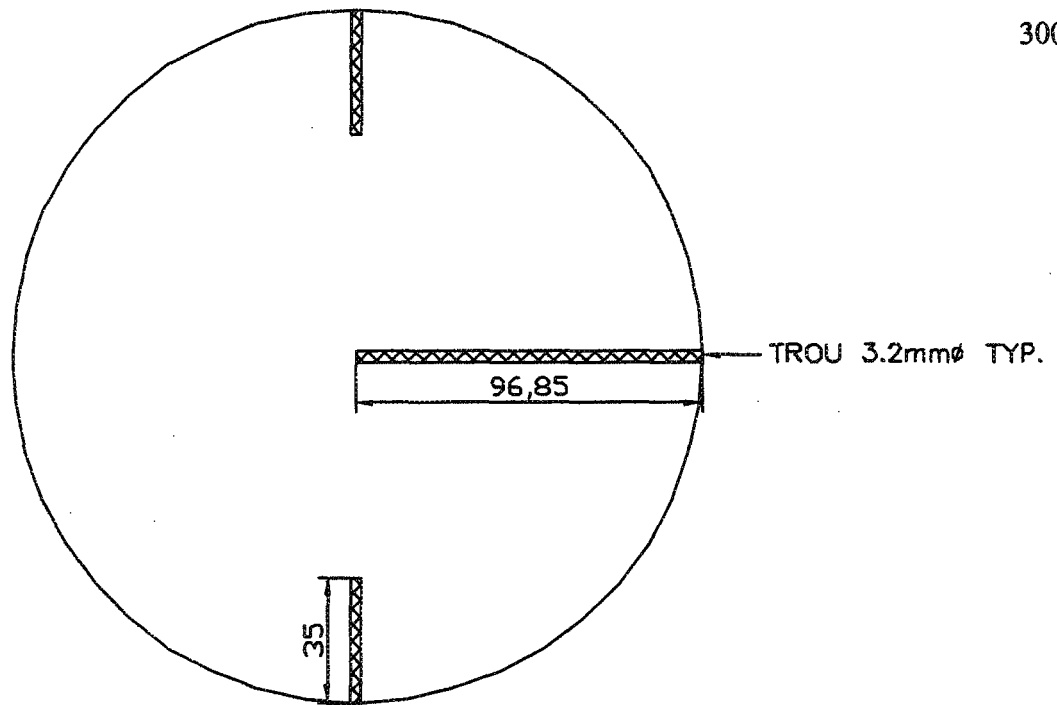
PAR: CARL LABERGE

DATE: JUIN 2001

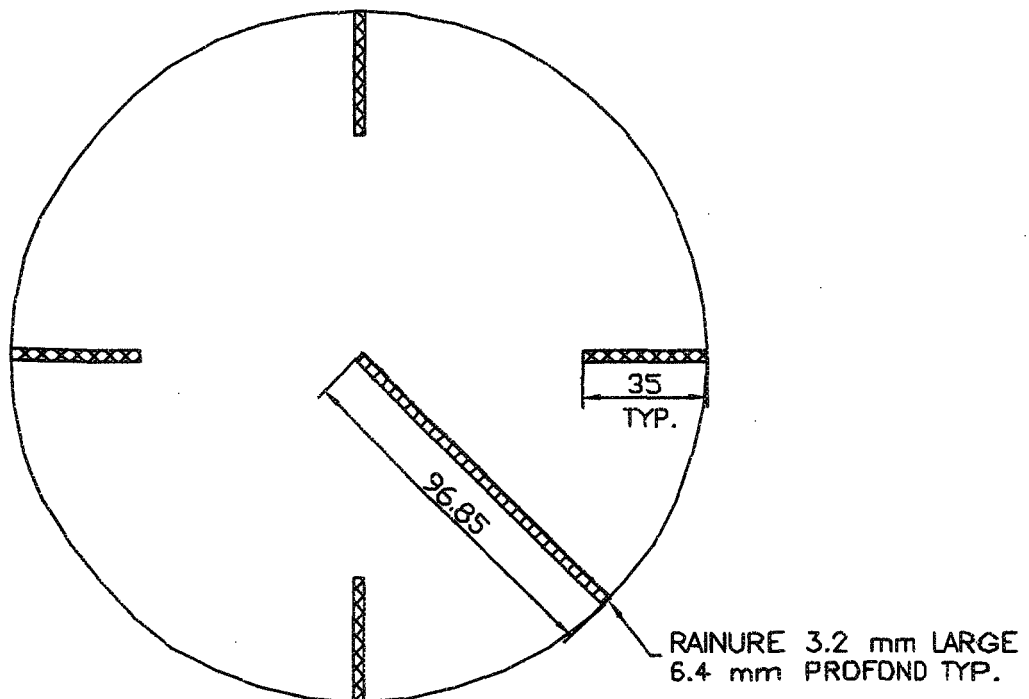
TITRE: PROFIL ET VUE EN PLAN  
 PLAN D'INSERTION DES THERMOCOUPLES

FEUILLET 1 de 3





VUE EN PLAN NIVEAU 2



VUE EN PLAN NIVEAU 1

ÉCHELLE 1:2



Université  
du Québec  
à Chicoutimi

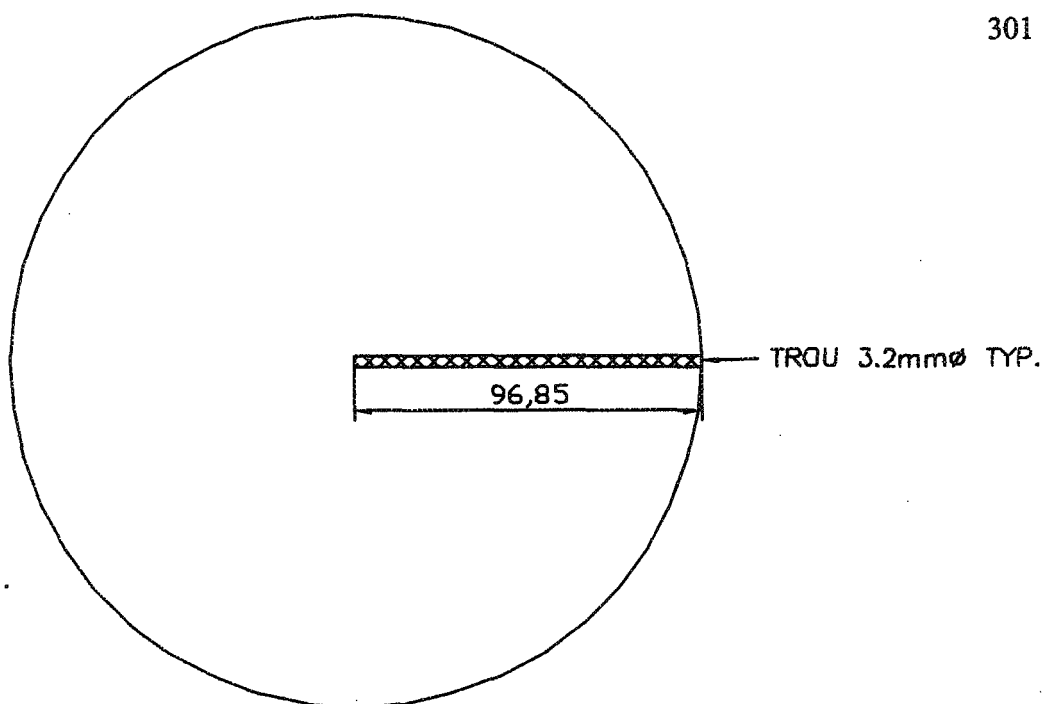
PROJET: MONTAGE EXPÉRIMENTAL "CARLA" - MACHINAGE DES BLOCS ANODIQUE ET CATHODIQUE

PAR: CARL LABERGE

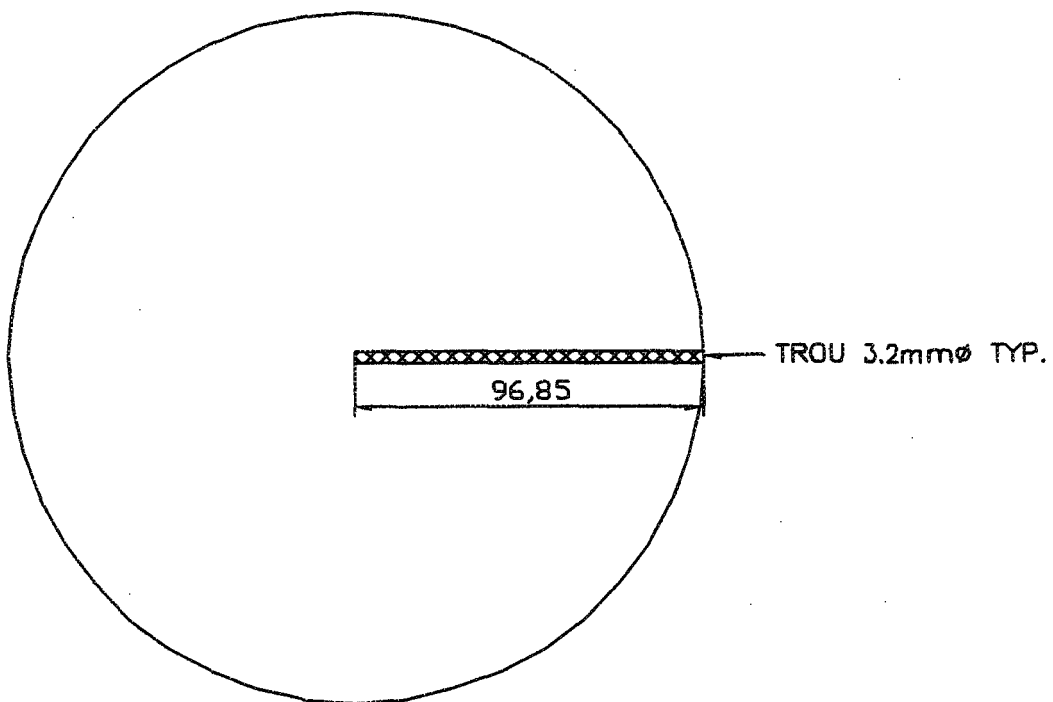
DATE: JUIN 2001

TITRE: VUE EN PLAN NIVEAUX 1 ET 2

FEUILLET 2 de 3



VUE EN PLAN NIVEAU 4



VUE EN PLAN NIVEAU 3

ÉCHELLE 1:2



Université  
du Québec  
à Chicoutimi

PROJET: MONTAGE EXPÉRIMENTAL "CARLA"-MACHINAGE DES BLOCS ANODIQUE ET CATHODIQUE

PAR: CARL LABERGE

DATE: JUIN 2001

TITRE: VUE EN PLAN NIVEAUX 3 ET 4

FEUILLET 3 de 3

**ANNEXE 5 : CALCUL D'INCERTITUDE – CONDUCTIVITÉ  
THERMIQUE DU BLOC CATHODIQUE**

**OBJET :** Montage CARLA, projet START-Cuve

**BUT :** Détermination de l'incertitude sur la conductivité thermique de la cathode

**RÉFÉRENCES :**

- [1] Taylor, J., *Incertitudes et analyse des erreurs dans les mesures physiques*, traduit par Lionel et Patrick Reynaud, Dunod, Paris, 2000.
- [2] Taylor, B.N., Kuyatt, C.E., *Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results*, NIST Technical Note 1297, 1994.

### Introduction

Afin d'être en mesure d'évaluer la conductivité thermique du lit de coke et de ses interfaces, nous avons besoin de connaître le flux de chaleur qui passe par ce dernier. Bien qu'il existe plusieurs moyens de déterminer quantitativement un flux de chaleur, il n'en demeure pas moins qu'il s'agit toujours d'un exercice délicat et complexe.

Dans le cadre de la présente expérimentation, le flux de chaleur est déterminé à partir de la conductivité thermique de la cathode. Préalablement à ce calcul toutefois, il va sans dire qu'il nous faut déterminer cette conductivité thermique. En autres mots, on procède à l'étalonnage de la cathode. Cela est effectué à partir des expériences avec mise sous tension (AT) où l'on tente d'obtenir une surface adiabatique à la surface supérieure du lit de coke. On suppose ainsi que toute la puissance générée dans le lit est dirigée vers la cathode et c'est de cette façon que le bloc est étalonné. La présente note de calcul explique en détail comment cela est fait et présente le calcul de l'incertitude associée à cette mesure.

Le flux thermique est défini par l'équation suivante :

$$q = k \cdot S \cdot \frac{dT}{dx} \quad (1)$$

Où  $k$  représente la conductivité thermique,  $S$  l'aire perpendiculaire au flux de chaleur et  $T$  la température.

La puissance dissipée dans le lit de coke sous tension est quant à lui défini par :

$$P = V \cdot I \quad (2)$$

Où  $P$  est la puissance dissipée,  $V$ , la différence de potentiel dans le lit et  $I$  l'intensité du courant passant par le lit.

Dans le présent calcul, on désire assumer que  $P = q$ , en supposant la présence d'une surface adiabatique entre l'anode et le lit de coke. Ce qui nous donne que :

$$VI = k_c \cdot S \cdot \frac{dT}{dx} \quad (3)$$

Où  $k_c$  est la conductivité thermique du bloc cathodique.

Nous savons également que, dans la réalité, il nous est très difficile d'atteindre cet état. Nous devons donc considérer une erreur dans l'hypothèse de la surface adiabatique en déterminant le flux passant par l'anode et son incertitude. Il faudra alors en tenir compte en modifiant l'équation (3) pour tenir compte du flux provenant (ou absorbé) par la cathode. On obtient ainsi :

$$VI - q_{\text{anode}} = k_c \cdot S \cdot \frac{dT}{dx} \quad \text{et} \quad k_c = \frac{VI - q_{\text{anode}}}{S \cdot \frac{dT}{dx}} \quad (4)$$

Nous devons donc tout d'abord déterminer le flux dans l'anode et son incertitude.

### 1 Détermination du flux de chaleur dans l'anode et son incertitude

$$q = f(k, S, \Delta T, \Delta x)$$

On doit donc tout d'abord déterminer l'erreur sur chacune de ces variables :

#### Incertitude associée au calcul de la conductivité thermique k :

Pour l'anode, on utilise la valeur de conductivité thermique fournie par Alcan, comme on ne connaît pas la valeur de l'incertitude associée, on suppose qu'elle est la même que celle associée au calcul de la conductivité du bloc cathodique la plus élevée et qui correspond à 8,8%.

$$k := 3.1 \cdot \frac{W}{m \cdot K} \quad \delta k := 8.8 \% \cdot k$$

$$\delta k = 0.273 \cdot \frac{W}{m \cdot K}$$

#### Incertitude associée au calcul de l'aire A :

$$S = \frac{\pi \cdot D^2}{4}$$

Donc, l'aire est fonction de du diamètre D et doit être déterminée à l'aide le la formule de propagation des incertitudes dans les produits et quotiens qui se lit comme suit :

$$\frac{\delta q}{q} = \sqrt{\left(\frac{\delta x}{x}\right)^2 + \dots + \left(\frac{\delta z}{z}\right)^2 + \left(\frac{\delta u}{u}\right)^2 + \dots + \left(\frac{\delta w}{w}\right)^2} \quad (5)$$

Tirée de la formule générale de propagation de incertitudes

$$\delta q = \sqrt{\left[\left(\frac{d}{dx} q\right) \cdot \delta x\right]^2 + \dots + \left[\left(\frac{d}{dz} q\right) \cdot \delta z\right]^2} \quad (6)$$

Ainsi, si  $S := \frac{\pi \cdot D^2}{4}$  et  $D := 0.19493 \cdot m$  erreur du micromètre  
 $\delta D := 0.000005 \cdot m$

En utilisant la formule générale (5), on trouve pour A :

$$\left(\frac{d}{dD} \frac{\pi \cdot D^2}{4}\right) \cdot \delta D = \frac{(2 \pi D)}{4} \cdot \delta D = \delta S$$

donc ,  $\delta S := 2 \cdot \frac{\pi}{4} \cdot D \cdot \delta D$

$$\delta S = 1.531 \cdot mm^2$$

Incertitude associée au calcul la différence de température  $\Delta T$  :

Suite à la sélection des thermocouples réalisée en laboratoire, on en conclue que l'incertitude sur le calcul de la différence de température  $\Delta T$  est (voir section 6.2 "Choix des thermocouples" pour détails) :

$$\delta \Delta T := 0.18 \cdot K$$

## NOTE DE CALCUL

Incertitude associée au calcul la distance  $\Delta x$  :

La distance séparant les thermocouples est obtenu au moyen d'un calcul effectué à partir de plusieurs mesures. La technique de mesure consiste en les étapes suivantes (voir feuilles calculs à l'Annexe 3) :

1. Localisation de la ligne d'action du thermocouple au moyen d'une machine de mesure 3 axes;
2. Mesure de la profondeur du trou;
3. Détermination de l'intersection entre la ligne d'action et la surface du bloc;
4. Détermination du point de contact du thermocouple avec le bloc (fond du trou) au moyen de relations géométriques;
5. Détermination de la distance entre deux points de contact.

Un calcul d'erreur s'impose pour chacune des étapes précédentes. Un exemple est présenté ici.

**1. Localisation de la ligne d'action du thermocouple au moyen d'une machine de mesure 3 axes :**

On mesure tout simplement la position de deux points sur la ligne d'action, pour se faire, une tige droite est insérée dans le trou et deux points de mesure sont prises sur le dessus de la tige. Par la suite, le demi-diamètre de la tige est soustrait de la coordonnée Z pour obtenir la ligne d'action du centre de la tige et qui correspond à la ligne d'action du trou percé dans le bloc qui coïncide avec le point de contact du thermocouple et du bloc. Ainsi, pour le trou niveau 4 du bloc cathodique, on obtient :

Point 1 : (105.49,2.29,106.66) et Point 2 : (165.19,2.27,106.88)

$x_1 := 105.49 \cdot \text{mm}$

$x_2 := 165.19 \cdot \text{mm}$

$y_1 := 2.29 \cdot \text{mm}$

$y_2 := 2.27 \cdot \text{mm}$

$z_1 := 106.66 \cdot \text{mm}$

$z_2 := 106.88 \cdot \text{mm}$

L'erreur sur les mesures, tel que fourni par le manufacturier est  $\pm (0.04, 0.08, 0.06)$ . On doit ajouter à ces valeurs une incertitude de mesure possible sur la manipulation (détermination du dessus de la tige) et sur la rectitude de la tige. On double donc ces valeurs pour utiliser finalement  $\pm (0.08, 0.16, 0.12) \text{mm}$ .



## 2. Mesure de la profondeur du trou :

La mesure de la profondeur du trou a été effectuée au moyen d'un micromètre digital ayant une précision de  $\pm 0.005\text{mm}$ , cette valeur sera donc utilisé comme tel.

$$d := 100.68 \cdot \text{mm}$$

## 3. Détermination de l'intersection entre la ligne d'action et la surface du bloc :

Cette étape a été réalisée par détermination graphique sur ordinateur, on évalue donc l'incertitude de ce point comme égal à l'incertitude de la mesure originale i.e.  $\pm (0.08, 0.16, 0.12)\text{mm}$ .

## 4. Détermination du point de contact du thermocouple avec le bloc (fond du trou) au moyen de relations géométriques :

La distance entre deux points dans l'espace peut être déterminé à l'aide de la formule suivante :

$$d := \sqrt{(x_2 - x_1)^2 + (y_2 - y_1)^2 + (z_2 - z_1)^2} \quad d = 59.70041 \cdot \text{mm}$$

$$\Delta x := x_2 - x_1 \quad \Delta y := y_2 - y_1 \quad \Delta z := z_2 - z_1$$

$$\delta d := \frac{\sqrt{\left[2 \cdot \Delta x \cdot \sqrt{2 \cdot (0.08 \cdot \text{mm})^2}\right]^2 + \left[2 \cdot \Delta y \cdot \sqrt{2 \cdot (0.16 \cdot \text{mm})^2}\right]^2 + \left[2 \cdot \Delta z \cdot \sqrt{2 \cdot (0.12 \cdot \text{mm})^2}\right]^2}}{2 \cdot d}$$

$$\delta d = 0.113 \cdot \text{mm}$$

Aussi, à l'aide des deux points déjà connus, on peut trouver les cosinus directeurs de la droite passant par ces deux points :

$$l = \cos(\alpha) = \frac{x_2 - x_1}{d} \quad m = \cos(\beta) = \frac{y_2 - y_1}{d} \quad n = \cos(\gamma) = \frac{z_2 - z_1}{d}$$

Sachant que les cosinus directeurs seront les mêmes (même ligne d'action), il est possible de déterminer le point localisé à une distance  $d$  du point d'intersection de la ligne d'action et de la surface du bloc le long de cette même ligne d'action (dans le sens pointant vers le centre du bloc)

Erreur associé au calcul des cosinus directeurs :

**cosinus  $\alpha$**

$$\delta(x_2 - x_1) = \sqrt{0.08^2 + 0.08^2} = 0.1131 \cdot \text{mm} \quad \text{et} \quad (x_2 - x_1) = 59.700 \cdot \text{mm}$$

$$l := \frac{x_2 - x_1}{d} \quad l = 0.99999$$

$$\delta l := l \cdot \sqrt{\left(\frac{0.1131 \cdot \text{mm}}{x_2 - x_1}\right)^2 + \left(\frac{\delta d}{d}\right)^2}$$

$$\delta l = 2.68 \cdot 10^{-3}$$

**cosinus  $\beta$**

$$\delta(y_2 - y_1) = \sqrt{0.16^2 + 0.16^2} = 0.2263 \cdot \text{mm} \quad \text{et} \quad (y_2 - y_1) = -0.02 \cdot \text{mm}$$

$$m := \frac{y_2 - y_1}{d} \quad m = -3.35 \cdot 10^{-4}$$

$$\delta m := m \cdot \sqrt{\left(\frac{0.2263 \cdot \text{mm}}{y_2 - y_1}\right)^2 + \left(\frac{\delta d}{d}\right)^2}$$

$$|\delta m| = 3.791 \cdot 10^{-3}$$

**cosinus  $\gamma$**

$$\delta(z_2 - z_1) = \sqrt{0.12^2 + 0.12^2} = 0.1697 \cdot \text{mm} \quad \text{et} \quad (z_2 - z_1) = 0.22 \cdot \text{mm}$$

$$n := \frac{z_2 - z_1}{d} \quad n = 3.685 \cdot 10^{-3}$$

$$\delta n := n \cdot \sqrt{\left(\frac{0.1697 \cdot \text{mm}}{z_2 - z_1}\right)^2 + \left(\frac{\delta d}{d}\right)^2}$$

$$|\delta n| = 2.843 \cdot 10^{-3}$$

Nous connaissons maintenant les cosinus directeurs et leurs incertitudes. Nous allons maintenant utiliser ces derniers, la longueur mesurée du trou ainsi que le point de rencontre de la ligne avec le bloc, mesuré géométriquement. Nous noterons le point recherché comme étant le point 3 et le point de rencontre le point 4. Ainsi :

$$x_4 := 97.26 \cdot \text{mm} \quad y_4 := 2.29 \cdot \text{mm} \quad z_4 := 106.63 \cdot \text{mm}$$

$$d := 100.62 \cdot \text{mm} \quad \delta d := 0.005 \cdot \text{mm}$$

Et

$$x_3 := x_4 - l \cdot d$$

$$x_3 = -3.359 \cdot \text{mm}$$

$$\delta x_3 = 0.281 \cdot \text{mm}$$

$$\delta x_3 := \sqrt{(0.08 \cdot \text{mm})^2 + \left[ l \cdot d \cdot \sqrt{\left(\frac{\delta l}{l}\right)^2 + \left(\frac{\delta d}{d}\right)^2} \right]^2}$$

$$y_3 := y_4 - m \cdot d$$

$$y_3 = 2.324 \cdot \text{mm}$$

$$\delta y_3 := \sqrt{(0.16 \cdot \text{mm})^2 + \left[ m \cdot d \cdot \sqrt{\left(\frac{\delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\delta d}{d}\right)^2} \right]^2}$$

$$\delta y_3 = 0.414 \cdot \text{mm}$$

Pour le calcul de  $z_3$ , on doit considérer qu'il faut additionner le demi diamètre de la barre ainsi que le demi-diamètre de la bille qui a servie à prendre les mesures, nous calculerons donc l'erreur sur le demi-diamètre et l'ajouterons à l'erreur sur  $z_3$ . Ainsi :

**Tige**

$$D_{\text{tige}} := 5 \cdot \text{mm}$$

$$\delta D_{\text{tige}} := 0.005 \cdot \text{mm}$$

$$\text{Demi} := \frac{D_{\text{tige}}}{2}$$

$$\delta \text{Demi} := \frac{1}{2} \cdot 0.005 \cdot \text{mm}$$

$$\text{Demi} = 2.5 \cdot \text{mm}$$

$$\delta \text{Demi} = 2.5 \cdot 10^{-3} \cdot \text{mm}$$

**Bille**

$$D_{\text{bille}} := 2 \cdot \text{mm}$$

$$\delta D_{\text{bille}} := 0.005 \cdot \text{mm}$$

$$\text{Demi}_b := \frac{D_{\text{bille}}}{2}$$

$$\delta \text{Demi}_b := \frac{1}{2} \cdot 0.005 \cdot \text{mm}$$

$$\text{Demi}_b = 1 \cdot \text{mm}$$

$$\delta \text{Demi}_b = 2.5 \cdot 10^{-3} \cdot \text{mm}$$

$$z_3 := z_4 - n \cdot d + \text{Demi} + \text{Demi}_b$$

$$z_3 = 109.759 \cdot \text{mm}$$

$$\delta z_3 := \sqrt{(0.12 \cdot \text{mm})^2 + \left[ n \cdot d \cdot \sqrt{\left( \frac{\delta n}{n} \right)^2 + \left( \frac{\delta d}{d} \right)^2} \right]^2 + \delta \text{Demi}^2 + \delta \text{Demi}_b^2}$$

$$\delta z_3 = 0.31 \cdot \text{mm}$$

L'exercice doit être répété pour tous les points. Par la suite, par la suite, il ne reste qu'à déterminer l'incertitude sur la différence entre les deux points  $z$  qui déterminent la distance  $\Delta x$ .

Nous possédons maintenant toutes les composantes pour déterminer le flux qui passe par l'anode et son incertitude. Ce calcul serait exact si et seulement si la distribution de température à l'intérieur du bloc anodique était unidirectionnelle dans l'axe vertical. Ce n'est malheureusement pas le cas ici. Ainsi, afin de réduire l'erreur au minimum, nous nous servirons de la série de données la plus proche de la surface du lit de coke (donc entre niveaux 1 et 2).

Nous sommes maintenant en mesure de déterminer l'erreur sur la mesure du flux passant par l'anode. Ainsi :

$$\delta q_a \approx q_a \cdot \sqrt{\left(\frac{\delta k}{k}\right)^2 + \left(\frac{\delta S}{S}\right)^2 + \left(\frac{\delta \Delta T}{\Delta T}\right)^2 + \left(\frac{\delta \Delta x}{\Delta x}\right)^2}$$

## **2 Détermination de la puissance dissipée dans le lit de coke et de son incertitude**

La puissance dissipée dans le lit de coke est simplement  $V$  (la différence de potentiel électrique mesurée entre chaque côté du lit de coke) multiplié par  $I$  (l'intensité de la source de courant). Les incertitudes associées à ces valeurs proviennent des instruments de mesures et vont comme suit :

Selon le manufacturier, l'incertitude sur l'ampèremètre interne de la source de courant qui a été utilisée est 0,15 % de  $I_{\max}$ . Ici, l'intensité maximal de la source est 308,9 A, on aura donc comme valeur d'incertitude :

$$\delta I := 0.15 \% \cdot 308.9 \cdot A$$

$$\delta I = 0.463 \text{ A}$$

L'incertitude sur la lecture individuelle des potentiels lus de part et d'autre du lit de coke se détermine tel que décrit dans le guide de l'utilisateur de l'appareil. Il faut considérer une incertitude associée à la lecture elle-même et une incertitude associée à la plage de valeurs ("range"). Dans notre cas, nous sommes toujours dans le "range" de 10 V, on obtient donc :

Exemple :  $V_1 := 2.5 \cdot V$   $V_2 := 4 \cdot V$

$$\delta V_1 := 0.0015 \% \cdot V_1 + 0.0004 \% \cdot 10 \cdot V$$

$$\delta V_1 = 0.078 \cdot \text{mV}$$

$$\delta V_2 := 0.0015 \% \cdot V_2 + 0.0004 \% \cdot 10 \cdot V$$

$$\delta V_2 = 0.1 \cdot \text{mV}$$

$$V_{\text{lit}} := V_2 - V_1 \quad V_{\text{lit}} = 1.5 \cdot V$$

$$\delta V_{\text{lit}} := \sqrt{\delta V_2^2 + \delta V_1^2} \quad \delta V_{\text{lit}} = 0.127 \cdot \text{mV}$$

Déterminons maintenant l'incertitude totale sur la puissance dissipée  $V_{\text{lit}}$ .

Exemple :  $I = 200 \text{ A}$  et  $V_{\text{lit}} = 1.5 \text{ V}$  tel que calculé précédemment.

$$I := 200 \cdot \text{A} \quad V_{\text{lit}} = 1.5 \text{ V}$$

$$P := V_{\text{lit}} \cdot I \quad P = 300 \text{ W}$$

$$\delta P := P \cdot \sqrt{\left(\frac{\delta I}{I}\right)^2 + \left(\frac{\delta V_{\text{lit}}}{V_{\text{lit}}}\right)^2} \quad \delta P = 0.695 \text{ W}$$

## NOTE DE CALCUL

**3 Détermination de la conductivité thermique de la cathode et de son incertitude**

Afin de finaliser le calcul de l'équation (4) pour trouver la conductivité thermique de la cathode, il ne nous reste qu'à déterminer les  $dT$  et  $dx$  propres au bloc cathodique. Ces derniers ainsi que leurs incertitudes se déterminent de la même manière que ceux de l'anode fait au point 1. Aussi, la surface ou aire  $S$  du bloc cathodique et son incertitudes sont les mêmes que ceux calculés pour l'anode. Une fois toutes les valeurs obtenues, il ne reste qu'à se servir de l'équation (4) pour déterminer  $k_c$  et de réaliser le calcul d'incertitude associé à cette équation.

Les résultats pour chaque essai ont été calculés dans une feuille de calcul MS Excel et suivent la démarche explicitée ici.

**ANNEXE 6 : CALCUL D'INCERTITUDE – ESTIMATION DE LA  
TEMPÉRATURE AUX INTERFACES**



## NOTE DE CALCUL

**OBJET :** Montage CARLA, projet START-Cuve

**BUT :** Détermination de la température à l'interface des blocs et du lit de coke et l'incertitude associée

**Détermination de la température à l'interface des blocs et du lit de coke et de l'incertitude associée**

La température à l'interface d'un bloc et du lit de coke est obtenue en extrapolant le profil de température linéaire existant entre les deux derniers thermocouples avant d'atteindre la surface (niveaux 1 et 2Δ). Ainsi :

$$T_{int} = \frac{\Delta T}{\Delta z} \cdot \Delta z_{1\_int} + T_1$$

où :

$T_{int}$ :	Température à l'interface
$\Delta T$ :	$T_2 - T_1$
$\Delta z$ :	$z_2 - z_1$
$T_2$ :	Température au niveau 2
$T_1$ :	Température au niveau 1
$z_2$ :	Position du thermocouple au niveau 2
$z_1$ :	Position du thermocouple au niveau 1
$\Delta z_{1\_int}$ :	Distance entre niveau 1 et l'interface

Les valeurs de température et de position possèdent déjà une erreur associée qui a été calculée précédemment (section 6.2 et Note Calcul sur la conductivité thermique de la cathode). Cependant, le calcul de la distance entre le niveau 1 et l'interface doit faire l'objet d'un calcul supplémentaire. En effet :

## NOTE DE CALCUL

$$\Delta z_{1\_int} = z_{surf} - z_1$$

Ainsi, l'erreur sur  $\Delta z_{1\_int}$  se détermine en additionnant l'erreur sur l'élévation  $z_{surf}$  avec l'erreur sur la coordonnée  $z_1$ .

On obtient donc :

$$\delta \Delta z_{1\_int} = \sqrt{\delta z_{surf}^2 + \delta z_1^2}$$

et

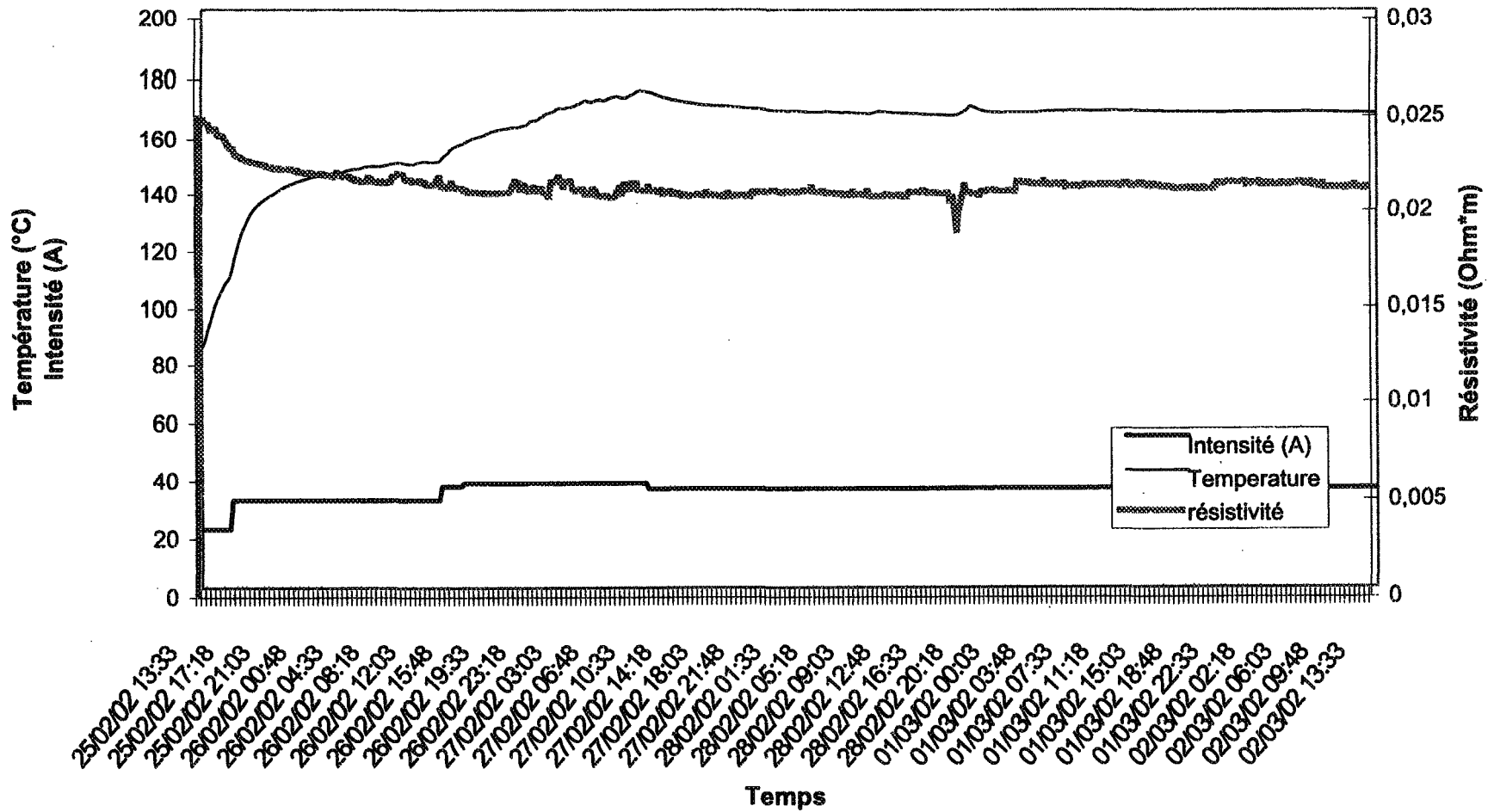
$$\delta \Delta T = \sqrt{\delta T_1^2 + \delta T_2^2}$$

$$\delta \Delta z = \sqrt{\delta z_1^2 + \delta z_2^2}$$

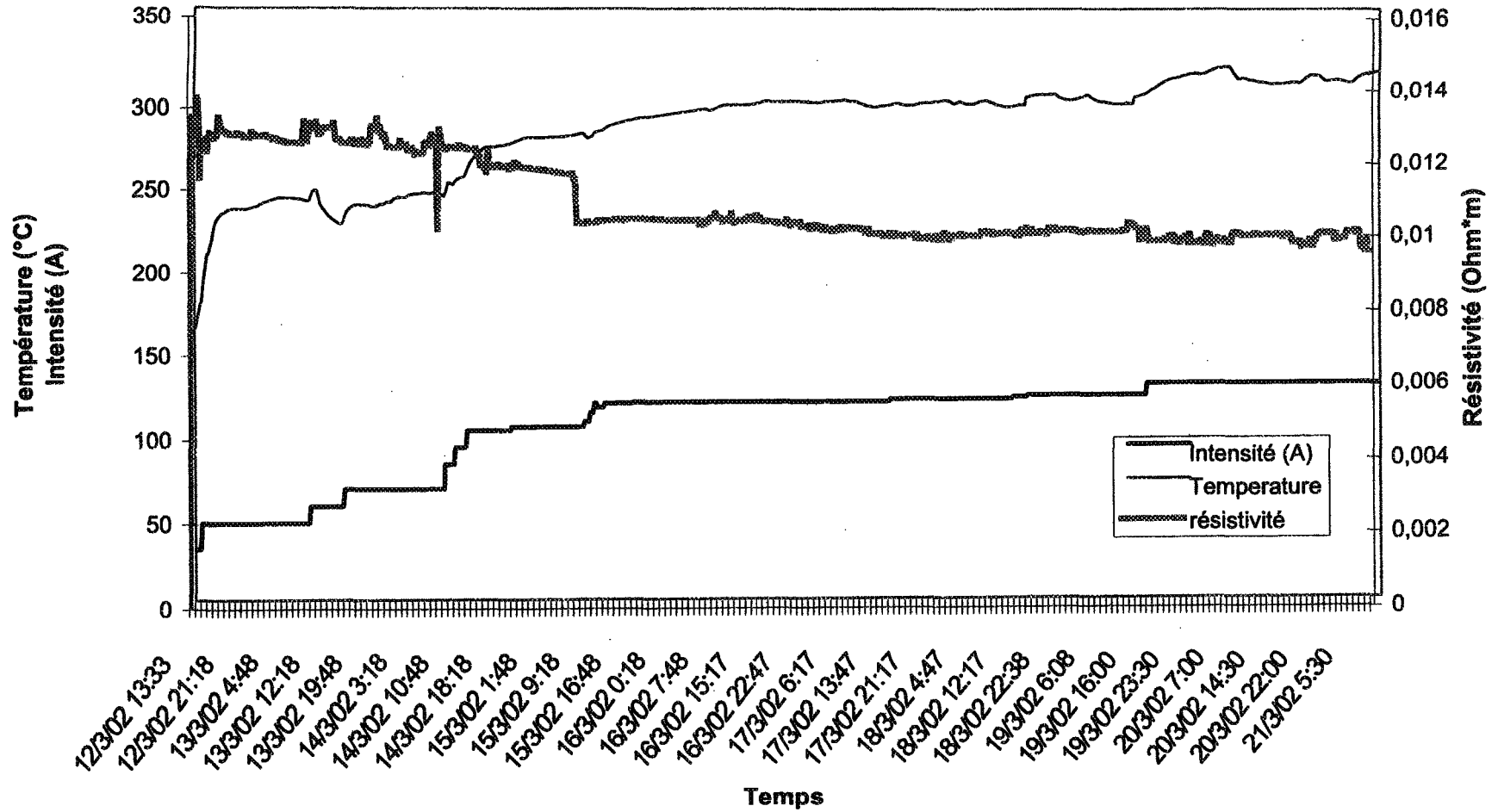
$$\delta T_{int} = \sqrt{\left[ \frac{\Delta T}{\Delta z} \cdot \Delta z_{1\_int} \cdot \sqrt{\left( \frac{\delta \Delta T}{\Delta T} \right)^2 + \left( \frac{\delta \Delta z}{\Delta z} \right)^2 + \left( \frac{\delta \Delta z_{1\_int}}{\Delta z_{1\_int}} \right)^2} \right]^2 + \delta T_1^2}$$

**ANNEXE 7 : GRAPHIQUES INTENSITÉ – TEMPÉRATURE –  
RÉSISTIVITÉ EN FONCTION DU TEMPS**

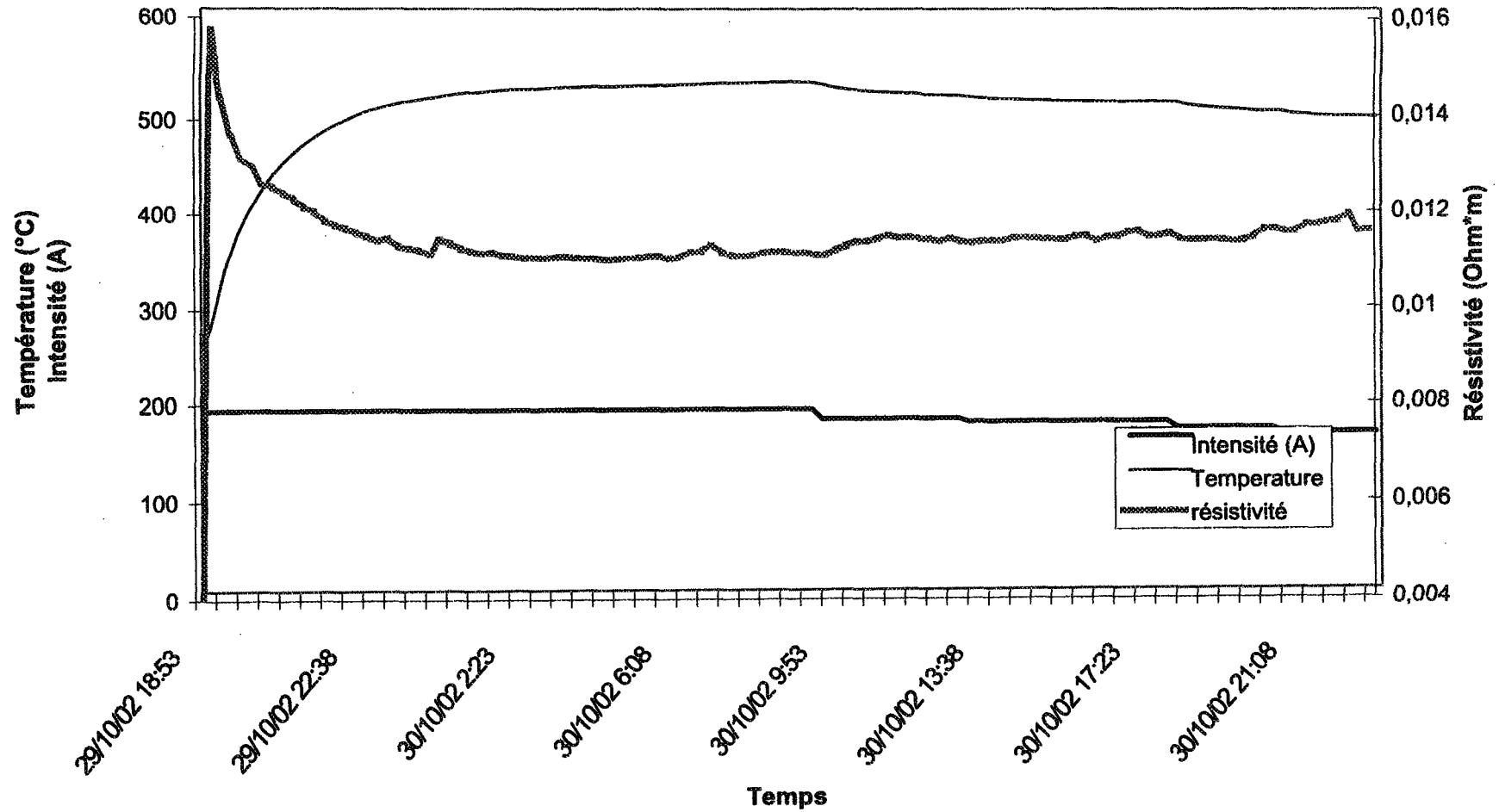
**Analyse de la résistivité en fonction de l'intensité du courant  
essai à 200°C avec 25,4 mm de coke**



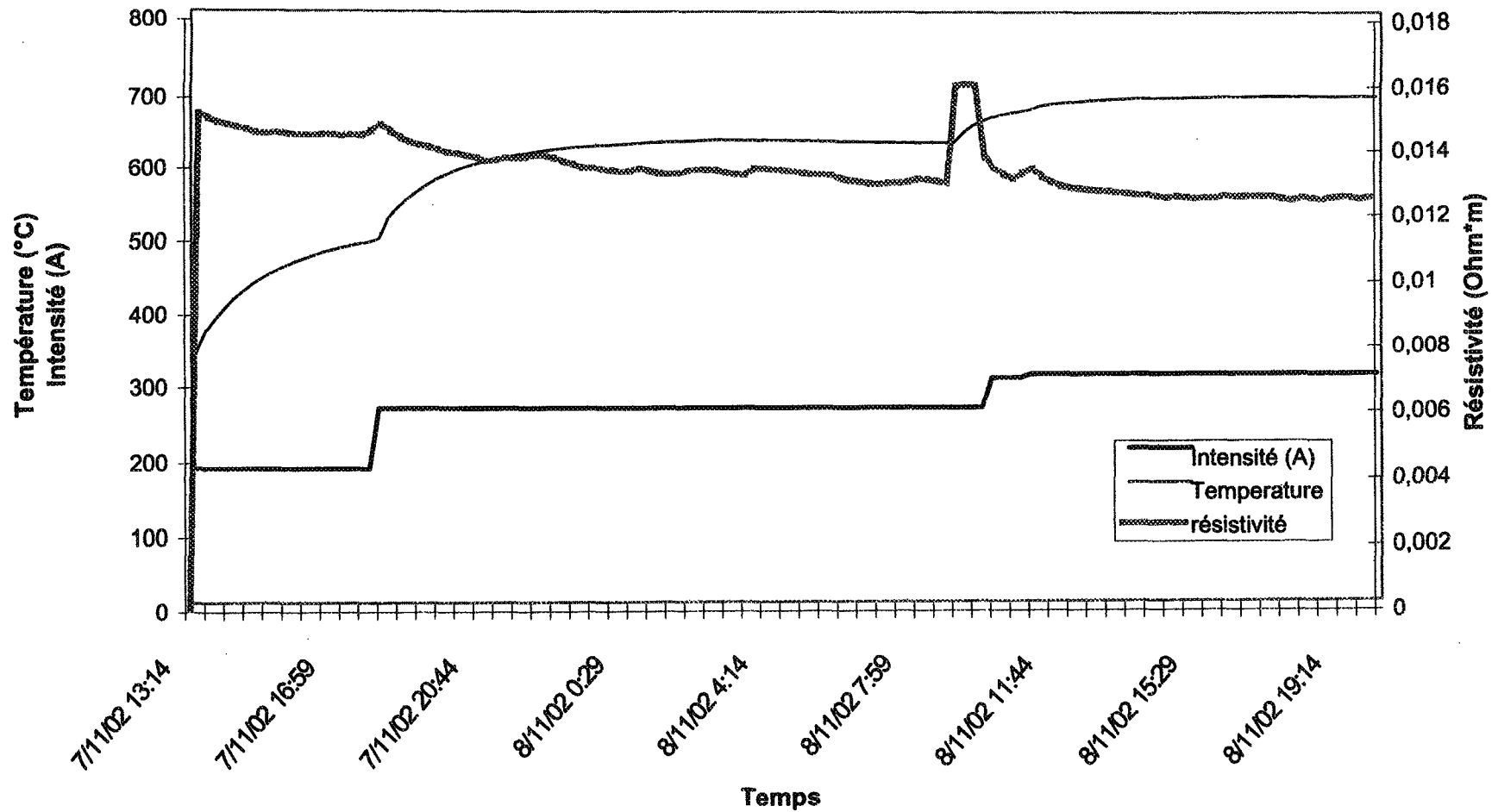
**Analyse de la résistivité en fonction de l'intensité du courant  
essai à 400°C avec 25,4 mm de coke**



**Analyse de la résistivité en fonction de l'intensité du courant  
essai à 600°C avec 25,88 mm de coke**



**Analyse de la résistivité en fonction de l'intensité du courant  
essai à 800°C avec 12,13 mm de coke**



# Résistivité

## Analyse de la résistivité en fonction de l'intensité du courant essai à 1000°C avec 24,77 mm de coke

