

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :
(A n'utiliser que pour les
commandes de reproduction).

2 480 137

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 80 07971

-
- (54) Lit fluidisé pour le traitement thermique de matériaux, notamment du verre.
- (51) Classification internationale (Int. Cl. 3). B 01 J 8/46; C 03 B 27/00; F 27 B 15/10; F 28 D 13/00.
- (22) Date de dépôt..... 9 avril 1980.
- (33) (32) (31) Priorité revendiquée :
- (41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande B.O.P.I. — « Listes » n° 42 du 16-10-1981.
-
- (71) Déposant : SAINT-GOBAIN VITRAGE, résidant en France.
- (72) Invention de : Jean-Marc Petitcollin.
- (73) Titulaire : *Idem* (71)
- (74) Mandataire : Saint-Gobain Recherche,
39, quai Lucien-Lefranc, 93304 Aubervilliers Cedex.
-

LIT FLUIDISE POUR LE TRAITEMENT THERMIQUE
DE MATERIAUX, NOTAMMENT DU VERRE.

La présente invention concerne la fluidisation de particules solides et plus précisément un diffuseur permettant d'obtenir dans le réacteur de fluidisation à la base duquel il est placé un lit fluidisé, homogène stable desdites particules solides.

5 Il est avantageusement utilisé pour effectuer dans le lit fluidisé homogène stable ainsi obtenu des traitements thermiques de matériaux, et plus particulièrement du verre, par exemple la trempe de feuilles de verre.

10 On sait que les lits de particules solides fluidisées au gaz peuvent être le siège d'échanges calorifiques très intenses, et qu'à ce titre ils sont bien adaptés aux traitements thermiques de matériaux, notamment du verre. On sait en particulier qu'en choisissant judicieusement les particules à fluidiser en fonction de leur taille, de leur masse volumique, de leur conductibilité thermique, on peut atteindre 15 des coefficients d'échange thermique tels que la trempe du verre y soit possible, c'est à dire de l'ordre de 100 à 500 kcal/h.m².° C.

En outre pour des particules solides données, le coefficient d'échange de chaleur est important lorsque le lit fluidisé est homogène, et, dans la limite de l'homogénéité du lit, d'autant plus important que 20 le débit de fluidisation est plus élevé; il passe par un maximum, puis chute dès que le lit devient hétérogène et qu'apparaissent les premières bulles, les bulles dans le lit ayant un double effet néfaste quant au coefficient de transfert thermique : elles créent de larges zones n'ayant que la conductivité du gaz et engendrent donc des discontinuités 25 du coefficient de transfert préjudiciables à la qualité du traitement

thermique, elles diminuent la surface effective d'échange entre fluide et solide.

Donc ainsi qu'il est déjà connu (WUITTIER - raffinage et génie chimique tome 2-1972; brevet BE845 473) il faut utiliser des lits homogènes pour effectuer des traitements thermiques, et pour un lit homogène le coefficient d'échange thermique est d'autant meilleur qu'on est plus près de l'expansion maximale du lit. D'après les travaux de Geldart (publication dans Powder technology 1973, sous le titre Types of gas fluidization) les particules solides aptes à fluidiser en un lit homogène sont celles appartenant à la classe A de Geldart, c'est à dire celles pour lesquelles $(P_s - P_f)$ à inférieur ou égal à 225.

P_s en g /cm³ étant la masse volumique du solide

P_f en g /cm³ étant la masse volumique du gaz de fluidisation
d étant le diamètre moyen des particules exprimé en microns.

Pour obtenir un lit homogène stable, il est proposé dans le brevet belge 845 473 déjà cité de fluidiser des particules, répertoriées dans la classe A de Geldart, dans un réacteur de fluidisation possédant un diffuseur qui introduit une forte perte de charge dans le circuit de l'air de fluidisation, une perte de charge supérieure à 60 %. Mais un tel diffuseur est relativement sophistiqué et coûteux, et il oblige à fournir l'air de fluidisation avec un surpresseur. La présente invention propose d'obtenir un lit fluidisé au gaz, homogène, stable, de particules solides en envoyant le gaz de fluidisation dans un réacteur de fluidisation au travers d'un diffuseur aussi simple que possible, et contrairement à l'art antérieur introduisant une faible perte de charge dans le circuit du gaz de fluidisation, ce qui permet de travailler en air simplement ventilé.

Le diffuseur permettant d'obtenir ces avantages est constitué par un support largement perforé surmonté d'un lit mort de particules présentant des aptitudes à la fluidisation inférieures à celles des particules à fluidiser. Ainsi, le support comprendra une plaque supérieure perforée, directement en contact avec le lit mort, une toile, par exemple de verre, et une plaque inférieure également perforée, du même type que la plaque supérieure, les trois éléments étant accolés.

Avantageusement on intercalera entre les deux plaques perforées inférieure et supérieure, et préférentiellement entre la toile et la plaque inférieure, un grillage supplémentaire à très forte aération.

Les plaques perforées pourront être des tôles de 3 à 5 mm d'épaisseur, percées de trous de 1 à 5 mm de diamètre suivant un pas de l'or-

dre de 15 mm. L'épaisseur du grillage intercalaire sera de même ordre de grandeur que l'épaisseur des tôles, 5 mm environ et son taux de vie sera important, au moins égal à 80 %.

Le lit mort sera constitué de granules de diamètre moyen compris entre une et quatre fois le diamètre moyen des particules du lit fluidisé. Par exemple, si l'on prend comme particules à fluidiser un support de catalyseur de cracking contenant 13 % d'alumine et 84 % de silice, de 60 microns de diamètre moyen, des granules de 200 microns conviendront. Nous emploierons désormais le mot "granule" pour désigner le solide divisé du lit mort et nous réserverons le mot "particule" pour le solide fluidisé.

Pour ce qui concerne la masse volumique, la ségrégation du solide fluidisé par rapport au solide du lit mort sera importante, s'il existe un rapport d'au moins 3 entre les masses volumiques des deux solides. Ainsi des granules de $4,5 \text{ g/cm}^3$ pourront servir de lit mort pour fluidiser des particules de $0,42 \text{ g/cm}^3$.

La hauteur de la couche de granules du lit mort ou fixe sera supérieure ou égale à 10 fois le diamètre moyen des dits granules.

Par ailleurs lorsqu'on voudra utiliser le lit fluidisé pour des traitements thermiques à haute température on emploiera des granules réfractaires pour réaliser le lit mort : ainsi des granules de zircon conviendront.

La haute température du lit pourra être obtenue par exemple par des résistances électriques immergées.

Un tel lit fluidisé pourra être utilisé pour des traitements thermiques du verre : céramisation, recuisson et en particulier pour la trempe du verre, verre mince notamment, c'est-à-dire ayant une épaisseur de 3 mm ou inférieure à 3 mm.

La présente invention sera maintenant décrite plus en détail en référence aux figures qui représentent :

- fig 1 : un schéma du réacteur de fluidisation,
- fig 2 : un schéma du système de chauffage du lit fluidisé par résistances électriques immergées,
- fig 3 : un schéma de lit fluidisé pour traitement thermique en plusieurs étapes.

La fig 1 montre un réacteur de fluidisation R formé d'une cuve 1 terminée à sa partie inférieure par un cône 2 d'alimentation en gaz de fluidisation, généralement de l'air, et d'un diffuseur D conforme à l'invention. Ce diffuseur D comporte un lit mort 3 de granules et un

support en au moins trois éléments : une plaque supérieure 4 en tôle par exemple d'épaisseur de 3 à 5 mm, perforée de trous par exemple de 1 à 5 mm de section moyenne suivant un pas de l'ordre de 15 mm, une toile de verre 5, une plaque inférieure 6, identique ou sensiblement identique à la plaque supérieure 4. Ces trois éléments du support sont accolés les uns aux autres et, préférentiellement, les deux plaques 4 et 6 sont décalées l'une par rapport à l'autre de façon que leurs trous soient quinconcés, évitant ainsi tout passage privilégié pour le gaz de fluidisation. Dans un mode de réalisation plus avantageux parce qu'il 10 supprime toute précaution de centrage des deux plaques 4 et 6, on ajoute un quatrième élément au support, préférentiellement entre la toile 5 et la plaque inférieure 6, sous la forme d'un grillage 7 présentant une forte aération, c'est à dire avec un taux de vide de l'ordre de 80 %. Ce grillage 7 aura une épaisseur du même ordre de grandeur que celle des 15 plaques 4 et 6. Comme précédemment, tous les éléments du support sont accolés. Les granules du lit mort ont des caractéristiques qui sont fonction des caractéristiques des particules 8 à fluidiser. Le diamètre moyen des granules doit être compris entre une et quatre fois le diamètre moyen des particules du lit fluidisé, et la masse volumique des 20 granules doit être au moins trois fois celle des particules à fluidiser. Ainsi la séparation entre granules et particules sera bonne et les granules pourront rester fixes en un lit mort alors que les particules seront fluidisées.

Pour avoir une distribution uniforme du gaz de fluidisation, qui 25 sera en général l'air, on utilisera une hauteur de lit mort au moins égale à 10 fois le diamètre moyen des granules qui le composent. Ainsi, lorsque pour obtenir d'une part des coefficients de transfert calorifiques permettant d'effectuer des traitements thermiques du verre, c'est que 30 pour 35 des coefficients de l'ordre de 100 à 500 kcal/h.m².°C, et d'autre part l'homogénéité du lit fluidisé, on choisit comme particules à fluidiser, conformément à la classification de Geldart, un support de catalyseur de cracking, c'est à dire des particules composées pour 13 % d'alumine, pour 84 % de silice et pour 3 % d'impuretés diverses, ayant un diamètre moyen de 60 microns, une masse volumique apparente de 0,42 g/cm³, on peut utiliser pour constituer le lit mort des granules 35 de diamètre moyen 200 microns, de masse volumique moyenne 4,5 g/cm³, sur une hauteur d'au moins 2 mm. Des essais de fluidisation dans un réacteur de fluidisation conforme à l'invention ont montré que, lorsqu'on augmente de façon importante la hauteur du lit mort, jusqu'à

25 cm, le supplément de perte de charge au travers du lit mort reste très faible pour des vitesses également faibles de l'air de fluidisation. Aussi lorsqu'on travaillera dans des réacteurs de fluidisation de section importante, on pourra augmenter dans de grandes proportions la 5 hauteur de lit mort de façon à faciliter l'étalement uniforme des granules qui le constituent sans modifier de façon notable les résultats et les conditions de fonctionnement. Lorsqu'on voudra travailler à haute température, les particules à fluidiser choisies en exemple seront bien adaptées puisqu'elles sont réfractaires.

10 Les granules du lit mort devront également être réfractaires ; du sable de zircon ayant les caractéristiques de granulométrie et de masse volumique mentionnées précédemment conviendra.

Des essais de fluidisation homogène d'un support de catalyseur de cracking dans un réacteur de fluidisation conforme à l'invention, 15 c'est à dire avec le support de lit mort tel que décrit, et avec 15 cm de sable de zircon pour constituer le lit mort, ont été réalisés dans des conditions énumérées ci-après, et ont donné les résultats suivants:

- section de fluidisation : 5600 cm^2
- vitesse d'air de fluidisation : $1,5 \text{ mm/s}$
- 20 - débit d'air de fluidisation : $3 \text{ normaux m}^3/\text{heure}$
- 85 cm de hauteur de particules fluidisées à froid en limite de bouillonnement
- lit homogène et stable
- perte de charge totale dans le support, le lit mort et le lit 25 fluidisé : 30 mm de mercure
- perte de charge au travers du diffuseur (support + lit mort) : 5 mm Hg soit 17 % de la perte de charge totale.

Dans les conditions de fonctionnement énumérées ci-dessus, on peut 30 perturber la couche du lit mort 3, par exemple par une forte augmentation momentanée du débit d'air, mais celle-ci redevient uniforme d'elle-même lorsque le débit d'air retrouve sa valeur initiale.

La fabrication de la partie support du diffuseur D ne pose aucun 35 problème, la régularité parfaite du perçage des plaques 4 et 6 n'est pas obligatoire, le décalage des deux plaques 4 et 6 l'une par rapport à l'autre n'est pas non plus nécessaire dans la mesure où le grillage 7 sépare lesdites plaques.

La toile de verre 5 empêche le pleurage des granules, ainsi on peut éviter tout dimensionnement précis des trous des plaques 4 et 6 en fonction de la taille des particules et des granules.

Le lit fluidisé ainsi obtenu pourra être aménagé pour être chauffé. On pourra chauffer par des brûleurs immergés mais on préférera, pour éviter les perturbations dans le lit, chauffer par des résistances électriques immergées.

5 Le réacteur de fluidisation de la fig 1 sera adapté comme montré à la fig 2 pour être chauffé. Ce réacteur possède une double enveloppe 11 qui renferme un matériau isolant du type vermiculite. Le diffuseur D' à la base de ce réacteur est du même type que celui décrit en relation avec la fig 1, c'est à dire constitué d'un support ayant une plaque supérieure perforée 14, une toile de verre 15, un grillage 17 à mailles carrées de 5 mm, une plaque inférieure 16 également perforée, tous les éléments étant accolés les uns aux autres, et d'un lit mort 13 de sable de zircon, de 24 cm de hauteur par exemple.

15 L'installation électrique de chauffage comporte deux résistances électriques 18 et 19 en forme de U, alimentées et régulées séparément. L'alimentation de celles-ci s'effectue sous une faible tension, et un fort ampérage, par ex 30 V et 700 à 900 ampères pour un réacteur de 0,60 m³ environ; il est utile de les choisir pour qu'elles débitent la puissance qu'on leur demande, mais à un niveau thermique élevé, par exemple 900°C. Chacune des résistances 18 et 19 est régulée en tout ou rien, les thermocouples de régulation 20, 21 plongés dans le lit fluidisé appartenant au circuit d'alimentation de chacune d'elles.

25 Un recouvrement 22 de la surface de réacteur de fluidisation, par exemple à l'aide d'un produit réfractaire en nappe, sera avantageusement prévu.

Des essais de fonctionnement d'un tel lit chauffé montrent que grâce au diffuseur D', à 500°C, la dispersion des températures au sein du lit n'est que de l'ordre de 10°C. Du fait de l'isolation fournie par le lit mort 13, la dépense en énergie pour le chauffage reste faible. 30 Du fait de la facilité de construction du diffuseur, des réacteurs de fluidisation de grandes dimensions peuvent être réalisés, dans lesquels des cycles complets de traitements thermiques de matériaux, du verre en particulier seront effectués, ainsi des traitements de céramisation du verre, des traitements de trempe de verre, de chauffage suivi de trempe du verre. On utilisera alors des réacteurs de fluidisation tels que montrés sur la fig 3, c'est à dire dont la longueur sera très importante devant la largeur, pour qu'entre deux points A et B situés à chaque extrémité, un écart de température soit possible. Avantageusement, pour accroître les écarts de température, on prévoira des chicanes

23 à l'intérieur du réacteur de fluidisation parallèlement aux petits côtés dudit réacteur . Du fait de l'isolation réalisée par le lit mort, le support de lit mort peut être d'une seule pièce et malgré les écarts de température ne pas se déformer, permettant ainsi une qualité constante de la fluidisation.

5 Avantageusement dans les réacteurs illustrés à chacune des fig . 1, 2 et 3 on pourra prévoir des paniers grillagés 24, de dimensions légèrement inférieures à celles du réacteur, introduits à l'intérieur, et permettant de retenir par exemple les morceaux de verre qui pourraient se briser et tomber lors d'un traitement.

10 Des essais de trempe de feuilles de verre, dans un lit fluidisé à l'air, stable et homogène de particules telles que déjà données en exemple, à savoir un support de catalyseur de cracking, obtenu dans un réacteur de fluidisation conforme à l'invention, ont été effectués et 15 ont donné des résultats satisfaisants. Ces essais ont été effectués sur différentes épaisseurs de verre 6, 5, 4, 3 et 2,3 mm à des vitesses de pénétration du verre dans le lit fluidisé de 100, 60, 30 cm/s, à des températures du verre à la sortie du four de réchauffage de 650, 640, 630, 620°C, le lit fluidisé étant maintenu à 250°C. On a constaté que 20 le degré de trempe du verre diminuait très légèrement en même temps que la vitesse de pénétration dans le lit ; mais cela semble dû uniquement au temps plus long à faible vitesse pour transférer le verre du four au lit fluidisé. On a constaté qu'une vitesse de pénétration lente du volume dans le lit fluidisé permettait de diminuer considérablement la 25 compression du bord d'attaque dudit volume. Ainsi, avec une vitesse de 30 cm/s, on peut tremper sans les casser des feuilles présentant des défauts de bord de la taille de ceux visibles seulement au polariscope. Les volumes trempés restent très droits, non déformés et leur état de surface est bon. On a également constaté que la température du verre à 30 la sortie du four de réchauffage devait être supérieure à 620°C, et que parmi les températures expérimentées, 650°C était la plus satisfaisante.

Les niveaux de contraintes de surface au centre du volume pour différentes épaisseurs du verre sont donnés dans le tableau suivant :

35	Epaisseur du verre en mm	Contrainte en MN/m ²
	6	160
	5	140
	4	110
	3	90
	2,3	70

L'invention a été exposée en prenant comme exemples de particules et de granules du lit mort respectivement un support de catalyseur de cracking à 13 % de Al_2O_3 et 84 % de SiO_2 et un sable de zircon de 200 microns de granulométrie, mais elle peut également être mise en oeuvre avec d'autres solides. Pour les particules à fluidiser il faut qu'elles appartiennent à la classe A de Geldart, et qu'elles aient une conductivité thermique qui assure des coefficients d'échange compris entre 100 et 500 kcal/h.m².°C. Ainsi du Ni pulvérulent pourra convenir, également différents aluminosilicates.

REVENDICATIONS

1. Diffuseur de réacteur de fluidisation au gaz, en particulier à l'air, permettant d'obtenir dans ledit réacteur une fluidisation homogène stable de particules solides aptes à être fluidisées de façon homogène, caractérisé en ce qu'il introduit une faible perte de charge sur le trajet du gaz de fluidisation.
- 5 2. Diffuseur selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il est formé d'un support perforé et d'une couche fixe d'un solide divisé présentant des aptitudes à la fluidisation inférieures à celles des particules à fluidiser.
- 10 3. Diffuseur selon la revendication 2, caractérisé en ce que le support perforé et la couche fixe de solide divisé sont tels que la perte de charge qu'ils introduisent est inférieure à 30 % de la perte de charge totale subie par le gaz de fluidisation dans l'ensemble du réacteur de fluidisation.
- 15 4. Diffuseur selon la revendication 3, caractérisé en ce que le support perforé et la couche fixe de solide divisé introduisent une perte de charge de l'ordre de 17 % de la perte de charge totale subie par le gaz de fluidisation dans l'ensemble du réacteur de fluidisation.
- 20 5. Diffuseur selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le support est formé d'au moins trois éléments : une plaque supérieure largement perforée, une toile de verre, une plaque inférieure également largement perforée, les différents éléments étant accolés.
- 25 6. Diffuseur selon la revendication 5, caractérisé en ce que les plaques inférieures et supérieures sont des tôles de 3 à 5 mm d'épaisseur.
- 30 7. Diffuseur selon d'une quelconque des revendications 5 ou 6, caractérisé en ce que les plaques inférieures et supérieures sont perforées de trous de 1 à 5 mm de diamètre répartis en un réseau à pas de 15 mm.
- 35 8. Diffuseur selon la revendication 7, caractérisé en ce que les réseaux de trous des deux plaques sont décalés d'un demi pas.
9. Diffuseur selon l'une quelconque des revendications 5 à 7, caractérisé en ce qu'il comporte en outre entre la toile de verre et la plaque perforée inférieure un grillage intercalaire.
- 35 10. Diffuseur selon la revendication 9, caractérisé en ce que le grillage a de 3 à 5 mm d'épaisseur et en ce qu'il présente un taux de vide d'au moins 80 %.

10

11. Diffuseur selon l'une quelconque des revendications 9 ou 10, caractérisé en ce que le grillage est à mailles carrées de 5 mm.

12. Diffuseur selon l'une quelconque des revendications 2 à 11, caractérisé en ce que la couche fixe de solide divisé est constituée 5 de granules ayant un diamètre moyen compris entre une et quatre fois le diamètre moyen des particules à fluidiser, et ayant une masse volumique au moins 3 fois supérieure à la masse volumique des particules à fluidiser.

13. Diffuseur selon la revendication 12, caractérisé en ce que la 10 couche fixe de solide divisé a une épaisseur au moins égale à 10 fois le diamètre moyen des granules qui le constituent.

14. Diffuseur selon la revendication 13, caractérisé en ce que les granules de la couche fixe sont réfractaires.

15. Application du diffuseur selon l'une quelconque des revendications précédentes à la réalisation d'un lit fluidisé homogène et stable pour le traitement thermique de matériaux, notamment la céramisation, la trempe, le chauffage et la trempe du verre, caractérisé en ce que les particules fluidisées sont telles que le produit $(\rho_s - \rho_f) d$ est inférieur à 225, que le coefficient d'échange thermique 20 du lit est compris entre 100 et $500 \text{ kcal}/\text{h} \cdot \text{m}^2 \cdot ^\circ\text{C}$.

16. Application selon la revendication 15, caractérisée en ce que les particules du lit fluidisé sont constituées par un support de catalyseur de cracking à 84 % de silice et à 17 % d'alumine, ayant 60 microns de diamètre moyen, $0,42 \text{ g}/\text{cm}^3$ de masse volumique, et en ce que 25 les granules fixes du diffuseur sont du sable de zircon ayant 200 microns de diamètre moyen, $4,5 \text{ g}/\text{cm}^3$ de masse volumique, formant une couche de 2 mm à 25 cm d'épaisseur.

17. Procédé de trempe de feuilles de verre dans un lit fluide homogène stable de particules, caractérisé en ce qu'on descend les feuilles de verre réchauffées à plus de 620°C et préférentiellement 650°C 30 dans le lit chauffé à environ 250°C , avec une vitesse de $30 \text{ cm}/\text{s}$, les particules fluidisées présentant un coefficient d'échange thermique compris entre 100 et $500 \text{ kcal}/\text{m}^2 \cdot \text{h} \cdot ^\circ\text{C}$ et leur produit $(\rho_s - \rho_f) d$ étant inférieur à 225.

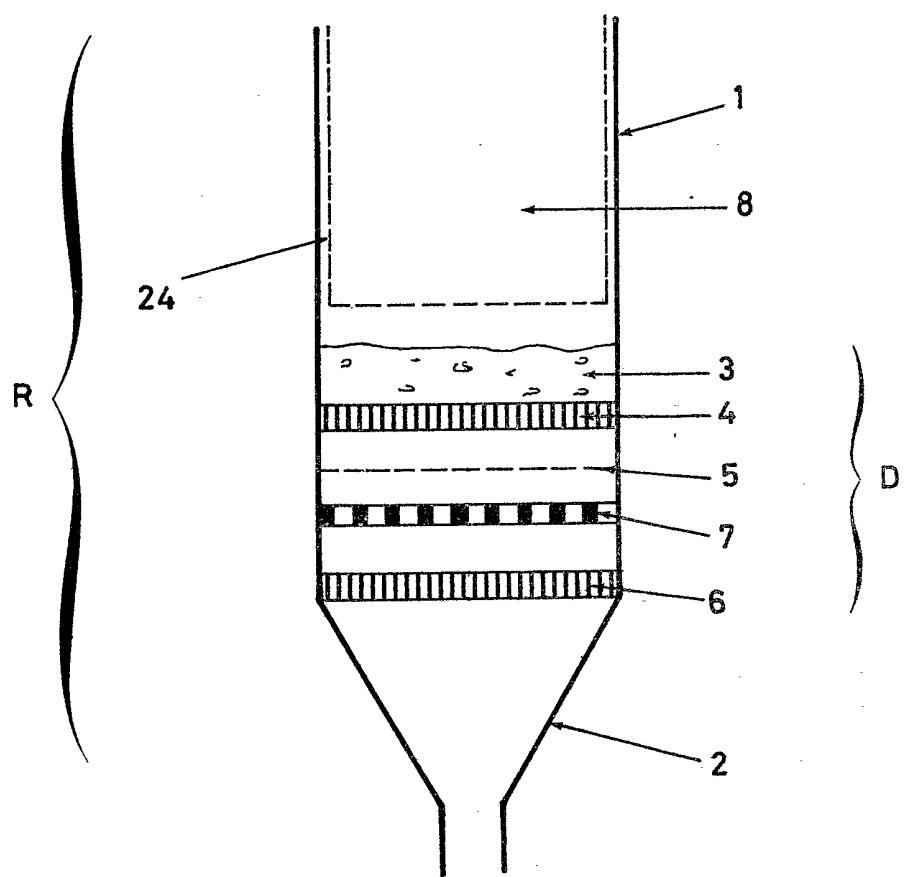


Fig. 1

