

CARACTERISATION DES PROPRIETES DES SUIES GENEREES PAR UN MINICAST DIESEL ET COMPARAISON A DES SUIES DE MOTEUR DIESEL

M. DAOUDI^{*1,2}, G. LEFEVRE¹, P. SCHIFFMANN¹, M. LECOMPTE¹, A. FROBERT¹,
S. RAUX¹, A. FACCINETTO², P. DESGROUX²

¹IFP Energies Nouvelles, 1 et 4 Avenue du Bois Préau, 92852 Rueil - Malmaison, France

²Univ. Lille, CNRS, UMR, 8522 – PC2A – Physicochimie des Processus de Combustion et de l'Atmosphère, F-59000 Lille, France

*Courriel de l'orateur : mouad.daoudi@ifpen.fr

TITLE

Characterization of soot properties generated with a Diesel *miniCAST* and comparison with Diesel engine soot

ABSTRACT

Engine combustion is one of the main contributors to fine particle emissions in urban areas. In order to control these emissions, new sensor technologies are necessary in order to measure size and number of particulate under on road driving conditions. For this purpose, representative laboratory soot generators are needed. The propane fuel *miniCAST* soot generator has been the standard for these development purposes and has been extensively characterized. Yet, the device is limited to a single fuel, coming with the inherent weakness of mimicking partially particles for real customer grade liquid fuels such as Diesel and Kerosene. This study aims to characterize the liquid fueled *miniCAST 5201 D* in terms of operating range, production stability and the morphological properties of the particles produced under controlled laboratory conditions.

RESUME

Les émissions particulaires de suie, issues des moteurs, sont l'un des principaux contributeurs aux émissions de particules fines dans les zones urbaines. Afin contrôler ces émissions, savoir mesurer la taille des particules et leur concentration en conditions réelles de roulage est nécessaire, requérant de nouvelles technologies de capteur. Dans ce but, disposer de générateurs de suie représentatifs revêt un grand intérêt. Le générateur de suie *miniCAST* à base de propane a longtemps été utilisé à ces fins et a été largement caractérisé. Cependant, le dispositif est limité à un seul carburant, avec la faiblesse inhérente de n'imiter que partiellement les particules de suie pour des carburants liquides tels que le Diesel et le Kérosène. Le but de cette étude est de caractériser le *miniCAST 5201 D* à combustible liquide en termes de gamme de fonctionnement, de stabilité de production et de morphologie des particules qu'il génère dans des conditions de laboratoire contrôlées.

KEYWORDS: miniCAST, Diesel soot, Morphology/ **MOTS-CLÉS :** miniCAST, Particules de suie Diesel, Morphologie

1. DISPOSITIF EXPERIMENTAL

Afin de mener cette étude de caractérisation, une ligne d'échappement est mise en place au sein des laboratoires de l'IFPEN. Grâce au générateur de suie *miniCAST 5201 D* (Jing Ltd 2019) à base carburant Diesel B7, les particules de suies sont générées sur différents points de fonctionnement, dénommés par **OP**. Ces derniers sont choisis en réglant les débits de carburant, d'air d'oxydation et d'air de mélange, permettant d'obtenir une richesse globale donnée. La richesse globale ϕ d'un point de fonctionnement du *miniCAST* est définie par: _____, où _____ correspondent respectivement aux débits massiques de carburant et d'air utilisés (*exp*) et ceux en conditions stœchiométriques (*st*). La dilution des agrégats peut se faire dans un premier temps grâce à une dilution interne du *miniCAST* qui a été modifiée pour être contrôlée par un débitmètre externe permettant une dilution soit à l'air soit à l'azote. Ensuite, un deuxième niveau de dilution avec de l'air peut être utilisé afin de contrôler la concentration en nombre de particules. Au bout de cette ligne une hotte d'extraction est utilisée permettant d'opérer la ligne à pression atmosphérique. Cela a permis de mieux stabiliser la flamme du générateur de suie. Le long de cette ligne, plusieurs points d'extraction sont utilisés pour permettre la réalisation de prélèvements et/ou de mesures de température (voir Figure 1). La ligne d'échappement décrite ci-dessus est dotée de plusieurs appareils de mesure permettant de caractériser les agrégats produits par le *miniCAST*. Il s'agit de :

- *Scanning Mobility Particle Sizer (SMPS)* : composé d'un neutraliseur à rayon X (3088, TSI), d'une colonne DMA longue (Differential Mobility Analyzer) (3080, TSI) et d'un CPC (Condensation Particle Counter) (3756, TSI) afin de mesurer les distributions de taille exprimées en diamètre de mobilité électrique ;
- *Pegasor Particle Sensor (PPS-M)* afin de suivre en temps réel la concentration en nombre des agrégats produits ;

- Capteur *ELEMENTS* (Embeddable Emissions Measurement System) : permettant de mesurer des spectres d'extinction dans la gamme UV-VIS-NIR, par l'intermédiaire d'une cellule d'extinction ;
- Grille *Au Holey Carbon* film, 400 mesh, Agar Scientific: servant de grille de dépôt de suies pour une analyse morphologique par microscopie électronique en transmission (*TEM*) ;
- *Catalytic Stripper*, CS 015 (Catalytic Instruments) : opéré à 350 °C et permettant d'enlever par oxydation les espèces organiques volatiles ;

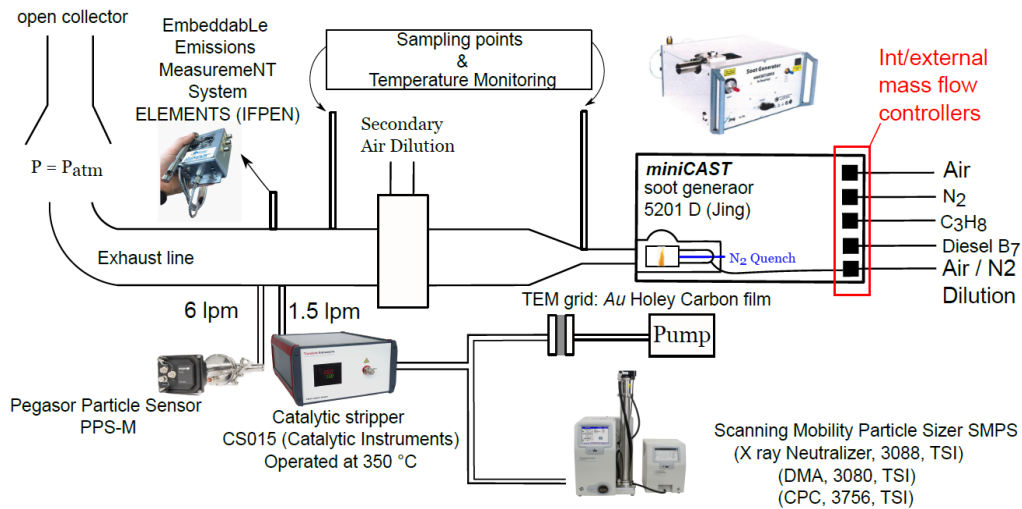


Figure 1. Dispositif expérimental

2. RESULTATS

2.1. Stabilité et reproductibilité

La stabilité et la répétabilité de production de suie avec le générateur *miniCAST* à base de carburant Diesel ont été investiguées lors de deux campagnes de mesure espacées d'une durée d'un an. Sur plusieurs points de fonctionnement, après 10 à 15 minutes de fonctionnement, l'appareil atteint un état de génération de suie stable (sur plus de 40 minutes) avec des coefficients de variance entre 12 et 33 %. Notons tout de même que pour une longue durée d'utilisation continue (> 4 heures), une diminution

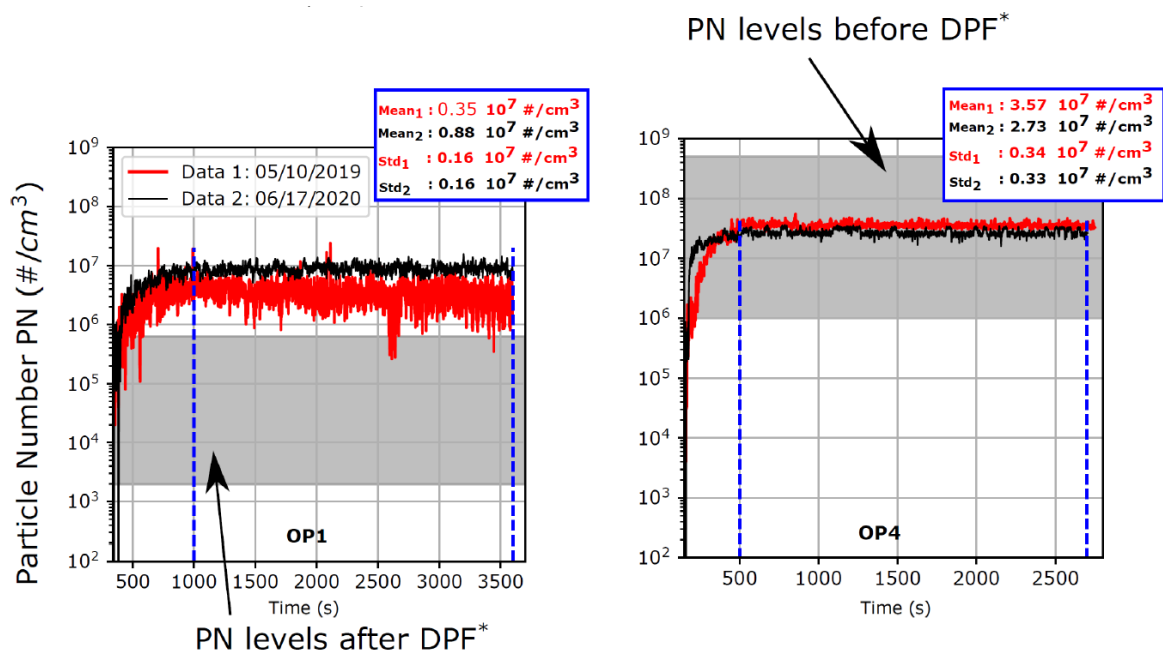


Figure 2. Stabilité et reproductibilité de production de suie par *miniCAST 5201 D* à un taux de dilution 1:9.5, pour deux points de fonctionnement: à gauche OP1 ($\phi = 0.191$) et à droite OP4 ($\phi = 0.334$). * En gris, données issues de Kittelson et al (2005) et Ko et al (2016).

ponctuelle de la production des suies a été constatée sans pouvoir en identifier la cause. La Figure 2. illustre la stabilité et la répétabilité de cette production de suies sur deux points de fonctionnement OP1 ($\phi = 0.191$) et OP4 ($\phi = 0.334$) avec un taux de dilution 1:9.5. Bien que les concentrations en nombre observées sont assez stables, une différence test à test d'en moyenne +/- 50 % a été observée (voir Figure 2. gauche (OP1)). Des gammes de concentrations en nombre observées en sortie d'échappement avant et après *DPF* (*Diesel Particle Filter*), issues des travaux de Kittelson et al (2005) et Ko et al (2016) sont reportées sur la Figure 2. Il semble qu'avec ce générateur de suies des concentrations similaires à celles observées avant *DPF* peuvent être obtenues. Ensuite, moyennant des taux de dilution plus importants, il est possible de générer des concentrations en nombre de particules du même ordre que celles observées après *DPF*.

2.2. Distributions de taille

Les distributions de taille, obtenues par *SMPS*, sur les différents points de fonctionnement explorés sont de type monomodal avec un diamètre de mobilité électrique variant entre 26 et 100 nm. Ces distributions de taille, normalisées et approchées par une loi log-normale, illustrées par la Figure 3. montrent une polydispersion de taille qui varie également d'un point de fonctionnement à un autre. Globalement, il a été observé que l'écart-type géométrique, traduisant cette polydispersion, varie entre 1,5 et 1,8 sauf pour la condition opératoire la plus pauvre OP5 ($\phi = 0,174$) qui semble avoir une distribution de taille plus étalée. Comparé à une distribution de taille d'agrégats de moteur Diesel, issues des travaux de Rodríguez-Fernández et al (2017), donnée ici à titre d'exemple, le *miniCAST* à base de carburant Diesel semble pouvoir fournir des distributions de taille cohérentes avec celles d'agrégats issus de moteurs Diesel.

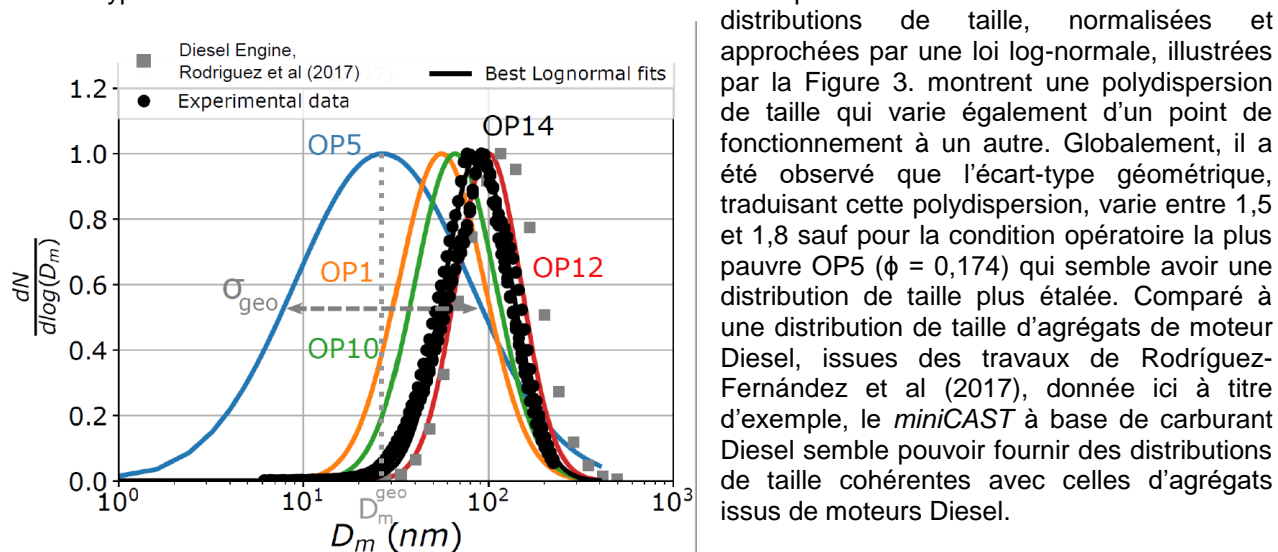


Figure 3. Distributions de taille normalisées

3. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Le générateur de suie *miniCAST* à base de propane a longtemps été utilisé pour générer des particules de suie et a été largement caractérisé (Moore et al 2014; Ess et Vasilatou 2019). Cependant, celui-ci est limité à un seul carburant, avec la faiblesse inhérente de n'imiter que partiellement les particules de suie pour des carburants liquides tels que le Diesel. Des agrégats de suie générés à partir d'un *miniCAST* à base de carburant Diesel sont caractérisés en termes de distribution de taille, sur une gamme de points de fonctionnement couvrant des richesses globales entre 0,174 et 0,389. Les distributions de taille obtenues, exprimées en diamètre de mobilité électrique, sont similaires à celles d'agrégats de suies de moteur Diesel. Grâce à une analyse morphologique réalisée à partir d'images *TEM* non présentées dans ce document, il semblerait qu'avec ce dispositif de production de suies, des agrégats ayant différentes morphologies soient obtenus, avec des diamètres de particule primaire variant entre 12 et 30 nm ainsi qu'une dimension fractale variant entre 1,6 et 2,2. Ces gammes de variation sont en cohérence avec des données morphologiques d'agrégats de suie de moteur Diesel, où le diamètre de sphérule primaire et la dimension fractale varient respectivement entre 10 et 40 nm et entre 1,5 et 2,3 (Lapuerta et al 2020). D'autre part, ce générateur de suies parvient à produire des suies de manière stable et assez reproductible. Les niveaux de concentration en nombre obtenues sont comparables avec ceux observés pour des moteurs Diesel, avec des distributions de taille également cohérentes avec ceux observées pour des moteurs Diesel. Par ailleurs, pour une meilleure compréhension de la nature des agrégats produits par cet appareil, des analyses de composition chimique, par *Time of Flight Secondary Ion Mass Spectrometry (ToF-SIMS)* par exemple, peuvent être réalisées.

Ess, Michaela N., and Konstantina Vasilatou. "Characterization of a new miniCAST with diffusion flame and premixed flame options: Generation of particles with high EC content in the size range 30 nm to 200 nm." *Aerosol Science and Technology* 53.1 (2019): 29-44.

Jing Ltd, 2019. Cast combustion aerosol standard.

Kittelson, David B., et al. "Influence of a catalytic stripper on the response of real time aerosol instruments to diesel exhaust aerosol." *Journal of Aerosol Science* 36.9 (2005): 1089-1107.

- Ko, Jinyoung, et al. "Effect of active regeneration on time-resolved characteristics of gaseous emissions and size-resolved particle emissions from light-duty diesel engine." *Journal of Aerosol Science* 91 (2016): 62-77.
- Lapuerta, Magín, José Rodríguez-Fernández, and Jesús Sánchez-Valdepeñas. "Soot reactivity analysis and implications on diesel filter regeneration." *Progress in Energy and Combustion Science* 78 (2020): 100833.
- Moore, Richard H., et al. "Mapping the operation of the miniature combustion aerosol standard (Mini-CAST) soot generator." *Aerosol Science and Technology* 48.5 (2014): 467-479.
- Rodríguez-Fernández, José, Magín Lapuerta, and Jesús Sánchez-Valdepeñas. "Regeneration of diesel particulate filters: effect of renewable fuels." *Renewable Energy* 104 (2017): 30-39.