DISTRIBUTION DE LA RETENTION DYNAMIQUE DE LIQUIDE DANS UNE COLONNE A EMPILAGE : COMPARAISON DES RESULTATS OBTENUS PAR TOMOGRAPHIE A RAYONS X ET PAR TOMOGRAPHIE ELECTRIQUE CAPACITIVE

D. Toye, P. Scheen, M. Crine, G. L'Homme et P. Marchot, LGC, ULG, Liège

INTRODUCTION

Quoique l'on puisse considérer l'absorption gaz-liquide en lit fixe comme une technologie des mieux établie, la compréhension des phénomènes se produisant à l'intérieur d'une colonne d'absorption reste en partie inadéquate et par conséquent représente un obstacle significatif au développement des équipements. Lorsque les vitesses superficielles des phases fluides qui s'écoulent à contre courant dans l'empilage atteignent une valeur suffisante, les interactions entre ces phases deviennent importantes et la courbe de perte de charge du gaz de même que celle de la rétention du liquide montre un changement de pente. Ces conditions correspondent au point de charge. Si ces vitesses superficielles s'accroissent encore, le liquide ne peut plus s'écouler et l'on assiste au phénomène d'engorgement. La prédiction des points de charge et d'engorgement repose sur l'utilisation, souvent hasardeuse, de corrélations empiriques.

Il paraît clair que la maldistribution du liquide tant à l'échelle de l'élément de garnissage qu'a l'échelle de la colonne (mauvais distributeur par exemple) doit influencer fortement les phénomènes de charge et d'engorgement. Le développement et la validation de modèles prédictifs basés sur une approche numérique restent cependant conditionnés par l'accès à une information expérimentale collectée à des échelles d'espace et de temps convenables. A l'heure actuelle, aucune technique individuelle ne permet de couvrir ces différentes échelles.

La tomographie à rayons X est une technique de mesure non intrusive qui permet de reconstruire par rétro projection linéaire filtrée, la carte de la distribution des rétentions des phases dans une section droite. Elle possède une bonne résolution spatiale ($\approx 0.1\%$ du diamètre de la colonne) mais une faible résolution temporelle, le balayage d'une section de colonne prenant ≈ 180 s. Elle ne peut donc rendre compte qu'en moyenne des fluctuations de rétentions qui doivent se manifester à partir du point de charge.

La tomographie capacitive est une technique de mesure non intrusive qui possède une meilleure résolution temporelle, l'acquisition des mesures d'une section droite pouvant se faire jusques à 50 Hz. Malheureusement le problème de reconstruction de l'image de la distribution de la permittivité repose sur l'utilisation de la rétro projection linéaire et ne fournit que des résultats très approximatifs, ce d'autant que les permittivités des phases à détecter sont différentes.

L'idée générale sous-tendant nos travaux est de fusionner les informations expérimentales de ces deux techniques. Plus modestement, la présente communication compare les mesures de rétentions de liquide obtenues par les deux techniques sur deux colonnes d'absorption de même diamètre (0.3 m) chacune remplie par le même empilage cascade miniring #1A CMR en polypropylène, pouvant fonctionner dans des conditions de débits assez proches.

DESCRIPTION DU DISPOSITIF EXPERIMENTAL

La colonne (fig. 1) auscultée par le tomographe à rayons X (Balteau-Schlumberger, B) est réalisée en plexiglas, matériau qui n'absorbe pas trop le rayonnement et permet des observations visuelles sur l'écoulement proche de la paroi. L'ensemble source (160 kV) – détecteur (1024 photodiodes) effectue une rotation continue complète autour de la colonne en 180 s. Il est décrit en détails avec les procédures d'étalonnage dans D. Toye et al.(1996).



Figure 1 : Dispositif expérimental avec le tomographe à rayons X

La vitesse superficielle du liquide qui est recyclé, peut atteindre 85 mh⁻¹, tandis que la vitesse superficielle du gaz peut atteindre 7.86 Nm³/m² s ce qui correspond à un facteur F_G de 8.61 Pa^{1/2}. Un soin particulier a été apporté à la conception de l'amenée du gaz en pied de colonne afin qu'il soit bien distribué et d'éviter l'engorgement dans les canalis ations d'entrée qui sont évidemment de diamètre inférieur à celui de la colonne.

Le tomographe capacitif (fig. 2), PTL300 (Process Tomography Lld, GB), possède 12 électrodes de $\approx 5 \times 7$ cm², permettant de réaliser 66 mesures indépendantes de capacité. Elles sont placées à l'extérieur de la colonne qui est en pyrex. Les électrodes sont fabriquées par photolithographie sur une feuille de plastique souple recouverte de cuivre. Des électrodes de garde, de 12 cm de haut et de même largeur que les électrodes de mesure sont placées au dessus et en dessous de ces dernières et portées au même potentiel. On tente ainsi de confiner le champ électrique sur la hauteur des électrodes de mesure. Extérieurement, une feuille de cuivre séparée des électrodes par 0.5 cm d'air, assure un blindage contre les parasites. Le principe de la mesure consiste à porter une électrode dite « test » à 15 V et les autres à la terre. Les capacités entre l'électrode test et les autres sont alors mesurées et le processus est répété pour une autre électrode test. Les capacités à mesurer sont très faibles (10^{-15} F) . A titre indicatif, la capacité des câbles de mesures est de plusieurs ordres de grandeur plus élevée.



Figure 2 : Dispositif expérimental avec le tomographe capacitif

Le liquide est recyclé par une pompe volumétrique produisant une vitesse superficielle maximale de 142 mh⁻¹. Son débit est stable dans le temps et est contrôlé par un débitmètre à induction magnétique. En pied de colonne, le niveau de liquide dans le séparateur est mesuré par un capteur de pression differentiel. Il est contrôlé en utilisant une pompe volumétrique commandée par un contrôleur PID implémenté dans le logiciel LabView 5.0.1. Cette pompe renvoie le liquide dans une recette de 0.4 m³ qui est équipée d'un échangeur de chaleur à serpentin et d'un agitateur, dispositif qui contrôle la température du liquide à 1° C près. Le gaz est circulé par une soufflante dont le débit est régulé et permet d'atteindre une vitesse

superficielle maximale de 0.9 Nm^3/m^2 s, ce qui correspond à F_G égal à 1. Un distributeur de gaz situé sous la grille soutenant l'empilage est constitué par un cylindre d'acier inox horizontal percé de 6 orifices de 2.5 cm localisés le long d'une génératrice et dirigeant le gaz vers le bas.

RESULTATS

1 Alimentation uniforme

Les résultats présentés ici sont limités à un facteur F_G de 0.9 $Pa^{0.5}$, valeur limite de l'installation capacitive. Dans ces conditions, les mesures réalisées semblent toutes se situer en dessous voire à la limite du point de charge. Dans ce cas, on sait que l'influence de la vitesse superficielle du gaz sur la rétention du liquide est faible.

La figure 3 compare les valeurs des rétentions dynamiques de liquide obtenues par trois méthodes : tomographie capacitive, tomographie à rayons X et empotement.



Figure 3 : comparaison de la rétention liquide mesurée par tomographie RX, tomograhie capacitive et par empotement, à débit de gaz nul

L'accord est satisfaisant surtout si l'on considère la figure 4 dans laque lle on a reporté les résultats de ces rétentions calculés par les corrélations de Stichlmair et al. (1989), Mackowiak (1991), Billet (1995) et Piché et al. (2001). On note cependant que la variation de rétention en fonction de la vitesse superficielle donnée par la tomographie capacitive semble plus élevée.



Figure 4 : comparaison de la rétention liquide mesurée par tomographie capacitive et obtenue par diverses corrélations, à débit de gaz nul

La suite des figures 5,6,7 (débit de gaz nul) montre les images obtenues à partir des mesures capacitives en utilisant la méthode très approximative de rétroprojection linéaire en fonction de la vitesse superficielle du liquide à débit de gaz nul.



Figure 5 : image de la rétention liquide par tomographie capacitive à $u_l = 50$ m/h



Figure 6 : image de la rétention liquide par tomographie capacitive à $u_l = 90$ m/h



Figure 7 : image de la rétention liquide par tomographie capacitive à $u_l = 130$ m/h

On remarque bien l'accroissement de rétention moyenne, mais ces images tendent à faire croire que le liquide s'écoule préférentiellement à la paroi, ce qui n'est expérimentalement pas vérifié. Ceci résulte de l'utilisation d'une méthode de reconstruction linéaire utilisée sur une gamme de permittivité trop large. Ce fait est connu (Shi Liu et al. 2002), des méthodes itératives de correction existent mais ne convergent pas dans le cas de très fortes non linéarités. Cependant, il semble possible de travailler dans une gamme de permittivité plus

faible en modifiant la méthode de calibration. On notera enfin que les résultats de la tomographie présentent un contenu temporel potentiellement intéressant, surtout au voisinage du point de charge, qui n'a pas encore été exploité.

2 Alimentation non uniforme

Celle-ci est obtenue en obturant 6 des neuf orifices du distributeur de liquide dont un schéma très simplifié est donné à la figure 8a. La vitesse superficielle du liquide est de 30 mh⁻¹. La figure 8b donne l'image correspondante reconstruite par le tomographe capacitif. Celle ci montre bien la présence d'une maldistribution . Une maldistribution du même genre est simulée de la même manière sur la colonne scannée par rayons X. La figure 9a montre un schéma simplifié du distributeur dont on a obturé 6 orifices. La figure 9b montre la reconstruction de la rétention de liquide obtenue par le tomographe. Celle ci est très détaillée, on peut y reconnaître la forme des éléments de garnissage. Cette image rend bien compte de la maldistribution imposée.



Figure 8a : schéma du distributeur liquide en tomographie capacitive



Figure 8b : image de la maldistribution en tomographie capacitive









Figure 9b : image de la maldistribution en tomographie RX

CONCLUSIONS

La difficulté du problème, in fine, l'étude des maldistributions aux environs du point de charge est grande. Les résultats doivent se juger à l'aune de cette difficulté. Au point de vue de la rétention de liquide les mesures par rayons X, par tomographie capacitive et par empotement semblent en bon accord. Il conviendrait cependant de moyenner les résultats des tomographies X et capacitive à une échelle raisonnable correspondant à la résolution de la tomographie capacitive. Les profils de rétention dans une section fournie par la méthode capacitive sont d'évidence erronés. En effet les images font croire que le liquide s'écoulerait uniquement à la paroi. Cependant, une maldistribution du liquide, à l'échelle de la colonne, obtenue sur les deux colonnes en obturant un certain nombre des orifices du distributeur peut être mise en évidence à la fois par les tomographies X et capacitive.

REMERCIEMENTS

Ce travail a été effectué dans le cadre de l'Action Recherche Concertée intitulée « Mesures hydrodynamiques et modélisation stochastique dans les systèmes polyphasiques du génie des procédés », financée par la Communauté Française de Belgique.

REFERENCES

D. Toye, P. Marchot, M. Crine et G. L'Homme, 1996, The use of large scale computer assisted for the study of hydrodynamics in trickling filters, *Chem. Eng. Sci.*, 49, p 5271-5280 J. Stichlmair, J.L. Bravo, et J.R. Fair, 1989, General model for prediction of pressure drop and capacity of counter current gas liquid packed columns, *Gas Sep. Purif.*, 3 pp 19-28

R. Billet, 1995, Packed Towers in Processing and Environmental Technology, VCH, Weinheim

Mackowiak, 1991, Pressure drop in irrigated packed columns, *Chem. Eng. Process.*, 29, pp. 93-105

S. Piché, F. Larachi et B.P.A. Grandjean, 2001, Improved liquid hold-up correlation for randomly packed towers, *Trans. Inst. Chem. Eng.*, 79, pp.71-80

Shi Liu, Haigang Wang, Fan Jiang et W.Q. Yang, 2002, A New Image Reconstruction Method for Tomographic Investigation of Fluidized Beds, *AIChE Journal*, 48, pp 1631-1638