

MESURE DE LA DISTRIBUTION DE LA RÉTENTION LIQUIDE DANS UN EMPILAGE STRUCTURÉ PAR TOMOGRAPHIE À RAYONS X

D. Toye¹, M. Crine¹, G. L'Homme¹, Z. Olujić², P. Marchot¹

¹Laboratoire de Génie Chimique, Université de Liège, Belgium

²Laboratory for Process Equipment, Delft University of Technology, The Netherlands.

Résumé.

Dans la présente étude, la tomographie à rayons X est utilisée pour mesurer de manière non intrusive la distribution des phases dans un empilage structuré (Mellapak 250Y) installé dans une colonne de 0.6 m de diamètre. Le caractère quantitatif des informations fournies par la technique est tout d'abord vérifié en comparant les paramètres géométriques calculés sur les images de l'empilage sec aux valeurs fournies par le fabricant. Des informations quantitatives sur la (mal)distribution du liquide intervenant aussi bien à l'échelle locale qu'à une échelle plus globale sont ensuite déduites de l'analyse des images de la rétention de liquide.

INTRODUCTION

L'imposition de normes de rejet de plus en plus sévères et la nécessité de préserver les ressources naturelles poussent les fabricants d'empilage à constamment améliorer les performances de leurs équipements. Dans le cas des empilages structurés, qui sont couramment utilisés en distillation, en absorption et en stripping, une amélioration plus poussée des performances n'est possible qu'à condition de disposer de modèles hydrodynamiques plus détaillés. Le développement de ce type de modèles nécessite une meilleure compréhension des phénomènes intervenant au sein de l'empilage et plus particulièrement de la nature et des sources de maldistribution du gaz et du liquide à l'échelle locale. Ces dernières sont en effet toujours très mal connues [1-2]. Une manière d'y accéder est d'utiliser la tomographie à rayons X, technique non intrusive et de bonne résolution spatiale afin de "voir" la distribution des fluides à l'intérieur de la colonne lorsqu'elle est en fonctionnement.

DISPOSITIF EXPERIMENTAL

Le partie principale du dispositif expérimental représenté sur la figure 1 est une colonne de 2 m de haut et de 0.6 m de diamètre. Le lit fixe, d'une hauteur de 1.24 m est composé de quatre blocs de Mellapak 250Y (Sulzer) en polypropylène de 0.31 m de haut chacun. Chaque bloc est lui-même constitué de deux parties semi-cylindriques, maintenues jointives par un collier de redistribution (« wall wiper »). Le Mellapak 250 Y est un empilage structuré, dont les éléments sont formés par la juxtaposition de feuilles ondulées de 1.2 mm d'épaisseur disposées verticalement. La hauteur des ondulations (« corrugation height ») est égale à 13 mm et leur base (« corrugation base ») mesure 26 mm. Les feuilles ondulées sont perforées de trous de formes circulaire et ovale suivant une maille régulière.

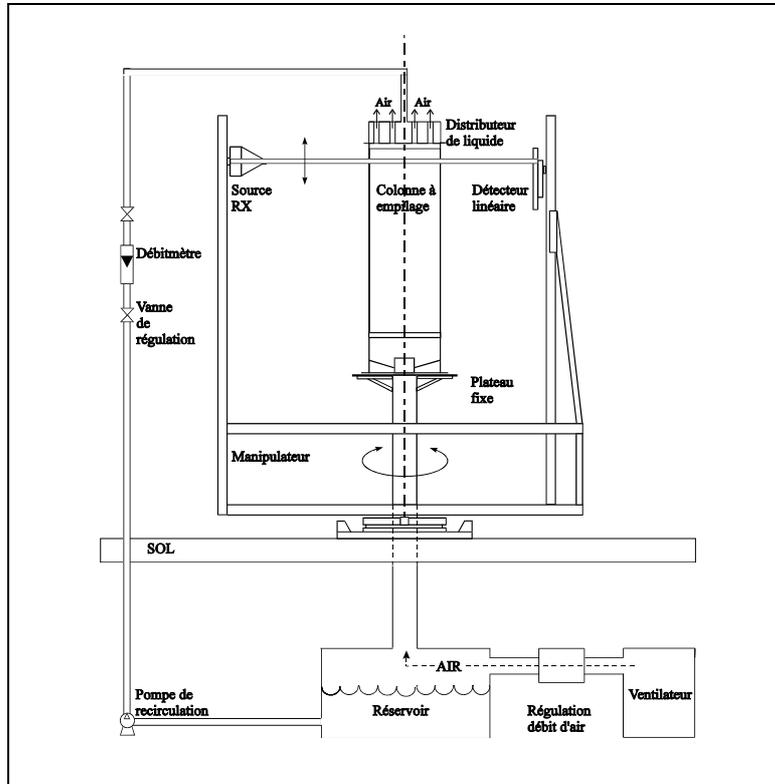


Figure 1. Dispositif expérimental

Le liquide est alimenté en tête de colonne par un distributeur uniforme permettant d'obtenir une densité d'irrigation de 106 points d'injection par m^2 . Toutes les expériences ont été réalisées avec le système air/eau, à pression atmosphérique et à température ambiante. Le débit de liquide peut être fixé entre 0 et 6000 l/h, ce qui correspond à une vitesse superficielle maximum de $6 \cdot 10^{-3}$ m/s (21.6 m/h). Le gaz est alimenté au pied du lit fixe au moyen d'un ventilateur, dont le débit maximum est égal à 2000 m^3/h , ce qui correspond à une vitesse superficielle de 2 m/s ($F_g = 2.3 \text{ Pa}^{1/2}$). Dans toute cette gamme de débits de gaz et de liquide, le régime hydrodynamique observé au sein de la colonne est le régime calme, caractérisé par des interactions faibles entre les phases fluides. Ce régime d'écoulement est extrêmement stable dans le temps [3].

La distribution des phases dans les sections droites de la colonne est mesurée grâce à un dispositif de tomographie à rayons X, dont une description détaillée a déjà été fournie précédemment [4]. Le tomographe est composé d'une source RX et d'un détecteur linéaire, qui sont fixés sur les deux montants verticaux d'une structure métallique rigide. L'énergie des rayons X produits par la source (maximum 160keV) et la sensibilité du détecteur (8 bit) sont tels que l'intensité des rayons X transmis peut être mesurée pour des objets dont l'atténuation est équivalente à celle de 20 mm d'acier. Les mesures tomographiques présentées dans cet article ont toutes été

réalisées avec un courant de 4 mA et une tension de 140 kV. La source produit un faisceau plan angulaire collimaté de 40° d'ouverture et de 1 mm d'épaisseur. Le détecteur linéaire est un banc de 1024 photodiodes de 1.7 m de long. Les caractéristiques géométriques de la source RX (faisceau de 1 mm d'épaisseur), du détecteur (photodiodes de 1.66 mm de large) et de la structure métallique (rapport des distances source-objet et source-détecteur égal à 0.55) sont tels que la résolution spatiale de la technique de mesure est inférieure à 1 x 1 x 1 mm³.

La source et le détecteur linéaire peuvent être déplacés verticalement tout en restant parfaitement alignés avec une précision de positionnement vertical inférieure à 1 mm. Pour obtenir l'image d'une section droite, l'ensemble source-détecteur tourne autour de la colonne, qui reste fixe. Un scan dure environ 2.5 min et les fichiers de données obtenus ont une taille de l'ordre de 8 MB. Les images des sections droites sont reconstruites en utilisant la méthode de rétro projection filtrée. Les images obtenues comportent 1024 x 1024 pixels, dont les valeurs correspondent à des moyennes sur le temps de collecte des données de projection.

RESULTATS ET DISCUSSION

1. Empilage sec

Des mesures tomographiques ont tout d'abord été réalisées sur la colonne sèche (sans alimentation de liquide). Les figures 2(a) à 2(d) montrent les images (seuillées et binarisées) de sections droites situées à différentes hauteurs dans l'empilage.

Sur la figure 2(a), qui représente une section droite complète, on voit clairement que les blocs d'empilage sont composés de deux parties semi-cylindriques juxtaposées. Les figures 2(b) à 2(d) représentent des sections carrées de 400 x 400 pixels (0.34 x 0.34 m²) extraites d'images de sections droites situées dans les différents blocs d'empilage. Ces images montrent que la structure géométrique de l'empilage varie sensiblement d'une section à l'autre. Les discontinuités présentes sur la figure 2(b) correspondent à des trous circulaires situés au sommet des ondulations. L'arrangement extrêmement régulier de la figure 2(d) est observé dans une section droite située à une hauteur à laquelle les ondulations des feuilles d'empilage se croisent. Sur les images 2(b) à 2(d), la limite entre les deux demi blocs d'empilage apparaît moins clairement, bien qu'elle soit évidemment toujours présente.

Afin de vérifier que la tomographie RX est capable de fournir des informations quantitatives sur la distribution des phases, différents paramètres géométriques ont été calculés sur base des images de sections sèches et ont ensuite été comparées aux valeurs annoncées par le fabricant d'empilage.

La fraction de vide au sein de l'empilage a tout d'abord été calculée. Le contenu en solide d'une section droite est obtenu en normant les valeurs de tous les pixels qui la composent par la valeur d'un pixel entièrement rempli de solide. La valeur de ce pixel "solide" a été supposée égale à la valeur du pixel maximum observé sur un grand nombre d'images de sections sèches. La fraction de vide moyenne estimée sur l'ensemble de la colonne est égale à 0.88, ce qui correspond bien à la valeur de 0.875 annoncée par Sulzer. Des fluctuations apparaissent cependant d'une section droite à l'autre, en raison notamment de variations de structure telles que celles observées sur

les figures 2(a) à 2(d). Par exemple, la fraction de vide calculée sur l'image 2(a) est égale à 0.90, alors que celle évaluée sur l'image 2(d) vaut 0.86.

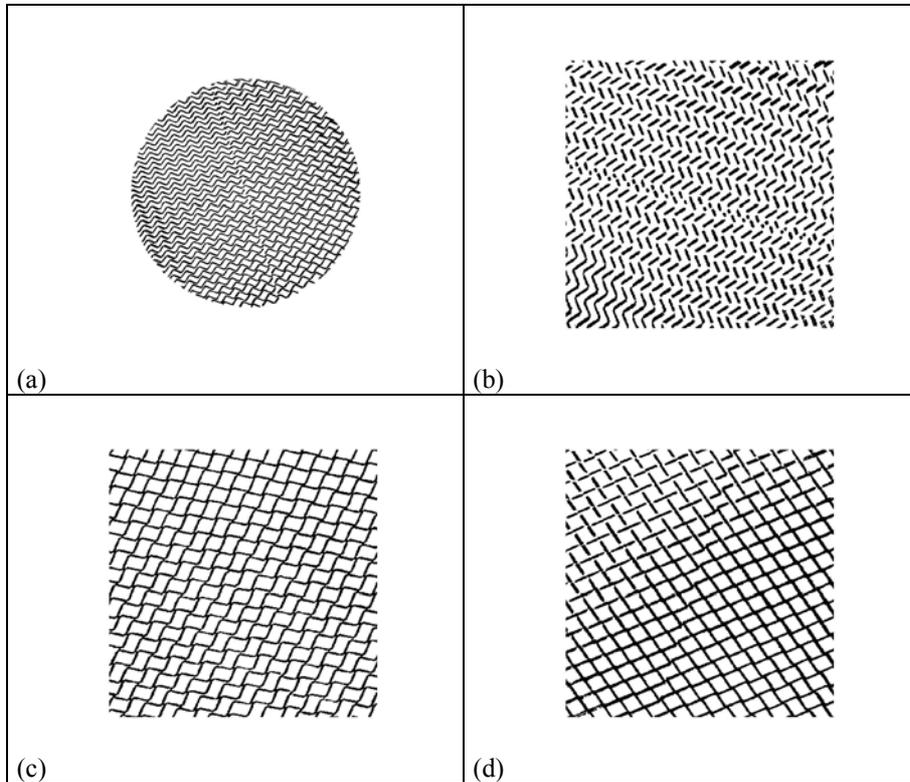


Figure 2. Images binarisées de sections droites de la colonne sèche

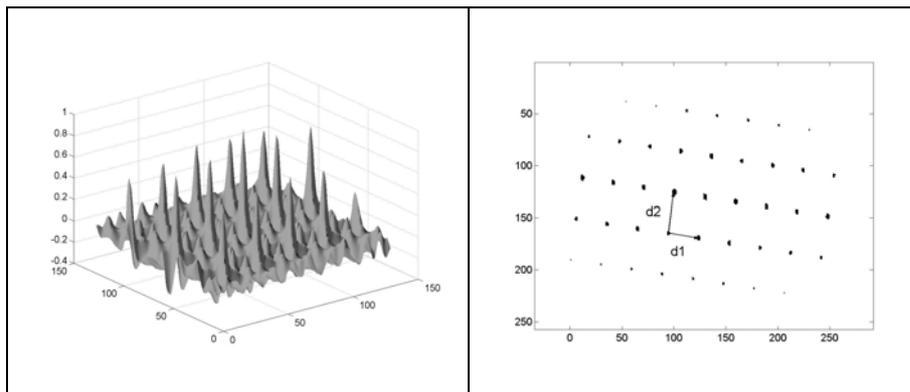


Figure 3 : Fonction d'autocorrélation 2D relative à la figure 2(a).

Dans un second temps, les dimensions caractéristiques relatives aux images de sections sèches ont été évaluées en analysant les fonctions d'autocorrélation à 2 dimensions relatives à ces images [5]. Les figures 3(a) et 3(b) montrent respectivement les représentations 3D et binarisée de la fonction d'autocorrélation 2D calculée sur l'image 2(a). Sur ces figures, le caractère périodique de l'empilage apparaît très clairement, ce qui permet d'accéder aux valeurs des dimensions caractéristiques. On obtient $d_1=29.5$ pixels (25 mm) et $d_2=39.5$ pixels (34 mm). Ces valeurs présentent un accord remarquable avec les dimensions intrinsèques de l'empilage, puisque la hauteur ($d_1/2$) et la base des ondulations ($d_2 \sin(45^\circ)$) mesurent respectivement 12.5 mm et 24 mm.

Empilage irrigué

Des mesures tomographiques ont ensuite été réalisées sur la colonne irriguée. Les images de la rétention dynamique de liquide, c'est-à-dire de la part de la rétention de liquide correspondant au liquide en écoulement, sont obtenues en soustrayant, avant reconstruction, les données de projection relatives à la colonne drainée de celles mesurées sur la colonne irriguée.

La figure 4(a) montre l'image des jets de liquide issus du distributeur (en noir) superposée à celle d'une section droite située au sommet du lit fixe (en gris clair). Sur cette figure, l'image de certains jets est moins nette, ce qui est probablement dû à un vacillement de ces jets pendant la collecte des données de projection. Les figures 4(b), 4(c) et 4(d) montrent la distribution de la rétention dynamique de liquide au sein de l'empilage résultant de cette distribution initiale, pour un débit de liquide égal à 6000 l/h, ce qui correspond à une vitesse superficielle de $6 \cdot 10^{-3}$ m/s (21.6 m/h). Les images 4(b) à 4(d) sont obtenues en superposant les images seuillées et binarisées de l'empilage sec (en gris clair) et de la rétention dynamique de liquide (en noir). Les sections droites représentées sont respectivement situées dans les différents blocs d'empilage successivement parcourus par l'écoulement. Sur ces figures, on remarque que les feuilles ondulées composant un bloc d'empilage donné sont pivotées d'un quart de tour par rapport aux feuilles du bloc précédent. Cette disposition en quinconce est indispensable pour assurer une bonne répartition du liquide dans toute la section droite de la colonne. La figure 2(a) montre en effet que, dans un bloc d'empilage donné, la dispersion du liquide se fait quasi exclusivement suivant la direction des feuilles d'empilage. La figure 2(c) montre l'apport, au niveau de la répartition du liquide, de la disposition en quinconce.

Un des apports majeurs des images tomographiques est qu'elles permettent de visualiser les maldistributions du liquide qui existent aussi bien à une échelle tout à fait locale qu'à une échelle plus grande. Par exemple, la ligne noire légèrement plus épaisse qui apparaît sur les différentes images montre qu'une certaine quantité de liquide s'accumule à la jonction entre les deux parties semi-cylindriques qui composent les blocs d'empilage. C'est la démonstration expérimentale (la première) qu'un défaut de structure de ce type doit être considérée comme une source potentielle de maldistribution du liquide au sein de l'empilage puisqu'elle provoque une discontinuité au niveau de l'écoulement.

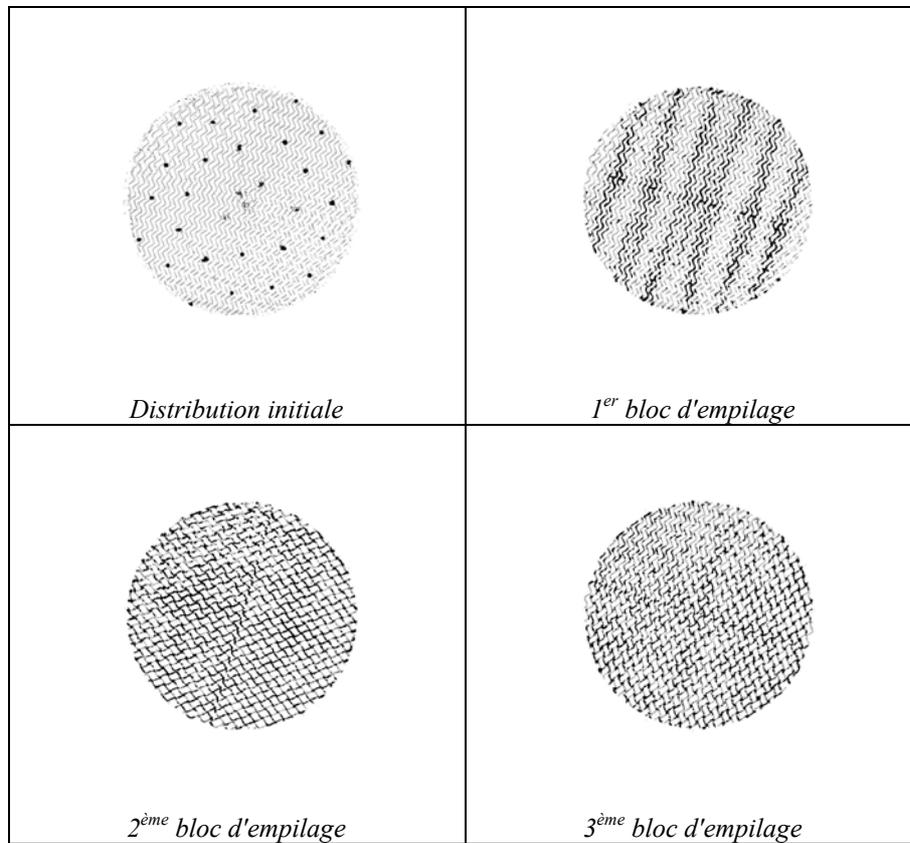


Figure 4. Distribution du liquide obtenue avec un distributeur uniforme (106 points d'injection/m²). $u_L = 6 \cdot 10^{-3}$ m/s (21.6 m/h).

Afin de pouvoir évaluer de manière quantitative la rétention dynamique de liquide dans les différentes sections droites de la colonne, nous avons dû mesurer expérimentalement le coefficient d'atténuation du liquide utilisé (eau de ville). Pour ce faire, des mesures sur des échantillons d'eau d'épaisseur connue ont été réalisées [4]. La valeur moyenne de la rétention dynamique relative à l'ensemble de la colonne est obtenue à partir des valeurs de rétention calculées sur chacune des sections droites examinées. La figure 5 montre l'évolution de la rétention dynamique en fonction de la vitesse superficielle du liquide. La première courbe présente les résultats obtenus à Liège par tomographie RX, tandis que la seconde montrent les valeurs mesurées à la TU Delft sur un empilage identique, mais en utilisant cette fois une méthode volumétrique [6]. L'accord entre les valeurs obtenues à Liège et à Delft est tout à fait satisfaisant.

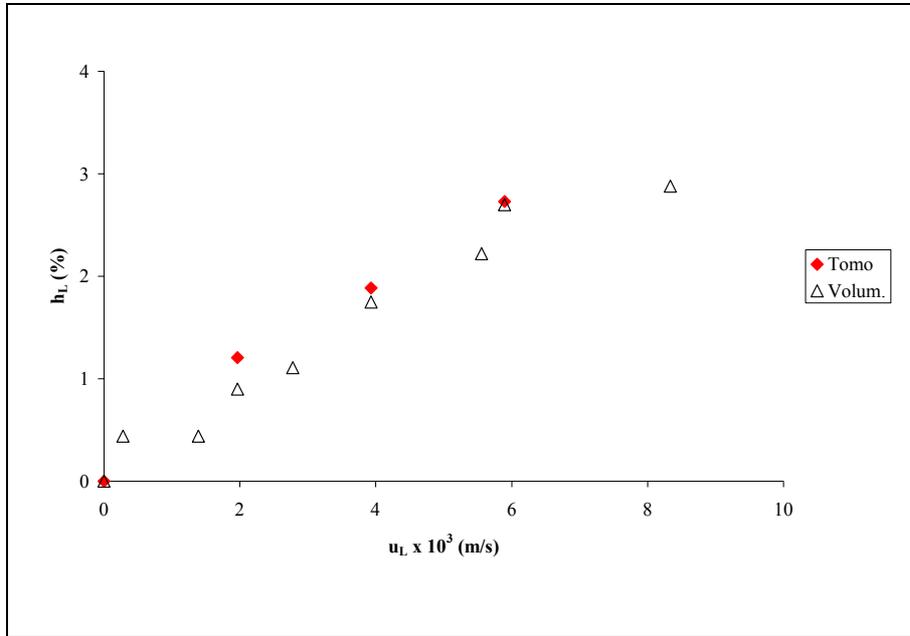


Figure 5. Comparaison des valeurs de rétention dynamique de liquide obtenues par tomographie RX et par une méthode volumétrique.

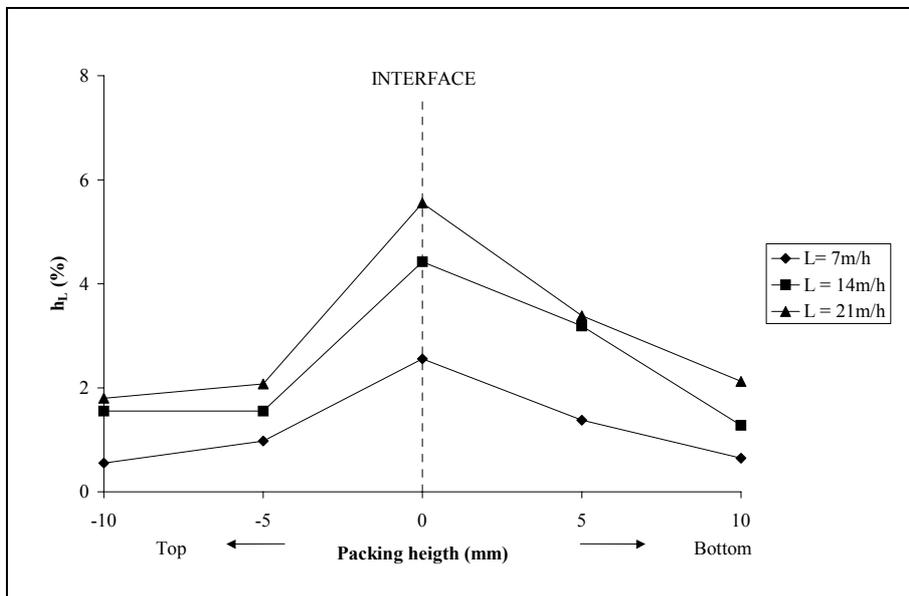


Figure 6. Accumulation du liquide à la jonction entre deux blocs d'empilage.

La distribution du liquide a également été mesurée par tomographie RX dans des sections droites situées aux alentours (au-dessus et en dessous) de la jonction entre le troisième et le quatrième bloc d'empilage. Les résultats présentés à la figure 6 montrent que, pour tous les débits de liquide, la rétention mesurée à l'interface entre les blocs est plus de deux fois supérieure à celle mesurée dans des sections droites situées au-dessus et en-dessous. Ce phénomène peut s'expliquer par le fait que le liquide s'accumule au bas des feuilles composant un bloc d'empilage où il forme des gouttes dont la taille doit être suffisante pour pouvoir se détacher et tomber sur les feuilles du bloc suivant, qui sont orientées à 90° par rapport aux précédentes. La disposition des blocs d'empilage à 90° les uns par rapport aux autres, bien qu'indispensable à la dispersion radiale du liquide, conduit à une réduction dramatique du nombre de points de contact qui pourraient permettre un transport continu du liquide entre les blocs d'empilage successifs. Cette observation, déjà réalisée par Suess et Spiegel [7] en utilisant la gammamétrie, a conduit à une évolution du design des empilages structurés commercialisés par Sulzer ([8-10]).

CONCLUSIONS

La tomographie à rayons X est une technique de mesure non intrusive qui permet d'obtenir des informations quantitatives sur la distribution du liquide au sein d'une colonne remplie d'un empilage de type structuré. Les maldistributions qui existent aussi bien à l'échelle locale qu'à une échelle plus grande peuvent être détectées et visualisées dans toutes les sections droites du lit fixe. Cette information est absolument nécessaire pour pouvoir développer et valider des modèles hydrodynamiques prédictifs plus rigoureux. De plus, et de manière plus directe, la détection de défauts, comme des zones d'accumulation anormale du liquide, peut conduire à des modifications de design au niveau des empilages étudiés.

REFERENCES

- [1] Adler S., Beaver E., Bryan P., Rogers J.E.L., Robinson S., Russomanno C., "Vision 2020: 1998 Separations Roadmap", *AIChE*, New York (1998).
- [2] Olujić, Z., *Performance Modelling of Distillation Internals: Comprehensive Approaches for Rigorous Design Structured Packing Columns*, Vision 2020: Distillation Priorities Topical Symposium, *AIChE*, Atlanta (2000).
- [3] Grosser, K., Carbonell, R.G., Sundaresan, S., Onset of pulsing in two-phase co-current down-flow through a packed bed, *AIChE J.*, **34**, 1850 (1988).
- [4] Toye D., Marchot P., Crine M., L'Homme G., Modelling of multiphase flow in packed beds by computer assisted X-ray tomography, *Meas. Sci. Technol.*, **7**, 436 (1996).
- [5] Pratt W.K., *Digital Image Processing*, J. Wiley, New-York (1978).
- [6] Stoter, C. F., Modelling of Maldistribution in Structured Packings: from detail to column design, *PhD Dissertation*, Delft University of Technology, Delft (1993).
- [7] Suess, and Spiegel, L., Hold-up of Mellapak Structured Packings, *Chem. Eng. Process.*, **31**, 119 (1992).
- [8] Billingham, J. F. and Lockett, M. J., Development of a New Generation of Structured Packings for Distillation, *Chem. Eng. Res. Des.*, **77 A**, 583 (1999).
- [9] Parkinson G. and Ondrey G., "Packing Towers", *Chem. Eng.*, **106** (13), 39 (1999).
- [10] Spiegel, L. and Meier, W., Mellapak Plus, "Structured Packings Today and Tomorrow", Vision 2020: Distillation Priorities Topical Symposium, *A.I.Ch.E.*, Atlanta (2000).