

# Conception d'une colonne pilote pour validation

---

## Introduction

Ce chapitre a pour objectif de présenter les éléments relatifs au dimensionnement de la maquette de la colonne de distillation tubes-calandre.

En effet, le concept de séparation des composants de l'air dans un échangeur tubes-calandre étant encore théorique, une validation expérimentale de la faisabilité de ce processus s'avère nécessaire. Une installation pilote est alors conçue et dimensionnée pour effectuer les mesures nécessaires permettant de valider la faisabilité technique de ce type de colonne échangeur.

Dans ce but, une colonne pilote tubes-calandre de dimensions réduites doit prochainement être réalisée et intégrée dans une installation industrielle de séparation cryogénique de l'air de la société Air Liquide. Cette intégration impose des contraintes tant de taille que de configuration de l'unité pilote de séparation pour validation du concept. Des conditions opératoires représentant les conditions réelles d'utilisation sont aussi requises. Pour répondre à ces exigences (échangeurs de chaleur, entrées et sorties des mélanges, installation des instruments de mesures) l'unité pilote a été conçue et est présentée dans ce chapitre.

Dans une première section de ce chapitre, l'installation industrielle dans laquelle sera intégrée la colonne pilote est d'abord décrite ainsi que les conditions de fonctionnement imposées pour cette colonne pilote. Ensuite cette colonne tubes-calandre pilote est dimensionnée. Les mesures expérimentales qui doivent être réalisées sont définies et le processus de validation détaillée.

La colonne pilote est en cours de construction par la société spécialisée dans les échangeurs de chaleur CIAT. La validation expérimentale n'a pu être réalisée dans le cadre de cette thèse et sera effectuée dans un futur proche.

## 1. Description de la colonne pilote

La figure 4.1 présente schématiquement l'installation où la colonne tubes-calandre pilote sera installée. Les conditions géométriques imposées sont les suivantes :

- diamètre de la calandre : ~ 40 cm.
- hauteur de l'échangeur : 3 m.

Cette installation est intégrée dans un site de séparation des constituants de l'air. L'avantage de cette intégration réside dans la possibilité d'utiliser un grand débit d'air liquide ayant différentes compositions. Un autre avantage réside dans le fait que l'environnement de sécurité disponible sur le site industriel permet de réduire drastiquement le travail de préparation par rapport au cas où cette installation est construite en laboratoire.

Afin de mieux comprendre le fonctionnement de cette installation, le gaz dans la partie HP a été coloré en jaune et le liquide en rouge alors que dans la partie BP, le gaz est coloré en bleu clair et le liquide en bleu foncé. Un troisième circuit de fluide (coloré en vert) est également utilisé afin de vaporiser ou condenser les fluides de travail. Les parois de l'installation sont représentées en noir.

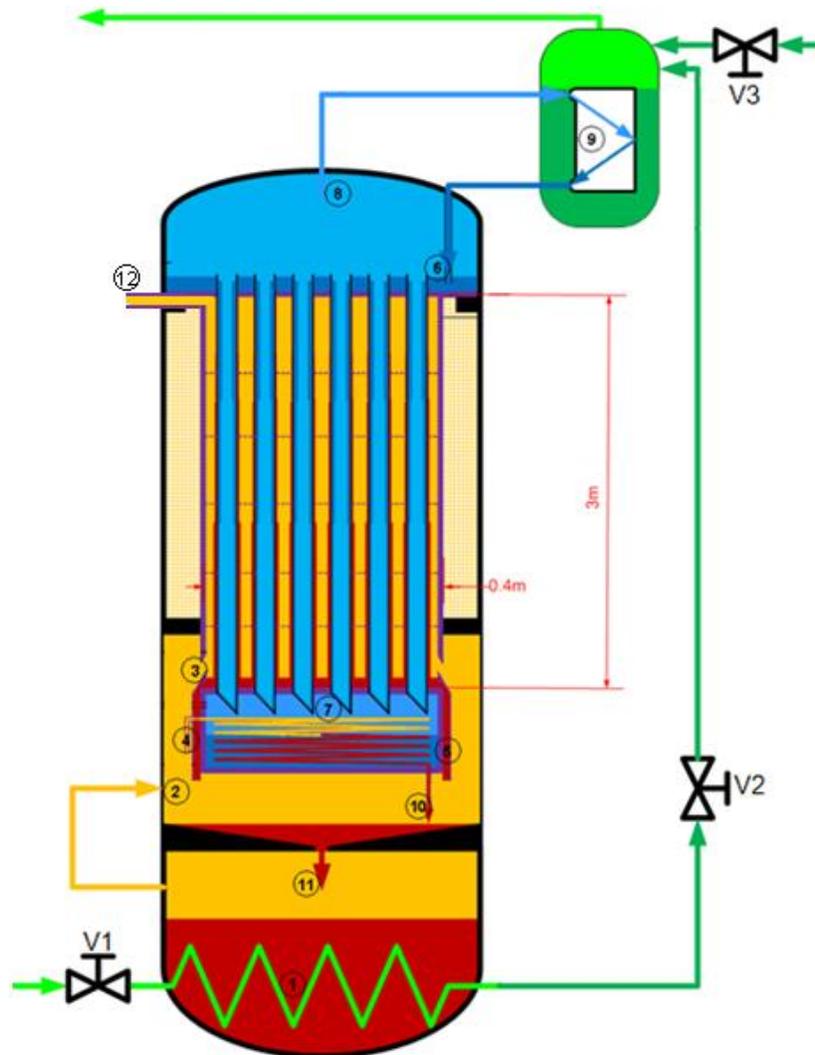


Figure 4.1 : Schéma du pilote colonne-échangeurs Air Liquide [1]

Le principe de fonctionnement est le suivant : le liquide du côté HP accumulé au pied de la colonne, s'évapore pour former un débit de vapeur (2). L'évaporateur du liquide à haute pression (1) a une puissance thermique maximale de 180 kW.

Le débit de vapeur (2) est utilisé sous deux formes : une fraction (4) alimente un serpentin servant d'évaporateur à la colonne BP (le débit est contrôlé par thermoconvection) et le reste constitue l'entrée en cuve de la calandre (3). Dans la calandre, une condition de condensation quasi-totale est imposée. La quantité de vapeur à haute pression recueillie en tête (12) est très faible. Le débit de vapeur (4) est condensé dans le serpentin et le débit de liquide (10) est recueilli à la sortie.

Le condensat à haute pression est recueilli en cuve (5), puis mélangé au débit sortant du serpentin (10) pour former un débit de liquide à haute pression (11) qui s'accumule au pied de l'installation. La puissance de l'évaporateur (1) est réglée de sorte à assurer un débit de vapeur à haute pression (2) égal au débit de liquide à haute pression (11).

Du côté basse pression, le liquide (6) est introduit dans les tubes à travers le dispositif de distribution décrit au chapitre 3. Le liquide s'évapore partiellement lors de son écoulement descendant. Le débit recueilli en cuve (7) s'évapore au contact du serpentin formant ainsi l'entrée vapeur à basse pression dans les tubes. Une condition de reflux total est donc appliquée en cuve de la colonne du côté basse pression. La vapeur recueillie en tête (8) se condense dans un condenseur (9) pour former le liquide d'entrée dans les tubes. Une condition de reflux totale est donc appliquée en tête aussi. La puissance maximale du condenseur (9) est de 180 kW.

Les conditions opératoires à prendre en compte dans le dimensionnement de l'échangeur se résument donc par ce qui suit.

- Du côté basse pression :
  - o pression  $\leq 1$  MPa
  - o reflux total en tête, qui s'exprime mathématiquement sur le volume fini N par :  $L_{N+1} = V_N$  et  $x_{N+1} = y_N$ .
  - o reflux total en cuve, soit alors sur le volume fini 1 :  $L_1 = G_0$  et  $x_1 = y_0$ .
  - o puissance du condenseur en tête = 125 kW (70 % de la puissance maximale).
- Du côté haute pression :
  - o pression  $\leq 1,8$  MPa.
  - o condensation quasi-totale de la vapeur.
  - o puissance de l'évaporateur en cuve = 125 kW (70 % de la puissance maximale).
- Différence maximale de pression entre la calandre et les tubes = 800 kPa. Un facteur de sécurité est pris pour éviter tout risque de rupture. La différence maximale considérée entre la haute et la basse pressions pour le dimensionnement est de 700 kPa.

Ces conditions sont intégrées dans le modèle numérique développé et décrit dans le chapitre 2 et les dimensions de l'échangeur tubes-calandre en sont déduites.

## 2. Dimensionnement de la colonne pilote tubes-calandre

Les caractéristiques géométriques et opératoires de la colonne pilote tubes-calandre répondant aux conditions imposées par l'installation industrielle ont été calculées à l'aide du code de calcul développé et sont présentées dans ce paragraphe.

### 2.1. Méthode de dimensionnement de l'échangeur

Dans un premier temps, les débits de liquide et de vapeur maximaux pouvant être générés respectivement par le condenseur en tête et l'évaporateur en cuve sont calculés. Pour le dimensionnement, les compositions molaires des mélanges en cuve et en tête de l'échangeur sont fixées par des contraintes liées au système où la colonne pilote sera installée :

- en tête de la colonne à basse pression : mélanges à 99 % en moles d'oxygène
- en cuve de la colonne à haute pression : mélanges à 4,5 % en moles d'oxygène.

Ces débits sont calculés pour les puissances nominales des échangeurs de 125 kW. Les valeurs calculées sont les suivantes :

- à basse pression, la valeur du débit de vapeur (8), égale au débit de liquide (6), dépend de la pression dans les tubes. Elle varie entre 0,6 et 0,7 kg/s pour des pressions entre 100 et 1000 kPa
- à haute pression, la valeur du débit de vapeur (2) dépend de la valeur de pression. Elle varie entre 0,7 et 1 kg/s pour une pression variant entre 300 et 1800 kPa. Ce débit est la somme du débit de vapeur entrant dans la calandre et du débit de vapeur à introduire dans le serpentin pour évaporer le liquide à basse pression sortant en cuve de l'échangeur :

$$\text{débit de vapeur (2)} = \text{débit de vapeur (4)} + \text{débit de vapeur (3)}$$

Pour déterminer la valeur de la pression dans la calandre et les caractéristiques géométriques de l'échangeur, diamètre des tubes, espacement inter-tubulaires, nombre de tubes et diamètre de la calandre), une méthode itérative est utilisée. Pour chaque combinaison des valeurs des pressions dans les tubes et dans la calandre et des paramètres géométriques de l'échangeur, les itérations commencent par un débit de vapeur à haute pression entrant dans la calandre égal à la moitié du débit maximal pouvant être évaporé dans l'évaporateur en cuve. Ensuite, les valeurs de ce débit et de la haute pression sont corrigées pour répondre aux deux conditions opératoires :

- condensation quasi-totale dans la calandre
- $\text{débit de vapeur (2)} = \text{débit de vapeur (4)} + \text{débit de vapeur (3)}$ .

Les différences de températures entre les tubes et la calandre sont limitées par la condition d'un  $\Delta P = HP - BP = 700 \text{ kPa}$ . La quantité de chaleur échangée étant directement proportionnelle à la différence de températures ainsi qu'au débit de vapeur circulant dans la calandre, les quantités de vapeur à haute pression pouvant être condensées dans un échangeur de 3 m sont donc très réduites.

### 2.2. Dimensions de l'échangeur tubes-calandre

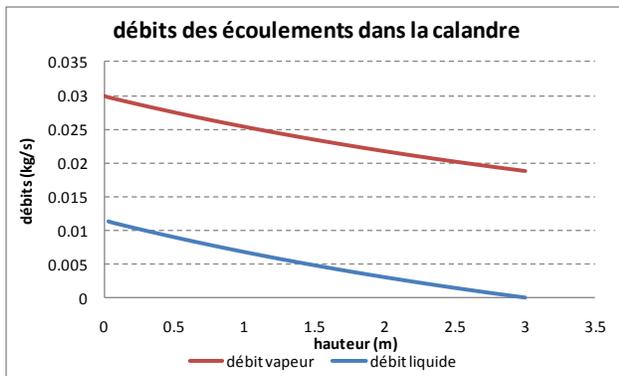
Les paramètres géométriques de la colonne pilote tubes-calandre, sont les suivants :

- nombre de tubes = 127
- diamètre interne d'un tube = 23 mm
- épaisseur d'un tube = 1 mm
- espacement inter-tubulaire = 8 mm
- diamètre de la calandre = 42,3 cm

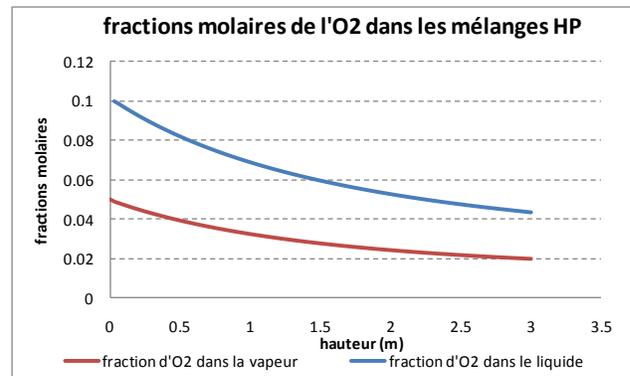
Les paramètres opératoires sont alors définis comme suit :

- haute pression = 810 kPa.
- basse pression = 110 kPa.
- puissance à l'évaporateur à haute pression en cuve = 108 kW.
- puissance au condenseur à basse pression en tête = 106 kW.
- débit de vapeur à haute pression entrant dans la calandre = 0,03 kg/s.
- débit de vapeur à haute pression entrant dans le serpentin = 0,7 kg/s.
- débit de vapeur à haute pression recueilli en tête = 0,019 kg/s.
- débit de vapeur à basse pression condensée en tête = 0,5 kg/s.
- débit de liquide à basse pression évaporé en cuve = 0,48 kg/s.
- quantité de chaleur échangée le long de l'échangeur = 2,3 kW.

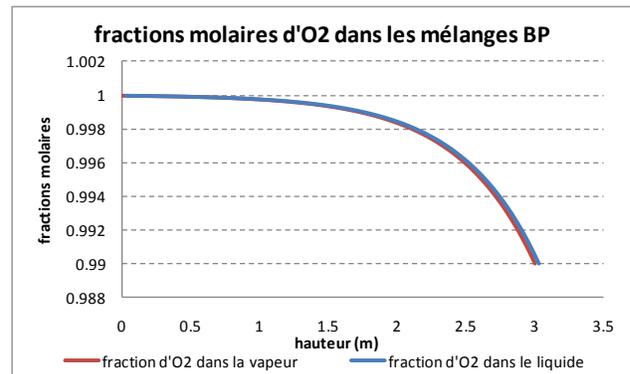
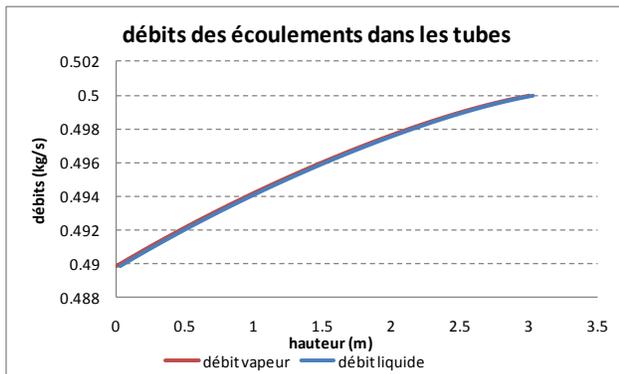
La figure 4.2 présente les profils des paramètres caractérisant les écoulements aux deux niveaux de pression, pour l'échangeur ainsi défini. Sur la figure 4.2-a, on note le faible débit de vapeur condensé dans la calandre (11,3 g/s) à cause de la faible quantité de chaleur échangée (2,3 kW). Le débit de liquide à haute pression recueilli en cuve est donc de 11,3 g/s et présente une fraction molaire de 10 % en oxygène (figure 4.2-b).



(a)



(b)



(c) (d)  
Figure 4.2 : Caractéristiques des écoulements dans l'échangeur, (a) débits dans la calandre, (b) fractions molaires de l'oxygène dans les mélanges de la calandre, (c) débits dans les tubes, (d) fractions molaires de l'oxygène dans les mélanges des tubes

Du côté basse pression, un débit de 11 g/s est évaporé dans les tubes. Le débit de liquide sortant en cuve est de 490 g/s et nécessite une quantité de chaleur de 104 kW. Cette quantité de chaleur est assurée par un débit de vapeur à haute pression de 637,5 g/s. Le débit total de vapeur à haute pression à évaporer dans l'évaporateur en cuve est alors de 667,5 g/s. La puissance de l'évaporateur est de 109 kW.

### 3. Mesures à effectuer et validation expérimentale

Sur la colonne pilote, des mesures de débits, de compositions et de pressions en cuve et en tête de l'échangeur permettront de valider le choix des corrélations de calcul des coefficients de transferts de masse, de chaleur et des pertes de charge. Les paramètres mesurés forment l'entrée d'un code de calcul, qui en déduit les paramètres non mesurés et calcule par la suite les coefficients de transferts de masse et de chaleur, les profils de pressions et de températures, ainsi que le profil de la quantité de chaleur échangée le long de la colonne. Il faut noter que ce type de validation est dit global et des mesures intermédiaires tout le long de la colonne tubes-calandre ne sont pas mises en place compte tenu de la complexité de l'instrumentation.

#### 3.1. Mesures de pression

A chaque niveau de pression, les pertes de charge entre l'entrée en cuve et la sortie en tête seront mesurées. Ceci permet de vérifier les corrélations de pertes de pression présentées dans le chapitre 2.

Deux mesures de pression seront aussi réalisées : la haute pression en cuve et la basse pression en tête. Cela permet de vérifier en permanence les niveaux de pression de chaque côté de la colonne et d'éviter toute variation de la pression ainsi que ses effets directs sur la quantité de chaleur échangée. Toute variation des niveaux de pression est corrigée en faisant varier les charges aux échangeurs :

- une augmentation (ou diminution) de la pression mesurée en cuve de la calandre est corrigée par une diminution (ou augmentation) du débit d'azote alimentant l'évaporateur (vanne V1) ; ceci réduit (ou augmente) la quantité de vapeur (2) et par suite la pression
- une augmentation (diminution) de la basse pression mesurée en tête de l'installation est corrigée par une diminution (augmentation) du débit d'azote alimentant le condenseur (vanne 3) ; ceci permet de réduire (d'augmenter) la quantité de liquide (6) entrant dans les tubes et par suite la quantité de vapeur sortant en tête.

#### 3.2. Mesures des débits et des compositions molaires

Les mesures de débits et de fractions molaires d'oxygène à réaliser sur le banc d'essais sont les suivantes :

- mesure 1 : débit de vapeur à haute pression (2).
- mesure 2 : débit de vapeur soutiré en tête de la calandre (12).
- mesure 3 : débit de vapeur à basse pression à la sortie en tête (8).

- mesure 4 : débit de vapeur à basse pression à l'entrée en cuve (7).
- mesure 5 : composition du liquide à haute pression à la sortie en cuve (5).
- mesure 6 : composition de la vapeur à haute pression à la sortie en tête (12).
- mesure 7 : composition de la vapeur à basse pression à l'entrée en cuve (7).
- mesure 6 : composition de la vapeur à basse pression à la sortie en tête (8).

Ces mesures permettront de déduire tous les débits et fractions molaires des mélanges entrants et sortants dans l'échangeur. En cuve de la colonne et en tête de la colonne à basse pression, la composition molaire des mélanges sortants est égale à la composition molaire des mélanges entrants.

Dans une première étape, les mesures 4 et 7 permettent de calculer la chaleur échangée dans le serpentin. De cette quantité de chaleur, avec la mesure 5, est déduit le débit de vapeur à haute pression (4) à condenser, qui est égal au débit de liquide recueilli (10).

Ayant le débit de vapeur à haute pression introduit dans le serpentin, et avec la mesure 1, le débit de vapeur (3) entrant dans la calandre est calculé dans une deuxième étape.

Ces résultats permettent de calculer avec la mesure 2, la quantité de vapeur condensée dans la calandre, et par suite le débit de liquide sortant en cuve (5). Ce débit, ajouté au débit sortant du serpentin (10), mène au débit de liquide (11) à haute pression. Ce débit est aussi égal à la différence entre le débit de vapeur (2) et le débit de vapeur sortant en tête de la calandre, mesure 1 et mesure 2 respectivement).

Les mesures 3 et 8 permettent de réguler la puissance du condenseur en tête de sorte à condenser la totalité du débit de vapeur sortant (8).

Ensuite ces résultats seront utilisés pour caractériser les échanges de masse et de chaleur ayant lieu au sein de la colonne tube calandre.

### 3.3. Exploitation des mesures

Un code de calcul a été développé permettant de déduire, à partir des caractéristiques des mélanges en cuve et en tête de l'échangeur (pressions, températures, débits et compositions molaires), les paramètres suivants :

- coefficients de transferts de masse ;
- coefficients de transfert de chaleur ;
- profil des échanges de chaleur le long de la colonne et quantité de chaleur totale échangée ;
- profil des débits et des compositions molaires des écoulements aux deux niveaux de pression.

Ayant les caractéristiques des mélanges aux entrées et sorties de l'échangeur, une première étape d'initialisation suppose des profils de variation linéaire des paramètres pris en compte (débits, compositions molaires et pressions). Les profils de pressions et de compositions molaires sont utilisés pour calculer les profils des températures de saturation liquide aux deux niveaux de pression. Pour l'exploitation des mesures expérimentales, les pertes de pression sont considérées linéaires le long de l'échangeur.

Les caractéristiques des écoulements ainsi trouvées, permettent de calculer les coefficients de transfert de chaleur et les coefficients de transfert de masse dans le liquide et dans la vapeur

aux deux niveaux de pression, par les corrélations présentées au chapitre 2. L'échangeur peut donc être simulé, pour ressortir un nouveau profil de débits et de compositions molaires des mélanges.

Les débits de liquide évaporé à basse pression et de vapeur condensée à haute pression, avec leurs compositions molaires respectives aux entrées de l'échangeur, permettent d'estimer la quantité de chaleur totale échangée le long de l'échangeur (presque égale au produit de ces débits par les chaleurs latentes de vaporisation ou de condensation respectives). Cette quantité est comparée à celle calculée par la simulation numérique et les corrections adéquates sont appliquées sur les coefficients de transferts de chaleur.

Par analogie aux transferts de chaleur, des corrections peuvent être appliquées sur les coefficients de transferts de masse dans le but d'atteindre les valeurs des compositions molaires mesurées aux sorties de l'échangeur. Les calculs sont alors répétés avec les nouveaux profils des coefficients de transferts de masse et de chaleur.

Par itérations successives, les profils des coefficients de transferts donnant les valeurs mesurées aux sorties de l'échangeur sont calculés.

## Conclusions et perspectives

Dans ce chapitre, une colonne pilote tubes-calandre a été conçue dans le but de valider le concept de distillation diabatique de l'air cryogénique dans un échangeur tubes-calandre. Les conditions géométriques et opératoires imposées par l'intégration dans une installation industrielle de distillation des gaz de l'air sont prises en compte dans le dimensionnement.

La colonne pilote comprend 127 tubes de diamètre extérieur 25 mm et une calandre de diamètre extérieur de 423 mm. Les mesures expérimentales permettront de caractériser les mélanges aux entrées et aux sorties de l'échangeur aux deux niveaux de pression. A partir de ces mesures, un code de calcul permet de ressortir les coefficients de transferts de masse et de chaleur ainsi que le profil des quantités de chaleur échangées le long de la colonne.

La validation sera effectuée après réalisation et installation de l'échangeur par la CIAT et la société AIR LIQUIDE, partenaires dans le projet dans le cadre duquel a été réalisée cette thèse.

