



HAL
open science

Mise au point d'un capteur résistif multicanaux innovant pour caractériser la distribution gaz-liquide dans un réacteur monolithe

Murilo Ricardo Do Nascimento Arrais, Hélène Chaumat, Hervé Ayroles, Audrey Devatine, Carine Julcour, Anne-Marie Billet

► To cite this version:

Murilo Ricardo Do Nascimento Arrais, Hélène Chaumat, Hervé Ayroles, Audrey Devatine, Carine Julcour, et al. Mise au point d'un capteur résistif multicanaux innovant pour caractériser la distribution gaz-liquide dans un réacteur monolithe. 18ème Congrès SFGP, 2022 (Toulouse), SFGP, Nov 2022, Toulouse, France. hal-04751304

HAL Id: hal-04751304

<https://hal.science/hal-04751304v1>

Submitted on 24 Oct 2024

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Mise au point d'un capteur résistif multicanaux innovant pour caractériser la distribution gaz-liquide dans un réacteur monolithe

Murilo Ricardo Do Nascimento Arrais^{1,*}, Hélène Chaumat¹, Hervé Ayroles²,
Audrey Devatine¹, Carine Julcour¹ and Anne-Marie Billet¹

¹ Laboratoire de Génie Chimique, Université de Toulouse, CNRS, INPT, UPS, Toulouse

² Institut de Mécanique des Fluides de Toulouse, Université de Toulouse, CNRS, Toulouse

*muriloricardo.donascimentoarrais@toulouse-inp.fr

Depuis les années 90, les réacteurs monolithes représentent une alternative aux réacteurs conventionnels pour les réactions gaz-liquide et gaz-liquide-solide.

Applications: Absorption de CO_2 (GL), oxydations et hydrogénations (GLS)



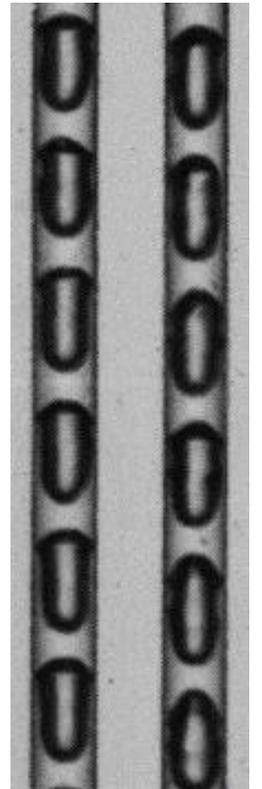
Réacteur monolithe

Description du monolithe :

- ✓ Structure monobloc
- ✓ Canaux millimétriques parallèles
- ✓ Pour les réactions GLS, catalyseur déposé en paroi des canaux

Dans les canaux, le régime d'écoulement de « Taylor » est recherché car :

- ✓ Bonne efficacité de transfert de matière gaz-liquide (présence d'un film de lubrification très fin entre la bulle et la paroi, et recirculations dans les 'bouchons')
- ✓ Ecoulement pratiquement « piston » pour le liquide
- ✓ Meilleure conversion, voire meilleure sélectivité
- ✓ Faibles pertes de charge



Écoulement de Taylor

La performance du réacteur monolithe dépend du degré de mal-distribution, en particulier de l'uniformité des temps de séjour dans les canaux pour éviter de créer du « mélange » (dispersion).

But général de l'étude : caractériser des écoulements gaz-liquide obtenus dans les canaux d'un monolithe

Méthodes de caractérisation d'écoulement dans la littérature*:

Méthodes	Limitations
Conductométrie	Uniquement électrique, fluides de conductivités différentes
Ombroscopie	Paroi et fluide transparents, limité à 2D, grande quantité d'images
Absorption des neutrons, des rayons-x et - γ	Sécurité et coût
Tomographie rayons-x et - γ	Coût, puissance électrique élevée requise
Radiographie	Sécurité
RMN	Coût et taille de l'équipement

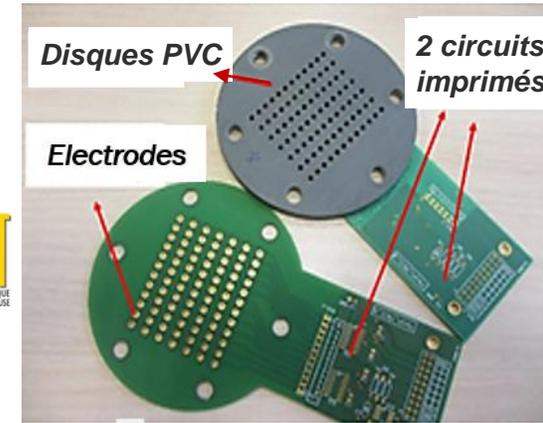
Objectif du travail : évaluer un capteur résistif de nouvelle génération pour caractériser simultanément tous les écoulements dans les différents canaux.

*Bérard et al. Canadian Society for Chemical Engineering. Vol. 98, No. 4, 2020

*Boyer et al. Chemical Engineering Science, Vol. 57, No. 16, 2002

Méthodologie : capteur résistif

- ✓ Outil développé au LGC en collaboration avec l'IMFT
- ✓ Constitué de 2 plaques de circuits imprimés percées de 84 électrodes (anneaux dorés de 2 mm de diamètre), séparées d'un disque en PVC d'épaisseur δ
- ↳ Mesure de la tension équivalente locale dans le volume entre les paires d'électrodes pour les **84 canaux simultanément**, à haute fréquence (jusque 20 kHz)



Prototypage du capteur résistif

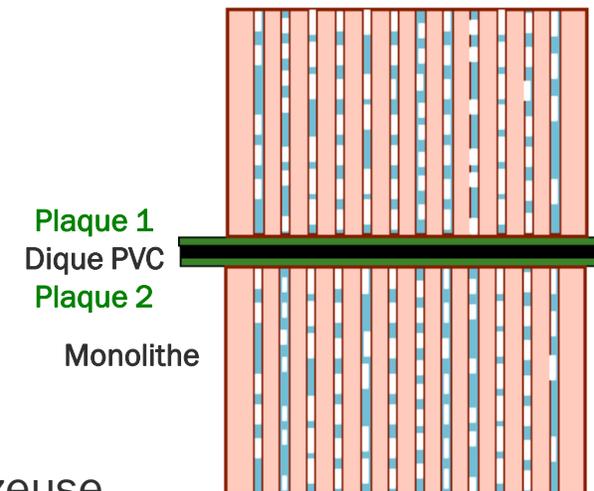


Schéma de capteur résistif avec monolithe multicanal

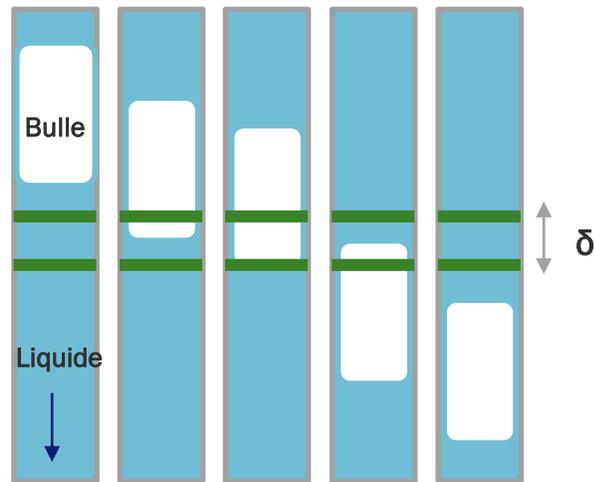
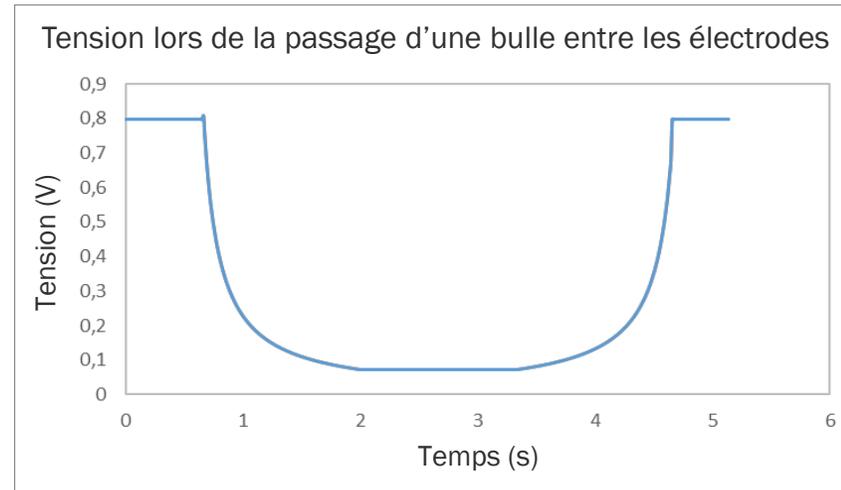


Schéma du comportement du signal de tension du capteur

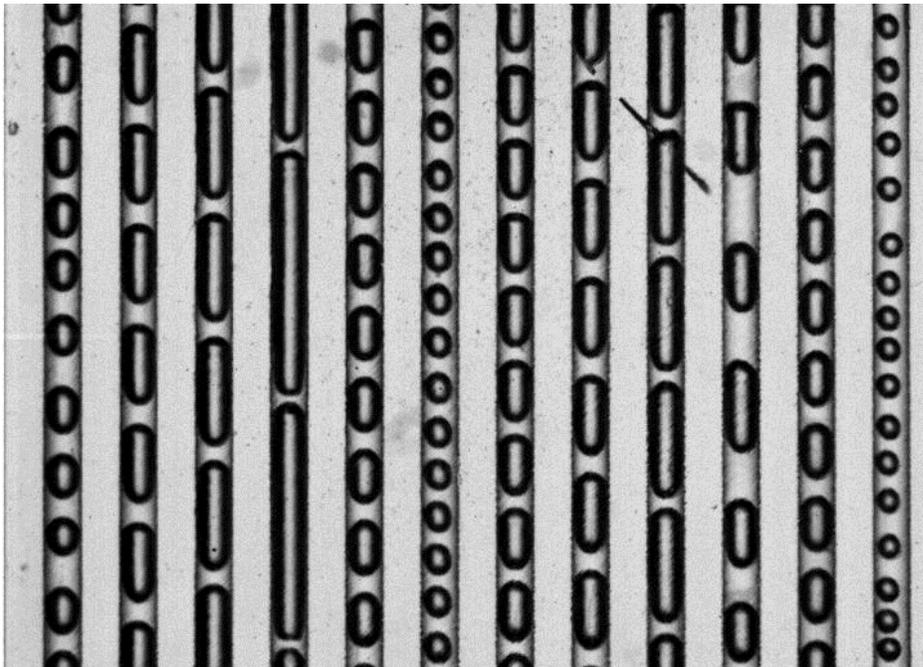


Caractéristiques hydrodynamiques : fréquence des bulles, vitesse des bulles, rétention gazeuse

Objectif : optimiser la géométrie (épaisseur δ) et valider le capteur pour ces paramètres

Méthodologie : ombroscopie comme technique de calibration

- ✓ Mesure du niveau de gris pour 12 canaux transparents
- ✓ Caméra Phantom Miro 320
- ✓ Fréquence d'enregistrement jusqu'à 1 kHz, durée de 20 s
- ✓ Canaux éclairés par un panneau LED
- ⇒ Enregistrement d'images binarisées pour **12 canaux simultanément**



Vidéo de l'écoulement
GL sous 12 canaux

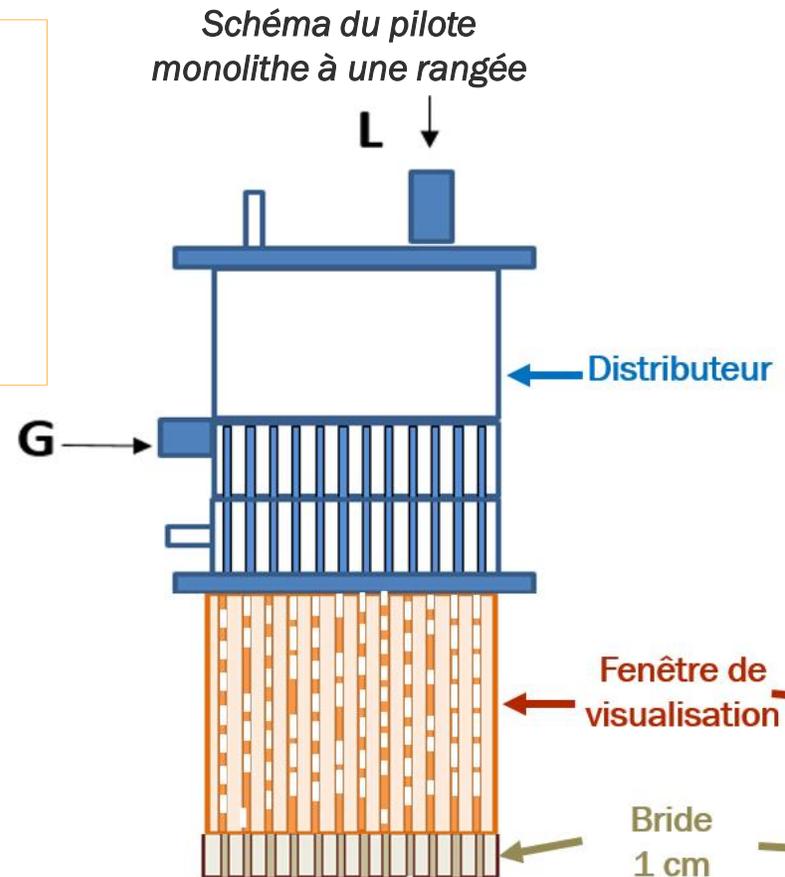
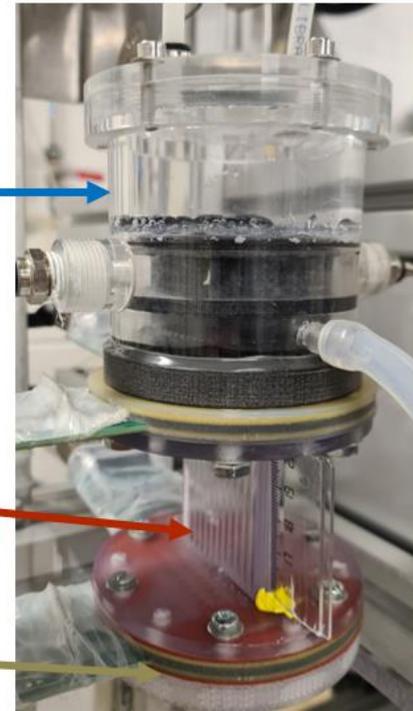
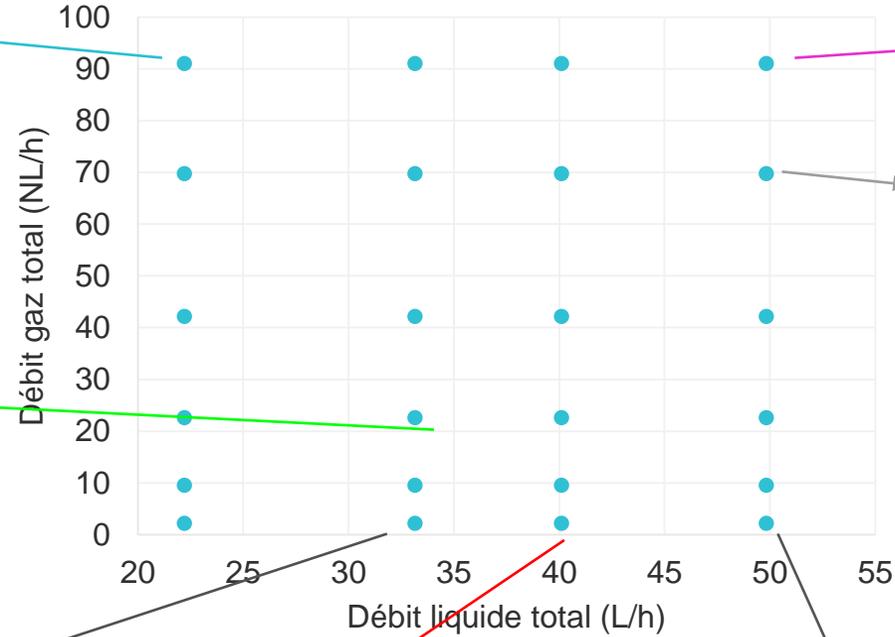


Photo de
l'installation



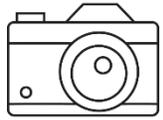
Méthodologie : conditions opératoires

Cartographie des conditions des expériences réalisées



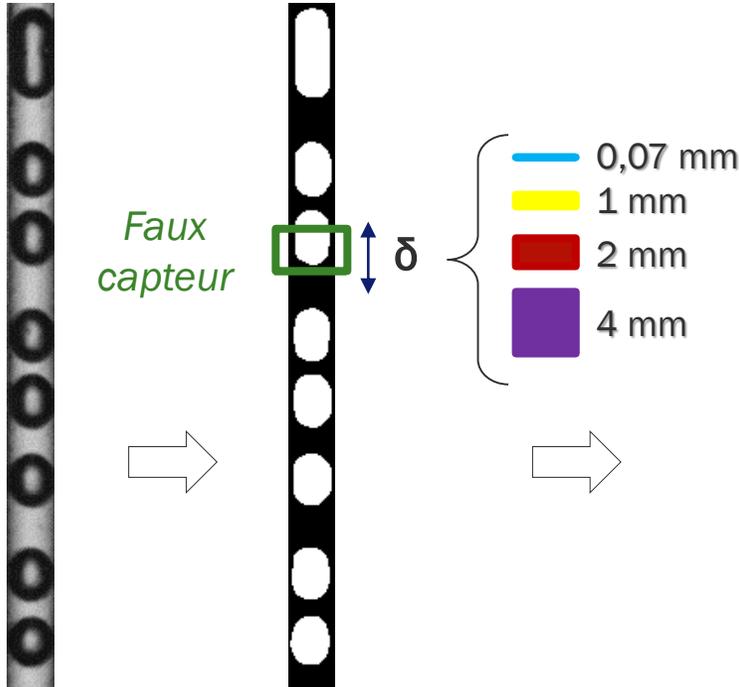
Conditions opératoires	Ordre de grandeur
Fluides	Air, eau
Débit gaz total, Q_G (NL/h)	2 - 91
Débit liquide total, Q_L (L/h)	22 - 50
Pression (atm)	1
Temperature (°C)	Température ambiante
Expériences (triplicats)	24 conditions

Résultats : choix de la géométrie du capteur



Objectif de l'étude : observer comment la distance δ entre les 2 électrodes du capteur résistif influence qualitativement les résultats de f_B , U_B et ε_G

- Afin d'évaluer la capacité du capteur résistif à mesurer f_B , U_B et ε_G , une **sonde virtuelle** a été mise en place via le traitement d'images ("faux capteur") : volume d'interrogation délimité par des lignes de pixels sur les images binarisées
- Distances testées δ entre les 2 électrodes : **0.07 mm (1 pixel)**, **1 mm**, **2 mm**, **4 mm**
- Mesure de la rétention des fluides à partir du niveau de gris

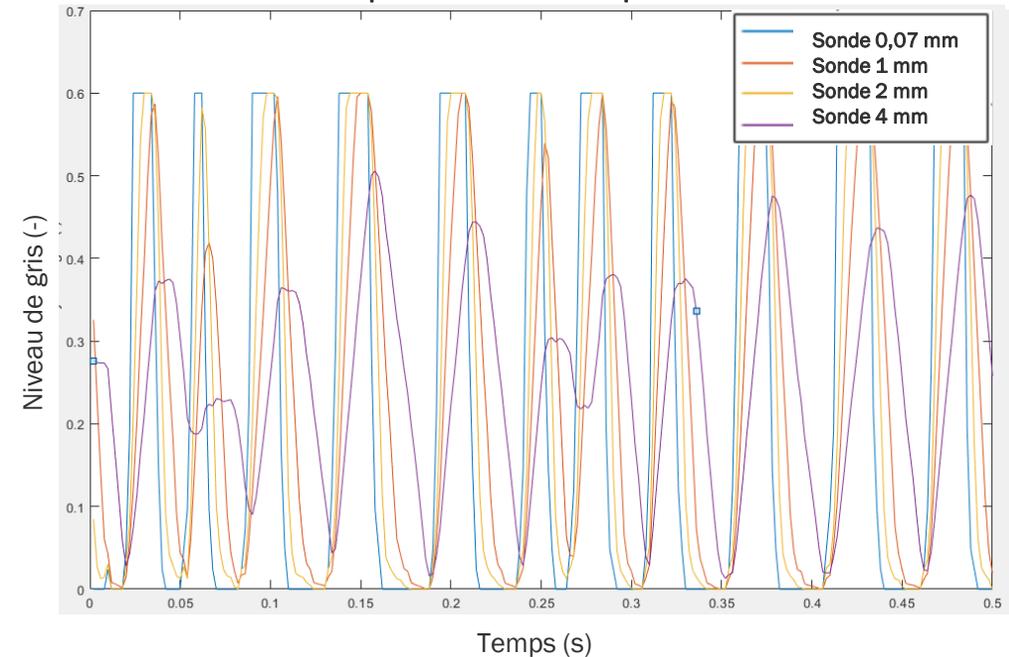


Pour un pixel sur l'image binarisée :

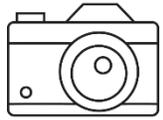
Gaz (bulles) : pixel=0 (blanc)
Liquide (slugs) : pixel=1 (noir)

$$\text{Niveau gris} = \frac{1}{n_{\text{pixel}}} \sum_{i=1}^{n_{\text{pixel}}} \text{pixel}_i$$

Niveau de gris moyen du volume au cours du temps à partir d'un "faux capteur"



Résultats : méthodes pour calculer les paramètres d'écoulement



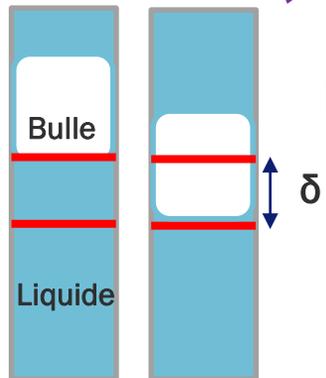
✓ **Fréquence de bulle** : algorithme FFT appliqué aux signaux.

✓ **Rétention gazeuse** : intégration du signal par rapport aux signaux d'étalonnage (eau, air).

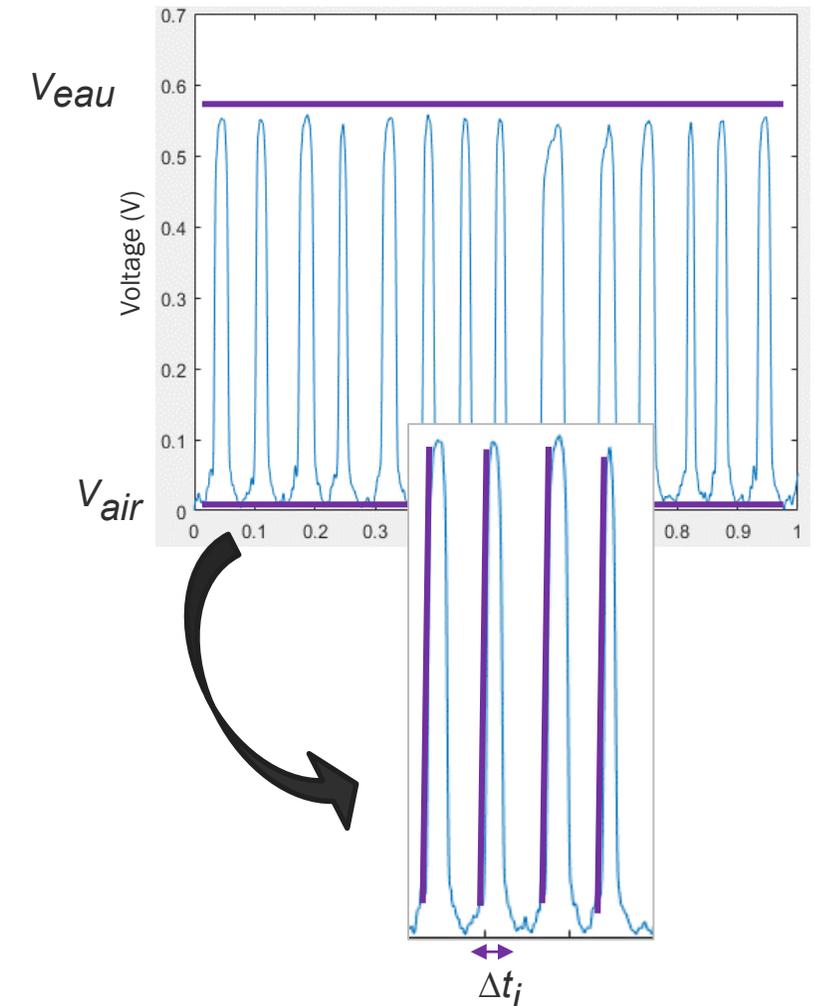
$$\varepsilon_G = 1 - \frac{1}{t} \int_0^t \frac{V(t) - V_{air}}{V_{water} - V_{air}} dt$$

✓ **Vitesse de bulle** : calcul du temps de transit d'une bulle entre la 1^{ère} et la 2^{ème} plaque, correspondant aux pentes montantes dans le signal (distance parcourue connue : δ).

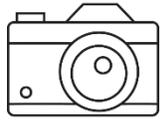
$$U_B = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{i=n} \frac{\delta}{\Delta t_i}$$



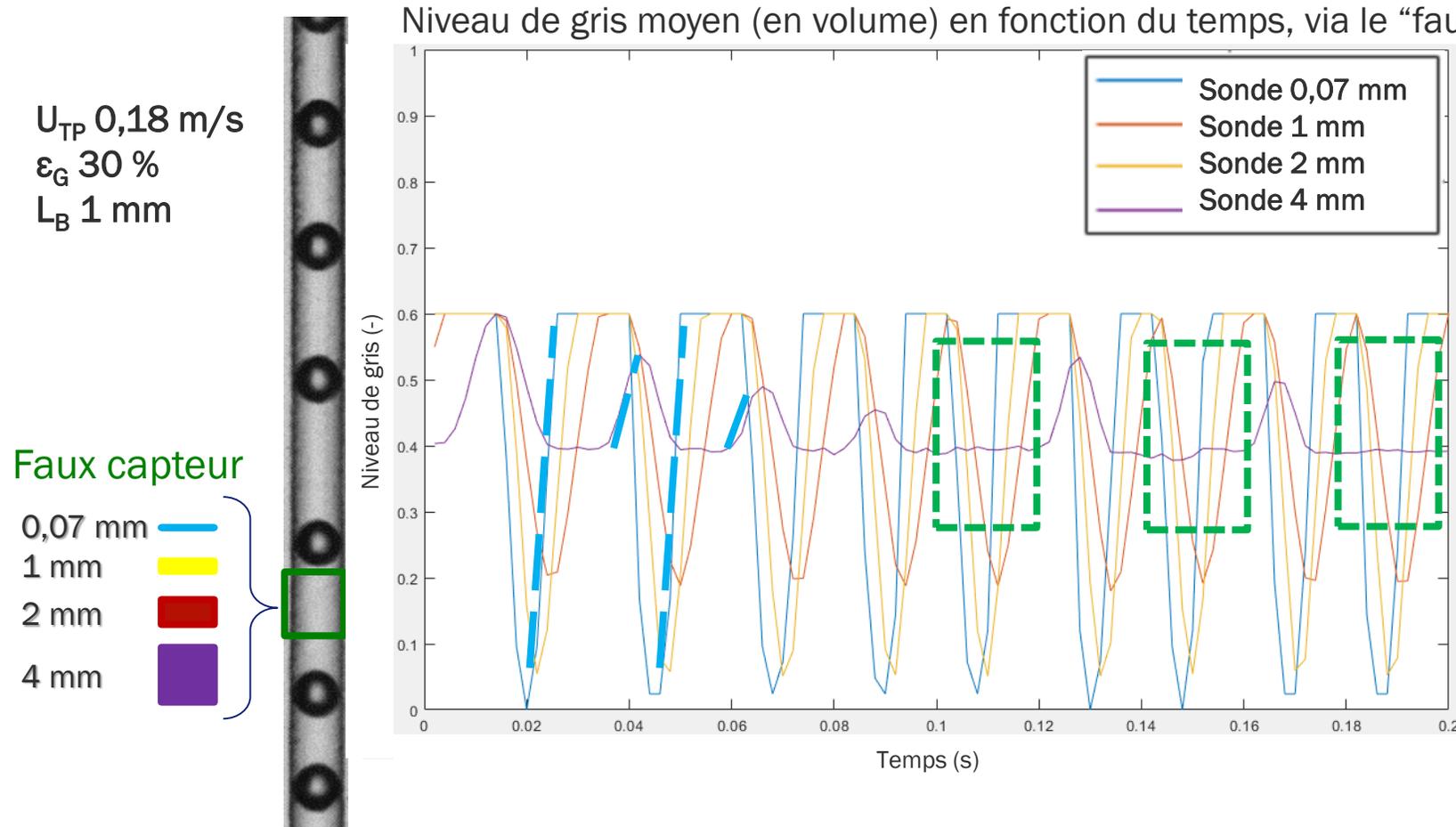
Calcul de la rétention de gaz et de la vitesse des bulles : signal de tension avec étalonnages



Résultats : choix de la géométrie du capteur

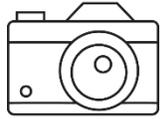


Objectif de l'étude : observer comment la distance entre les 2 électrodes du capteur résistif influence le résultat qualitatif en terme de f_B , U_B et ε_G

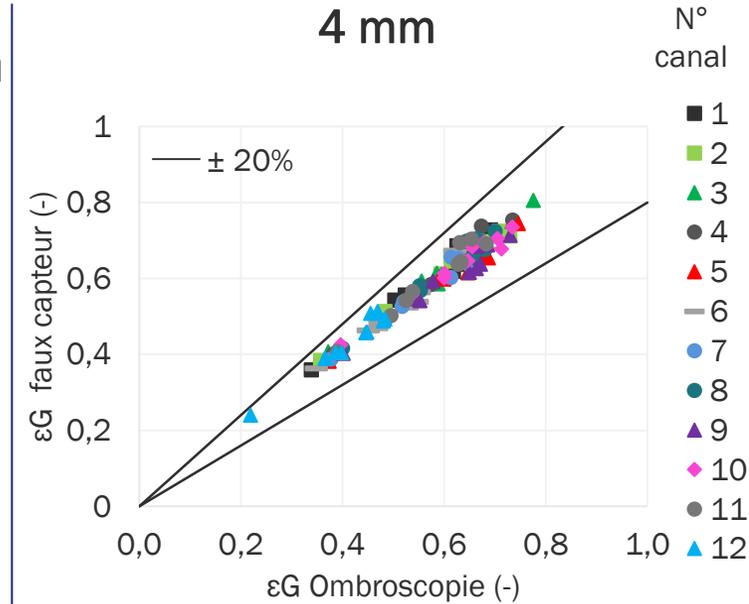
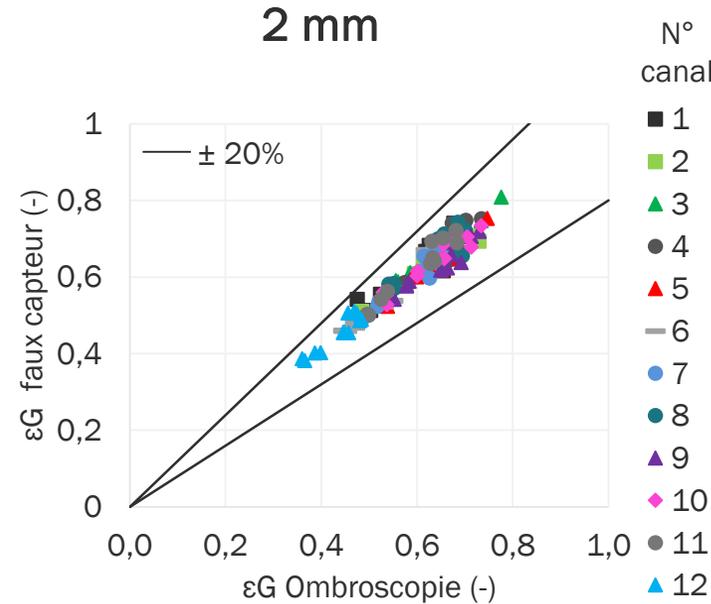
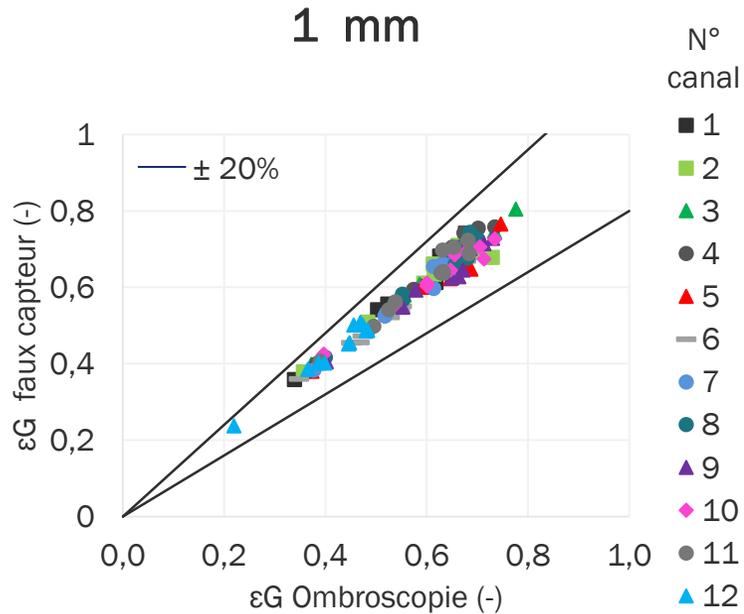


- ✓ On perd en résolution temporelle quand la distance δ augmente.
- ✓ La forme et la structure des signaux sont donc différents, ce qui influence la fréquence de bulle et la vitesse de bulles (des bulles sont ratées).
- ✓ Etude valable pour une gamme assez large de vitesses (0,1 – 1,2 m/s) et de tailles de bulles (1 – 8 mm)

Résultats : choix de la géométrie du capteur

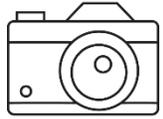


Objectif : Graphes de parité pour vérifier la méthode de calcul de f_B , U_B et ε_G par le faux capteur



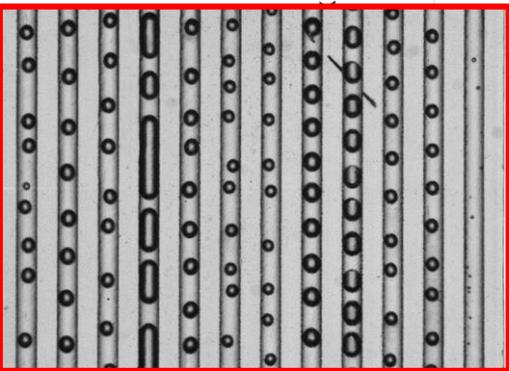
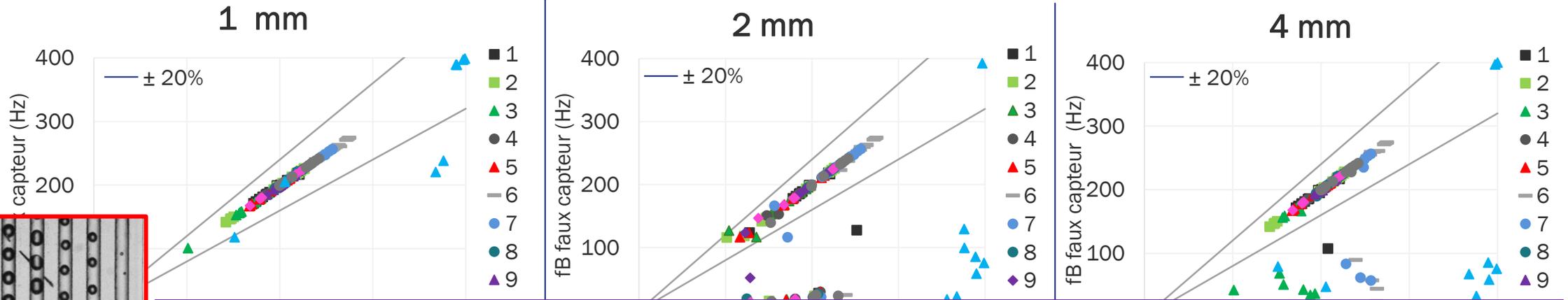
Aucune influence de la distance entre les plaques du capteur sur la rétention gazeuse.

Résultats : choix de la géométrie du capteur



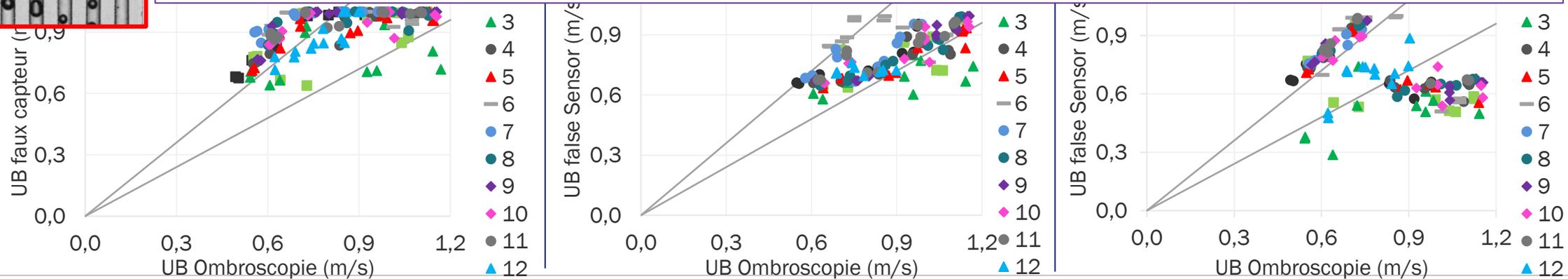
Objectif : Graphes de parité pour vérifier la méthode de calcul f_B , U_B et ε_G pour le faux capteur

Fréquence de bulle

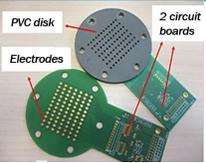


La fréquence et la vitesse des bulles sont sensibles à la valeur de δ , surtout lorsque l'écoulement a des bulles dont la longueur est inférieure à la distance entre les plaques. Un compromis a été fait en gardant la distance de 2 mm.

Vitesse de bulle



Résultats : conditions opératoires validées pour le capteur résistif



Conditions opératoires	Ordre de grandeur
Fréquence de bulle, f_B (Hz)	30 - 400
Vitesse de bulle, U_B (m/s)	0,1 - 1,2
Vitesse globale G+L, U_{TP} (m/s)*	0,1 - 1,0
Rétention gazeuse, ε_G (%)	10 - 90
Amplitude de tension (V)	0,1 - 0,5
Forme de bulle	Sphères ou balle de fusil

$$* U_{TP} = \frac{Q_{L,canal} + Q_{G,canal}}{S_{canal}} \quad \frac{U_{TP}}{U_B} = 1 - 0,61Ca^{0,33}$$

* Liu et al. Ind. Eng. Chem. Res., Vol. 44, No. 14, 2005

Taylor :
50 - 80%

Schéma du pilote monolithe à une rangée

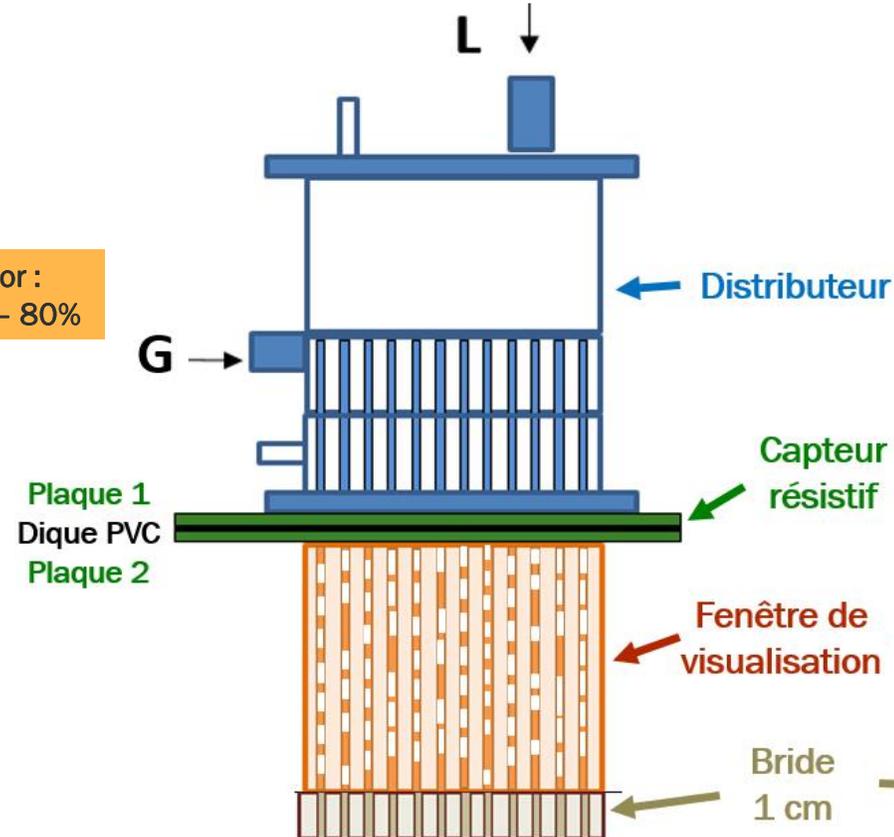
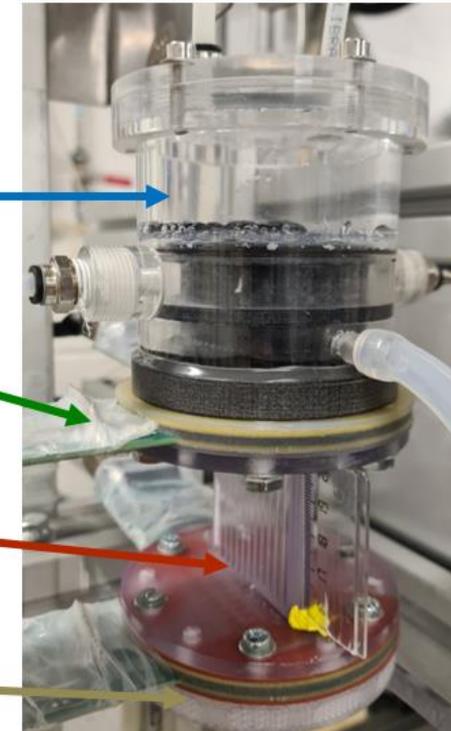
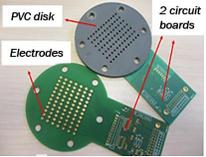


Photo de l'installation



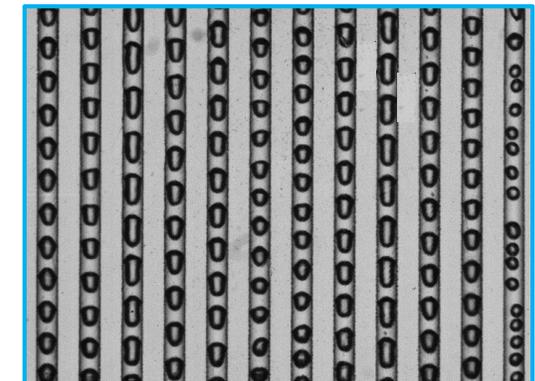
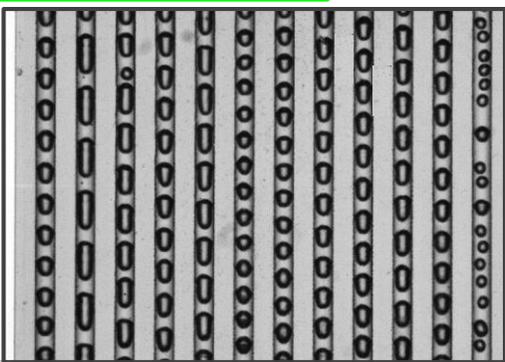
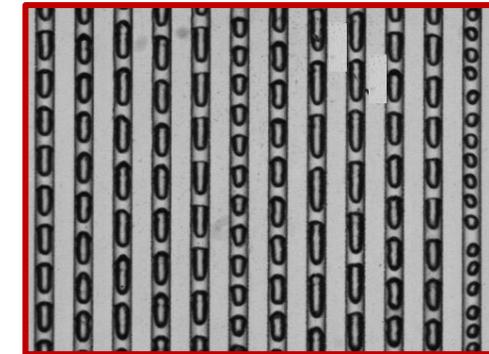
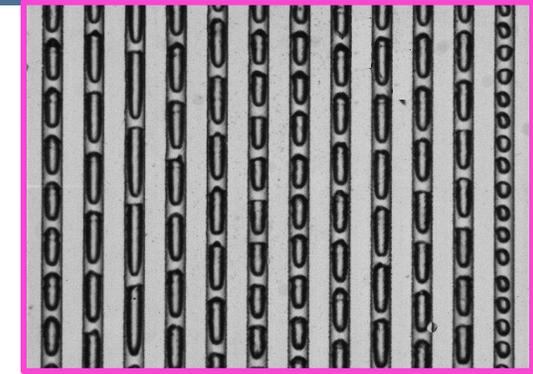
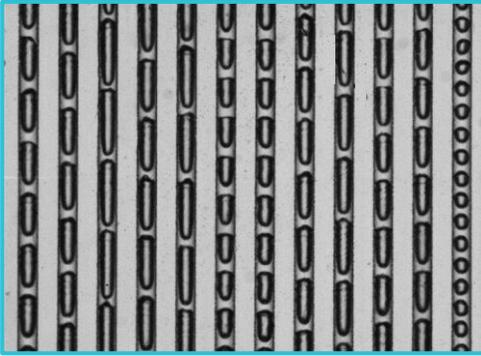
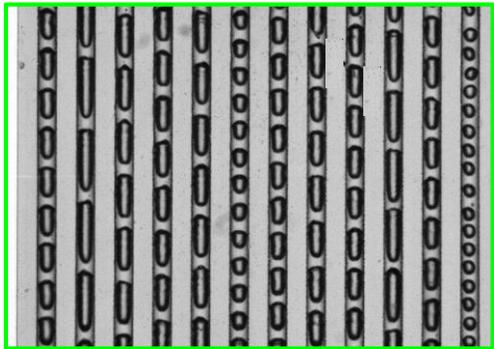
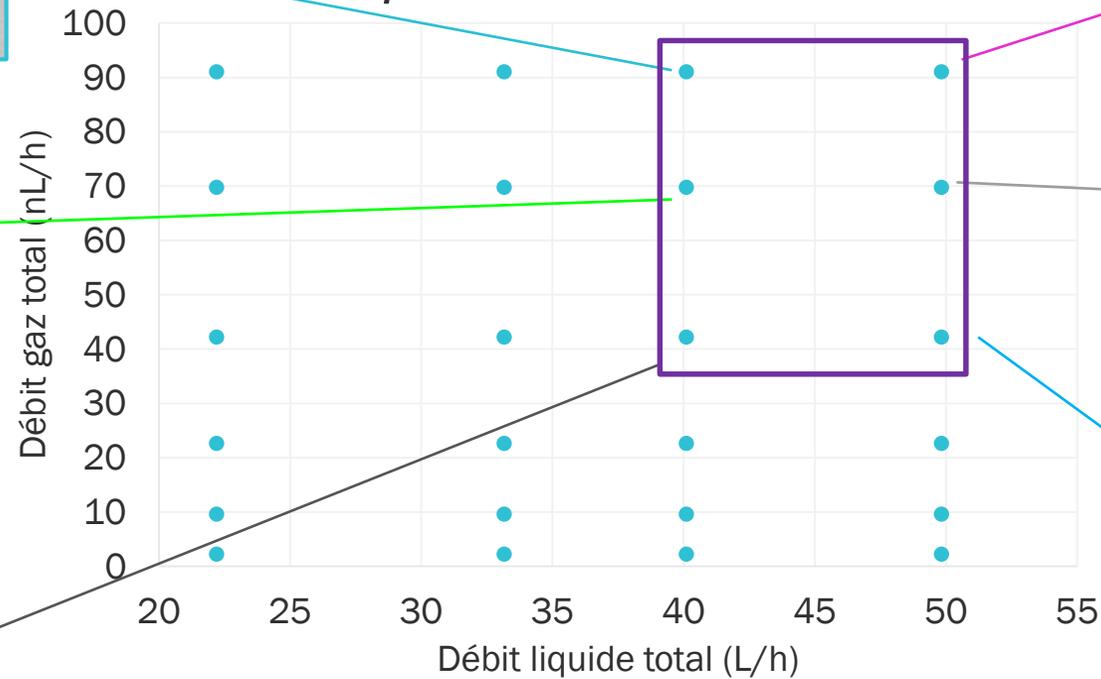
Résultats : conditions opératoires validées pour le capteur résistif



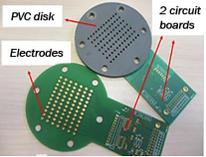
✓ Expériences sélectionnées, sous écoulement de Taylor, avec longues bulles ($L_B > 2$ mm)

→ f_B jusqu'à 400 Hz et $\epsilon_G > 50\%$

Cartographie des conditions des expériences réalisées



Résultats : méthodes pour calculer les paramètres

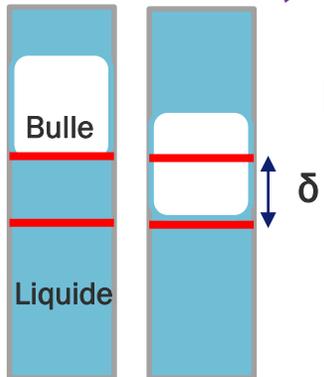


✓ **Fréquence de bulle** : algorithme FFT sur les signaux de tension.

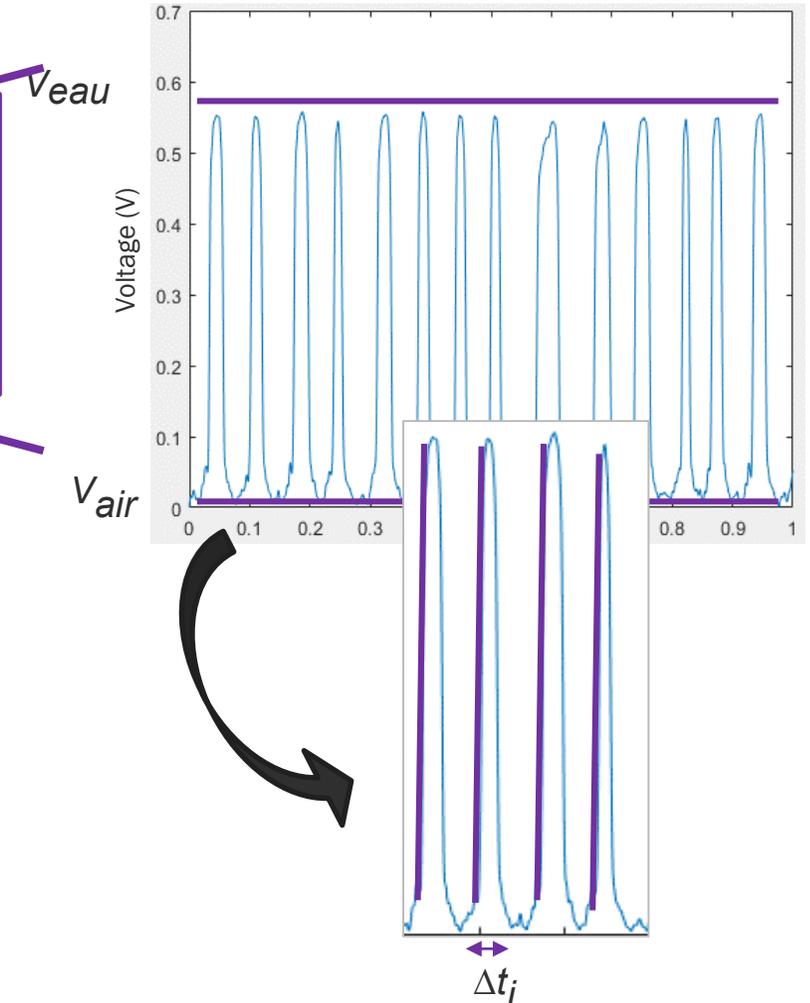
Méthode n'est plus valable pour le capteur car son signal (électronique) n'est pas de même nature que celui de la caméra (niveau de gris) : non linéaire avec la rétention des phases entre les électrodes

✓ **Vitesse de bulle** : calcul du temps de transit d'une bulle entre la 1^{ère} à la 2^{de} plaque, correspondant aux pentes montantes dans le signal (distance parcourue connue : δ).

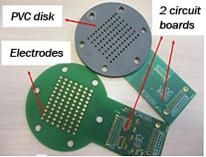
$$U_B = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{i=n} \frac{\delta}{\Delta t_i}$$



Calcul de la rétention de gaz et de la vitesse des bulles : signal de tension avec étalonnages

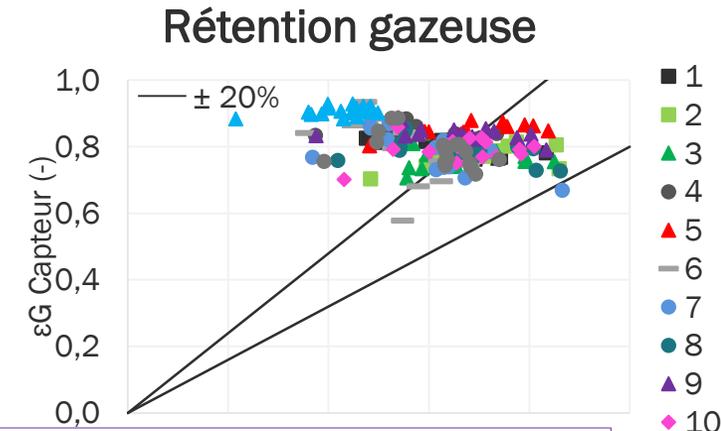
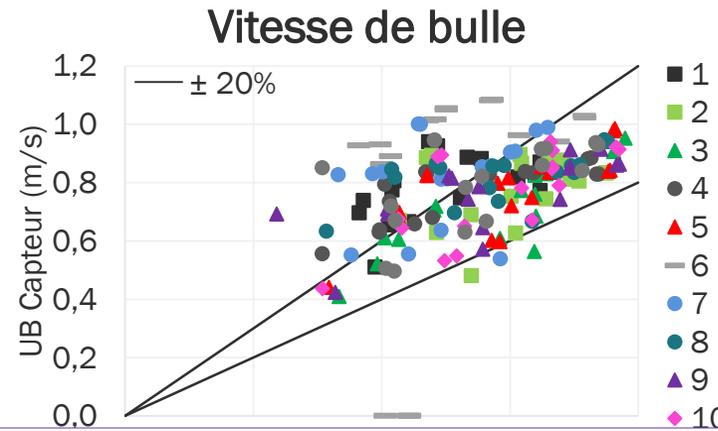
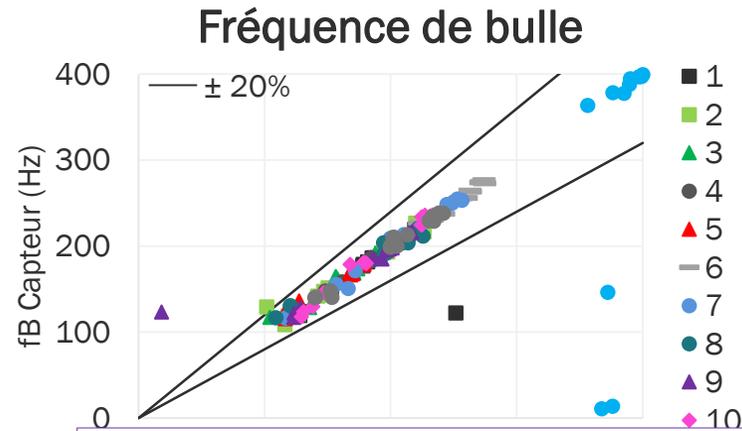


Résultats : comparaison entre le capteur résistif et ombroscopie



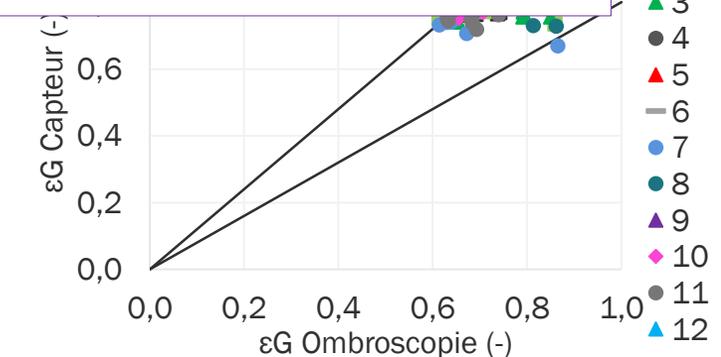
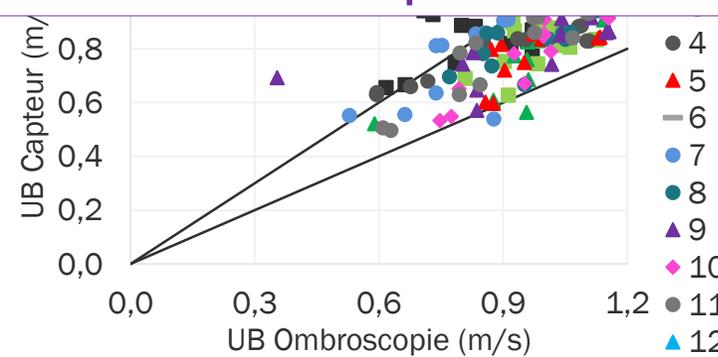
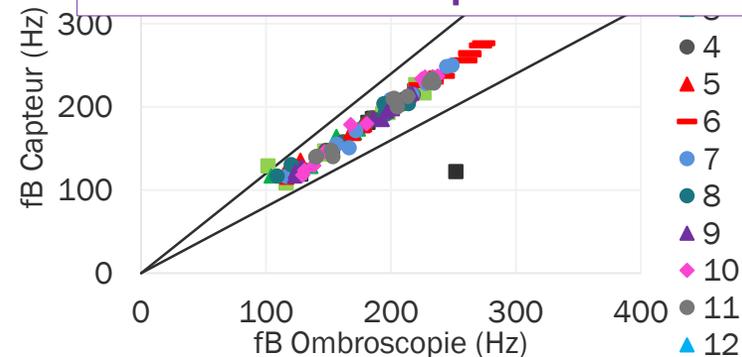
Objectif : Graphes de parité pour vérifier la méthode de calcul f_B , U_B et ε_G pour le capteur résistif

Ecoulement de Taylor



Dans l'ensemble, le capteur résistif montre le même comportement que le faux capteur. Comme attendu, les rétentions gazeuses sont mal mesurées car le signal de tension n'est pas linéaire avec les volumes de phase entre les électrodes.

$L_B > 2 \text{ mm}$



- ✓ Capteur résistif innovant, capable de caractériser plusieurs canaux simultanément à haute fréquence
- ✓ Choix d'une distance de 2 mm entre les 2 plaques du capteur (égale au diamètre des canaux)
- ✓ Résultats obtenus par le capteur encourageants : avec écarts moins de 25% pour U_B et 10% pour f_B
- ✓ Limitation: taille de bulle inférieure à la distance entre les plaques du capteur (régime à bulles)

En cours :

- ✓ Identifier les régimes d'écoulement à partir des caractéristiques (amplitude, moyenne,...) du signal de tension (à bulles et Taylor) à l'aide de routines de corrélation statistique
- ✓ Calculer la rétention gazeuse à partir de la modélisation dynamique du signal de tension
- ✓ Evaluer le capteur résistif dans des conditions opératoires plus larges (bulles plus grosses) pour améliorer le traitement des données

Ensuite :

Une fois le capteur qualifié et validé, nous pourrons :

- ✓ Caractériser la mal-distribution sur un réacteur monolithe (84 canaux)
- ✓ Comparer les performances de différentes géométries de distributeurs pour le réacteur monolithe



Merci de votre attention ! Questions ?

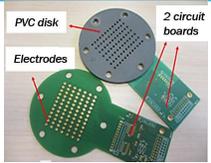
Murilo ARRAIS

**muriloricardo.donascimentoarrais@toulouse-inp.fr*



Annexes

Capteur résistif : rétention gazeuse



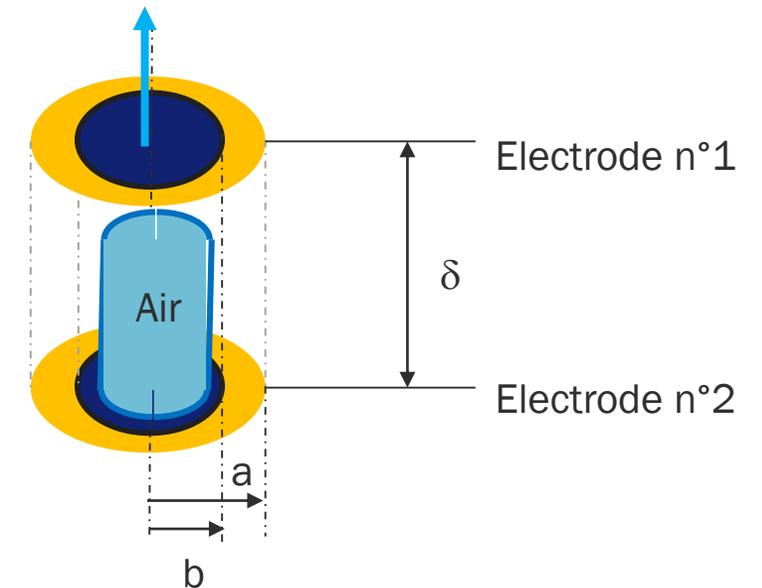
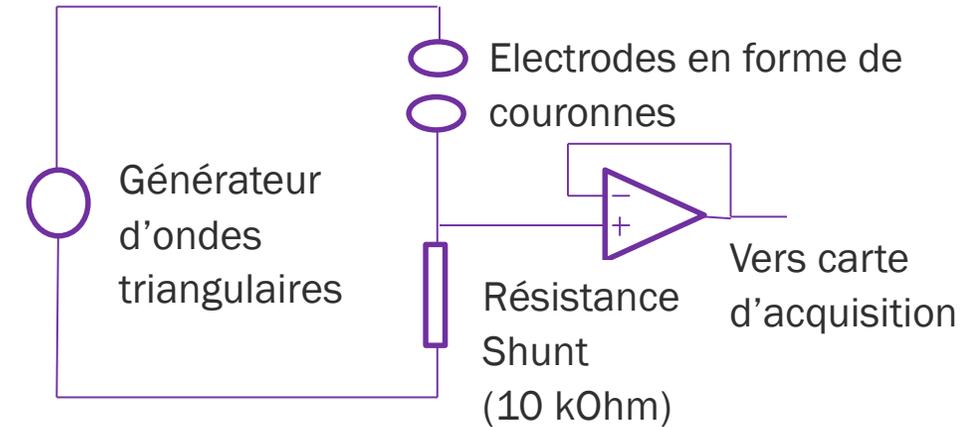
Principe 1 : l'électronique du capteur est un pont diviseur (Wheatstone) :

$$k = \frac{R_{shunt}}{R_{shunt} + R}$$

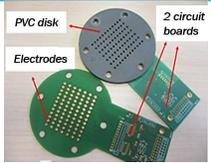
Principe 2: la résistance entre les électrodes (avec une bulle de gaz cylindrique) peut être calculé comme suit :

$$R = \frac{\delta \cdot \left(\frac{a^2 - b^2}{a^2} \right) + x \left(\frac{b}{a} \right)^2}{\pi \cdot \sigma_{eau} (a^2 - b^2)}$$

➔ Le signal délivré peut être modélisé dans le temps.

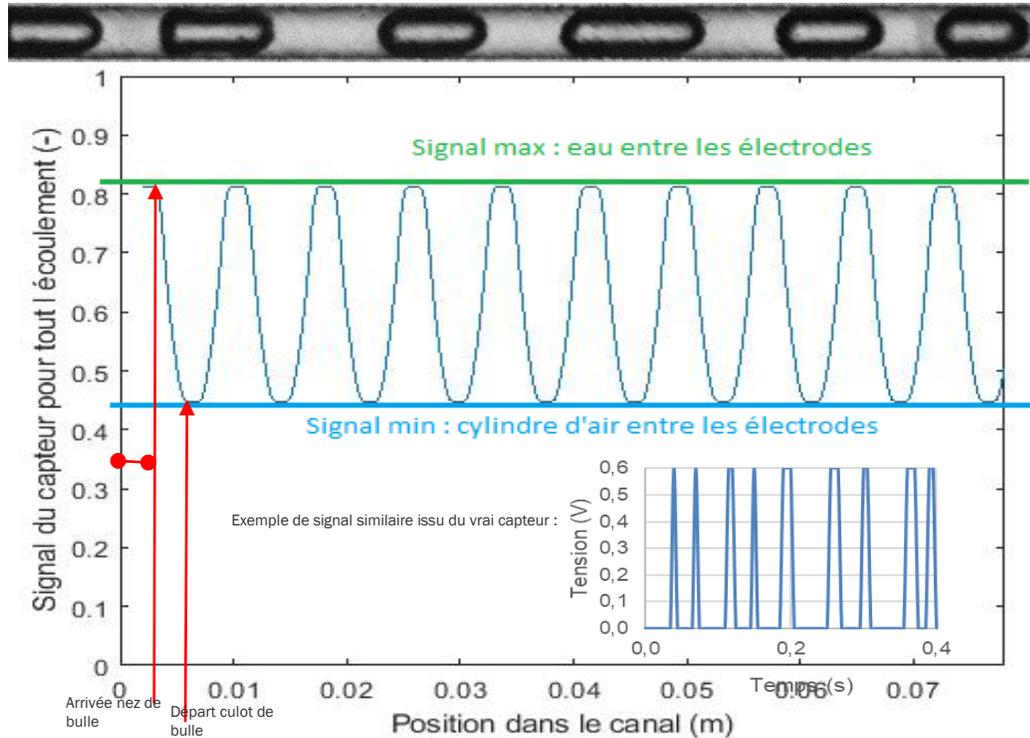


Capteur résistif : rétention gazeuse

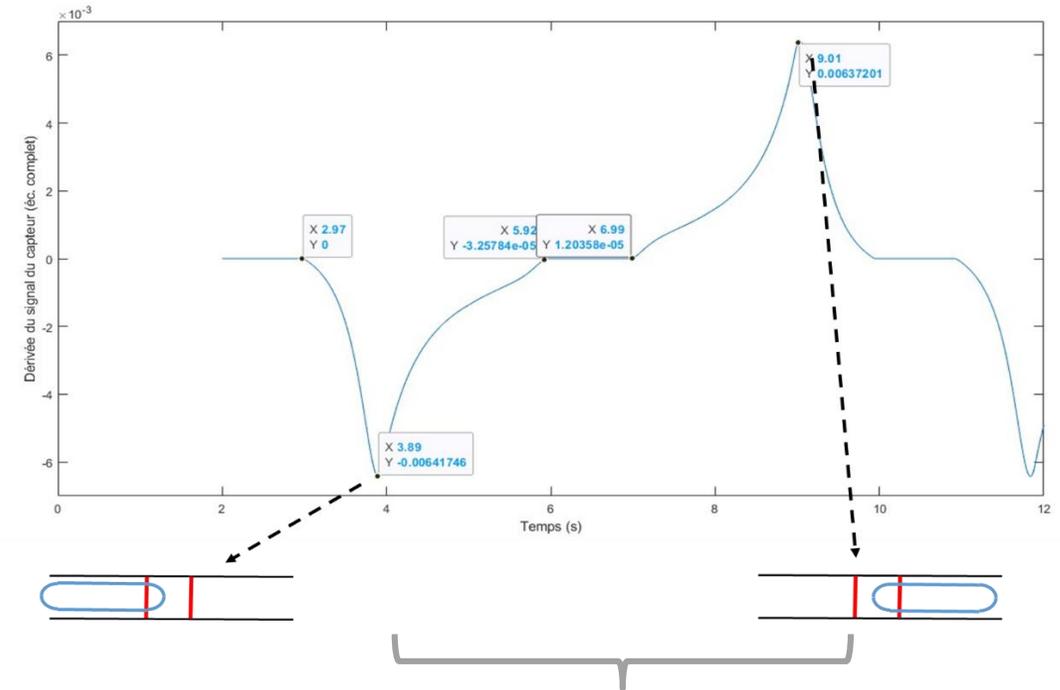


Signal délivré modélisé dans le temps :

$$L_{\text{bubble}} = 5 \text{ mm}, L_{\text{slug}} = 3 \text{ mm}$$



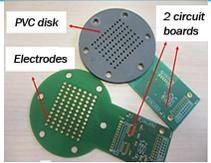
La dérivée du signal montre des événements spécifiques qui peuvent être facilement reconnus :



Ce laps de temps est mesuré, et, connaissant la vitesse des bulles, la longueur des bulles en est déduite.

Work in progress !

Capteur résistif : rétention gazeuse



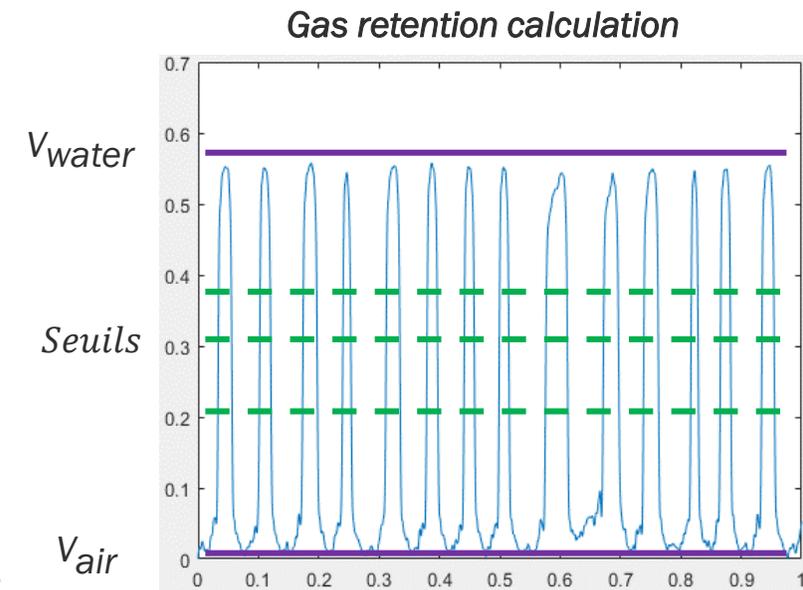
Pourquoi utilisons-nous la **méthode d'intégration** pour calculer la rétention gazeuse ?

✓ **Rétention gazeuse** : intégration du signal de tension par rapport aux signaux d'étalonnage (eau, air).

Hypothèse : on considère qu'il y a une proportionnalité entre la rétention de gaz et la tension

$$\varepsilon_G = 1 - \frac{1}{t} \int_0^t \frac{V(t) - V_{air}}{V_{water} - V_{air}} dt \quad \varepsilon_G = 1 - \frac{\sum \text{points}_{liq}}{\sum \text{points}}$$

✓ Tests ont été effectués avec une **méthode de seuillage**, mais il n'y avait pas de valeur de seuil optimale pour tous les types de flux - méthode sensible.



Méthode d'ombroscopie

- **Rétention gazeuse** : binarisation de l'image

$$\varepsilon_G = \frac{\sum A_{bulle}}{A_c}$$

- **Vitesse de bulle** : par le calcul du déplacement d'une bulle par relation croisée entre 2 images (Δt connu)

$$U_B = \frac{d}{\Delta t}$$

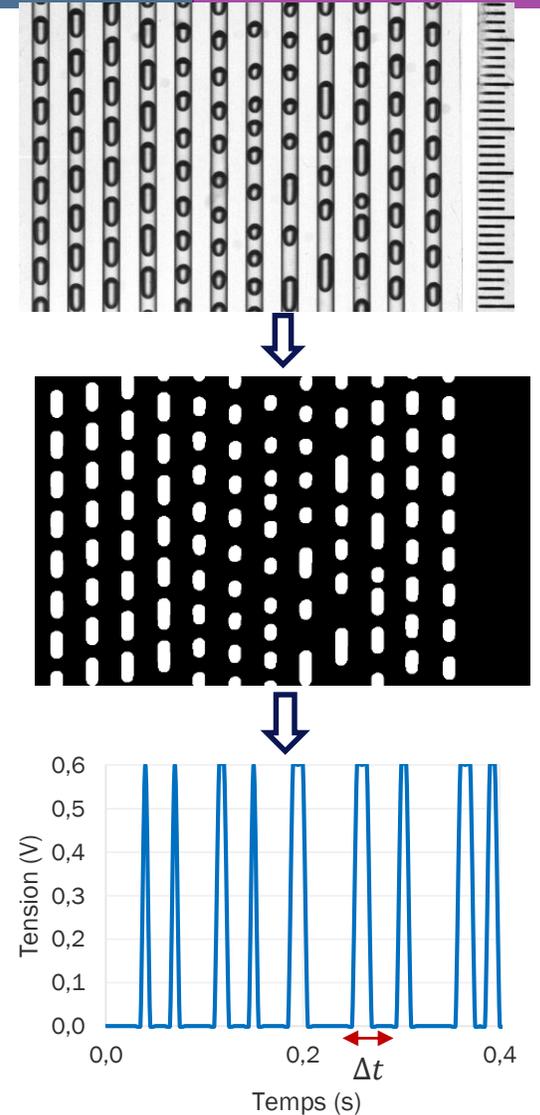
- **Fréquence de bulle** : création d'une sonde au milieu du canal qui détecte le passage des bulles, permettant ainsi la construction d'un signal. La fréquence est donc calculée par la FFT de ce signal.

- **Longueur de bulle** : fonction géométrique (MATLAB) qui identifie les bulles et calcule leurs longueurs

$$L_B = \Delta t \cdot U_B$$

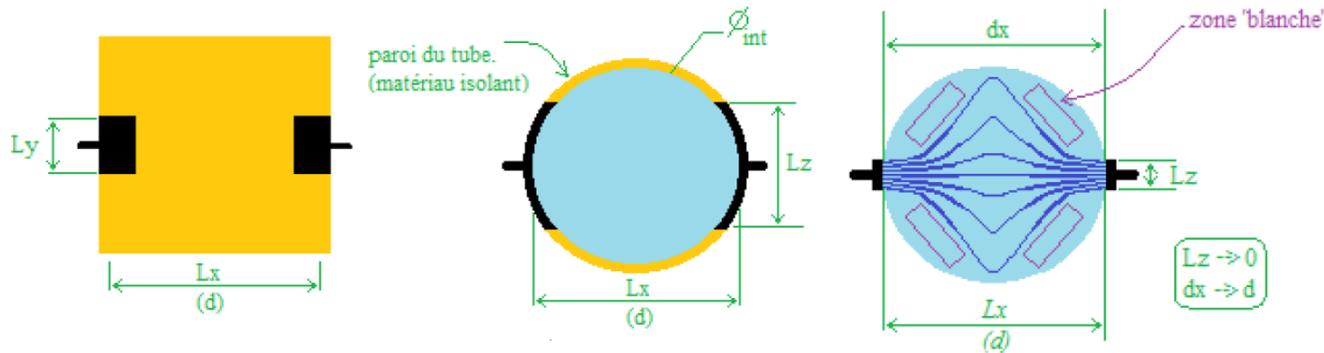
- **Débit de gaz** : obtenu à partir d'autres paramètres

$$Q_G = U_B \cdot \varepsilon_G \cdot A_c$$



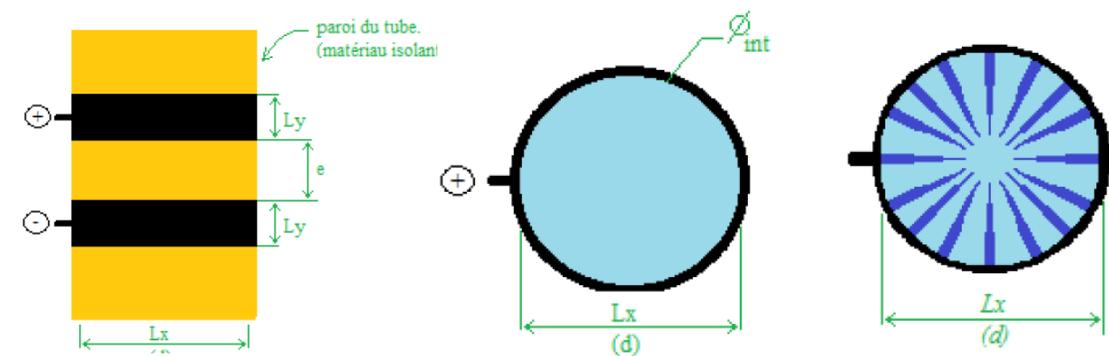
Capteur résistif : choix de la géométrie

Capteur à électrodes pariétales



- Cellule d'électrodes pariétales, avec 2 électrodes de forme concave côte à côte
- Mesure ponctuelle de tension / conductance (binarisation 0/1)
- Limitations : effet de frontière lorsque la taille des électrodes est petite → faible sensibilité en régime bulleux ; difficulté des mesures de vitesse de bulle due à la position des électrodes

Capteur à électrodes annulaires



- Cellule d'électrodes annulaires, avec 2 électrodes disposées l'une au-dessus de l'autre
- Mesure volumétrique de tension/conductance (volume entre les 2 électrodes annulaires)
- Limitation : effet de frontière au centre du canal → faible sensibilité pour régime à bulles

Contraintes technologiques / électroniques de production dues à la géométrie complexe du capteur / réacteur monolithe. Le capteur à électrodes annulaires a été conservé.

Capteur résistif : choix de la technologie

Capacitif

- Mesure de perméabilité des fluides sur cellule volumétrique
- Détection de matériaux métalliques et non métalliques
- Différents types de solvants peuvent être appliqués

Conductif (résistif)

- Mesure de la conductivité des fluides sur cellule volumétrique
- Détection de matériaux métalliques
- Appliqué pour les fluides de bonne différence de conductivité

La technologie conductrice a été conservée grâce à un bon savoir-faire.

Méthodologie : schéma du distributeur

Photo de l'installation

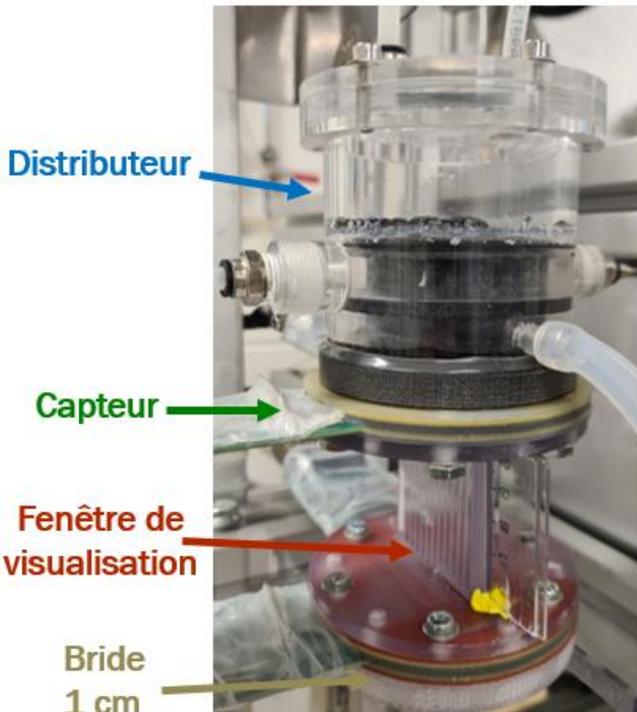


Schéma du pilote monolithe à une rangée

