

UNIVERSITE DE LIEGE
Faculté des Sciences Appliquées
Service de Génie Chimique

ETUDE DE L'ÉCOULEMENT RUISSELANT
DANS LES LITS FIXES
PAR TOMOGRAPHIE A RAYONS X

Dominique TOYE

Thèse présentée en vue de
l'obtention du grade de
Docteur en Sciences
Appliquées

1996

Remerciements

Ce travail a été réalisé dans le Laboratoire de Génie chimique de l'Université de Liège. Il constitue un maillon complémentaire aux nombreux travaux de recherche et de modélisation effectués depuis de nombreuses années au sein de ce laboratoire dans le domaine de l'hydrodynamique des systèmes polyphasiques.

Je tiens sincèrement à remercier le Professeur Guy L'Homme pour la confiance qu'il m'a accordée, en m'offrant l'opportunité d'effectuer un doctorat au sein de son Service, ainsi que pour les précieux conseils et les encouragements qu'il m'a prodigués.

Je remercie également le Professeur Michel CRINE pour tout le temps qu'il a su me consacrer, malgré ses nombreuses sollicitations, ainsi que pour ses précieux conseils et son soutien scientifique. Ses critiques, parfois inattendues, mais toujours enrichissantes m'ont été d'une grande utilité.

Je tiens à exprimer ma plus profonde gratitude à Monsieur Pierre Marchot, Docteur en Sciences appliquées. Sa grande compétence, allée à une curiosité scientifique de tous les instants, m'ont aidé à trouver des solutions aux multiples problèmes qui ne manquent pas de surgir au cours de la réalisation d'un travail de ce type. Je le remercie pour le soutien, tant scientifique que moral, qu'il m'a apporté.

Je voudrais également remercier le Professeur Jean-Paul PIRARD pour l'intérêt qu'il a porté à ce travail tout au long de sa réalisation, ainsi que pour le temps qu'il a consacré à la relecture du manuscrit.

Je tiens également à remercier à Mademoiselle Myriam TOMIELLO, pour le soutien et l'aide qu'elles m'a apportés chaque fois que besoin en était.

Ce travail n'aurait certainement pu être mené à bien sans les compétences techniques et la dextérité de Monsieur Marc DE BRUYN, qui a réalisé l'essentiel du montage de l'installation expérimentale. Qu'il en soit sincèrement remercié.

Que tous les autres membres des Services de Génie chimique, de Génie catalytique et de Chimie industrielle trouvent ici l'expression de ma sympathie pour l'ambiance de travail amicale qu'ils ont su faire régner tout au long de la réalisation de ce travail.

Je voudrais aussi exprimer ma reconnaissance à Monsieur le Professeur Jacques CANTRAINE qui a accepté de faire partie du comité, et ensuite du jury, de cette thèse

Mes sincères remerciements vont également à Messieurs les membres du jury, pour le temps qu'ils ont bien voulu consacrer à la lecture et ensuite à l'évaluation de ce travail et particulièrement aux membres extérieurs à l'Université de Liège, qui ont accepté de se déplacer jusqu'à Liège pour assister à la présentation de cette thèse.

Enfin, ma reconnaissance va également au Fonds National de La Recherche Scientifique, ainsi qu'au Conseil de la Recherche de l'Université de Liège, qui ont matériellement permis la construction de l'installation expérimentale.

TABLE DES MATIERES

Table des matières

Résumé	1
Introduction	5
1. Les colonnes à empilage	6
2. Les réacteurs catalytiques à lit fixe arrosé	10
3. Les lits bactériens	13
4. Influence de la texture de l'écoulement	14
5. Modèles hydrodynamiques	16
6. Sélection d'une technique de mesure	19
7. Les techniques tomographiques	23
Chapitre I : La tomographie à rayons X	25
1. Définition	26
2. Principes de base et notations	27
3. Reconstruction des images.....	29
3.1. Rétro-projection	29
3.2. Rétro-projection filtrée.....	31
4. Algorithme de rétro-projection filtrée	32
4.1. Rétro-projection filtrée et "Fourier Slice Theorem"	32
4.2. Adaptation de l'algorithme à la géométrie plan angulaire	35
4.3. Application pratique de l'algorithme de reconstruction	39
4.4. Applicabilité de l'algorithme de rétro-projection filtrée à l'étude de l'écoulement dans une colonne à garnissage.....	41
Chapitre II : Dispositif expérimental	42
1. Le tomographe.....	43
1.1. Le générateur de rayons X	44
1.2. Le détecteur linéaire	45
1.3. Le manipulateur	46
1.4. L'acquisition des données et la reconstruction des images.....	50
1.5. Le dispositif de sécurité	51

2. La colonne à garnissage	52
2.1. La colonne et le circuit du liquide	52
2.2. L'empilage	54
3. Mode opératoire	55
Chapitre III : Essais préliminaires	57
Chapitre IV : Analyse des images de sections droites de la colonne sèche	64
1. Introduction	66
2. Opérations effectuées sur les images de sections reconstruites	66
2.1. Elimination de l'image de la paroi de la colonne	67
2.2. Normation des images	69
2.3. Seuillage des images	69
2.4. Binarisation des images	72
2.5. Analyse qualitative de deux images de sections reconstruites	73
3. Fraction de vide dans l'empilage	77
3.1. Fraction de vide dans la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210	77
3.2. Fraction de vide dans la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A	79
4. Détermination d'une dimension caractéristique au sein de l'empilage	83
4.1. Calcul de l'entropie de configuration	83
4.2. Analyse de la distribution de la fraction de solide	91
4.3. Analyse de la fonction d'autocorrélation	101
4.4. Conclusions	110
4.5. Visualisation des différentes échelles caractéristiques	111
Chapitre V : Analyse des images de sections droites de la colonne irriguée	117
1. Mode opératoire	119
2. Opérations effectuées sur les images après leur reconstruction	121
2.1. Soustraction de l'empilage drainé	121
2.2. Normation des images reconstruites	123
2.3. Seuillage des images reconstruites	125
2.4. Binarisation et représentation graphique des images reconstruites	127

3. Analyse qualitative des images reconstruites	128
3.1. Analyse de la distribution du liquide dans des sections irriguées remplies d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A.....	128
3.2. Analyse de la distribution du liquide dans des sections irriguées remplies d'éléments d'Etapak 210.....	133
3.3. Comparaison des deux types d'empilages au niveau de la distribution du liquide	138
3.4. Analyse de la corrélation existant entre la distribution des éléments d'empilage et la texture de l'écoulement du liquide.....	139
3.5. Conclusions	141
4. Valeurs globales de la rétention de liquide	144
4.1. Définition de la rétention de liquide.....	144
4.2. Rétention de liquide mesurée par tomographie.....	145
4.3. Rétention de liquide mesurée par une autre technique expérimentale	148
4.4. Rétention de liquide prédite par les corrélations proposées dans la littérature	155
4.5. Rétention de liquide calculée grâce au modèle hydrodynamique proposé par Billet.....	158
5. Approche probabiliste de la description des écoulements dans une colonne à garnissage	168
5.1. Description du modèle de mouillage partiel.....	168
5.2. Rétention globale de liquide calculée grâce au modèle de mouillage partiel	175
5.3. Distribution du liquide à l'échelle locale	182
5.4. Ecoulement du liquide sous forme de gouttes.....	199
5.5. Conclusions	203
6. Conclusions générales.....	205
Conclusions	207
Liste des symboles	211
Références bibliographiques	215
Annexes	224
Annexe I : Filtre de Hamming	225
1. Représentation dans le domaine de Fourier.....	225
2. Influence sur les images reconstruites	226
Annexe II : Calcul de moyennes sur les données de projection	229
Annexe III : Photographies de l'installation	231
Annexe IV : Distribution du liquide dans des sections irriguées.....	237
Annexe V : Distribution des débits locaux.....	242
Annexe VI : Facteur de maldistribution	246

RESUME

Résumé

L'objet du présent travail est l'étude expérimentale et théorique de l'hydrodynamique des écoulements dans des colonnes à garnissage et, plus particulièrement, l'analyse par tomographie à rayons X de la distribution spatiale des phases liquide et solide dans des lits fixes parcourus par un écoulement de liquide. La distribution des phases est observée à différents niveaux, depuis l'échelle locale jusqu'à l'échelle de la colonne dans son ensemble.

L'introduction permet tout d'abord de rappeler les principales applications industrielles des colonnes à garnissage, ainsi que les caractéristiques particulières associées à chacune d'entre elles. L'hydrodynamique des écoulements dans ce type d'appareils résulte de phénomènes extrêmement complexes, intervenant à une échelle très petite. Cet état de choses a poussé les chercheurs à développer des modèles de plus en plus détaillés, dont la validation requiert une connaissance de plus en plus fine de la répartition des phases au sein des lits fixes. L'obtention de mesures à une échelle très locale s'avère donc indispensable.

Après un bref rappel des différentes techniques de mesure plus ou moins locales qui ont été appliquées, dans le passé, à l'étude des écoulements dans des colonnes à garnissage, l'ensemble des techniques tomographiques, ainsi que leurs principaux champs d'application sont présentés. Parmi ces dernières, la tomographie à rayons X semble particulièrement bien adaptée, car elle permet d'accéder à une cartographie complète de la distribution spatiale des différentes phases présentes dans une colonne à garnissage de relativement grandes dimensions.

Le chapitre I présente en détail les bases de la technique expérimentale utilisée. La tomographie consiste à reconstruire l'image d'une section droite d'un objet à partir de données de transmission, obtenues en illuminant cet objet sous un grand nombre d'angles différents. L'algorithme permettant de reconstruire les images à partir des données de projection est l'algorithme de rétro-projection filtrée, adapté à la géométrie du dispositif de radiographie (faisceau plan angulaire et détecteurs colinéaires équidistants). Cet algorithme, qui est le plus utilisé en

pratique, a dû être modifié pour tenir compte d'imperfections géométriques existant au niveau du dispositif de mesure.

Le chapitre II décrit l'installation expérimentale, qui comprend le tomographe à rayons X, la colonne à garnissage et leurs éléments périphériques respectifs. Le tomographe consiste en un dispositif de radiographie (source de rayons X et détecteur linéaire) fixé sur un manipulateur. Le pilotage de l'installation, ainsi que l'acquisition des données expérimentales sont réalisés grâce à un pupitre de commande et à un P.C. Le dispositif de tomographie permet de réaliser des images de sections droites d'une colonne à garnissage, irriguée grâce à un dispositif d'alimentation et d'évacuation des fluides.

Après une description relativement détaillée de tous ces éléments, le mode opératoire suivi pour la réalisation des différentes mesures expérimentales est présenté.

Dans les chapitres III à V sont regroupés les différents résultats expérimentaux, ainsi que les discussions et commentaires s'y rapportant.

Le chapitre III présente les différents essais réalisés en vue de valider le dispositif de tomographie. Dans ce but, des objets de forme et de taille connues ont été radiographiés. La confrontation des images reconstruites et des objets originaux permet d'effectuer cette validation, mais également d'apprécier la résolution de la technique tomographique de mesure.

Le chapitre IV expose les résultats obtenus sur base des images de sections droites de la colonne sèche.

Dans un premier temps, les différentes opérations effectuées sur les images, après leur reconstruction, sont décrites. Ces opérations ont pour but de donner une signification physique réelle aux valeurs des pixels composant les images, mais également d'améliorer la représentation graphique de ces dernières.

Une des premières grandeurs calculées sur les sections reconstruites est la fraction de vide de l'empilage. Les valeurs de porosité ainsi calculées sont comparées à d'autres valeurs obtenues expérimentalement, ainsi qu'aux valeurs annoncées par les fabricants d'empilages.

Une dimension caractéristique, propre à chacun des types d'empilage, est ensuite calculée grâce à l'application de différentes méthodes comme l'analyse de l'entropie de configuration, l'analyse de la distribution de la fraction de solide ou encore l'analyse de la fonction d'autocorrélation. La dimension caractéristique ainsi déterminée permet d'accéder à la taille des cellules élémentaires susceptibles de représenter la morphologie de la phase solide dans le cadre d'une modélisation des phénomènes hydrodynamiques intervenant au sein du lit fixe.

Après un brève conclusion récapitulative, la dernière partie du chapitre IV est consacrée à la visualisation des différentes échelles caractéristiques présentes dans les images analysées.

Le chapitre V décrit les résultats obtenus sur base des images de sections droites de la colonne irriguée.

Dans un premier temps, les images obtenues sur des sections irriguées font l'objet d'une analyse purement qualitative. Cette analyse permet d'observer l'influence exercée par le distributeur de liquide sur la distribution du liquide au sein de sections droites situées à différentes hauteurs au sein de la colonne, pour différentes valeurs du débit de liquide. Elle permet également d'observer la corrélation existant entre les distributions des phases liquide et solide au sein de la colonne.

Ensuite, les valeurs globales de la rétention de liquide calculées sur base des valeurs des pixels composant les images reconstruites sont confrontées à des valeurs de rétention obtenues par d'autres méthodes, expérimentales ou théoriques, afin de valider les résultats obtenus par tomographie. Dans ce but, des comparaisons sont effectuées avec des résultats expérimentaux présentés dans la littérature, avec des valeurs de rétentions mesurées par essais de traceur, ainsi qu'avec des valeurs calculées grâce à des corrélations proposées dans la littérature et plus particulièrement grâce à la corrélation issue d'un modèle d'écoulement en canaux.

Un modèle hydrodynamique basé sur une approche probabiliste est ensuite utilisé pour modéliser l'hydrodynamique au sein de la colonne à garnissage. Cette approche permet non seulement de rendre compte de l'évolution des valeurs globales de la rétention de liquide, mais également de modéliser la distribution des

valeurs locales de la vitesse du liquide dans les différentes sections de la colonne à garnissage.

Pour terminer, la conclusion résume l'ensemble des résultats issus de la présente étude, avant de lancer quelques pistes pour des travaux de recherche à venir.

INTRODUCTION

Introduction

Sommaire

1. Les colonnes à empilage	6
2. Les réacteurs catalytiques à lit fixe arrosé.....	9
3. Les lits bactériens.....	12
4. Influence de la texture de l'écoulement	13
5. Modèles hydrodynamiques	15
6. Sélection d'une technique de mesure.....	18
7. Les techniques tomographiques.....	22

Introduction

Dans le domaine industriel, de nombreux procédés mettent en oeuvre une phase liquide et une phase gazeuse s'écoulant simultanément à travers un lit fixe constitué d'éléments d'empilage. De manière simplifiée, on peut diviser ces procédés en deux grands groupes :

- Entrent dans la première catégorie les procédés dont le but est de réaliser un transfert de matière et/ou de chaleur entre une phase liquide et une phase gazeuse. Dans ce cas, le support solide est inerte et sert uniquement à promouvoir le contact entre les deux phases fluides, en améliorant leur distribution. C'est le domaine des opérations physiques unitaires telles que la distillation, l'absorption et la désorption gaz - liquide, ...
- La seconde catégorie concerne les procédés dans lesquels la phase solide joue un rôle plus actif, en tant que (bio)catalyseur d'une réaction intervenant entre des réactifs présents dans les phases liquide et gazeuse. C'est le domaine des réactions polyphasiques catalysées par un solide telles que l'hydrodésulfuration, mise en oeuvre dans un réacteur catalytique à lit fixe arrosé ou le traitement biologique des eaux usées réalisé dans un lit bactérien.

La taille de l'installation, la nature des fluides et leurs débits respectifs, la forme, la taille et la nature des éléments d'empilage dépendent évidemment de l'application particulière considérée.

Les colonnes à empilage

Dans le domaine des opérations physiques unitaires (absorption gaz - liquide, distillation), la nécessité de séparer de manière de plus en plus poussée des mélanges qui deviennent de plus en plus complexes, tout en réduisant la consommation d'énergie, a conduit à progressivement remplacer les traditionnelles colonnes à plateaux par des colonnes à garnissage. En effet, grâce aux très faibles pertes de charge qui caractérisent les nouveaux types d'empilage, on peut travailler, dans ce type de colonnes, dans des conditions de température et de pression

nettement moins sévères. On peut ainsi manipuler des mélanges de produits pouvant être thermiquement instables, tout en réalisant de substantielles économies d'énergie (Billet, pp.1-21, 1995; Shi et Mersmann, 1985).

Les dimensions des colonnes à empilage peuvent varier considérablement d'une application à l'autre : on rencontre des diamètres allant de 0.2 à 5 mètres, pour des hauteurs allant de 1 à 30 mètres. Leurs empilages sont généralement constitués de petits éléments individuels dont les caractéristiques sont extrêmement variables tant du point de vue de leur nature (céramique, métal ou plastique) que du point de vue de leur taille (5 à 200 mm) ou de leur forme (cylindres, sphères, selles, ...). Selon les cas, les éléments d'empilage sont disposés de manière ordonnée ou jetés en vrac dans la colonne, selon des recettes empiriques prescrites par les fabricants. Une autre manière d'obtenir un lit fixe ordonné est d'utiliser un empilage de type structuré, sous forme de gros blocs dont le diamètre peut atteindre celui de la colonne (Mersmann et Deixler, 1986). Dans les empilages ordonnés, les chemins d'écoulement des fluides sont tous identiques, tandis que dans les empilages "vrac", on rencontre des chemins d'écoulement de différentes tailles et de différentes formes. En dépit de cette différence majeure, la pratique a montré que les corrélations développées pour le calcul des colonnes remplies d'empilages "vrac" permettaient également d'estimer les performances ou de dimensionner les colonnes remplies d'empilages ordonnés (Strigle, 1994).

En règle générale, l'écoulement des fluides s'effectue à contre-courant de manière à optimiser le potentiel de transfert entre les phases sur l'entièreté de la colonne (Crine, 1988). Ce mode d'écoulement présente toutefois l'inconvénient de limiter vers le haut la gamme des débits utilisables. En effet, si la vitesse du gaz est trop élevée, ce dernier exerce une force ascendante telle que le liquide ne parvient plus à s'écouler et commence à s'accumuler dans le lit : c'est le phénomène d'engorgement, qui doit absolument être évité, en raison des dégâts matériels auxquels il peut conduire. La figure 1 présente la corrélation graphique proposée par Lobo et al. (1945), permettant de relier les valeurs des débits de gaz et de liquide au point d'engorgement. La zone située en dessous de la courbe correspond aux conditions opératoires pour lesquelles le fonctionnement à contre-courant de la colonne à empilage est possible.

En pratique, les flux massiques utilisés (de 1 à 20 kg/m².s pour le liquide et de 0 à 3 kg/m².s pour le gaz) sont tels que le liquide peut s'écouler sur les éléments d'empilage sous forme de films, de filets ou de gouttes. Dans cette gamme de conditions opératoires, les interactions entre le gaz et le liquide sont relativement faibles : c'est le régime calme, aussi appelé régime d'interactions géométriques. Lorsqu'on augmente progressivement les débits de fluides, il arrive un moment où le liquide commence à être entraîné par le flux gazeux sous forme de gouttelettes. On observe alors une augmentation sensible de la quantité de liquide retenue dans le lit et de l'aire interfaciale : c'est le "point de charge". Au-delà de ce point, une augmentation des débits de fluides provoque un accroissement rapide de la quantité de liquide entraînée par le gaz, avec pour conséquence une diminution notable de l'efficacité des transferts de matière et/ou de chaleur (Strigle, 1993). De plus, la très grande instabilité qui caractérise cette zone pousse le plus souvent les industriels à travailler juste en dessous du point de charge.

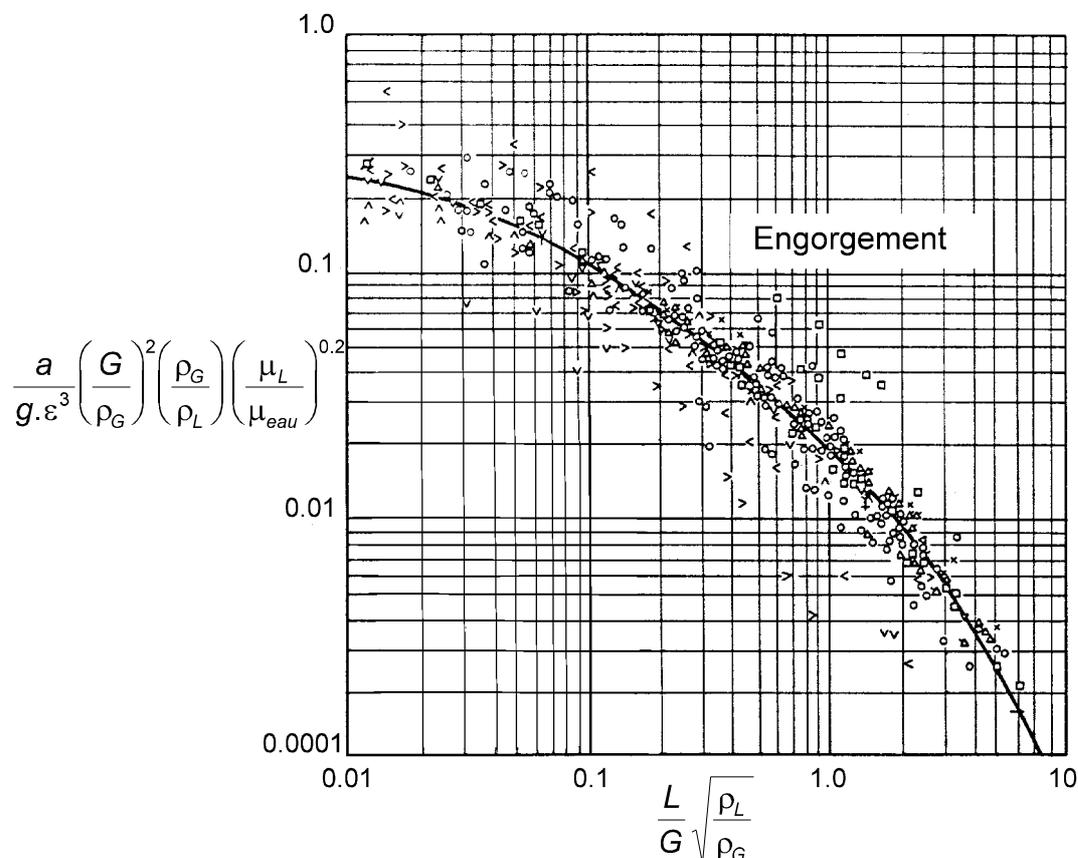


Figure 1 : Corrélation graphique permettant de relier, dans une colonne à empilage, les valeurs des débits de gaz et de liquide au point d'engorgement (Lobo et al., 1945).

L'hydrodynamique de l'écoulement des phases liquide et gazeuse a une influence prépondérante sur les performances du procédé mis en oeuvre dans la colonne. En effet, la qualité du contact entre les deux phases fluides dépend essentiellement de la manière dont elles sont distribuées au sein de l'empilage. La texture de l'écoulement dépend d'un grand nombre de paramètres comme les débits et les propriétés physico-chimiques du liquide et du gaz, la géométrie des éléments d'empilage, ainsi que leurs propriétés de surface. La manière dont le liquide est alimenté au sommet du lit joue également un rôle considérable (Bonilla, 1993; Klemas et Bonilla, 1995; Perry et al., 1990). En règle générale, la distribution initiale sera d'autant meilleure que le nombre de points d'irrigation par unité de surface sera élevé. Il est cependant inutile d'augmenter ce nombre de points au-delà d'une certaine valeur, dictée par les qualités intrinsèques de distribution de l'empilage lui-même (Billet, pp.199-206, 1995; Marchot et al., 1992b).

Les réacteurs catalytiques à lit fixe arrosé

Les réacteurs catalytiques à lit fixe arrosé (RCLFA) sont très largement utilisés dans les industries chimiques (hydrogénation, oxydation, ...) et pétrochimiques (hydrocraquage, hydrodésulfuration, ...). Ce sont des réacteurs tubulaires verticaux, contenant un lit fixe de particules catalytiques traversé par un écoulement à co-courant vers le bas d'un liquide et d'un gaz contenant les réactifs et les produits de la réaction.

Les particules de catalyseur, le plus souvent poreuses, ont généralement une forme simple et convexe (cylindres, sphères, extrudats, ...). Leur dimension caractéristique varie entre 1 et 10 mm. Le diamètre du lit, dont la porosité est de l'ordre de 40%, peut atteindre entre 1 et 5 m. Sa hauteur maximale, dictée par la résistance à l'écrasement des particules de catalyseur, ainsi que par la nécessité de redistribuer les fluides, ne dépasse pas 6 à 8 m.

Par rapport aux réacteurs de type "slurry", dans lesquels le catalyseur solide est en suspension dans la phase liquide, les RCLFA présentent un certain nombre d'avantages (Burghardt, 1995) :

- le catalyseur étant disposé sous forme de lit fixe, l'opération de filtration de l'effluent, destinée à récupérer les particules solides, est rendue inutile,
- les phénomènes de rétro mélange sont minimisés grâce à la présence de l'empilage, de telle sorte que l'écoulement de la phase liquide est de type "piston" : les conversions que l'on peut atteindre sont donc très élevées (>99%).

Dans les RCLFA, l'écoulement à co-courant vers le bas des phases liquide et gazeuse permet de travailler avec des flux massiques de fluides très importants (de 1 à 10 kg/m².s pour le liquide et de 0 à 1 kg/m².s pour le gaz), sans craindre le phénomène d'engorgement, caractéristique de l'écoulement à contre-courant. Le choix d'un écoulement à co-courant se justifie également par le fait que le transfert de matière entre la phase gazeuse (H₂, O₂, ...) et la phase liquide n'est généralement pas limitant, il n'est donc pas nécessaire de l'accroître davantage par un fonctionnement à contre-courant.

L'occurrence de l'un des régimes hydrodynamiques pouvant apparaître dans les RCLFA dépend essentiellement des vitesses superficielles du liquide et du gaz, des propriétés des fluides, ainsi que des caractéristiques du lit catalytique. Pour des valeurs modérées des débits de gaz et de liquide, l'écoulement se présente sous la forme d'une phase gazeuse continue et d'une phase liquide ruisselant sur l'empilage sous forme de films et de filets. Il s'agit de l'écoulement "ruisselant". Si le débit de liquide est fortement augmenté, la rétention de liquide devient de plus en plus importante jusqu'à former une phase continue. La gaz est alors dispersé sous forme de bulles. Il s'agit de l'écoulement "noyé". Si le débit de gaz est à son tour augmenté, on atteint un régime d'écoulement "pulsé" où des zones riches en gaz et des zones riches en liquide se succèdent et se déplacent dans la colonne sous la forme de bouchons. Enfin, si le débit de gaz est encore augmenté, on atteint un régime d'écoulement "en brouillard" ou "en spray" où la phase liquide est dispersée dans le gaz sous forme de gouttes. Ces différents régimes peuvent être divisés en deux

grands groupes, selon que les interactions entre le gaz et le liquide sont faibles (régime d'écoulement ruisselant) ou fortes (régimes d'écoulement pulsé, en spray ou noyé). Les étendues respectives des régimes "ruisselant", "pulsé" et "en spray" sont représentées sur la figure 2. Sur cette figure sont également représentées les plages de conditions opératoires habituellement rencontrées dans différents types de RCLFA.

La figure 2 montre que la plupart des RCLFA industriels travaillent en écoulement ruisselant. Dans ce régime, le liquide s'écoule sur les particules de catalyseur sous forme de films ou de filets, tandis que le gaz s'écoule dans les interstices du lit catalytique restés vides (Blok et al., 1983; Grosser et al., 1988; Holub et al., 1993; Sicardi et al., 1979). L'hydrodynamique de l'écoulement ruisselant dans un RCLFA est tout à fait comparable à celle du régime calme rencontré dans les colonnes à empilage et ce, malgré la différence des modes d'écoulement (respectivement à co- ou à contre-courant). En effet, dans les deux cas, les interactions entre la phase liquide et la phase gazeuse sont uniquement géométriques, de telle sorte que la texture de l'écoulement liquide est quasi indépendante des caractéristiques de l'écoulement gazeux.

Les réactions catalytiques gaz - liquide - solide mises en oeuvre dans les RCLFA nécessitent généralement la dissolution d'un réactif gazeux peu soluble (H_2 , ...) dans une phase liquide au sein de laquelle la réaction chimique intervient au contact des sites catalytiques. Il est donc nécessaire d'obtenir une bonne distribution des phases fluides au sein du lit fixe de manière à optimiser l'utilisation des sites actifs. Il faut, par exemple, veiller à éliminer les zones mal irriguées qui conduisent à une sous utilisation du catalyseur et à l'apparition de points chauds.

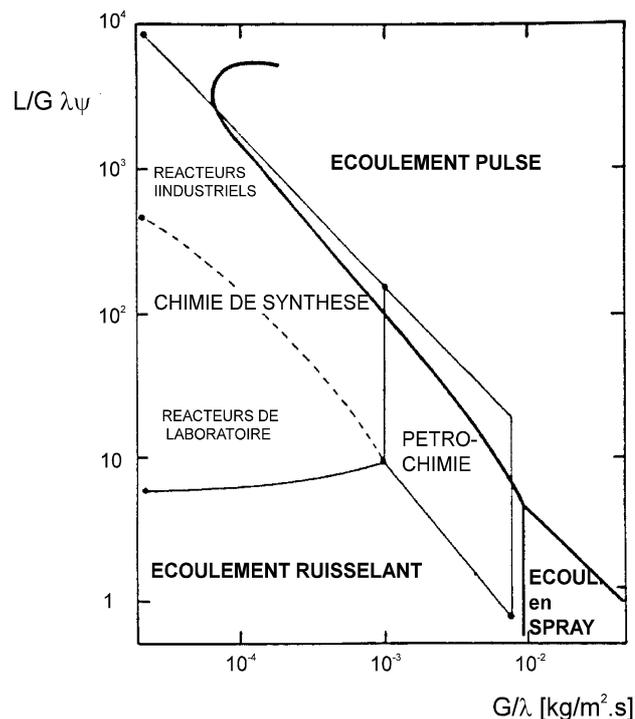


Figure 2 : Carte des régimes d'écoulement dans les RCLFA (Charpentier et Favier, 1975).

$$\lambda = \left[\frac{\rho_G \rho_L}{\rho_{air} \rho_{eau}} \right]^{1/2}$$

$$\psi = \frac{\sigma_{eau}}{\sigma_L} \left[\frac{\mu_L}{\mu_{eau}} \left(\frac{\rho_{eau}}{\rho_L} \right)^2 \right]^{1/3}$$

Les lits bactériens

Les lits bactériens sont fréquemment utilisés dans des procédés d'épuration d'eaux usées, domestiques ou industrielles, car ils permettent d'éliminer efficacement, par oxydation biologique, les matières organiques présentes en solution. Ils contiennent un garnissage inerte sur la surface duquel un biofilm se développe et le transforme ainsi en biocatalyseur. Les nutriments indispensables au développement des micro-organismes, à savoir les substrats carbonés et azotés et l'oxygène, sont respectivement apportés par le liquide à épurer, qui ruisselle à travers le lit sous l'effet de la gravité, et par l'air, qui y circule par convection naturelle.

Ces installations, dont les dimensions atteignent parfois 50 m de diamètre et 7 m de hauteur, peuvent contenir des garnissages de natures très diverses : pierres

concassées, bois, plastique. Les plus répandus, à l'heure actuelle, sont des éléments d'empilage en plastique, dont le diamètre varie de quelques centimètres à quelques dizaines de centimètres. Leur forme, généralement complexe, est étudiée de manière à offrir une surface maximale pour le développement microbien (de 150 à 250 m²/m³), tout en préservant une fraction de vide importante (>90%) pour éviter les phénomènes de bouchage résultant de la croissance du film. Les flux massiques de liquide rencontrés dans les lits bactériens sont généralement inférieurs à 1 kg/m².s. Ces faibles valeurs de débit liquide, associées aux très faibles valeurs du débit d'air circulant par convection naturelle (flux massique << 10⁻⁴ kg/m².s) font que les interactions entre les phases fluides sont purement géométriques et que le régime d'écoulement ne peut être que ruisselant.

Les performances d'un lit bactérien sont étroitement liées à la qualité du contact entre les phases solide et liquide au sein du garnissage. La croissance des micro-organismes n'étant possible que dans des zones irriguées, seule la fraction de la surface de l'empilage contactée par l'écoulement liquide sera efficace d'un point de vue épuration (Atkinson et Ali, 1976). Un distributeur, fixe ou rotatif, installé au sommet du lit permet d'obtenir une distribution relativement homogène du liquide au sein de l'empilage, à condition toutefois de choisir un nombre de points de distribution tel que la vitesse du liquide soit suffisamment élevée pour éviter un colmatage des premières couches du lit dû à une colonisation excessive. La vitesse du liquide doit cependant être maintenue en dessous d'un certain seuil au-delà duquel la colonisation ne peut plus se produire, le biofilm étant constamment arraché.

Influence de la texture de l'écoulement

Dans chacune des applications décrites ci-dessus, la qualité du contact entre les phases en présence joue un rôle primordial, les performances du procédé mis en oeuvre étant étroitement liées à la répartition des phases gazeuse et liquide dans l'empilage, c'est-à-dire à l'hydrodynamique de l'écoulement de ces fluides.

- Dans les colonnes d'absorption ou de distillation, c'est le contact entre la phase gazeuse et la phase liquide qui est crucial. Le but est d'obtenir le plus grand nombre d'unités de transfert, en maximisant l'aire interfaciale gaz - liquide et les

coefficients de transfert de matière et de chaleur correspondants, tout en maintenant les pertes de charge à un niveau acceptable.

- Dans les réacteurs catalytiques à lit fixe, les réactifs présents dans les phases liquide et gazeuse doivent atteindre les sites actifs situés dans les pores du catalyseur solide, tandis que les produits et la chaleur générés par la réaction doivent en être évacués. La vitesse apparente de la réaction dépend non seulement de la cinétique du processus chimique, au niveau du site catalytique, mais également des cinétiques des processus physiques de transfert de matière et de chaleur. Ces derniers ne se font pas de la même manière selon qu'ils se réalisent dans la phase liquide ou la phase gazeuse. La modélisation et le calcul d'un réacteur de ce type nécessitent donc la connaissance de la texture de l'écoulement au sein du lit catalytique.
- Les performances d'un lit bactérien dépendent essentiellement de la qualité du contact entre la phase solide et la phase liquide, le taux d'irrigation de l'empilage déterminant la fraction de surface sur laquelle le biofilm peut se former (Atkinson et Ali, 1976). La modélisation du fonctionnement de ces installations passe donc par la connaissance de la relation existant entre la fraction "colonisable" et les conditions opératoires, d'une part et les propriétés morphologiques de l'empilage, d'autre part.

Le contact entre les phases intervient à une échelle tout à fait locale et est donc étroitement lié à la texture de l'écoulement à ce même niveau. Des hétérogénéités pouvant apparaître à différentes échelles, aussi bien au niveau local qu'au niveau de l'empilage dans son ensemble, la qualité du contact entre les phases n'est généralement pas uniformément répartie dans l'ensemble de la colonne. La connaissance de ces hétérogénéités est très importante, et peut même devenir cruciale dans le cas d'unités industrielles de très grande taille. Il apparaît donc comme primordial d'accéder à la connaissance de la distribution des phases jusqu'à une échelle très petite, afin de mieux comprendre les phénomènes hydrodynamiques qui s'y déroulent.

Dans leurs différentes applications, les colonnes à garnissage travaillent le plus souvent dans un régime hydrodynamique où les interactions entre le gaz et le liquide sont relativement faibles. Ce régime est qualifié de calme dans le cas des

colonnes à empilage ou appelé régime d'écoulement ruisselant dans le cas des RCLFA, ainsi que dans les lits bactériens. De manière générale, il peut être décrit de façon suivante (Rao et Drinkenburg, 1985) :

- les deux phases fluides sont continues,
- l'écoulement est stable,
- les forces capillaires intervenant entre les phases fluides sont négligeables,
- les forces de frottement qui s'exercent entre les fluides sont du même ordre de grandeur que les forces de frottement existant entre chacun des fluides et le solide.

Dans ces conditions, chacun des fluides est vu par l'autre comme une extension de la phase solide. La connaissance des caractéristiques morphologiques de l'empilage est donc primordiale en raison de l'influence qu'il exerce sur la distribution et sur la texture de l'écoulement des phases liquide et gazeuse.

A travers les lignes qui précèdent, il apparaît que le calcul des performances, en fonction des conditions opératoires, des installations faisant intervenir un écoulement ruisselant de liquide et de gaz dans un lit fixe nécessite une connaissance précise de la distribution des différentes phases, ainsi que de leur mode de mise en contact. Ce besoin a logiquement conduit au développement de modèles hydrodynamiques spécifiques à ces systèmes.

Modèles hydrodynamiques

Les modèles les plus simples, qui sont aussi les plus anciens, sont les modèles homogènes. Dans ces modèles, chacune des phases est considérée comme uniformément répartie au sein de l'appareil (Satterfield, 1975). L'existence de plusieurs régimes hydrodynamiques, ainsi que la texture des écoulements, sont donc complètement ignorées (Funk et al., 1990). Ces modèles peuvent être utiles pour une première écriture des bilans de matière et de chaleur, mais ils présentent l'inconvénient majeur d'introduire de façon purement empirique des grandeurs comme les rétentions ou les coefficients de transfert entre phases. Leur utilisation en extrapolation, pour prédire l'influence des paramètres géométriques de l'appareil ou

des conditions opératoires sur les performances de l'installation, est donc extrêmement hasardeuse.

Pour cette raison, d'autres modèles, comme les modèles pseudo-homogènes compartimentés, ont été développés. Ils supposent un découpage de l'appareil en différentes zones ou compartiments qui sont chacun caractérisés par des valeurs différentes des rétentions de phase. Le mérite de ces modèles est leur capacité à prendre en compte un certain degré de non uniformité au niveau des écoulements. La description de l'hydrodynamique au sein de chacun des compartiments reste cependant homogène, de sorte que des paramètres comme les rétentions de phase sont à nouveau introduits sur une base empirique.

Dans ce type de modélisation (homogène ou pseudo-homogène), le calcul des grandeurs observables à l'échelle de l'appareil (perte de charge, rétention de liquide, aires interfaciales, ...) se base sur une approche purement macroscopique des phénomènes, de sorte que les fluctuations pouvant apparaître à une échelle inférieure à celle du lit fixe dans son ensemble sont totalement négligées. Ce type d'approche ne tient pas compte de la présence simultanée de plusieurs phases et, en particulier, de celle de la phase solide. Elle nie donc l'essence même des colonnes à garnissage, ce qui explique l'échec relatif des modèles homogènes et pseudo-homogènes.

Sur base de ce constat, des modèles basés sur une description théorique des mécanismes intervenant à une échelle locale ont été développés. Certains d'entre eux, comme les modèles d'écoulement en pores, adoptent une géométrie représentative de la texture locale de l'empilage (Ng, 1986; Stichlmair et al., 1989; Melli et Scriven, 1991). La texture de l'écoulement est décrite à l'intérieur de chaque pore pris individuellement, de sorte que ces modèles négligent complètement les hétérogénéités, ainsi que les interactions pouvant apparaître entre les pores. Leur utilisation pour décrire les propriétés hydrodynamiques de l'ensemble de l'empilage est, de ce fait, sujette à caution.

D'autres modèles, les plus nombreux, décrivent les phénomènes hydrodynamiques, non plus au niveau d'une seule particule ou d'un seul pore, mais

plutôt à l'échelle d'une cellule représentative de la texture moyenne de l'empilage et appelée "cellule élémentaire". Ces derniers modèles peuvent être divisés en deux grandes catégories, selon la technique utilisée pour étendre à l'échelle du lit fixe la description des interactions gaz - liquide - solide intervenant à l'échelle de la cellule élémentaire.

Le premier groupe fait appel à des méthodes déterministes, qui consistent à prendre une moyenne (éventuellement pondérée) des équations valables à l'échelle de la particule, par intégration sur un volume plus ou moins important d'empilage autour du point considéré. Les équations moyennées ainsi obtenues sont présentées sous une forme ne faisant plus intervenir que des grandeurs macroscopiques ayant une signification physique (rétentions, débits, ...).

Ces méthodes d'homogénéisation ont été appliquées à la modélisation d'écoulements dans divers types de colonnes à garnissage (Saez et Carbonell, 1986; Levec et al., 1986; Dankworth, 1990; Billet, 1995).

Le volume dans lequel les équations des écoulements doivent être moyennées doit être suffisamment grand pour contenir l'ensemble des fluctuations de débits qui interviennent à une échelle tout à fait locale. A cette condition, les grandeurs hydrodynamiques qui sont calculées sont représentatives de l'ensemble du lit fixe. La taille et la forme de ces éléments de volume sont principalement conditionnées par la texture de l'empilage. En l'absence d'informations précises, c'est généralement la taille de la particule qui est retenue, tandis que la forme de la cellule adoptée correspond le plus souvent à une géométrie très simple, comme celle des tubes capillaires.

La seconde catégorie regroupe les modèles basés sur une approche probabiliste, faisant appel au concept de percolation, pour décrire la distribution de l'écoulement du liquide à travers le lit fixe (Crine et Marchot, 1981 et articles suivants; Ahtchi-Ali et Pedersen, 1986; Kraus et Hofmann, 1994).

Le concept d'"hydrodynamique statistique" qui en découle se base sur la considération suivante : les propriétés de l'empilage qui régissent la distribution de

l'écoulement liquide via les interactions existant entre les fluides et la texture poreuse (propriétés d'accessibilité) varient d'une manière tellement complexe qu'il convient de les considérer comme des variables aléatoires, pouvant être partiellement décrites grâce à une approche probabiliste. L'ensemble des grandeurs hydrodynamiques locales (débits et rétentions de gaz et de liquide, efficacité de mouillage, ...) sont également considérées comme étant des variables aléatoires. Dans ce cadre, deux échelles de modélisation sont introduites : le niveau microscopique et le niveau macroscopique, qui correspondent respectivement à l'échelle de quelques particules d'empilage et à celle du lit fixe dans son ensemble. Le changement d'échelle entre ces deux niveaux est obtenu en calculant une moyenne sur les valeurs des grandeurs hydrodynamiques locales, pondérées par une distribution de probabilité décrivant la nature aléatoire des phénomènes.

Tout comme dans le cas des modèles basés sur des méthodes déterministes, il est également nécessaire ici de définir une cellule élémentaire, à l'intérieur de laquelle les interactions intervenant entre le gaz, le liquide et le solide peuvent être décrites grâce à une équation constitutive, du type de l'équation d'Ergun (Ergun, 1952). Cette cellule sera définie comme étant le plus petit élément de volume dont les propriétés géométriques moyennées localement sont spatialement stationnaires, c'est-à-dire uniformément réparties dans le lit.

Sélection d'une technique de mesure

Ainsi que le montrent les lignes qui précèdent, le développement et l'exploitation de modèles décrivant l'hydrodynamique dans une colonne à garnissage parcourue par un écoulement de gaz et de liquide requièrent une connaissance de plus en plus fine de la répartition des phases fluides au sein de l'empilage. L'existence d'hétérogénéités pouvant apparaître à des échelles nettement supérieures à celle d'une particule implique de plus que les points de mesure soient très nombreux et disposés dans l'ensemble du lit fixe, afin de pouvoir réaliser une cartographie complète de la distribution des phases au sein de la colonne.

La nécessité d'effectuer des observations expérimentales à une échelle locale (inférieure ou égale à celle d'un élément d'empilage) rend non appropriées toutes les

techniques de mesures qui, comme la technique du signal - réponse (essais de traceur) ou la détermination de la rétention de liquide par pesée, donnent des informations relatives à l'ensemble du lit, sans s'intéresser aux phénomènes intervenant à une échelle plus petite.

Sur base de ce constat, un certain nombre de laboratoires ont développé des techniques de mesure permettant d'accéder à une connaissance plus locale des phénomènes hydrodynamiques intervenant au sein d'un lit fixe.

Lespinasse (1962) a été le premier à s'intéresser à des mesures hydrodynamiques locales dans une colonne à garnissage. Il a réalisé un ensemble de mesures simultanées du débit et de la composition du liquide recueilli sous l'empilage d'une colonne d'absorption gaz - liquide, au moyen de prises d'échantillons de petites dimensions. Il a ainsi pu montrer que la distribution du liquide à l'intérieur d'un lit fixe n'était absolument pas uniforme. Il a également suggéré que les fluides suivaient des chemins d'écoulement préférentiels lors de leur traversée du garnissage.

D'autres auteurs ont repris cette technique de mesure des débits locaux en pied de colonne. Ainsi, Zuiderweg et son équipe (Bemer et Zuiderweg, 1978) l'ont tout d'abord utilisée pour étudier la dispersion radiale du liquide dans une colonne d'absorption gaz - liquide de relativement petites dimensions (diamètre : 20 cm et hauteur maximale : 30 cm). Ils l'ont ensuite appliquée à l'étude de la maldistribution du liquide dans une colonne de plus grandes dimensions (diamètre : 50 cm et hauteur maximale : 180 cm) (Zuiderweg et Hoek, 1987; Stikkelman, 1989).

Le Laboratoire de Génie chimique de l'Université de Liège a également utilisé cette technique pour étudier la distribution du liquide dans des lits bactériens. C'est sur base des mesures ainsi obtenues qu'a été développé le modèle probabiliste évoqué au paragraphe précédent (Crine, 1981 et articles suivants). Par la suite, des mesures réalisées en présence de biomasse ont également permis de déterminer l'influence que le développement du biofilm peut exercer sur l'hydrodynamique (Lekhlif, 1992; Lekhlif et al., 1994).

Ainsi que le montrent les différents exemples succinctement décrits ci-dessus, la mesure des débits locaux au pied d'une colonne à garnissage permet d'obtenir des renseignements extrêmement intéressants sur l'hydrodynamique des écoulements qui la traversent. Cette technique présente cependant trois inconvénients majeurs :

1. Les informations obtenues portent exclusivement sur la distribution de la phase liquide. En l'absence de données concernant les autres phases, il n'est pas possible d'analyser les corrélations existant entre les différentes distributions.
2. Les mesures de débits sont réalisées en dessous de la grille qui supporte les éléments d'empilage. L'influence que cette grille exerce sur l'écoulement du liquide peut ne pas être négligeable, mais elle est extrêmement difficile à cerner.
3. Cette technique ne permet pas d'analyser la dispersion radiale du liquide à partir de mesures effectuées au sein d'une seule et même colonne. En effet, l'étude de la dispersion radiale implique de connaître l'évolution de la distribution du liquide en fonction de la hauteur d'empilage parcourue. La collecte des débits locaux ne pouvant être réalisée qu'au pied de la colonne, les mesures de distribution du liquide à différentes distances du distributeur devront s'effectuer sur plusieurs lits fixes de hauteurs différentes.

Une manière d'accéder à des mesures tout à fait locales est d'utiliser des sondes, voire même des microsondes, disposées au sein de l'empilage.

Dans cette optique, Charpentier et al. (1968a et 1968b) ont utilisé des sondes conductimétriques disposées dans deux sections d'une colonne à garnissage. Sur base des mesures réalisées, ils ont développé un modèle décrivant la texture de l'écoulement du liquide comme étant composée de trois types de structures différentes : des films, des filets et des gouttes.

Latifi et al. (1989) et ensuite Rode et al. (1994) ont développé une technique de mesure mettant en oeuvre des microsondes électrochimiques disposées dans la paroi d'un réacteur catalytique à lit fixe. Ces sondes, qui mesurent des fluctuations du coefficient de transfert liquide - solide, permettent d'étudier les caractéristiques des différents régimes d'écoulement qui apparaissent dans ce type de réacteurs.

Ces applications ne constituent que deux exemples parmi tant d'autres de l'utilisation de sondes ou de microsondes pour l'étude de l'hydrodynamique dans des colonnes à garnissage. Malgré leur très large champ d'application, ces techniques présentent un certain nombre d'inconvénients :

1. L'intrusion du corps étranger que constitue la sonde au sein de l'écoulement provoque une perturbation de l'hydrodynamique dans le voisinage direct de cette dernière. Or, c'est justement à cet endroit que les mesures sont effectuées, de telle sorte que les valeurs expérimentales recueillies sont automatiquement faussées.
2. Les renseignements fournis par chacune des sondes ne sont relatifs qu'à un seul point de l'empilage. L'étude de la distribution des différentes phases dans l'ensemble du lit requerrait donc l'utilisation d'un très grand nombre de sondes, ce qui n'est généralement pas possible en pratique.

D'autres techniques de mesures locales ont également été utilisées pour étudier les phénomènes hydrodynamiques intervenant dans une colonne à garnissage. Melli et al. (1990), ainsi que Kolb et al. (1990) ont observé les détails de la texture d'un écoulement à co-courant de gaz et de liquide dans un réseau bidimensionnel ordonné, grâce à une caméra vidéo très rapide. Bien qu'extrêmement instructifs, les résultats de cette étude ne peuvent cependant pas être extrapolés à l'échelle d'un lit fixe réel. En effet, le réseau utilisé pour simuler l'empilage est beaucoup trop simplifié. De plus, une grande partie du débit liquide s'écoule le long des parois qui délimitent le réseau bidimensionnel, sans traverser ce dernier, ce qui fausse évidemment les résultats.

Les différentes applications décrites ci-dessus ne constituent certainement pas une liste exhaustive des techniques utilisées pour étudier les écoulements dans des lits fixes. Cette énumération a cependant le mérite de souligner la difficulté de sélectionner une technique de mesure appropriée. Cette dernière doit en effet répondre de manière impérative à trois exigences :

1. La technique doit être non invasive, afin de ne pas perturber l'hydrodynamique.
2. Les valeurs mesurées doivent être relatives à une échelle tout à fait locale.

3. Les mesures doivent pouvoir être réalisées sur une colonne de suffisamment grandes dimensions, afin que les résultats soient extrapolables à des installations plus importantes.

Dans ce cadre, les techniques tomographiques semblent particulièrement bien adaptées par rapport aux différentes techniques évoquées ci-dessus, car elles permettent d'obtenir, en un laps de temps relativement court, des mesures locales en un grand nombre de points différents et ce, de manière tout à fait non invasive. Elles constituent donc un outil unique pour étudier les phénomènes complexes se déroulant au sein d'un système sans devoir y pénétrer (Plaskowski et al., 1995).

Les techniques tomographiques

Il existe de nombreuses techniques de tomographie différentes. Elles consistent toutes à reconstruire l'image d'une section d'un objet à partir de données de projection. Le choix de l'une d'entre elles va être basé sur les niveaux de résolutions spatiale et temporelle désirés. Les obstacles à vaincre pour la mise en oeuvre de chacune d'elles, aussi bien du point de vue expérimental que du point de vue numérique (reconstruction des images), vont également entrer en ligne de compte.

La tomographie optique (visible ou infrarouge), qu'elle soit de transmission, de réflexion ou d'interférométrie, doit être réservée à l'étude de systèmes propres et transparents, conditions rarement remplies dans le cas de colonnes à empilage (Thomas et al., 1995).

Les techniques acoustiques, qui utilisent le plus souvent des ultrasons, pourraient théoriquement être employées dans des lits fixes, mais la reconstruction numérique des images serait extrêmement complexe, en raison du très grand nombre d'interfaces présents dans ce milieu (Morton et Simons, 1995).

La tomographie à émissions de positrons (PET) et plus particulièrement, le suivi d'une particule émettrice de positrons (PEPT) semble prometteuse, mais elle présente l'inconvénient majeur d'imposer la manipulation d'une ou plusieurs particules radioactives (Parker et al., 1995).

La tomographie par résonance magnétique nucléaire, largement utilisée dans le domaine médical, est une technique extrêmement attractive. Elle permet d'accéder, avec de très bonnes résolutions spatiale et temporelle, non seulement à la distribution des différentes phases, mais aussi aux champs de concentration grâce à sa capacité à distinguer les différentes espèces chimiques. Cependant, le coût et l'encombrement actuels des équipements de résonance magnétique nucléaire rendent cette technique difficilement accessible. Des résultats ont toutefois été obtenus sur des colonnes à empilage de petites dimensions (Gladden, 1995).

On regroupe sous le vocable de "tomographie électrique", les techniques tomographiques se basant sur la mesure de la capacitance, de la résistance ou de l'inductance d'un milieu, grâce à des électrodes fixées sur les parois du système étudié. Ces techniques présentent l'avantage d'offrir une excellente résolution temporelle (jusqu'à 1 ms) et d'être assez faciles à mettre en oeuvre. Leur principal inconvénient est leur faible résolution spatiale, due à la distorsion des lignes de champ aux interfaces entre deux milieux de propriétés diélectriques différentes (Xie et al., 1995). Malgré la non linéarité du problème de reconstruction des images, de nombreuses applications de ces techniques de tomographie électrique existent actuellement. La tomographie capacitive a été utilisée avec succès pour l'analyse de l'écoulement pulsé dans un réacteur catalytique à lit fixe arrosé (Reinecke et al., 1995). La technique résistive a, quant à elle, déjà été utilisée pour l'étude du mélange dans un réacteur liquide - solide à cuve agitée ainsi que pour l'étude du fonctionnement d'un hydrocyclone (Williams, 1995).

Les techniques faisant appel à la transmission de rayons X ou de rayons γ sont certainement les plus connues et les mieux maîtrisées. Elles ont d'ailleurs de nombreuses applications dans des domaines très divers.

La densimétrie à rayons γ , aussi appelée gammamétrie, consiste à mesurer l'atténuation de rayons γ traversant le milieu étudié. Elle est fréquemment utilisée pour inspecter des colonnes à distiller industrielles et ce, dans des buts divers : la recherche de l'origine d'un dysfonctionnement (Pless et Bowman, 1992; Bowman,

1993), l'optimisation du fonctionnement de la colonne (Harrison, 1990) ou tout simplement, l'examen de routine de la colonne (Bowman, 1991). La gammamétrie a également déjà été utilisée, à l'échelle du laboratoire, pour étudier l'homogénéité d'un empilage bidimensionnel de particules de catalyseur (Smid et al., 1993). Largement répandue, la gammamétrie n'est pas une technique de tomographie au sens strict du mot : les mesures n'étant effectuées que dans une seule direction, il n'est pas possible de reconstruire une image à partir des données de projection.

Parallèlement à la gammamétrie, la tomographie à rayons γ proprement dite a également des applications à l'échelle du laboratoire : étude de la distribution des phase solide et gazeuse dans un lit fluidisé gaz - solide (MacCuaig et al., 1985; Hosseinni-Ashrafi et Tüzün, 1993), diagnostic du fonctionnement d'une colonne d'extraction liquide - liquide (Myers et Martin, 1993) ou analyse des profils de distribution de la phase gazeuse dans une colonne à bulles (Kumar et al., 1994).

La tomographie à rayons X a également été et est toujours utilisée dans de nombreuses applications de laboratoire : analyse des modifications intervenant dans la structure d'une roche soumise à des contraintes (Coletta et al., 1991), observation de lits fluidisés gaz - solide (Rowe et Matsuno, 1971; Rowe et al., 1979; Yates et al., 1990), mesure de la fraction de vide dans un écoulement biphasé gaz - liquide (Ikeda, 1983) ou encore, suivi de la dispersion d'un fluide dans un solide poreux (Wang et al., 1984). Lutran et al. (1991) l'ont utilisée pour analyser la distribution de la phase liquide dans un réacteur catalytique à lit fixe arrosé. Dans cette étude, l'utilisation d'un tomographe de type médical a contraint les auteurs à travailler sur une colonne de relativement faibles dimensions (section carrée de 6 x 6 cm et hauteur de 30.5 cm). De plus, les images obtenues ont été réalisées sur des sections verticales de la colonne, de sorte qu'il n'est pas possible d'évaluer le débit de liquide traversant les différentes sections radiographiées. Une exploitation quantitative des images ainsi obtenues n'est donc pas envisageable. Kantzas (1994) a également utilisé la tomographie à rayons X pour étudier la rétention de liquide dans des réacteurs à lit fluidisé et dans des réacteurs à lit fixe. Le tomographe utilisé est un tomographe médical, modifié afin de pouvoir réaliser des images de sections droites, horizontales, d'une colonne dont le diamètre peut atteindre 30 cm. Dans cette étude, les principaux résultats sont relatifs à l'étude de l'hydrodynamique des

réacteurs à lit fluidisé. La petite partie concernant les réacteurs à lit fixe a pour but essentiel de montrer l'applicabilité de la technique de tomographie à rayons X à l'étude des RCLFA.

Comme le montrent ces différents exemples, la tomographie à rayons γ et la tomographie à rayons X permettent, grâce au grand pouvoir pénétrant du rayonnement utilisé et contrairement aux autres techniques, d'étudier des systèmes présentant une densité importante. Les rayons traversent l'objet en ligne droite, sans subir aucune diffraction, de sorte que le problème de la reconstruction des images est linéaire, ce qui permet d'obtenir une très bonne résolution spatiale. Les algorithmes numériques de reconstruction sont d'ailleurs bien connus. Les principaux inconvénients de ces techniques sont leur prix relativement élevé, la nécessité de devoir travailler avec des radiations ionisantes et leur faible résolution temporelle.

Parmi les différentes techniques présentées ci-dessus, c'est la tomographie de transmission à rayons X qui a été choisie. Elle permet en effet de rencontrer les trois impératifs qui avaient été fixés, à savoir : la possibilité d'effectuer un grand nombre de mesures à une échelle très petite, dans une colonne de relativement grande taille. Les rayons X ont été préférés aux rayons γ car ils permettent d'utiliser des détecteurs de plus petite taille et donc d'obtenir une meilleure résolution spatiale. De plus, les sources de rayons X présentent l'avantage, d'un point de vue sécurité, de n'émettre des radiations ionisantes que lorsqu'elles sont alimentées en tension.

La faible résolution temporelle qui caractérise cette technique de mesure ne constitue pas un problème. En effet, les mesures tomographiques seront réalisées sur une colonne à garnissage parcourue par un écoulement ruisselant, réputé pour être stable dans le temps (Grosser et al., 1988) (cf. chap.I.4.3).

CHAPITRE I

Chapitre I : La tomographie à rayons X

Sommaire

1. Définition	26
2. Principes de base et notations	27
3. Reconstruction des images	29
3.1. Rétro-projection	29
3.2. Rétro-projection filtrée.....	31
4. Algorithme de rétro-projection filtrée.....	32
4.1. Rétro-projection filtrée et "Fourier Slice Theorem"	32
4.2. Adaptation de l'algorithme à la géométrie plan angulaire	35
4.3. Application pratique de l'algorithme de reconstruction	39
4.4. Applicabilité de l'algorithme de rétro-projection filtrée à l'étude de l'écoulement dans une colonne à garnissage.....	26

Chapitre I : La tomographie à rayons X

1. Définition

TOMOGRAPHIE : n. f. (du grec *tomê*, section, et *graphein*, décrire). Procédé de radiographie qui permet d'obtenir une image nette d'un seul plan de coupe d'un organe ou d'un objet, avec effacement des autres plans (le Petit Larousse illustré, 1996).

Tout comme les autres techniques tomographiques de transmission (à rayons γ , à ultrasons, à micro-ondes, ...), la tomographie à rayons X consiste à reconstruire l'image d'une section droite d'un objet à partir de ses projections, obtenues en illuminant l'objet sous un grand nombre d'angles différents. Une projection selon un angle donné est l'intégrale de l'objet selon la direction définie par cet angle. Dans le cas des rayons X, la propagation du rayonnement se fait exclusivement en ligne droite, de sorte que les projections à partir desquelles l'image doit être reconstruite sont du type de celles représentées à la figure I.1. Sur cette figure sont représentées les projections d'un objet constitué de deux cylindres, selon deux directions définies par les angles α et β .

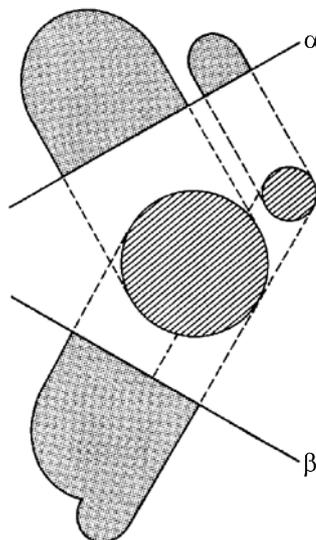


Figure I.1 : Projections d'un objet composé de 2 cylindres selon deux directions définies par les angles α et β (Kak et Slaney, 1988).

Les appareils de tomographie, appelés tomographes, comportent généralement un collimateur permettant de réduire l'épaisseur du faisceau généré par la source de rayons X. Le faisceau incident ainsi "collimaté" ne pénètre que dans la couche que l'on veut examiner, à l'exclusion de toutes les autres sections de l'objet. Ces dernières sont ainsi totalement ignorées et ne provoquent aucune interférence au niveau de l'image reconstruite.

2. Principes de base et notations

Si un système de coordonnées cartésiennes (x, y) est utilisé, la section droite étudiée peut être représentée par une fonction à deux dimensions $f(x,y) = \mu(x,y)$, dans laquelle $\mu(x,y)$ est la valeur du coefficient d'atténuation au point (x,y) (figure I.2). Chaque rayon est défini par un couple de paramètres (θ, t) , θ étant l'angle entre le rayon et l'axe des y et t la distance entre le rayon et l'origine des axes.

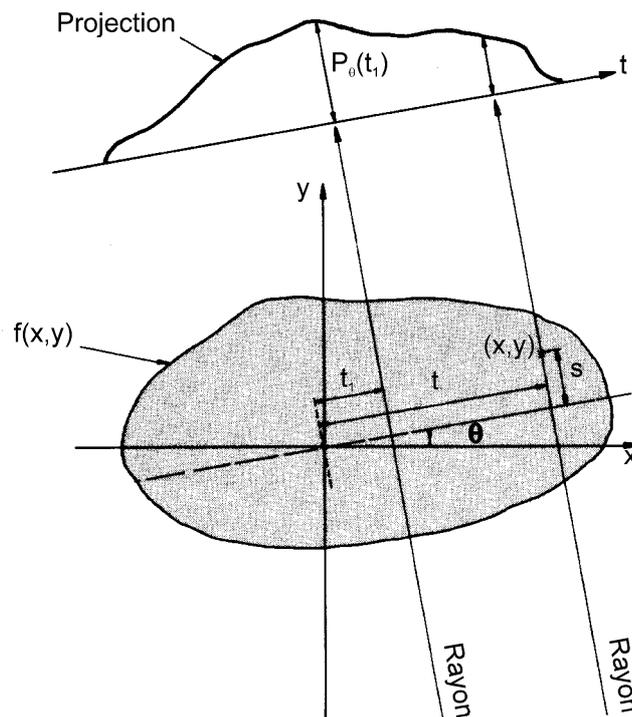


Figure 1.2 : Projection $P_\theta(t)$ d'un objet $f(x,y)$ pour un angle θ (Kak et Slaney, 1988).

L'intégrale de la fonction $f(x,y)$ le long du rayon (θ, t) est appelée intégrale de ligne :

$$P_\theta(t) = \int_{(\theta,t) \text{ ligne}} f(x,y) ds.$$

Dans le cas des rayons X, cette intégrale de ligne est proportionnelle au logarithme du signal mesuré par le détecteur. En effet, pour une source monochromatique, l'intensité du rayonnement transmis I , est donnée par :

$$I = I_0 \exp \left[- \int_{\text{rayon}} \mu(x,y) ds \right],$$

dans laquelle I_0 est l'intensité du rayonnement incident. On a donc :

$$P_\theta(t) = -\ln \left(\frac{I}{I_0} \right).$$

Une projection est obtenue en assemblant un certain nombre d'intégrales de ligne. Selon la manière dont les rayons sont disposés dans le faisceau incident, on parlera de projection parallèle (figure I.3.a) ou de projection plan angulaire (figure I.3.b).

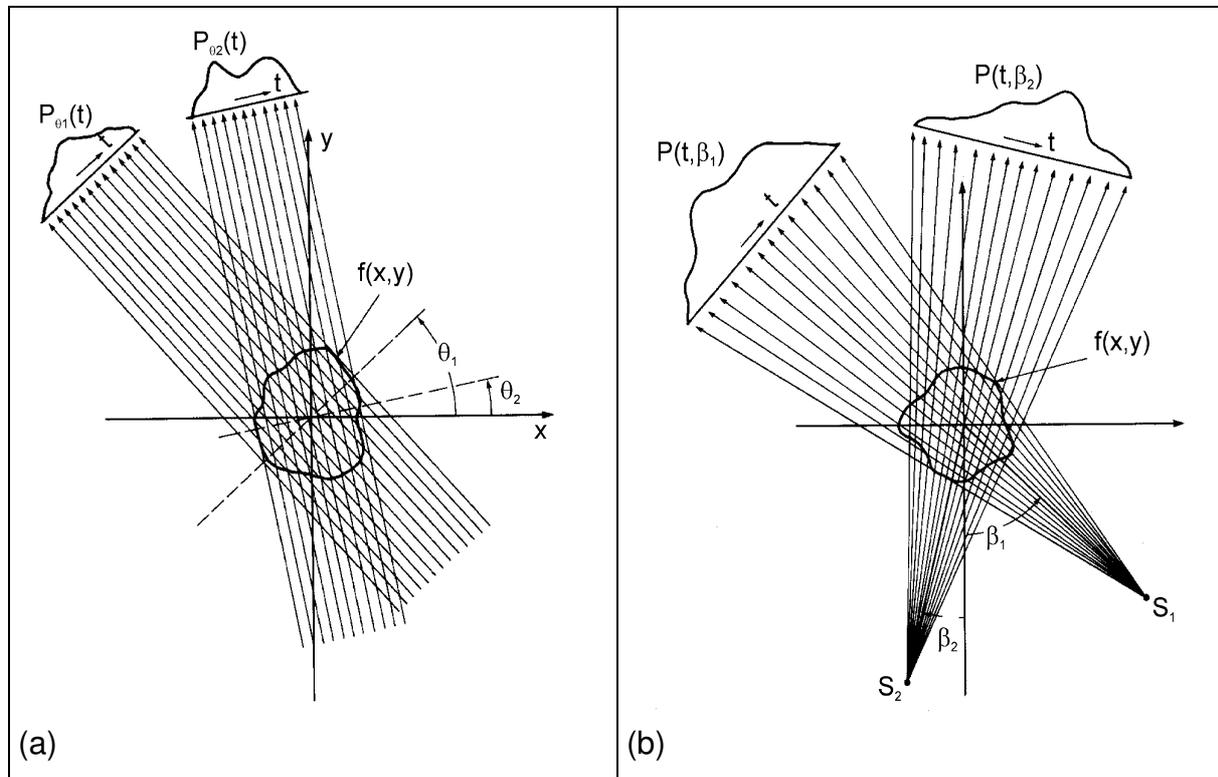


Figure I.3 : (a) Projection parallèle.(b) Projection plan angulaire (Kak et Slaney, 1988).

Reconstruction des images

Il existe différentes méthodes permettant de reconstruire l'image d'une section à partir de données de projection. On distingue principalement la méthode de rétro-projection et la méthode de rétro-projection filtrée (Brooks et Di Chiro, 1976).

Rétro-projection

La rétro-projection est la première méthode de reconstruction qui ait été utilisée en tomographie. Elle est extrêmement simple, mais donne des résultats relativement grossiers. Son principe est illustré à la figure I.4, dans le cas d'un objet

rectangulaire. Sur cette figure, seules deux projections sont représentées, alors qu'en pratique, un beaucoup plus grand nombre de projections sont nécessaires.

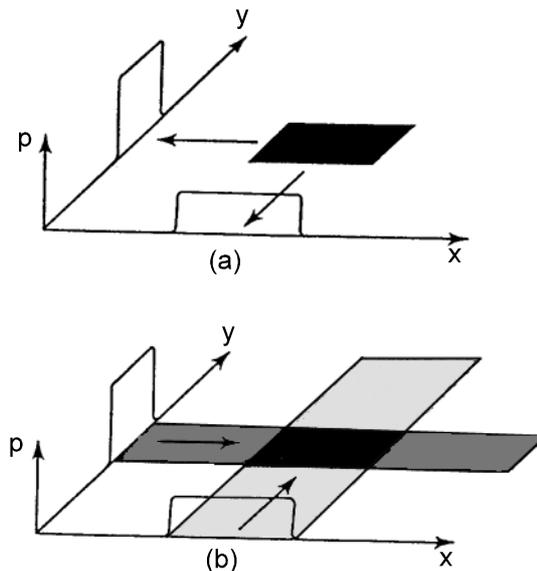


Figure I.4 : Principe de la rétro-projection. (a) 2 projections d'un objet rectangulaire sont représentées. (b) Ces projections sont rétro-projetées dans le plan de l'image et superposées pour former une image approximative de l'objet original (Brooks et Di Chiro, 1976).

La reconstruction est réalisée en rétro-projetant chaque projection dans le plan de l'image, c'est-à-dire en attribuant la valeur de l'intégrale de ligne à tous les points du rayon incident. En chaque point du plan, la valeur de la fonction $f(x,y)$ sera estimée en sommant les contributions de tous les rayons passant par ce point.

La méthode de rétro-projection ne donne pas de très bons résultats, car la valeur des intégrales de ligne est attribuée à tous les points composant le rayon, alors qu'elle devrait l'être uniquement aux points présentant un coefficient d'atténuation non nul. Il en résulte que des points situés en dehors de l'objet original peuvent se voir attribuer une valeur de densité non nulle, ce qui provoque des artefacts de reconstruction (figure I.5). Ces derniers sont d'autant plus marqués que les variations de densité au sein de l'objet étudié sont abruptes.

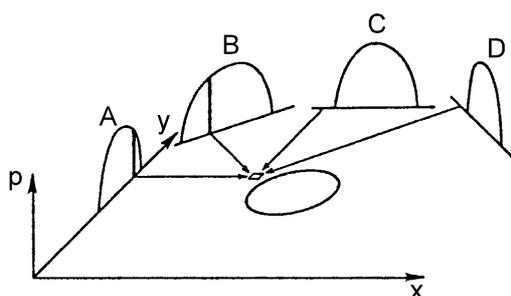


Figure 1.5 : Rétro-projection. 4 projections d'un objet circulaire sont représentées. La petite cellule située en dehors de l'objet original reçoit une contribution non nulle (Brooks et Di Chiro, 1976).

Rétro-projection filtrée

La rétro-projection filtrée est une méthode analytique, basée sur la résolution directe de l'équation

$$P_{\theta}(t) = \int_{(\theta,t)\text{ ligne}} f(x,y) ds.$$

Dans son principe, elle consiste à modifier les projections, par une opération de filtrage, avant de les rétro-projeter sur le plan de l'image. Les projections ainsi filtrées contiennent des composantes positives et des composantes négatives qui se compensent lorsqu'elles sont rétro-projetées en des points situés en dehors de l'objet original, ce qui permet d'éliminer les artefacts de reconstruction évoqués ci-dessus (figure 1.6).

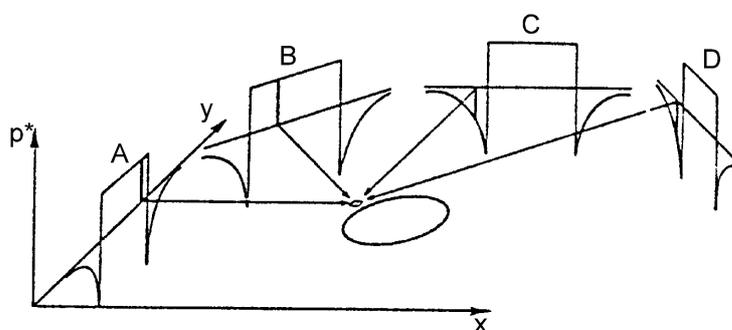


Figure 1.6 : Rétro-projection filtrée. Les projections filtrées sont rétro-projetées pour reconstruire l'objet original. Le point situé en dehors de

la section circulaire reçoit des contributions positives et négatives qui se compensent (Brooks et Di Chiro, 1976).

Cette méthode, qui est la plus utilisée en pratique, est celle qui a été adoptée dans ce travail pour la reconstruction des images. Elle a été adaptée à la géométrie du système de radiographie utilisé, à savoir un faisceau incident plan angulaire et des détecteurs colinéaires équidistants (voir chapitre II), suivant la méthode décrite par Kak et Slaney (Kak and Slaney, 1988).

Algorithme de rétro-projection filtrée

Rétro-projection filtrée et "Fourier Slice Theorem"

Mathématiquement, la méthode de rétro-projection filtrée est basée sur le "Fourier Slice Theorem" qui dit que la transformée de Fourier à une dimension d'une projection d'un objet est égale à un élément de la transformée de Fourier à deux dimensions de ce même objet. Il est donc possible d'estimer l'objet original à partir des données de projection, en calculant simplement l'inverse d'une transformée de Fourier à deux dimensions.

La transformée de Fourier à deux dimensions $F(u,v)$ de la fonction $f(x,y)$ représentant l'objet est, par définition, donnée par :

$$F(u,v) = \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} f(x,y) e^{-j2\pi(ux+vy)} dx dy.$$

La projection de cet objet selon un angle θ est donnée par :

$$P_{\theta}(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(t,s) ds,$$

avec $s = x \cos \theta + y \sin \theta$.

Par définition, sa transformée de Fourier est donnée par :

$$S_{\theta}(\omega) = \int_{-\infty}^{+\infty} P_{\theta}(t) e^{-j2\pi\omega t} dt = \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} f(x,y) e^{-j2\pi\omega(x \cos \theta + y \sin \theta)} dx dy.$$

On a donc l'égalité suivante :

$$S_{\theta}(\omega) = F(\omega \cos \theta, \omega \sin \theta),$$

qui démontre le "Fourier Slice Theorem".

Bien que relativement simple dans son concept, le "Fourier Slice Theorem" ne peut être utilisé directement dans les calculs. L'algorithme de rétro-projection filtrée est basé sur une réécriture de ce théorème en coordonnées polaires et sur un réarrangement des limites d'intégration intervenant dans ce dernier.

Ainsi que démontré ci-dessus, la fonction représentative de l'objet $f(x,y)$ peut être calculée grâce à une transformée de Fourier inverse :

$$f(x, y) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} F(u, v) e^{j2\pi(ux+vy)} du dv.$$

Si on passe en coordonnées polaires, avec $u = \omega \cos \theta$, $v = \omega \sin \theta$ et donc $du dv = \omega d\omega d\theta$, cette expression peut s'écrire de la manière suivante :

$$f(x, y) = \int_0^{2\pi} \int_0^{\infty} F(\omega, \theta) e^{j2\pi\omega(x \cos \theta + y \sin \theta)} \omega d\omega d\theta,$$

qui peut se réduire à :

$$f(x, y) = \int_0^{\pi} \left[\int_{-\infty}^{\infty} F(\omega, \theta) |\omega| e^{j2\pi\omega t} d\omega \right] d\theta,$$

dans laquelle $t = x \cos \theta + y \sin \theta$.

Si on remplace la transformée de Fourier à deux dimensions de l'objet, $F(\omega, \theta)$, par la transformée de Fourier de la projection correspondant à l'angle θ , $S_{\theta}(\omega)$, on obtient :

$$f(x, y) = \int_0^{\pi} \left[\int_{-\infty}^{\infty} S_{\theta}(\omega) |\omega| e^{j2\pi\omega t} d\omega \right] d\theta.$$

Cette intégrale peut également être écrite sous la forme :

$$f(x, y) = \int_0^{\pi} Q_{\theta} (x \cos \theta + y \sin \theta) d\theta,$$

avec

$$Q_{\theta} (t) = \int_{-\infty}^{\infty} S_{\theta} (\omega) |\omega| e^{j2\pi\omega t} d\omega.$$

Cette expression de $f(x, y)$ en fonction des transformées de Fourier des projections, $S_{\theta}(\omega)$, a une forme relativement simple. Elle représente une opération de filtrage, dans laquelle la réponse fréquentielle du filtre est donnée par :

$$H(\omega) = |\omega| b_{\omega}(\omega),$$

avec

$$b_{\omega}(\omega) = \begin{cases} 1 & |\omega| < \frac{1}{2a} \\ 0 & \text{ailleurs} \end{cases}$$

a étant l'intervalle d'échantillonnage entre les données de projection.

L'expression, $h(t)$, du filtre peut être calculée par la transformée de Fourier inverse de $H(\omega)$. On a :

$$h(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} H(\omega) e^{2j\pi\omega t} d\omega.$$

Si on remplace b_{ω} par sa valeur, on obtient :

$$h(na) = \begin{cases} \frac{1}{4a^2} & n = 0 \\ 0 & n = \text{pair} \\ \frac{1}{n^2 \pi^2 a^2} & n = \text{impair} \end{cases}$$

Le théorème de convolution nous permet d'écrire la projection filtrée, $Q_{\theta}(t)$, de la manière suivante :

$$Q_{\theta}(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} P_{\theta}(t') h(t-t') dt' = P_{\theta}(t) * h(t)$$

Finalement, nous avons donc :

$$f(x, y) = \int_0^{\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} P_{\theta}(t') h(t-t') dt' d\theta$$

Adaptation de l'algorithme à la géométrie plan angulaire

L'expression établie ci-dessus n'est valable que pour une géométrie parallèle. Elle doit donc être adaptée à la géométrie plan angulaire.

Bien que les projections soient, en réalité, mesurées le long de la rangée de détecteurs, il est plus simple, au niveau théorique de considérer une rangée hypothétique de détecteurs passant par l'origine. Cette rangée est représentée par la droite $D_1'D_2'$ sur la figure I.7.

La projection relative à l'angle de rotation β est représentée par la fonction $R_{\beta}(s)$. s est la coordonnée axiale le long du détecteur. Pour le rayon SA , la valeur de s est donnée par la longueur du segment OA .

En projections parallèles, le rayon SA appartiendrait à une projection $P_{\theta}(t)$, θ et t prenant les valeurs représentées sur la figure I.8. La relation entre β et t est donnée par :

$$t = s \cos \gamma = \frac{sD}{\sqrt{D^2 + s^2}}$$

$$\theta = \beta + \gamma = \beta + \operatorname{arctg} \frac{s}{D}$$

Dans ces relations, D est la distance entre le point source S et l'origine O .

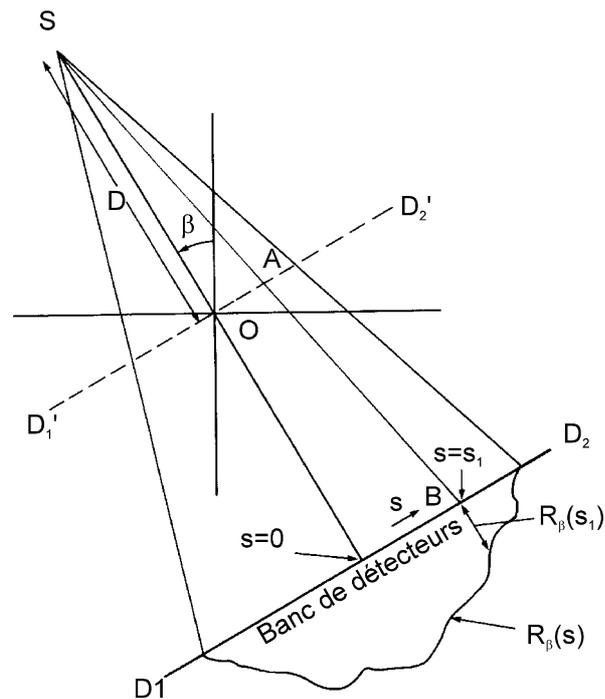


Figure I.7 : Adaptation de l'algorithme à la géométrie plan angulaire : introduction d'un détecteur hypothétique passant par le centre de rotation (Kak et Slaney, 1988).

En termes de projections parallèles, l'image reconstruite est donnée par :

$$f(r, \phi) = \frac{1}{2} \int_0^{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} P_\theta(t) h(r \cos(\theta - \phi) - t) dt d\theta,$$

dans laquelle $f(r, \phi)$ est l'image reconstruite exprimée en coordonnées polaires.

En effectuant les changements de variables dans cette expression et après réarrangement, on obtient :

$$f(r, \phi) = \int_0^{2\pi} \frac{1}{U^2} Q_\beta(s) d\beta,$$

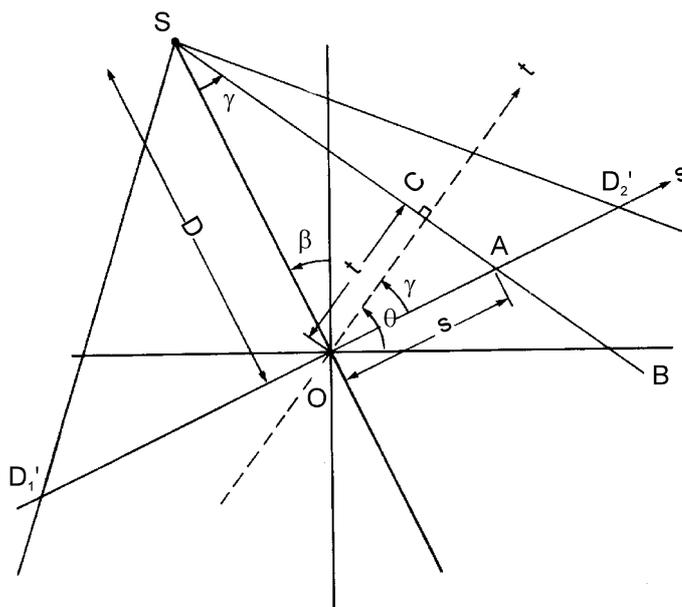


Figure I.8 : Adaptation de l'algorithme à la géométrie plan angulaire : définitions des variables (Kak et Slaney, 1988).

dans laquelle

$$Q_{\beta}(s) = \frac{D}{\sqrt{D^2 + s^2}} \int_{-\infty}^{+\infty} R_{\beta}(s') g(s' - s) ds' = \frac{D}{\sqrt{D^2 + s^2}} R_{\beta}(s) * g(s),$$

avec

$$g(s) = \frac{1}{2} h(s)$$

$$R_{\beta}(s) = P_{\beta+\gamma} \left(\frac{sD}{\sqrt{D^2 + s^2}} \right)$$

$$U = \frac{D + r \sin(\beta - \phi)}{D}$$

L'expression de $f(r, \phi)$ peut être considérée comme un algorithme de rétro projection filtrée, dans laquelle interviendraient des coefficients de pondération.

L'implémentation de l'algorithme se fera donc de la manière suivante :

1) On va tout d'abord prendre comme unité de mesure l'intervalle d'échantillonnage, a , existant entre les différentes projections $R_{\beta}(s)$. Les données dont on disposera seront les $R_{\beta_i}(na) = R_{\beta_i}(n)$, dans lesquelles n prendra des valeurs entières et pour

lesquelles la valeur $n = 0$ correspondra au rayon central, passant par l'origine. La première étape consistera donc à calculer, pour chaque projection, le produit :

$$\frac{D}{\sqrt{D^2 + n^2}} R_{\beta_i}(n).$$

2) On va ensuite convoluer chacun de ces produits avec la fonction $g(n)$, de manière à générer les projections filtrées correspondantes :

$$Q_{\beta_i}(n) = \frac{D}{\sqrt{D^2 + n^2}} R_{\beta_i}(n) * g(n),$$

avec

$$g(n) = \frac{1}{2} h(n) = \begin{cases} \frac{1}{8} & n = 0 \\ 0 & n = \text{pair} \\ -\frac{1}{2n^2\pi^2} & n = \text{impair} \end{cases}$$

Cette opération de convolution est effectuée dans le domaine fréquentiel de telle sorte qu'elle se résume au calcul du produit des transformées de Fourier des deux fonctions. L'algorithme de FFT (fast Fourier transform) permet d'utiliser cette propriété de manière très efficace. Il faut toutefois ajouter un certain nombre de zéros aux données de projection, afin d'éviter les distorsions dues aux interférences entre périodes. Le nombre de zéros ajoutés est tel qu'on obtient 2^M valeurs par projection, M étant le plus petit entier tel que $2N \leq 2^M$, expression dans laquelle N est le nombre de détecteurs.

Simultanément, on effectue une opération de filtrage afin d'obtenir des images reconstruites de meilleure qualité. Pour ce, on multiplie simplement le produit des deux FFT précédemment calculé par la FFT du filtre utilisé, en l'occurrence une fenêtre de Hamming (voir annexe I).

Après calcul de la FFT inverse du produit des trois FFT, on obtient donc :

$$Q_{\beta_i}(n) = \frac{D}{\sqrt{D^2 + n^2}} R_{\beta_i}(n) * g(n) * k(n),$$

dans laquelle $k(n)$ est l'expression du filtre utilisé dans le domaine temporel.

3) La dernière étape consiste à réaliser la rétro projection pondérée de chaque projection filtrée le long du rayon correspondant. L'expression $f(x,y)$ de l'image reconstruite est obtenue en sommant toutes les rétro projections :

$$f(x,y) = \Delta\beta \sum_{i=1}^n \frac{1}{U^2(x,y,\beta_i)} Q_{\beta_i}(s').$$

Dans cette expression, n est le nombre total de positions angulaires, $\Delta\beta$ est l'angle entre deux positions successives et s' identifie le rayon passant par le point (x,y) lorsque le système est positionné à l'angle β_i . Les valeurs de s' ne correspondent généralement pas aux valeurs de n pour lesquelles la fonction Q_{β_i} est connue, de telle sorte qu'une interpolation linéaire est nécessaire. Cette dernière opération requiert un très long temps de calcul, mais peut facilement être parallélisée.

Application pratique de l'algorithme de reconstruction

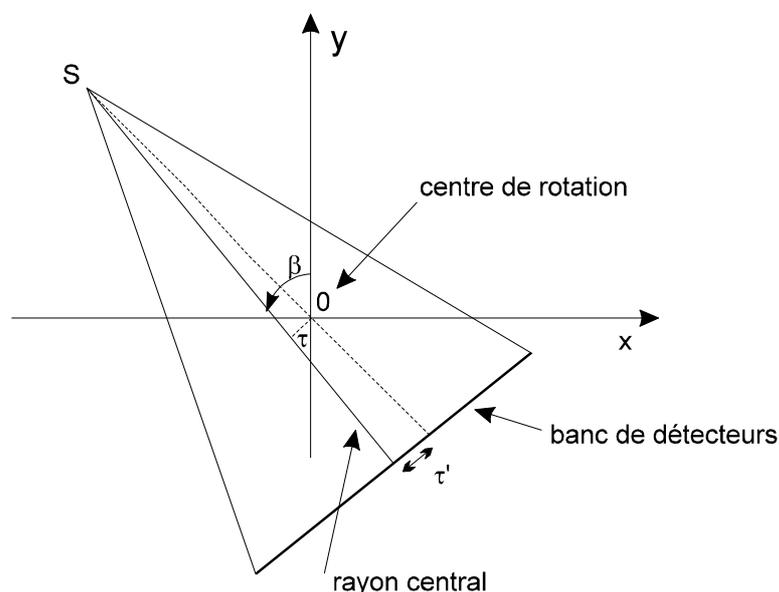


Figure I.9 : Décalage entre le rayon central et le centre de rotation.

Dans l'algorithme théorique développé ci-dessus, le rayon du faisceau plan angulaire passant par le centre du banc de détecteurs, c'est-à-dire le rayon central, est supposé passer également par le centre de rotation O . En pratique, ce rayon

central passe à une distance τ non négligeable (de l'ordre de 1 cm) du centre de rotation, ce qui correspond à un décalage τ' d'environ 10 photodiodes au niveau du banc de détecteurs (figure I.9). Il importait de tenir compte de cette imperfection du système de radiographie lors de la reconstruction des images. La correction a simplement été introduite au niveau de la lecture des données de projection, où le décalage a été pris en compte. Des solutions plus sophistiquées, introduisant un certain nombre de paramètres de correction, sont proposées dans la littérature. L'une d'entre elles a été testée, mais, malgré sa complexité, elle n'a pas apporté d'amélioration significative au niveau de la qualité des images (Conception et al., 1992).

Comme tous les autres algorithmes de reconstruction d'images, l'algorithme de rétro projection filtrée est très exigeant au point de vue du temps de calcul, ce dernier variant approximativement comme la troisième puissance de la taille des images reconstruites. Le dispositif de radiographie permettrait d'obtenir des images de 1024 x 1024 pixels (voir chap.II.1.2), mais la taille des fichiers à manipuler rend inacceptable le temps nécessaire à l'obtention des images reconstruites, les calculs ne pouvant être effectués qu'aux heures creuses (nuits, week-ends). Une résolution de 512 x 512 pixels permet déjà d'obtenir des images d'une qualité tout à fait satisfaisante, tout en n'alourdisant pas trop le temps de calcul, c'est pourquoi cette résolution a été adoptée dans la présente étude.

Le nombre de positions angulaires prises en considération pour la reconstruction des images a été fixé égal au nombre de détecteurs utilisés, c'est-à-dire 512. Bien que supérieur à celui préconisé par des spécialistes en reconstruction numérique (Natterer, 1993), ce nombre de projections reste nettement inférieur au nombre total de projections disponibles. En effet, lors des essais expérimentaux, des projections sont mesurées pour environ 7500 positions angulaires différentes (voir II.3). Un grand nombre d'entre elles ne sont donc pas utilisées. Une manière de les valoriser serait d'effectuer une moyenne sur les données de projection correspondant à plusieurs positions angulaires successives, avant la reconstruction des images. Cette opération a été testée, mais la qualité des images ainsi obtenues

est apparue comme inférieure à celle des images reconstruites à partir de données de projections non moyennées (voir annexe II).

Applicabilité de l'algorithme de rétro-projection filtrée à l'étude de l'écoulement dans une colonne à garnissage

Fondamentalement, l'algorithme de rétro-projection filtrée a été développé pour la reconstruction d'images d'objets immobiles. Son application à l'étude des sections droites d'une colonne à garnissage parcourue par un écoulement de liquide pouvant fluctuer dans le temps ne pose cependant pas de problème. En effet, dans ce cas, les valeurs obtenues par reconstruction représentent des moyennes temporelles des grandeurs mesurées, à condition, évidemment, que le temps de la prise de mesure (temps de rotation du système de radiographie) soit nettement supérieur à l'échelle de temps caractéristique des oscillations pouvant intervenir au niveau de l'écoulement liquide (Ikeda et al., 1983). L'existence des fluctuations a pour conséquence de faire apparaître, sur les images reconstruites, un bruit de fond qui peut facilement être éliminé par une opération de seuillage. Il faut, de plus, souligner que, dans le cas présent, la colonne à garnissage est parcourue par un écoulement de type ruisselant, réputé pour être relativement stable dans le temps (Grosser et al., 1988).

CHAPITRE II

Chapitre II : Dispositif expérimental

Sommaire

1. Le tomographe	43
1.1. Le générateur de rayons X	44
1.2. Le détecteur linéaire	45
1.3. Le manipulateur	46
1.3.a. Le mouvement linéaire vertical	49
1.3.b. Le mouvement circulaire	49
1.3.c. Mesures de position.....	49
1.3.d. Commandes de vitesse et de position.....	49
1.4. L'acquisition des données et la reconstruction des images.....	50
1.5. Le dispositif de sécurité	51
2. La colonne à garnissage	52
2.1. La colonne et le circuit du liquide	52
2.2. L'empilage.....	54
3. Mode opératoire	55

Chapitre II : Dispositif expérimental

Le tomographe

Les seuls appareils de tomographie à rayons X disponibles sur le marché sont dédiés à un usage médical. De ce fait, ils sont conçus pour visualiser des sections verticales d'objets dont la hauteur est de l'ordre de grandeur de l'épaisseur d'un corps humain, c'est-à-dire quelques dizaines de centimètres au maximum (Lutran et al., 1991).

Dans le cadre du présent travail, la technique de tomographie à rayons X est utilisée pour l'étude des écoulements dans une colonne à garnissage. Afin de limiter au maximum l'impact que peuvent avoir sur l'hydrodynamique les phénomènes intervenant à la paroi et aux extrémités de la colonne, il importe que la hauteur et le diamètre de cette dernière soient suffisamment grands par rapport aux dimensions des éléments d'empilage utilisés. Ce n'est en effet qu'à ce prix que les mesures réalisées seront extrapolables et donc utilisables à une échelle industrielle.

Il semble également préférable que les images réalisées par tomographie soient relatives à des sections droites de la colonne. En effet, dans ce cas, et contrairement à celui des sections verticales qui pourraient être obtenues avec un tomographe médical, les débits de fluides traversant chacune des sections analysées sont parfaitement connus, puisque chacune d'elles voit passer l'intégralité du liquide et du gaz circulant dans la colonne. La connaissance de ces débits rend possible l'exploitation quantitative des images obtenues.

Afin de pouvoir réaliser des images des sections droites d'une colonne de suffisamment grandes dimensions, un appareil de tomographie spécifique a été construit sur mesure, à partir d'éléments disponibles sur le marché. Le pilotage de cet appareil, ainsi que l'acquisition des données expérimentales qu'il permet de mesurer sont réalisés grâce à un P.C. de contrôle. Les paragraphes qui suivent

décrivent en détail les principaux éléments constitutifs du tomographe, à savoir : le générateur de rayons X, le détecteur linéaire et la structure métallique mobile. Des photographies de ces différentes parties de l'installation sont reprises en annexe (annexe III).

Le générateur de rayons X

La source de rayons X est un Baltographe CSD160 160/70: 0, conçu et distribué par la firme Balteau-Schlumberger, Belgique. Il s'agit de la version non mobile d'un équipement à potentiel constant 160 kV, équipé d'un tube directionnel. Le Baltographe est composé d'un tube à rayons X, d'un générateur de hautes tensions, d'un groupe de refroidissement eau/air et d'une unité de commande. Cette dernière est installée dans le local de contrôle, d'où elle permet de régler l'ensemble des paramètres du générateur de rayons X, à savoir : le type de foyer, la tension et le courant alimentant le tube, ainsi que sa durée de fonctionnement.

Le tube à rayons X contient deux filaments, caractérisés par des taches focales de tailles différentes, respectivement 3.0 x 3.0 mm pour le gros foyer et 0.4 x 0.4 mm pour le petit. Bien que le filament correspondant à la plus grande tache focale permette de produire des rayons X de plus grande puissance, c'est le petit foyer qui a été utilisé pour l'ensemble des mesures car il permet d'obtenir une meilleure résolution au niveau des images réalisées.

Tableau II.1 : Caractéristiques techniques du générateur de rayons X CSD160 160/70: 0.

Caractéristiques	Unités	Valeurs
Tension minimum	kV	10
Tension maximum	kV	160
Dimension des foyers	mm	0.4 x 0.4 / 3.0 x 3.0
Puissance (par foyer)	kW	0.64 / 3
Courant tube minimum	mA	1
Courant tube maximum (par foyer)	mA	15 / 38

Courant tube maximum à la tension nominale (par foyer)	mA	4 / 19
Précision de la mesure de la tension	kV	± 0.3
Précision de la mesure du courant	mA	± 0.08
Angle du faisceau utile	(°)	40

La tension appliquée aux bornes du tube, ainsi que l'intensité du courant le traversant peuvent être réglées, à partir du pupitre de commande, dans une gamme dépendant du foyer utilisé (tableau II.1). Pendant toute la durée de fonctionnement du générateur, ces grandeurs sont mesurées et affichées en continu sur l'écran du pupitre, ce qui permet de détecter immédiatement toute anomalie.

A la sortie du tube, l'ensemble des rayons X sont collimatés de manière à produire un faisceau plan angulaire d'une ouverture totale de 40° et d'une épaisseur de 1 mm environ.

Le détecteur linéaire

Le détecteur linéaire a également été fourni par la société Balteau-Schlumberger, Belgique. Il est constitué par un ensemble modulaire de 16 circuits imprimés, comportant chacun 64 éléments sensibles aux rayons X. Ces éléments sont des photodiodes recouvertes d'un écran rouge spécial émettant des photons dans le spectre sensible de la photodiode.

La juxtaposition des 16 cartes permet d'obtenir un détecteur linéaire comportant 1024 photodiodes. Cet ensemble, d'une longueur totale de 1600 mm (1.56 mm/photodiode), est monté dans un boîtier métallique le protégeant contre la lumière, les poussières et les éventuelles projections de liquide. Le boîtier contient également une feuille de 6 mm de plomb fixée juste derrière les photodiodes, permettant d'absorber tout le rayonnement direct.

A chaque position angulaire du dispositif de radiographie, les signaux électriques produits par les photodiodes sont intégrés pendant un temps fixé à 10 ms. Pour chacun d'eux, le rapport signal / bruit est ensuite optimisé par une double correction d'offset et de gain, dont les paramètres ont été déterminés au préalable lors d'un étalonnage du détecteur à feu nu, c'est-à-dire sans aucun objet entre la source de rayons X et le détecteur linéaire. Les 1024 valeurs mesurées (une par photodiode) sont alors envoyées vers le dispositif d'acquisition de données, à raison d'une valeur toutes les 6.4 μ s. La distance séparant le tomographe du local de contrôle étant relativement grande (environ 20 m), les données, initialement émises en mode TTL par le détecteur, sont converties en mode RS422 pour la transmission. Leur reconversion en mode TTL est effectuée juste avant l'acquisition. Simultanément, ces mêmes 1024 valeurs d'intensités sont envoyées vers un écran de contrôle, ce qui permet de visualiser les projections au fur et à mesure. Ce cycle de mesure est répété toutes les 20 ms, indépendamment de la vitesse de rotation du tomographe.

Le manipulateur

La source de rayons X et le détecteur linéaire sont fixés sur les deux montants verticaux d'une structure métallique rigide (figure II.1), appelée "manipulateur", qui assure leur déplacement selon deux mouvements :

- un mouvement linéaire vertical permettant d'amener le système de radiographie au niveau de la tranche à analyser,
- un mouvement circulaire dans un plan horizontal permettant à ce même système d'effectuer une rotation complète autour de l'objet à radiographier.

Le manipulateur, dont les caractéristiques techniques sont reprises au tableau II.2, effectue sa rotation autour d'un plateau fixe supportant la colonne à garnissage, ainsi que les dispositifs d'alimentation et d'évacuation des fluides. Ce plateau est conçu pour supporter des objets pesant jusqu'à 1000 kg et dont les dimensions peuvent atteindre 830 mm de diamètre et 2000 mm de hauteur. La base du manipulateur sert également de support aux différents accessoires du tomographe (générateur de hautes tensions, groupe de refroidissement eau/air,

coffrets électrique et électronique), ce qui alourdit fortement la structure en mouvement.

Tableau II.2 : Caractéristiques techniques du manipulateur

Caractéristiques	Unités	Valeurs
Poids total de la structure en mouvement	kg	1000
Hauteur totale	mm	3900
Diamètre de la surface occupée au sol	mm	3200
Distance source R.X. - centre de rotation	mm	1350
Distance source R.X. - banc de détecteurs	mm	2450
Hauteur du plateau fixe	mm	1250
Diamètre du plateau fixe	mm	800
Course utile du mouvement vertical	mm	2000
Course utile du mouvement circulaire	(°)	380

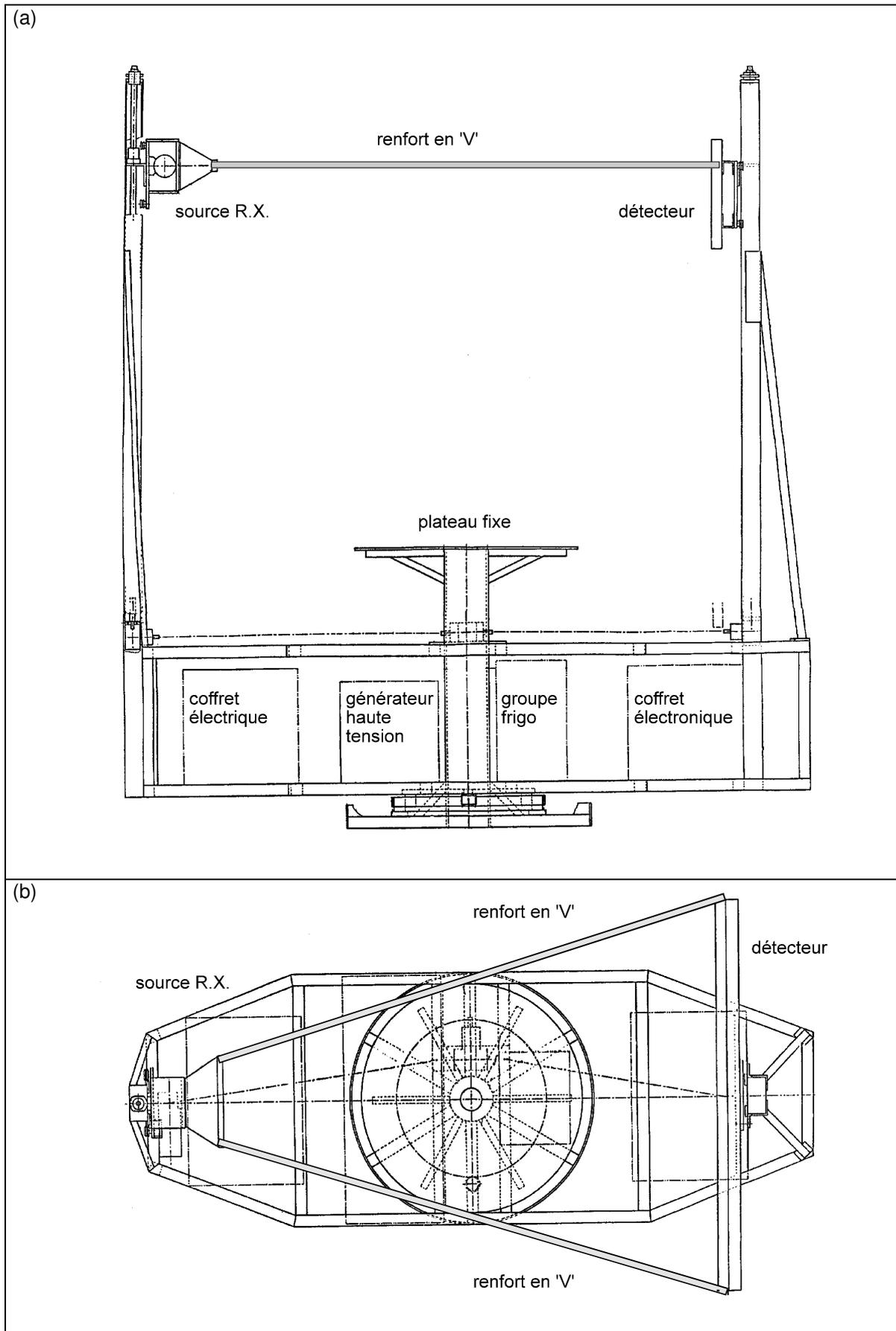


Figure II.1 : Schéma du manipulateur. (a) Vue de face. (b) Vue de haut

Le mouvement linéaire vertical

Lors du déplacement vertical du dispositif de radiographie, le faisceau plan angulaire de rayons X et la rangée de photodiodes doivent rester parfaitement alignés dans un plan horizontal, ce qui nécessite une très bonne synchronisation des mouvements de la source de rayons X et du détecteur linéaire le long des deux axes verticaux. Ces deux mouvements se font le long de deux vis à billes parfaitement identiques, dont la rotation est assurée par un seul et même moteur à courant continu, la transmission se faisant par l'intermédiaire de deux axes horizontaux. Un renfort en V reliant mécaniquement le détecteur linéaire au support du tube R.X. stabilise l'ensemble source - détecteur.

Le mouvement circulaire

Le mouvement circulaire est également assuré par un moteur à courant continu, associé à un réducteur. Une boucle d'asservissement en vitesse a été introduite afin d'assurer une vitesse de rotation constante, ce qui permet d'obtenir des incréments d'angle réguliers entre les différentes projections mesurées. Cette vitesse constante devant être maintenue sur une rotation de 360°, une rampe d'accélération et une rampe de décélération de 10° chacune ont été ajoutées à la course utile du mouvement circulaire.

Mesures de position

La position du tomographe est mesurée grâce à deux codeurs incrémentaux et à deux microswitches de référence : lorsque l'installation est en mouvement, circulaire ou vertical, le codeur correspondant émet un signal (suivant la norme RS422) qui va incrémenter le compteur qui lui est couplé. La réinitialisation des deux compteurs, installés au sein même du P.C. de contrôle, se fait automatiquement au passage des microswitches de référence. La précision de ce système est de 0.01 mm pour la position verticale et de 0.01° pour la position angulaire.

Commandes de vitesse et de position

La vitesse et le sens de chacun des deux mouvements sont réglés grâce au signe et à la valeur d'une tension de consigne. La vitesse de déplacement vertical est ainsi réglable entre 0.1 et 2 m/min, tandis que la vitesse de rotation peut varier

entre 0.1 et 0.5 tour/min. Les commandes en tension sont générées au niveau du P.C. de contrôle.

Le programme implanté dans ce P.C. permet également de positionner automatiquement et de manière précise le système de radiographie. C'est aussi lui qui gère entièrement le mouvement du tomographe pendant les prises de mesure tomographiques.

L'acquisition des données et la reconstruction des images

L'acquisition des données expérimentales est effectuée grâce au P.C. de contrôle. Les données de projection, envoyées par le détecteur, sont alimentées dans la mémoire vive de ce P.C. Simultanément, le programme d'acquisition va lire le compteur de rotation qui lui fournit les positions angulaires successives du manipulateur (voir paragraphe 1.3). A la fin de l'acquisition, toutes ces données sont transcrites dans un fichier, dont les lignes comportent 1026 caractères : 1024 pour les valeurs d'intensité et 2 pour les valeurs de position angulaire. Ce fichier, dont la taille dépend uniquement de la durée de l'acquisition, contient également divers renseignements comme la date, les débits de fluides, les paramètres de la source de rayons X, le type de foyer, la position verticale de l'ensemble source - détecteur et la vitesse de rotation.

Le fichier de données est ensuite transféré vers l'ordinateur IBM 3090 du centre de calcul de l'Université de Liège, sur lequel la reconstruction des images est effectuée (voir chapitre I). Pour des images de 512 x 512 pixels, le temps de reconstruction est de l'ordre de 300 secondes CPU. Le fichier contenant l'image reconstruite est enfin rapatrié vers un second P.C. Tous ces transferts de fichiers ne sont évidemment rendus possibles que grâce à l'existence d'un réseau informatique de type Ethernet reliant les différents sites du Laboratoire de Génie Chimique entre eux, d'une part et au centre de calcul de l'Université, d'autre part.

La visualisation des images ainsi obtenues est réalisée à l'aide du "Toolbox" d'analyse d'images du logiciel Matlab. Ce même logiciel est également utilisé pour l'analyse et l'exploitation des images tomographiques (voir chapitres III à V).

Le dispositif de sécurité

Le tomographe a été installé dans un local dont les parois sont recouvertes par une épaisseur de 4 millimètres de plomb. Cette épaisseur, qui peut sembler relativement faible par rapport à l'énergie du rayonnement utilisé, est cependant suffisante car elle ne doit arrêter que du rayonnement indirect, tout le rayonnement direct étant absorbé par les 6 mm de plomb disposés juste derrière les photodiodes du détecteur (voir paragraphe 1.2). Le hublot (25 x 30 cm) situé dans la porte est en verre au plomb, son épaisseur est calculée de manière à ce qu'il assure une protection équivalente à celle de 4 mm de plomb.

L'étanchéité du local est contrôlée deux fois par an par le Service Universitaire de Contrôle Physique des Radiations (S.U.C.P.R.), qui est un organisme agréé. De plus, toutes les personnes travaillant à proximité du tomographe sont munies d'un film sensible aux radiations ionisantes, ce qui permet de compléter ce suivi semestriel.

Le local dans lequel le dispositif est installé étant parfaitement étanche, la chaleur produite par le générateur de rayons X ne peut s'évacuer de manière naturelle. Un dispositif de conditionnement d'air au Fréon a donc dû être installé afin de maintenir la température à l'intérieur du local aux alentours de 20°C.

En cours de fonctionnement, l'émission de rayons X est signalée par le clignotement de deux lampes rouges, installées au-dessus de la porte du local, de part et d'autre de la paroi. Une sécurité (contact de porte) interrompt automatiquement cette émission lorsque la porte du local est ouverte accidentellement. Deux interrupteurs "coup de poing" situés à l'intérieur et à l'extérieur du local permettent de couper l'alimentation électrique de toute l'installation en cas de problème.

Ce dispositif de sécurité est complété par une caméra permettant de surveiller l'intérieur du local blindé à partir du local de contrôle.

La colonne à garnissage

La colonne et le circuit du liquide

La colonne à garnissage est installée sur le plateau fixe du manipulateur. Ses dimensions sont respectivement un diamètre de 600 mm et une hauteur de 2000 mm. Ses parois, d'une épaisseur de 15 mm, sont en polyéthylène. Ce matériau a été choisi en raison de la faible valeur de son coefficient d'atténuation des rayons X.

Dans la colonne, le garnissage repose sur une grille en polystyrène, de maille suffisamment grande (38 x 38 mm) afin de ne pas perturber l'écoulement des phases fluides.

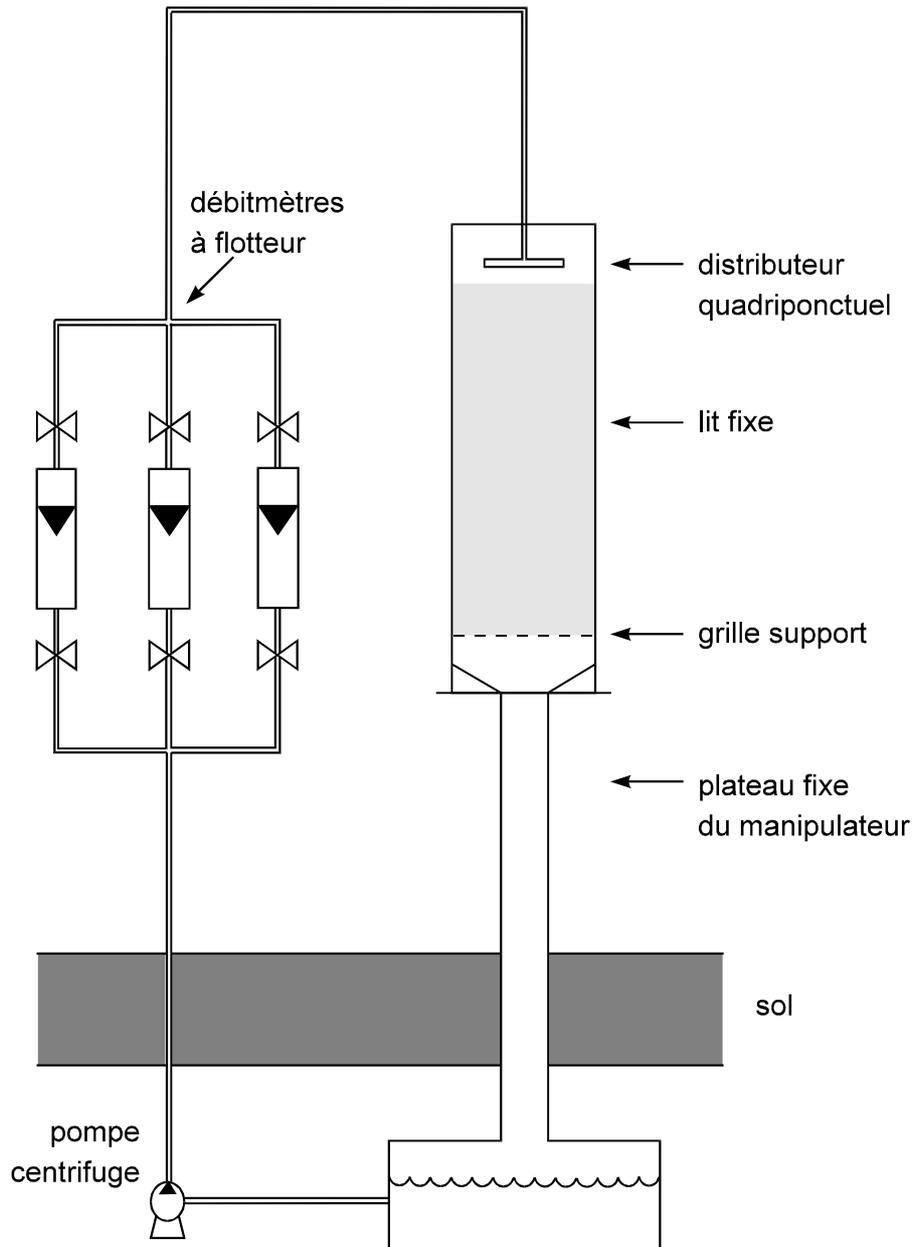


Figure II.2 : Schéma de la colonne à garnissage et du circuit du liquide.

Le liquide utilisé est de l'eau de ville, alimentée au sommet de la colonne grâce à un distributeur quadripunctuel en croix, dont les orifices d'injection sont distants de 250 mm environ. Le diamètre de ces orifices est réglable en fonction du débit de liquide utilisé, de telle sorte que la perte de charge y est maintenue à une valeur importante par rapport à celle que subit l'eau dans les autres parties du distributeur. De cette manière, on est assuré que les différents trous débitent sensiblement la même quantité de liquide (Lespinasse et Le Goff, 1962a). Après

avoir traversé le lit fixe, le liquide s'écoule par le pied du plateau fixe, vers un réservoir tampon installé dans un local technique de l'étage inférieur. Il est ensuite recyclé vers le sommet de la colonne grâce à une pompe centrifuge. Le débit d'eau peut varier entre 0 et 6500 l/h, ce qui correspond à des vitesses superficielles allant de 0 à $6.4 \cdot 10^{-3}$ m/s. La régulation se fait manuellement, grâce à plusieurs débitmètres à flotteurs associés à des vannes à pointeau. Les gammes des différents rotamètres sont complémentaires, elles s'étendent respectivement de 0 à 300 l/h, de 100 à 1000 l/h et de 500 à 6500 l/h.

L'empilage

Dans le cadre de ce travail, deux empilages différents ont été étudiés : l'Etapak 210 (Mass Transfer International, U.K.) et le Cascade Mini-Ring 1A (Glitsch, Benelux). Leurs caractéristiques respectives sont consignées dans le tableau II.3.

Ces deux types d'empilages ne présentent pas un très grand pouvoir d'atténuation des rayons X. En effet, leur matériau constitutif, le polypropylène, absorbe très peu les rayons X. De plus, la valeur de leur fraction de vide est très élevée (>90%). Il est donc tout à fait possible de travailler avec des colonnes à garnissage d'un diamètre relativement élevé, tout en conservant une valeur mesurable au niveau de l'intensité du faisceau transmis.

Tableau II.3 : Caractéristiques des deux types d'empilages.

Caractéristiques	ETAPAK 210	CMR 1A
Matériau	Polypropylène	Polypropylène
Type	Vrac	Vrac
Forme	Tronc conique	Tronc conique
Diamètre base supérieure (mm)	40	38
Diamètre base inférieure (mm)	63	50
Diamètre moyen (mm)	51.5	44
Hauteur (mm)	40	16.5
Surface spécifique (m ² /m ³)	220	185
Fraction de vide (%)	95	92

Densité (kg/m³)	60	71
Utilisation	Lits bactériens	Colonnes d'absorption

Il faut également remarquer que les dimensions des éléments d'Etapak 210 et de Cascade Mini-Ring 1A, respectivement 51.5 x 40 et 44 x 16.5 mm, sont nettement supérieures à la résolution que l'on peut obtenir avec le dispositif de tomographie (1.7 mm pour des images de 512 x 512 pixels). Les mesures réalisées grâce au tomographe à rayons X le seront donc à une échelle tout à fait locale, inférieure à celle d'un élément d'empilage.

Mode opératoire

Afin d'assurer une bonne reproductibilité au niveau des mesures tomographiques, toutes les images ont été réalisées suivant un même mode opératoire :

1. Initialisation des compteurs de position : Le manipulateur est successivement amené au niveau des deux microswitches permettant la réinitialisation des deux compteurs de position.
2. Étalonnage du détecteur : Cet étalonnage est réalisé avec le système de radiographie placé en position haute, au dessus de la colonne à garnissage. Il permet de fixer, pour chacune des photodiodes, les valeurs des corrections d'offset et de gain correspondant aux paramètres X choisis. La tension et l'intensité du courant appliquées au tube R.X. ont été respectivement fixées à 140 kV et 4 mA.
3. Positionnement vertical du système de radiographie : La source R.X. et le détecteur sont amenés au niveau de la section dont on veut obtenir l'image.
4. Positionnement du manipulateur à son point de départ : Le manipulateur est amené au point initial de la course circulaire, correspondant à la position angulaire -10°.
5. Imposition d'une consigne de vitesse : La valeur de la vitesse de rotation doit être imposée avant le début de la phase de radiographie proprement dite. La vitesse

adoptée pour l'ensemble des images est égale à 0.4 tour/min, ce qui correspond à un temps de rotation de 2.5 min.

6. Radiographie : Lorsque le manipulateur du tomographe démarre son mouvement de rotation, il accélère progressivement pour atteindre la vitesse de consigne au passage de la position angulaire 0°. A ce moment, le programme d'acquisition des données commence à charger, dans la mémoire vive du P.C., toutes les valeurs d'intensités mesurées par le détecteur linéaire, ainsi que les valeurs des positions angulaires correspondantes. Lorsque le système a effectué un tour complet (position angulaire 360°), l'acquisition des données s'arrête et le tomographe ralentit progressivement pour s'immobiliser à la position angulaire 370°.
7. Sauvegarde des données expérimentales : Toutes les données expérimentales qui ont été chargées dans la mémoire vive du P.C. sont sauvées dans un fichier non formaté, qui contient également divers renseignements concernant la radiographie réalisée. Pour une vitesse de rotation de 0.4 tour/min, des projections sont mesurées pour environ 7500 positions angulaires différentes, ce qui conduit à une taille de fichier de l'ordre de 8 Mbytes.
8. A ce moment, le système est prêt pour la réalisation de l'image suivante et les points 3 à 7 peuvent être accomplis à nouveau.

CHAPITRE III

Chapitre III : Essais préliminaires

Le but essentiel de ces premiers essais est la validation de l'installation expérimentale. Avant de réaliser des mesures tomographiques sur la colonne à garnissage proprement dite, il importe en effet de vérifier que les résultats obtenus avec le dispositif de tomographie, couplé à l'algorithme de reconstruction, sont fiables.

La vérification de l'algorithme de reconstruction avait été réalisée au préalable, grâce à l'utilisation de fantômes numériques, simulant l'absorption d'un faisceau de rayons X par un réseau de cercles et d'ellipses de dimensions et de tailles variables (Keus, 1991; Noo et al., 1996).

La validation du dispositif de tomographie a, quant à elle, été réalisée grâce à la radiographie d'objets de forme et de taille connues, disposés à l'intérieur de la colonne. Les images des sections examinées ont ensuite été reconstruites à partir des projections obtenues, grâce à l'algorithme de reconstruction numérique, avant d'être comparées aux objets originaux. Par analogie avec les fantômes numériques utilisés lors de la validation de l'algorithme de reconstruction, les objets radiographiés ont été appelés "fantômes physiques". Le premier fantôme physique utilisé est un élément d'empilage pour lit bactérien (Filterpack 1120M). Cet élément, représenté à la figure III.1, est en polypropylène. Il a un diamètre de 180 mm, une hauteur de 50 mm et l'épaisseur de ses parois est de l'ordre de 1 mm.

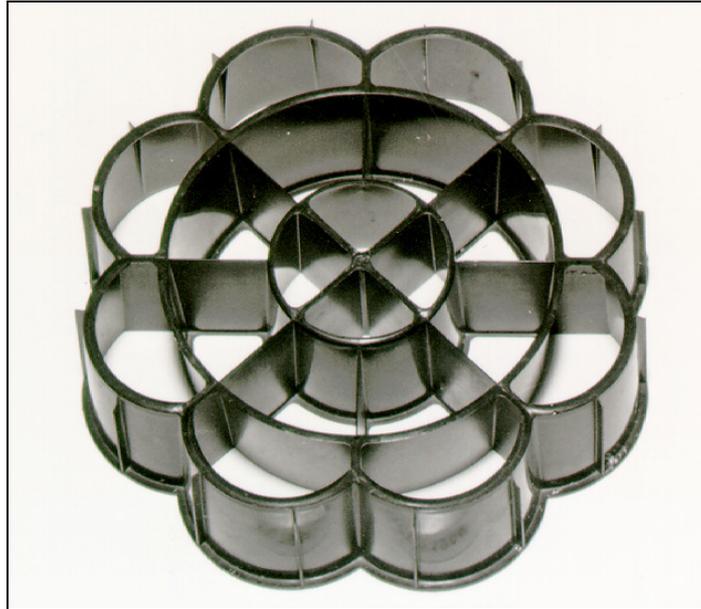


Figure III.1 : Photographie d'un élément de Filterpack 1120M

La première étape de la validation consiste à vérifier que les données de projection, obtenues après la phase de radiographie, sont cohérentes avec l'objet radiographié. La figure III.2 montre l'allure de ces données de projections dans le cas d'un élément de Filterpack 1120M disposé horizontalement à l'intérieur de la colonne. Cette image est composée d'environ 512 lignes horizontales : chaque ligne représente les 512 valeurs des projections mesurées par les 512 photodiodes du détecteur pour une position angulaire déterminée, la première ligne correspondant à la position angulaire 0° et la dernière à la position angulaire 360° .

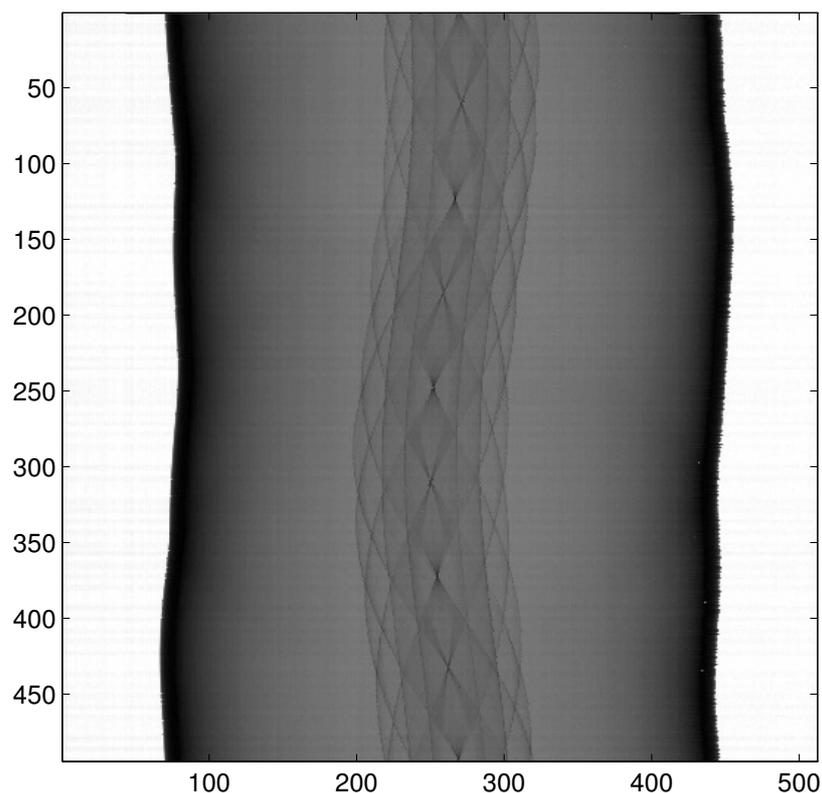


Figure III.2 : Données de projections obtenues pour un élément de Filterpack 1120M disposé horizontalement dans la colonne.

Sur cette figure, on remarque que l'atténuation provoquée par la paroi de la colonne augmente lorsque l'on s'éloigne du centre de cette dernière. Ce phénomène s'explique par le fait que l'épaisseur de polyéthylène traversée par les rayons du faisceau plan angulaire devient plus grande quand on se rapproche de la périphérie, les rayons incidents « attaquant » la paroi sous un angle qui s'écarte de plus en plus de la normale. Les différentes projections ne sont pas parfaitement alignées les unes par rapport aux autres, car il existe un certain décalage entre le centre de la colonne et le centre de rotation du dispositif de tomographie. Les positions relatives de la colonne et de l'ensemble source - détecteur varient donc au cours de la rotation du manipulateur.

La figure III.3 donne une vue plus détaillée des fines lignes ondulées situées au centre de l'image, qui constituent, en fait, la contribution aux projections des parois de l'élément d'empilage. Sur cette figure, on repère aisément les deux paires de courbes parallèles, contributions des deux cercles concentriques qui constituent la base de l'élément d'empilage (voir figure III.1).

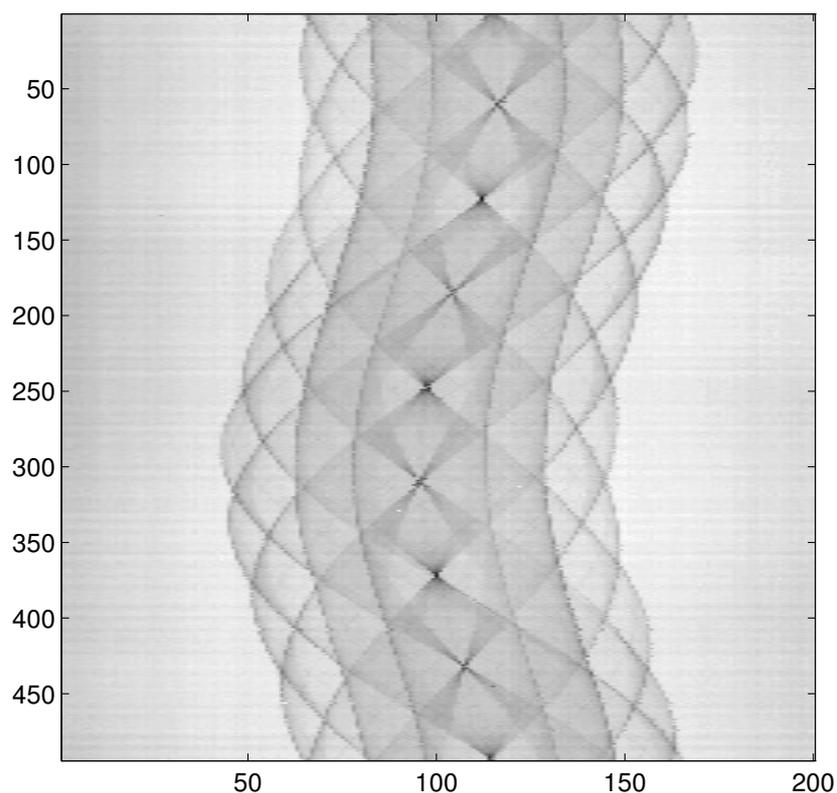


Figure III.3 : Données de projections obtenues pour un élément de Filterpack 1120M disposé horizontalement dans la colonne (vue plus détaillée).

La seconde étape de la validation consiste à comparer l'image obtenue après reconstruction avec l'objet original. La figure III.4 montre l'image reconstruite à partir des données de projections présentées à la figure III.2. Cette image comporte 383 x 383 pixels. Il s'agit, en fait, d'une image de 512 x 512 pixels, dont on n'a pas reconstruit les bords, afin de ne garder que la partie intéressante de l'image. On voit que la paroi est parfaitement reconstruite, ainsi d'ailleurs que l'élément d'empilage. Ce dernier apparaît comme plus clair en raison de la plus faible absorbance de ses parois. Sur la figure III.5, qui donne une vue plus détaillée de l'élément d'empilage, on discerne même les petites crêtes, situées sur le pourtour de la paroi externe de l'élément d'empilage.

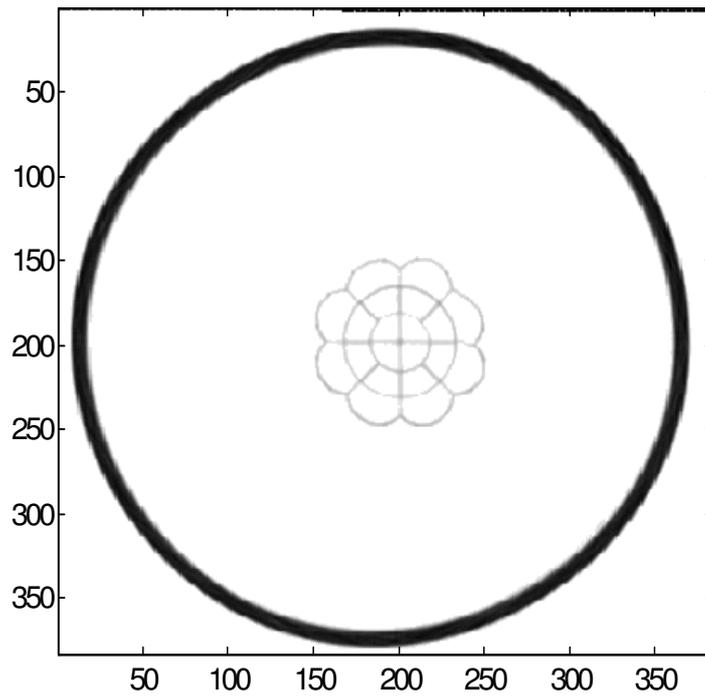


Figure III.4 : Image reconstruite d'un élément de Filterpack 1120M disposé horizontalement dans la colonne.

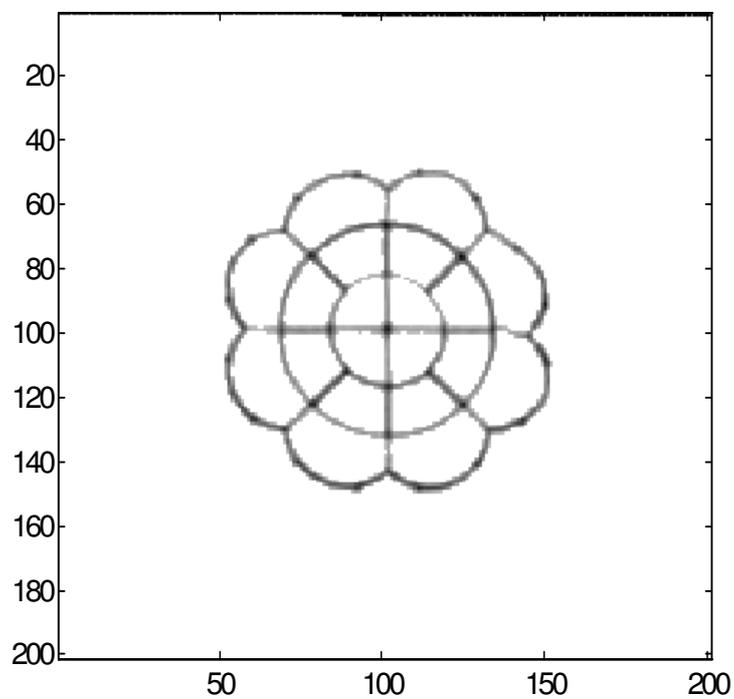


Figure III.5 : Image reconstruite d'un élément de Filterpack 1120M disposé horizontalement dans la colonne (vue plus détaillée).

D'autres fantômes physiques ont également été utilisés. La figure III.6 montre l'image reconstruite d'un module d'élément de garnissage structuré, disposé verticalement à l'intérieur de la colonne. Il s'agit d'un garnissage en polypropylène, se présentant sous la forme de feuilles ondulées, collées les unes aux autres (voir figure III.7). La comparaison des figures III.6 et III.7 montre que les différents éléments présents dans la section (paroi de la colonne et élément de garnissage) sont parfaitement restitués par l'algorithme de reconstruction.

Suite à ces quelques essais préliminaires, il semble donc établi que les résultats obtenus avec le dispositif de tomographie, couplé à l'algorithme de reconstruction numérique, sont tout à fait fiables. Les détails relatifs aux différents objets radiographiés (parois internes et externes de l'élément de Filterpack 1120M, feuilles ondulées constituant l'élément de garnissage structuré, ...) sont restitués avec une grande précision, ce qui atteste de la très bonne résolution de la technique de mesure utilisée.

Sur les différentes images, il apparaît que l'atténuation provoquée par la paroi en polyéthylène de la colonne est relativement importante, malgré le faible pouvoir d'atténuation associé à ce matériau. Les images étant représentées en niveaux de gris, cette forte atténuation de la paroi provoque un certain « écrasement » du reste de l'image. Il est possible de remédier à cet état de chose, grâce à un traitement numérique des images qui sera présenté au chapitre IV.

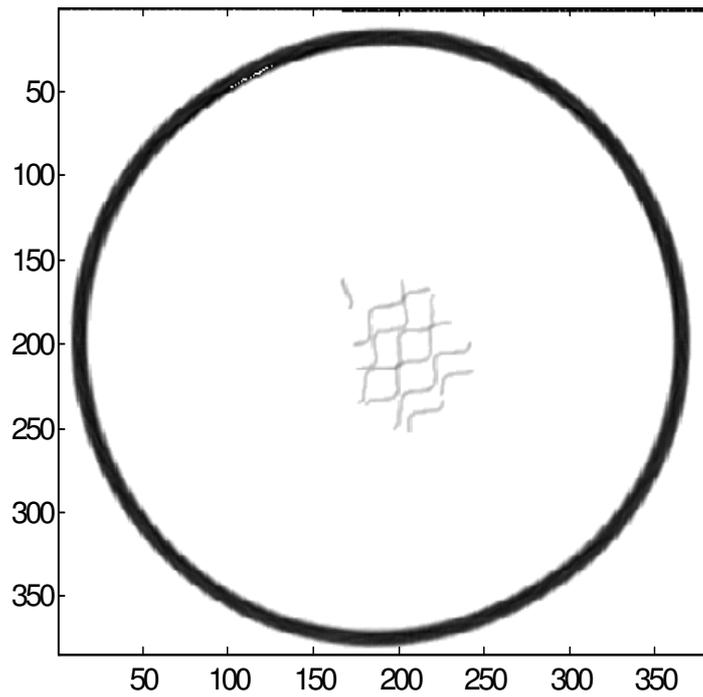


Figure III.6 : Image reconstruite d'un élément de garnissage structuré pour lit bactérien, disposé à l'intérieur de la colonne.

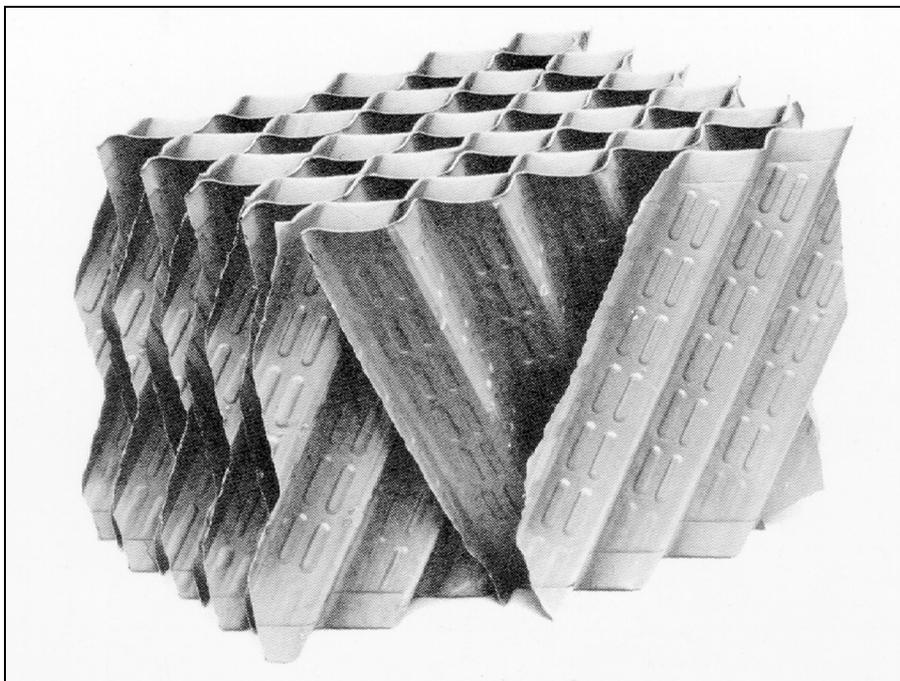


Figure III.7 : Photographie d'un élément de garnissage structuré pour lit bactérien.

CHAPITRE IV

Chapitre IV : Analyse des images de sections droites de la colonne sèche

Sommaire

Introduction	66
Opérations effectuées sur les images de sections reconstruites	66
Elimination de l'image de la paroi de la colonne	67
Normation des images	68
Seuillage des images	69
Binarisation des images	72
Analyse qualitative de deux images de sections reconstruites	72
Fraction de vide dans l'empilage	76
Fraction de vide dans la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210	76
Fraction de vide dans la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A	78
Détermination d'une dimension caractéristique au sein de l'empilage	80
Calcul de l'entropie de configuration	82
Théorie de l'information	82
Application à l'analyse d'une image binaire	83
Calcul de l'entropie de configuration sur des images de sections de la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210	85
Calcul de l'entropie de configuration sur des images de sections de la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A	89
Analyse de la distribution de la fraction de solide	90
Introduction théorique	90
Analyse de la distribution de la fraction de solide dans des images de sections de colonne remplie d'éléments d'Etapak 210	92
Analyse de la distribution de la fraction de solide dans des images de sections de colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A	98
Analyse de la fonction d'autocorrélation	99
Introduction théorique	99

Calcul de la fonction d'autocorrélation sur des images de sections de colonne remplie d'éléments d'Etapak 210	101
Calcul de la fonction d'autocorrélation sur des images de sections de colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A	106
Conclusions	107
Visualisation des différentes échelles caractéristiques.....	109
Images relatives à des sections remplies d'éléments d'Etapak 210	109
Images relatives à des sections remplies d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A	113
Conclusions	114

Chapitre IV : Analyse des images de sections droites de la colonne sèche

Introduction

Le régime hydrodynamique rencontré dans la plupart des installations faisant intervenir un écoulement de gaz et de liquide à travers un lit fixe est le régime calme, aussi appelé régime d'écoulement ruisselant (voir Introduction). Dans ce régime, le liquide s'écoule à travers l'empilage sous la forme de films et/ou de filets, ruisselant sur la surface des éléments d'empilage, tandis que le gaz circule à travers les interstices restés vides du lit. La manière dont la phase solide est distribuée à l'intérieur de la colonne a donc une influence prépondérante sur la distribution des phases liquide et gazeuse. Afin de mieux comprendre cette influence, une grande partie du présent travail a été consacrée à l'étude des caractéristiques morphologiques du garnissage solide présent au sein de la colonne.

La colonne a été successivement remplie avec des éléments d'Etapak 210 et avec des éléments de Cascade Mini-Ring 1A. Pour chacun de ces deux types d'empilages, des radiographies de sections droites de la colonne sèche ont été réalisées pour différentes hauteurs.

Opérations effectuées sur les images de sections reconstruites

La figure IV.1 montre l'image d'une section de la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210. Il s'agit de l'image brute, n'ayant encore subi aucun traitement numérique après sa reconstruction.

Un certain nombre d'opérations doivent en effet être effectuées sur les images reconstruites, afin d'associer une signification physique réelle aux valeurs des pixels qui les composent et d'améliorer leur représentation graphique :

- élimination de l'image de la paroi de la colonne,
- normation des images,
- seuillage des images,
- binarisation des images.

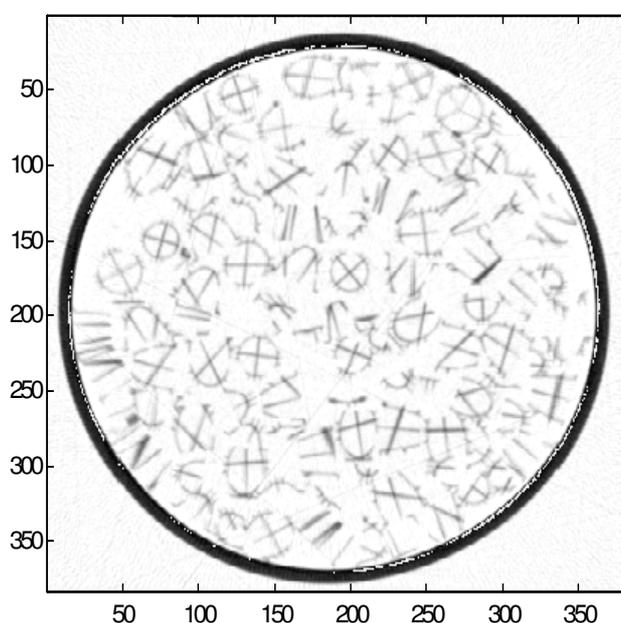


Figure IV.1 : Image reconstruite d'une section droite de la colonne, remplie avec des éléments d'Etapak 210. Image brute n'ayant encore subi aucun traitement numérique.

Élimination de l'image de la paroi de la colonne

Sur chacune des images reconstruites, la zone intéressante est évidemment celle qui correspond à l'intérieur de la colonne. Il est possible d'augmenter le contraste au niveau de cette zone et donc, de la représentation des éléments d'empilage, en éliminant l'image de la paroi de la colonne. Cette amélioration provient du fait que la paroi a un pouvoir absorbant nettement supérieur à celui des

éléments d'empilage, de sorte que sa représentation sur l'image d'une section reconstruite "écrase" complètement le reste de l'image (cf. chap.III).

L'élimination de l'image de la paroi de la colonne est réalisée grâce à l'application d'un masque circulaire qui annule tous les pixels qui composent la paroi. Ce masque annule également tous les pixels situés à l'extérieur de la section droite de la colonne.

La figure IV.2 montre le résultat de cette opération réalisée sur l'image de la figure IV.1.

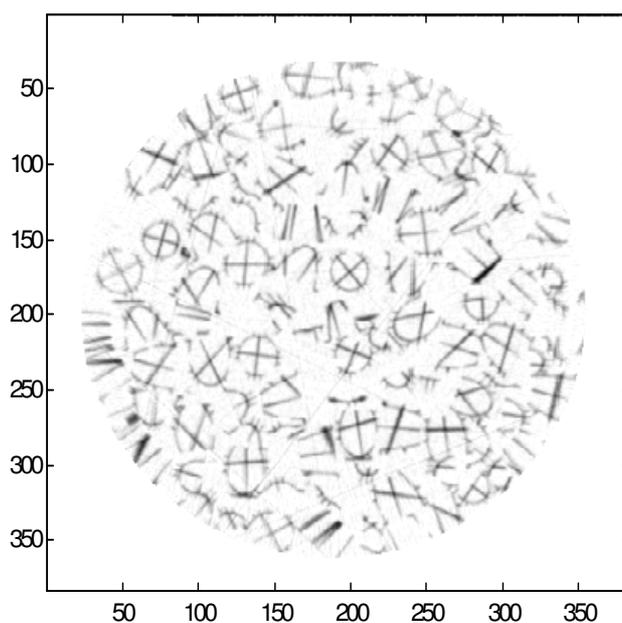


Figure IV.2 : Image reconstruite d'une section droite de la colonne, remplie avec des éléments d'Etapak 210. Image obtenue après élimination de la paroi de la colonne.

Normation des images

La normation des images permet de conférer une signification physique réelle aux valeurs des pixels qui les composent, à savoir, le pourcentage de solide présent

dans chacun d'eux. Le facteur de normation a été choisi égal à la valeur du pixel maximal, ce qui revient à considérer que ce dernier correspond à un pixel totalement rempli de solide. Sur les images normées, les valeurs des pixels vont donc varier de 0, pour un pixel ne contenant pas de solide, à 100%, pour un pixel totalement rempli de solide. L'opération de normation apporte ainsi la possibilité d'exploiter de manière quantitative les images obtenues.

En toute logique, l'ensemble des images relatives à un même type d'empilage ont toutes été normées de la même manière. L'examen d'un certain nombre de sections reconstruites, relatives à la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210, d'une part et d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A, d'autre part, a cependant conduit à adopter des facteurs de normation différents pour chacun de ces deux types d'empilages et ce, malgré le fait qu'ils soient tous deux fabriqués dans le même matériau (polypropylène). Cette différence au niveau des coefficients d'atténuation peut s'expliquer par la présence d'additifs différents dans les deux types de polypropylène ayant servi à leurs fabrications respectives.

D'un point de vue représentation graphique, la normation des images n'apporte rien, puisque l'échelle de couleur utilisée (gris dans le cas présent) s'adapte automatiquement aux nouvelles valeurs extrêmes adoptées par les pixels qui les composent.

Seuillage des images

L'opération de seuillage consiste à annuler tous les pixels dont la valeur est inférieure à un certain niveau, appelé "seuil". La valeur du seuil est fixée de manière à ce que le seuillage permette d'éliminer le bruit de fond, qui peut provenir des fluctuations du détecteur, d'une part, et des artefacts inhérents à la reconstruction, d'autre part.

Le niveau du bruit de fond peut être évalué à partir des valeurs des pixels situés à l'extérieur de la section droite de la colonne sur les images reconstruites. Les coefficients d'atténuation associés à ces pixels devraient théoriquement être nuls, puisque ces derniers correspondent à des points de l'espace ne contenant

aucun objet. Les valeurs positives qui leur sont attribuées sur les images reconstruites proviennent donc uniquement d'un bruit de fond qui se superpose à l'image réelle.

Le tableau IV.1 reprend les valeurs maximales de ces pixels "extérieurs", relevées sur des images de sections droites de la colonne, successivement remplie d'éléments d'Etapak 210 et de Cascade Mini-Ring 1A. Pour les deux types d'empilages, les sections analysées sont respectivement situées à 200 mm, 400 mm, 600 mm, 800 mm et 1000 mm du sommet du lit fixe. Les valeurs reprises dans le tableau IV.1 montrent que le niveau du bruit de fond est sensiblement le même pour les deux types d'empilages, ce qui est logique puisque le bruit est, par définition, indépendant de la nature de l'objet radiographié.

Le tableau IV.2 donne le pourcentage de bruit de fond éliminé, en fonction de la valeur de seuil adoptée. Les valeurs présentées dans ce tableau sont des valeurs moyennes, calculées sur une dizaine de sections différentes.

Tableau IV.1 : Valeurs maximales des pixels situés à l'extérieur de la section droite de la colonne sur les images reconstruites (valeurs relevées sur des images normées).

	ETAPAK 210	CMR1A
Sections	Maximum "extérieur"	
1	28.8	23.3
2	22.4	26.7
3	20.4	25.6
4	20.6	29.1
5	14.7	24.4

Tableau IV.2 : Pourcentage de bruit de fond éliminé, en fonction de la valeur de seuil adoptée (valeurs moyennes sur plusieurs sections reconstruites).

	ETAPAK 210	CMR1A
Seuil (%)	Pourcentage de bruit éliminé	
0	0	0
5	61	49
10	96	90
15	100	98
20	100	100

Sur base des valeurs reprises dans le tableau IV.2, il semble raisonnable d'adopter une valeur de seuil de l'ordre de 10%. Cette valeur permet en effet d'éliminer 90% ou plus du bruit de fond présent dans les images relatives aux deux types d'empilages, tout en limitant la quantité d'information perdue. Un seuillage plus sévère permettrait évidemment d'éliminer la totalité du bruit, mais on risquerait alors d'annuler des pixels correspondant à des points de la section contenant réellement une certaine quantité de solide et donc de perdre une part non négligeable de l'information contenue dans l'image analysée.

La figure IV.3 montre le résultat de l'opération de seuillage appliquée à l'image de la figure IV.2.

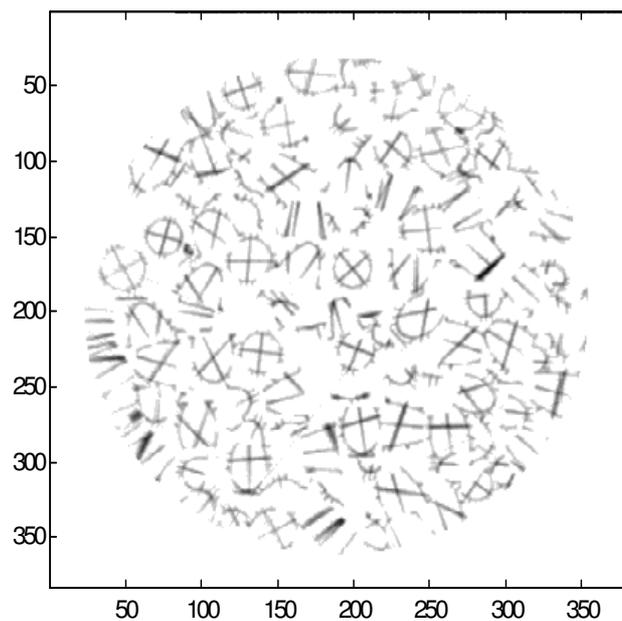


Figure IV.3 : Image reconstruite d'une section droite de la colonne, remplie avec des éléments d'Etapak 210. Image obtenue après élimination de la paroi de la colonne, normation et seuillage (seuil = 10%).

Binarisation des images

La binarisation des images consiste à attribuer une seule et même valeur, égale à 100%, à tous les pixels dont le niveau dépasse celui du seuil, défini au paragraphe précédent (10%). Cette opération est réalisée dans un but essentiellement esthétique, afin de rendre mieux visibles les petits détails difficilement discernables sur l'image reconstruite.

Dans la suite de ce chapitre, les résultats numériques présentés sont cependant basés sur des calculs effectués sur des images en niveaux de gris, car l'opération de binarisation introduit une trop grande simplification et provoque donc la perte d'une trop grande quantité d'informations.

Analyse qualitative de deux images de sections reconstruites

La figure IV.4a montre le résultat des opérations décrites dans les paragraphes précédents lorsqu'elles sont appliquées à l'image brute présentée à la

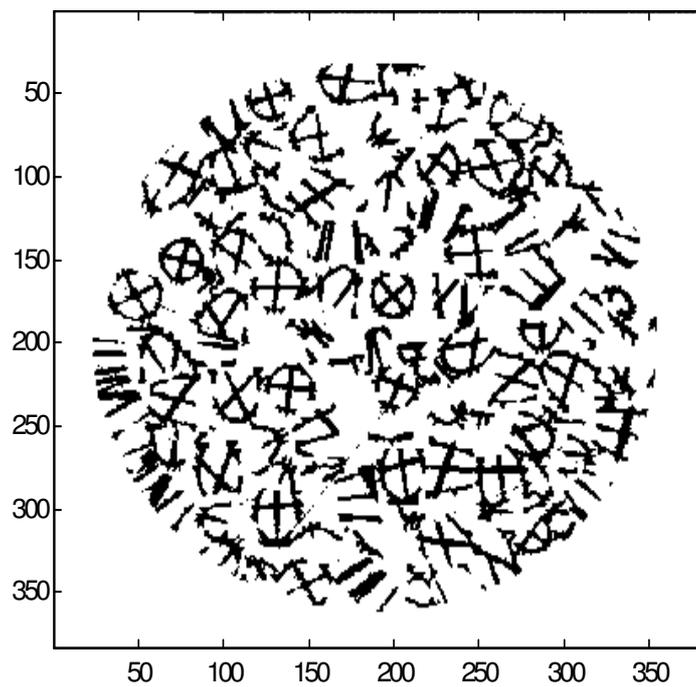
figure IV.1. La figure IV.5a montre un autre exemple de section reconstruite, sur laquelle ont également été effectuées ces différentes opérations. Les figures IV.4a et IV.5a représentent des sections droites de la colonne, successivement remplie d'éléments d'Etapak 210 et d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A. L'observation de ces images et leur confrontation avec les schémas des éléments d'empilage individuels (figures IV.4b et IV.5b) permet d'apprécier la résolution de la technique tomographique de mesure.

Sur la figure IV.4a, on peut très facilement repérer les cercles et les ellipses qui résultent de coupes transversales dans les éléments d'Etapak 210. Les coupes dans les parois internes des éléments d'empilage conduisent à des croix inscrites dans les cercles et les ellipses. Sur certains éléments reconstruits, on peut même discerner l'image des petites ailettes présentes à la périphérie de ces derniers et ce, malgré leur très faible épaisseur, inférieure à 1 mm.

Sur la figure IV.5a, les détails relatifs aux éléments de Cascade Mini-Ring 1A apparaissent moins nettement, en raison de la structure plus "ouverte" de ce type d'empilage. On peut toutefois observer un certain nombre de portions de cercles et d'étoiles à huit branches, qui sont respectivement relatives aux parois externes et internes des éléments de Cascade Mini-Ring 1A.

Une caractéristique commune aux deux images reconstruites est la présence de zones plus claires, qui trahissent une certaine non uniformité dans la distribution des éléments d'empilage à l'intérieur de la section de la colonne. Ces non uniformités peuvent avoir une influence considérable sur la qualité de la distribution des phases fluides au sein de la colonne, c'est pourquoi elles feront l'objet d'une attention particulière dans la suite de ce travail.

(a)



(b)

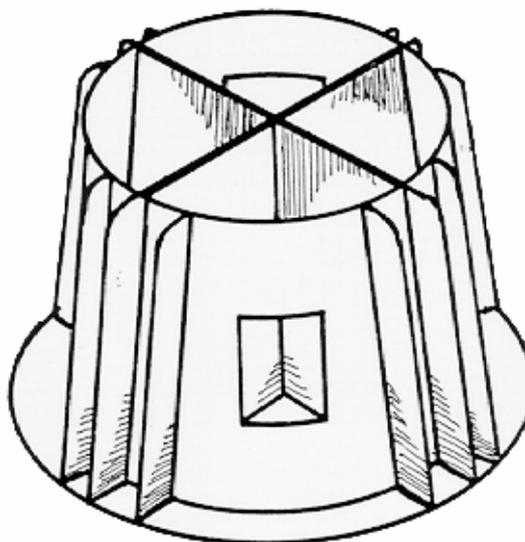
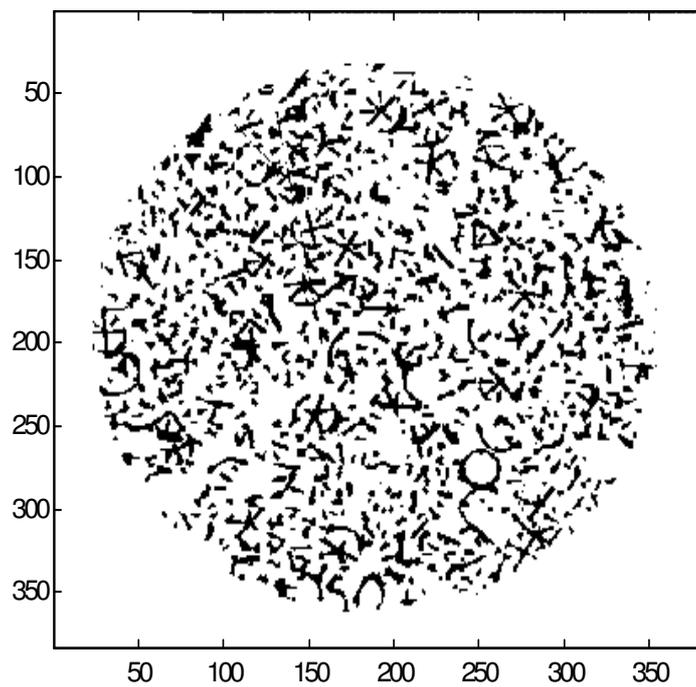


Figure IV.4 : (a) Image reconstruite d'une section droite de la colonne, remplie avec des éléments d'Etapak 210. (b) Schéma d'un élément d'Etapak 210.

(a)



(b)

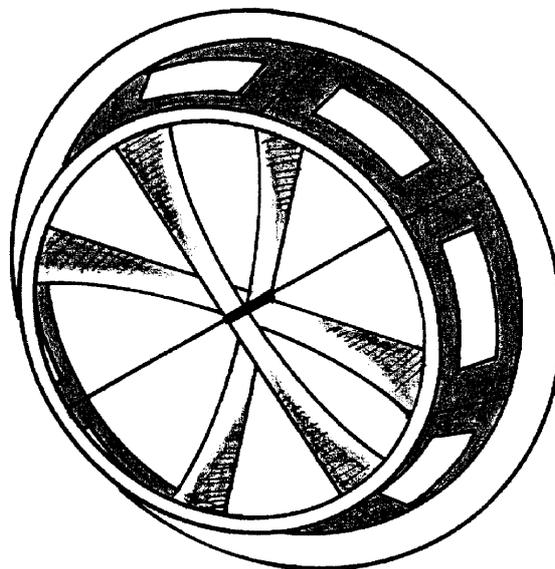


Figure IV.5 : (a) Image reconstruite d'une section droite de la colonne, remplie avec des éléments de Cascade Mini-Ring 1A. (b) Schéma d'un élément de Cascade Mini-Ring 1A.

Fraction de vide dans l'empilage

Une des caractéristiques principales des lits fixes rencontrés dans les colonnes à garnissage ou dans les lits bactériens est leur fraction de vide, car elle conditionne l'espace laissé disponible pour l'écoulement des phases fluides.

Les fractions de vide calculées sur les sections reconstruites de la colonne sèche ont été comparées aux valeurs annoncées par les fabricants d'empilage. Elles ont ensuite été comparées à d'autres valeurs, mesurées expérimentalement au laboratoire.

Fraction de vide dans la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210

Le tableau IV.3 reprend des valeurs de fractions de vide calculées sur les images reconstruites de différentes sections de la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210.

Tableau IV.3 : Fractions de vide mesurées dans des sections situées à différentes hauteurs (200, 400, 600, 800 et 1000 mm du sommet du lit) dans la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210.

Sections	Fraction de vide (%)
1	91.9
2	92.5
3	92.6
4	92.4
5	92.6
Valeur moyenne	92.4
Ecart-type	0.3

Si on compare la moyenne des fractions de vide calculées (92.4%) à la valeur annoncée par le fabricant (95%), l'écart, égal à 2.6%, est statistiquement significatif, à un seuil de confiance égal à 95%.

Dans le but d'établir l'origine de cette différence, des fractions de vide ont été mesurées expérimentalement sur des récipients remplis d'éléments d'Etapak 210. Le tableau IV.4 reprend l'ensemble de ces valeurs expérimentales, obtenues en mesurant la quantité de liquide (de l'eau) nécessaire pour remplir les espaces vides existant dans un volume déterminé d'empilage.

Tableau IV.4 : Fractions de vide mesurées dans un récipient rempli d'éléments d'Etapak 210.

Mesures	Fraction de vide (%)
1	92.5
2	91.8
3	91.8
4	92.3
5	91.2
6	92.6
7	93.0
8	92.5
Valeur moyenne	92.2
Ecart-type	0.6

La valeur moyenne des fractions de vide ainsi mesurées est égale à 92.2%, ce qui n'est pas statistiquement différent, à un seuil de confiance supérieur à 95%, de la moyenne des valeurs précédemment calculées à partir des images de sections reconstruites (92.4%).

Les différentes valeurs expérimentales (calculées sur des sections reconstruites ou mesurées sur des récipients) concordent donc entre elles, mais présentent un écart, égal à 2.5%, statistiquement significatif par rapport à la valeur annoncée par le fabricant d'empilage. L'origine de cette différence est difficile à cerner du fait qu'aucune indication n'est fournie quant à la manière dont le fabricant a évalué la fraction de vide présente dans son empilage.

Fraction de vide dans la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A

Le calcul de la fraction de vide existant dans un lit fixe constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A a été réalisé en suivant la même démarche que celle présentée au paragraphe précédent. Ainsi, le tableau IV.5 reprend des valeurs de fractions de vide calculées sur les images reconstruites de différentes sections de la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A. Le tableau IV.6, quant à lui, reprend des valeurs de fractions de vide mesurées expérimentalement sur des récipients remplis d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A.

Contrairement à ce qui avait été observé dans le cas de l'Etapak 210, les différentes valeurs expérimentales obtenues pour des empilages constitués d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A ne coïncident pas. Ainsi, la valeur moyenne des fractions de vide calculées sur des images reconstruites vaut 94.1%, alors les valeurs mesurées sur des récipients ont une moyenne de 91.8%. Cette dernière valeur tend à se rapprocher de celle annoncée par le fabricant, à savoir, 92%.

Tableau IV.5 : Fractions de vide mesurées dans des sections situées à différentes hauteurs (200, 400, 600, 800 et 1000 mm du sommet du lit) dans la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A.

Sections	Fraction de vide (%)
1	93.8
2	94.1
3	94.2
4	94.4
5	93.9
Valeur moyenne	94.1
Ecart-type	0.3

Tableau IV.6 : Fractions de vide mesurées dans un récipient rempli d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A.

Mesures	Fraction de vide (%)
1	92.0
2	91.7
3	91.5
4	91.1
5	91.3
6	92.1
7	92.9
8	91.6
Valeur moyenne	91.8
Écart-type	0.6

L'écart observé entre les différentes valeurs expérimentales peut provenir du fait que les valeurs de fractions de vide calculées sur les sections reconstruites correspondent à des porosités mesurées dans des sections droites du lit fixe. Ces dernières pourraient donc s'exprimer en $m^2_{\text{vide}} / m^2_{\text{empilage}}$. Au contraire, celles mesurées sur des récipients donnent une indication quant à la porosité du lit fixe dans son ensemble et s'expriment donc en $m^3_{\text{vide}} / m^3_{\text{empilage}}$.

Il est de pratique courante de considérer que les fractions de vide en surface ($m^2_{\text{vide}} / m^2_{\text{empilage}}$) et en volume ($m^3_{\text{vide}} / m^3_{\text{empilage}}$) sont égales. Cependant, cette égalité n'est vérifiée que si le milieu poreux dans lequel on travaille remplit certaines conditions et notamment, celle de ne présenter aucun gradient de porosité (Delesse, 1848; Jeulin, 1996). Cette condition n'est certainement pas remplie dans le cas d'un empilage d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A. En effet, un des arguments de vente de ce type d'empilage (voir documentation Glitsch) est que la plupart des éléments s'orientent de la même manière dans la colonne, à 30° par rapport à un plan horizontal. Cette orientation privilégiée a pour effet de créer un empilage relativement ordonné, dont les propriétés, et notamment la porosité, seront différentes selon la direction considérée, en raison de la forme tout à fait anisotrope des éléments de Cascade Mini-Ring 1A.

Détermination d'une dimension caractéristique au sein de l'empilage

L'écoulement de fluides dans un lit fixe peut être observé et décrit à différents niveaux successifs de modélisation correspondant à des points de vue de plus en plus élevés et, par conséquent, à des descriptions de moins en moins détaillées. Les deux niveaux d'observation les plus fréquemment considérés correspondent respectivement à l'échelle d'un élément d'empilage et à celle du lit fixe dans son ensemble. C'est en effet à l'échelle de l'élément d'empilage que se déroulent les mécanismes de transport régissant les échanges de matière et de chaleur entre les phases. Par contre, c'est au niveau du lit fixe que peuvent être réalisées les observations et mesures expérimentales concernant le fonctionnement global de la colonne à garnissage (Crine et Marchot, 1981a). Dans des colonnes à garnissage de très grandes dimensions, des hétérogénéités importantes peuvent apparaître au sein du lit, de sorte que des niveaux d'observation intermédiaires sont souvent introduits.

Dans tous les cas, le premier niveau d'observation correspond aux éléments de volume, à l'échelle desquels interviennent les mécanismes de transport se déroulant à l'échelle de l'élément d'empilage, tels que les transferts de matière et de chaleur entre les différentes phases.

La description quantitative de ces mécanismes, au moyen d'un modèle hydrodynamique local, implique d'adopter une représentation géométrique simplifiée de l'empilage. Cette simplification permet de s'affranchir, au moins partiellement, de la complexité morphologique de la phase solide, qui résulte de la superposition de plusieurs échelles caractéristiques (Oger et al., 1989).

Une cellule élémentaire de transport, supposée périodique dans l'espace, est donc définie. La taille de cette cellule est évidemment petite par rapport à celle du lit fixe. Elle doit cependant être suffisamment grande pour que l'empilage puisse y être considéré comme statistiquement homogène.

A l'intérieur de chacune des petites cellules représentant l'empilage, des valeurs moyennes des propriétés morphologiques de la phase solide sont calculées. Cette façon de procéder permet, entre autres, d'introduire dans la modélisation le caractère discontinu du garnissage. Elle permet également de ne pas tenir compte, au niveau de la modélisation, de tous les petits détails apparaissant à une échelle inférieure à celle de la cellule élémentaire.

Une définition précise des caractéristiques des cellules élémentaires représentant l'empilage n'est pas indispensable pour décrire les structures d'écoulement des fluides observables à l'échelle du lit fixe. Elle est néanmoins nécessaire pour pouvoir relier ces observations aux conditions opératoires, lors des changements d'échelle entre le plus petit (local) et le plus grand (lit fixe) des niveaux d'observation.

Dans le cadre du présent travail, les images des sections de la colonne sèche ont été analysées afin de déterminer la taille des cellules élémentaires à l'intérieur desquelles les moyennes locales doivent être calculées. Trois méthodes permettent d'accéder à cette dimension caractéristique :

1. l'analyse de l'entropie de configuration,
2. l'analyse de la distribution de la fraction de solide,
3. l'analyse de la fonction d'autocorrélation des images.

Les paragraphes suivants présentent, après une brève introduction théorique rappelant les fondements et les conditions d'application des différentes méthodes utilisées, les résultats se rapportant à chacun des deux types d'empilages (Etapak 210 et Cascade Mini-Ring 1A). Après une brève conclusion récapitulative, le dernier paragraphe permet ensuite de visualiser différentes images de sections sèches à l'échelle de la cellule élémentaire relative au type d'empilage présent dans la colonne.

Calcul de l'entropie de configuration

Théorie de l'information

Selon la théorie de l'information développée par Shannon (Shannon et Weaver, 1949), la quantité d'information acquise sur un système suite à l'observation d'un état de ce système dépend de la probabilité d'apparition de cet état. Cette information peut être quantifiée par la relation suivante (Kullback, 1959) :

$$I_i = \ln \frac{1}{p(i)} ,$$

dans laquelle I_i représente l'information acquise suite à l'observation d'un état i , dont la probabilité d'apparition est $p(i)$.

De ce fait, l'information I que l'on peut espérer acquérir suite à l'observation d'un quelconque des états du système est représentée par la somme des informations propres à chacun de ces états, pondérées par leur probabilité d'apparition $p(i)$ (Shannon et Weaver, 1949, Jaynes, 1957a). On a donc :

$$I = - \sum_{i=1}^m p(i) \ln p(i)$$

où m est le nombre d'états différents.

Cette définition de l'information est directement reliée à l'état de désordre régnant dans le système étudié. Le niveau de connaissance que l'on peut acquérir sur ce système, suite à n_t mesures indépendantes, dépend du nombre de configurations qu'il peut occuper. Si les mesures sont effectivement indépendantes, le nombre C de configurations possibles est donné par l'expression :

$$C = \frac{n_t!}{n_1! n_2! \dots n_m!}$$

dans laquelle les n_j représentent les nombres de mesures de chaque état i . L'entropie H mesure l'état de désordre résultant de l'existence de ces différentes configurations. Elle est donnée par :

$$H = \ln C = n_t \ln n_t - \sum_{i=1}^m n_i \ln n_i ,$$

dans laquelle la formule de Stirling a été utilisée, après le remplacement de C par son expression.

Si on admet que la fréquence d'observation $\frac{n_i}{n_t}$ d'un état i est un estimateur de sa probabilité d'apparition $p(i)$, on obtient l'expression suivante pour l'entropie rapportée une observation :

$$H = - \sum_{i=1}^m p(i) \ln p(i) .$$

La similitude entre les expressions de I et de H est le reflet du contenu informationnel de l'entropie. Jaynes (1957a et b) a, le premier, exploité l'analogie entropie - information en mécanique statistique, en développant une technique d'estimation de la distribution de probabilités la moins biaisée, connue sous le nom de "Principe d'Entropie Maximum". Cette technique consiste à maximaliser l'entropie :

$$\max H = \max \left[- \sum_{i=1}^m p(i) \ln p(i) \right] ,$$

tout en respectant un certain nombre de contraintes définissant l'information dont on dispose sur le système aléatoire.

Application à l'analyse d'une image binaire

Beghadi et al. (1994) ont appliqué la technique du "Principe d'Entropie Maximum" à l'analyse d'images binaires, afin de déterminer l'échelle d'observation pour laquelle l'information retirée de ces images est maximale. La détermination de cette échelle optimale se fait de la manière suivante : l'image est divisée en petites cellules carrées de dimensions $n \times n$. Après un recensement du nombre de pixels actifs (non nuls) présents dans chacune de ces cellules, le nombre $N_k(n)$ de cellules

contenant k pixels actifs, ainsi que le nombre $N(n)$ total de cellules présentes dans l'image sont calculés.

La probabilité pour une cellule de contenir k pixels actifs pouvant être évaluée par le rapport :

$$p_k(n) = \frac{N_k(n)}{N(n)},$$

l'entropie correspondante est donnée par :

$$H(n) = - \sum_{k=0}^{n^2} p_k(n) \ln p_k(n).$$

Si on prend comme contrainte que la somme des probabilités doit être égale à 1, cette entropie est maximale lorsque les différentes configurations sont équiprobables. La probabilité associée à chaque état est alors donnée par :

$$p_k(n) = \frac{1}{1 + n^2}.$$

L'image est successivement observée à différentes échelles, en faisant varier la taille des cellules. Afin de pouvoir comparer les entropies obtenues pour les différentes valeurs de n , il importe de normer $H(n)$, par rapport à l'entropie maximale $H_{\max}(n)$ associée à chaque taille de cellule. La valeur normée de l'entropie $H^*(n)$ est donnée par :

$$H^*(n) = \frac{H(n)}{H_{\max}(n)},$$

avec

$$H_{\max}(n) = \ln(n^2 + 1).$$

$H^*(n)$ passe par un maximum pour une dimension caractéristique n^* , appelée "dimension entropique optimale". Les cellules de taille $n^* \times n^*$ présentent un état de désordre maximum et correspondent à l'échelle optimale à laquelle les images doivent être analysées. Cette échelle optimale d'observation peut être reliée à la taille des cellules élémentaires de transport. En effet, ces dernières sont définies comme correspondant à l'échelle à laquelle l'empilage peut être considéré comme

statistiquement homogène. A cette échelle, l'image ne doit donc plus présenter aucune corrélation spatiale, ce qui implique que le désordre et donc l'entropie doivent être maximum.

Calcul de l'entropie de configuration sur des images de sections de la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210

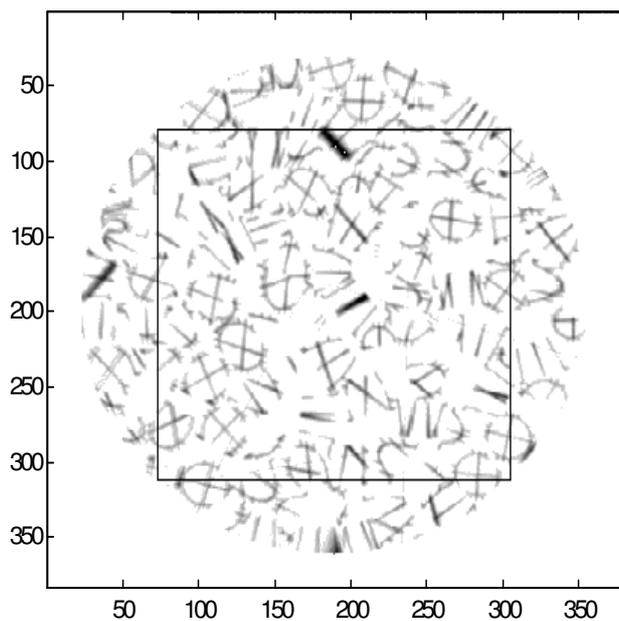
Les premières images sur lesquelles l'entropie de configuration a été calculée sont des images de sections de la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210. Afin de limiter les effets de bord, les calculs ont été effectués sur des images de forme carrée, obtenues en prélevant le carré inscrit dans le cercle représentant la paroi de la colonne sur les images reconstruites. L'entropie de configuration ne pouvant être calculée que sur des images binaires, les images carrées ont ensuite dû être binarisées, comme décrit au paragraphe 2.4. La figure IV.6b montre l'image binarisée de la section carrée extraite de l'image de la section droite de la colonne représentée à la figure IV.6a. La section carrée ainsi obtenue contient 233 x 233 pixels.

Les valeurs de l'entropie de configuration, $H^*(n)$, calculées sur la section carrée de la figure IV.6b sont représentées à la figure IV.7 pour des dimensions de cellules allant de 1 x 1 à 25 x 25 pixels. Ce graphique montre que l'entropie de configuration passe par un minimum pour $n = 2$. Elle augmente ensuite jusqu'à un maximum situé aux alentours de $n = 8$, avant de décroître de manière monotone vers zéro pour des valeurs de n plus élevées. Les valeurs reprises sur le graphique de la figure IV.7 sont bien représentatives de l'évolution de l'entropie de configuration dans le cas d'images de sections remplies d'éléments d'Etapak 210, ainsi que le montre la figure IV.8. Sur cette figure, la courbe continue, qui reflète la tendance générale de l'évolution des valeurs de $H^*(n)$ pour différentes sections droites situées à différentes hauteurs dans la colonne, passe par un minimum pour $n=2$ et par un maximum pour une valeur de n proche de 8. La "dimension entropique optimale" des images de sections remplies d'éléments d'Etapak 210, donnée par l'abscisse du maximum des courbes d'entropie de configuration, est donc égale à 8 pixels, ce qui correspond à une longueur de $8 \times 1.7 = 13.6$ mm. A l'échelle d'un

élément d'Etapak 210, cette dimension de 13.6 mm représente approximativement la distance moyenne existant entre les différentes parois de cet élément.

L'abscisse du minimum des courbes d'entropie de configuration a également une signification. En effet, tout comme les maxima de ces courbes désignent l'échelle où l'image présente un désordre maximum, leurs minima permettent de repérer les échelles où l'ordre est maximum et donc les périodicités existant dans l'image. Le minimum observé sur les courbes d'entropie de configuration pour une valeur de $n = 2$ semble donc traduire l'existence d'un caractère périodique à cette échelle. L'observation visuelle des images binarisées sur lesquelles l'entropie de configuration a été calculée montre que cette valeur de n correspond approximativement à l'épaisseur des traits qui représentent les parois des éléments d'empilage. L'épaisseur des parois des éléments d'empilage sur les images reconstruites peut sembler très grande (2 pixels = 3.4 mm) par rapport à l'épaisseur réelle des parois des éléments d'empilage (environ 1 mm). Elle peut cependant s'expliquer par le fait que ces images ont été binarisées. En effet, l'opération de binarisation a pour effet d'épaissir artificiellement les parois des objets reconstruits, puisque des pixels dont la valeur est proche de celle du seuil, et donc de zéro, se voient attribuer un poids équivalant à celui des pixels dont la valeur est proche de 100%.

(a)



(b)

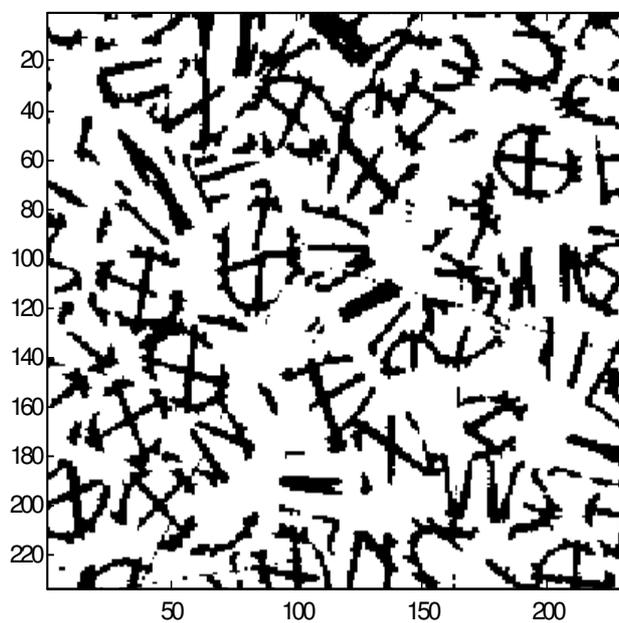


Figure IV.6 : (a) Image reconstruite, seuillée et normée, d'une section droite de la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210. (b) Image binarisée de la section carrée extraite de l'image précédente.

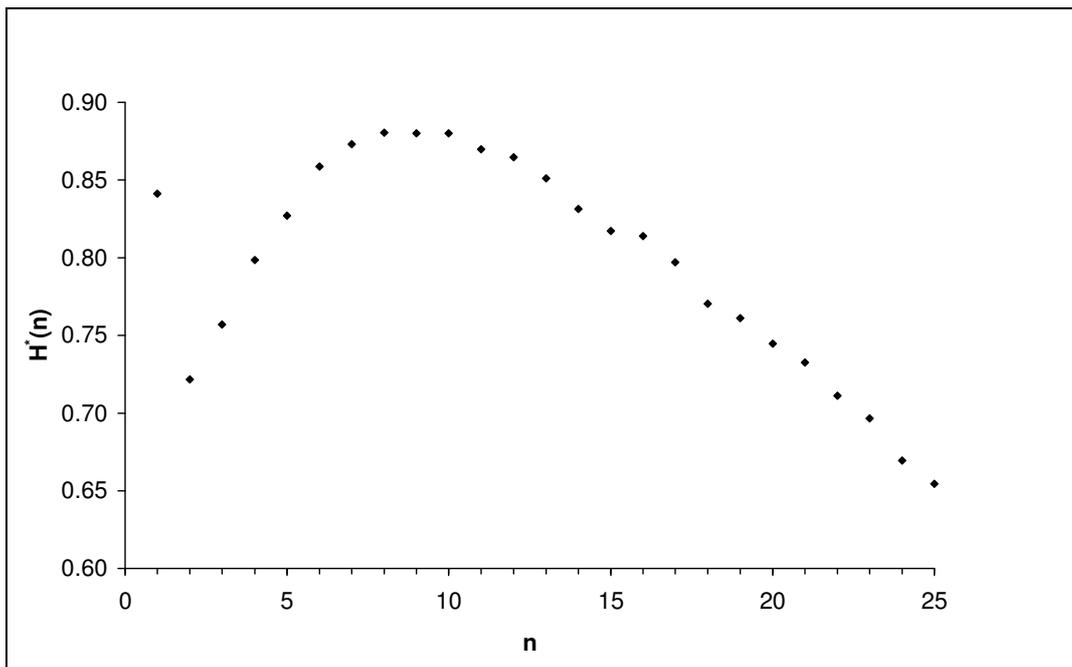


Figure IV.7 : Valeurs de l'entropie de configuration calculées sur la section carrée représentée à la figure IV.6b.

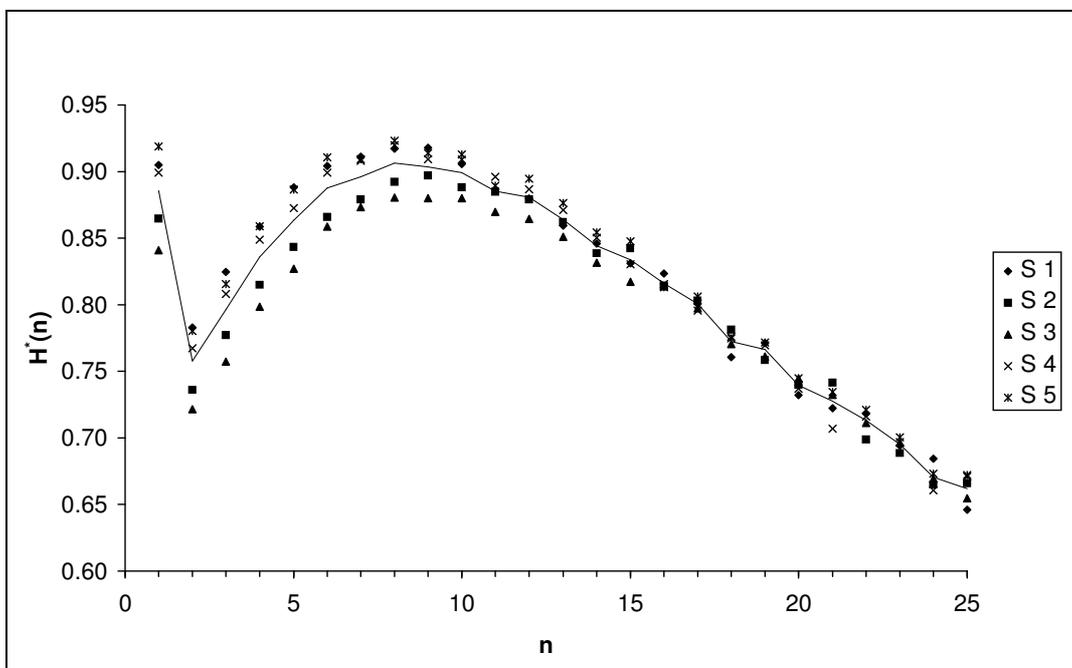


Figure IV.8 : Valeurs de l'entropie de configuration calculées sur les images de différentes sections situées à différentes hauteurs (200, 400,

600, 800 et 1000 mm du sommet du lit) dans la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210.

Calcul de l'entropie de configuration sur des images de sections de la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A

L'entropie de configuration a également été calculée sur des images de sections de la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A. Ici encore, le calcul de l'entropie de configuration a été réalisé sur des images binarisées de sections carrées extraites des images reconstruites de sections droites de la colonne. La figure IV.9 montre les valeurs de l'entropie de configuration calculées sur quelques unes de ces sections carrées.

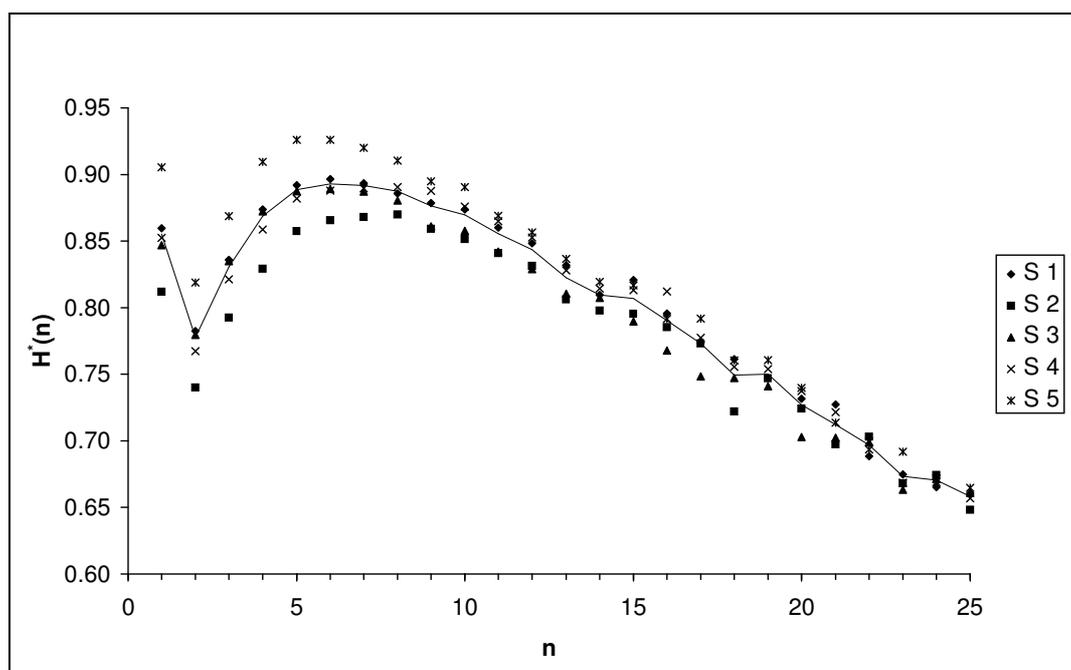


Figure IV.9 : Valeurs de l'entropie de configuration calculées sur les images de sections situées à différentes hauteurs (200, 400, 600, 800 et 1000 mm du sommet du lit) dans la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A.

La courbe continue tracée sur ce graphique, qui montre la tendance générale de l'évolution des valeurs de $H^*(n)$ pour différentes sections droites situées à différentes hauteurs dans la colonne à garnissage, a une allure très semblable à

celle obtenue dans le paragraphe précédent, pour des images de sections remplies d'éléments d'Etapak 210. En effet, pour des valeurs de n variant de 1 à 25, cette courbe présente un minimum, suivi d'un maximum, et ensuite d'une décroissance monotone vers zéro.

Tout comme dans le cas des sections remplies d'éléments d'Etapak 210, la valeur de n correspondant au minimum de l'entropie de configuration est égale à 2. Cette échelle correspond, ici encore, à l'épaisseur moyenne des traits représentant les parois des éléments d'empilage sur les images reconstruites et binarisées.

En ce qui concerne le maximum, par contre, on observe une différence entre les deux types d'empilages : la "dimension entropique optimale" calculée sur des images de sections remplies d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A (6 pixels = 10.2 mm) est inférieure à celle calculée sur des images de sections remplies d'éléments d'Etapak 210 (8 pixels = 13.6 mm). Cet écart est tout à fait logique puisque les éléments de Cascade Mini-Ring 1A sont plus petits (diamètre moyen = 40 mm, hauteur = 16.5 mm) que les éléments d'Etapak 210 (diamètre moyen = 51.5 mm, hauteur = 44 mm).

Analyse de la distribution de la fraction de solide

Introduction théorique

La détermination de l'échelle optimale d'observation des images peut également être réalisée sur des images en niveaux de gris, en appliquant la technique du "Principe d'Entropie Maximum".

Tout comme dans le cas des images binaires, l'image en niveaux de gris est découpée en petites cellules carrées de dimensions $n \times n$. Les fractions de solide présentes dans chacune des cellules peuvent varier entre deux valeurs extrêmes respectivement égales à 0 et à 100%. Entre ces limites, les valeurs locales des fractions de solide sont regroupées en classes $S(i)$, ayant toutes la même largeur ΔS . Cette discrétisation en classes permet de conserver le concept de probabilité

discrète dans le cadre duquel le "Principe d'Entropie Maximum" a été développé. Ce regroupement en classes, indispensable lors de l'observation de distributions expérimentales, ne limite pas la généralité des développements théoriques, puisque le pas ΔS peut être rendu aussi petit que nécessaire, afin d'approcher le cas d'une distribution continue (Crine, 1988).

L'entropie de la distribution des fractions de solide, pour des cellules de dimensions $n \times n$, est calculée par la relation :

$$H(n) = - \sum_{i=1}^m \left(\frac{n_i(n)}{n_t(n)} \right) \ln \left(\frac{n_i(n)}{n_t(n)} \right),$$

dans laquelle : m est le nombre de classes,
 $n_i(n)$ est le nombre de cellules entrant dans la classe $S(i)$,
 $n_t(n)$ est le nombre total de cellules.

Si on assimile la fraction de cellules $\frac{n_i(n)}{n_t(n)}$ entrant dans une classe $S(i)$ donnée à sa probabilité d'apparition $p_i(n)$, on obtient l'expression suivante pour l'entropie :

$$H(n) = - \sum_{i=1}^m p_i(n) \ln p_i(n) .$$

La maximalisation de cette entropie est soumise à deux contraintes :

1. La somme des probabilités $p_i(n)$ doit être égale à 1.

$$\sum_{i=1}^m p_i(n) = 1 .$$

2. La somme des valeurs locales $S(i)$ des fractions de solide, pondérées par leurs probabilités d'apparition $p_i(n)$, doit être égale à la fraction de solide S calculée sur l'ensemble de l'image.

$$\sum_{i=1}^m p_i(n) S(i) = S .$$

Crine et Marchot (1981b) ont montré qu'une maximalisation soumise à ce genre de contraintes conduisait à une distribution de probabilités du type exponentielle décroissante, de la forme :

$$p_i = \left(\frac{1}{1+S} \right) \left(\frac{S}{1+S} \right)^{S(i)} .$$

La dimension n^* des cellules pour laquelle la distribution des fractions de plein se rapproche le plus de cette exponentielle décroissante est celle pour laquelle l'entropie est maximale. Cette taille de cellules, qui correspond à l'échelle d'observation pour laquelle l'information retirée de l'image est maximale, est donc également celle à laquelle l'image en niveaux de gris doit être analysée.

Analyse de la distribution de la fraction de solide dans des images de sections de colonne remplie d'éléments d'Etapak 210

Tout comme le calcul de l'entropie de configuration, l'analyse de la distribution de la fraction de solide a été réalisée sur des sections carrées extraites des images reconstruites. Contrairement au cas précédent, ces sections carrées n'ont pas été binarisées, mais simplement seuillées et normées, puisque l'analyse de la distribution de la fraction de solide s'applique à des images en niveaux de gris. La figure IV.10 montre l'image d'une des sections carrées sur lesquelles l'analyse de la distribution de la fraction de solide a été réalisée.

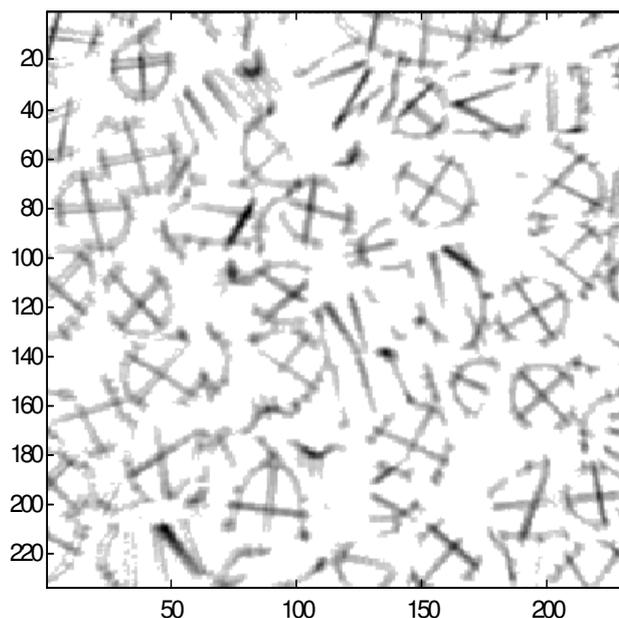


Figure IV.10 : Section carrée, seuillée et normée, extraite d'une image reconstruite d'une section droite de la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210.

La figure IV.11 montre l'histogramme de la distribution de la fraction de solide au sein de la section présentée à la figure IV.10. Cet histogramme montre que la très large majorité (plus de 65%) des pixels présents dans la section ont une valeur nulle, ce qui peut s'expliquer par la valeur très élevée (95%) de la fraction de vide présente dans l'empilage utilisé. L'opération de seuillage réalisée sur les images après leur reconstruction augmente encore ce nombre de pixels nuls en annulant tous les pixels dont la valeur est située entre 0 et 10%. La présence de classes vides, entre 0 et 10%, au sein de l'histogramme provient également de cette opération de seuillage.

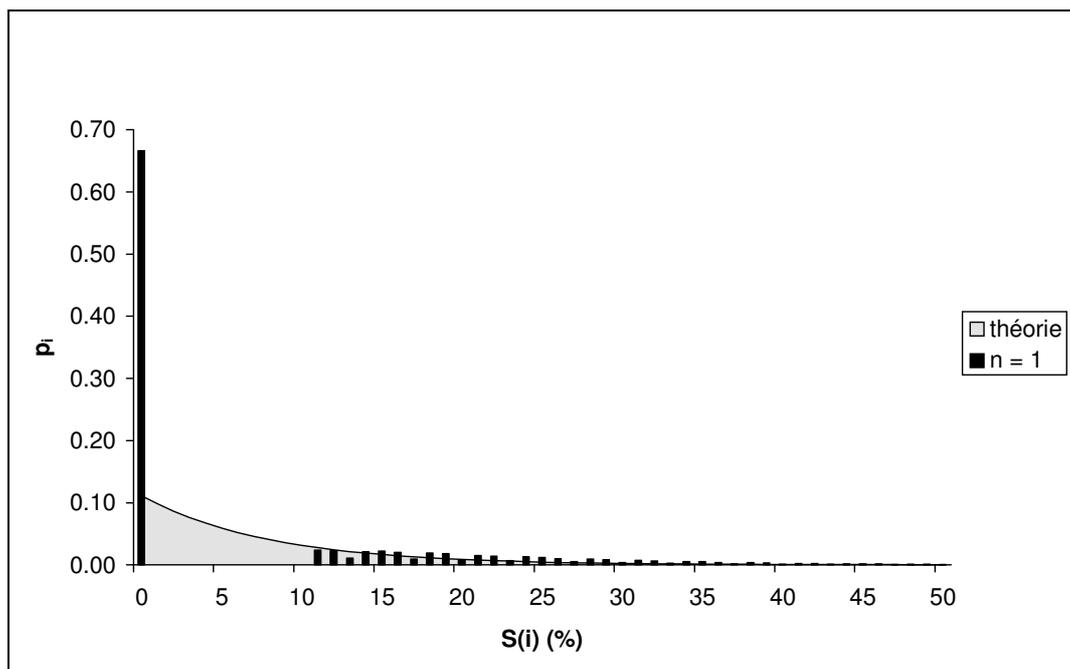


Figure IV.11 : Distribution de la fraction de solide au sein de la section carrée présentée à la figure IV.10.

Cette figure montre également que la distribution de la fraction de solide dans les sections reconstruites est relativement éloignée de la distribution théorique

$$p_i = \left(\frac{1}{1+S} \right) \left(\frac{S}{1+S} \right)^{S(i)}$$

pour laquelle l'entropie est maximale.

Les valeurs de l'entropie présentées sur le graphique de la figure IV.12 sont relatives à l'image présentée à la figure IV.10. Il s'agit de valeurs normées par rapport à la valeur maximale de l'entropie, calculée sur la distribution théorique. Cette figure montre que l'entropie normée part d'une valeur minimale pour $n = 1$, passe par un maximum proche de 1 pour $n = 8$ et décroît ensuite lentement vers zéro pour des valeurs de n plus élevées.

La figure IV.13, quant à elle, montre l'évolution, en fonction de la taille des cellules, de l'écart entre la distribution théorique et la distribution de la fraction de solide relative à la section représentée à la figure IV.10. On remarque que cet écart

est maximum pour $n = 1$ et passe par un minimum pour des valeurs de n proches de 8.

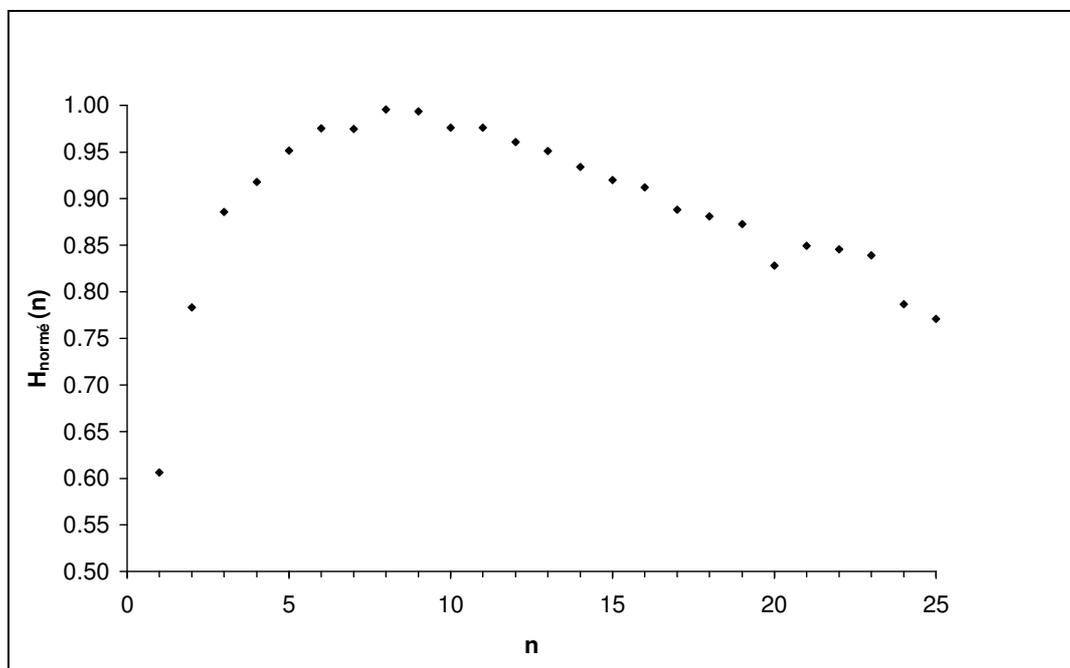


Figure IV.12 : Valeurs de l'entropie, calculées sur la section carrée présentée à la figure IV.10 et normées par rapport à la valeur maximale de l'entropie.

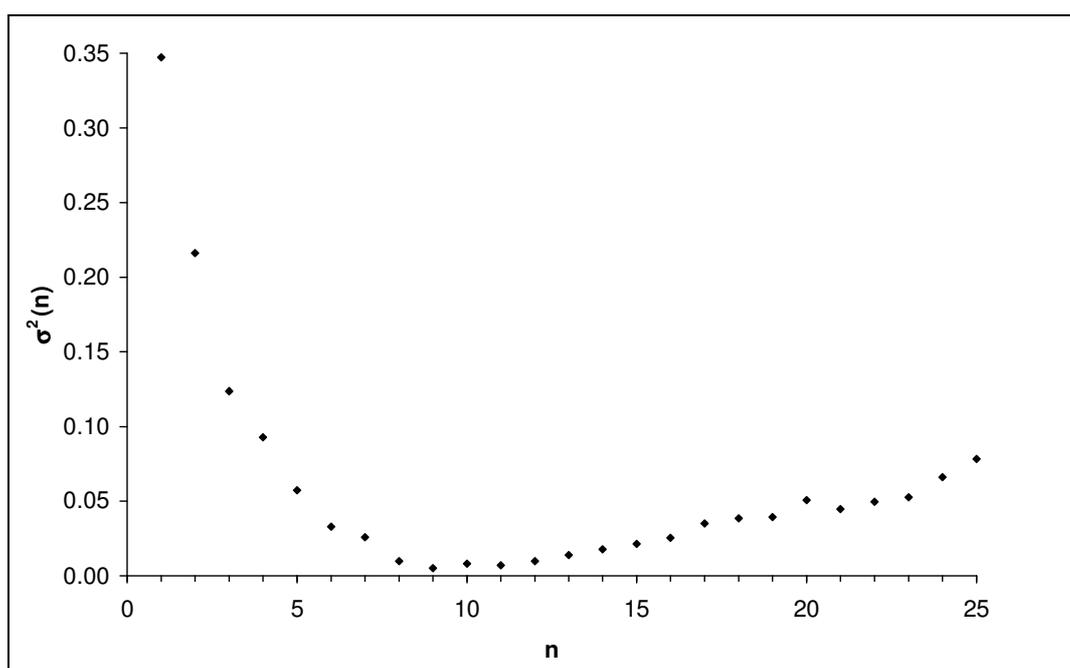


Figure IV.13 : Evolution, en fonction de la taille des cellules, de l'écart entre la distribution de la fraction de solide relative à la section représentée à la figure IV.10 et la distribution théorique.

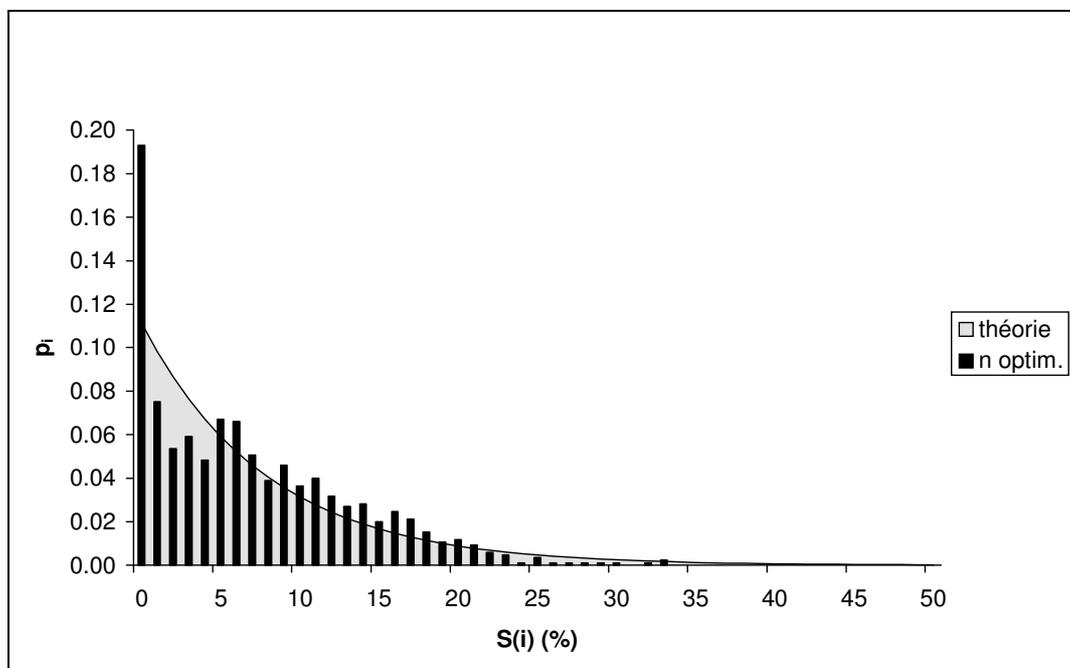


Figure IV.14 : Distribution de la fraction de solide au sein de la section carrée présentée à la figure IV.10, pour la taille de cellules ($n = 8$) correspondant au maximum de l'entropie calculée sur cette section.

La confrontation des figures IV.12 et IV.13 permet donc de confirmer que l'entropie est d'autant plus proche de sa valeur maximale que l'écart entre la distribution de la fraction de solide et la distribution théorique est faible.

La figure IV.14 montre l'histogramme de la distribution de la fraction de solide au sein de la section carrée présentée à la figure IV.10, pour la taille de cellules ($n = 8$) correspondant au maximum de l'entropie calculée sur cette section. L'écart qui persiste entre cette distribution et la distribution théorique est nettement plus faible que celui observé sur la figure IV.11. Il est uniquement dû à l'existence de corrélations spatiales, et donc d'un certain degré d'ordre, à plus grande échelle.

Les résultats présentés ci-dessus, à travers les figures IV.11 à IV.14, sont relatifs à une seule et même section, représentée à la figure IV.10. Ils peuvent cependant être généralisés à l'ensemble des sections contenant des éléments d'Etapak 210. La figure IV.15 montre, en effet, que les valeurs d'entropie calculées sur les images reconstruites de différentes sections remplies d'éléments d'Etapak 210 suivent une évolution semblable à celle présentée à la figure IV.12 : pour chacune des sections, l'entropie est minimale pour $n = 1$, passe par un maximum pour $n = 8$ et décroît ensuite lentement vers zéro.

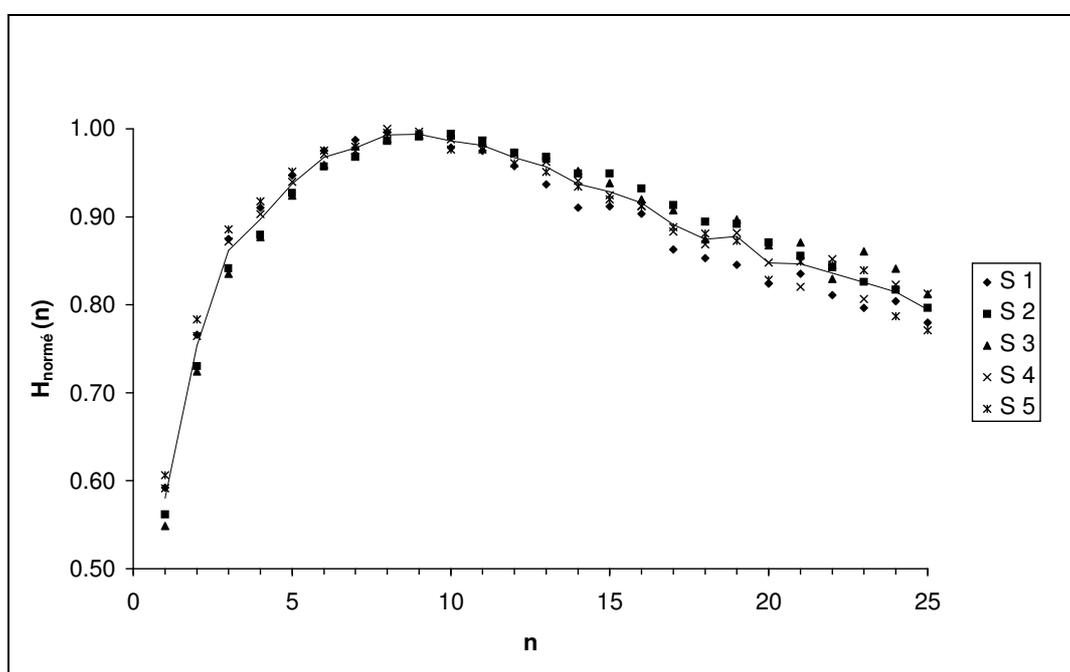


Figure IV.15 : Valeurs de l'entropie calculées sur les images de sections situées à différentes hauteurs (200, 400, 600, 800 et 1000 mm du sommet du lit) dans la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210.

Il apparaît donc que pour les images reconstruites de sections remplies d'éléments d'Etapak 210, la taille de cellules correspondant à l'échelle d'observation pour laquelle l'information retirée est maximale est égale à 8 pixels, c'est à dire 13.6 mm. Ce résultat vient confirmer la valeur de la "dimension entropique optimale", qui avait été déterminée sur base du calcul de l'entropie de configuration sur les images binarisées de ces mêmes sections.

La disparition, sur les courbes d'entropie calculée sur les images en niveaux de gris, du minimum observé, pour $n = 2$, sur les courbes d'entropie de configuration montre que la présence de ce minimum provenait bien d'un épaissement artificiel des traits consécutif au seuillage des images.

Analyse de la distribution de la fraction de solide dans des images de sections de colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A

L'analyse de la distribution de solide dans des sections remplies d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A a été réalisée de la même manière que dans les sections remplies d'éléments d'Etapak 210. Tout comme dans le cas précédent, l'entropie a été calculée sur des sections carrées, seuillées et normées, extraites d'images de sections reconstruites.

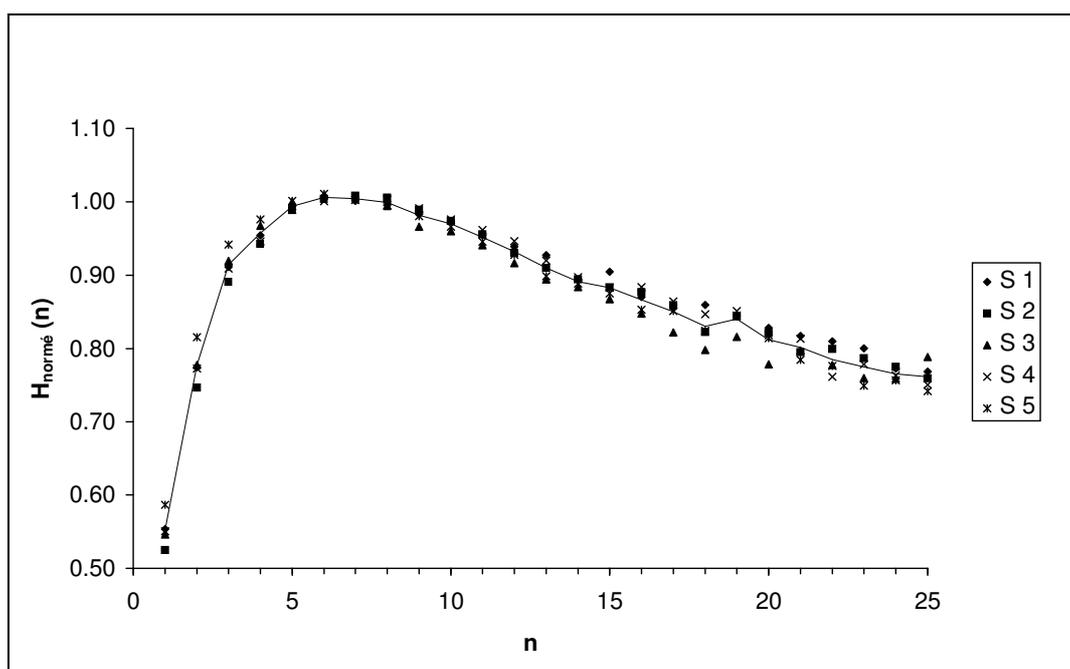


Figure IV.16 : Valeurs de l'entropie calculées sur les images de sections situées à différentes hauteurs (200, 400, 600, 800 et 1000 mm du sommet du lit) dans la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A.

La figure IV.16 montre des valeurs d'entropie calculées sur les images reconstruites de différentes sections remplies d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A. Cette figure montre que, pour chacune des sections, l'entropie est minimale pour

$n = 1$, passe par un maximum pour $n = 6$ et décroît ensuite lentement vers zéro. Dans le cas des sections remplies d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A, il apparaît donc que la taille de cellules correspondant à l'échelle d'observation pour laquelle l'information retirée est maximale est égale à 6 pixels, c'est-à-dire 10.2 mm.

Tout comme dans le cas des sections remplies d'éléments d'Etapak 210, l'analyse de la distribution de la fraction de solide, dans des images en niveaux de gris de sections remplies d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A, conduit au même résultat que le calcul de l'entropie de configuration sur les images binarisées des mêmes sections. Les deux méthodes conduisent en effet à une même valeur de la "dimension entropique optimale", égale à 6 pixels.

Il importe également de remarquer, qu'ici encore, le minimum observé pour $n = 2$ sur la courbe d'entropie de configuration (figure IV.9) ne réapparaît pas sur les courbes d'entropie calculées sur des images en niveaux de gris (figure IV.16), ce qui permet de confirmer que ce minimum provient d'un épaissement artificiel des traits, consécutif au seuillage effectué sur les images.

Analyse de la fonction d'autocorrélation

Introduction théorique

Définition d'un champ aléatoire

Les images reconstruites de différentes sections droites de la colonne remplie d'un type donné d'éléments d'empilage peuvent être considérées comme les différentes réalisations d'une même expérience. Elles définissent ainsi, sur l'ensemble des réalisations $\Omega = \{\omega_1, \omega_2, \dots\}$, une famille $\mathbf{f}_s(\omega_j)$ de fonctions à un paramètre, dans lesquelles les différentes valeurs du paramètre s représentent chacune un point du plan xy . Le paramètre s étant défini dans le plan xy , et donc dans un espace de dimension supérieure à 1, la famille $\mathbf{f}_s(\omega_j)$ de fonctions peut également être appelée "champ aléatoire" (Rosenfeld et Kak, 1982).

Dans le plan xy , le paramètre s peut être représenté par ses coordonnées (x,y) ou par son vecteur position \vec{r} . De ce fait, le champ aléatoire $\mathbf{f}_s(\omega_j)$ peut également s'écrire $\mathbf{f}_{\vec{r}}(\omega_j)$, ou encore $\mathbf{f}(\vec{r}, \omega_j)$. Pour une valeur donnée de \vec{r} , $\mathbf{f}(\vec{r}, \omega_j)$ est une variable aléatoire, tandis que pour une réalisation donnée ω_j , $\mathbf{f}(\vec{r}, \omega_j)$ est une fonction définie dans le plan xy .

Moyenne et fonction d'autocorrélation d'un champ aléatoire

La moyenne $\mu_f(\vec{r})$ d'un champ aléatoire $\mathbf{f}(\vec{r})$ est définie par son espérance mathématique. On a :

$$\mu_f(\vec{r}) = E\{\mathbf{f}(\vec{r})\}.$$

La fonction d'autocorrélation $R_{ff}(\vec{r}_1, \vec{r}_2)$ d'un champ aléatoire $\mathbf{f}(\vec{r})$ permet de mesurer quantitativement la relation existant entre les valeurs $\mathbf{f}(\vec{r}_1)$ et $\mathbf{f}(\vec{r}_2)$ de ce champ en deux points \vec{r}_1 et \vec{r}_2 du plan xy (Falconer, 1990). Elle est définie comme étant l'espérance mathématique du produit des deux variables aléatoires $\mathbf{f}(\vec{r}_1)$ et $\mathbf{f}(\vec{r}_2)$. On a donc :

$$R_{ff}(\vec{r}_1, \vec{r}_2) = E\{\mathbf{f}(\vec{r}_1) \mathbf{f}(\vec{r}_2)\}$$

Champ aléatoire stationnaire ou homogène

Un champ aléatoire est homogène ou stationnaire si son espérance mathématique est indépendante de la position \vec{r} dans le plan xy , c'est-à-dire si $\mu_f(\vec{r}) = \mu = \text{constante}$ indépendante de \vec{r} .

Dans ce cas, sa fonction d'autocorrélation est invariante par rapport à un mouvement de translation dans le plan xy , c'est-à-dire qu'elle ne dépend plus de l'ensemble des 4 variables (x_1, y_1) et (x_2, y_2) définissant les vecteurs \vec{r}_1 et \vec{r}_2 , mais uniquement des 2 variables $\alpha = |x_1 - x_2|$ et $\beta = |y_1 - y_2|$, définissant leur différence $\vec{r}_1 - \vec{r}_2$.

La fonction d'autocorrélation $R_{ff}(\alpha, \beta)$ d'un champ aléatoire stationnaire $\mathbf{f}(\vec{r})$ peut être calculée à partir de sa densité spectrale de puissance $S_{ff}(u, v)$. En effet, le théorème de Wiener - Kintchine permet de relier $R_{ff}(\alpha, \beta)$ et $S_{ff}(u, v)$ de la manière suivante :

$$R_{ff}(\alpha, \beta) = \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} S_{ff}(u, v) \exp[+j2\pi(\alpha u + \beta v)] du dv.$$

Dans le cas des images analysées dans le présent travail, la condition de stationnarité n'est remplie que dans la partie centrale de l'image, qui correspond à une région de la colonne où l'influence exercée par les parois sur la distribution des éléments d'empilage est négligeable. Dans cette partie des images, la densité spectrale de puissance et, ensuite, la fonction d'autocorrélation, peuvent être calculées très aisément grâce à un algorithme de FFT (fast Fourier transform) (Blacher et al., 1996).

Calcul de la fonction d'autocorrélation sur des images de sections de colonne remplie d'éléments d'Etapak 210

Le calcul de la fonction d'autocorrélation a été réalisé sur la partie centrale de sections carrées du même type que celles présentées sur les figures IV.10 ou IV.17, c'est-à-dire des images normées et seuillées, mais non binarisées.

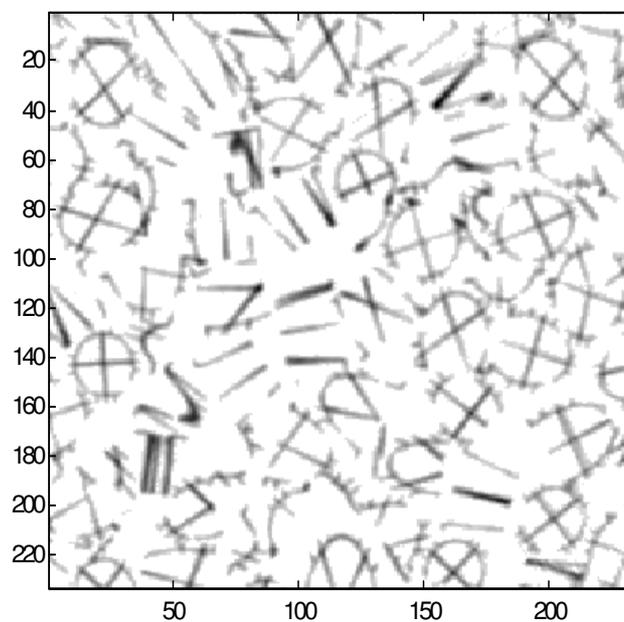


Figure IV.17 : Section carrée, normée et seuillée, extraite de l'image d'une section remplie d'éléments d'Etapak 210.

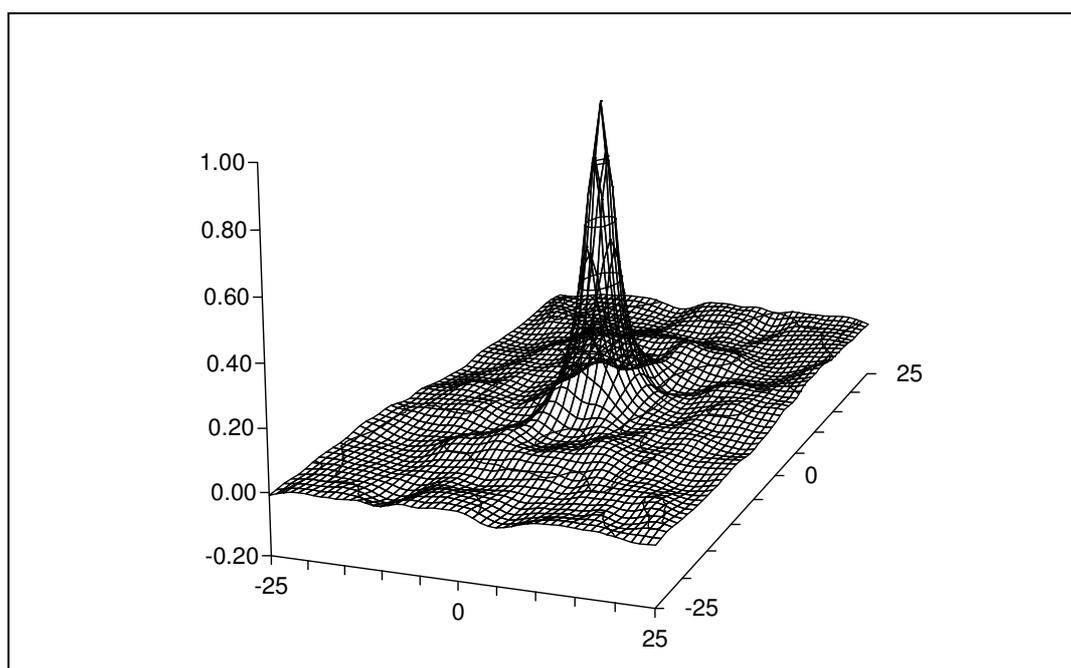


Figure IV.18 : Représentation en trois dimensions de la partie centrale de la fonction d'autocorrélation à deux dimensions, calculée sur la section représentée à la figure IV.17.

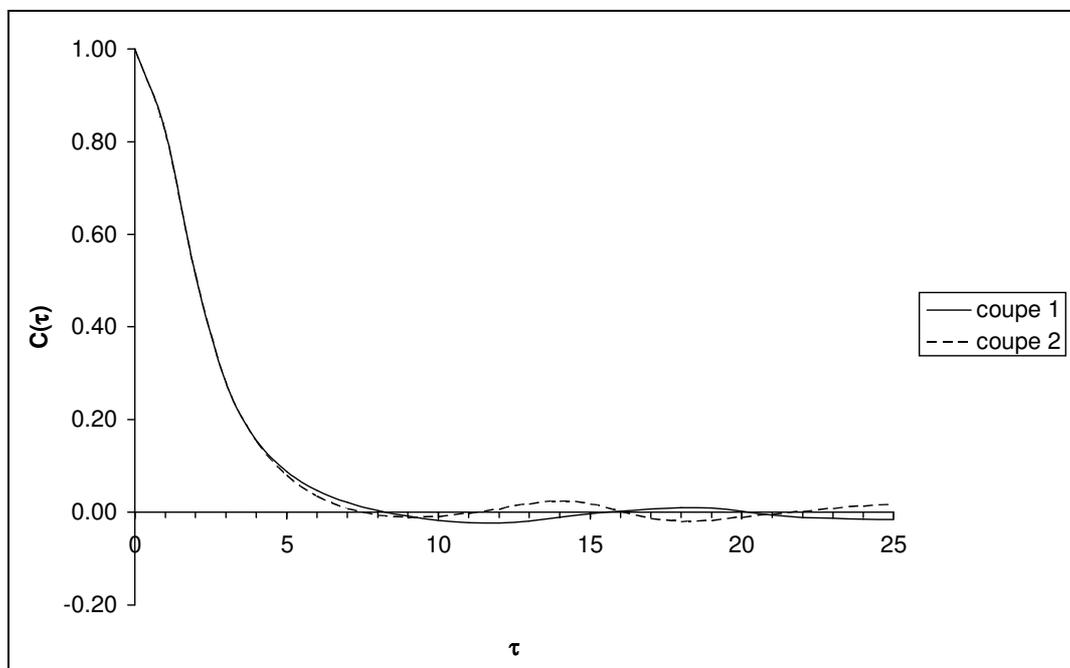


Figure IV.19 : Courbes d'autocorrélation obtenues suite à des coupes effectuées, selon deux axes perpendiculaires entre eux et passant par l'origine, dans la fonction d'autocorrélation à deux dimensions représentée à la figure IV.18.

La figure IV.18 montre un graphique en trois dimensions de la fonction d'autocorrélation calculée sur la partie centrale de la section carrée de la figure IV.17. L'examen de cette fonction d'autocorrélation semble indiquer qu'aucun caractère périodique marqué ne peut être relevé dans les images de sections remplies d'éléments d'Etapak 210, puisque le seul pic significatif présent sur la représentation en trois dimensions est celui centré sur l'origine.

Afin de pouvoir étudier de manière plus quantitative la corrélation existant entre deux points quelconques de l'image, en fonction de leurs positions respectives, des coupes doivent être effectuées dans la fonction d'autocorrélation selon différentes directions. La figure IV.19 montre les courbes d'autocorrélation obtenues

suite à deux coupes effectuées, selon des axes perpendiculaires entre eux et passant par l'origine, dans la fonction d'autocorrélation présentée à la figure IV.18.

Les courbes d'autocorrélation représentées sur la figure IV.19 ont sensiblement la même allure. Toutes deux partent d'une valeur maximale pour $\tau = 0$, s'annulent une première fois pour une valeur de τ proche de 8 et ne présentent ensuite plus aucune fluctuation significative autour de l'axe des abscisses. Cette similitude entre les deux courbes semble indiquer que la corrélation existant entre deux points de l'image ne dépend que de la distance τ qui les sépare. La partie centrale de image analysée ici serait donc, non seulement homogène, mais également isotrope (Rosenfeld et Kak, 1982).

L'absence de maximum significatif confirme qu'aucune périodicité marquée ne peut être détectée dans l'image représentée à la figure IV.17.

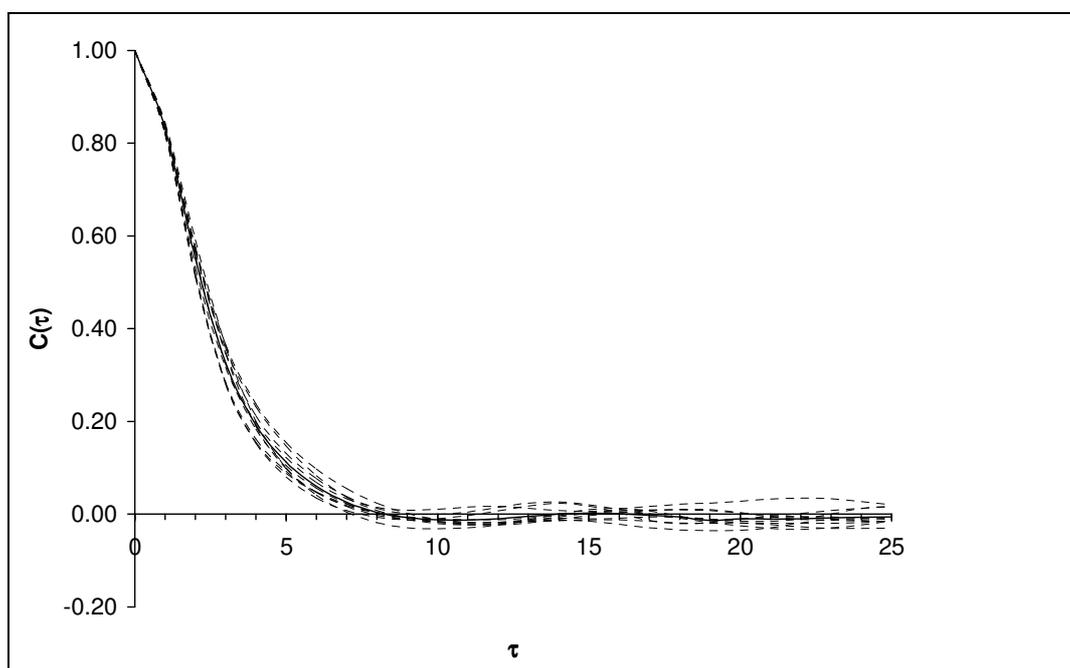


Figure IV.20 : Coupes effectuées dans les fonctions d'autocorrélation à deux dimensions, calculées sur différentes sections remplies d'éléments d'Etapak 210 (la courbe en trait continu représente leur valeur moyenne).

La première annulation de la fonction d'autocorrélation, pour une valeur de τ égale à 8 pixels, a également une signification très importante. Elle permet en effet d'accéder à la plus petite des échelles de corrélation existant dans l'image analysée (Froyland, 1992).

Ces résultats basés sur des calculs réalisés sur l'image d'une seule section sont applicables à l'ensemble des sections remplies d'éléments d'Etapak 210, ainsi que l'atteste la figure IV.20, qui montre les courbes obtenues suite à des coupes effectuées dans des fonctions d'autocorrélation à deux dimensions calculées sur différentes sections remplies d'éléments d'Etapak 210.

On voit en effet sur cette figure que la courbe en trait continu, qui représente la moyenne des courbes relatives aux différentes sections, coupe l'axe des abscisses pour la première fois pour une valeur de τ égale à 8 et ne présente ensuite plus aucune fluctuation significative autour de ce même axe.

L'absence de maxima sur les courbes d'autocorrélation, obtenues suite à des coupes effectuées dans les fonctions d'autocorrélation à deux dimensions, montre donc clairement qu'aucun caractère périodique marqué ne peut être détecté dans les images de sections remplies d'éléments d'Etapak 210.

Pour l'ensemble de ces courbes d'autocorrélation, l'abscisse du premier zéro se situe aux alentours de 8 pixels. Cette longueur (8 pixels = 13.6 mm) correspond à la plus petite des échelles de corrélation existant dans les images analysées.

Ces résultats sont tout à fait en accord avec ceux obtenus sur base du calcul de l'entropie de configuration et de l'analyse de la distribution de la fraction de solide. En effet, la plus petite échelle de corrélation coïncide exactement avec la "longueur entropique optimale" déterminée précédemment dans les paragraphes 4.1 et 4.2.

L'absence de minima significatifs dans les courbes d'entropie vient également confirmer qu'aucun caractère périodique marqué ne peut être détecté dans les images de sections remplies d'éléments d'Etapak 210.

Calcul de la fonction d'autocorrélation sur des images de sections de colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A

Le calcul de la fonction d'autocorrélation a également été réalisé sur les images de différentes sections remplies d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A. La figure IV.21 montre l'allure des courbes d'autocorrélation obtenues suite à des coupes effectuées dans les fonctions d'autocorrélation à deux dimensions calculées sur ces images.

Sur cette figure, la courbe en trait continu, qui représente la moyenne des courbes relatives aux différentes sections, coupe l'axe des abscisses pour la première fois pour une valeur de τ égale à 6 et ne présente ensuite plus aucune fluctuation significative autour de ce même axe.

Ici encore, l'absence de maxima signifie qu'on ne peut détecter aucun caractère périodique marqué dans les images de sections remplies d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A.

Quant à l'annulation de la fonction d'autocorrélation pour une valeur de τ égale à 6, elle indique que la plus petite échelle de corrélation existant dans les images de sections remplies d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A est égale à 6 pixels, c'est-à-dire 10.2 mm.

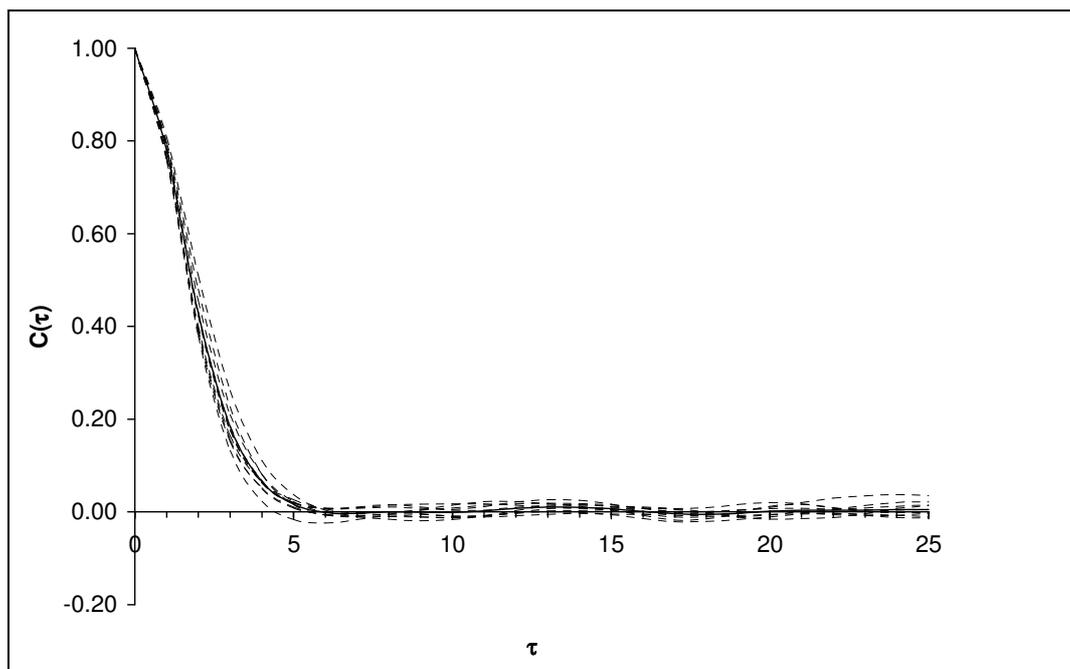


Figure IV.21 : Courbes obtenues suite à des coupes effectuées dans les fonctions d'autocorrélation à deux dimensions, calculées sur différentes sections remplies d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A (la courbe en trait continu représente leur valeur moyenne).

Il apparaît donc, tout comme dans le cas des sections remplies d'éléments d'Etapak 210, que les résultats obtenus sur base de l'analyse des fonctions d'autocorrélation relatives à des section remplies d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A sont tout à fait en accord avec ceux obtenus précédemment grâce aux autres méthodes.

Conclusions

Les trois méthodes utilisées dans le présent travail pour déterminer la dimension caractéristique relative à chacun des deux types d'empilages donnent des résultats tout à fait cohérents. En effet, pour chacun des deux types d'empilages, la taille de cellules pour laquelle l'entropie de configuration est maximale est également celle pour laquelle la distribution de la fraction de solide est la plus proche de la distribution théorique. L'analyse des courbes d'autocorrélation obtenues suite à des coupes réalisées dans les fonctions d'autocorrélation a, en outre, montré que cette "longueur entropique optimale" coïncide exactement avec la valeur de τ pour

laquelle la fonction d'autocorrélation s'annule pour la première fois. Pour une image donnée, la "longueur entropique optimale" correspond donc à la plus petite des échelles de corrélation existant dans cette image.

Suite à cette analyse, il apparaît que les dimensions caractéristiques relatives à l'Etapak 210 et au Cascade Mini-Ring 1A valent respectivement 8 et 6 pixels (10.2 et 13.6 mm). La différence observée entre ces deux dimensions caractéristiques est évidemment due à la différence existant au niveau des dimensions géométriques propres à chacun des types d'empilages. Pour chacun des deux types d'empilages, la dimension caractéristique semble correspondre approximativement à la distance moyenne existant entre les petites cloisons présentes à l'intérieur des éléments d'empilage.

Les dimensions caractéristiques déterminées sur les images de sections sèches donnent une indication précieuse à propos de l'échelle à laquelle les images de sections irriguées devront être analysées. En effet, la texture de l'écoulement du liquide au sein des sections de la colonne à garnissage étant principalement déterminée par les propriétés morphologiques de la phase solide, les échelles caractéristiques propres aux images de sections irriguées seront très proches de celles calculées sur les images de sections sèches.

Les différents calculs effectués sur les images de sections sèches ont également montré qu'aucun caractère périodique marqué ne peut être détecté dans ces images, ni dans celles relatives à des sections remplies d'éléments d'Etapak 210, ni dans celles relatives à des sections remplies d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A. Cette absence de périodicité peut sembler étonnante du fait que tous les éléments d'empilage présents dans une même section sont identiques. Elle peut cependant s'expliquer par le très grand nombre de formes que peuvent prendre les coupes réalisées dans ces éléments par le faisceau de rayons X et par le nombre relativement restreint d'éléments d'empilage présents dans une section droite donnée.

Visualisation des différentes échelles caractéristiques

Le but de ce dernier paragraphe est de visualiser, à leurs échelles optimales d'observation respectives, des images relatives à des sections sèches remplies des deux types d'empilage. Les échelles caractéristiques, déterminées grâce aux méthodes décrites ci-dessus, sont de l'ordre de 8 pixels (13.6 mm) pour les sections remplies d'éléments d'Etapak 210 et de 6 pixels (10.2 mm) pour les sections remplies d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A.

Images relatives à des sections remplies d'éléments d'Etapak 210

La figure IV.22 représente une section carrée, normée et seuillée, extraite de l'image d'une section droite de la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210.

Contrairement aux figures précédentes, cette section carrée est représentée, non plus en niveaux de gris, mais en faisant appel à une échelle de pseudo couleurs. La couleur de chacun des pixels de l'image est dictée par la valeur de la fraction de solide en ce point. La correspondance entre les valeurs de fraction de solide, exprimées en pourcents, et les couleurs est donnée par la réglette colorée et graduée située à droite de l'image.

Tout comme les autres figures représentant des images de sections sèches, la figure IV.22 montre que la phase solide n'est pas uniformément répartie au sein de la colonne à garnissage. Les hétérogénéités peuvent être divisées en deux groupes, selon qu'elles apparaissent à une échelle inférieure ou supérieure à celle de la cellule élémentaire déterminée dans les paragraphes qui précèdent. A une échelle inférieure ou égale à la celle de la cellule élémentaire, c'est à dire, à l'échelle des éléments d'empilage, les hétérogénéités sont dues à la géométrie des éléments d'empilage eux-mêmes. A plus grande échelle, elles résultent de non uniformités dans la distribution des éléments d'empilage au sein de la colonne.

La figure IV.23 montre la section représentée à la figure IV.22, découpée en petites cellules carrées de 8 x 8 pixels, dans lesquelles la valeur de la fraction de

solide est remplacée par sa valeur moyenne calculée à l'échelle locale. L'échelle de pseudo couleurs utilisée à la figure IV.22 est également appliquée à la figure IV.23. La nouvelle correspondance entre les couleurs et la fraction de solide est donnée par la réglette colorée et graduée située à droite de l'image.

Sur la figure IV.23, une même valeur est attribuée à l'ensemble des pixels composant une petite cellule, ce qui a pour effet d'introduire des discontinuités relativement marquées aux limites des cellules élémentaires. Afin de faire disparaître ces discontinuités, extrêmement déconcertantes pour l'oeil humain, il est possible de remplacer le calcul des moyennes locales par l'application d'un filtre gaussien à la même échelle. Cette opération permet en effet d'améliorer l'aspect esthétique des images tout en ne modifiant pas l'information contenue dans l'image (Hanson et Wecksung, 1985).

La figure IV.24 montre le résultat de l'application, à l'échelle locale, d'un filtre gaussien sur la figure présentée à la figure IV.22. Le paramètre σ du filtre gaussien appliqué est évidemment égal à la moitié de la dimension caractéristique, c'est à dire 4 pixels. A cette échelle, qui correspond à l'échelle de la cellule élémentaire et donc à l'échelle optimale d'observation, les hétérogénéités relatives à la géométrie des éléments d'empilage ont disparu.

Par contre, les larges zones claires (jaunes), relatives aux hétérogénéités existant au niveau de la distribution des éléments d'empilage, sont toujours présentes. Ces hétérogénéités introduisent, dans les images reconstruites, un certain degré de corrélation à des échelles supérieures à celle de la cellule élémentaire, ce qui permet d'expliquer l'écart qui subsiste, pour la taille optimale de cellules, entre la distribution théorique et la distribution réelle de la fraction de solide (figure IV.14). Les échelles auxquelles ces hétérogénéités apparaissent ne peuvent être déterminées par l'analyse des courbes d'entropie de configuration ou d'autocorrélation, car les images analysées ne sont pas suffisamment grandes que pour en donner un échantillon représentatif.

Ces hétérogénéités ne doivent pas être négligées. Elles constituent une caractéristique importante de la morphologie du garnissage, en raison de l'influence

non négligeable qu'elles peuvent avoir sur la distribution des fluides au sein de la colonne.

La section carrée représentée à la figure IV.25 résulte de l'application, à l'image de la figure IV.22, d'un filtre gaussien dont le paramètre σ est égal à 12 pixels, soit trois supérieur à celui utilisé dans la figure IV.24. L'application d'un filtre de cette taille équivaut à calculer des moyennes sur des cellules de 24 x 24 pixels, c'est à dire 40.8 x 40.8 mm. On remarque qu'à cette échelle d'observation, les hétérogénéités observées à la figure IV.24 sont largement atténuées, mais toujours présentes.

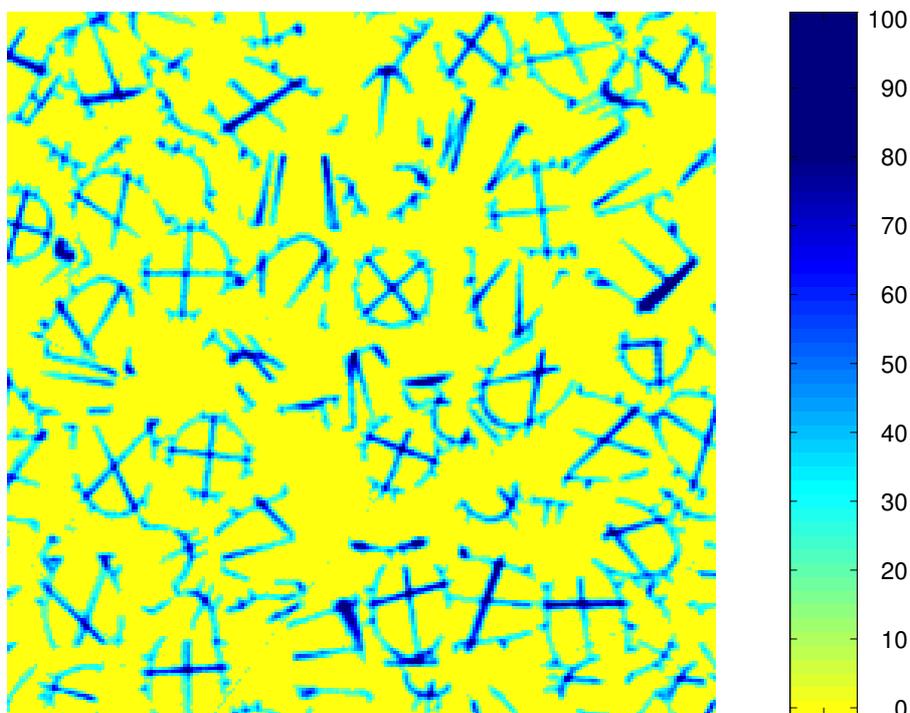


Figure IV.22 : Section carrée, normée et seuillée, extraite d'une image relative à une section droite de la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210.

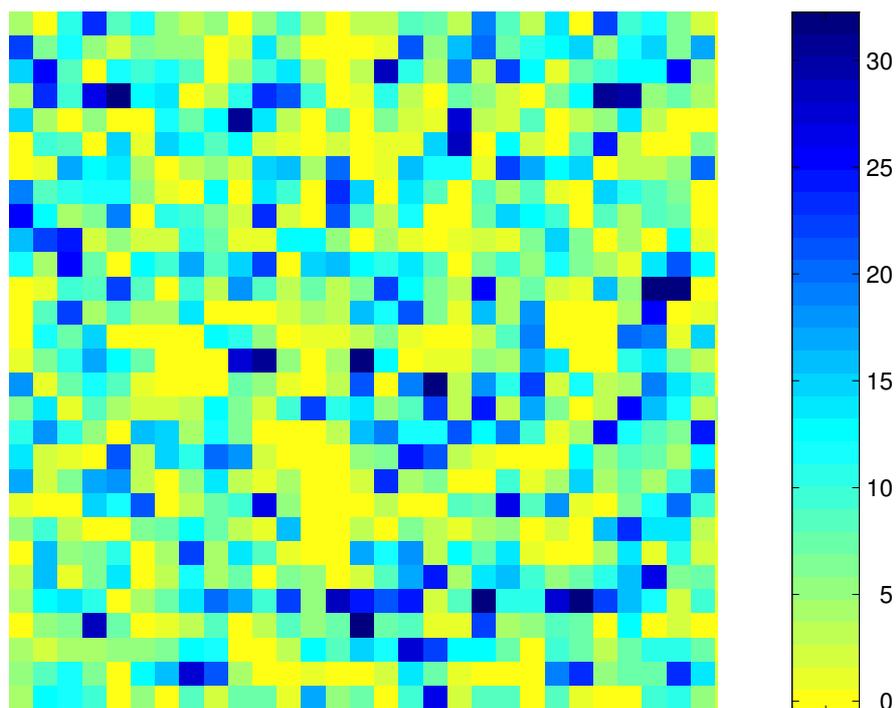


Figure IV.23 : Section carrée, représentée à la figure IV.22, découpée en petites cellules de 8 x 8 pixels, sur lesquelles des moyennes locales ont été calculées.

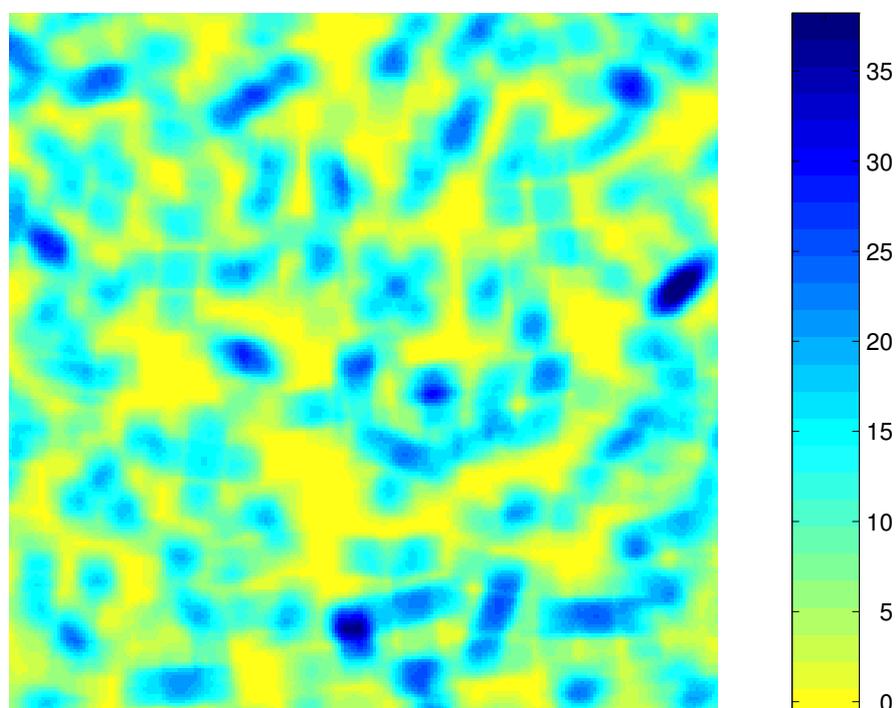


Figure IV.24 : Image résultant de l'application, à l'échelle locale, d'un filtre gaussien ($\sigma = 4$ pixels) à l'image représentée à la figure IV.22.

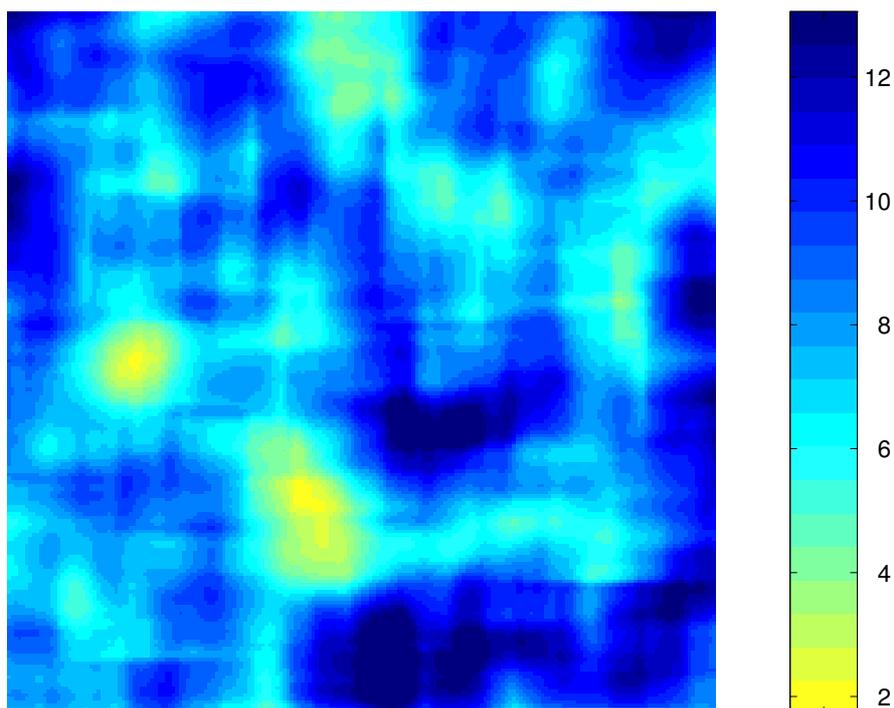


Figure IV.25 : Image résultant de l'application, à l'échelle locale, d'un filtre gaussien ($\sigma = 12$ pixels) à l'image représentée à la figure IV.22.

Images relatives à des sections remplies d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A

La figure IV.26 représente une section carrée, normée et seuillée, extraite de l'image d'une section droite de la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A. L'échelle de pseudo couleurs utilisée dans cette image est semblable à celle utilisée dans le cas des sections remplies d'éléments d'Etapak 210.

Tout comme dans le cas de l'Etapak 210, des hétérogénéités apparaissent au niveau de la distribution de la phase solide au sein des sections droites de la colonne. La figure IV.27 montre que certaines de ces hétérogénéités interviennent à des échelles supérieures à celle définie par la dimension de la cellule élémentaire. En effet, sur cette figure, qui résulte de l'application d'un filtre gaussien de paramètre σ égal à 3 pixels (la moitié de la dimension caractéristique), à l'image représentée à la figure IV.26, les hétérogénéités relatives à la géométrie des éléments d'empilage

ont disparu, mais il subsiste quand même des zones plus claires, traduisant l'existence de non uniformités à plus grande échelle.

La section carrée représentée à la figure IV.28 résulte de l'application, à l'image de la figure IV.26, d'un filtre gaussien dont le paramètre σ est égal à 9 pixels, soit trois supérieur à celui utilisé dans la figure IV.27. L'application d'un filtre de cette taille équivaut à calculer des moyennes sur des cellules de 18 x 18 pixels, c'est à dire 30.6 x 30.6 mm. On remarque qu'à cette échelle d'observation, les hétérogénéités observées à la figure IV.27 sont largement atténuées, mais toujours présentes.

Conclusions

L'application aux images reconstruites de filtres gaussiens de dimensions croissantes permet de séparer, en fonction de l'échelle où elles apparaissent, les hétérogénéités existant au niveau de la distribution de la phase solide.

L'application du filtre gaussien dont le paramètre correspond à la dimension caractéristique de l'empilage étudié permet d'éliminer des images des sections sèches les petits détails relatifs à la géométrie des éléments d'empilage. Sur les images résultant de l'application de ce filtre, les hétérogénéités relatives à la distribution des éléments d'empilage au sein de la colonne persistent.

Le fait d'analyser les images de sections droites de la colonne irriguée à l'échelle de la cellule élémentaire, va donc permettre de tenir compte du caractère aléatoire de la distribution des éléments d'empilage tout en s'affranchissant des petits détails relatifs à la géométrie particulière de ces éléments.

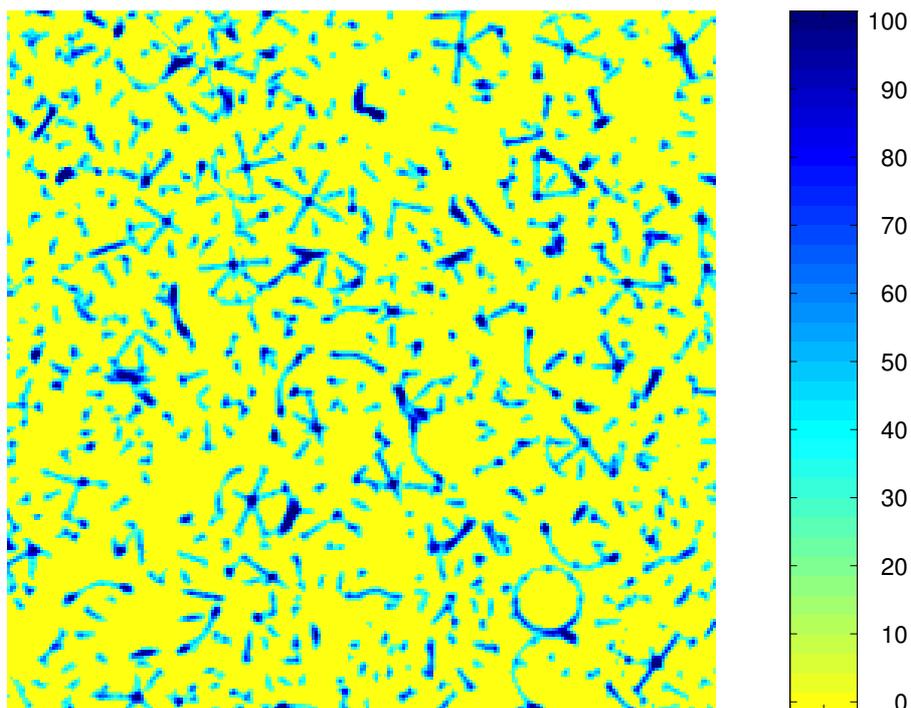


Figure IV.26 : Section carrée, normée et seuillée, extraite d'une image relative à une section droite de la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A.

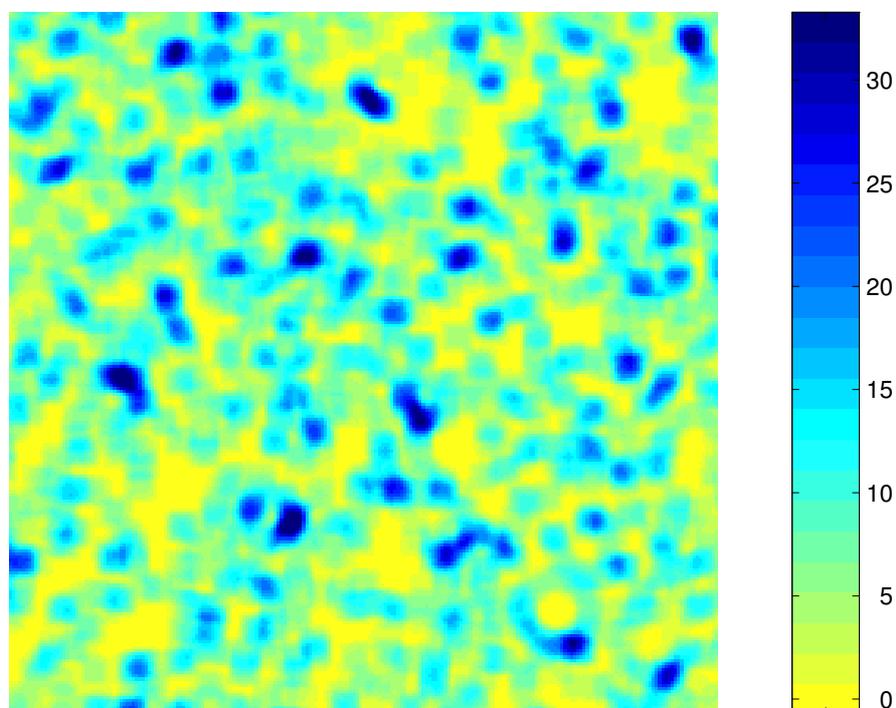


Figure IV.27 : Image résultant de l'application, à l'échelle locale, d'un filtre gaussien ($\sigma = 3$ pixels) à l'image représentée à la figure IV.26.

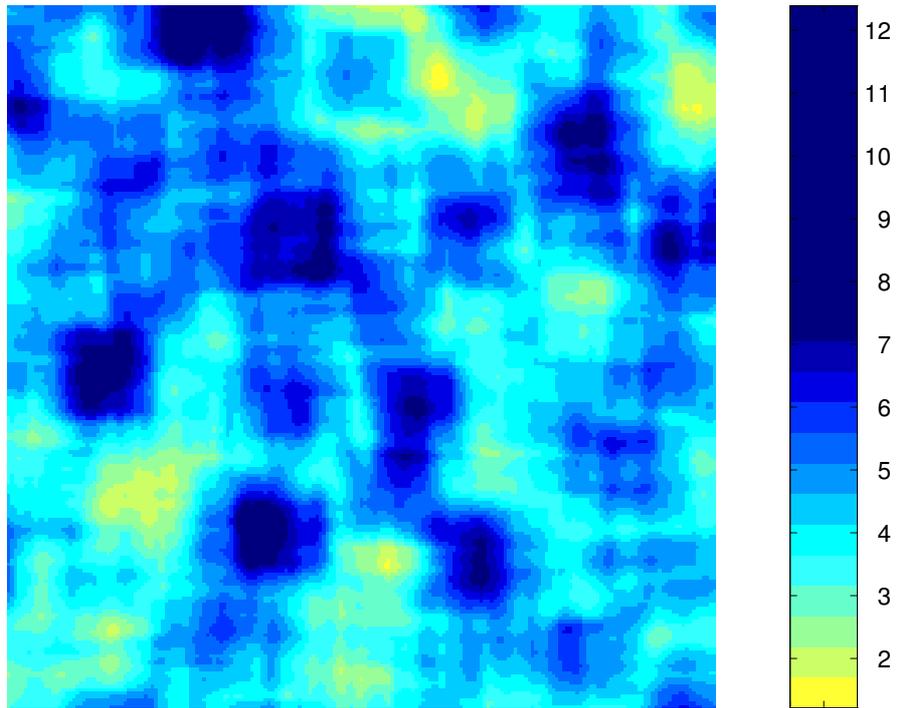


Figure IV.28 : Image résultant de l'application, à l'échelle locale, d'un filtre gaussien ($\sigma = 9$ pixels) à l'image représentée à la figure IV.26.

CHAPITRE V

Chapitre V : Analyse des images de sections droites de la colonne irriguée

Sommaire

Mode opératoire	119
Opérations effectuées sur les images après leur reconstruction	121
Soustraction de l'empilage drainé	121
Normation des images reconstruites	123
Seuillage des images reconstruites	125
Binarisation et représentation graphique des images reconstruites	127
Analyse qualitative des images reconstruites	128
Analyse de la distribution du liquide dans des sections irriguées remplies d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A.....	128
Analyse de la distribution du liquide dans des sections irriguées remplies d'éléments d'Etapak 210	133
Comparaison des deux types d'empilages au niveau de la distribution du liquide	138
Analyse de la corrélation existant entre la distribution des éléments d'empilage et la texture de l'écoulement du liquide	139
Conclusions	141
Valeurs globales de la rétention de liquide	144
Définition de la rétention de liquide	144
Rétention de liquide mesurée par tomographie	144
Rétention de liquide dans un lit fixe constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A	144
Rétention de liquide dans un lit fixe constitué d'éléments d'Etapak 210	147
Rétention de liquide mesurée par une autre technique expérimentale	148
Essais de traceur réalisés sur un lit fixe constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A	150
Essais de traceur réalisés sur un lit fixe constitué d'éléments d'Etapak 210	153
Rétention de liquide prédite par les corrélations proposées dans la littérature	155
Rétention de liquide calculée grâce au modèle hydrodynamique proposé par Billet.....	158
Description du modèle hydrodynamique	158

Comparaison des valeurs de rétention mesurées par tomographie sur un lit fixe constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A avec les valeurs prédites par le modèle hydrodynamique de Billet.....	164
Comparaison des valeurs de rétention mesurées par tomographie sur un lit fixe constitué d'éléments d'Etapak 210 avec les valeurs prédites par le modèle hydrodynamique de Billet.....	165
Validité des hypothèses de base du modèle hydrodynamique proposé par Billet.....	166
Approche probabiliste de la description des écoulements dans une colonne à garnissage.....	168
Description du modèle de mouillage partiel.....	168
Représentation de l'empilage.....	168
Loi de distribution des vitesses locales du liquide.....	169
Rétention locale de liquide.....	170
Rétention globale de liquide.....	174
Rétention globale de liquide calculée grâce au modèle de mouillage partiel.....	175
Calcul de la rétention globale de liquide dans un lit fixe constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A.....	175
Calcul de la rétention globale de liquide dans un lit fixe constitué d'éléments d'Etapak 210.....	179
Distribution du liquide à l'échelle locale.....	180
Distribution des débits locaux dans un empilage constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A.....	182
Distribution des débits locaux dans un empilage constitué d'éléments d'Etapak 210.....	190
Commentaires sur l'allure des histogrammes de distribution des débits locaux.....	195
Comparaison des valeurs des paramètres ajustés pour les deux types d'empilages utilisés.....	196
Ecoulement du liquide sous forme de gouttes.....	197
Conclusions.....	201
Conclusions générales.....	202

Chapitre V : Analyse des images de sections droites de la colonne irriguée

Un grand nombre de mesures tomographiques ont été réalisées sur des sections droites de la colonne à garnissage parcourue par un écoulement ruisselant de liquide. Dans le cadre de ces mesures, la colonne a été successivement remplie avec les deux types d'empilages dont les caractéristiques morphologiques ont été étudiées au chapitre IV : l'Etapak 210 et le Cascade Mini-Ring 1A. Pour chacun de ces deux types d'empilages, des mesures ont été effectuées dans des sections droites situées à différentes hauteurs dans la colonne à garnissage et donc à différentes distances du distributeur quadripunctuel de liquide.

Les gammes de débits de liquide adoptées pour chacun des deux types d'empilages ont été choisies de manière à représenter au mieux les conditions de fonctionnement habituellement rencontrées dans l'industrie. Le lit fixe composé d'éléments d'Etapak 210 a été arrosé par des débits de liquide variant entre 0 et 1000 l/h, ce qui correspond à des flux massiques allant de 0 à 1 kg/m².s. Les éléments de Cascade Mini-Ring 1A ont, quant à eux, été irrigués par des débits de liquide allant jusqu'à 6000 l/h (6 kg/m².s). L'ensemble des mesures tomographiques ont été réalisées sur une colonne parcourue par un débit de gaz nul.

Mode opératoire

Afin d'obtenir une bonne reproductibilité au niveau des résultats expérimentaux, les mesures tomographiques relatives à des sections irriguées ont toutes été réalisées en suivant la même procédure. De nombreux travaux expérimentaux ont en effet montré que la distribution du liquide au sein d'un lit fixe dépendait de la manière dont les conditions opératoires étaient établies (Kan et Greenfield, 1978; Christensen et al., 1986, Levec et al., 1986 et 1988; Lazzaroni et al., 1989; Lutran et al., 1991, Holub et al., 1993; Krieg et al., 1995).

Les opérations relatives à la prise des mesures tomographiques proprement dites ayant déjà été détaillées précédemment (voir Chap.II.3), seules les étapes relatives à l'établissement du régime hydrodynamique sont décrites ici :

1. La première étape consiste à arroser le lit fixe pendant plusieurs heures avec un débit de liquide relativement élevé ($> 10 \text{ m}^3/\text{h}$), afin d'obtenir un bon état de mouillage des éléments d'empilage présents dans la colonne.
2. Une fois le garnissage bien mouillé, le débit de liquide est ajusté à sa première valeur de consigne correspondant à la borne supérieure de la gamme des débits de liquide à étudier pour l'empilage considéré (1000 l/h pour l'Etapak 210 et 6000 l/h pour le Cascade Mini-Ring 1A).
3. Un certain intervalle de temps (environ une heure) doit alors s'écouler avant que les mesures tomographiques ne soient réalisées afin qu'un régime hydrodynamique stable puisse s'établir. Des mesures effectuées après différents laps de temps ont montré qu'après une heure, un écoulement stable était obtenu pour toutes les valeurs du débit de liquide. Pendant cet intervalle de temps, les différents étalonnages relatifs au dispositif de radiographie (initialisation des compteurs de position, acquisition des paramètres de gain et d'offset du détecteur) peuvent être réalisés.
4. Lorsque les mesures tomographiques relatives à un débit donné sont terminées, le débit de liquide est ajusté à la valeur de consigne suivante et l'étape 3 peut être répétée.
5. Une fois que toute la gamme des débits de liquide a été parcourue, l'alimentation du liquide est coupée. La colonne à garnissage s'égoutte alors pendant environ une heure, avant que des mesures tomographiques ne soient réalisées sur l'empilage drainé.

La gamme des débits est parcourue dans un ordre décroissant, afin d'éviter les effets d'un éventuel phénomène d'hystérésis qui pourrait apparaître au niveau de la rétention de liquide au sein du garnissage (Levec et al., 1986 et 1988; Chu et Ng, 1989).

Afin de pallier toute dérive au cours du temps des paramètres de gain ou d'offset du détecteur, un étalonnage de ce dernier est réalisé avant chaque phase de radiographie.

Opérations effectuées sur les images après leur reconstruction

Tout comme dans le cas des images relatives à la colonne sèche, un certain nombre de traitements numériques ont dû être appliqués aux images reconstruites des sections droites de la colonne irriguée, afin d'améliorer leur représentation graphique et de conférer une signification physique réelle aux pixels qui les composent.

Outre l'application d'un masque circulaire permettant d'éliminer l'image de la paroi de la colonne, des opérations comme la soustraction de l'empilage drainé, la normation et le seuillage des images ont donc été réalisées.

Soustraction de l'empilage drainé

La figure V.1 montre l'image reconstruite d'une section droite de la colonne à garnissage remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A sur laquelle l'image de la paroi de la colonne, ainsi que tous les pixels situés à l'extérieur de la section de la colonne, ont été éliminés par application d'un masque circulaire (voir Chap.IV.2.1).

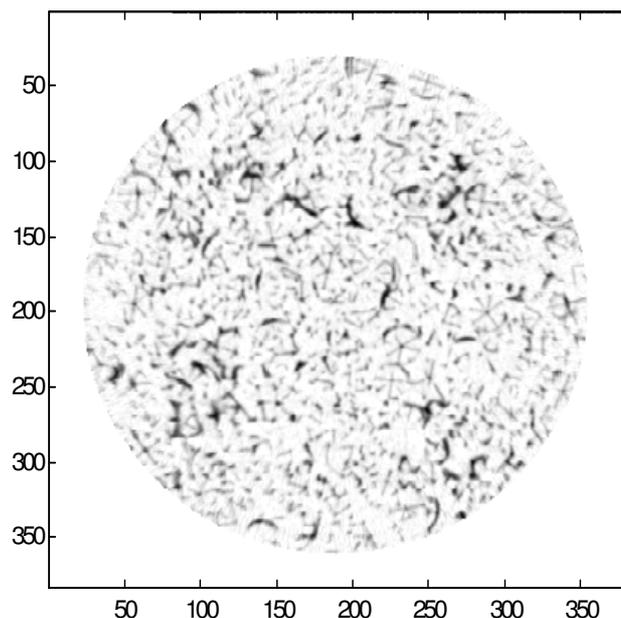


Figure V.1 : Image reconstruite d'une section droite de la colonne à garnissage remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A et parcourue par un écoulement de liquide (débit de liquide = 2000 l/h - profondeur = 600 mm).

Sur cette figure, comme sur toutes les images de sections parcourues par un écoulement de liquide, les contributions relatives de l'empilage solide et de la phase liquide sont difficilement séparables, car les coefficients d'atténuation du polypropylène et de l'eau sont très proches.

Afin d'éliminer les contributions de la phase solide et de la rétention statique de liquide, les données de projections relatives à la colonne drainée ont été soustraites aux données de projections obtenues, à la même hauteur, sur la colonne parcourue par un débit de liquide. Cette opération de soustraction est licite car l'atténuation des rayons X est un phénomène linéaire.

Les pixels des images reconstruites à partir des données de projections soustraites représentent donc exclusivement la distribution de la phase liquide en écoulement dans les sections analysées. A titre d'exemple, la figure V.2 montre la distribution de la phase liquide s'écoulant dans la section représentée à la figure V.1.

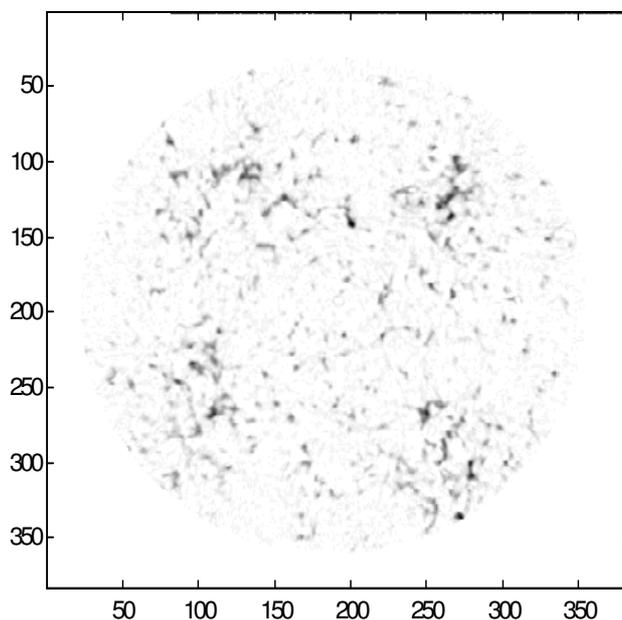


Figure V.2 : Image reconstruite de la distribution de la phase liquide en écoulement dans une section droite de la colonne à garnissage remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A (débit de liquide = 2000 l/h - profondeur = 600 mm).

Normation des images reconstruites

Afin de pouvoir effectuer des calculs quantitatifs sur les images de sections irriguées, il importe de normer les pixels qui les composent, de manière à ce que la valeur associée à chacun d'eux soit égale à la fraction de leur surface occupée par du liquide.

Les images représentant la distribution de la phase liquide en écoulement ont donc toutes été normées par rapport à une valeur maximum, correspondant à un pixel entièrement rempli de liquide. Après normation, la valeur de chaque pixel est égale à la valeur locale de la rétention de liquide.

La valeur du pixel maximum a tout d'abord été évaluée en radiographiant des échantillons d'eau d'épaisseur connue, x , et en déterminant la valeur du rapport des intensités du rayonnement transmis et du rayonnement incident, $\frac{I_{transmis}}{I_{incident}}$, à partir des données de projection. L'atténuation des rayons X obéissant à une loi du type : $\ln\left(\frac{I_{transmis}}{I_{incident}}\right) = -\mu_{eau} x$, la valeur d'un pixel totalement rempli de liquide est simplement obtenue en multipliant μ_{eau} par la taille du pixel (1.7 mm).

Bien que cette relation ne soit théoriquement valable que dans le cas d'un rayonnement monochromatique, elle peut également être appliquée au cas présent en raison de la faible absorbance des objets radiographiés. Les rayons X n'étant que faiblement absorbés, la différence existant entre les spectres d'énergie des rayonnements incidents et transmis est négligeable, puisqu'il n'y pas de phénomène de durcissement (beam hardening). La valeur du coefficient d'atténuation déterminé par cette méthode est une valeur moyenne sur l'ensemble du spectre d'énergie des rayons X utilisés.

La valeur d'un pixel totalement rempli de liquide a ensuite été vérifiée en reconstruisant les images de ces échantillons d'eau. Le tableau V.1 montre que la valeur des pixels présents sur les images reconstruites des échantillons d'eau coïncide parfaitement avec les valeurs de μ_{eau} calculées à partir de la loi d'absorption des rayons X.

Tableau V.1 : Détermination de la valeur d'un pixel entièrement rempli d'eau.

	x (mm)	$\ln(I_{transmis}/I_{incident})$	μ_{eau} (par mm)	μ_{eau} (par pixel)
Echantillon 1	14.5	-0.3428	0.0236	0.0425
Echantillon 2	27.0	-0.6286	0.0233	0.0419
Image reconstruite				0.0425

Seuillage des images reconstruites

Tout comme dans le cas des images relatives à la colonne sèche, les images des sections droites de la colonne irriguée ont dû être seuillées, afin d'éliminer le bruit de fond provenant des fluctuations du détecteur et des artefacts de reconstruction.

Pour chacun des deux types d'empilages, les valeurs du seuil ont été déterminées sur base des valeurs des pixels situés à l'extérieur de la section de la colonne sur les images reconstruites. Les courbes représentées sur la figure V.3 sont respectivement relatives à des empilages irrigués constitués d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A ou d'éléments d'Etapak 210. Les points situés sur ces courbes correspondent à des valeurs moyennes, calculées sur différentes sections, pour différents débits de liquide. Pour une élimination de 90% du bruit de fond, on voit que le seuil utilisé sera égal à 5% de la valeur du pixel maximum pour les sections remplies d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A et qu'il vaudra 7.5% de la valeur du pixel maximum dans le cas des sections remplies d'Etapak 210.

La figure V.4 montre la version seuillée de l'image présentée à la figure V.2.

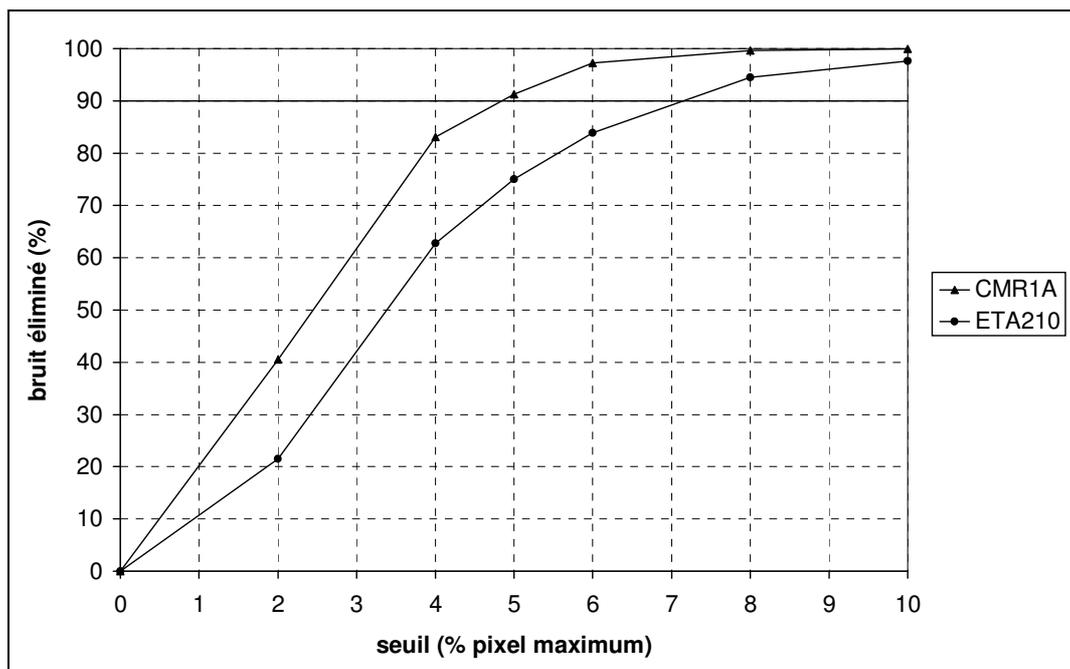


Figure V.3 : Bruit de fond éliminé dans des images de sections irriguées en fonction de la valeur du seuil.

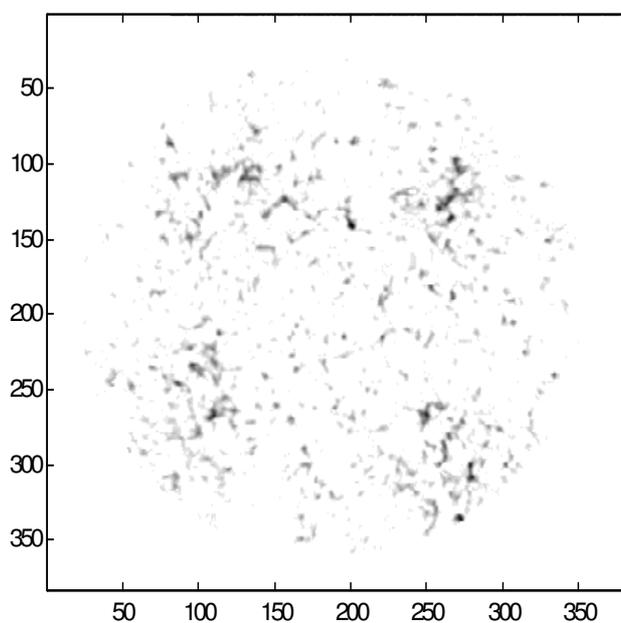


Figure V.4 : Image reconstruite de la distribution de la phase liquide en écoulement dans une section droite de la colonne à garnissage remplie

d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A (débit de liquide = 2000 l/h - profondeur = 600 mm). Image normée et seuillée (seuil = 5%).

Binarisation et représentation graphique des images reconstruites

Tout comme dans le cas des images relatives à la colonne sèche, une opération de binarisation a été appliquée aux images des sections irriguées, afin de rendre mieux visibles les petits films et les petits filets de liquide qui sont difficilement discernables sur les images représentées en niveaux de gris.

La binarisation a un but essentiellement esthétique. Elle n'est pas appliquée aux images sur lesquelles sont effectués les calculs, car elle a pour effet d'épaissir artificiellement les petits films et filets composant l'écoulement liquide et conduit donc à une surestimation de la quantité de liquide retenue dans le lit.

La figure V.5 montre la version normée, seuillée et binarisée de l'image présentée à la figure V.2.

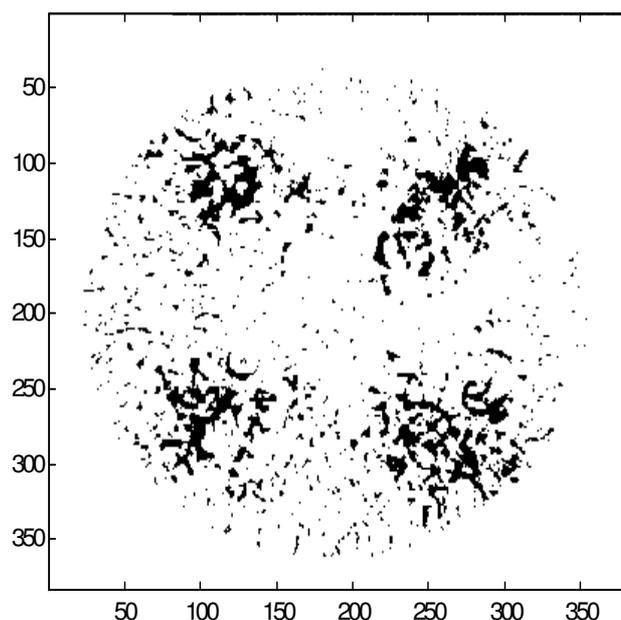


Figure V.5 : Représentation de la distribution du liquide dans une section droite de la colonne à garnissage remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A (débit de liquide = 2000 l/h - profondeur = 600 mm). Image normée, seuillée (seuil = 5%) et binarisée.

Analyse qualitative des images reconstruites

Analyse de la distribution du liquide dans des sections irriguées remplies d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A

Les figures V.6, V.7 et V.8 montrent l'évolution de la distribution du liquide dans des sections droites de la colonne à garnissage respectivement situées à 200 mm, à 600 mm et à 1000 mm du distributeur quadripunctuel de liquide, lorsque le débit d'irrigation varie de 1000 l/h à 6000 l/h.

L'examen de ces différentes figures conduit aux observations suivantes :

- L'influence du distributeur diminue lorsque l'on s'en éloigne. En effet, lorsque l'on compare les images de sections parcourues par un même débit mais situées à

des distances croissantes du distributeur (par exemple, les figures V.6.c., V.7.c. et V.8.c.), on observe que les quatre zones correspondant aux points d'alimentation deviennent moins nettement discernables. Cette atténuation s'accompagne d'un accroissement du nombre de petits filets de liquide répartis dans l'ensemble de la section droite de la colonne. L'image du distributeur reste cependant bien marquée dans l'ensemble des sections droites analysées, surtout aux débits d'irrigation les plus élevés (images d, e et f de chacune des figures).

- La comparaison des images (a) à (f) sur chacune des figures montre que la fraction de surface contactée par l'écoulement liquide est d'autant plus grande que le débit d'irrigation est grand. Dans chacune des sections droites analysées, c'est-à-dire pour chacune des figures V.6, V.7 et V.8, cette augmentation se traduit d'une part, par un accroissement de la taille des quatre zones correspondant aux quatre points d'alimentation et d'autre part, par la multiplication du nombre de petits filets de liquide indépendants répartis dans l'ensemble de la section.
- La comparaison, sur les figures V.6, V.7 et V.8, des images portant la même lettre montre que pour un même débit d'alimentation (une même lettre), la fraction de surface de la section droite contactée par l'écoulement du liquide augmente lorsque l'on s'éloigne du distributeur (c'est-à-dire lorsque l'on passe de la figure V.6 à la figure V.7 et ensuite à la figure V.8). Cette augmentation de la fraction irriguée semble principalement due à l'accroissement du nombre de filets de liquide situés en dehors des quatre zones d'alimentation et à une meilleure répartition de ces filets dans l'ensemble de la section.

Les images de distribution reprises en annexe IV sont relatives à d'autres sections droites de la colonne, respectivement situées à 400 et à 800 mm du distributeur et parcourues par les mêmes débits de liquide. Les commentaires s'y rapportant sont tout à fait similaires à ceux effectués au sujet des figures V.6, V.7 et V.8.

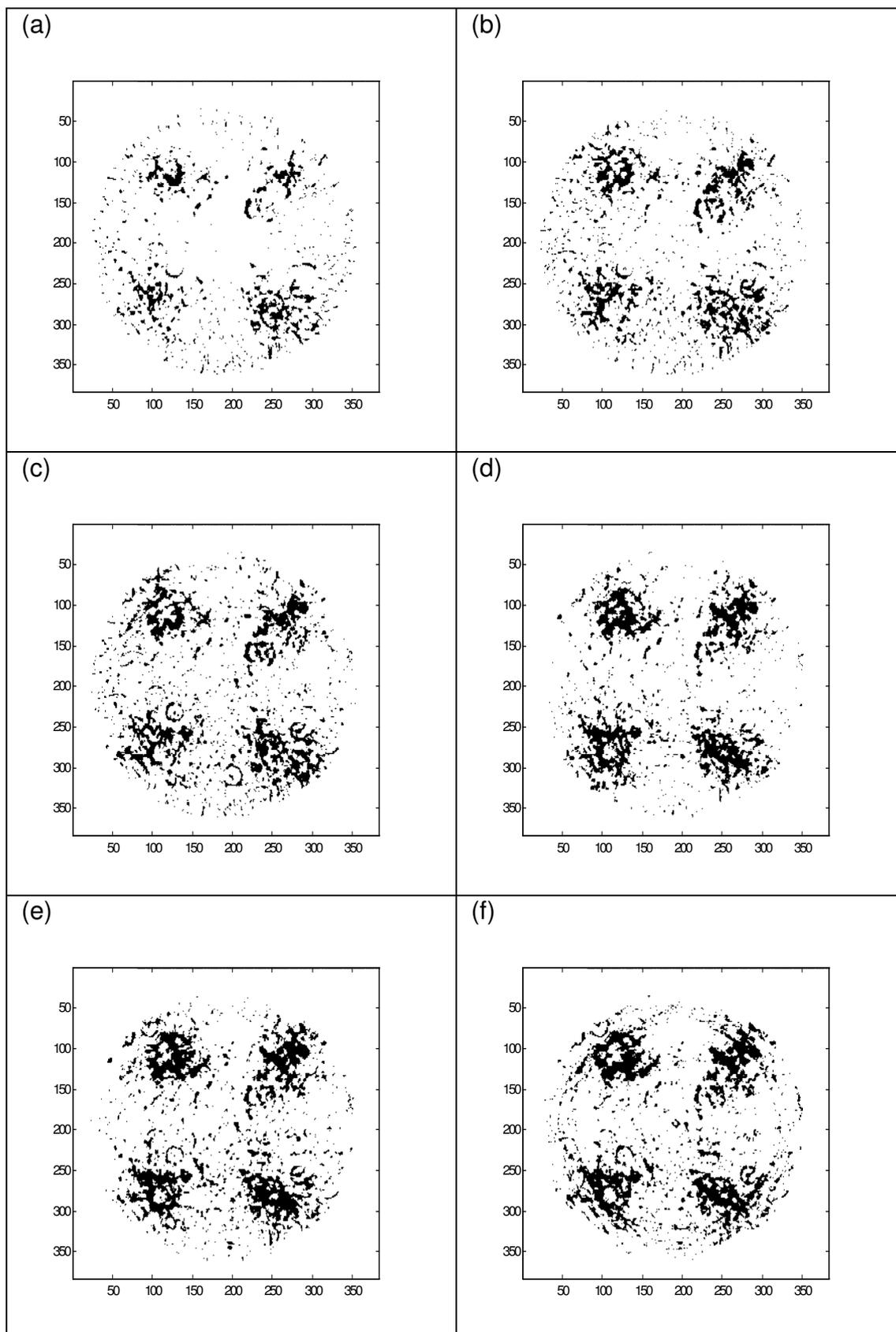


Figure V.6 : Distribution du liquide dans une section de la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A. Profondeur = 200 mm. Débit liquide = (a) 1000 l/h (b) 2000 l/h (c) 3000 l/h (d) 4000 l/h

(e) 5000 l/h (f) 6000 l/h. Images normées, seuillées (seuil = 5% pixel maximum) et binarisées.

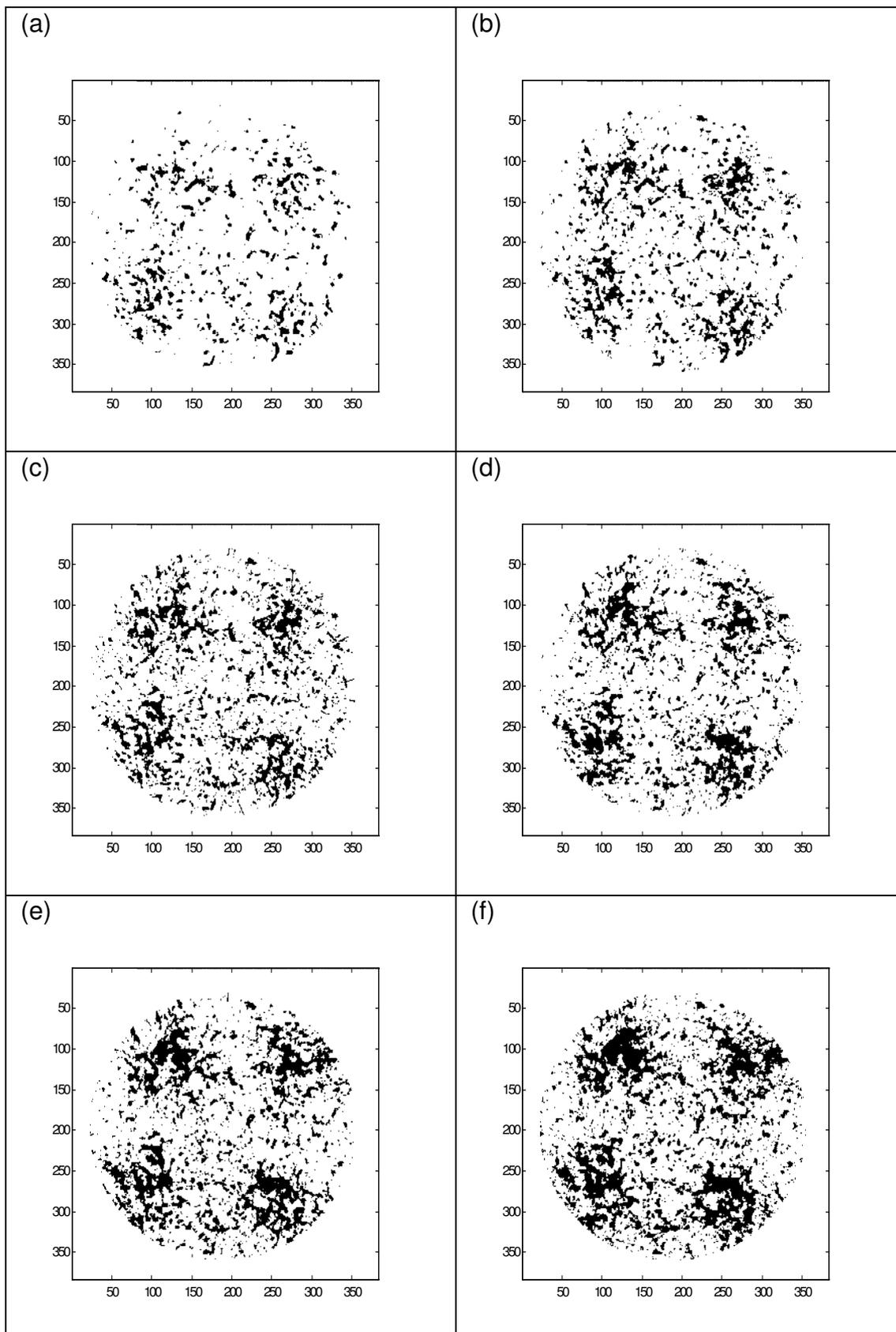
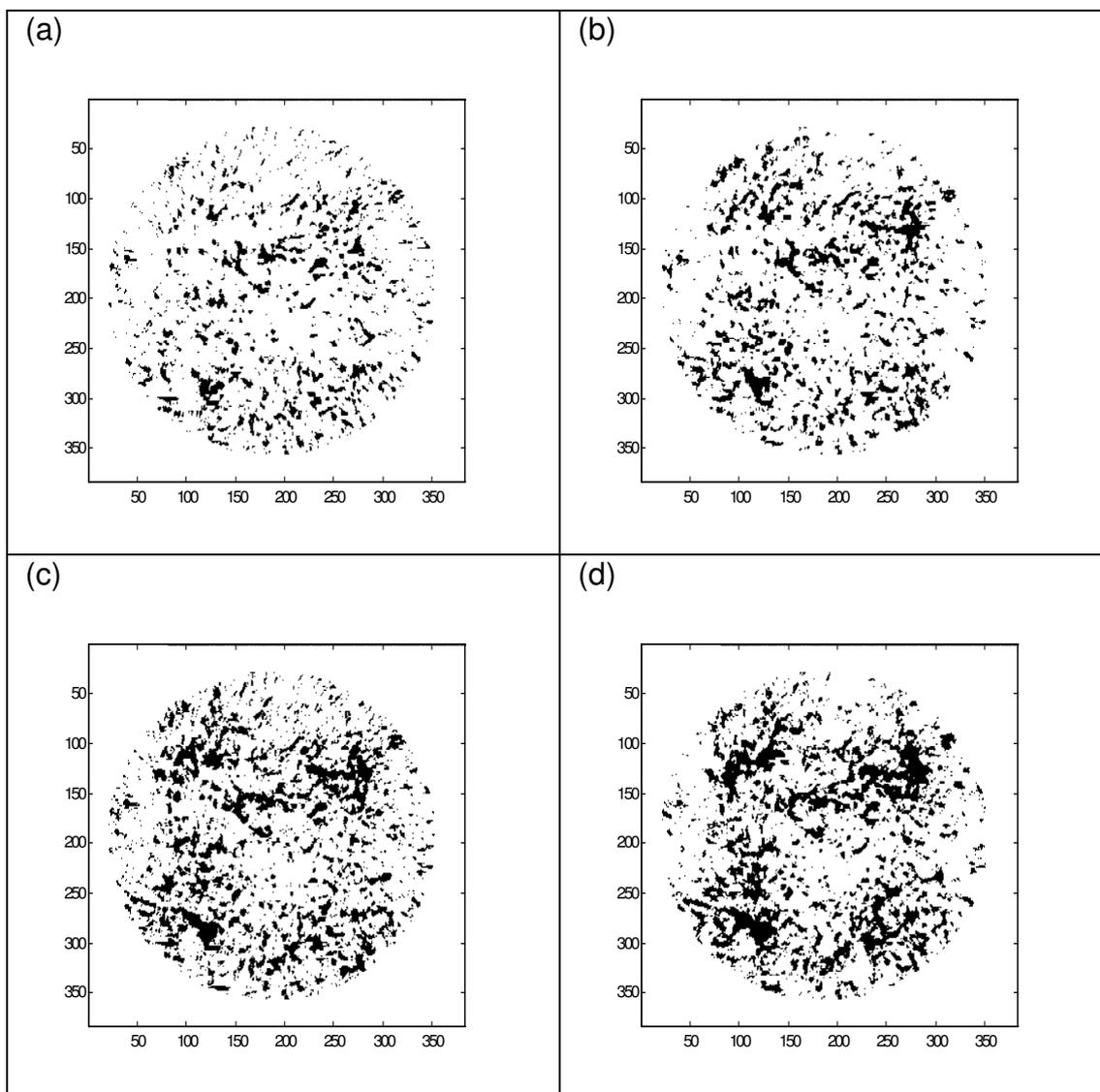


Figure V.7 : Distribution du liquide dans une section de la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A. Profondeur = 600 mm. Débit liquide = (a) 1000 l/h (b) 2000 l/h (c) 3000 l/h (d) 4000 l/h (e) 5000 l/h (f) 6000 l/h. Images normées, seuillées (seuil = 5% pixel maximum) et binarisées.



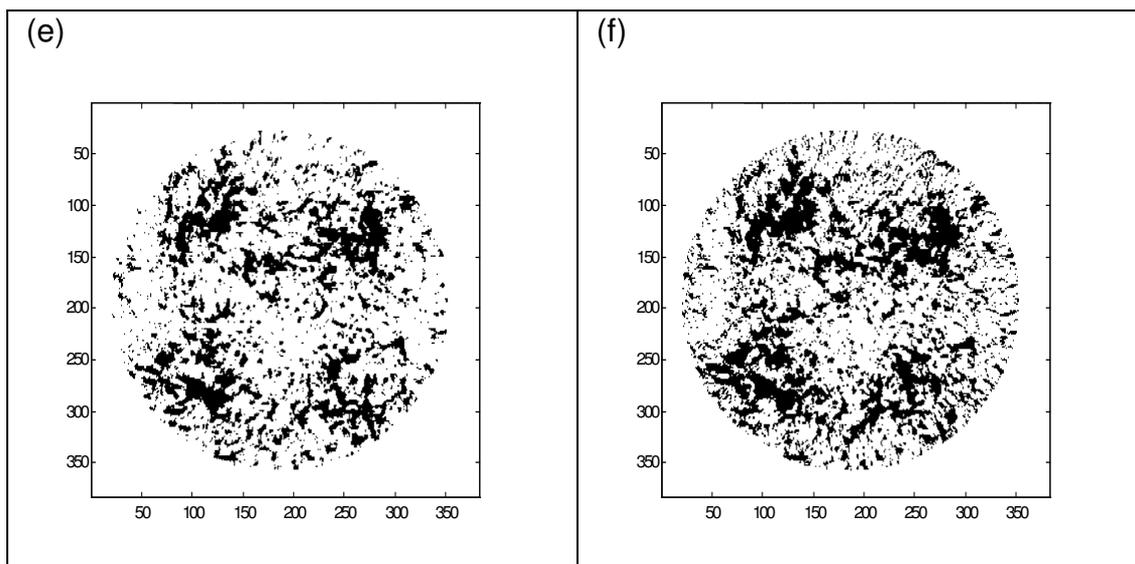


Figure V.8 : Distribution du liquide dans une section de la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A. Profondeur = 1000 mm. Débit liquide = (a) 1000 l/h (b) 2000 l/h (c) 3000 l/h (d) 4000 l/h (e) 5000 l/h (f) 6000 l/h. Images normées, seuillées (seuil = 5% pixel maximum) et binarisées.

Analyse de la distribution du liquide dans des sections irriguées remplies d'éléments d'Etapak 210

Les figures V.9 à V.11 montrent la distribution du liquide en fonction du débit dans des sections droites situées à différentes hauteurs dans la colonne à garnissage remplie d'éléments d'Etapak 210.

La figure V.9 est relative à une section située à 200 mm du distributeur. Sur chacune des images de cette figure, les quatre points correspondant aux quatre orifices du distributeur de liquide sont nettement visibles. La comparaison des images V.9.a. à V.9.f. montre que la fraction de surface contactée par l'écoulement liquide est d'autant plus importante que le débit d'irrigation est grand. Pour un débit de l'ordre de 900 l/h (image V.9.f.), les filets de liquide sont répartis dans l'ensemble de la section droite, même si leur concentration reste plus élevée dans les zones situées juste en dessous des points d'alimentation.

Les images de la figure V.10 montrent la distribution du liquide dans une section située un tout petit peu plus bas dans le lit fixe, à 400 mm du distributeur. Sur ces images, on ne distingue plus vraiment les quatre points d'alimentation du liquide. On ne peut cependant pas en conclure, qu'à cette hauteur, l'effet du distributeur est devenu négligeable. En effet, si des filets de liquide sont présents sur tout le pourtour de la colonne, la zone située au centre par contre ne reçoit quasi pas de liquide. Tout comme dans le cas de la section précédente, l'analyse des images V.10.a. à V.10.f. montre que la fraction de surface irriguée augmente avec le débit de liquide.

Sur les images de la figure V.11, qui sont relatives à une section droite située à environ 1 m du distributeur, les quatre points d'alimentation du liquide ne sont plus visibles du tout. Pour chacun des débits analysés, l'ensemble de la section de la colonne reçoit une certaine quantité de liquide. Aux débits les plus élevés (images V.10.d., V.10.e. et V.10.f.), une plus grande concentration de liquide semble apparaître près de la paroi de la colonne.

L'analyse de la distribution du liquide à différentes hauteurs d'un empilage constitué d'éléments d'Etapak 210 montre que la fraction de surface contactée par l'écoulement de liquide augmente avec le débit de liquide alimenté.

Cette analyse semble également montrer qu'une mauvaise distribution initiale est rapidement améliorée par ce type d'empilage (moins de 1 m). Des chemins d'écoulement préférentiels semblent cependant apparaître près de la paroi de la colonne, générant de nouvelles hétérogénéités au sein des différentes sections droites de la colonne à garnissage. Ces observations sont confirmées par les images composant la figure A.IV.3, présentée dans l'annexe IV.

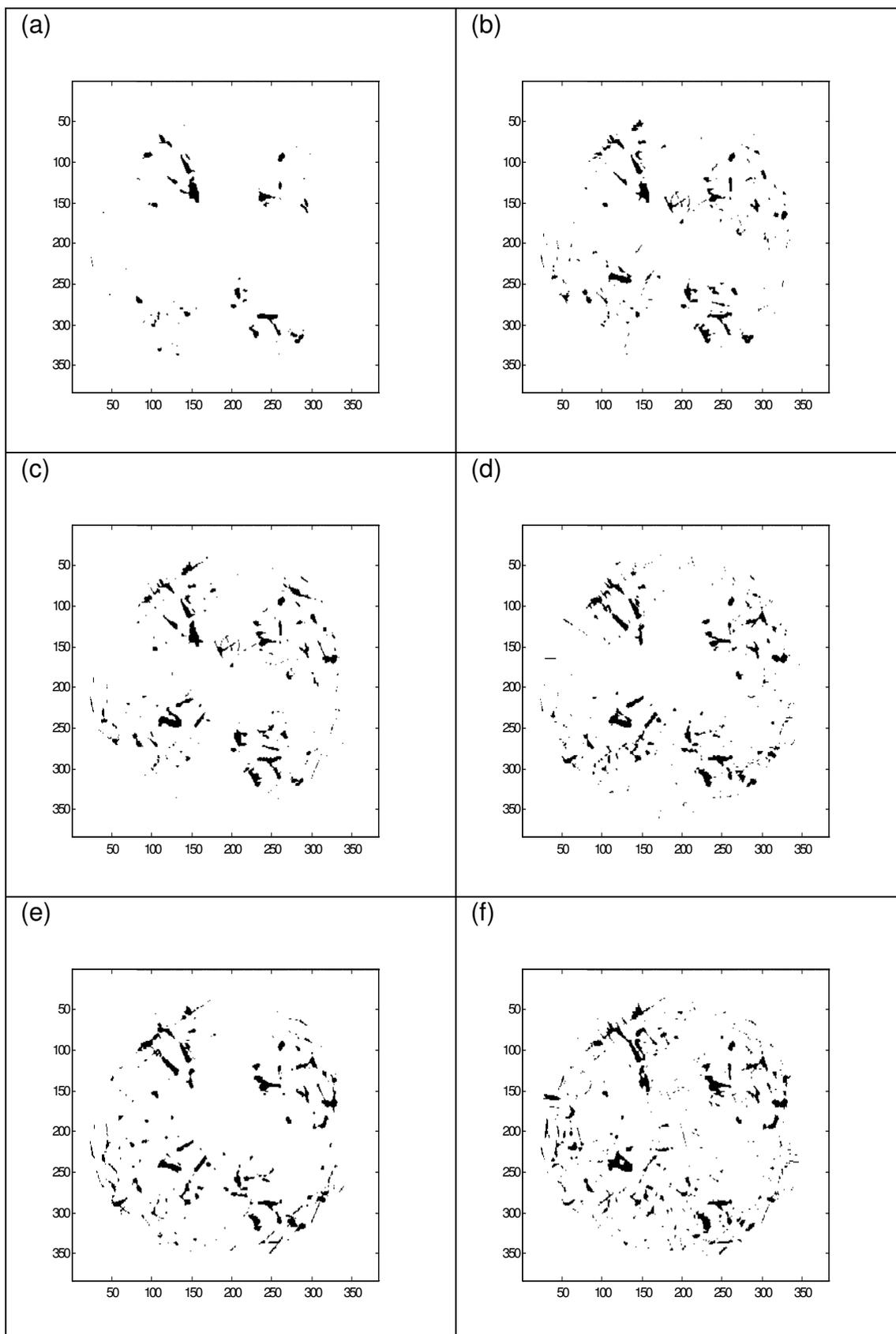


Figure V.9 : Distribution du liquide dans une section de la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210. Profondeur = 200 mm. Débit liquide =

(a) 150 l/h (b) 300 l/h (c) 450 l/h (d) 600 l/h (e) 750 l/h (f) 900 l/h.
 Images normées, seuillées (seuil = 7.5% pixel maximum) et binarisées.

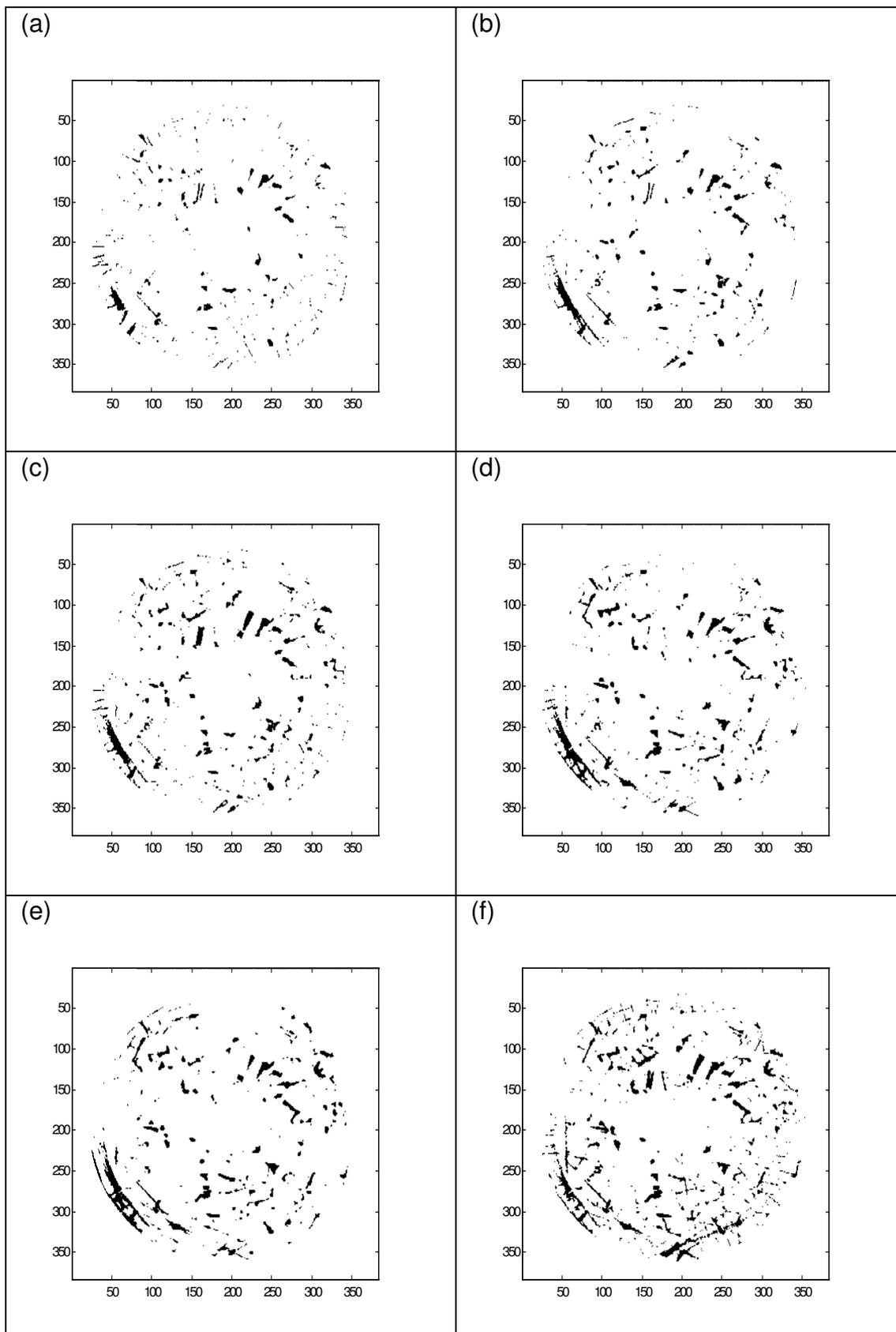
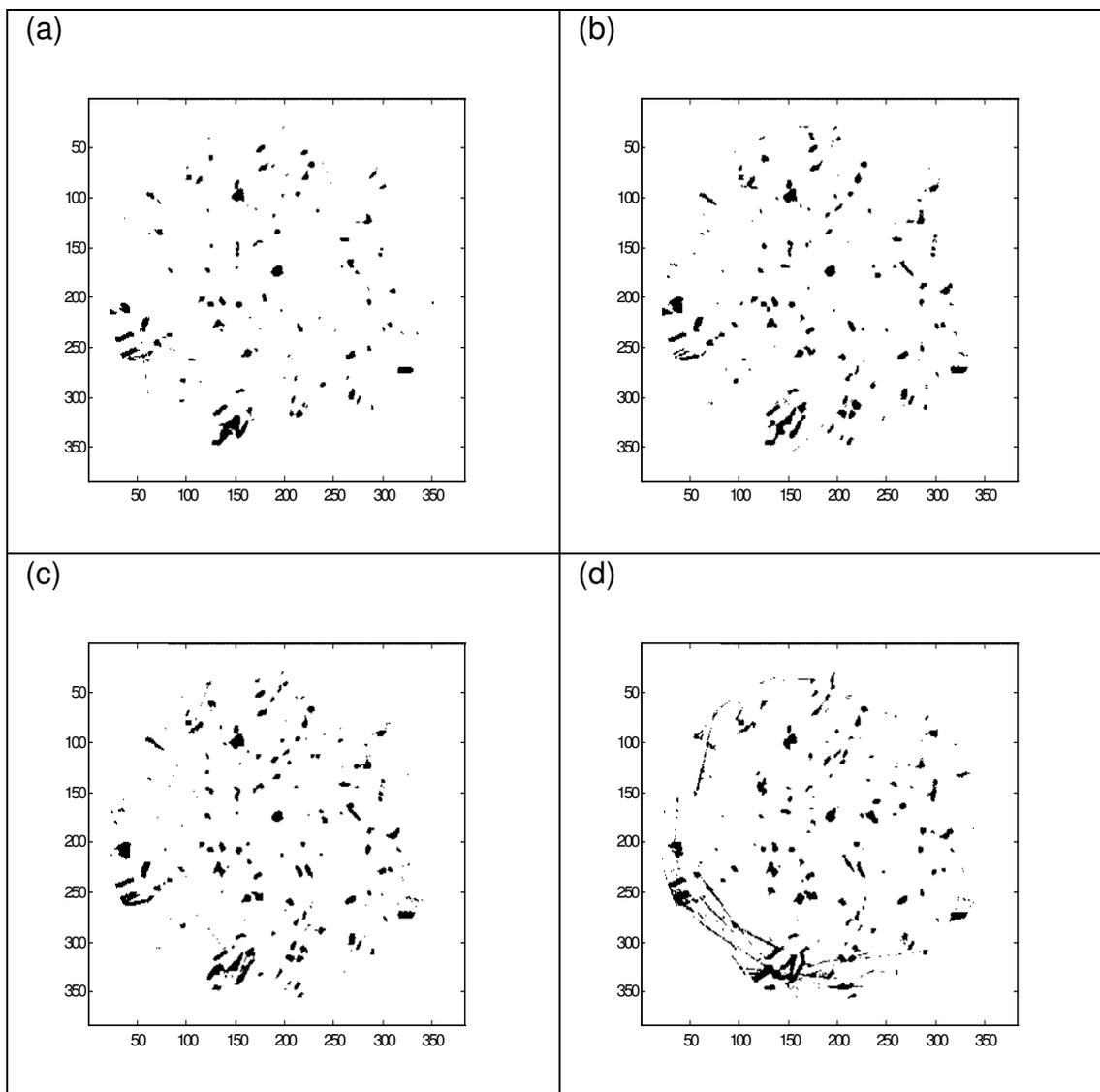


Figure V.10 : Distribution du liquide dans une section de la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210. Profondeur = 400 mm. Débit liquide = (a) 150 l/h (b) 300 l/h (c) 450 l/h (d) 600 l/h (e) 750 l/h (f) 900 l/h. Images normées, seuillées (seuil = 7.5% pixel maximum) et binarisées.



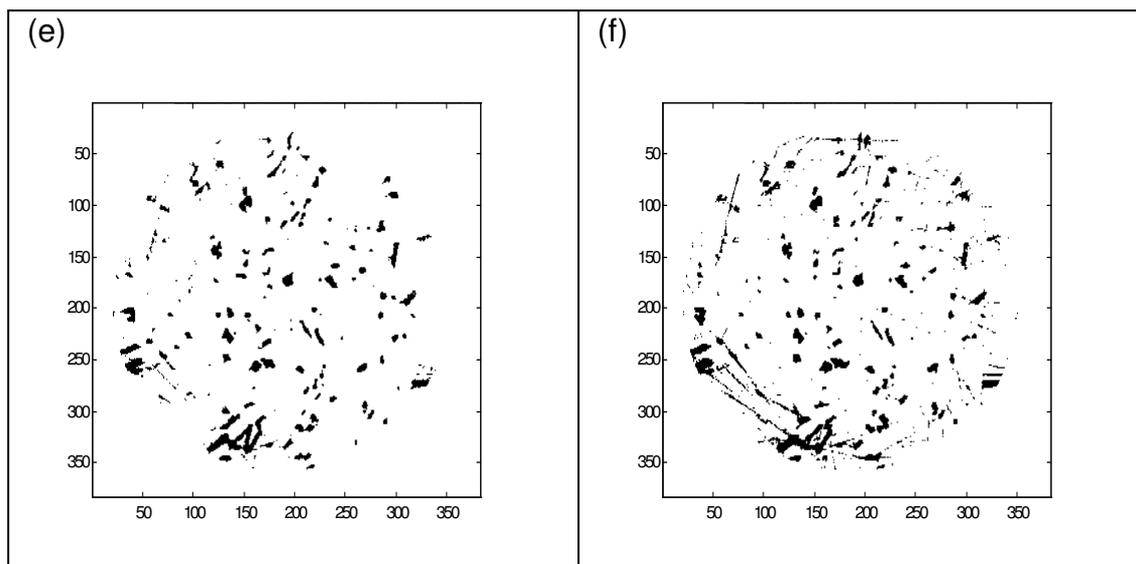


Figure V.11 : Distribution du liquide dans une section de la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210. Profondeur = 1000 mm. Débit liquide = (a) 150 l/h (b) 300 l/h (c) 450 l/h (d) 600 l/h (e) 750 l/h (f) 900 l/h. Images normées, seuillées (seuil = 7.5% pixel maximum) et binarisées.

Comparaison des deux types d'empilages au niveau de la distribution du liquide

L'analyse de la distribution du liquide en fonction du débit dans différentes sections droites de la colonne successivement remplie avec des éléments de Cascade Mini-Ring 1A et des éléments d'Etapak 210 a montré que la fraction de surface irriguée et donc la qualité du mouillage s'accroît de manière notable lorsque le débit d'irrigation augmente. La comparaison des figures V.6 à V.8 et des figures V.9 à V.11 indique qu'une plus grande quantité de liquide est présente sur les images de sections droites remplies d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A, ce qui est évidemment dû au fait que les débits de liquide utilisés avec ce type d'empilage sont nettement plus importants.

Sur les images relatives aux éléments d'Etapak 210, l'image du distributeur de liquide disparaît beaucoup plus rapidement quand on s'éloigne du sommet du lit fixe que dans le cas des images relatives aux éléments de Cascade Mini-Ring 1A. Malgré ce constat, il serait extrêmement hasardeux de dire que l'Etapak 210 présente de meilleures qualités dispersantes que le Cascade Mini-Ring 1A. En effet,

les gammes de débits utilisés sont totalement différentes et les images de distribution du liquide ont montré que le Cascade Mini-Ring dispersait mieux pour de faibles débits d'irrigation. De plus, dans le cas de l'Etapak 210, un écoulement préférentiel semble apparaître près de la paroi de la colonne; la maldistribution du liquide est donc simplement "déplacée".

On peut toutefois tenter d'expliquer les différences apparaissant entre les deux types d'empilages, au niveau de la distribution du liquide, par les différences existant entre leurs géométries respectives.

- Les éléments de Cascade Mini-Ring 1A ont une structure très ouverte. La grande majorité des filets de liquide arrivant sur un même élément d'empilage pourront donc poursuivre leur trajectoire verticale sans subir aucune altération. La distribution du liquide au sein des différentes sections droites restera donc proche de celle imposée initialement par la géométrie du distributeur de liquide.
- Les éléments d'Etapak 210, par contre, ont une structure relativement fermée. Un filet de liquide tombant sur l'un d'eux va donc difficilement pouvoir le traverser verticalement de part en part. Sa trajectoire sera déviée et il risque fortement d'être divisé en plusieurs filets plus petits, qui seront répartis dans des directions différentes. Ce mécanisme explique comment l'image du distributeur de liquide est rapidement "effacée".

Analyse de la corrélation existant entre la distribution des éléments d'empilage et la texture de l'écoulement du liquide

Sur les figures V.12 à V.15, les images de la phase solide (en gris) et de la phase liquide (en bleu) ont été superposées, de manière à mettre en évidence la corrélation existant entre la distribution des éléments d'empilage et la texture de l'écoulement du liquide.

Les figures V.12 et V.13 représentent les images de deux sections droites respectivement situées à 400 mm et à 800 mm du sommet de la colonne à garnissage remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A. Sur chacune de ces

figures, l'image (a) montre la distribution du liquide pour un débit égal à 2000 l/h, tandis que l'image (b) montre la distribution observée pour un débit d'irrigation de 6000 l/h. Les images présentées sur les figures V.14 et V.15 sont relatives à des sections droites respectivement situées à 200 mm et à 1000 mm du sommet de la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210. Le débit traversant les sections représentées sur les figures V.14.a. et V.15.a. est égal à 300 l/h, tandis que les sections représentées sur les figures V.14.b. et V.15.b. sont irriguées par un débit égal à 900 l/h.

Sur l'ensemble des images représentées sur ces figures, il apparaît que le liquide s'écoule presque exclusivement le long des parois des éléments d'empilage. La distribution de la phase liquide au sein des différentes sections droites est donc étroitement liée à celle de la phase solide : dans les zones où la phase solide fait défaut, il n'y a pas d'écoulement de liquide non plus. Cette étroite corrélation entre les distributions des phases solide et liquide permet de supposer que les cellules élémentaires dont les caractéristiques ont été déterminées sur des images d'empilages secs (cf. Chap.IV.4) peuvent également être utilisées pour modéliser la distribution de la phase liquide.

L'examen des différentes images permet également de détecter les principales causes de la maldistribution du liquide existant au sein du lit fixe, ainsi que les différentes échelles auxquelles cette maldistribution peut apparaître.

Les maldistributions inhérentes à une mauvaise distribution initiale (cf. figures V.6 à V.11), ainsi que celles dues à une mauvaise répartition des éléments d'empilage au sein du lit fixe interviennent à une échelle relativement grande, supérieure à la taille des éléments d'empilage.

D'autres phénomènes peuvent également engendrer un certain degré de maldistribution à des échelles plus petites : certains éléments d'empilage peuvent se disposer d'une manière telle qu'ils empêchent le mouillage des éléments situés juste en dessous d'eux, c'est ce qu'on appelle l'effet "parapluie", qui intervient à l'échelle de l'élément d'empilage. Des non uniformités peuvent également apparaître à une échelle inférieure à celle d'un élément d'empilage : la surface de la plupart des

éléments d'empilage contactés par l'écoulement du liquide n'est pas complètement mouillée. A cette échelle, le mauvais mouillage est dû à une compétition existant entre la phase liquide en écoulement et l'air présent dans le garnissage, pour l'occupation de la surface du solide.

Sur l'ensemble des images représentées sur les figures V.12 à V.15, la cause de maldistribution la plus flagrante est l'effet du distributeur, qui prédomine nettement sur les non uniformités existant au niveau de la distribution des éléments d'empilage. Les maldistributions intervenant à une échelle inférieure ou égale à celle d'un élément d'empilage semblent plus marquées dans le cas des éléments d'Etapak 210 que dans le cas des éléments de Cascade Mini-Ring 1A. Il ne faut cependant pas en tirer de conclusions trop hâtives en raison de la très grande différence existant entre les gammes de débits irriguant les deux type d'empilages (respectivement entre 1000 et 6000 l/h pour le Cascade Mini-Ring 1A et entre 100 et 900 l/h pour l'Etapak 210).

Conclusions

Les paragraphes qui précèdent montrent que l'analyse qualitative des images de la colonne irriguée obtenues par tomographie permet de bien appréhender l'impact que peut avoir la géométrie du distributeur de liquide sur la distribution du liquide au sein de l'empilage, ainsi que les influences exercées par le débit, la hauteur d'empilage ou la géométrie des éléments d'empilage sur cet "effet de distributeur". La superposition des images des distributions des phases solide et liquide permet de mettre en évidence la corrélation très étroite existant entre la distribution des éléments d'empilage et celle des films et filets de liquide. L'observations des images "superposées" permet également de détecter les différentes échelles auxquelles peut apparaître la maldistribution du liquide.

Cette analyse purement qualitative des images obtenues par tomographie doit évidemment être complétée par une approche plus quantitative, prenant en compte les valeurs numériques des pixels constituant les images : c'est l'objet des paragraphes 4 et 5.

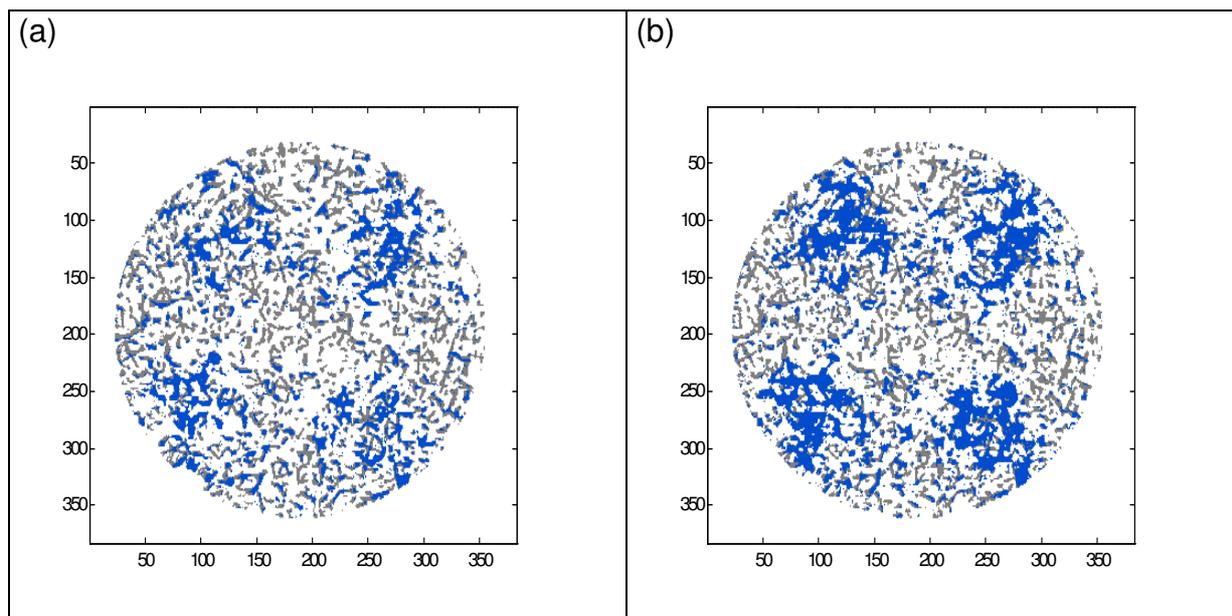


Figure V.12 : Corrélation existant entre la distribution des éléments d'empilage et la texture de l'écoulement du liquide dans une section droite de la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A. Images normées, seuillées (seuil = 5% pixel maximum) et binarisées. Profondeur = 400 mm. (a) Débit = 2000 l/h - (b) Débit = 6000 l/h.

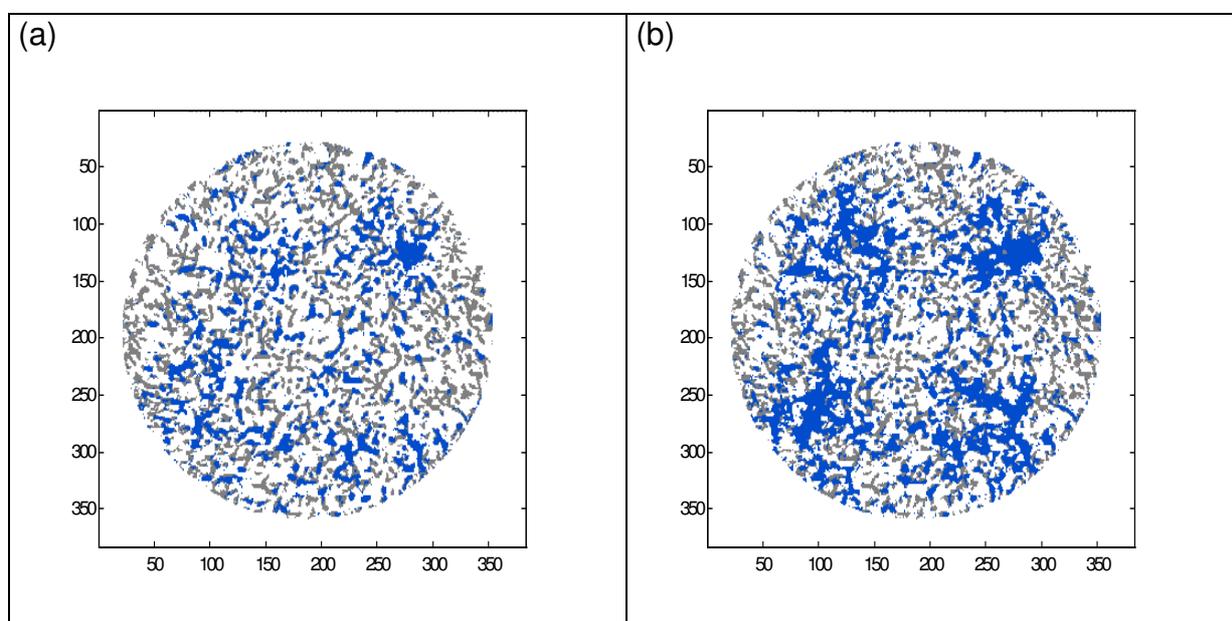


Figure V.13 : Corrélation existant entre la distribution des éléments d'empilage et la texture de l'écoulement du liquide dans une section droite de la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A. Images normées, seuillées (seuil = 5% pixel maximum) et binarisées. Profondeur = 800 mm. (a) Débit = 2000 l/h - (b) Débit = 6000 l/h.

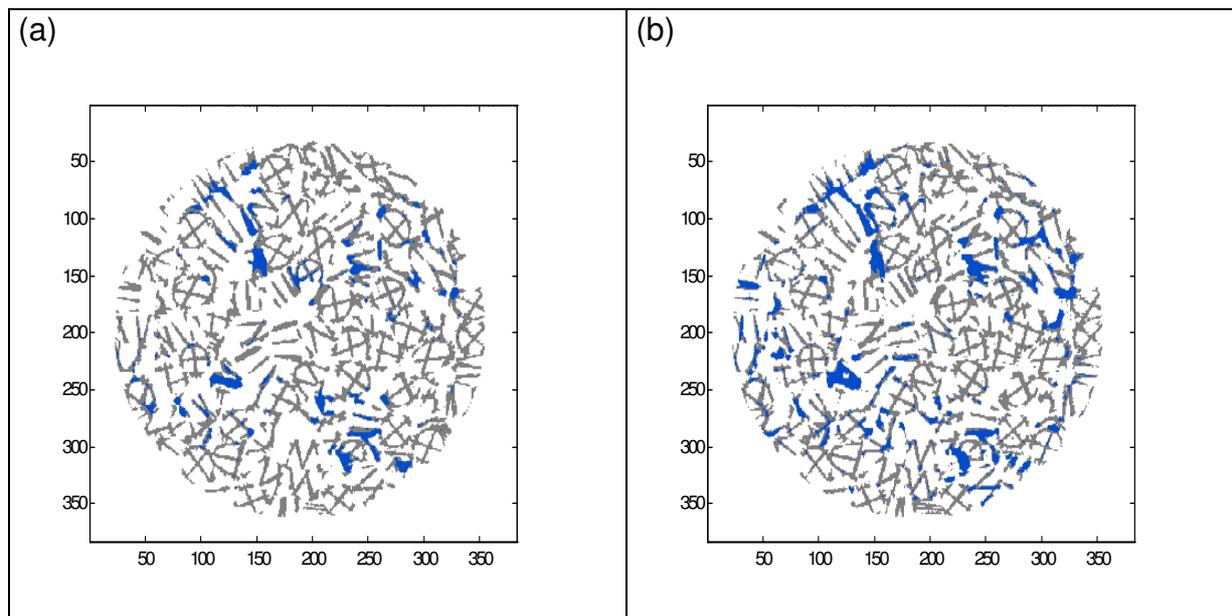


Figure V.14 : Corrélation existant entre la distribution des éléments d'empilage et la texture de l'écoulement du liquide dans une section droite de la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210. Images normées, seuillées (seuil = 7.5% pixel maximum) et binarisées. Profondeur = 200 mm. (a) Débit = 300 l/h - (b) Débit = 900 l/h.

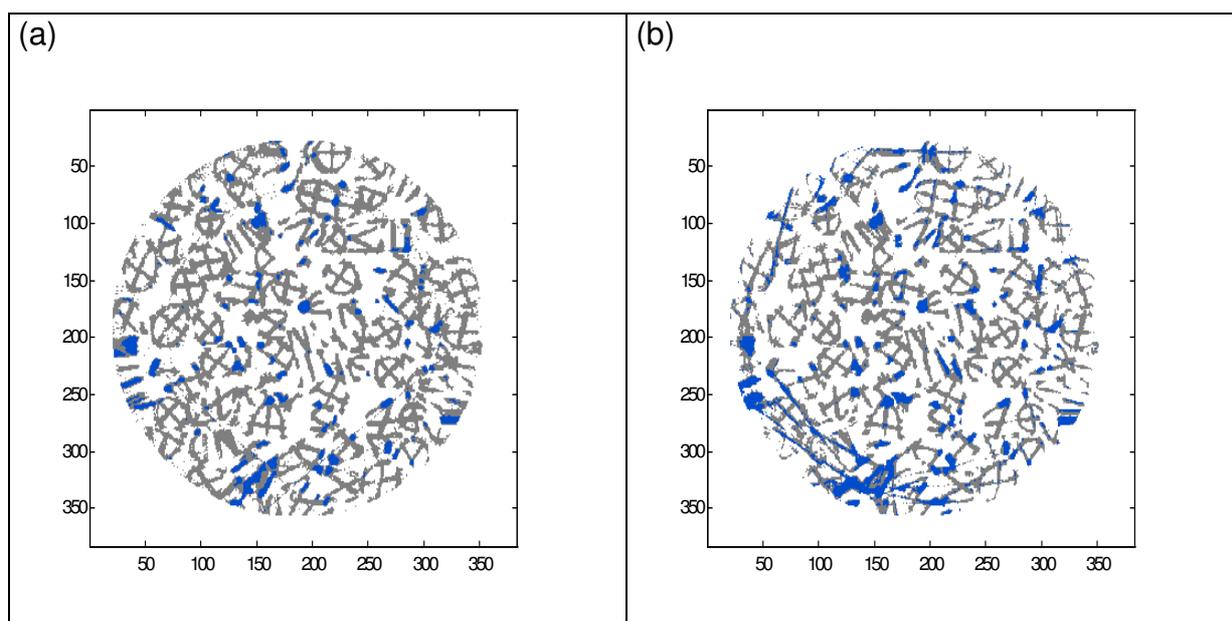


Figure V.15 : Corrélation existant entre la distribution des éléments d'empilage et la texture de l'écoulement du liquide dans une section droite

de la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210. Images normées, seuillées (seuil = 7.5% pixel maximum) et binarisées. Profondeur = 1000 mm.
(a) Débit = 300 l/h - (b) Débit = 900 l/h.

Valeurs globales de la rétention de liquide

Définition de la rétention de liquide

La quantité de liquide retenue dans un lit fixe traversé par un écoulement de liquide est décrite par le rapport entre le volume de liquide présent dans le lit et un volume de référence. Ce volume de référence peut être soit le volume poreux, soit le volume géométrique de la colonne. Dans la suite de ce travail, le terme "rétention" désigne le volume de liquide présent dans le lit fixe rapporté au volume de ce dernier. La rétention de liquide est représentée par h_L , avec :

$$h_L = \frac{V_{\text{liquide}}}{V_{\text{colonne}}}.$$

Rétention de liquide mesurée par tomographie

Dans chacune des images reconstruites à partir des données de projection soustraites, la rétention de liquide a été calculée en sommant les contributions relatives de tous les pixels situés à l'intérieur de la colonne. Ces calculs ont évidemment été réalisés sur des images en niveaux de gris, de manière à tenir compte du fait que la plupart des pixels irrigués ne sont que partiellement occupés par du liquide.

Rétention de liquide dans un lit fixe constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A

La figure V.16 montre l'évolution de la rétention de liquide en fonction du débit dans différentes sections droites de la colonne à garnissage remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A. Sur cette figure, la rétention de liquide, exprimée en %, est

représentée en fonction de la vitesse superficielle du liquide, exprimée en $\text{m}^3/\text{m}^2.\text{s}$ ou en m/s . La vitesse superficielle du liquide est, en fait, égale à son débit volumique (m^3/s) rapporté à une unité de surface de la section droite de la colonne (m^2).

Le graphique représenté sur la figure V.16 montre que les valeurs mesurées de la rétention évoluent entre 0.8% et 4.5% pour des vitesses superficielles de liquide allant de $1 \cdot 10^{-3}$ à $6 \cdot 10^{-3}$ m/s (débit volumique allant de 1000 l/h à 6000 l/h). Ces valeurs de rétention sont tout à fait du même ordre de grandeur que celles rapportées par Billet pour différents types d'empilages "vrac" en plastique (Billet, 1995, pp.41-72) (cf. tableau V.2).

Le graphique de la figure V.16 montre que pour un débit de liquide donné, des écarts importants peuvent apparaître entre les valeurs mesurées sur différentes sections. On observe que, pour un même débit de liquide, plus la section est éloignée du sommet de la colonne, plus la valeur mesurée de la rétention est élevée. Il apparaît également que les écarts observés entre les différentes sections sont d'autant plus importants que le débit de liquide est grand.

Ces constatations sont certainement à mettre en relation avec l'influence exercée sur la distribution du liquide par le distributeur quadripunctuel. En effet, les images de la distribution du liquide présentées au paragraphe précédent montrent que l'effet du distributeur est nettement plus marqué dans les sections droites proches du sommet du lit, avec pour conséquence une diminution dans ces sections de la fraction de surface contactée par l'écoulement liquide, ce qui explique les valeurs de rétention plus faibles mesurées dans ces mêmes sections. L'analyse des images de distribution montre également que l'influence du distributeur augmente avec le débit d'irrigation, ce qui explique les plus grands écarts observés entre les valeurs de rétention correspondant aux débits les plus élevés.

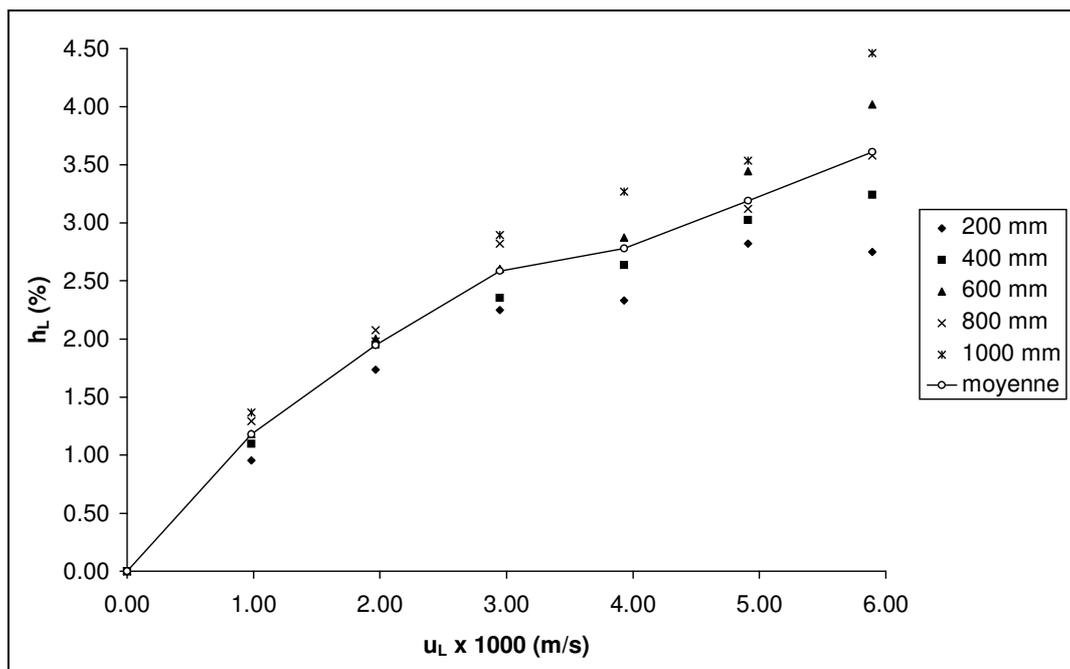


Figure V.16 : Rétention de liquide mesurée par tomographie dans des sections situées à différentes profondeurs dans la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A.

Sur le graphique de la figure V.16, la courbe en trait continu rejoint les points qui, pour chacun des débits, représentent les valeurs moyennes des rétentions mesurées dans les différentes sections analysées. Cette courbe montre donc l'évolution, en fonction du débit, de la rétention globale au sein de la colonne.

Tableau V.2 : Valeurs de rétention mesurées sur différents types d'empilages "vrac" en plastique (Billet, 1995, pp.41-72).

Type d'empilage	Dimension nominale (mm)	h_L (%)	
		$u_L = 3 \cdot 10^{-3}$ m/s	$u_L = 6 \cdot 10^{-3}$ m/s
Nor-Pac ring	25	2.4	3.9
	35	2.2	3.5
	50	2.0	3.3
Pall ring	50	1.8	2.8
Hiflow ring	50	2.7	4.2
Hackette	45	2.5	4.0

Les valeurs globales de rétention obtenues sur base des images tomographiques seront comparées, dans les paragraphes qui suivent, à d'autres valeurs expérimentales, ainsi qu'à des valeurs calculées grâce à des corrélations disponibles dans la littérature.

Rétention de liquide dans un lit fixe constitué d'éléments d'Etapak 210

La figure V.17 montre l'évolution de la rétention de liquide en fonction du débit dans différentes sections droites de la colonne à garnissage remplie d'éléments d'Etapak 210.

Tout comme dans le cas précédent, des différences relativement importantes apparaissent entre les valeurs de rétentions mesurées sur les différentes sections analysées. Dans ce cas-ci cependant, aucune tendance nette ne peut être dégagée : les valeurs de rétention les plus élevées ne correspondent pas nécessairement aux sections les plus éloignées et les écarts observés ne sont pas plus importants pour les grands débits que pour les petits débits. Les fluctuations observées ne semblent pouvoir provenir que d'erreurs expérimentales. L'analyse des images de distribution du liquide réalisée au paragraphe 3.2 a d'ailleurs montré que, dans un lit fixe constitué d'éléments d'Etapak 210, l'effet du distributeur est nettement moins marqué que dans le cas d'un lit composé d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A.

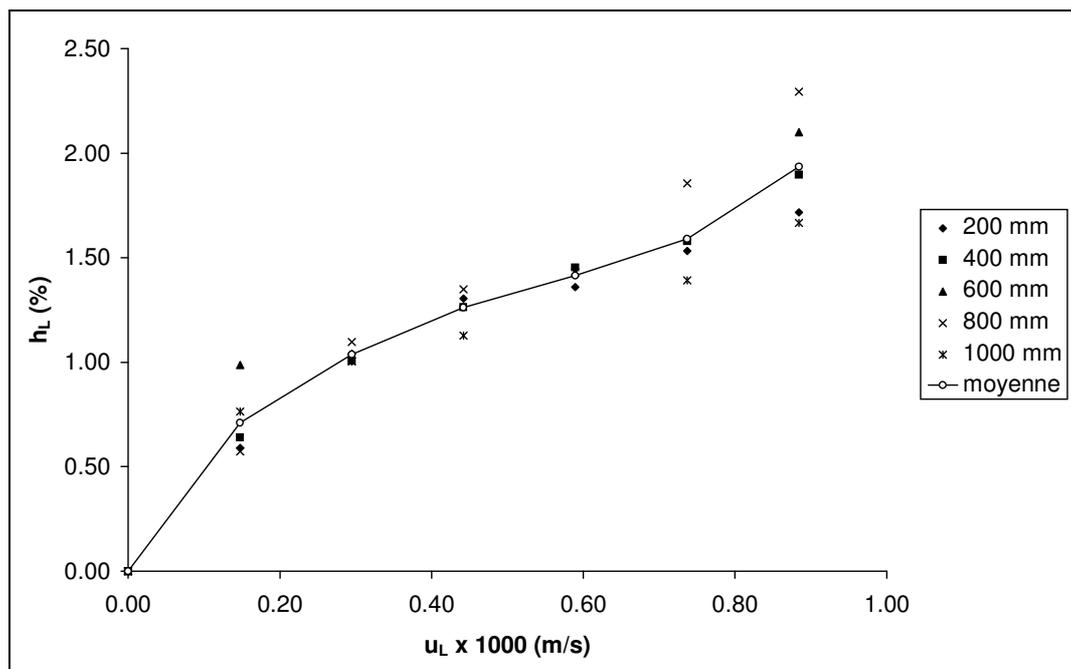


Figure V.17 : Rétention de liquide mesurée par tomographie dans des sections situées à différentes profondeurs dans la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210.

Sur le graphique de la figure V.17, la courbe en trait continu rejoint les points représentant les valeurs moyennes des rétentions calculées sur les différentes sections analysées. Ces valeurs globales de rétentions seront également confrontées, dans les paragraphes suivants, à d'autres valeurs expérimentales, ainsi qu'à des valeurs calculées grâce à des corrélations disponibles dans la littérature.

Rétention de liquide mesurée par une autre technique expérimentale

Les techniques expérimentales les plus couramment utilisées pour mesurer la rétention de liquide dans un lit fixe sont la méthode de traçage, qui consiste à mesurer le temps de séjour d'un traceur injecté dans la phase liquide et la méthode d'égouttage, qui consiste à mesurer la quantité de liquide recueillie au pied de la colonne après coupure de l'alimentation du liquide (Larachi et al., 1991).

Ces deux techniques ne permettent pas d'accéder à la même fraction du volume de liquide retenu dans la colonne :

- La rétention de liquide mesurée par la méthode de traçage se limite à la fraction du liquide présent dans le lit qui est effectivement accessible aux molécules de traceur, que ce soit par le mouvement de convection du liquide en écoulement ou par diffusion moléculaire. Cette méthode ne permet donc pas d'accéder au volume de liquide retenu dans des poches isolées.
- La méthode d'égouttage, quant à elle, mesure la fraction du volume de liquide en écoulement au sein du garnissage. Elle ne permet pas d'accéder à la fraction du liquide retenue aux jointures des éléments d'empilage après arrêt de l'écoulement et égouttage.

Il apparaît donc que les valeurs mesurées de la rétention de liquide dépendent de la technique utilisée pour les obtenir.

Dans le cas présent, c'est la méthode de traçage qui a été adoptée comme méthode de comparaison, en raison du matériel disponible au laboratoire. La colonne sur laquelle les essais de traceur ont pu être réalisés est très semblable à celle utilisée pour les mesures tomographiques (même diamètre et même distributeur de liquide). Cependant, sa longueur étant plus grande, les expériences de traçage ont dû être réalisées sur un lit fixe plus haut que celui installé dans la colonne installée dans le tomographe (1.8 m à la place de 1 m).

La rétention mesurée par la méthode de traçage n'est pas exactement égale à celle mesurée sur base des images tomographiques, car les deux méthodes ne permettent pas d'accéder à la même fraction du volume de liquide retenu dans le lit fixe. En effet, la méthode tomographique ne permet d'accéder qu'à la fraction du liquide en écoulement au sein du garnissage, tandis que la méthode de traçage permet, non seulement de mesurer cette composante "dynamique", mais également d'accéder à une certaine partie du volume stagnant avec lequel les molécules de traceur peuvent entrer en contact par diffusion moléculaire.

Les valeurs de rétention obtenues par ces deux méthodes peuvent cependant être comparées dans certaines conditions :

- Si le débit de liquide alimenté est relativement élevé, la composante stagnante de la rétention mesurée par traçage est négligeable (Mersmann et Deixler, 1986) et

les valeurs de rétention mesurées par traçage et par tomographie sont donc égales (cf. paragraphe 4.3.a).

- Si on parvient à séparer, par application d'un modèle hydrodynamique, les composantes dynamique et stagnante de la rétention mesurée par traçage, les valeurs de la rétention dynamique ainsi obtenues peuvent être comparées aux valeurs mesurées par tomographie (cf. paragraphe 4.3.b).

Essais de traceur réalisés sur un lit fixe constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A

Dans le cas du Cascade Mini-Ring 1A, le traceur choisi pour mesurer la rétention de liquide par traçage est une solution saturée en NaCl, injectée dans le flux d'alimentation de la colonne juste en amont du distributeur de liquide. La quantité de traceur utilisée pour chaque essai a été réduite au maximum afin de minimiser le temps d'injection et de ne pas trop perturber l'écoulement dans la conduite d'alimentation. De cette manière, le signal d'entrée peut être assimilé à une impulsion de type "Dirac".

Au pied de la colonne, le suivi de la concentration en traceur (NaCl) est assuré grâce à une sonde conductimétrique. Cette sonde est installée dans une cellule aménagée en dessous d'un large entonnoir permettant de recueillir la totalité du liquide sortant du lit. La quantité de liquide retenue dans la cellule de mesure peut être ajustée grâce à une vanne située sur la conduite d'évacuation de l'entonnoir. La sonde conductimétrique est reliée à une carte d'acquisition (LabPC, National Instruments) installée dans un P.C., assurant, grâce au logiciel Labview (National Instruments), l'enregistrement en ligne des mesures conductimétriques.

A partir des données ainsi recueillies, il est possible de calculer le temps de séjour moyen t_{sm} du liquide entre le point d'injection du traceur et la cellule de mesure, grâce à l'équation (L'Homme, 1989) :

$$t_{sm} = \frac{\int_0^{+\infty} C(t) t dt}{\int_0^{+\infty} C(t) dt},$$

dans laquelle $C(t)$ représente théoriquement la concentration en traceur mesurée à l'instant t . Aux faibles concentrations en NaCl, la conductivité de la solution est directement proportionnelle à sa concentration en sel, de sorte que, en pratique, $C(t)$ peut indifféremment désigner la concentration en sel ou la conductivité, à condition, évidemment, de rester cohérent.

En multipliant le temps de séjour moyen par le débit volumique de liquide, on obtient le volume de liquide présent dans l'installation, entre le point d'injection du traceur et la cellule de mesure. Ce volume est la somme des volumes de liquide contenus dans le distributeur quadripunctuel, dans le lit fixe et dans l'entonnoir de collecte. La valeur mesurée par traçage de la rétention h_L de liquide au sein du lit fixe peut donc être calculée grâce à la formule suivante :

$$h_L = \frac{V_{L,empilage}}{V} = \frac{\sum V_L - V_{L,distributeur} - V_{L,entonnoir}}{\frac{\pi d^2}{4} H}$$

$$= \frac{t_{sm} u_L \frac{\pi d^2}{4} - V_{L,distributeur} - V_{L,entonnoir}}{\frac{\pi d^2}{4} H},$$

dans laquelle u_L est la vitesse superficielle du liquide,

V est le volume du lit fixe,

d est le diamètre de la colonne,

H est la hauteur du lit fixe.

Les valeurs de rétention obtenues par la méthode de traçage sont représentées sur la figure V.18. Dans le cas présent, les débits de liquide utilisés

sont relativement élevés (1000 l/h à 5000 l/h, ce qui correspond à des vitesses superficielles allant de $1 \cdot 10^{-3}$ à $6 \cdot 10^{-3}$ m/s), de telle sorte que la composante stagnante de la rétention mesurée par traçage est négligeable (Mersmann et Deixler, 1986). Le graphique de la figure V.18 montre d'ailleurs que les valeurs mesurées par traçage sont du même ordre de grandeur que celles mesurées sur base des images tomographiques.

L'existence, aux débits les plus élevés, d'un écart entre les valeurs mesurées par tomographie et celles obtenues par traçage peut s'expliquer par le fait que le lit fixe sur lequel les essais de traceur ont été réalisés a une hauteur plus grande que celui présent dans la colonne à garnissage installée dans le tomographe. La rétention étant plus grande dans les sections les plus éloignées du distributeur, un lit fixe plus haut comportera un plus grand nombre de sections droites contenant une grande quantité de liquide et la valeur moyenne de la rétention, calculée sur l'ensemble des sections droites de la colonne, sera donc plus élevée. Les différences de rétention entre sections étant plus marquées aux débits les plus élevés, l'écart entre les valeurs moyennes sera également plus grand dans ce cas.

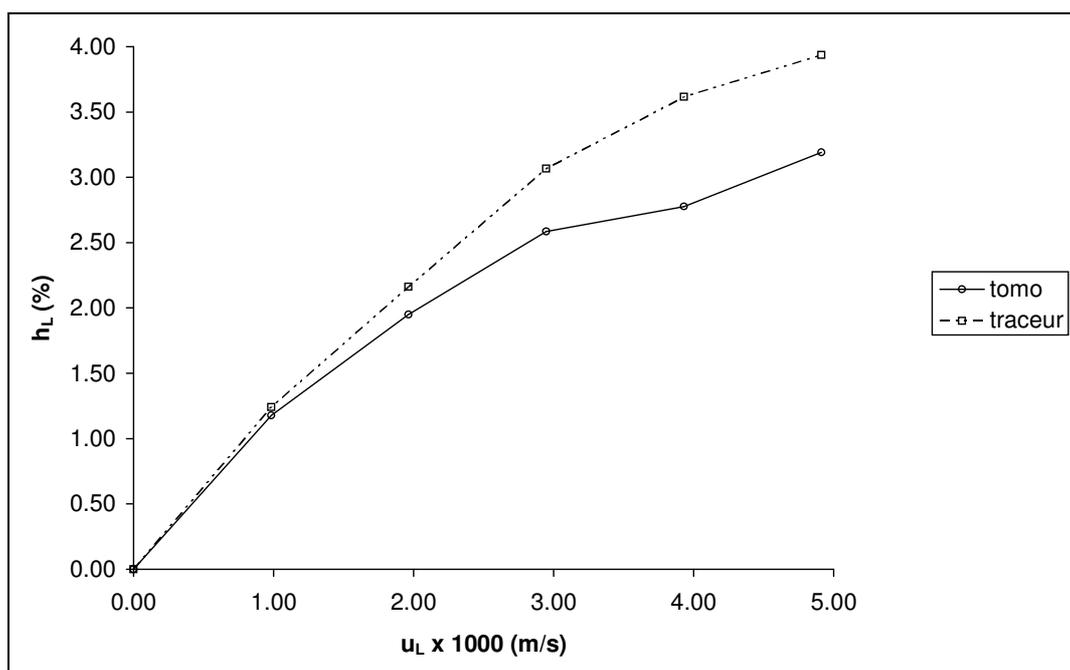


Figure V.18 : Comparaison des valeurs de rétention mesurées par traçage et par tomographie dans un lit fixe constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A.

Essais de traceur réalisés sur un lit fixe constitué d'éléments d'Etapak 210

La mesure de la rétention de liquide par la méthode de traçage dans un lit fixe constitué d'éléments d'Etapak 210 n'a pas été réalisée dans le cadre du présent travail. Il est néanmoins possible de confronter des valeurs de rétention mesurées par traceur avec celles obtenues par tomographie, car Lekhlif (1992) avait réalisé des essais de traceur sur une installation tout à fait similaire, dans le cadre de sa Thèse de Doctorat.

Les vitesses superficielles de liquide pour lesquelles Lekhlif a mesuré la rétention de liquide sur un empilage d'Etapak 210 sont relativement faibles : elles sont comprises entre $0.5 \cdot 10^{-4}$ et $2.5 \cdot 10^{-4}$ m/s. Pour des vitesses aussi faibles, la contribution de la rétention stagnante à la rétention mesurée par traçage n'est pas négligeable (Mersmann et Deixler, 1986). Dans ce cas, contrairement au cas précédent où les vitesses superficielles étaient beaucoup plus élevées (entre $1 \cdot 10^{-3}$

et $6 \cdot 10^{-3}$ m/s), il n'est donc plus possible d'assimiler la rétention mesurée par traçage à la rétention mesurée par tomographie.

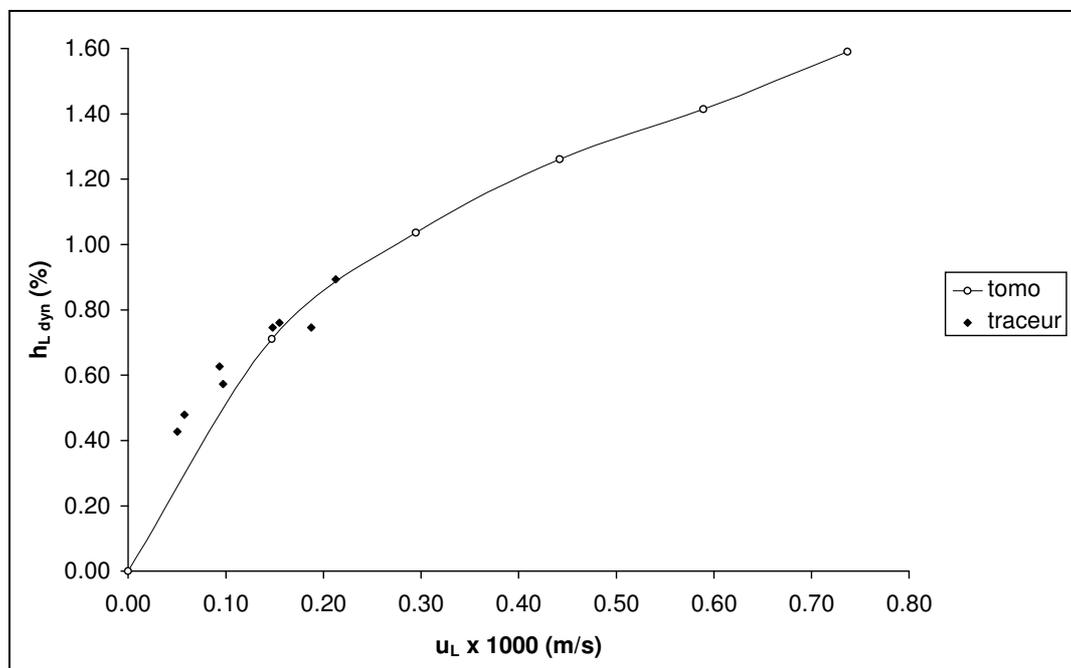


Figure V.19 : Comparaison des valeurs de rétention dynamique mesurées par traçage et par tomographie dans un lit fixe constitué d'éléments d'Etapak 210.

La composante dynamique de la rétention mesurée par traçage peut cependant être évaluée, en ajustant sur la courbe de distribution des temps de séjour, les paramètres d'un modèle de macromélange du type PDE (Piston Dispersif Echangeant de la matière avec une zone stagnante) (Crine, 1988; Lekhlif, 1992). Ces valeurs de rétentions dynamiques peuvent alors être comparées à celles obtenues par tomographie.

La figure V.19 montre que les valeurs de la rétention dynamique de liquide obtenues par la méthode tomographique, d'une part et par la méthode de traçage, d'autre part sont en très bon accord les unes avec les autres.

Rétention de liquide prédite par les corrélations proposées dans la littérature

Les valeurs de rétention mesurées sur les images obtenues par tomographie ont ensuite été comparées avec des valeurs de rétention calculées grâce à des corrélations disponibles dans la littérature. La grande majorité de ces corrélations fait intervenir un ou plusieurs paramètres dont la valeur dépend de la géométrie et de la nature de l'empilage considéré. Les valeurs relatives aux empilages utilisés dans la présente étude (Etapak 210 et Cascade Mini-Ring 1A) n'étant pas disponibles, la comparaison des valeurs de rétention mesurées expérimentalement par tomographie et des valeurs prédites par les corrélations portera essentiellement sur la dépendance de h_L vis-à-vis de la vitesse superficielle du liquide u_L .

Les corrélations ont en effet généralement la forme d'une loi de puissance vis-à-vis de la vitesse superficielle du liquide (Buchanan, 1967; Stichlmair, 1989; Mackowiak, 1991; Bornhütter et Mersmann, 1993; Billet, 1995). Les valeurs des exposants rencontrés dans quelques unes de ces corrélations sont consignées au tableau V.3. Ce tableau montre que l'exposant de u_L varie entre 0.5 et 0.68.

Si une loi de puissance est ajustée sur les valeurs moyennes de rétention mesurées par tomographie, les valeurs ajustées des exposants valent respectivement 0.57 ± 0.05 dans le cas d'un lit fixe constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A et 0.55 ± 0.05 dans le cas d'un empilage constitué d'éléments d'Etapak 210. Ces valeurs d'exposants sont tout à fait dans la gamme des valeurs proposées par les différentes corrélations empiriques disponibles dans la littérature.

Tableau V.3 : Exposants de u_L dans des corrélations de la rétention de liquide.

Références	Exposant de u_L
Buchanan, 1967	0.51 pour $Re_L < 10$ 0.68 pour $Re_L > 10$
Stichlmair, 1989	0.67
Mackowiak, 1991	0.50
Bornhütter et Mersmann, 1993	0.57
Billet, 1995	0.57 pour $Re_L < 5$ 0.63 pour $Re_L \geq 5$

Les lois de puissance ainsi ajustées sont en très bon accord avec les valeurs mesurées expérimentalement par tomographie, ainsi que l'attestent les figures V.20 et V.21, qui sont respectivement relatives à des empilages constitués d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A et d'éléments d'Etapak 210. Les racines carrées des carrés moyens des écarts (root mean square = r.m.s.) entre les valeurs mesurées et les valeurs ajustées sont respectivement égales à 0.0032 (0.32%) pour l'empilage constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A et à 0.0015 (0.15%) pour celui constitué d'éléments d'Etapak 210.

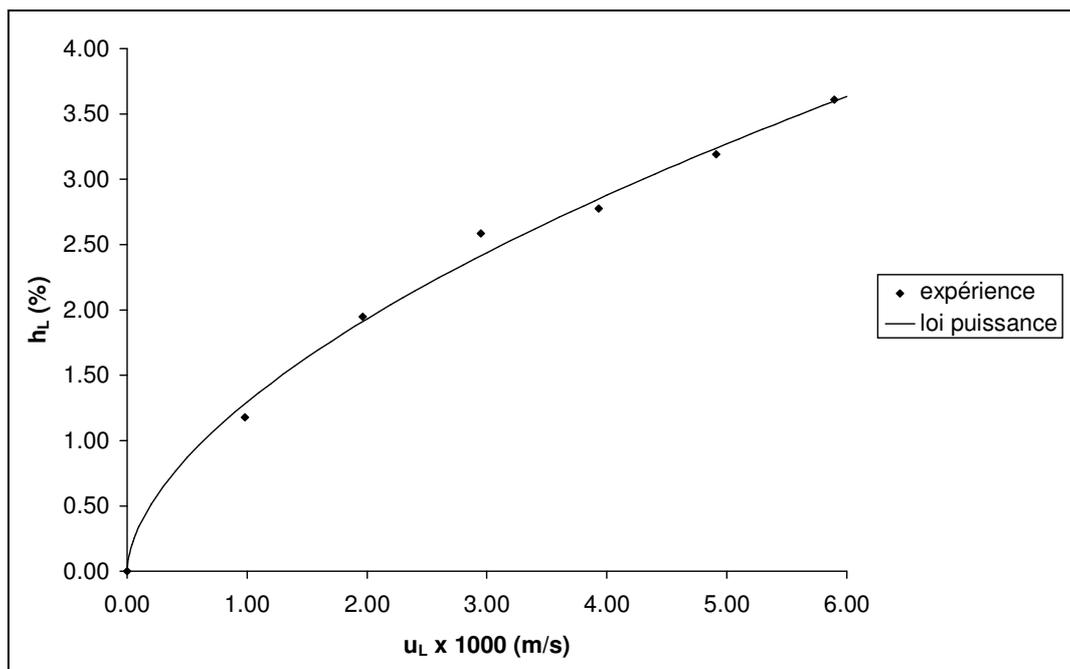


Figure V.20 : Ajustement d'une loi de puissance (exposant = 0.57 ± 0.05) sur les valeurs de rétention mesurées par tomographie dans un lit fixe constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A.

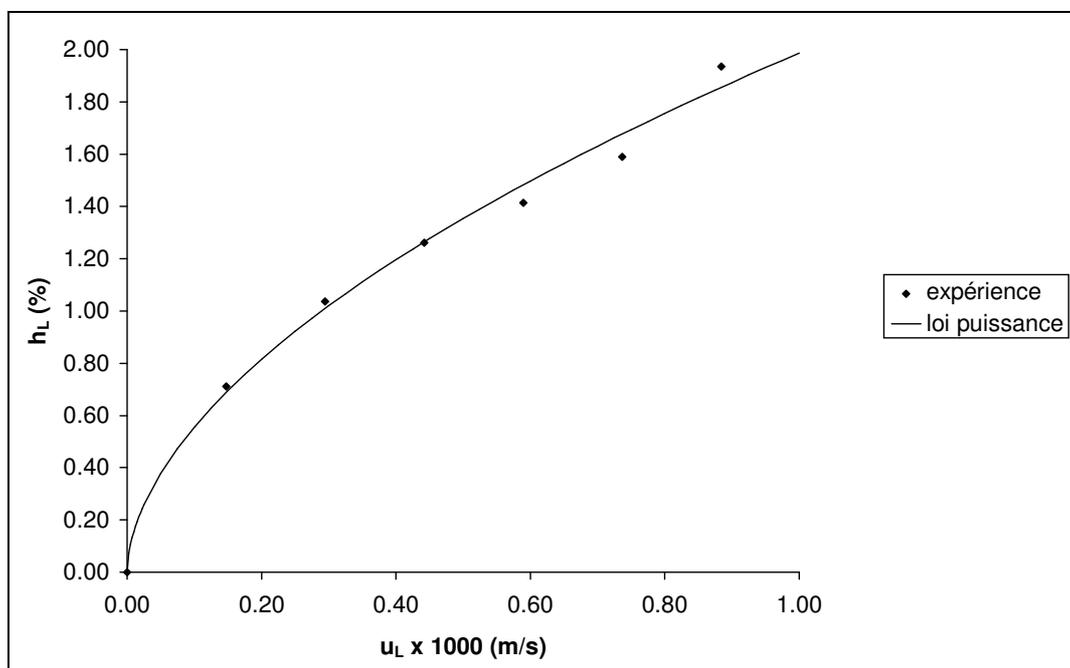


Figure V.21 : Ajustement d'une loi de puissance (exposant = 0.55 ± 0.05) sur les valeurs de rétention mesurées par tomographie dans un lit fixe constitué d'éléments d'Etapak 210.

Rétention de liquide calculée grâce au modèle hydrodynamique proposé par Billet

Parmi les corrélations évoquées ci-dessus, un certain nombre sont purement empiriques. D'autres, comme celle proposée par Billet (1995), sont basées sur un modèle hydrodynamique décrivant, de manière plus ou moins simplifiée, l'écoulement des phases liquide et gazeuse au sein de l'empilage.

Le modèle hydrodynamique proposé par Billet est un modèle d'écoulement en canaux, qui entre dans la catégorie des modèles basés sur une description déterministe des phénomènes hydrodynamiques intervenant dans une colonne à garnissage (cf. Introduction, paragraphe 5). Ce modèle, ainsi que les hypothèses sur lesquelles il est basé, sont succinctement décrits dans le paragraphe 4.5.a. Dans les paragraphes suivants (4.5.b. et 4.5.c.), les valeurs de rétention obtenues sur base des images tomographiques sont comparées à celles calculées grâce au modèle hydrodynamique proposé par Billet. Enfin, le paragraphe 4.5.d. a pour objet de discuter de la validité des hypothèses sur lesquelles repose le modèle d'écoulement en canaux.

Description du modèle hydrodynamique

Représentation de l'empilage et hypothèses de base

Le modèle proposé par Billet (1995, pp.73-76) décrit le volume de vide présent dans le lit fixe et à travers lequel s'effectue l'écoulement des fluides comme un ensemble de canaux verticaux. La phase liquide est supposée s'écouler sous forme de films le long des parois de ces canaux, dont les caractéristiques géométriques sont uniquement dictées par la fraction de vide effective existant dans le lit et par la surface spécifique a (exprimée en $\text{m}^2_{\text{empilage}}/\text{m}^3_{\text{lit}}$) de l'empilage utilisé.

D'un point de vue hydrodynamique, la fraction de vide effective du lit correspond à l'ensemble des canaux verticaux dans lesquels un liquide de masse volumique ρ_L et de viscosité μ_L peut s'écouler sous la forme d'un film d'épaisseur s_0 , avec une vitesse interstitielle moyenne égale à \bar{u}_L , cet écoulement de liquide

s'effectuant à contre-courant d'un flux de gaz ou de vapeur dont la vitesse interstitielle moyenne est égale à \bar{u}_G .



Figure V.22 : Equilibre des forces au sein de l'écoulement gaz - liquide existant dans un des canaux du lit fixe.

Si l'écoulement peut être considéré comme stationnaire et si les forces d'inertie peuvent être négligées, on peut supposer qu'en tout point du film liquide situé à une distance quelconque s de la paroi, les forces de gravité sont en équilibre avec les forces de cisaillement et que les forces de frottement exercées par l'écoulement du gaz, de masse volumique ρ_G , n'agissent qu'à la surface du film liquide (figure V.22). Dans ces conditions, l'équilibre des forces en un point quelconque situé à une distance s de la paroi dans un film liquide dont l'épaisseur totale vaut s_0 , peut être décrit par l'équation suivante :

$$\frac{d\left(\mu_L \frac{d\bar{u}_{L,s}}{ds}\right)}{ds} = -\rho_L g,$$

dans laquelle on a évidemment : $0 \leq s \leq s_0$.

L'intégration de cette équation permet d'obtenir l'expression de la vitesse interstitielle du liquide $\bar{u}_{L,s}$ en fonction de sa viscosité μ_L et de sa masse volumique ρ_L :

$$\bar{u}_{L,s} = K s - \frac{s^2}{2} \frac{\rho_L g}{\mu_L}.$$

La valeur de la constante d'intégration K est obtenue en tenant compte du fait qu'à l'interface ($s = s_0$), les forces de cisaillement existant au sein de la phase liquide sont en équilibre avec les forces de cisaillement existant au sein de la phase gazeuse. On a donc :

$$\mu_L \left(\frac{d\bar{u}_{L,s}}{ds} \right)_{s=s_0} = -s_0 \rho_L g + \mu_L K = -\xi \frac{\bar{u}_G^2}{2} \rho_G .$$

Théoriquement, cette expression n'est valable que dans le cas où les deux phases s'écoulent verticalement et où l'écoulement de la phase liquide est strictement laminaire. Cependant, l'introduction d'un "facteur de résistance" ξ variable, permet de tenir compte de la géométrie particulière de l'empilage et donc de celle des canaux d'écoulement, ainsi que d'une éventuelle transition entre le régime d'écoulement laminaire et le régime d'écoulement turbulent dans la phase liquide (Billet, 1995, pp.76-82).

L'expression de la vitesse locale du liquide $\bar{u}_{L,s}$ est alors obtenue en remplaçant la constante K par sa valeur :

$$\bar{u}_{L,s} = \left(\frac{\rho_L g}{\mu_L} s_0 - \frac{\xi}{\mu_L} \frac{\bar{u}_G^2}{2} \rho_G - \frac{\rho_L g s}{\mu_L} \right) s.$$

La valeur moyenne \bar{u}_L de la vitesse du liquide dans le film peut être obtenue en intégrant $\bar{u}_{L,s}$ sur toute l'épaisseur s_0 du film liquide :

$$\bar{u}_L = \frac{1}{s_0} \int_0^{s_0} \bar{u}_{L,s} ds = \frac{s_0}{\mu_L} \left(\frac{1}{3} g s_0 \rho_L - \frac{1}{4} \xi \bar{u}_G^2 \rho_G \right).$$

Si l'empilage est mouillé de manière uniforme, l'épaisseur théorique s_0 des films de liquide peut être calculée à partir des valeurs de la surface spécifique a de l'empilage et de la rétention de liquide h_L à l'intérieur du lit fixe. On a :

$$s_0 = \frac{h_L}{a}.$$

La vitesse interstitielle moyenne \bar{u}_L du liquide dans les films est reliée à la vitesse superficielle u_L par l'égalité :

$$\bar{u}_L = \frac{u_L}{s_0 a}.$$

De même, pour la phase gazeuse, on a la relation suivante entre la vitesse interstitielle moyenne \bar{u}_G dans les canaux d'écoulement et la vitesse superficielle u_G :

$$\bar{u}_G = \frac{u_G}{\varepsilon - h_L},$$

dans laquelle ε est la fraction de vide existant dans le lit fixe.

Si on remplace s_0 , \bar{u}_L et \bar{u}_G par leurs expressions respectives, on obtient :

$$a^2 \mu_L u_L = h_L^3 \left(\frac{g}{3} \rho_L - \frac{\xi}{4} \frac{a}{h_L (\varepsilon - h_L)^2} u_G^2 \rho_G \right),$$

ce qui permet d'obtenir l'expression de la rétention de liquide dans le lit :

$$h_L = \left(\frac{a^2 \mu_L u_L}{\frac{g}{3} \rho_L - \frac{\xi}{4} \frac{a}{h_L (\varepsilon - h_L)^2} u_G^2 \rho_G} \right)^{1/3}.$$

Cette relation est basée sur l'hypothèse simplificatrice que la fraction de vide effective du lit fixe peut être représentée par un ensemble de canaux verticaux, dans lesquels le liquide s'écoule en régime laminaire sous forme de films le long des parois, à contre-courant d'un flux ascendant de gaz.

Afin de décrire l'écoulement du liquide de manière plus réaliste, il importe de tenir compte du fait qu'aux débits de liquide habituellement rencontrés, seule une fraction de la surface de l'empilage est contactée par l'écoulement du liquide. L'épaisseur s_0 des films de liquide doit donc être calculée, non plus en fonction de la surface spécifique a de l'empilage, mais plutôt en fonction de la surface a_h de cet empilage effectivement contactée par le liquide. On a donc :

$$s_0 = \frac{h_L}{a_h}.$$

Dans ce cas, l'expression donnant la valeur h_L de la rétention de liquide, en fonction des vitesses superficielles et des propriétés physico-chimiques des fluides, devient :

$$h_L = \left(\frac{a^2 \mu_L u_L}{\frac{g}{3} \rho_L - \frac{\xi}{4} \frac{a}{h_L (\varepsilon - h_L)^2} u_G^2 \rho_G} \right)^{1/3} \left(\frac{a_h}{a} \right)^{2/3}.$$

Cette expression n'est utilisable pour modéliser la rétention de liquide que si l'on connaît la relation permettant de calculer la valeur du facteur de résistance ξ pour les différentes valeurs des débits de liquide et de gaz. Afin de contourner ce problème, Billet (1995, pp.96-97) propose une nouvelle expression de h_L ne faisant pas intervenir le paramètre ξ et permettant de calculer la rétention de liquide dans toute la zone de conditions opératoires située en dessous du point de charge.

Valeurs de la rétention de liquide en dessous du point de charge

Dans toute la zone de conditions opératoires située en dessous du point de charge, c'est-à-dire pour lesquelles les interactions entre le gaz et le liquide sont purement géométriques (cf. Introduction), les mesures effectuées par Billet (1995, pp.62-65), montrent que la vitesse superficielle du gaz u_G n'a qu'une influence négligeable sur la valeur de la rétention de liquide, la valeur de h_L ne dépend que de

la vitesse superficielle du liquide u_L et ne diffère guère de celle mesurée au point de charge.

Au point de charge, c'est-à-dire au moment où le liquide commence à être entraîné par le courant gazeux, la vitesse du liquide à l'interface gaz - liquide est nulle (Billet, 1995, pp.82-84) :

$$(\bar{u}_{L,s})_{s=s_0} = 0.$$

La constante d'intégration K prend alors la valeur :

$$K = \frac{1}{2} \frac{\rho_L g}{\mu_L} s_0$$

et les expressions de $\bar{u}_{L,s}$ et \bar{u}_L deviennent respectivement

$$\bar{u}_{L,s} = \frac{1}{2} \frac{\rho_L g}{\mu_L} s (s_0 - s)$$

et

$$\bar{u}_L = \frac{1}{s_0} \int_0^{s_0} \bar{u}_{L,s} ds = \frac{1}{12} \frac{\rho_L g}{\mu_L} s_0^2.$$

Si on remplace s_0 par sa valeur et qu'on introduit la correction $\left(\frac{a_h}{a}\right)$ tenant compte du mouillage imparfait de l'empilage, on obtient l'expression suivante pour la rétention de liquide h_L :

$$h_L = \left(12 \frac{\mu_L a^2 u_L}{\rho_L g}\right)^{1/3} \left(\frac{a_h}{a}\right)^{2/3}.$$

Cette expression est valable dans toute la zone de conditions opératoires située en dessous du point de charge

La valeur du rapport $\left(\frac{a_h}{a}\right)$ dépend de la vitesse superficielle et des propriétés physico-chimiques du liquide, ainsi que des caractéristiques géométriques de l'empilage utilisé. Les études expérimentales menées par Billet lui ont permis de montrer que $\left(\frac{a_h}{a}\right)$ dépendait du nombre de Reynolds, défini par $Re_L = \frac{u_L \rho_L}{a \mu_L}$,

ainsi que du nombre de Froude, défini par $Fr_L = \frac{u_L^2 a}{g}$. Il a établi les deux relations suivantes sur base des résultats expérimentaux obtenus (Billet, 1995, pp.62-66). Chacune d'elles correspond à une gamme donnée de valeurs du nombre de Reynolds :

$$\left(\frac{a_h}{a}\right)_{Re_L < 5} = C_h Re_L^{0.15} Fr_L^{0.1}$$

$$\left(\frac{a_h}{a}\right)_{Re_L \geq 5} = 0.85 C_h Re_L^{0.25} Fr_L^{0.1}$$

C_h est une constante empirique, dont la valeur dépend exclusivement des caractéristiques géométriques de l'empilage utilisé.

Comparaison des valeurs de rétention mesurées par tomographie sur un lit fixe constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A avec les valeurs prédites par le modèle hydrodynamique de Billet

La valeur du paramètre C_h a pu être évaluée grâce à un ajustement du modèle par rapport aux valeurs moyennes des rétentions mesurées par tomographie sur un lit fixe constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A. La valeur ajustée de C_h est égale à 0.46 ± 0.02 , ce qui est très proche des valeurs calculées par Billet pour des empilages en plastique de formes similaires (Billet, 1995, pp.98-99).

Suite à cet ajustement paramétrique, la racine carrée du carré moyen des écarts (r.m.s.) entre les valeurs calculées et les valeurs mesurées de la rétention prend une valeur égale à 0.0032, c'est-à-dire 0.32%. Cette valeur très faible montre que les valeurs de rétention obtenues expérimentalement par tomographie sont très proches de celles prédites par le modèle hydrodynamique considéré. Ce très bon accord est illustré par la figure V.21 sur laquelle on voit que la courbe relative au modèle ne présente que des écarts minimes par rapport aux valeurs expérimentales.

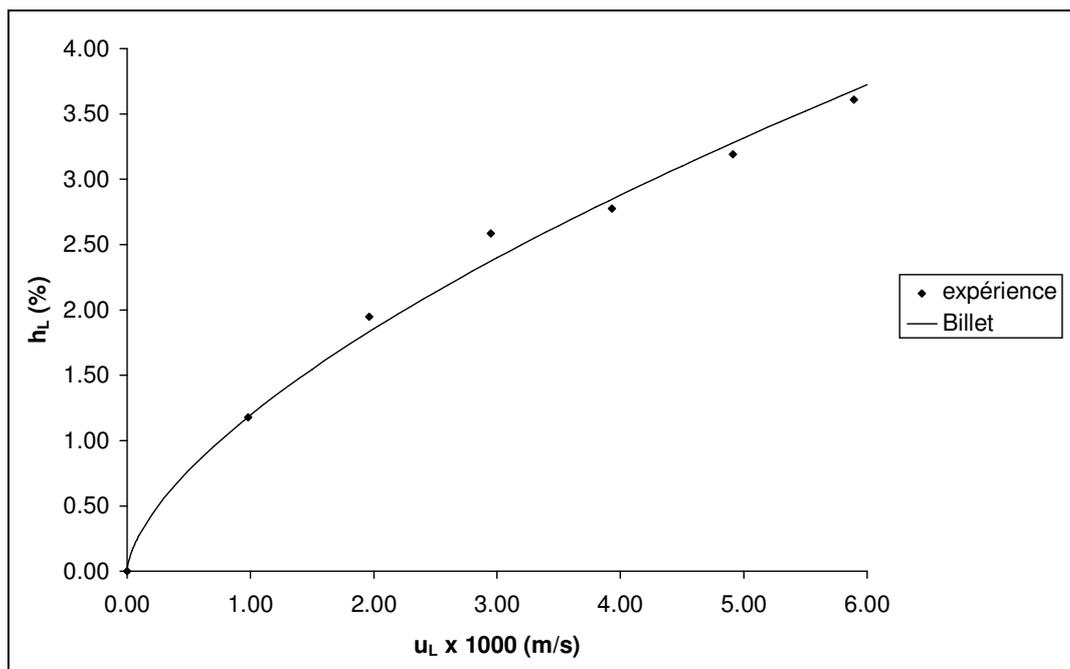


Figure V.23 : Comparaison des valeurs de rétention mesurées par tomographie sur un lit fixe constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A avec les valeurs prédites par le modèle hydrodynamique de Billet.

Comparaison des valeurs de rétention mesurées par tomographie sur un lit fixe constitué d'éléments d'Etapak 210 avec les valeurs prédites par le modèle hydrodynamique de Billet

La valeur du paramètre C_h du modèle de Billet a également été ajustée par rapport aux valeurs moyennes de rétention mesurées par tomographie sur un lit fixe constitué d'éléments d'Etapak 210 : elle vaut 0.85 ± 0.03 . Tout comme dans le cas précédent, cette valeur de C_h est tout à fait comparable aux valeurs calculées par Billet pour des empilages en plastique de formes similaires (Billet, 1995, pp.98-99).

La valeur de la racine carrée du carré moyen des résidus (r.m.s.) est très faible : elle vaut 0.15%, ce qui atteste du très bon accord existant entre les valeurs mesurées par tomographie et les valeurs prédites par le modèle hydrodynamique considéré. La figure V.22 illustre le très faible écart existant entre les valeurs calculées et les valeurs mesurées de la rétention de liquide dans un empilage d'éléments d'Etapak 210.

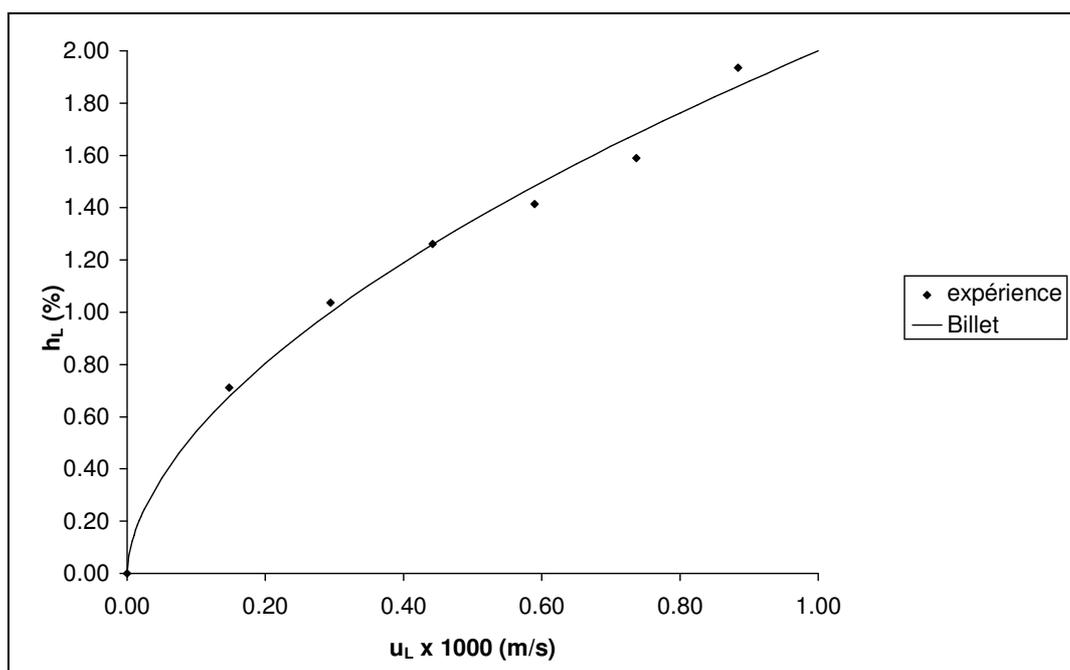


Figure V.24 : Comparaison des valeurs de rétention mesurées par tomographie sur un lit fixe constitué d'éléments d'Etapak 210 avec les valeurs prédites par le modèle hydrodynamique de Billet.

Validité des hypothèses de base du modèle hydrodynamique proposé par Billet

Le modèle proposé par Billet est principalement basé sur l'hypothèse que l'écoulement des phases fluides au sein du garnissage peut être assimilé à un écoulement laminaire de liquide s'effectuant à contre-courant d'un courant ascendant de gaz, dans des canaux cylindriques verticaux. Cette analogie entre un écoulement en conduite et un écoulement dans un lit fixe constitué d'éléments d'empilage n'est valable que dans l'hypothèse où l'écoulement de la phase liquide est laminaire. Or les débits de liquide et de gaz habituellement rencontrés dans les colonnes à garnissage sont tels que l'écoulement du liquide n'y est jamais (ou presque) parfaitement laminaire et présente un certain degré de turbulence. C'est la raison pour laquelle il est nécessaire d'introduire des expressions de $\left(\frac{a_h}{a}\right)$ différentes selon que le nombre de Reynolds est inférieur ou supérieur à une valeur limite, traduisant la présence de deux régimes hydrodynamiques distincts.

L'existence d'un certain degré de turbulence au sein de l'écoulement sera d'ailleurs démontrée au paragraphe 5.

Le modèle d'écoulement en canaux proposé par Billet, même s'il permet de rendre compte de l'évolution de grandeurs macroscopiques, comme la rétention de liquide au sein d'un lit fixe, n'est donc pas parfaitement fiable puisqu'il est basé sur une analogie qui n'est valable que dans une fraction assez restreinte de la gamme de conditions opératoires.

Cet état de chose est partiellement dû au fait que pour modéliser de manière déterministe les phénomènes hydrodynamiques complexes intervenant au sein d'une colonne à garnissage parcourue par une ou plusieurs phases fluides, il est indispensable de poser un certain nombre d'hypothèses permettant de simplifier la description des écoulements. Les modèles établis sur base de ces hypothèses ne sont évidemment valables que dans une plage limitée de conditions opératoires pour lesquelles les hypothèses sont valides. Cependant, la tentation est grande d'étendre l'application de ces modèles à toute la gamme des débits de liquide et de gaz, ce qui conduit à une situation semblable à celle évoquée ci-dessus.

Une manière d'éviter les erreurs inhérentes à toute simplification est de considérer que les phénomènes hydrodynamiques qui régissent les écoulements dans des colonnes à garnissage sont tellement complexes qu'il est préférable de renoncer à les décrire de manière détaillée et de les considérer comme des variables aléatoires, pouvant être décrites par une approche probabiliste. C'est sur cette approche qu'est basé le modèle hydrodynamique, appelé "modèle de mouillage partiel", développé par Crine et Marchot (1981 et articles suivants). Les calculs réalisés au paragraphe 5 montreront que ce modèle permet de tenir compte du caractère turbulent de l'écoulement de la phase liquide.

Approche probabiliste de la description des écoulements dans une colonne à garnissage

Description du modèle de mouillage partiel

Représentation de l'empilage

Dans le modèle de mouillage partiel proposé par Crine et Marchot (1981a et articles suivants), le lit fixe est représenté par un réseau tridimensionnel régulier composé de sites et de liaisons. Les sites du réseau représentent les points de bifurcation, de division et de regroupement des trajectoires d'écoulement du liquide. Ils correspondent aux points de contact entre les particules d'empilage mais aussi aux différentes discontinuités de la géométrie du garnissage qui peuvent modifier les directions d'écoulement. Les liaisons du réseau représentent les éléments de volume qui assurent la connexion entre les points de contact ou de bifurcation (cf. figure V.25).

Le caractère aléatoire de la distribution de l'écoulement du liquide au sein du lit fixe est pris en compte en attribuant à chaque liaison deux propriétés aléatoires binaires, définissant l'accessibilité locale de l'empilage. Ces propriétés aléatoires sont respectivement l'accessibilité statique et l'accessibilité dynamique.

L'accessibilité statique, ε_s , représente la fraction de vide ou la porosité accessible du garnissage. Sa valeur moyenne et sa distribution dans l'espace résultent des contraintes géométriques agissant sur la distribution de l'écoulement liquide (géométrie des éléments d'empilage, influence du distributeur, ...). L'écart éventuel entre cette porosité accessible et la porosité totale résulte d'obstructions ou d'effets "parapluie" qui rendent inaccessibles certaines zones vides de l'empilage.

L'accessibilité dynamique, ε_d , est une mesure de l'efficacité de mouillage. Elle représente la fraction de la surface géométriquement accessible de l'empilage qui est effectivement irriguée par le liquide. Elle résulte des interactions mécaniques

locales entre le gaz, le liquide et le solide, qui déterminent une valeur minimum du débit liquide en dessous de laquelle le liquide n'a pas suffisamment d'énergie pour mouiller le solide et former un écoulement stable.

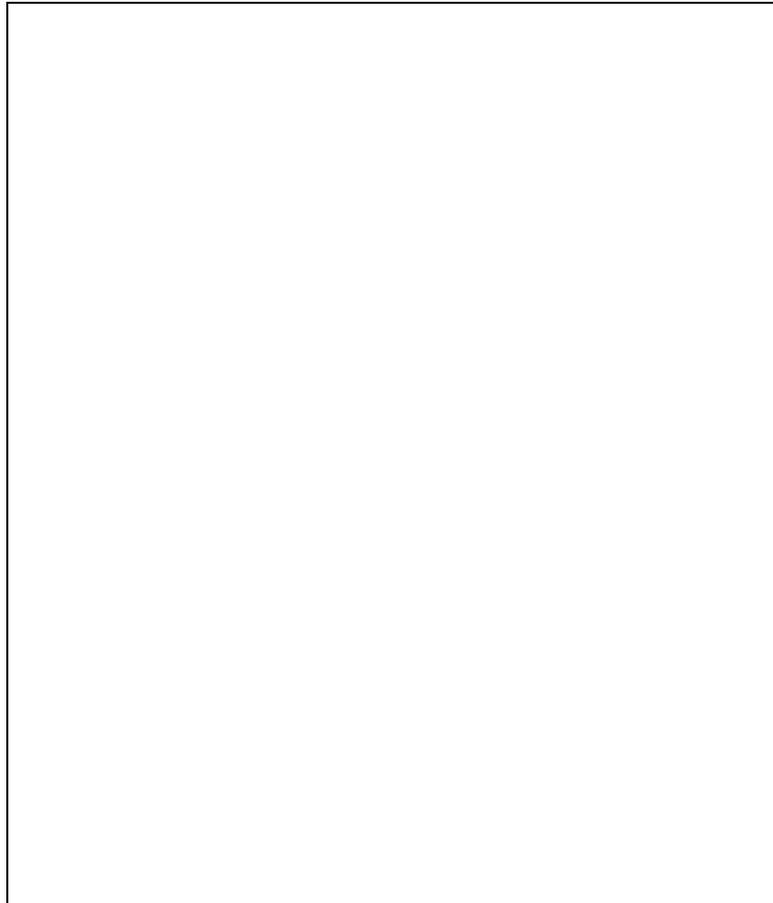


Figure V.25 : Correspondance entre les éléments de volume de l'empilage et les éléments du réseau (Crine, 1988).

Loi de distribution des vitesses locales du liquide

La loi de distribution des vitesses du liquide au sein des zones statiquement accessibles du réseau est obtenue par application du principe d'entropie maximum. En recherchant la loi de distribution qui maximalise l'entropie associée à cette distribution, tout en respectant un certain nombre de contraintes (gamme des valeurs prises par les débits locaux et valeur moyenne de ces débits locaux), on obtient la loi de distribution suivante :

$$p(u_{L,i}) = \varepsilon_s \frac{u_{L,\min}}{u_L + \varepsilon_s u_{L,\min}} \left(\frac{u_L}{u_L + \varepsilon_s u_{L,\min}} \right)^{\frac{u_{L,i}}{u_{L,\min}}} \quad \text{pour } u_{L,i} > u_{L,\min}$$

$$p(u_{L,i}) = (1 - \varepsilon_s) + \varepsilon_s \frac{u_{L,\min}}{u_L + \varepsilon_s u_{L,\min}} \left(\frac{u_L}{u_L + \varepsilon_s u_{L,\min}} \right)^{\frac{u_{L,i}}{u_{L,\min}}} \quad \text{pour } u_{L,i} = 0$$

dans laquelle :

- u_L est la vitesse superficielle du liquide,
- $u_{L,\min}$ est la vitesse minimum du liquide en dessous de laquelle le liquide n'a plus suffisamment d'énergie pour mouiller la surface du solide. Elle définit la mouillabilité du solide, c'est-à-dire la facilité avec laquelle ce dernier peut être mouillé : à de faibles valeurs de $u_{L,\min}$ correspondent des mouillabilités élevées.
- $u_{L,i}$ est la vitesse locale du liquide, qui peut théoriquement prendre des valeurs allant de zéro à l'infini.

Il s'agit d'une loi de distribution discrète, dans laquelle la largeur des classes est égale à $u_{L,\min}$. L'intégration de cette loi de distribution des vitesses permet de déterminer la fraction de l'empilage statiquement accessible qui est effectivement contactée par l'écoulement du liquide, c'est-à-dire la valeur macroscopique de l'accessibilité dynamique ε_d , ou encore l'efficacité de mouillage f_w . On a :

$$f_w = \frac{u_L}{u_L + \varepsilon_s u_{L,\min}}.$$

Rétention locale de liquide

A condition de travailler dans la zone de conditions opératoires pour lesquelles les interactions entre la phase liquide et la phase gazeuse restent faibles (régime d'interactions géométriques), il est possible de décrire l'écoulement simultané d'un gaz et d'un liquide dans un milieu poreux grâce à une version modifiée de l'équation d'Ergun, dans laquelle la fraction de vide de l'empilage doit simplement être remplacée par les fractions de volume occupées par les phases mobiles (Rao et Drinkenburg, 1985). Dans le cas de la phase liquide, la valeur locale

de rétention dynamique de liquide h_L doit donc être substituée à la fraction de vide ε . On obtient alors l'équation suivante, qui décrit complètement l'hydrodynamique à l'échelle locale si le débit de gaz est nul :

$$\psi_L = \frac{-dP_L / dx + \rho_L g}{\rho_L g} = \left[A \frac{(1-h_L)^2}{h_L^3} \frac{\text{Re}_L}{\text{Ga}_L} + B \frac{(1-h_L)}{h_L^3} \frac{\text{Re}_L^2}{\text{Ga}_L} \right].$$

Dans cette expression,

- ψ_L est la perte de charge normée, incluant les effets de la gravité,
- P_L est la pression dans la phase liquide,
- A et B sont les constantes de l'équation d'Ergun de l'empilage considéré,
- Re_L est le nombre de Reynolds : $\text{Re}_L = \frac{d_p \rho_L u_L}{\mu_L} = \frac{6 \rho_L u_L}{a \mu_L}$,
- Ga_L est le nombre de Galilée : $\text{Ga}_L = \frac{d_p^3 \rho_L^2 g}{\mu_L^2} = \frac{6^3 \rho_L^2 g}{a^3 \mu_L^2}$.

Les valeurs de A et de B généralement adoptées pour les empilages de colonnes d'absorption qui, comme l'Etapak 210 et le Cascade Mini-Ring 1A, présentent des valeurs de porosité relativement élevées, sont respectivement égales à 90 et à 1.1 (Crine, 1988).

L'équation ci-dessus peut être réécrite de la manière suivante :

$$\psi_L = \frac{(1-h_L)}{h_L^3} \frac{\text{Re}_L}{\text{Ga}_L} [A(1-h_L) + B \text{Re}_L].$$

Lorsque le débit de gaz est nul, la perte de charge au sein de la colonne est égale à la hauteur manométrique, de sorte que la perte de charge normée ψ_L est constante et égale à 1. Si on tient compte du fait que la rétention de liquide reste très faible ($h_L \ll 1$), l'expression ci-dessus devient :

$$\psi_L = \frac{1}{h_L^3} \frac{\text{Re}_L}{\text{Ga}_L} [A + B \text{Re}_L] = 1.$$

Si dans cette équation, le terme $[A + B Re_L]$ est approximé par une loi de puissance du type $[C Re_L^n]$, la valeur de la rétention de liquide locale peut être exprimée en fonction du nombre de Reynolds :

$$h_L = C^{1/3} \psi_L^{-1/3} Ga_L^{-1/3} Re_L^{\frac{n+1}{3}} .$$

Les valeurs respectives de C et de n dépendront évidemment de l'empilage utilisé, mais surtout de la gamme des débits de liquide considérés. Aux débits les plus faibles, l'écoulement du liquide sera principalement laminaire, ce sera le premier terme de la somme ($[A]$) qui prévaudra et n prendra une valeur proche de 0. Aux débits plus élevés, par contre, l'écoulement du liquide deviendra turbulent, le second terme de la somme ($[B Re_L]$) deviendra prépondérant et n tendra vers une valeur proche de 1.

Dans le cas d'un empilage constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A et parcouru par un débit de liquide variant entre 1000 et 6000 l/h (Re_L compris entre 30 et 190), on obtient les valeurs suivantes pour C et n : $C = 20.0$ et $n = 0.5$. Les valeurs obtenues pour un empilage constitué d'éléments d'Etapak 210 et parcouru par un débit de liquide variant entre 150 et 900 l/h (Re_L compris entre 4 et 24) sont, quant à elles, égales à : $C = 77.2$ et $n = 0.1$. Les figures V.26 et V.27 montrent que les lois de puissance ainsi ajustées sont tout à fait similaires à l'équation d'Ergun, à condition évidemment de rester dans la gamme des nombres de Reynolds pour lesquels l'ajustement a été réalisé.

Les valeurs de n ajustées pour chacun des deux empilages donnent des indications quant aux régimes d'écoulement rencontrés dans ces garnissages, lorsqu'ils sont traversés par les débits de liquide utilisés dans ce travail. Ainsi, une valeur de n égale à 0.5 calculée dans le cas de la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A montre que l'écoulement dans cet empilage ne peut en aucun cas être assimilé à un écoulement laminaire. Dans le cas de l'empilage constitué

d'éléments d'Etapak 210, par contre, la valeur de n ne différant que très peu de 0, l'erreur commise en supposant un écoulement laminaire n'est pas très importante.

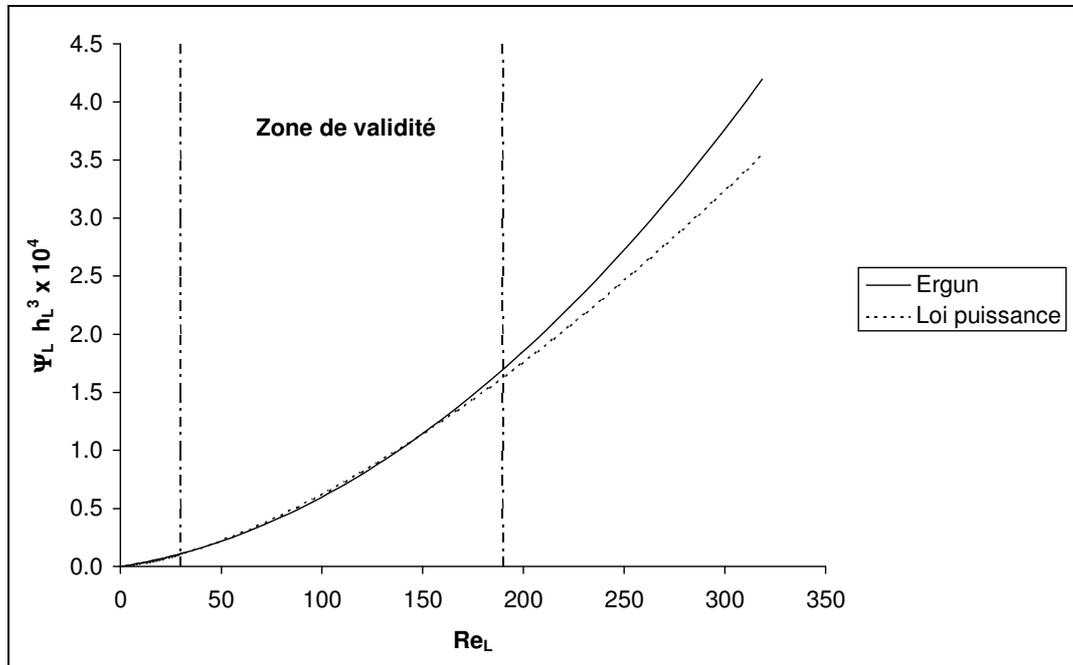


Figure V.26 : Approximation de l'équation d'Ergun par une loi de puissance dans le cas d'un empilage constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A.

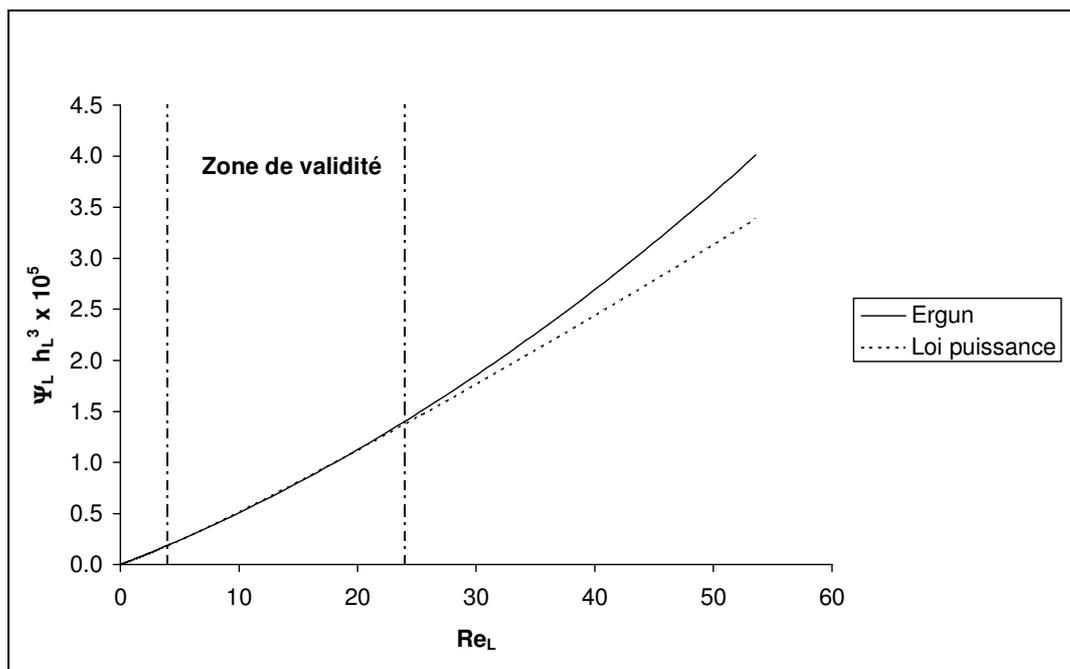


Figure V.27 : Approximation de l'équation d'Ergun par une loi de puissance dans le cas d'un empilage constitué d'éléments d'Etapak 210.

Rétention globale de liquide

La valeur de la rétention dynamique globale h_L est obtenue en intégrant, sur l'ensemble du lit, les valeurs des rétentions locales calculées grâce à l'équation d'Ergun modifiée et pondérées par la loi de distribution des vitesses. On obtient alors (Crine, 1988) :

$$h_L = \varepsilon_s C^{1/3} \psi_L^{-1/3} Ga_L^{-1/3} Re_L^{\frac{n+1}{3}} \left(\frac{Re_L}{Re_L + \varepsilon_s Re_{L,\min}} \right)^{1 - \frac{n+1}{3}},$$

ou encore

$$h_L = \varepsilon_s C^{1/3} \psi_L^{-1/3} Ga_L^{-1/3} \left(\frac{6 \rho_L}{a \mu_L} \right)^{\frac{n+1}{3}} (u_L)^{\frac{n+1}{3}} \left(\frac{u_L}{u_L + \varepsilon_s u_{L,\min}} \right)^{1 - \frac{n+1}{3}},$$

qui peut se ramener à :

$$h_L = k \varepsilon_s \frac{u_L^{\frac{n+1}{3}}}{f_w^{1 - \frac{n+1}{3}}},$$

dans laquelle k est une constante regroupant toutes les autres constantes.

Rétention globale de liquide calculée grâce au modèle de mouillage partiel

Pour chacun des deux type d'empilages (Cascade Mini-Ring 1A et Etapak 210), les valeurs des groupes de paramètres $k \varepsilon_s$ et $\varepsilon_s u_{L,\min}$ ont été ajustées par rapport aux valeurs expérimentales, avant d'être introduites dans la corrélation permettant de calculer la rétention globale de liquide.

Calcul de la rétention globale de liquide dans un lit fixe constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A

Dans le cas d'un empilage constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A et parcouru par un débit de liquide variant entre 1000 et 6000 l/h, l'expression permettant de calculer les valeurs de la rétention globale de liquide h_L devient :

$$h_L = k \varepsilon_s u_L^{\frac{0.5+1}{3}} f_w^{1-\frac{0.5+1}{3}} = k \varepsilon_s u_L^{0.5} \left(\frac{u_L}{u_L + \varepsilon_s u_{L,\min}} \right)^{0.5} .$$

L'ajustement des valeurs de $k \varepsilon_s$ et de $\varepsilon_s u_{L,\min}$, par rapport aux valeurs moyennes des rétentions de liquide mesurées sur l'ensemble de la colonne a conduit aux résultats suivants : $k \varepsilon_s = 0.49 \pm 0.02 \text{ s}^{1/2} \cdot \text{m}^{-1/2}$

$$\varepsilon_s u_{L,\min} = 5.1 \cdot 10^{-4} \pm 3.9 \cdot 10^{-4} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1} .$$

La figure V.28 montre que les valeurs de rétention de liquide calculées grâce à la corrélation obtenue en introduisant ces valeurs de paramètres dans l'expression de h_L sont en très bon accord avec les résultats expérimentaux. La racine carrée du carré moyen des écarts (r.m.s.) entre les valeurs mesurées et les valeurs calculées de la rétention globale est égale à 0.0032 (0.32%).

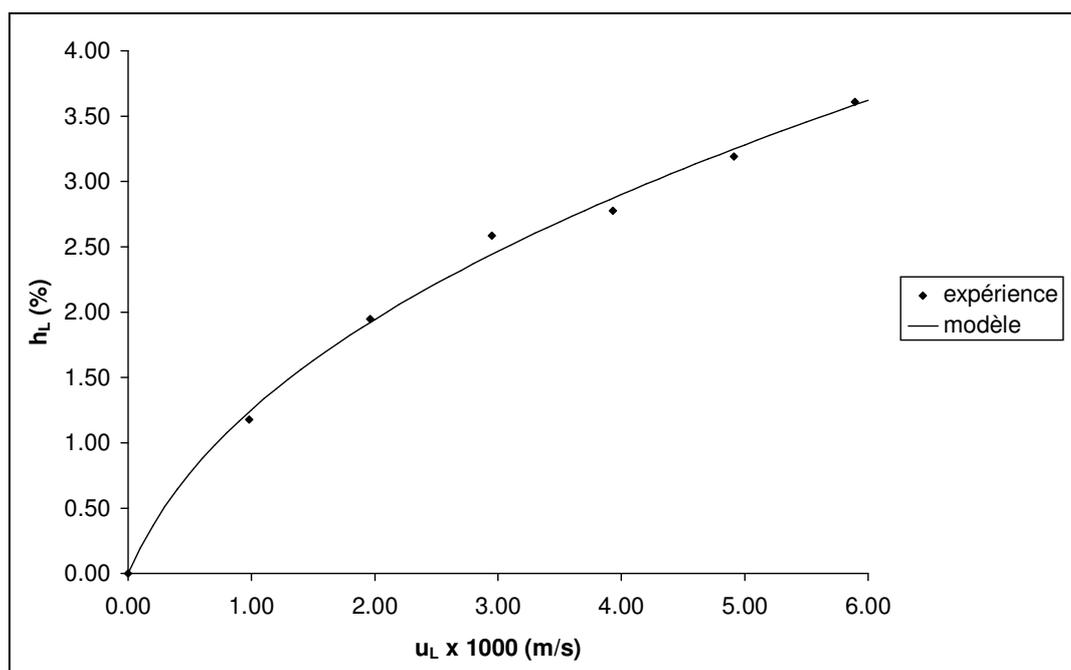


Figure V.28 : Comparaison des valeurs de rétention mesurées par tomographie sur un lit fixe constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A avec les valeurs prédites par le modèle de mouillage partiel.

Les valeurs des groupes de paramètres $k \varepsilon_s$ et $\varepsilon_s u_{L,\min}$ évoquées ci-dessus sont issues d'un ajustement par rapport à des valeurs globales de la rétention de liquide, c'est-à-dire à des valeurs moyennes calculées sur l'ensemble de la colonne à garnissage. L'analyse des valeurs de rétention mesurées sur différentes sections droites de la colonne a montré (paragraphe 4.3.a, figure V.16) que les valeurs de rétention étaient d'autant plus élevées que la section analysée était loin du distributeur. L'ajustement des paramètres par rapport aux valeurs de rétention mesurées dans chacune des sections considérées permettrait de mieux cerner l'influence de la hauteur d'empilage traversée par le liquide sur la rétention de liquide.

Le tableau V.4 reprend les valeurs des groupes de paramètres $k \varepsilon_s$ et $\varepsilon_s u_{L,\min}$, ajustées par rapport aux valeurs de rétention de liquide mesurées dans différentes sections droites de la colonne à garnissage, tandis que la figure V.29 montre que l'accord entre les valeurs mesurées et les valeurs calculées de la rétention de liquide dans les sections droites pour lesquelles les différents

ajustements ont été réalisés est relativement bon, malgré le nombre relativement faible de points expérimentaux.

Tableau V.4 : Valeurs ajustées des paramètres permettant de modéliser la rétention globale de liquide dans différentes sections droites de la colonne à garnissage remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A.

Distance du distributeur (mm)	$k \varepsilon_s$ ($s^{1/2} \cdot m^{-1/2}$)	$\varepsilon_s U_{L, min}$ ($m \cdot s^{-1}$)
200	0.39 ± 0.02	$2.5 \cdot 10^{-4} \pm 4.2 \cdot 10^{-4}$
400	0.44 ± 0.01	$3.0 \cdot 10^{-4} \pm 2.1 \cdot 10^{-4}$
600	0.55 ± 0.03	$11.7 \cdot 10^{-4} \pm 4.6 \cdot 10^{-4}$
800	0.47 ± 0.03	$1.2 \cdot 10^{-4} \pm 3.2 \cdot 10^{-4}$
1000	0.61 ± 0.04	$12.5 \cdot 10^{-4} \pm 7.3 \cdot 10^{-4}$
moyenne	0.49	$6.2 \cdot 10^{-4}$

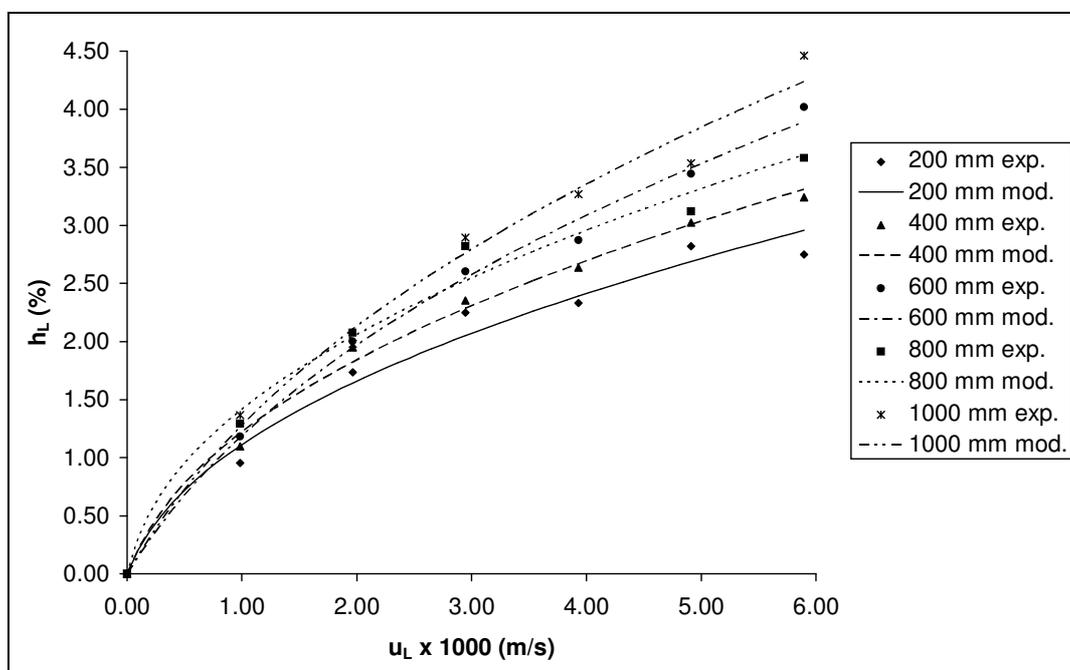


Figure V.29 : Comparaison des valeurs de rétention mesurées par tomographie dans différentes sections d'un lit fixe constitué d'éléments

de Cascade Mini-Ring 1A avec les valeurs prédites par le modèle de mouillage partiel.

L'examen des valeurs reprises au tableau V.4 montre que la valeur moyenne des paramètres ajustés section droite par section droite est très proche des paramètres ajustés par rapport aux valeurs globales de la rétention de liquide, ce qui est tout à fait logique. Il montre également que les paramètres $k \varepsilon_s$ et $\varepsilon_s u_{L,\min}$ sont d'autant plus grands que la distance par rapport au distributeur est importante. Les valeurs des grandeurs k et $u_{L,\min}$ ne dépendant que des propriétés de l'empilage et du liquide, cette évolution ne peut provenir que d'une variation de l'accessibilité statique ε_s au sein du lit, qui augmenterait au fur et à mesure que l'on s'éloigne du sommet de la colonne. Crine et al. (1991) ont déjà évoqué cette possibilité de rendre compte de l'influence du distributeur par une évolution de la valeur de l'accessibilité statique ε_s en fonction de la hauteur d'empilage traversée par le liquide. Pour ce faire, il propose un modèle, basé sur un mécanisme de relaxation, permettant de décrire l'évolution de l'accessibilité statique, ε_s , entre sa valeur initiale, $\varepsilon_{s,0}$, dictée par les propriétés du distributeur et sa valeur d'équilibre, $\varepsilon_{s,\infty}$, atteinte loin du distributeur et dépendant principalement de la géométrie de l'empilage.

Une augmentation de la valeur apparente de l'accessibilité statique ε_s avec la distance par rapport au distributeur permet d'expliquer, au moins partiellement, les observations qualitatives réalisées sur les images de la distribution du liquide (figures V.6 à V.8). En effet, pour un débit de liquide donné, la fraction de surface irriguée dans une section droite donnée de l'empilage est égale au produit de l'accessibilité statique et de l'efficacité de mouillage :

$$\varepsilon_s f_w = \varepsilon_s \frac{u_L}{u_L + \varepsilon_s u_{L,\min}} = \frac{u_L}{\frac{u_L}{\varepsilon_s} + u_{L,\min}}.$$

Cette relation indique que la fraction de surface irriguée est d'autant plus importante que la vitesse superficielle, et donc le débit du liquide sont grands. Elle indique également que plus l'accessibilité statique apparente est grande, donc plus on est éloigné du distributeur, plus la fraction de surface irriguée est importante, ce qui

correspond bien aux observations réalisées. L'influence du débit de liquide sur l'effet du distributeur peut quant à elle s'expliquer par l'importance du terme $\frac{u_L}{\varepsilon_s}$: aux débits plus élevés, l'influence de la valeur de ε_s est plus importante, le rapport $\frac{u_L}{\varepsilon_s}$ prenant une valeur globalement plus grande.

Calcul de la rétention globale de liquide dans un lit fixe constitué d'éléments d'Etapak 210

Tout comme dans le cas de l'empilage constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A, les valeurs des groupes de paramètres $k \varepsilon_s$ et $\varepsilon_s u_{L,\min}$ ont été ajustées par rapport aux valeurs mesurées de la rétention globale de liquide dans une colonne remplie d'éléments d'Etapak 210.

Dans le cas d'un empilage constitué d'éléments d'Etapak 210 et parcouru par un débit de liquide variant entre 150 et 900 l/h, l'expression permettant de calculer h_L devient :

$$h_L = k \varepsilon_s u_L^{\frac{0.1+1}{3}} f_w^{1-\frac{0.1+1}{3}} = k \varepsilon_s u_L^{0.37} \left(\frac{u_L}{u_L + \varepsilon_s u_{L,\min}} \right)^{0.63} .$$

Les valeurs ajustées des paramètres sont les suivantes :

$$\varepsilon_s u_{L,\min} = 1.9 \cdot 10^{-4} \pm 0.7 \cdot 10^{-4} \text{ m.s}^{-1}$$

$$k \varepsilon_s = 2.1 \pm 0.6 \text{ s}^{0.63} \cdot \text{m}^{-0.63} .$$

La figure V.30 montre que l'accord entre les valeurs mesurées et les valeurs calculées de la rétention globale de liquide est tout à fait satisfaisant. La racine carrée du carré moyen des écarts (r.m.s.) entre les valeurs mesurées et les valeurs calculées de la rétention globale est égale à 0.0016 (0.16%).

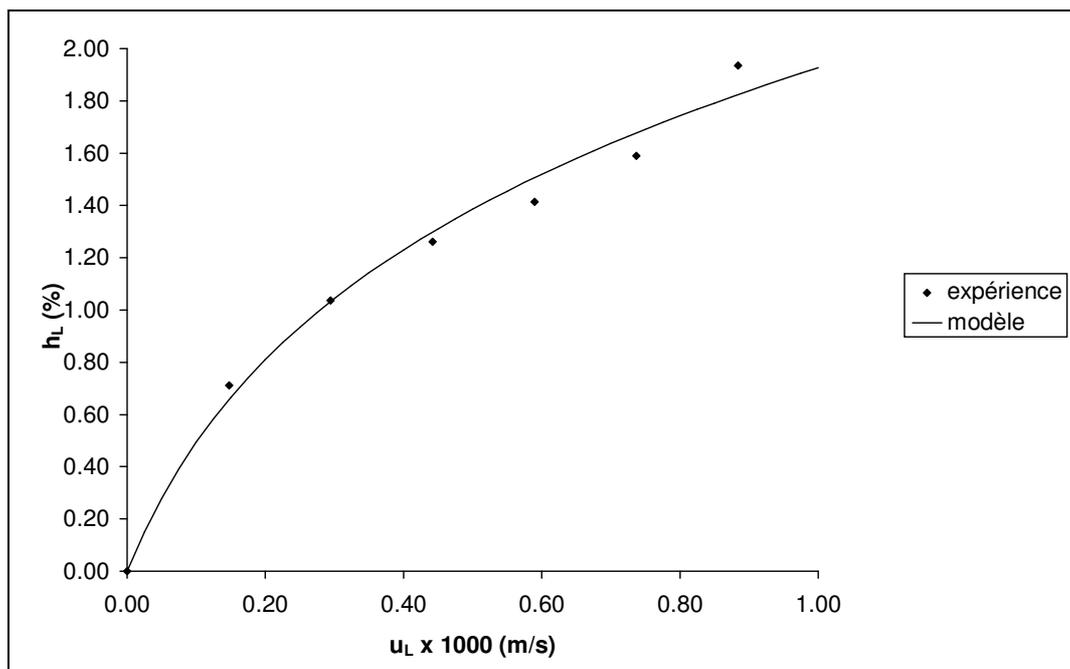


Figure V.30 : Comparaison des valeurs de rétention mesurées par tomographie sur un lit fixe constitué d'éléments d'Etapak 210 avec les valeurs prédites par le modèle de mouillage partiel.

Dans le cas de l'Etapak 210, l'ajustement des valeurs des groupes de paramètres $k \varepsilon_s$ et $\varepsilon_s u_{L,\min}$ section droite par section droite n'a pas été réalisé, car aucune information supplémentaire n'aurait pu être tirée de ces ajustements. En effet, et bien que des fluctuations relativement importantes existent entre les valeurs de la rétention de liquide mesurées à différentes hauteurs dans la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210 (paragraphe 4.2.b, figure V.17), les fluctuations observées ne semblent pouvoir être dues qu'à des erreurs expérimentales, aucune tendance nette ne pouvant être dégagée.

Distribution du liquide à l'échelle locale

Les valeurs de la rétention de liquide mesurées à l'échelle macroscopique (section droite de la colonne) ne fournissent pas suffisamment d'informations pour permettre de déterminer les valeurs individuelles des deux grandeurs composant le produit $\varepsilon_s u_{L,\min}$, à savoir l'accessibilité statique ε_s et la vitesse superficielle minimum $u_{L,\min}$. Pour accéder aux valeurs de ces grandeurs, il faut examiner la

distribution des débits de liquide à l'échelle locale et la comparer à la distribution théorique proposée dans le modèle de mouillage partiel (paragraphe 5.1.b). La comparaison des distributions expérimentale et théorique dans l'ensemble des sections droites radiographiées et pour l'ensemble des débits de liquide utilisés permettra d'évaluer les valeurs individuelles des grandeurs ε_s et $u_{L, min}$.

Ces ajustements ne peuvent pas être réalisés directement sur les images obtenues par tomographie. En effet, le modèle de mouillage partiel et la distribution théorique des débits locaux qui en découle reposent sur l'hypothèse que les débits locaux sont mesurés à une échelle à laquelle les propriétés de l'empilage peuvent être considérées comme statistiquement homogènes. Les valeurs des débits locaux doivent donc être recalculées à l'échelle des cellules élémentaires, dont les caractéristiques ont été définies au chapitre IV (Chap.IV.4). Pour rappel, il a été démontré, sur base de l'analyse de la distribution de la phase solide, que dans un empilage constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A, la taille de la cellule élémentaire était égale à 6 x 6 pixels, tandis que dans un empilage constitué d'éléments d'Etapak 210 la taille de cette cellule élémentaire était égale à 8 x 8 pixels.

Il faut également remarquer que les valeurs des pixels composant les images obtenues par tomographie ne correspondent pas à des valeurs de débits locaux, mais à des valeurs locales de la rétention de liquide. Il est cependant possible de relier les valeurs locales de la rétention de liquide aux valeurs des débits locaux grâce à l'équation d'Ergun modifiée, approximée par une loi de puissance (paragraphe 5.1.c) :

$$h_{L,i} = C^{1/3} \psi_L^{-1/3} Ga_L^{-1/3} Re_{L,i}^{\frac{n+1}{3}} = k' \left(u_{L,i} \right)^{\frac{n+1}{3}},$$

dans laquelle : $h_{L,i}$ est la valeur locale de la rétention de liquide,

$u_{L,i}$ est le débit local de liquide,

$Re_{L,i}$ est le nombre de Reynolds correspondant au débit local de

$$\text{liquide} = \frac{6 \rho_{L,i} u_{L,i}}{a \mu_L}.$$

Pour obtenir les valeurs des débits locaux de liquide, il suffit donc d'appliquer l'opération :

$$u_{L,i} = \frac{1}{k'} \left(h_{L,i} \right)^{\frac{3}{n+1}},$$

à chacune des valeurs mesurées de la rétention locale de liquide.

Pour accéder aux valeurs expérimentales des débits locaux à partir des valeurs des pixels composant les images obtenues par tomographie, deux opérations successives sont donc nécessaires :

1. calculer les valeurs de la rétention de liquide à l'échelle des cellules élémentaires, en effectuant des calculs de moyennes locales,
2. calculer les valeurs des débits locaux à l'échelle de ces mêmes cellules élémentaires grâce à l'équation d'Ergun modifiée.

Distribution des débits locaux dans un empilage constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A

Dans le cas d'un empilage constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A, l'expression reliant les valeurs locales du débit et de la rétention devient :

$$u_{L,i} = \frac{1}{k'} \left(h_{L,i} \right)^{\frac{3}{n+1}} = \frac{1}{k'} \left(h_{L,i} \right)^{\frac{3}{0.5+1}} = \frac{1}{k'} \left(h_{L,i} \right)^2.$$

Après que l'ensemble des valeurs locales de la rétention (moyennées sur des cellules de 6 x 6 pixels) aient été élevées à la puissance 2, la valeur de k' a été ajustée de manière à ce que la somme des débits locaux mesurés dans une section droite soit bien égale au débit total traversant cette section. La figure V.31 montre que pour une valeur de k' égale à 0.84 (et donc $\frac{1}{k'} = 1.19$), le débit total recalculé dans chacune des sections correspond bien au débit de liquide alimenté au sommet de la colonne.

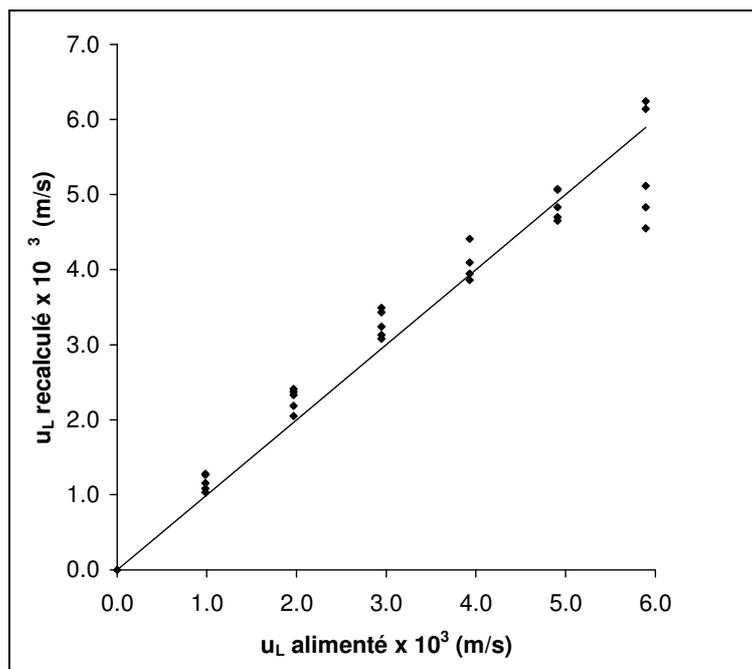


Figure V.31 : Comparaison des valeurs mesurées et recalculées du débit total de liquide traversant les différentes sections radiographiées de la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A.

Les valeurs de l'accessibilité statique ε_s et de la vitesse superficielle minimum $u_{L, \min}$ ont ensuite été ajustées sur l'ensemble des sections analysées, en comparant les distributions expérimentales et théoriques des vitesses locales du liquide dans chacune de ces sections.

Dans une section donnée et donc pour une valeur donnée de ε_s , la loi de distribution théorique est une fonction de la vitesse superficielle globale u_L . Elle est donnée par (paragraphe 5.1.b) :

$$p(u_{L,i}) = \varepsilon_s \frac{u_{L,\min}}{u_L + \varepsilon_s u_{L,\min}} \left(\frac{u_L}{u_L + \varepsilon_s u_{L,\min}} \right)^{\frac{u_{L,i}}{u_{L,\min}}} \quad \text{pour } u_{L,i} > u_{L,\min}$$

$$p(u_{L,i}) = (1 - \varepsilon_s) + \varepsilon_s \frac{u_{L,\min}}{u_L + \varepsilon_s u_{L,\min}} \left(\frac{u_L}{u_L + \varepsilon_s u_{L,\min}} \right)^{\frac{u_{L,i}}{u_{L,\min}}} \quad \text{pour } u_{L,i} = 0$$

L'élaboration des distributions expérimentales comporte deux étapes. Les valeurs des vitesses locales relevées sur chacune des images tomographiques ont tout d'abord été regroupées en "classes de débit" de largeur $u_{L, min}$ (cf. paragraphe 5.1.b.). La probabilité d'apparition de chacune des classes de débit est ensuite évaluée en calculant le rapport du nombre de cellules dans lesquelles cette vitesse a été relevée et du nombre total de cellules présentes dans la section analysée.

Les valeurs de l'accessibilité statique ε_s et de la vitesse superficielle minimum $u_{L, min}$ peuvent alors être calculées par ajustement de la distribution théorique par rapport aux distributions expérimentales obtenues sur les différentes images tomographiques.

Dans une section donnée, les calculs réalisés au paragraphe 5.2 montrent que la valeur de ε_s est d'autant plus élevée que de la distance séparant cette section du distributeur de liquide est grande. L'accessibilité statique ε_s va donc prendre des valeurs différentes selon la section droite considérée. Tout le travail d'ajustement consiste à trouver, pour chacune des sections droites analysées, la valeur de l'accessibilité statique ε_s permettant d'obtenir le meilleur accord possible entre les distributions expérimentales et théoriques pour l'ensemble des débits de liquide utilisés.

Une fois cet ajustement réalisé, la valeur de $u_{L, min}$ peut être calculée de manière à retrouver une valeur moyenne du produit $\varepsilon_s u_{L, min}$ sur l'ensemble de la colonne semblable à celle obtenue au paragraphe 5.2.a., sur base des valeurs globales de la rétention de liquide ($5.1 \cdot 10^{-4}$ m/s ou $6.2 \cdot 10^{-4}$ m/s, selon que le calcul du produit $\varepsilon_s u_{L, min}$ est réalisé sur l'ensemble de la colonne ou section par section).

Le tableau V.5 reprend les valeurs ajustées de ε_s dans plusieurs sections droites situées à différentes hauteurs, et donc à différentes distances du distributeur, dans la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A. La valeur moyenne de ε_s calculée sur l'ensemble de la colonne étant égale à 0.32, une valeur de $u_{L, min}$ égale à 0.00175 m/s permet d'obtenir une valeur moyenne du produit $\varepsilon_s u_{L, min}$

égale à $5.6 \cdot 10^{-4}$ m/s, qui coïncide bien avec les valeurs de ce produit qui avaient été ajustées, au paragraphe 5.2.a, sur base des valeurs globales de la rétention de liquide ($5.1 \cdot 10^{-4}$ m/s ou $6.2 \cdot 10^{-4}$ m/s, selon que l'ajustement est réalisé sur l'ensemble de la colonne ou section par section).

Tableau V.5 : Valeurs ajustées de ε_s dans différentes sections droites d'une colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A.

Distance du distributeur (mm)	ε_s
200	0.25
400	0.30
600	0.33
800	0.34
1000	0.38
moyenne	0.32

Les figures V.32, V.33 et V.34, ainsi que les figures A.V.1 et A.V.2, reprises dans l'annexe V, permettent de comparer les distributions expérimentales et théoriques des valeurs locales de la vitesse du liquide dans différentes sections droites de la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A et pour différents débits de liquide. Les histogrammes repris sur ces figures montrent que l'accord entre les distributions expérimentales et théoriques, bien qu'imparfait, est relativement satisfaisant. Pour l'ensemble des histogrammes relatifs à la distribution des débits locaux dans un empilage constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A, la racine carrée du carré moyen des écarts (r.m.s.) est égal à 0.015.

L'examen des différents histogrammes montre également que, dans chacune des sections et pour l'ensemble des débits analysés, une grande majorité des cellules sont parcourues par un débit inférieur au débit minimum et ne sont donc pas contactées par un écoulement stable de liquide. Cette proportion de cellules présentes dans la première classe diminue cependant lorsque le débit alimenté, et donc la vitesse superficielle moyenne du liquide, augmentent : le liquide possédant, en moyenne, plus d'énergie, il est capable de mouiller une plus grande fraction de l'empilage qui lui est accessible.

La comparaison des différentes figures entre elles montre également que l'importance de la première classe diminue lorsque l'on descend dans la colonne et que l'on s'éloigne du distributeur : l'influence du distributeur diminuant, un plus grand nombre de cellules sont géométriquement accessibles à l'écoulement du liquide et peuvent être parcourues par un écoulement stable du liquide.

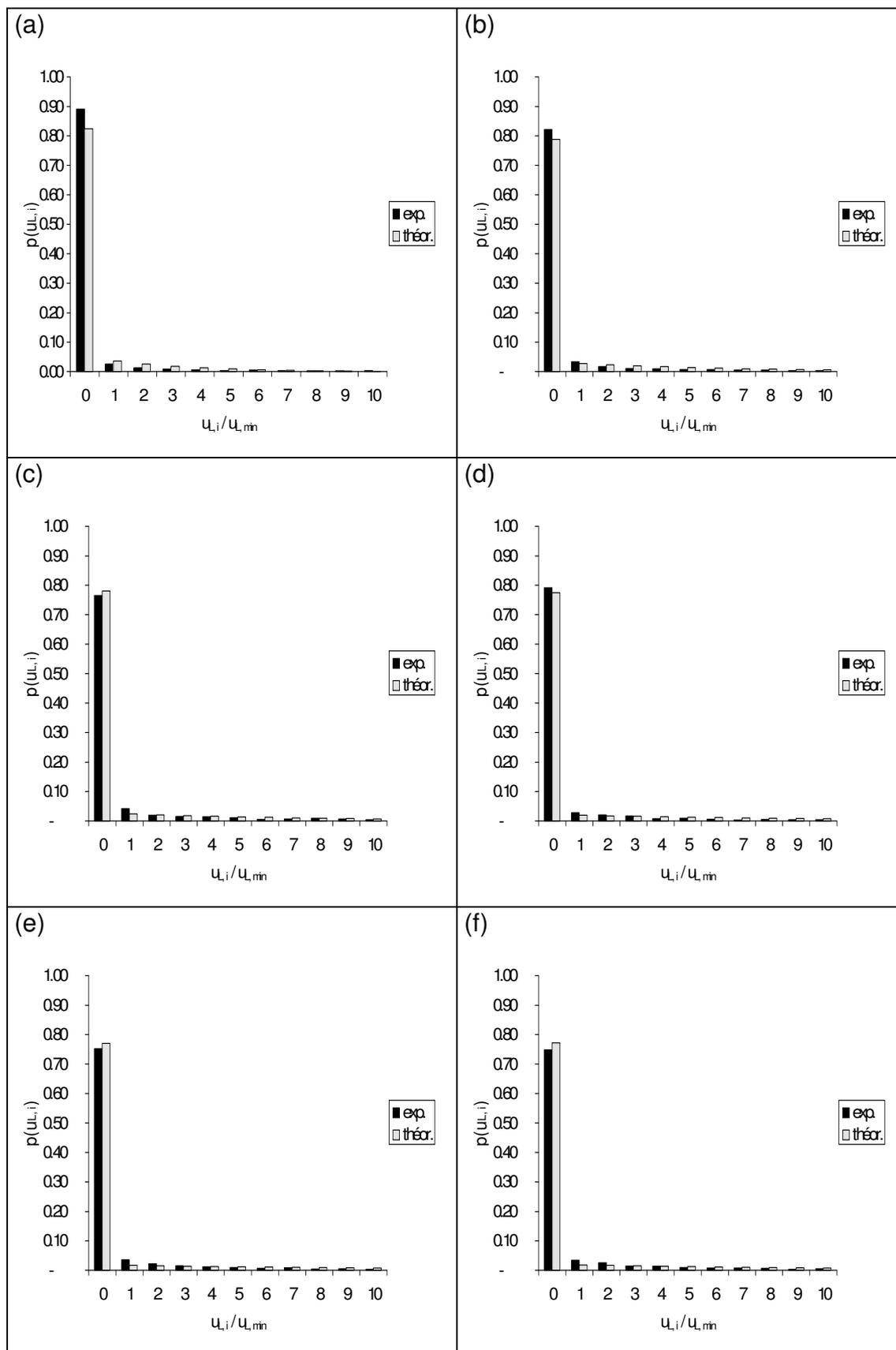


Figure V.32 : Histogrammes de distribution des débits locaux dans une section de la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A.

Profondeur = 200 mm. Débit liquide = (a) 1000 l/h (b) 2000 l/h
(c) 3000 l/h (d) 4000 l/h (e) 5000 l/h (f) 6000 l/h.

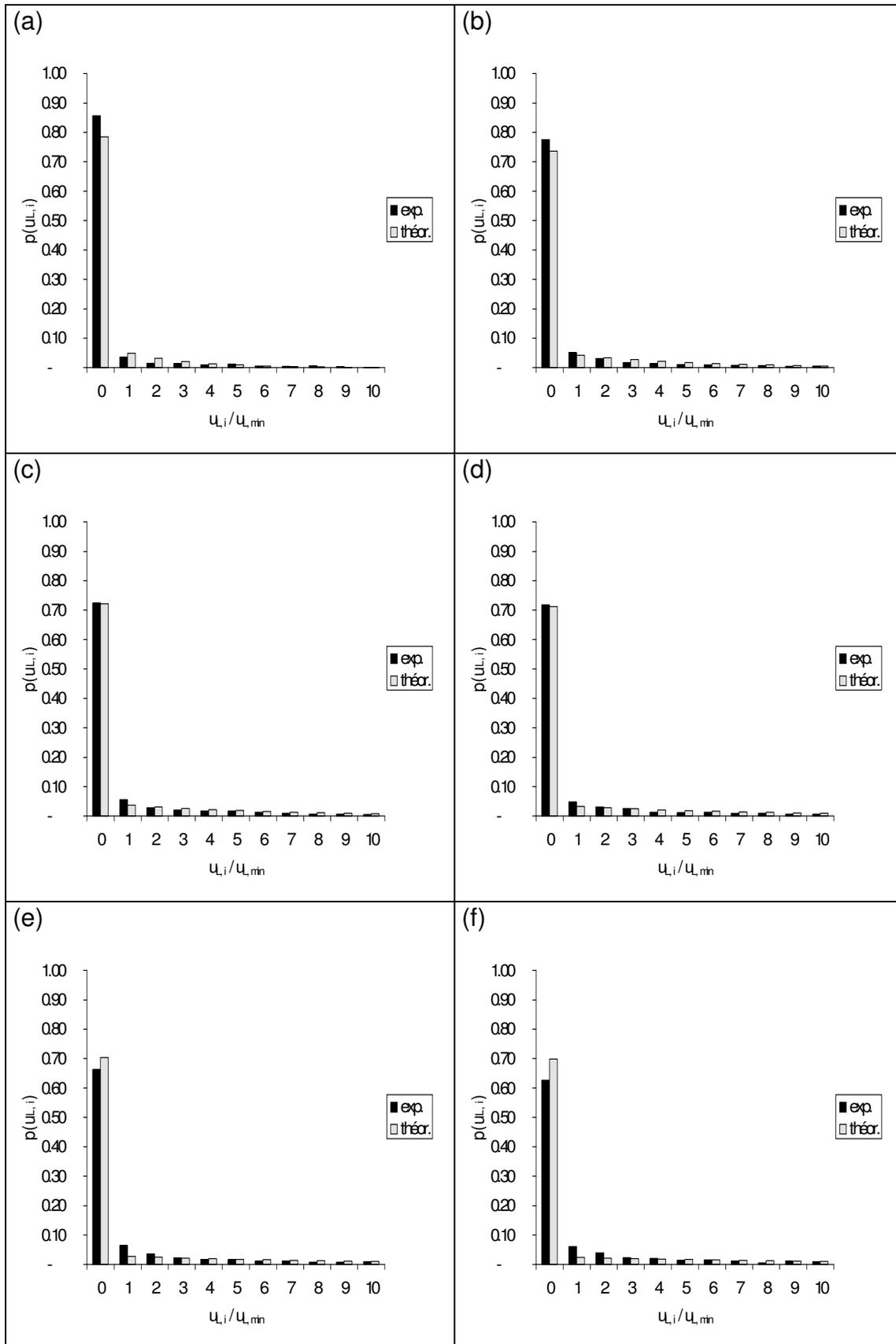
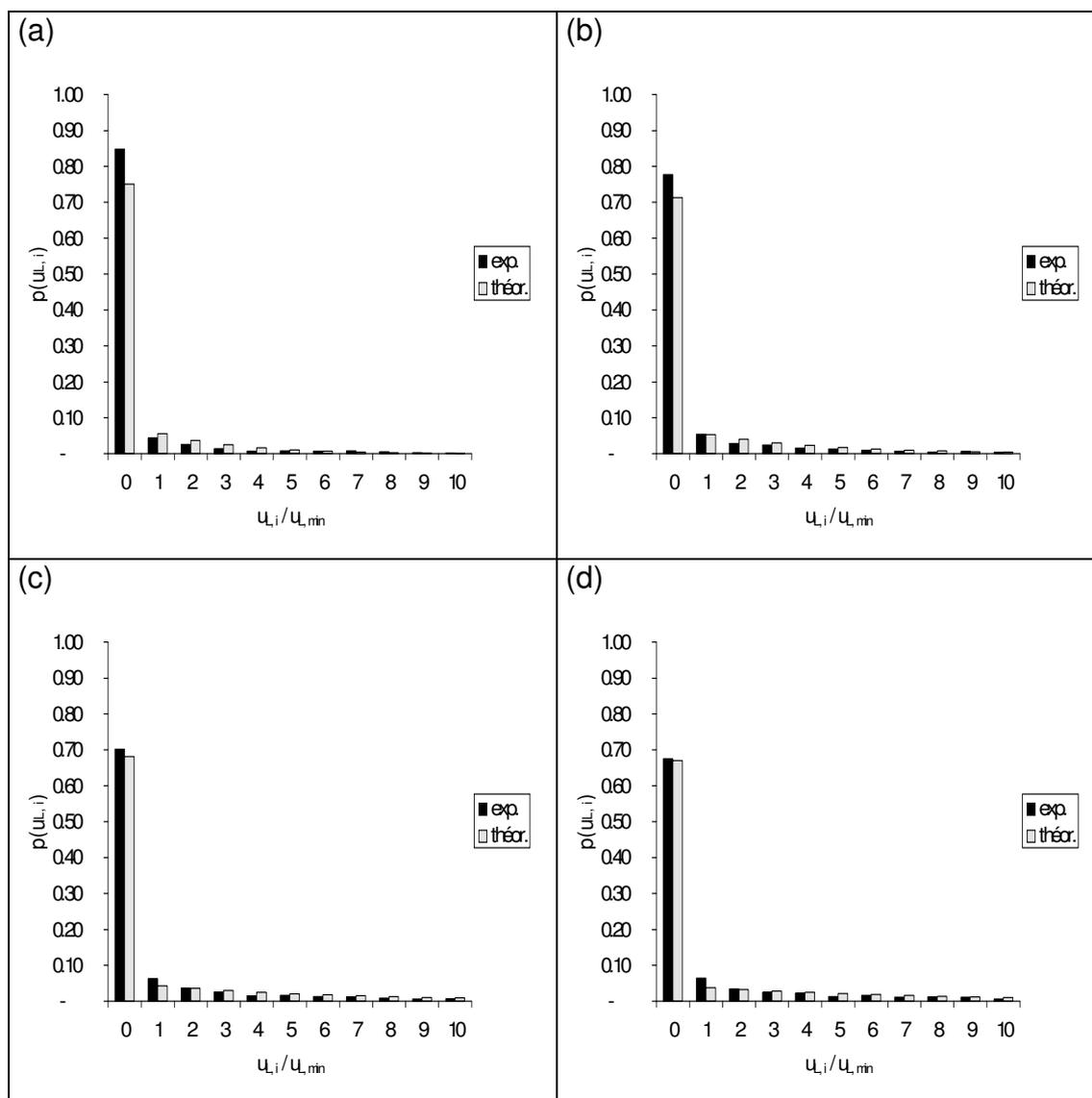


Figure V.33 : Histogrammes de distribution des débits locaux dans une section de la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A. Profondeur = 600 mm. Débit liquide = (a) 1000 l/h (b) 2000 l/h (c) 3000 l/h (d) 4000 l/h (e) 5000 l/h (f) 6000 l/h.



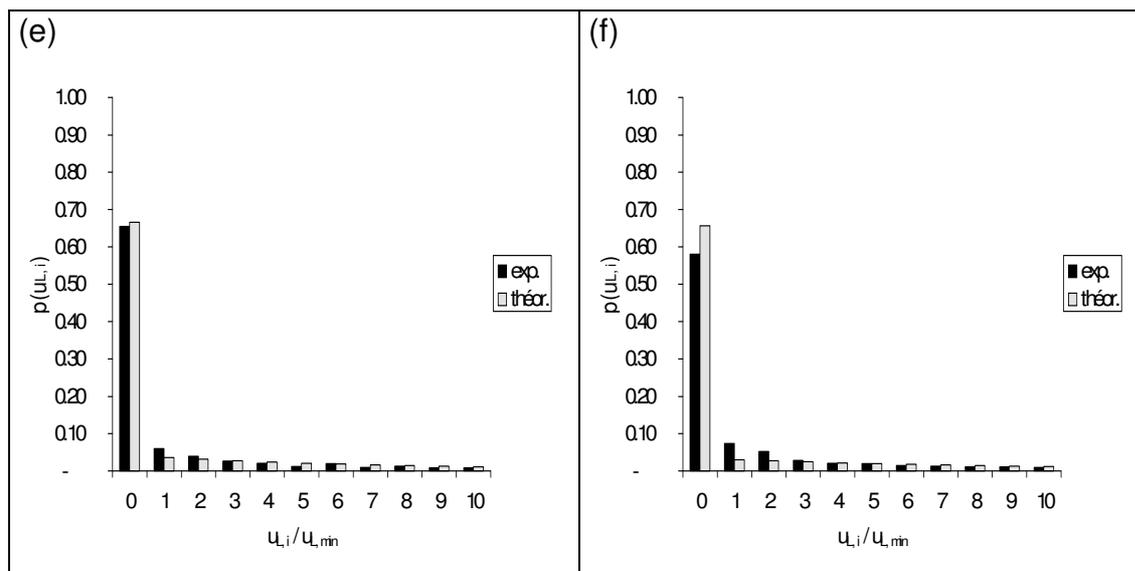


Figure V.34 : Histogrammes de distribution des débits locaux dans une section de la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A. Profondeur = 1000 mm. Débit liquide = (a) 1000 l/h (b) 2000 l/h (c) 3000 l/h (d) 4000 l/h (e) 5000 l/h (f) 6000 l/h.

Distribution des débits locaux dans un empilage constitué d'éléments d'Etapak 210

Dans le cas d'un empilage constitué d'éléments d'Etapak 210, l'expression reliant les valeurs locales du débit et de la rétention devient :

$$u_{L,i} = \frac{1}{k''} (h_{L,i})^{\frac{3}{n+1}} = \frac{1}{k''} (h_{L,i})^{\frac{3}{0.1+1}} = \frac{1}{k''} (h_{L,i})^{2.7}.$$

Tout comme dans le cas des images réalisées sur la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A, les valeurs "locales" de la rétention de liquide ont tout d'abord été calculées en effectuant des moyennes locales sur des cellules élémentaires dont la taille est égale à 8 x 8 pixels. L'ensemble de ces valeurs locales de la rétention a ensuite été élevé à la puissance 2.7 et la valeur de k'' a été ajustée de manière à ce que la somme des débits locaux mesurés dans une section droite soit bien égale au débit total traversant cette section.

La comparaison de la distribution de vitesses obtenue expérimentalement et de celle calculée grâce au modèle théorique dans chacune des images analysées a

ensuite permis d'ajuster les valeurs de l'accessibilité statique ε_s relatives à chacune des sections, ainsi que de calculer la valeur de la vitesse superficielle minimum $u_{L, min}$ relative à l'ensemble de l'empilage. La valeur calculée de la vitesse superficielle minimum $u_{L, min}$ est égale à 0.0020 m/s. Les valeurs ajustées de l'accessibilité statique sont, quant à elles, reprises dans le tableau V.6.

Le tableau V.6 montre que la valeur moyenne de ε_s calculée sur l'ensemble de la colonne est égale à 0.10. Cette valeur de ε_s conduit à une valeur moyenne du produit $\varepsilon_s u_{L, min}$ égale à $1.9 \cdot 10^{-4}$ m/s, qui coïncide parfaitement avec la valeur de ce produit qui avait été ajustée, au paragraphe 5.2.b, sur base des valeurs globales de la rétention de liquide ($= 1.9 \cdot 10^{-4}$ m/s).

Le tableau V.6 montre également que les valeurs de ε_s varient très peu d'une section à l'autre, ce qui tend à confirmer que les écarts observés entre les valeurs globales de la rétention de liquide mesurées dans différentes sections droites de la colonne sont principalement dus à des erreurs expérimentales et non à l'atténuation de l'effet du distributeur avec la distance (paragraphe 4.2.b).

Les figures V.35 et V.36, ainsi que la figure A.V.3, reprise dans l'annexe V, permettent de comparer les distributions expérimentales et théoriques des valeurs locales de la vitesse superficielle du liquide dans différentes sections droites de la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210, pour différents débits de liquide. Tout comme dans le cas des histogrammes relatifs au Cascade Mini-Ring 1A, les histogrammes relatifs à l'Etapak 210, qui sont repris sur les figures V.35 et V.36, montrent que l'accord entre les distributions expérimentales et théoriques, bien qu'imparfait, est relativement satisfaisant. Pour l'ensemble des histogrammes relatifs à la distribution des débits locaux dans un empilage constitué d'éléments d'Etapak 210, la racine carrée du carré moyen des écarts (r.m.s.) est égale à 0.003.

Dans ce cas-ci également, il apparaît que la première classe de débits, relative aux cellules ne pouvant être contactées par un écoulement stable de liquide, est largement dominante. Cette prédominance s'atténue quelque peu lorsque le

débit de liquide alimenté augmente ou lorsque l'on s'éloigne du distributeur et ce, pour les mêmes raisons que celles évoquées dans le cas du Cascade Mini-Ring 1A.

Tableau V.6 : Valeurs ajustées de ε_s dans différentes sections droites d'une colonne remplie d'éléments d'Étapak 210.

Distance du distributeur (mm)	ε_s
200	0.08
400	0.09
600	0.09
800	0.11
1000	0.11
moyenne	0.10

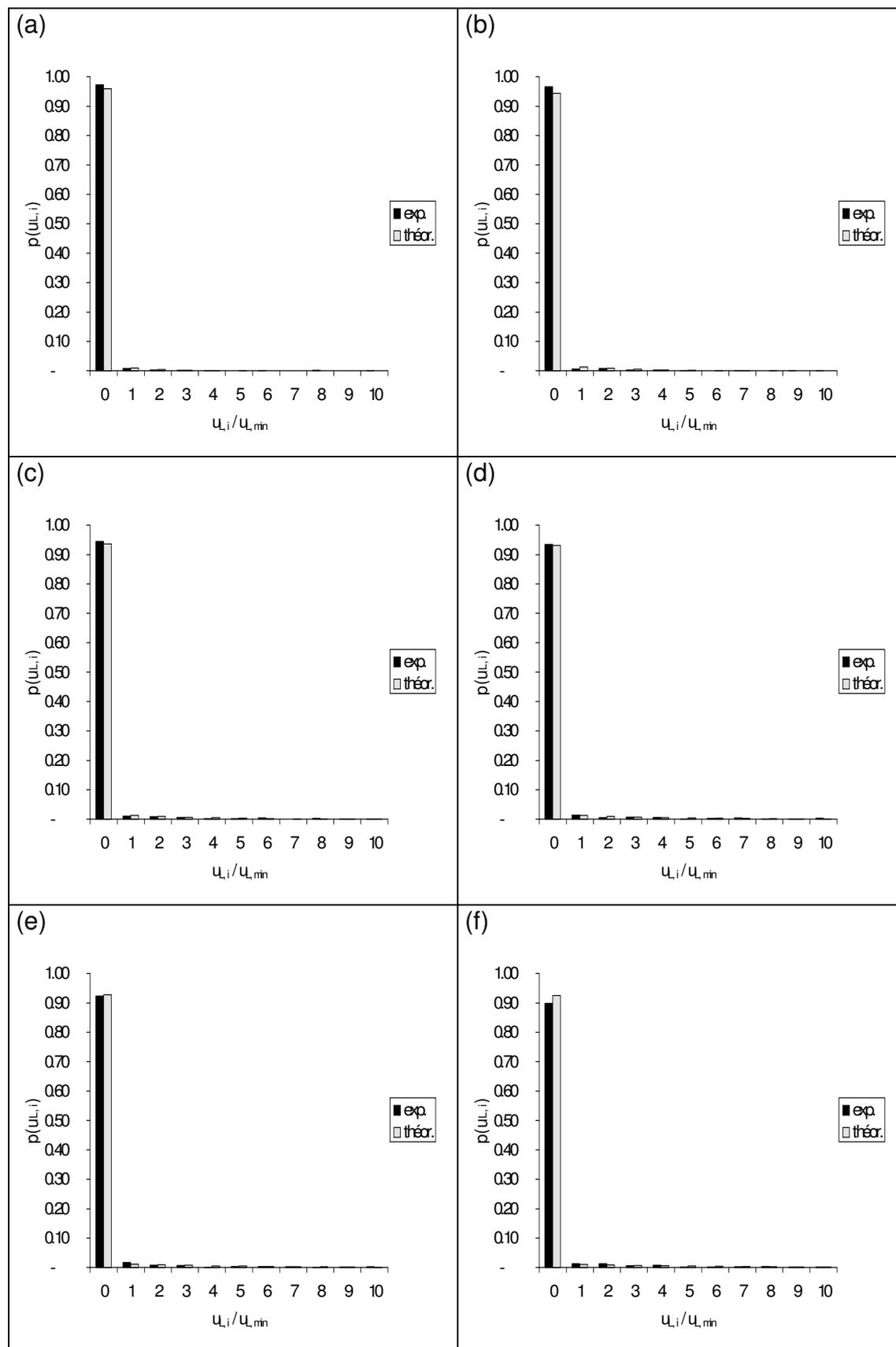


Figure V.35 : Histogrammes de distribution des débits locaux dans une section de la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210.

Profondeur = 400 mm. Débit liquide = (a) 150 l/h (b) 300 l/h (c) 450 l/h
 (d) 600 l/h (e) 750 l/h (f) 900 l/h.

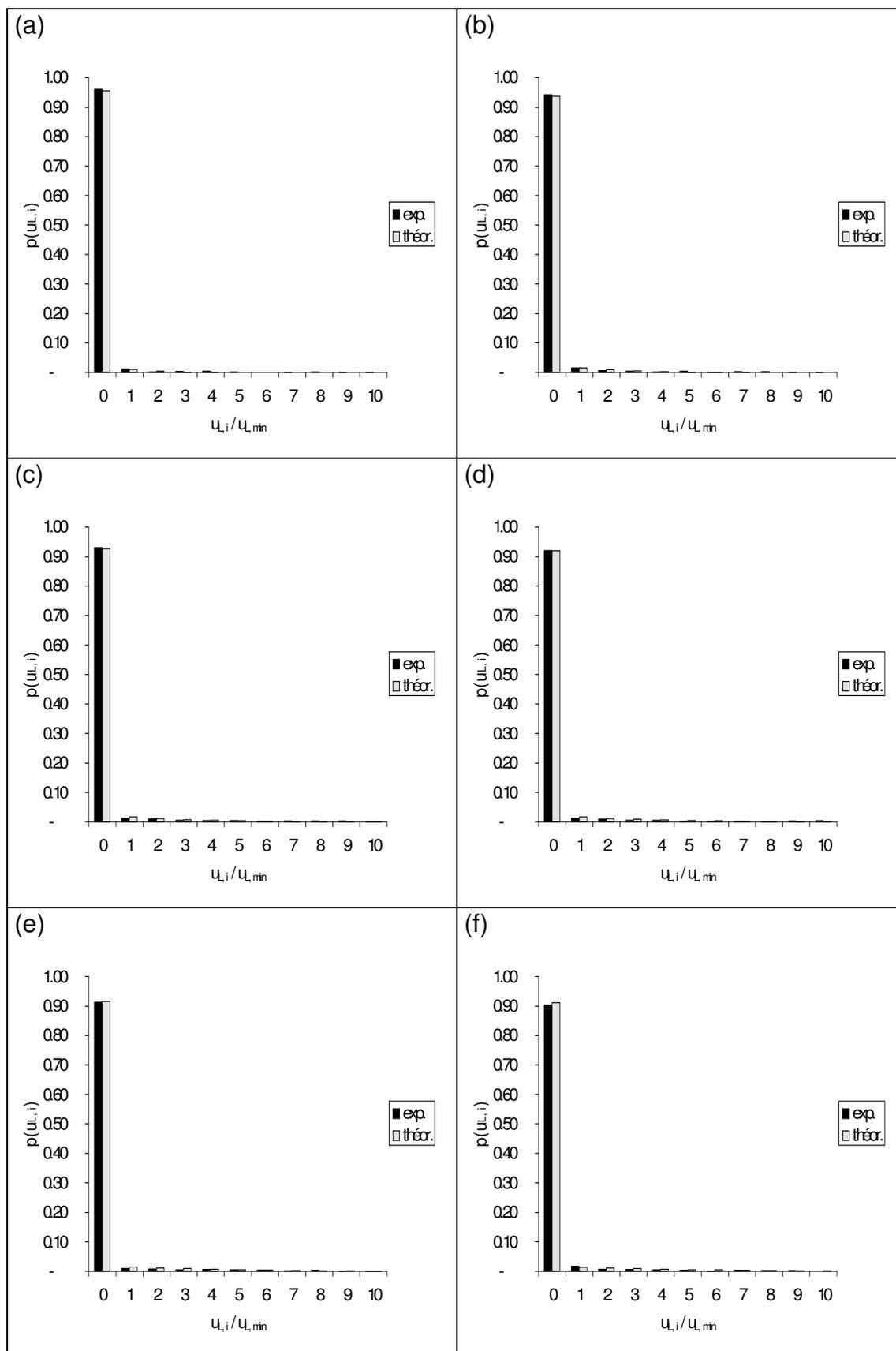


Figure V.36 : Histogrammes de distribution des débits locaux dans une section de la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210. Profondeur = 1000 mm. Débit liquide = (a) 150 l/h (b) 300 l/h (c) 450 l/h (d) 600 l/h (e) 750 l/h (f) 900 l/h.

Commentaires sur l'allure des histogrammes de distribution des débits locaux

Sur tous les histogrammes représentés sur les figures V.32 à V.36 et sur les figures A.V.1 à A.V.3, il apparaît que la première classe, regroupant les cellules parcourues par un débit nul ou inférieur au débit minimum, est nettement plus importante que l'ensemble des autres classes de débit. Cette prédominance signifie que, dans l'ensemble des sections analysées, la distribution du liquide est principalement gouvernée par la valeur de l'accessibilité statique, qui traduit l'influence du distributeur de liquide. L'importance du rôle joué par la géométrie du distributeur dans la distribution du liquide au sein des différentes sections du garnissage tend donc à masquer l'influence exercée sur cette même distribution par le débit minimum ($u_{L,min}$) nécessaire au mouillage des zones géométriquement accessibles. Malgré le faible impact que peut avoir le débit minimum sur la distribution du liquide, les valeurs de $u_{L,min}$ relatives à chacun des types d'empilages peuvent quand même être calculées à partir des valeurs moyennes du produit $\varepsilon_s u_{L,min}$, obtenues aux paragraphes 5.2.a. et 5.2.b., par ajustement par rapport aux valeurs globales de la rétention de liquide.

L'examen des figures V.32 à V.36 et des figures A.V.1 à A.V.3 permet également de mettre en évidence l'existence d'erreurs systématiques. En effet, sur chacune des figures, la première classe de l'histogramme expérimental est systématiquement sous-estimée par le modèle théorique pour les débits les plus faibles (images (a) et (b)), tandis qu'elle est systématiquement surestimée pour les débits les plus élevés (images (e) et (f)). Il apparaît donc que si l'on ajustait, dans chacune des sections droites, la valeur de l'accessibilité statique ε_s pour chacun des débits de liquide utilisés, on obtiendrait une accessibilité statique croissante avec le débit, ce qui est en contradiction avec la définition de l'accessibilité statique (cf. paragraphe 5.1.a.). Cet état de chose est certainement dû au fait que le modèle permettant de tenir compte de l'effet du distributeur en termes d'une variation de

l'accessibilité statique sur la hauteur de la colonne est basé sur l'hypothèse d'un équilibre local (Marchot et al., 1991b; Crine et al., 1991), c'est-à-dire que ce modèle suppose que le liquide arrivant dans une section droite donnée est capable d'occuper instantanément tout l'espace qui lui est accessible dans cette section. L'existence d'erreurs systématiques montre que cette hypothèse d'équilibre local n'est pas parfaitement valable. Cependant, en l'absence d'informations permettant de quantifier l'importance de l'écart par rapport à l'équilibre, une valeur moyenne de l'accessibilité statique est ajustée pour l'ensemble des débits utilisés dans chacune des sections droites analysées.

Comparaison des valeurs des paramètres ajustés pour les deux types d'empilages utilisés

Les valeurs calculées de la vitesse superficielle minimum pour chacun des deux types d'empilages utilisés sont très similaires, la vitesse superficielle minimum relative au Cascade Mini-Ring 1A étant égale à 0.00175 m/s, tandis que celle relative à l'Etapak 210 est égale à 0.0020 m/s.

La valeur du débit minimum relatif à chacun des types d'empilages peut également s'exprimer, non plus sous la forme d'une vitesse superficielle minimum, mais plutôt sous la forme d'une vitesse périphérique minimum. La vitesse périphérique Γ d'un liquide, qui s'exprime en m^2/s , est définie comme la valeur du débit volumique du liquide (exprimé en m^3/s) rapporté au périmètre de solide présent dans chacune des sections droites traversées par l'écoulement (exprimé en m). La vitesse périphérique peut être calculée en divisant la vitesse superficielle du liquide par la surface spécifique de l'empilage. Si, pour chacun des deux types d'empilages, on norme la valeur de la vitesse superficielle minimum par rapport à la surface spécifique, a , on obtient une grandeur Γ_{min} , appelée vitesse périphérique minimum. Les valeurs obtenues sont respectivement égales à $9.4 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ dans le cas du Cascade Mini-Ring 1A et à $9.1 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ dans le cas de l'Etapak 210.

Cette coïncidence des valeurs de Γ_{min} peut s'expliquer par le fait que les deux empilages sont fabriqués dans le même matériau (le polypropylène) et qu'ils sont

irrigués par le même liquide (de l'eau), en présence du même gaz (de l'air). Hartley et Murgatroyd (1964) ont en effet montré que le critère de mouillabilité d'un solide par un liquide en présence d'un gaz donné pouvait être défini comme l'épaisseur minimum que doit avoir le film liquide pour pouvoir ruisseler sur la surface du solide, la valeur de cette épaisseur critique dépendant exclusivement des propriétés physico-chimiques du solide, du liquide et du gaz.

Par ailleurs, étant donné que l'épaisseur d'un film liquide sur une paroi solide dépend uniquement de ces mêmes propriétés et de la vitesse périphérique du liquide, on peut en conclure que les vitesses périphériques minimum calculées ci-dessus ne dépendent que des propriétés physico-chimiques du polypropylène, de l'eau et de l'air. Il est donc tout à fait logique qu'elles soient égales pour les deux types d'empilages.

La comparaison des tableaux V.5 et V.6 montre que les valeurs ajustées de l'accessibilité statique sont globalement plus élevées pour le Cascade Mini-Ring 1A que pour l'Etapak 210. Les deux empilages ayant été étudiés avec le même type de distributeur, cette différence ne peut s'expliquer que par une différence existant au niveau de la géométrie des différents éléments d'empilage : l'Etapak 210 présentant une structure nettement plus fermée que le Cascade Mini-Ring 1A, la fraction de vide accessible au sein de cet empilage sera plus faible.

Écoulement du liquide sous forme de gouttes

Lors de l'élaboration de la distribution expérimentale des vitesses relative à une image donnée, les différentes valeurs locales de la vitesse du liquide sont regroupées en classes de largeur $u_{L, min}$ (cf. paragraphe 5.3.a.). Dans la première classe figurent l'ensemble des cellules dans lesquelles la vitesse du liquide est inférieure à la vitesse minimum. Le liquide présent dans ces cellules ne possède pas une énergie suffisante pour former un écoulement stable, sous forme de films ou de filets. Il s'écoule sous forme de gouttes ou de gouttelettes qui se sont échappées des structures stables d'écoulement (films et filets) présentes dans les cellules voisines. Le débit de liquide s'écoulant sous forme de gouttes ne représente qu'une très faible partie du débit total traversant la colonne. La figure V.37 montre

l'importance de ce débit sous forme de gouttes, par rapport au débit total alimenté, dans différentes sections droites de la colonne à garnissage remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A.

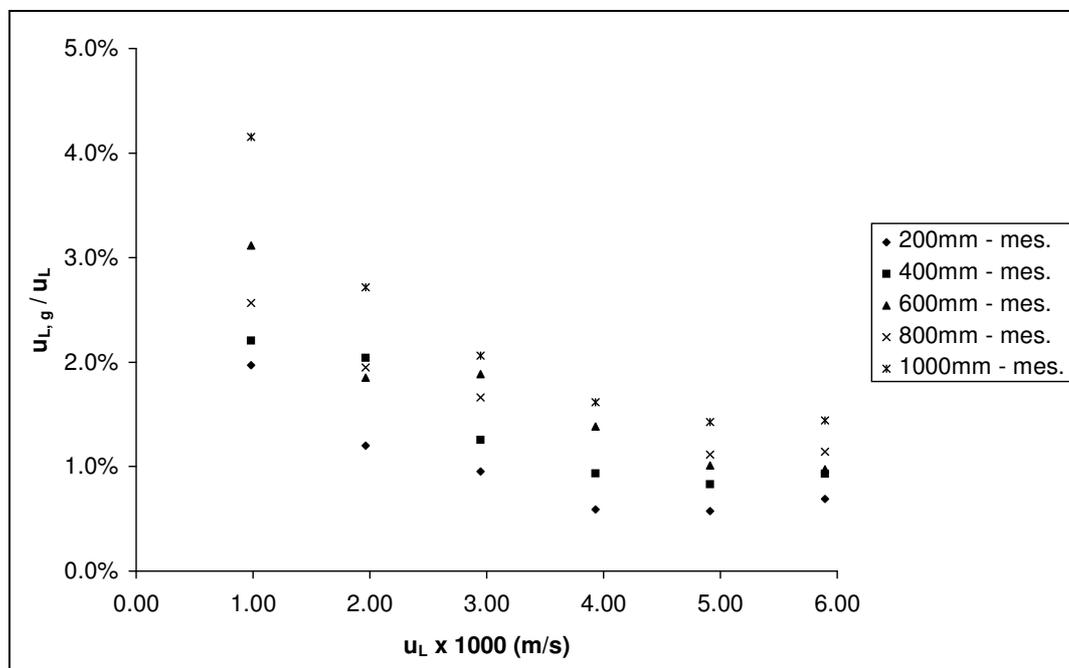


Figure V.37 : Importance du débit de liquide sous forme de gouttes dans différentes sections droites de la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A.

La figure V.37 montre que, dans chacune des sections analysées, la fraction que représente le débit sous forme de gouttes par rapport au débit total est d'autant plus faible que ce dernier est grand. Les points représentés sur cette figure semblent également montrer que la fraction de débit sous forme de gouttes est plus élevée dans les sections les plus éloignées du sommet de la colonne et donc du distributeur de liquide.

D'après Crine et al. (1992b), dans chaque section droite de la colonne, la fraction de débit s'écoulant sous forme de gouttes est proportionnelle au nombre de cellules qui, bien qu'elles soient statiquement accessibles, ne sont pas irriguées par un écoulement stable de liquide. Il propose la relation suivante :

$$\frac{u_{L,g}}{u_L} = \alpha_g (1 - f_w) = \alpha_g \left(\frac{\varepsilon_s u_{L,\min}}{u_L + \varepsilon_s u_{L,\min}} \right),$$

dans laquelle $u_{L,g}$ est la vitesse superficielle du liquide s'écoulant sous forme de gouttes et α_g un facteur de proportionnalité.

La figure V.38 montre que l'accord entre les valeurs prédites par cette relation, après ajustement du paramètre α_g (égal à 0.086), et les valeurs expérimentales est relativement bon. La racine carrée du carré moyen des écarts (root mean square = r.m.s.) entre les valeurs mesurées et les valeurs calculées est égale à 0.0037, c'est-à-dire 0.37%.

La relation présentée ci-dessus permet bien de rendre compte de la décroissance de la fraction du débit en gouttes lorsque le débit total augmente. Elle permet également de rendre compte de l'augmentation de la fraction du débit en gouttes au fur et à mesure que l'on descend dans la colonne. En effet, dans les sections les plus éloignées du distributeur, la valeur de l'accessibilité statique étant

plus élevée, le terme $(1 - f_w) = \left(\frac{\varepsilon_s u_{L,\min}}{u_L + \varepsilon_s u_{L,\min}} \right)$ est plus élevé également, ce qui

entraîne une augmentation du rapport $\frac{u_{L,g}}{u_L}$.

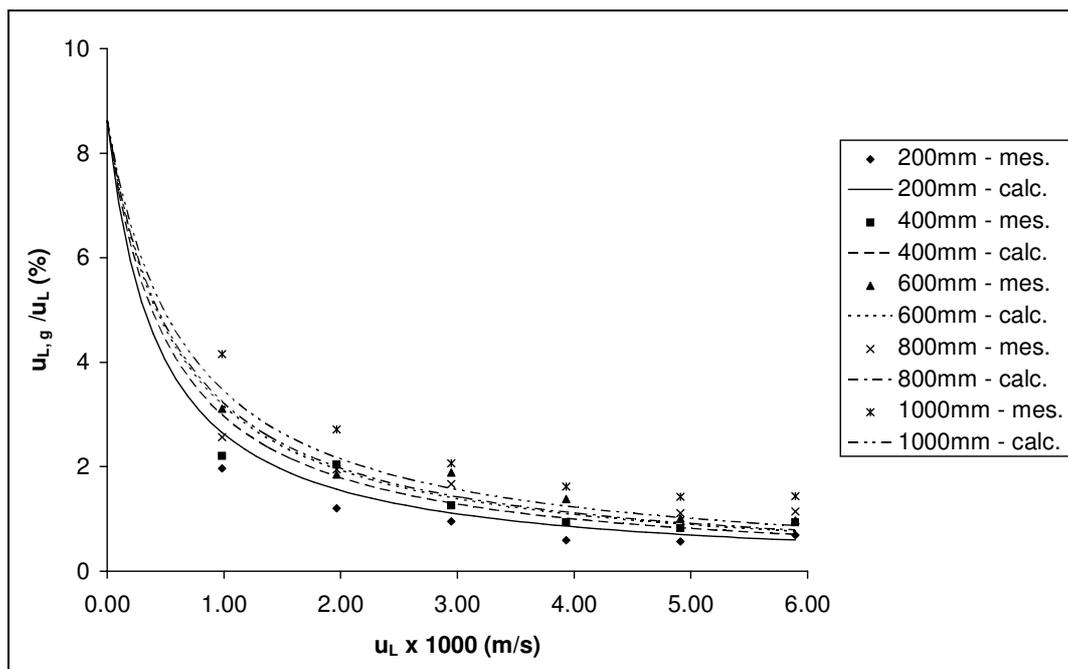


Figure V.38 : Modélisation de la fraction du débit de liquide s'écoulant sous forme de gouttes dans différentes sections droites d'une colonne à garnissage remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A.

L'expression proposée par Crine et al. indique également que la fraction du débit de liquide s'écoulant sous forme de gouttes est plus importante lorsque la vitesse superficielle minimum caractérisant l'empilage est grande, ce qui peut s'expliquer par le fait que dans un empilage présentant une faible mouillabilité, donc caractérisé par une valeur élevée de $u_{L, min}$, de nombreuses cellules seront parcourues par du liquide ne possédant pas une énergie suffisante pour pouvoir former une structure d'écoulement stable et seront donc le siège d'un écoulement sous forme de gouttes.

L'ensemble des résultats concernant la fraction de débit s'écoulant sous forme de gouttes présentés ci-dessus sont relatifs à un empilage constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A. Dans un lit fixe constitué d'éléments d'Etapak 210, une certaine fraction du débit de liquide s'écoule également sous forme de gouttes. Il serait cependant hasardeux de quantifier ce débit en gouttes à partir des résultats expérimentaux obtenus dans le cadre de la présente étude. En effet, les débits de liquide utilisés sur l'empilage constitué d'éléments d'Etapak 210 étant relativement faibles (inférieurs à 1000 l/h), le débit de liquide sous forme de

gouttes apparaissant dans cet empilage est également très faible et peut difficilement être évalué de manière précise.

Conclusions

Les paragraphes qui précèdent montrent que la description des écoulements dans une colonne à garnissage grâce à une approche probabiliste permet de bien rendre compte des phénomènes hydrodynamiques intervenant au sein de l'empilage. Ce modèle hydrodynamique, qui présente l'avantage de ne poser aucune hypothèse concernant le régime d'écoulement du liquide, propose une expression permettant de calculer les valeurs de la rétention globale de liquide dans les différentes sections de la colonne à garnissage. Les figures V.28, V.29 et V.30 montrent que les valeurs de la rétention globale de liquide calculées grâce à cette relation sont en très bon accord avec celles mesurées par tomographie.

La confrontation des distributions expérimentales de vitesses relevées sur les images obtenues par tomographie et de la distribution théorique issue du modèle de mouillage partiel permet de calculer les valeurs de la vitesse superficielle minimum du liquide et de l'accessibilité statique, qui sont des grandeurs caractéristiques du système étudié. L'ajustement de ces deux grandeurs pour chacun des types d'empilages étudiés montre que la valeur de la vitesse superficielle minimum dépend exclusivement de la surface spécifique de l'empilage et de son matériau constitutif. La valeur de ε_s , quant à elle, dépend de la géométrie des éléments d'empilage constituant le lit fixe. Son évolution, en fonction de la hauteur d'empilage parcourue par le liquide, permet également de rendre compte de l'influence exercée par le distributeur de liquide sur la distribution du liquide, dans les différentes sections droites de la colonne.

Les faibles valeurs ajustées pour ε_s peuvent sembler étonnantes si on les compare aux porosités des empilages utilisés. Elles s'expliquent par l'influence du distributeur qui reste très marquée sur toute la hauteur du lit fixe. L'approche présentée à l'annexe VI permet d'ailleurs de confirmer l'influence exercée par la distribution initiale sur la distribution du liquide au sein de l'empilage.

Conclusions générales

Dans ce chapitre, les images des sections droites de la colonne irriguée ont été analysées tant sur le plan qualitatif que sur le plan quantitatif.

L'analyse qualitative des images obtenues par tomographie permet d'observer l'influence exercée par le distributeur de liquide sur la distribution du liquide au sein de sections droites situées à différentes hauteurs au sein de la colonne, pour différentes valeurs du débit de liquide. De l'examen des images de la distribution du liquide, il ressort que l'effet du distributeur est d'autant plus important que la section analysée est proche du sommet du lit fixe et que le débit de liquide est grand. Les images reprenant à la fois les contributions relatives de la phase liquide et de la phase solide, montrent quant à elles que les distributions des deux phases au sein de la colonne sont étroitement liées, ce qui semble indiquer que les caractéristiques des cellules élémentaires définies pour les empilages secs sont également d'application en présence de liquide.

Les valeurs globales de la rétention de liquide calculées sur base des valeurs des pixels composant les images reconstruites sont comparées, avec succès, avec des valeurs de rétention obtenues par d'autres méthodes, expérimentales ou théoriques, ce qui permet de valider la tomographie à rayons X en tant que méthode d'analyse quantitative. Les premières comparaisons sont effectuées avec des résultats expérimentaux présentés dans la littérature, ainsi qu'avec des valeurs de rétentions mesurées par essais de traceur : les différents résultats obtenus sont en très bon accord les uns avec les autres. Cette fiabilité de la méthode tomographique est par ailleurs confirmée par des comparaisons effectuées avec des corrélations proposées dans la littérature : il apparaît que les valeurs globales de la rétention mesurée par tomographie évoluent avec le débit de liquide de manière tout à fait analogue à celle prédite par ces corrélations. Plus particulièrement, l'ajustement de la corrélation issue du modèle hydrodynamique proposé par Billet conduit à des valeurs calculées de la rétention globale de liquide en très bon accord avec les valeurs de rétention calculées sur base des images tomographiques.

Les valeurs globales de la rétention de liquide sont ensuite modélisées de manière tout à fait satisfaisante grâce au modèle de mouillage partiel. Ce modèle, basé sur une approche probabiliste, propose une expression théorique de la distribution des valeurs locales de la vitesse du liquide au sein de l'empilage. L'ajustement de cette distribution théorique par rapport aux distributions calculées sur les images tomographiques permet d'accéder aux valeurs de grandeurs caractéristiques comme la vitesse superficielle minimum ou l'accessibilité statique. Il apparaît que la vitesse superficielle minimum ne semble dépendre que de la surface spécifique de l'empilage et du matériau dont est constitué ce dernier. La valeur apparente de l'accessibilité statique, quant à elle, dépend à la fois de la géométrie de l'empilage (une géométrie plus ouverte conduisant à des valeurs d'accessibilité plus élevées) et de l'"effet de distributeur" et donc de la géométrie du distributeur de liquide. L'écoulement du liquide sous forme de gouttes est également modélisé avec succès grâce à une relation issue du modèle de mouillage partiel.

L'ensemble des résultats présentés dans ce chapitre montre donc que le modèle de mouillage partiel permet bien de rendre compte, tant du point de vue qualitatif que quantitatif, de l'ensemble des phénomènes influençant la distribution du liquide au sein d'une colonne à garnissage, et ce, à des niveaux pouvant aller de l'échelle du lit fixe dans son ensemble jusqu'à une échelle très petite, de l'ordre de la taille d'un élément d'empilage.

CONCLUSIONS

Conclusions

Les différents résultats obtenus au cours de ce travail montrent que la tomographie à rayons X est une technique de mesure particulièrement bien adaptée à l'étude de l'hydrodynamique dans des colonnes à garnissage, car elle permet d'accéder aux distributions spatiales des différentes phases en présence jusqu'à une échelle très petite, tout en n'introduisant aucune perturbation au niveau de l'écoulement des fluides.

La très bonne résolution de la technique tomographique a pu être appréciée grâce aux images réalisées sur des sections droites de la colonne sèche. Sur ces images, il est en effet possible de discerner des petits détails géométriques dont la dimension est inférieure à un millimètre.

L'analyse de la distribution de la phase solide dans des sections droites de la colonne non irriguée a ensuite permis de définir une cellule élémentaire relative à chacun des deux types d'empilages utilisés (Cascade Mini-Ring 1A et Etapak 210). La taille de ces cellules a été déterminée grâce à une maximalisation de l'entropie, réalisée sur des images binarisées, ainsi que sur des images en niveaux de gris de la distribution de la phase solide. Il est apparu que la « dimension entropique optimale » ainsi déterminée coïncidait exactement avec la plus petite des échelles de corrélation existant dans les images analysées.

Des images de sections droites de la colonne irriguée ont ensuite été réalisées. L'analyse qualitative de ces images a permis d'observer l'influence exercée par le distributeur de liquide : il est apparu que l'effet du distributeur était d'autant plus marqué que la section analysée était proche du sommet du lit fixe et que le débit de liquide était grand. Ces images ont également montré que la distribution de la phase liquide au sein du lit fixe était étroitement liée à celle de la phase solide. Les cellules élémentaires dont les caractéristiques ont été déterminées sur base de la distribution de la phase solide peuvent donc être utilisées pour modéliser la distribution de la phase liquide.

D'un point de vue plus quantitatif, les valeurs globales de la rétention de liquide ont été calculées sur l'ensemble de la colonne, pour différents débits de liquide. Les comparaisons effectuées ont montré que ces valeurs « tomographiques » étaient en très bon accord avec d'autres valeurs expérimentales (littérature, essais de traceur) ainsi d'ailleurs qu'avec des valeurs calculées grâce à un certain nombre de corrélations disponibles dans la littérature.

L'hydrodynamique de l'écoulement du liquide a ensuite été modélisée grâce au modèle de mouillage partiel proposé par Crine et Marchot. Ce modèle, basé sur une approche probabiliste, permet de rendre compte de manière tout à fait satisfaisante de l'évolution de la rétention globale de liquide avec le débit. De plus, il propose une expression théorique de la distribution des valeurs locales de la vitesse du liquide au sein de l'empilage. L'ajustement de cette distribution théorique par rapport aux distributions expérimentales, calculées sur les images tomographiques, a permis d'accéder aux valeurs de deux paramètres permettant de caractériser le système étudié : la vitesse superficielle minimum, qui donne une indication quant à la mouillabilité de l'empilage et l'accessibilité statique, qui est une mesure de la fraction de l'empilage géométriquement accessible à l'écoulement du liquide. Théoriquement, l'accessibilité statique dépend uniquement des propriétés géométriques de l'empilage et est donc constante sur toute la hauteur du lit fixe. Cependant, l'introduction d'une accessibilité statique variable en fonction de la distance par rapport au distributeur a permis de rendre compte de l'influence exercée par ce dernier sur la distribution du liquide dans les différentes sections droites de la colonne. La comparaison des valeurs ajustées des paramètres pour chacun des deux types d'empilages utilisés a conduit aux constatations suivantes :

- la vitesse superficielle minimum est directement proportionnelle à la surface spécifique de l'empilage, le facteur de proportionnalité dépendant de la nature de l'empilage,
- l'accessibilité statique au sein du lit fixe est d'autant plus grande que les éléments d'empilage présentent une structure ouverte.

Enfin, une relation déduite du modèle de mouillage partiel a également permis de quantifier la fraction du débit de liquide s'écoulant sous forme de gouttes à travers le

garnissage. Il apparaît donc que le modèle de mouillage partiel permet de modéliser de manière tout à fait satisfaisante l'écoulement d'un liquide à travers un garnissage, aussi bien à l'échelle de lit fixe dans son ensemble qu'à une échelle beaucoup plus petite, proche de celle d'un élément d'empilage.

Perspectives

L'ensemble des informations tirées des images réalisées par tomographie à rayons X l'ont été sur base d'une analyse numérique des images en niveaux de gris. Il serait extrêmement intéressant de disposer d'un logiciel d'analyse d'images performant permettant d'effectuer une analyse morphologique détaillée des structures d'écoulement de la phase liquide. Cette approche complémentaire permettrait en effet de mieux cerner l'impact que peuvent avoir les conditions opératoires, ainsi que les propriétés géométriques de l'empilage, sur la texture de l'écoulement du liquide.

Il serait également intéressant d'observer ce que deviendraient les distributions des différentes phases si un courant de gaz était injecté à co-courant ou à types d'empilages de l'écoulement de liquide. Cela permettrait d'étudier les caractéristiques des différents régimes hydrodynamiques, ainsi que de mieux comprendre les transitions intervenant entre ces différents régimes. Pour ce faire, il faudrait cependant améliorer sensiblement la résolution temporelle de la technique tomographique. En effet, les régimes d'écoulement apparaissant dans les écoulements gaz - liquide (écoulement pulsé pour le co-courant, zone de charge pour l'écoulement à contre-courant) sont caractérisés par l'apparition de fluctuations relativement rapides, qui ne peuvent en aucun cas être étudiées au moyen d'une technique de mesure dont la résolution temporelle est supérieure à la minute. Une manière de combler cette lacune serait d'associer à la tomographie à rayons X, une autre technique de mesure plus rapide, comme la tomographie électrique. L'association de ces deux types de tomographies permettrait d'obtenir un système de mesure alliant une très bonne résolution spatiale (tomographie à rayons X) à une très grande résolution temporelle (tomographie électrique).

LISTE DES SYMBOLES

Liste des symboles

Lettres latines

a	[m]	intervalle d'échantillonnage entre les projections, pris comme unité de mesure dans l'algorithme de reconstruction
a	[m ⁻¹]	surface spécifique de l'empilage
a_h	[m ⁻¹]	surface spécifique de l'empilage contactée par le liquide en écoulement
A	[adim.]	constante de l'équation d'Ergun (terme de frottement visqueux)
B	[adim.]	constante de l'équation d'Ergun (terme inertiel)
C	[adim.]	nombre de configurations ou d'états qu'un système peut occuper
C	[adim.]	constante intervenant dans l'approximation de l'équation d'Ergun par une loi de puissance
C	[ft]	facteur de dispersion (annexe VI)
d	[m]	diamètre de la colonne
D	[m]	distance entre la source de rayons X et le centre de rotation
D_c	[in]	diamètre de la colonne (annexe VI)
D_p	[in]	diamètre nominal de l'empilage (annexe VI)
E	[adim.]	espérance mathématique
f	[m ⁻¹]	fonction représentant la section à reconstruire
\mathbf{f}	[m ⁻¹]	champ aléatoire ou famille de fonctions
f_w	[adim.]	efficacité de mouillage
F	[m]	transformée de Fourier de la fonction f
Fr_L	[adim.]	nombre de Froude relatif à la phase liquide
g	[m.s ⁻²]	accélération de la pesanteur
$g(n)$	[m ⁻²]	expression du filtre utilisé pour la reconstruction des images à partir de projections plan angulaires
G	[kg.m ⁻² .s ⁻¹]	débit massique superficiel de gaz
Ga_L	[adim.]	nombre de Galilée relatif à la phase liquide
$h(n)$	[m ⁻²]	expression du filtre utilisé pour la reconstruction des images à partir de projections parallèles
h_L	[adim.]	rétenion totale de liquide
$h_{L,i}$	[adim.]	rétenion de liquide mesurée à l'échelle locale
H	[adim.]	entropie calculée sur une distribution
i	[adim.]	nombre entier
I	[adim.]	intensité du faisceau de rayons X transmis

I_0	[adim.]	intensité du faisceau de rayons X incident
I	[adim.]	information sur l'état du système
$k(n)$	[m ⁻²]	expression du filtre de Hamming, utilisé pour la reconstruction des images à partir de projections plan angulaires
k	[-]	constante intervenant dans l'expression de la rétention globale de liquide h_L basée sur le modèle de mouillage partiel
k'	[-]	constante intervenant dans l'équation d'Ergun modifiée, appliquée à l'échelle locale, dans un empilage de Cascade Mini-Ring 1A
k''	[-]	constante intervenant dans l'équation d'Ergun modifiée, appliquée à l'échelle locale, dans un empilage d'Etapak 210
L	[kg.m ⁻² .s ⁻¹]	débit massique superficiel de liquide
L^*	[gal.min ⁻¹ .ft ⁻²]	vitesse superficielle du liquide (annexe VI)
M_f	[adim.]	facteur de maldistribution (annexe VI)
n	[adim.]	nombre entier
n	[m]	taille de cellules
n	[adim.]	exposant intervenant dans l'approximation de l'équation d'Ergun par une loi de puissance
p	[adim.]	probabilité d'apparition d'un état du système
P_θ	[adim.]	projection d'un objet illuminé sous un angle θ , en géométrie parallèle
P_L	[Pa]	pression dans la phase liquide
Q	[adim.]	qualité du distributeur
\vec{r}	[m]	vecteur position dans un plan xy
R_β	[adim.]	projection d'un objet illuminé sous un angle β , en géométrie plan angulaire
R_{ff}	[m ⁻²]	fonction d'autocorrélation d'un champ aléatoire
Re_L	[adim.]	nombre de Reynolds relatif à la phase liquide
$Re_{L,i}$	[adim.]	nombre de Reynolds relatif à la phase liquide et correspondant à une valeur $u_{L,i}$ de la vitesse superficielle locale du liquide.
$Re_{L,min}$	[adim.]	nombre de Reynolds relatif à la phase liquide et correspondant au débit minimum
s	[adim.]	paramètre d'un champ aléatoire
s_o	[m]	épaisseur du film de liquide
S	[adim.]	fraction de solide
S_θ	[m]	transformée de Fourier de la fonction P_θ
S_{ff}	[adim.]	densité spectrale d'un champ aléatoire
t	[s]	temps
t_{sm}	[s]	temps de séjour moyen
u_G	[m.s ⁻¹]	vitesse superficielle du gaz
\bar{u}_G	[m.s ⁻¹]	vitesse interstitielle du gaz

u_L	[m.s ⁻¹]	vitesse superficielle du liquide
\bar{u}_L	[m.s ⁻¹]	vitesse interstitielle du liquide
$u_{L,g}$	[m.s ⁻¹]	vitesse superficielle du liquide s'écoulant sous forme de gouttes
$u_{L,i}$	[m.s ⁻¹]	vitesse superficielle du liquide mesurée à l'échelle locale
$u_{L,\min}$	[m.s ⁻¹]	vitesse superficielle minimum du liquide
$\bar{u}_{L,s}$	[m.s ⁻¹]	vitesse du liquide en un point donné du film
V	[m ³]	volume de la colonne
V_L	[m ³]	volume de liquide
Z_t	[ft]	distance par rapport au distributeur (annexe VI)

Lettres grecques

α	[m]	variable de la fonction d'autocorrélation
α_g	[adim.]	constante de proportionnalité intervenant dans l'expression de la fraction de débit s'écoulant sous forme de gouttes
β	[rd]	coordonnée de position angulaire en géométrie plan angulaire
β	[m]	variable de la fonction d'autocorrélation
γ	[rd]	angle entre le rayon central d'un faisceau plan angulaire de rayons X et un rayon quelconque de ce faisceau
Γ	[m ² .s ⁻¹]	vitesse périphérique du liquide
Γ_{\min}	[m ² .s ⁻¹]	vitesse périphérique minimum
ε	[adim.]	fraction de vide de l'empilage
ε_d	[adim.]	fraction de vide géométriquement accessible de l'empilage effectivement contactée par l'écoulement du liquide ou accessibilité dynamique
ε_s	[adim.]	fraction de vide accessible ou accessibilité statique
$\varepsilon_{s,0}$	[adim.]	accessibilité statique initiale, au niveau du distributeur de liquide
$\varepsilon_{s,\infty}$	[adim.]	accessibilité statique à l'équilibre, loin du distributeur de liquide
θ	[rd]	coordonnée de position angulaire en géométrie parallèle
μ	[m ⁻¹]	coefficient d'atténuation linéaire des rayons X
μ_f	[m ⁻¹]	moyenne d'un champ aléatoire
μ_G	[kg.m ⁻¹ .s ⁻¹]	viscosité dynamique du gaz
μ_L	[kg.m ⁻¹ .s ⁻¹]	viscosité dynamique du liquide
ν_L	[m ² .s ⁻¹]	viscosité cinématique du liquide
ξ	[adim.]	facteur de résistance
ρ_G	[kg.m ⁻³]	masse volumique de la phase gazeuse
ρ_L	[kg.m ⁻³]	masse volumique de la phase liquide

σ	[pixels]	paramètre d'un filtre gaussien
σ_L	[kg.s ⁻²]	tension superficielle de la phase liquide
τ	[m]	distance entre le rayon central du faisceau plan angulaire et le rayon passant par le centre de rotation, mesurée au niveau du centre de rotation
τ'	[m]	distance entre le rayon central du faisceau plan angulaire et le rayon passant par le centre de rotation, mesurée au niveau du banc de détecteurs
ψ_L	[adim.]	perte de charge par unité de longueur d'empilage, incluant les effets de la gravité et normée par la densité du liquide
ω	[adim.]	paramètre désignant une expérience dans un ensemble Ω des réalisations d'une expérience
ω	[m ⁻¹]	variable dans le domaine de Fourier
Ω	[adim.]	ensemble des réalisations d'une expérience

Systèmes de coordonnées

(x, y)	système de coordonnées cartésiennes, centré au centre de rotation
(t, s)	système de coordonnées axiales, mesurées le long du banc de détecteurs et le long du rayon incident
(r, ϕ)	système de coordonnées polaires, centré au centre de rotation
(u, v)	variables dans le domaine de Fourier

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques

- B. Ahtchi - Ali and H. Pedersen. Very large lattice model of liquid mixing in trickle beds, *Ind. Eng. Chem. Fundam.*, **25**, pp.108-115 (1986).
- B. Atkinson and A.R. Ali. Wetted area, slime thickness and liquid phase mass transfer in packed bed biological film reactors (trickling filters), *Trans. Inst. Chem. Eng.*, **54**, pp.239-250 (1976).
- A. Beghdadi, C. Andraud, J. Lafait, J. Peiro and M. Perreau. Entropic and multifractal analysis of disordered morphologies, in *Fractals in Natural Sciences*, pp.360-368, T. Viscek, M. Shlesinger, M. Matsushita (editors), World Publishing Company, Singapore (1994).
- G.G. Bemer and G.A.J. Kalis. A new method to predict hold-up and pressure drop in packed columns, *Trans. Inst. Chem. Eng.*, **56**, pp.200-204 (1978).
- G.G. Bemer and F.J. Zwiderweg. Radial liquid spread and maldistribution in packed columns under different wetting conditions, *Chem. Eng. Sci.*, **33**, pp.1637-1643 (1978).
- R Billet. *Packed Towers in Processing and Environmental Technology*, VCH, Weinheim (1995).
- S. Blacher, N. Henriouille, F. Brouers and A. Sarychev. Scaling properties of complex grey level images, à paraître dans *Acta Stereol.* (1996).
- J.R. Blok, J. Varkevisser and A.A.H. Drinkenburg. Transition to pulsing flow, holdup and pressure drop in packed columns with cocurrent gas-liquid downflow, *Chem. Eng. Sci.*, **38**, pp.687-699 (1983).
- J.A. Bonilla. Don't neglect liquid distributors, *Chem. Eng. Prog.*, **89** (3), pp.47-61 (1993).
- K. Bornhütter and A. Mersmann. Mass transfer in packed columns : The cylinder model, *Chem. Eng. Technol.*, **16**, pp.46-57 (1993).
- J.D. Bowman. Use column scanning for predictive maintenance, *Chem. Eng. Prog.*, **87** (2), pp.25-31 (1991).
- J.D. Bowman. Troubleshoot packed towers with radioisotopes, *Chem. Eng. Prog.*, **89** (9), pp.34-41 (1993).
- R.A. Brooks and G. Di Chiro. Principles of computer assisted tomography, *Phys. Med. Biol.*, **21**, pp.689-732 (1976).

-
- J.E. Buchanan. Holdup in irrigated ring - packed towers below the loading point, *Ind. Eng. Chem. Fundam.*, **6**, pp.400-407 (1967).
- J.E. Buchanan. Pressure gradient and liquid holdup in irrigated packed towers, *Ind. Eng. Chem. Fundam.*, **8**, pp.502-511 (1969).
- A. Burghardt, G. Bartelmus, M. Jaroszynski and A. Kolodziej. Hydrodynamics and mass transfer in a three-phase fixed-bed reactor with co-current gas-liquid downflow, *Chem. Eng. J.*, **58**, pp.83-99 (1995).
- J. C. Charpentier, C. Prost, W. van Swaaij and P. Le Goff. Etude de la rétention de liquide dans une colonne à garnissage arrosé à co-courant et à contre-courant de gaz et de liquide. Représentation de sa texture par un modèle à films, filets et gouttes, *Chimie et Industrie - Génie Chimique*, **99**, pp.803-826 (1968a).
- J. C. Charpentier, C. Prost and P. Le Goff. Ecoulement ruisselant de liquide dans une colonne à garnissage. Détermination des vitesses et des débits relatifs des films, filets et gouttes, *Chimie et Industrie - Génie Chimique*, **100**, pp.653-665 (1968b).
- J.C. Charpentier and M. Favier. Some liquid holdup experimental data in trickle-bed reactors for foaming and nonfoaming hydrocarbons, *AIChE J.*, **21**, pp.1213-1218 (1975).
- G. Christensen, S.J. Mc Govern and S. Sundaresan. Cocurrent downflow of air and water in a two dimensional packed column, *AIChE J.*, **32**, pp.1677-1689 (1986).
- C.F. Chu and K.M. Ng. Model for pressure drop hysteresis in trickle-beds, *AIChE J.*, **35**, pp.1365-1369 (1989).
- B. Colletta, J. Letouzey, R. Pinedo, J.F. Ballard and P. Balé. Computerized X-ray tomography analysis of sandbox models : Examples of thin-skinned thrust systems, *Geology*, **19**, pp.1063-1067 (1991).
- J.A. Concepcion and J.D. Carpinelli. CT fan beam reconstruction with a nonstationary axis of rotation, *IEEE Trans. Med. Imaging*, **11**, pp.111-116 (1992).
- M. Crine et P. Marchot. Les écoulements gaz - liquide à co-courant vers le bas en lit granulaire fixe. Première partie : Description des structures d'écoulement du liquide, *Entropie*, **102**, pp.28-36 (1981a).
- M. Crine et P. Marchot. Les écoulements gaz - liquide à co-courant vers le bas en lit granulaire fixe. Deuxième partie : Modèle stochastique de l'écoulement du liquide, *Entropie*, **102**, pp.37-43 (1981b).
- M. Crine. *Hydrodynamique statistique des écoulements gaz - liquide dans les colonnes à garnissage*, Thèse d'agrégation de l'enseignement supérieur, Université de Liège, Liège (1988).
-

-
- M. Crine and P. Marchot. Stochastic modeling of the gas-liquid trickling flow through a packed bed, *Chem. Biochem. Eng. Q.*, **2**, pp.101-104 (1988).
- M. Crine, M. Schlitz and L. Vandevenne. Evaluation of the performances of plastic media in aerobic trickling filters, *Wat. Sci. Technol.*, **22**, pp.227-238 (1990).
- M. Crine, P. Marchot, M. Schlitz, B. Lekhlif and G. L'Homme. Liquid spreading in trickle-flow columns, Proceedings of the *Fourth World Congress of Chemical Engineering*, Karlsruhe, Tome IV, Paper 13.1-6 (1991).
- M. Crine, P. Marchot and G. L'Homme. Statistical hydrodynamics in trickle flow columns, *AIChE J.*, **38**, pp.136-147 (1992a).
- M. Crine, P. Marchot, B. Lekhlif and G. L'Homme. Macromixing versus hydrodynamics in trickle flow columns, *Chem. Eng. Sci.*, **47**, pp.2263-2268 (1992b).
- D.C. Dankworth, I.G. Kevrekidis and S. Sundaresan. Dynamics of pulsing flow in trickle beds, *AIChE J.*, **36**, pp.605-621 (1990).
- A. Delesse. Pour déterminer la composition des roches, *Annales des Mines*, **13**, 4^{ème} série, pp.379-388 (1848).
- S. Ergun. Fluid flow through packed columns, *Chem. Eng. Prog.*, **48** (2), pp.89-94 (1952).
- K. Falconer. *Fractal geometry. Mathematical foundations and applications*, Chap.11, John Wiley & Sons, Chischester (1994).
- W. Feller. *An Introduction to Probability Theory and its Applications*, Wiley, New York, NY (1971).
- J. Froyland. *Introduction to chaos and coherence*, Chap.11, Institute of Physics Publishing, Bristol (1992).
- G.A. Funk, M.P. Harold and K.A. Ng. A novel model for reaction in trickle beds with flow maldistribution, *Ind. Eng. Chem. Res.*, **29**, pp.738-748 (1990).
- L.F. Gladden. Industrial applications of nuclear magnetic resonance, *Chem. Eng. J.*, **56**, pp.149-158 (1995).
- K. Grosser, R.G. Carbonell and S. Sundaresan. Onset of pulsing in two-phase cocurrent downflow through a packed bed, *AIChE J.*, **34**, pp.1850-1860 (1988).
- K.M. Hanson and G.W. Wecksung. Local basis-function approach to computed tomography, *Applied Optics*, **24**, pp.4028-4039 (1985).

-
- M.E. Harrison. Gamma scan evaluation for distillation column debottlenecking, *Chem. Eng. Prog.*, **86** (3), pp.37-44 (1990).
- D.E. Hartley et W. Murgatroyd. Criteria for the break-up of thin liquid layers flowing over a solid surface, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **7**, p.1003 (1964).
- M.E. Hosseini - Ashrafi and U. Tüzün. A tomographic study of voidage profiles in axially symmetric granular flows, *Chem. Eng. Sci.*, **48**, pp.53-67 (1993).
- R.A. Holub, M.P. Dudukovic and P.A. Ramachandran. Pressure drop, liquid holdup and flow regime transition in trickle flow, *AIChE J.*, **39**, pp.302-321 (1993).
- T. Ikeda, K. Kotani and Y. Maeda. Preliminary study on application of X-ray CT scanner to measurement of void fractions in steady state two-phase flows, *J. Nucl. Sci.*, **20**, pp.1-12 (1983).
- E.T. Jaynes. Information theory and statistical mechanics. Part I, *Phys. Rev.*, **106**, p.620 (1957a).
- E.T. Jaynes. Information theory and statistical mechanics. Part II, *Phys. Rev.*, **108**, p.171 (1957b).
- E.T. Jaynes. The maximum entropy theory principle, in *The Maximum Entropy Formalism*, p.15, R.D. Levine and M. Tribus (editors), MIT Press, Cambridge (1979).
- D. Jeulin. Communication personnelle, Ecole Nationale des Mines de Paris, Fontainebleau (1996).
- A.C. Kak and M. Slaney. *Principles of Computerized Tomographic Imaging*, IEEE Press, New-York, NY (1988).
- K.M. Kan and P.F. Greenfield. Multiple hydrodynamic states in cocurrent two phase downflow through packed beds, *Ind. Eng. Chem. Process. Des. Dev.*, **17**, p.482 (1978).
- A. Kantzas. Computation of holdups in fluidized and trickle beds by computer-assisted tomography, *AIChE J.*, **40**, pp.1254-1261 (1994).
- T. Keuss. *Reconstruction d'images dans un réacteur biochimique à partir de projections X*, Travail de fin d'études, Université de Liège, Liège (1991).
- L. Klemas and J.A. Bonilla. Accurately assess packed-column efficiency, *Chem. Eng. Prog.*, **91** (7), pp.27-44 (1995).
- W.B. Kolb, T.R. Melli, J.M. de Santos and L.E. Scriven. Cocurrent downflow in packed beds. Flow regimes and their acoustic signatures, *Ind. Eng. Chem. Res.*, **29**, pp.2380-2389 (1990).

- T. Krauss and H. Hofmann. Some experiences with the application of the percolation concept for modelling trickle-bed fluid dynamics, *Chem. Eng. Process.*, **33**, pp.67-72 (1994).
- D.A. Krieg, J.A. Helwick, P.O. Dillon and M.J. Mc Cready. Origin of disturbances in cocurrent gas-liquid packed-bed flow, *AIChE J.*, **41**, pp.1653-1666 (1995).
- S. Kullback. *Information Theory and Statistics*, Wiley, New York, NY (1959).
- S.B. Kumar, N. Devanathan, D. Moslemian and M.P. Dudukovic. Effect of scale on liquid recirculation in bubble columns, *Chem. Eng. Sci.*, **49**, pp.5637-5652 (1994).
- F. Larachi, A. Laurent, N. Midoux and G. Wild. Liquid saturation data in trickle-beds operating under elevated pressure, *AIChE J.*, **37**, pp.1109-1112 (1991)
- M.A. Latifi, N. Midoux, A. Storck and J.N. Gence. The use of micro-electrodes in the study of flow regimes in a packed bed reactor with single phase liquid flow, *Chem. Eng. Sci.*, **44**, pp.2501-2508 (1989).
- C.L. Lazzaroni, H.R. Keselman and N.S. Figoli. Trickle bed reactors. Multiplicity of hydrodynamics states. Relation between pressure drop and the liquid holdup, *Ind. Eng. Chem. Res.*, **28**, pp.119-121 (1989).
- B. Lekhlif. *Contribution à l'étude de l'hydrodynamique dans les lits bactériens*, Thèse de Doctorat en Sciences appliquées, Université de Liège, Liège (1992).
- B. Lekhlif, D. Toye, P. Marchot and M. Crine. Interactions between the biofilm growth and the hydrodynamics in an aerobic trickling filter, *Wat. Sci. Technol.*, **29**, pp.423-430 (1994).
- B. Lespinasse et P. Le Goff. Recherches sur le fonctionnement des colonnes à garnissage pour absorption gaz - liquide. Première partie : Description de l'appareil et résultats concernant la perte de charge, la retenue de colonne et l'efficacité d'un garnissage d'anneaux Raschig, *Rev. Inst. Fr. Pet.*, **XVII** (10), pp.1-20 (1962a).
- B. Lespinasse. Recherches sur le fonctionnement des colonnes à garnissage pour absorption gaz - liquide. Deuxième partie : Etude du cheminement du liquide à travers le garnissage d'une colonne d'absorption gaz - liquide, *Rev. Inst. Fr. Pet.*, **XVII** (11), pp.21-40 (1962b).
- B. Lespinasse. Recherches sur le fonctionnement des colonnes à garnissage pour absorption gaz - liquide. Troisième partie : Quelques modèles de l'écoulement d'un liquide à travers un garnissage, *Rev. Inst. Fr. Pet.*, **XVII** (11), pp.41-61 (1962c).
- J. Levec, A.E. Saez and R.G. Carbonell. The hydrodynamics of trickling flow in packed beds. Part II : Experimental observations, *AIChE J.*, **32**, pp.369-380 (1986).

-
- J. Levec, K. Grosser and R.G. Carbonell. The hysteresic behavior of pressure drop and liquid holdup in trickle bed reactors, *AIChE J.*, **34**, pp.1027-1030 (1988).
- G. L'Homme. *Génie des réactions chimiques. Tome III*, Notes de cours, Université de Liège, Liège (1989).
- W.E. Lobo, L. Friend, F. Hashmall and F. Zenz. Limiting capacity of dumped tower packings, *Trans. Am. Inst. Chem. Eng.*, **41**, pp.693-710 (1945).
- P.G. Lutran, K.M. Ng and E.P. Delikat. Liquid distribution in trickle beds. An experimental study using computer-assisted tomography, *Ind. Eng. Chem. Res.*, **30**, pp.1270-1280 (1991).
- J. Mackowiak. Pressure drop in irrigated packed columns, *Chem. Eng. Process.*, **29**, pp.93-105 (1991).
- N. MacCuaig, J.P.K. Seville, W.B. Gilboy and R. Clift. Application of gamma-ray tomography to gas fluidised beds, *Appl. Optics*, **24**, pp.4083-4085 (1985).
- P. Marchot, M. Crine and G. L'Homme. Two-phase flow through a packed bed : A stochastic model based on percolation concepts, *Chem. Eng. J.*, **36**, pp.141-150 (1987).
- P. Marchot. *Description stochastique de l'écoulement ruisselant dans les lits fixes*, Thèse de doctorat en sciences appliquées, Université de Liège, Liège (1988).
- P. Marchot, M. Crine and G. L'Homme. Rational description of trickle flow through packed beds. Part I : Liquid distribution far from the distributor, *Chem. Eng. J.*, **48**, pp.49-59 (1992a).
- P. Marchot, M. Crine and G. L'Homme. Rational description of trickle flow through packed beds. Part II : Radial spreading of the liquid, *Chem. Eng. J.*, **48**, pp.61-70 (1992b).
- T.R. Melli, J.M. de Santos, W.B. Kolb and L.E. Scriven. Cocurrent downflow in networks of passages. Microscale roots of macroscale flow regimes, *Ind. Eng. Chem. Res.*, **29**, pp.2367-2379 (1990).
- T.R. Melli and L.E. Scriven. Theory of two-phase cocurrent downflow in networks of passages. *Ind. Eng. Chem. Res.*, **30**, pp.951-969 (1991).
- A. Mersmann and A. Deixler. Packed columns, *Ger. Chem. Eng.*, **9**, pp.265-276 (1986).
- E.J. Morton and S.J.R. Simons. The physical basis of process tomography, in *Frontiers in Industrial Process Tomography*, pp.11-21, D.M. Scott and R.A. Williams (editors), Engineering Foundation, New York, NY (1995).

-
- P.E. Myers and P.D. Martin. Application of γ -densitometry and tomography to liquid-liquid extraction columns diagnostics, in *Process Tomography - A Strategy for Industrial Exploitation - 1993*, pp.97-100, M.S. Beck, E. Campogrande, M. Morris, R.A. Williams and R.C. Waterfall (editors), UMIST, Manchester (1993).
- F. Natterer. Sampling in fan beam tomography, *SIAM J. Appl. Math.*, **53**, p.358 (1993).
- K.M. Ng. A model for flow regime transitions in cocurrent down-flow trickle-bed reactors, *AIChE J.*, **32**, pp.115-122 (1986).
- F. Noo, C. Bernard, F.X. Litt and P. Marchot. A comparison between filtered backprojection algorithm and direct algebraic method in fan beam C.T., à paraître dans *Signal Processing*, **51** (2) (1996).
- L. Oger, C. Gauthier, C. Leroy, J.P. Hulin et E. Guyon. Hétérogénéités et longueurs caractéristiques dans les milieux poreux, *Entropie*, **152**, pp.29-42 (1989).
- D.J. Parker, M.R. Hawkesworth and T.D. Beynon. Process applications of emission tomography, *Chem. Eng. J.*, **56**, pp.109-117 (1995).
- D. Perry, D.E. Nutter and A. Hale. Liquid distribution for optimum packing performance, *Chem. Eng. Prog.*, **86** (1), pp.30-35 (1990).
- A. Plaskowski, M.S. Beck, R. Thorn and T. Dyakowski. *Imaging Industrial Flows. Applications of Electrical Process Tomography*, IOP Publishing Ltd, Bristol (1995).
- L. Pless and J.D. Bowman. Scanning columns with gamma rays, *Chem. Eng.*, **99** (8), pp.127-132 (1992).
- V.G. Rao and A.A. Drinkenburg. A model for pressure drop in two-phase gas-liquid downflow through packed columns, *AIChE J.*, **31**, pp.1010-1018 (1985).
- N. Reinecke, C.G. Xie, D. Mewes and M.S. Beck. Application of capacitance tomography for the two dimensional imaging of pulse flow in trickle-bed reactors, in *Process tomography - Implementation for industrial processes - 1995*, pp.71-83, M.S. Beck, B.S. Hoyle, M. Morris, R.C. Waterfall and R.A. Williams (editors), UMIST, Manchester (1995).
- J.A. Rocha, J.L. Bravo and J.R. Fair. Distillation columns containing structured packings : A comprehensive model for their performance. 1. Hydraulic models, *Ind. Eng. Chem. Res.*, **32**, pp.641-651 (1993).
- S. Rode, N. Midoux, M.A. Latifi, A. Storck and E. Saadjan. Hydrodynamics of liquid flow in packed beds : an experimental study using electrochemical shear rate sensors, *Chem. Eng. Sci.*, **49**, pp.889-900 (1994).
- A. Rosenfeld and A.C. Kak. *Digital Picture Processing*, Academic Press, New York, NY (1982).

- P.N. Rowe and R. Matsuno. Single bubbles injected into a gas fluidized bed and observed by X-rays, *Chem. Eng. Sci.*, **26**, pp.923-935 (1971).
- P.N. Rowe, H.J. MacGillivray and D.J. Cheesman. Gas discharge from an orifice into a gas fluidized bed, *Trans. Inst. Chem. Eng.*, **57**, pp.194-199 (1979).
- M.N. Rychagov, H. Ecmert and R. Nabokov. Reconstruction of inhomogeneous quasi-steady flow and vortex vector fields using acoustic tomography, in *Process tomography - Implementation for industrial processes - 1995*, pp.196-204, M.S. Beck, B.S. Hoyle, M. Morris, R.C. Waterfall and R.A. Williams (editors), UMIST, Manchester (1995).
- A.E. Saez and R.G. Carbonell. Hydrodynamic parameters for gas-liquid cocurrent flow in packed beds, *AIChE J.*, **31**, pp.52-62 (1985).
- A.E. Saez, R.G. Carbonell and J. Levec. The hydrodynamics of trickling flow in packed beds. Part I : Conduit models, *AIChE J.*, **32**, pp.353-368 (1986).
- C.N. Satterfield. Trickle bed reactors, *AIChE J.*, **21**, pp.209-228 (1975).
- C.E. Shannon and W. Weaver. *The mathematical theory of communication*, University of Illinois Press, Urbana, ILL (1949).
- M.G. Shi and A. Mersmann. Effective interfacial area in packed columns, *Ger. Chem. Eng.*, **8**, pp.87-96 (1985).
- S. Sicardi, H. Gerhard and H. Hoffmann. Flow regime transition in trickle-bed reactors, *Chem. Eng. J.*, **18**, pp.173-182 (1979).
- J. Smid, P. Van Xuan and J. Thyn. Effect of filling method on the packing distribution of a catalyst bed, *Chem. Eng. Technol.*, **16**, pp.114-118 (1993).
- J. Stichlmair, J.L. Bravo and J.R. Fair. General model for prediction of pressure drop and capacity of countercurrent gas/liquid packed columns, *Gas Sep. Purif.*, **3**, pp.19-28 (1989).
- R.F. Strigle. Understand flow phenomena in packed columns, *Chem. Eng. Prog.*, **89** (8), pp.79-83 (1993).
- R.F. Strigle. *Packed Tower Design and Applications : Random and Structured Packings*, Gulf Publishing Company, Houston, TX (1994).
- R.M. Stikkelman. *Gas and liquid maldistributions in packed columns*, Academisch Boeken Centrum, Delft (1989).
- P. Suess and L. Spiegel. Hold-up of Mellapak structured packings, *Chem. Eng. Process.*, **31**, pp.119-124 (1992).

- P.D. Thomas, R.C. Darton and P.B. Whalley. Liquid foam structure analysis by visible light tomography, *Chem. Eng. J.*, **56**, pp.187-192 (1995).
- P. Turlier et J.R. Bernard. Techniques d'étude « in situ » des lits fluides industriels, *Entropie*, **170**, pp.24-28 (1992).
- S.Y. Wang, S. Ayril, F.S. Castellana and C.C Gryte. Reconstruction of oil saturation distribution histories during immiscible liquid-liquid displacement by computer-assisted tomography, *AIChE J.*, **30**, pp.642-646 (1984).
- R.A. Williams. Tomographic imaging for modelling and control of mineral processes, *Chem. Eng. J.*, **59**, pp.71-85 (1995).
- C.G. Xie, N. Reinecke, M.S. Beck, D. Mewes and R.A. Williams. Electrical tomography techniques for process engineering applications, *Chem. Eng. J.*, **56**, pp.127-133 (1995).
- J.G. Yates, R.S. Ruiz - Martinez and D.J. Cheesman. Prediction of bubble size in a fluidized bed containing horizontal tubes, *Chem. Eng. Sci.*, **45**, pp.1105-1111 (1990).
- E. Zieler. Possibilities and limits of industrial radiography and radioscopy, *Acta Electronica*, **20** (1), pp.11-24 (1977).
- F.J. Zwiderweg and P.J. Hoek. *The effect of small scale maldistribution ('natural flow') on the separating efficiency of random packings*, Ind. Chem. Eng. Symposium Series N°104, pp.B247-B254 (1987).

ANNEXES

Annexes

Liste des annexes

Annexe I : Filtre de Hamming.....	225
1. Représentation dans le domaine de Fourier.....	225
2. Influence sur les images reconstruites	226
Annexe II : Calcul de moyennes sur les données de projection.....	229
Annexe III : Photographies de l'installation.....	231
Annexe IV : Distribution du liquide dans des sections irriguées	237
Annexe V : Distribution des débits locaux	242
Annexe VI : Facteur de maldistribution.....	246

Annexe I : Filtre de Hamming

1. Représentation dans le domaine de Fourier

Dans le domaine de Fourier, le filtre de Hamming est représenté par la fonction $K(\omega)$, qui s'exprime de la manière suivante :

$$K(\omega) = 0.54 + 0.46 \cos\left(\frac{\pi \omega}{f_m}\right),$$

dans laquelle f_m est la fréquence maximum, égale à la fréquence d'échantillonnage divisée par 2.

Si l'intervalle d'échantillonnage, a , est pris comme unité de mesure, f_m est égale à 0.5 et l'expression de $K(\omega)$ devient donc :

$$K(\omega) = 0.54 + 0.46 \cos(2 \pi \omega)$$

La figure A.I.1 montre l'allure de cette fonction.

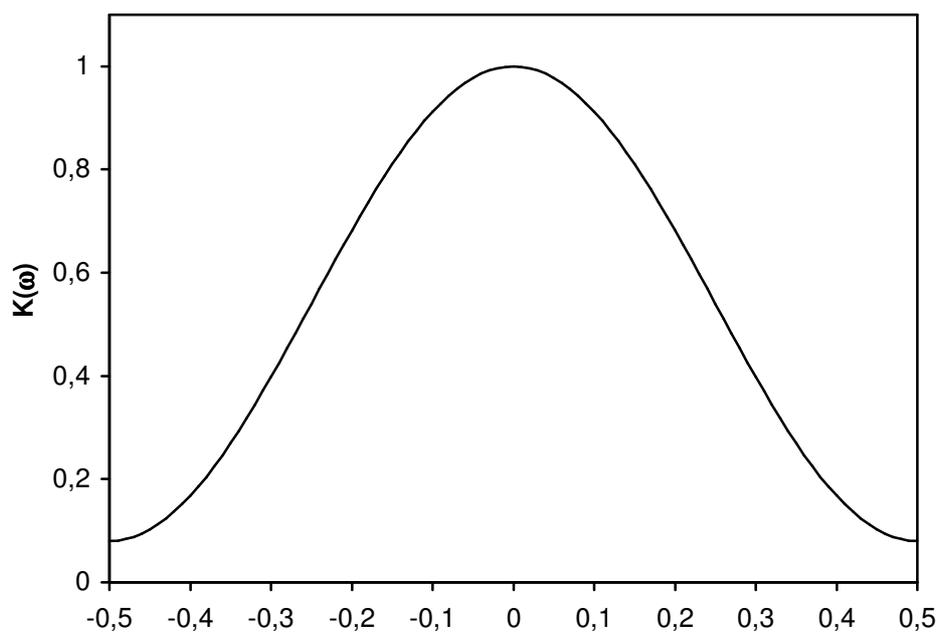


Figure A.I.1 : Filtre de Hamming : représentation dans le domaine de Fourier.

2. Influence sur les images reconstruites

Lors de la reconstruction des images, le filtrage par une fenêtre de Hamming consiste simplement à multiplier le produit des FFT des fonctions $\frac{D}{\sqrt{D^2 + n^2}} R_{\beta_i}(n)$ et $g(n)$ par la fonction $K(\omega)$, avant de calculer la FFT inverse du produit global (voir chapitre 1.2.2.).

Ce filtrage permet d'améliorer la qualité des images reconstruites en diminuant le bruit de fond et en atténuant les artefacts dus aux variations abruptes de densité présentes dans la section étudiée.

La figure A.1.2 montre deux coupes effectuées dans des images d'une même section de colonne, respectivement reconstruites avec et sans filtre de Hamming. On voit que l'opération de filtrage permet de diminuer le bruit de fond et d'atténuer les fluctuations apparaissant sur les 2 pics externes (parois de la colonne).

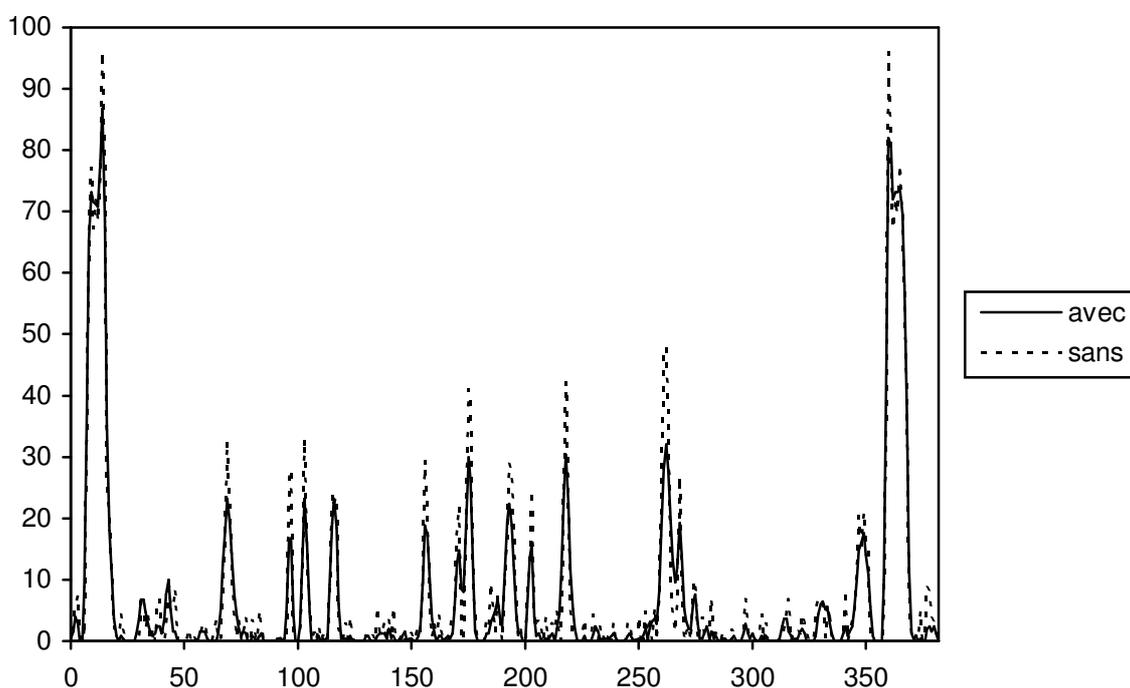
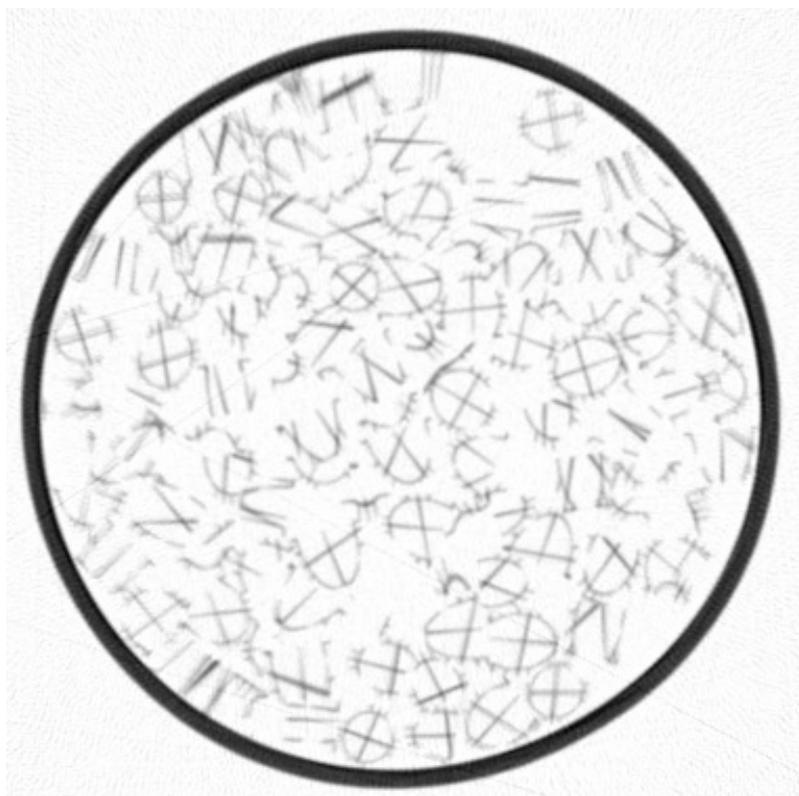


Figure A.1.2 : Influence du filtre de Hamming : comparaison de coupes effectuées dans des images reconstruites avec et sans opération de filtrage.

Les figures A.I.3a et A.I.3b montrent deux images d'une même section, respectivement reconstruites avec et sans opération de filtrage.

(a)



(b)

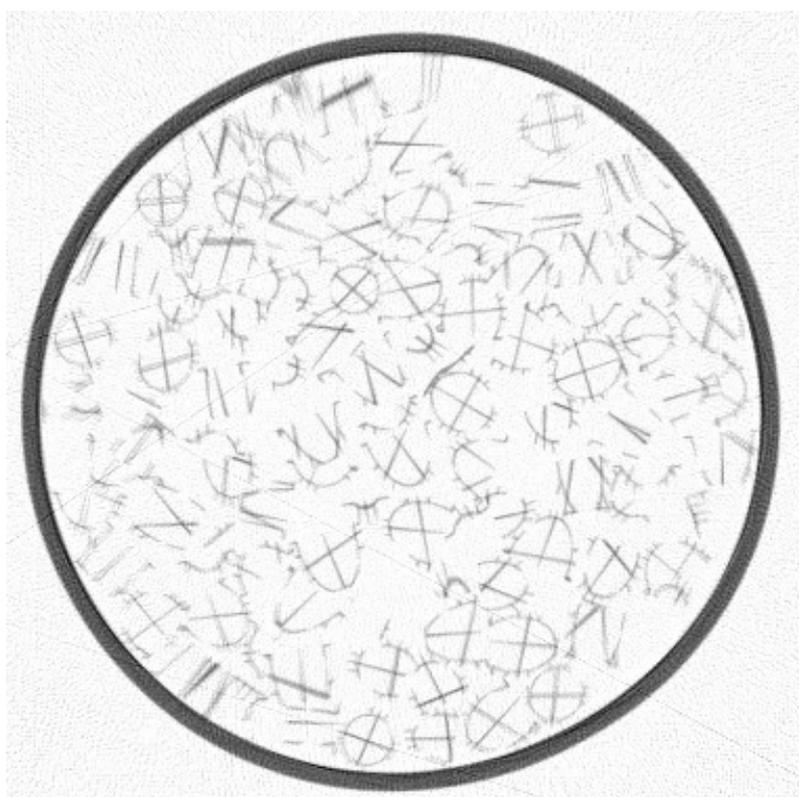


Figure A.I.3 : Influence du filtre de Hamming : comparaison d'images de sections reconstruites (a) avec et (b) sans opération de filtrage.

L'observation de ces deux images permet de confirmer l'influence bénéfique du filtrage par une fenêtre de Hamming. En effet, grâce à la diminution des artefacts, la couleur de la paroi de la colonne apparaît comme plus homogène (plus foncée) sur la première image que sur la seconde. On voit également que le bruit de fond est nettement plus important sur la seconde image (reconstruite sans filtre) que sur la première (reconstruite avec filtre). L'influence de l'opération de filtrage est particulièrement nette dans la partie de l'image correspondant à la zone située à l'extérieur de la colonne.

Annexe II : Calcul de moyennes sur les données de projection

Le détecteur linéaire est conçu de manière telle qu'il envoie, toutes les 20 ms, les 1024 valeurs d'intensités mesurées par les photodiodes qui le composent. Des données de projection sont donc enregistrées pour un nombre de positions angulaires nettement supérieur au nombre strictement nécessaire à la reconstruction des images. Afin de valoriser ces données supplémentaires, des projections relatives à des positions angulaires successives ont été moyennées, avant de servir à la reconstruction des images. Malheureusement, cette opération a eu pour conséquences une diminution de la précision, ainsi qu'une augmentation du bruit de fond au niveau des images reconstruites. La figure A.II.1 montre deux coupes effectuées dans des images d'une même section de colonne, respectivement reconstruites à partir de données de projection moyennées sur 3 positions angulaires successives et à partir de données de projection non moyennées.

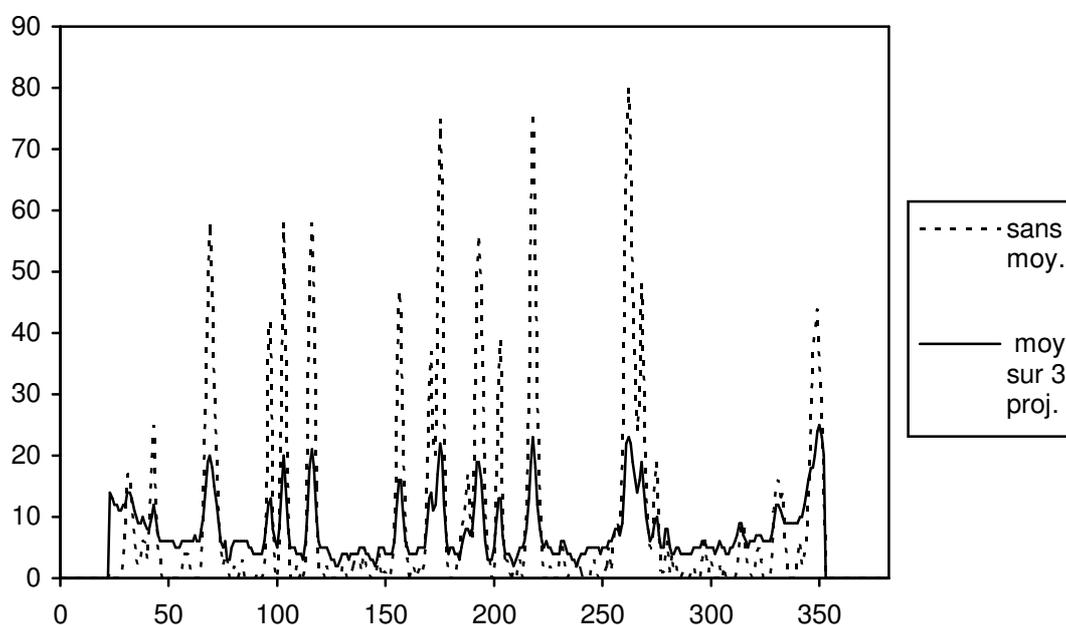


Figure A.II.1 : Influence d'un calcul de moyenne effectué sur des projections avant reconstruction : comparaison de coupes effectuées dans des images reconstruites avec ou sans cette opération.

Sur cette figure, l'augmentation du bruit de fond apparaît nettement. On remarque également que les pics correspondant aux différents objets présents dans la section de la colonne sont moins bien séparés quand on effectue une moyenne avant la reconstruction. Cette détérioration de l'image est due au fait que les données de projection sur lesquelles la moyenne est calculée ne sont pas relatives à une seule et même position angulaire. En effet, l'intervalle de temps qui sépare chacune de ces projections est égal à 20 ms. Si on considère 3 projections successives, l'intervalle de temps total est de 40 ms, ce qui correspond à un déplacement angulaire du manipulateur de 0.96° . Le fait d'effectuer une moyenne sur plusieurs projections successives introduit donc une incertitude non négligeable sur la position angulaire à laquelle la projection résultante est relative.

Annexe III : Photographies de l'installation



Figure A.III.1 : Photographie du tube R.X. et de son collimateur, montés sur un des montants verticaux du manipulateur.



Figure A.III.2 : Photographie du détecteur linéaire monté sur le second montant vertical du manipulateur.

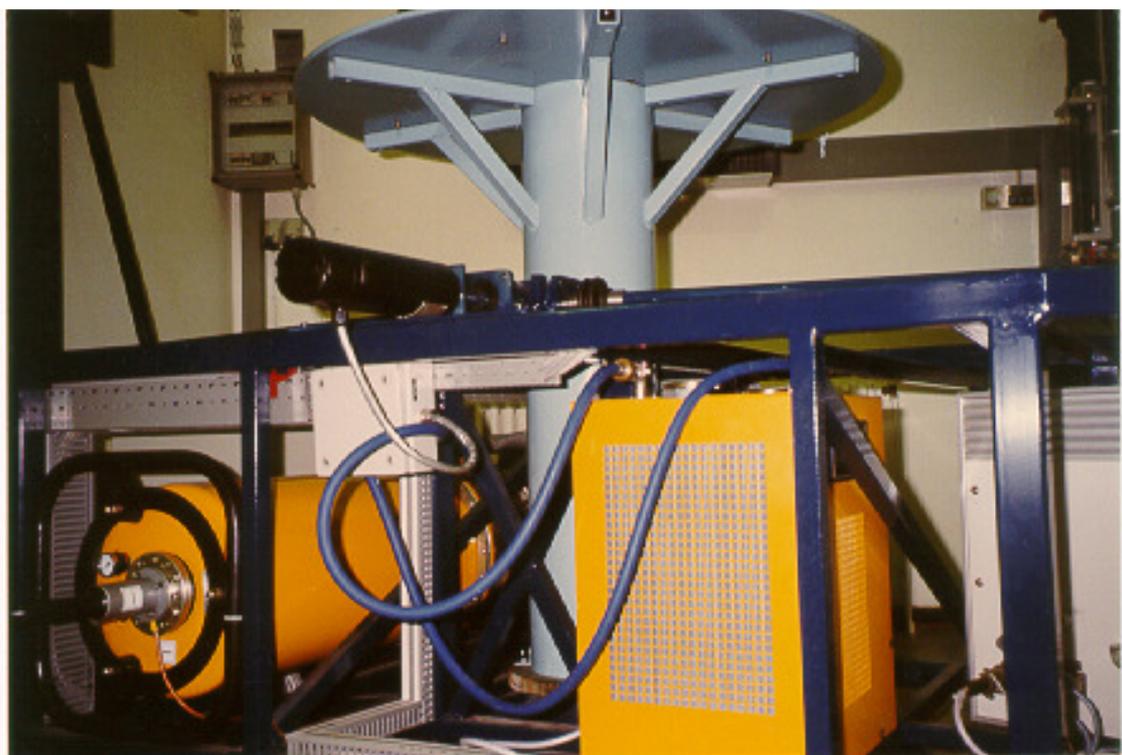


Figure A.III.3 : Photographie du générateur de hautes tensions et du groupe de refroidissement eau/air, montés dans la base du manipulateur. On distingue également le plateau fixe, supportant la colonne à garnissage, ainsi que le moteur à courant continu, assurant le déplacement vertical de l'ensemble source R.X. - détecteur linéaire.

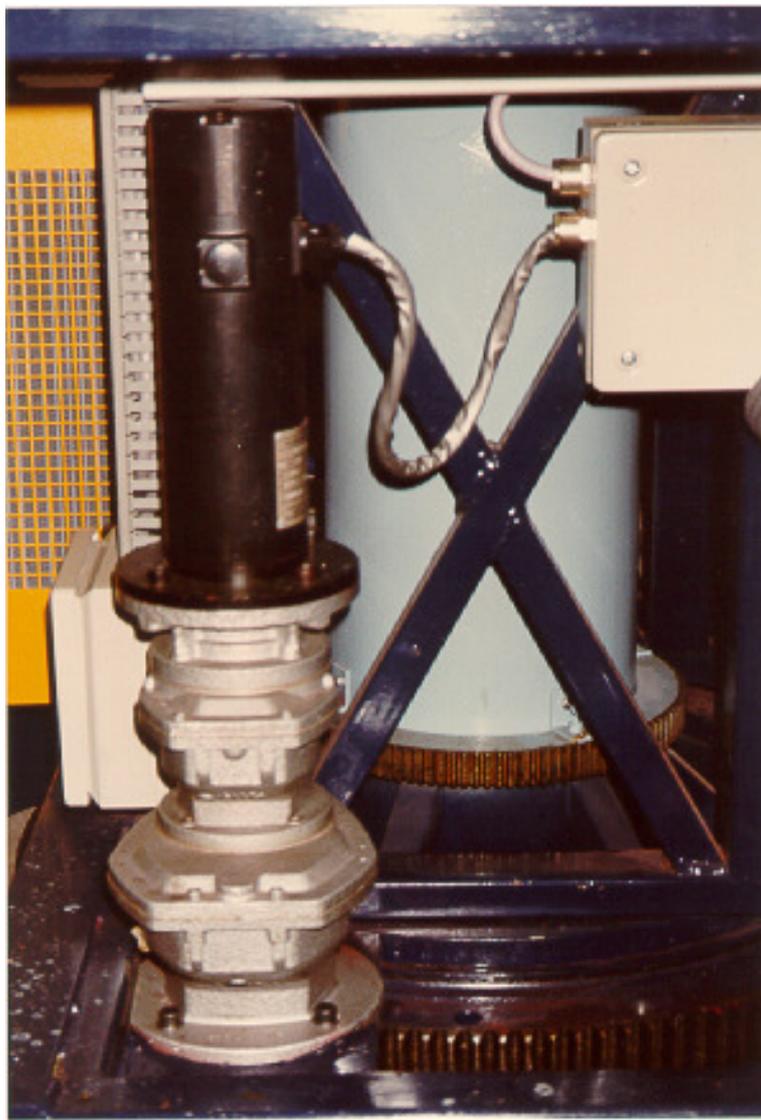


Figure A.III.4 : Photographie du moteur à courant continu, monté sur un réducteur, assurant la rotation du manipulateur.



Figure A.III.5 : Photographie de la colonne à garnissage, posée sur le plateau fixe du manipulateur.

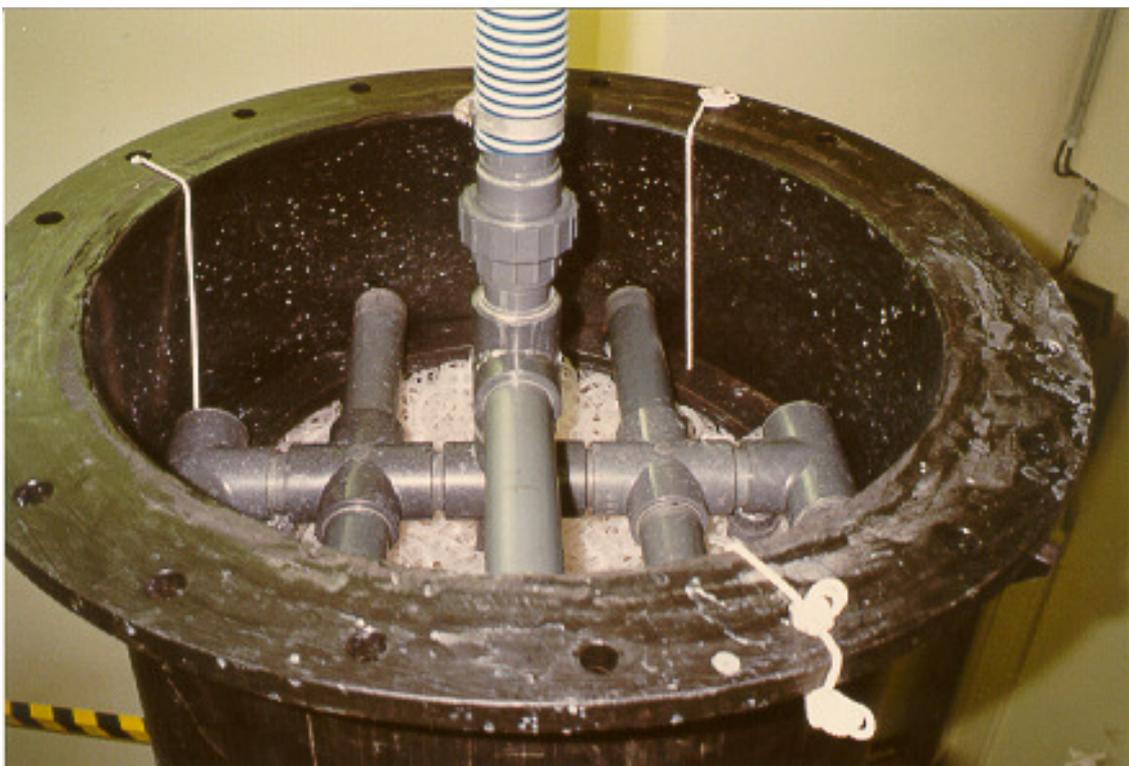


Figure A.III.6 : Photographie du distributeur de liquide, situé au sommet de la colonne à garnissage, remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A

Annexe IV : Distribution du liquide dans des sections irriguées

Les figures A.IV.1 et A.IV.2 montrent l'évolution de la distribution du liquide en fonction du débit dans deux sections droites respectivement situées à 400 mm et à 800 mm du sommet de la colonne à garnissage remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A. Les images présentées sur ces deux figures viennent confirmer les observations effectuées sur les figures V.6, V.7 et V.8 du chapitre V. On remarque en effet que :

- la fraction de surface de la section contactée par l'écoulement liquide est d'autant plus importante que le débit d'irrigation est grand,
- l'influence du distributeur est d'autant plus marquée que l'on est proche du sommet du lit,
- la distance sur laquelle l'influence du distributeur se fait sentir est d'autant plus grande que le débit de liquide alimenté est grand.

La figure A.IV.3 montre la distribution du liquide dans une section droite située à 800 mm du sommet de la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210. Dans ce cas-ci également, les images présentées en annexe viennent confirmer les observations effectuées au chapitre V, sur les figures V.9 à V.11, à savoir :

- une augmentation de la fraction de surface irriguée avec le débit de liquide alimenté,
- l'impossibilité, au niveau des images, de détecter la position des quatre points d'alimentation du liquide,
- l'apparition, aux débits les plus élevés, d'un écoulement préférentiel de liquide près de la paroi de la colonne.

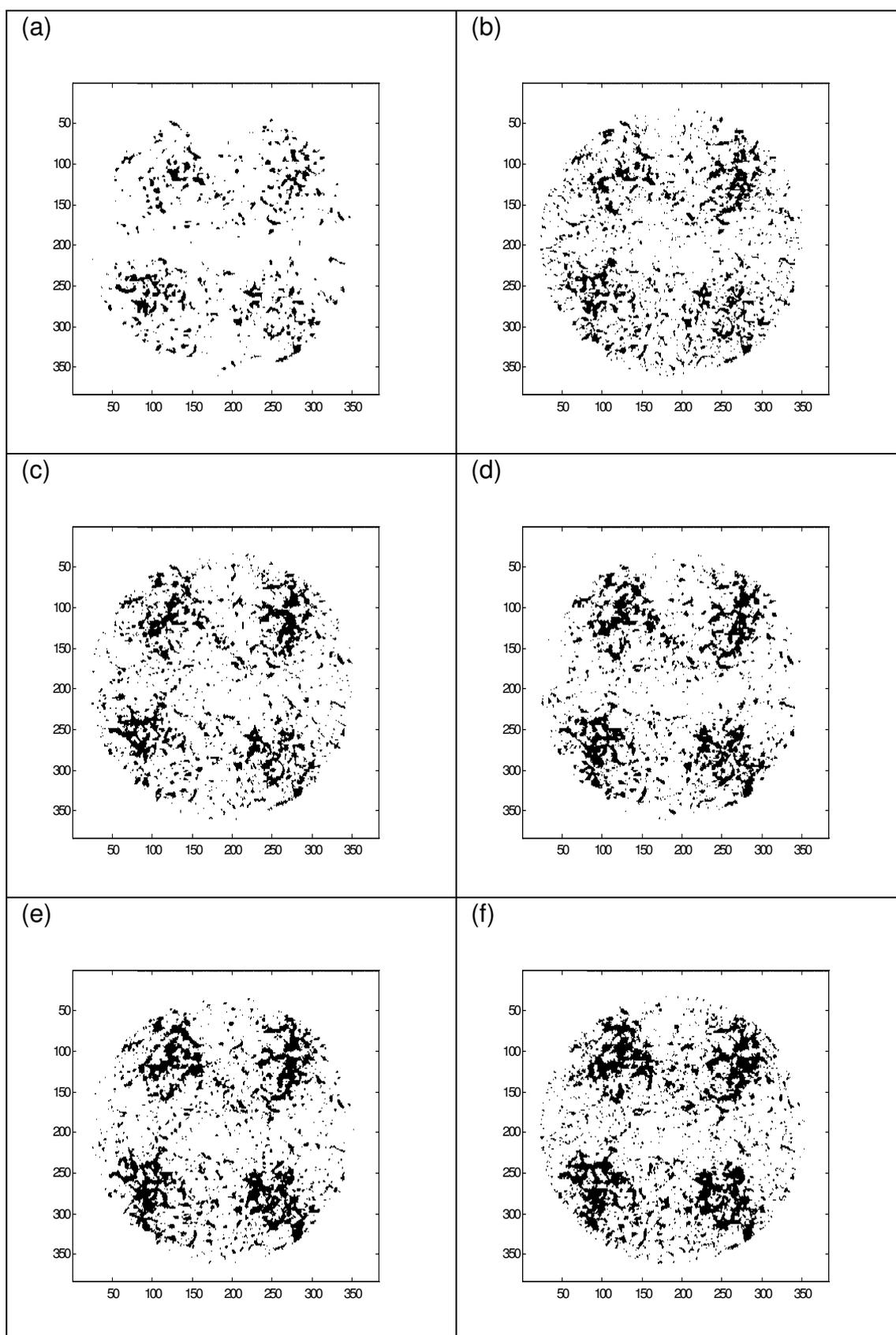


Figure A.IV.1 : Distribution du liquide dans une section de la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A. Profondeur = 400 mm. Débit liquide = (a) 1000 l/h (b) 2000 l/h (c) 3000 l/h (d) 4000 l/h

(e) 5000 l/h (f) 6000 l/h. Images normées, seuillées (seuil = 5% pixel maximum) et binarisées.

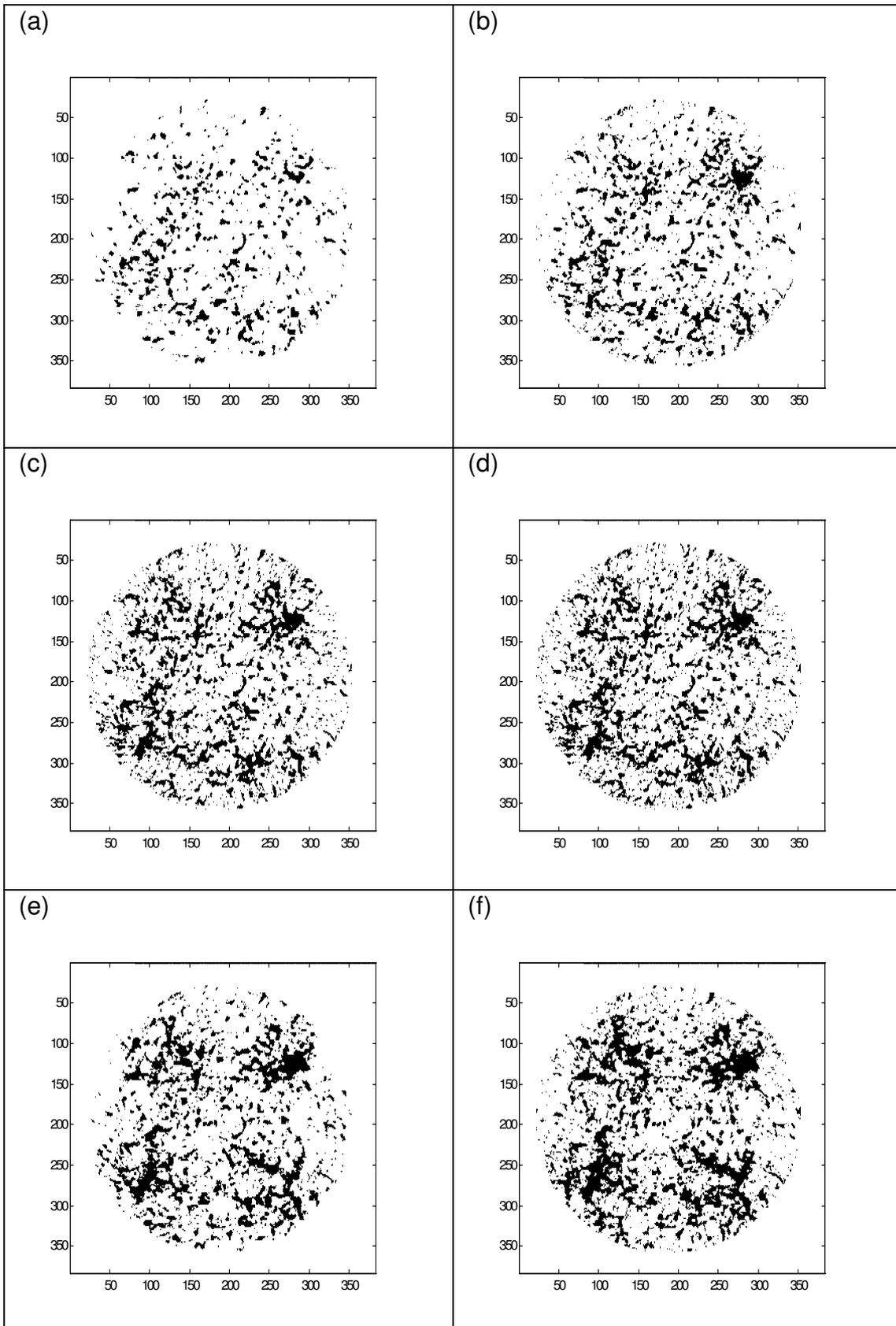
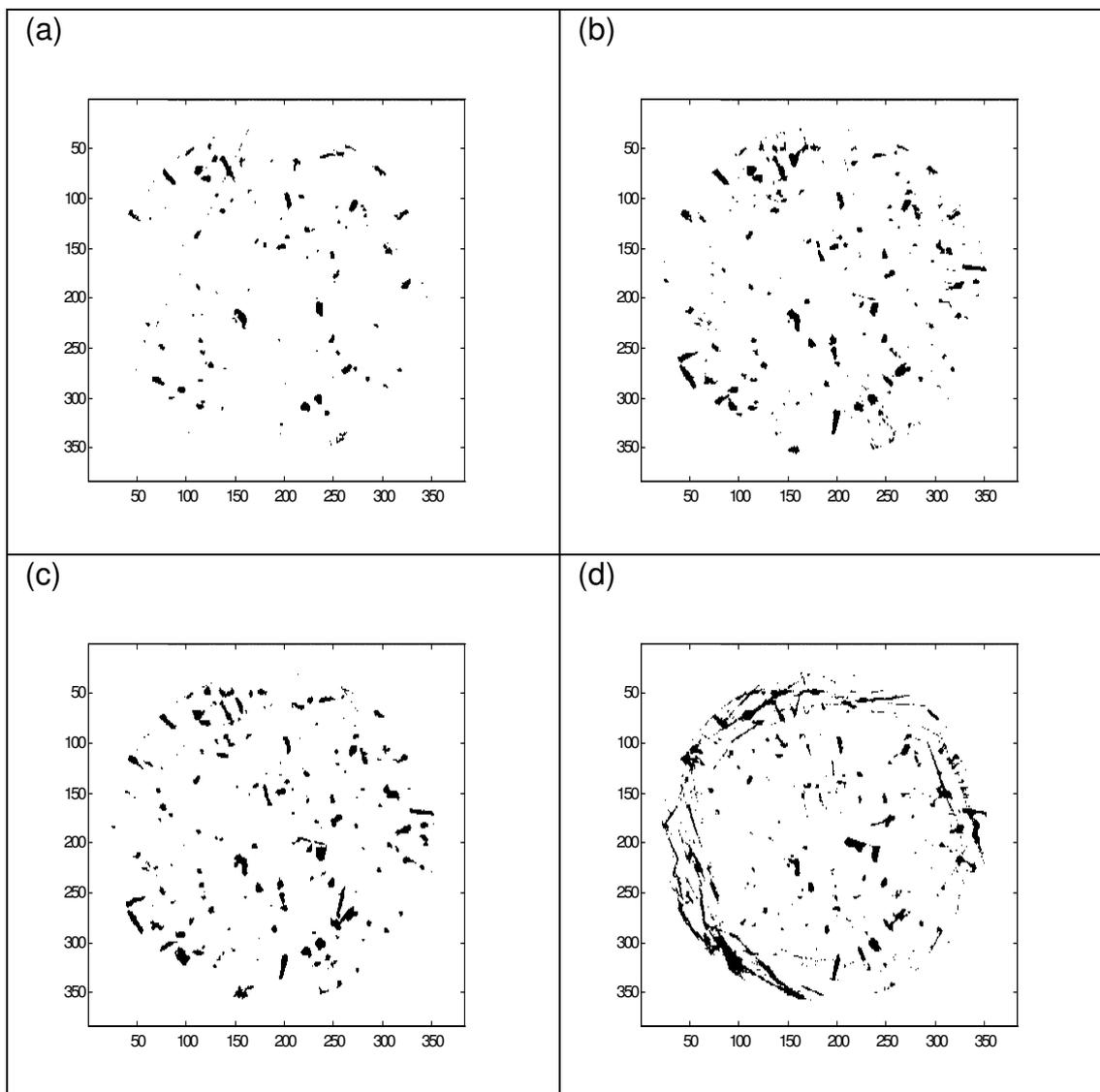


Figure A.IV.2 : Distribution du liquide dans une section de la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A. Profondeur = 800 mm. Débit liquide = (a) 1000 l/h (b) 2000 l/h (c) 3000 l/h (d) 4000 l/h (e) 5000 l/h (f) 6000 l/h. Images normées, seuillées (seuil = 5% pixel maximum) et binarisées.



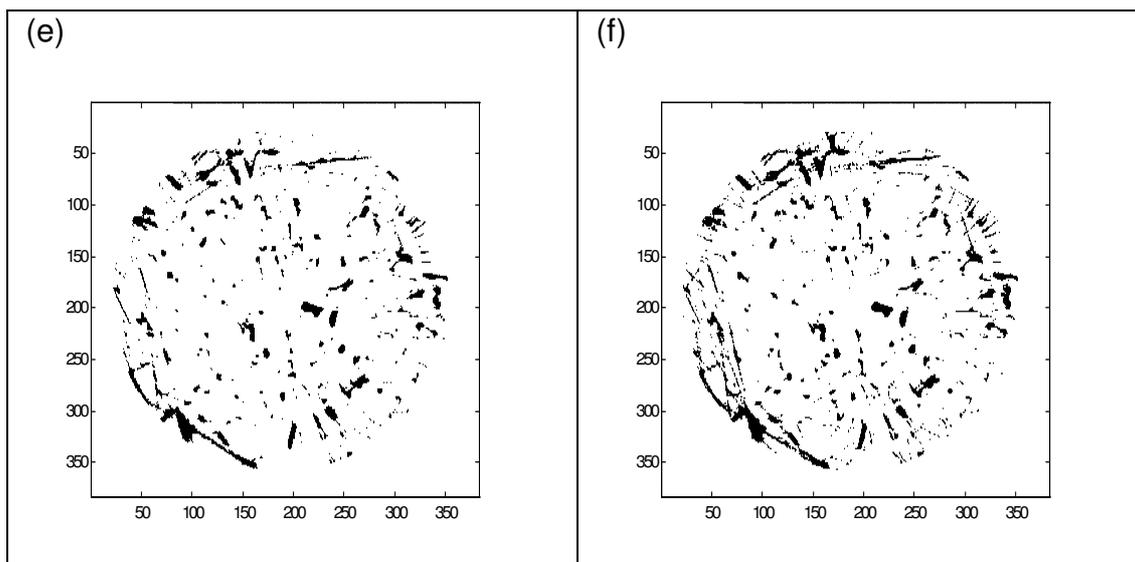


Figure A.IV.3 : Distribution du liquide dans une section de la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210. Profondeur = 800 mm. Débit liquide = (a) 150 l/h (b) 300 l/h (c) 450 l/h (d) 600 l/h (e) 750 l/h (f) 900 l/h. Images normées, seuillées (seuil = 7.5% pixel maximum) et binarisées.

Annexe V : Distribution des débits locaux

Les histogrammes présentés sur les figures A.V.1 et A.V.2 permettent de comparer les distributions expérimentales et théoriques des valeurs locales de la vitesse superficielle dans deux sections droites de la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A. L'allure de ces histogrammes vient confirmer les commentaires faits à propos des figures V.32 à V.34, présentant des histogrammes relatifs à d'autres sections de la colonne.

La figure A.V.3 quant à elle, présente une série d'histogrammes relatifs à une section droite de la colonne à garnissage remplie d'éléments d'Etapak 210 pour différents débits de liquide. Tout comme les précédentes, elle permet de confirmer les commentaires faits à propos d'autres figures (figures V.35 et V.36) reprenant des histogrammes relatifs à d'autres sections de la colonne remplie du même type d'empilage.

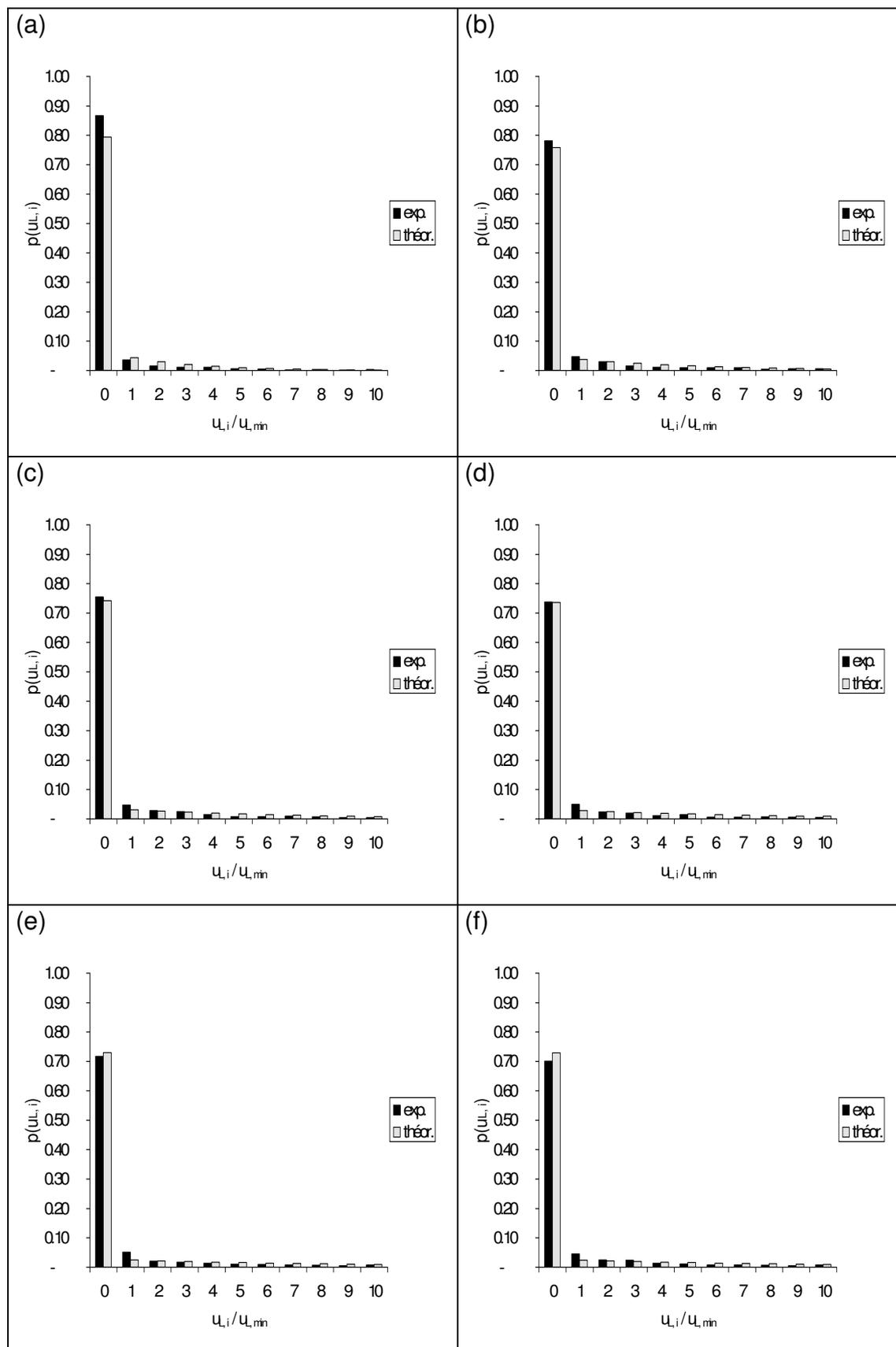


Figure A.V.1 : Histogrammes de distribution des débits locaux dans une section de la colonne remplie d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A.

Profondeur = 400 mm. Débit liquide = (a) 1000 l/h (b) 2000 l/h
(c) 3000 l/h (d) 4000 l/h (e) 5000 l/h (f) 6000 l/h.

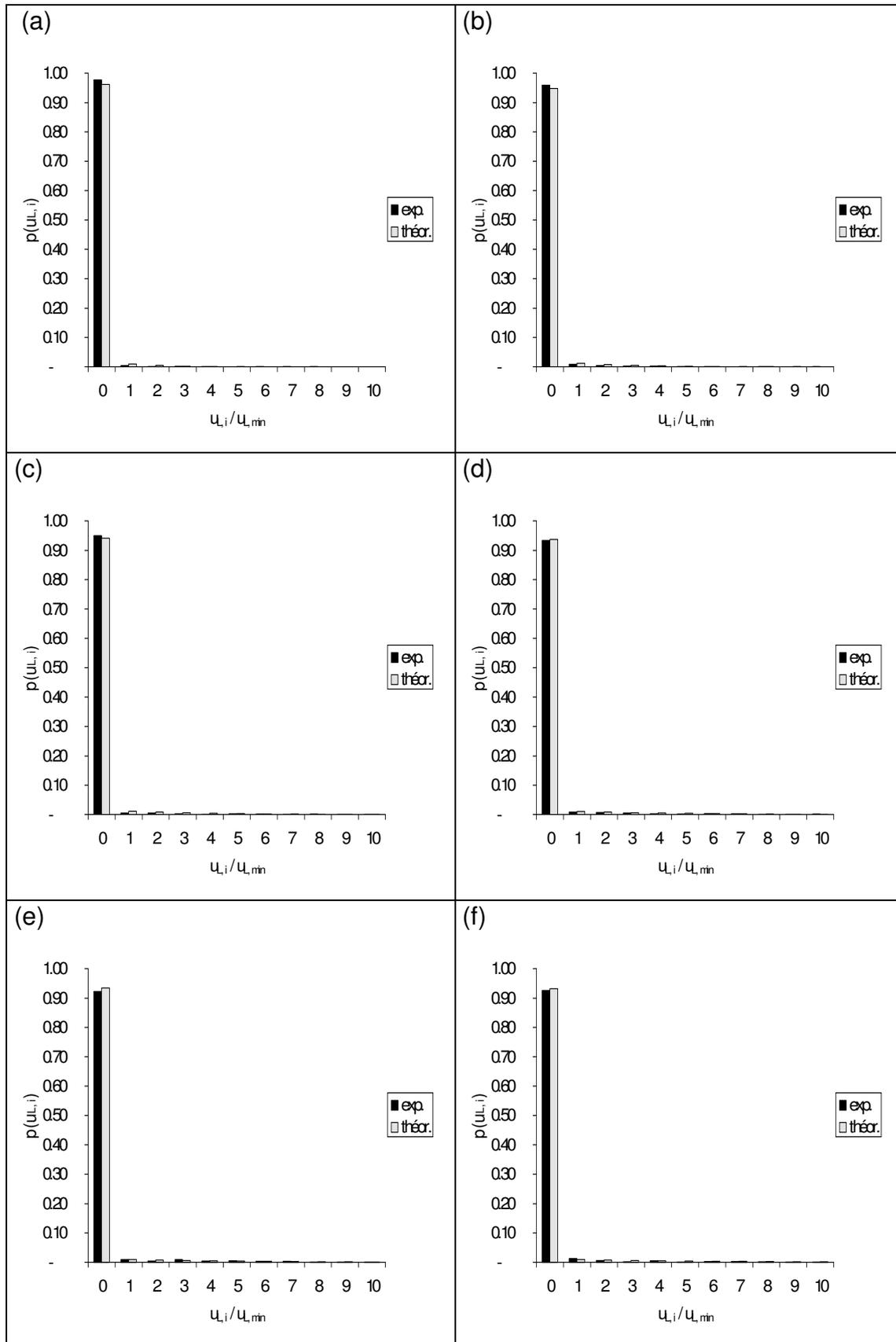


Figure A.V.3 : Histogrammes de distribution des débits locaux dans une section de la colonne remplie d'éléments d'Etapak 210. Profondeur = 200 mm. Débit liquide = (a) 150 l/h (b) 300 l/h (c) 450 l/h (d) 600 l/h (e) 750 l/h (f) 900 l/h.

Annexe VI : Facteur de maldistribution

Afin de rendre compte des hétérogénéités existant au niveau de la distribution du liquide au sein d'une colonne à garnissage, un certain nombre d'auteurs ont introduit un « facteur de maldistribution », calculé à partir des valeurs des débits locaux mesurés dans la section inférieure du lit fixe (Stikkelman, 1989; Klemas et Bonilla, 1995).

Klemas et Bonilla définissent le facteur de maldistribution, M_b , comme étant l'écart type de la distribution des vitesses locales normées par rapport à la valeur de la vitesse moyenne :

$$M_b = \left[\sum_n \frac{\left(\frac{u_{L,i}}{u_L} - 1 \right)^2}{n} \right]^{1/2},$$

dans laquelle n est le nombre de points de mesure des vitesses locales $u_{L,i}$.

Ils proposent une corrélation permettant de calculer, a priori, ce facteur de maldistribution en fonction des caractéristiques géométriques de la colonne, de l'empilage et du distributeur, du débit de liquide et de la distance par rapport au distributeur :

$$M_b = \frac{[(100 - Q) / Q]^{1/2}}{1 + \frac{16 Z_t [(100 - Q) / Q]^{1/2}}{C D_c^2}}$$

Dans cette expression,

- Q est la qualité du distributeur définie comme étant le nombre de points d'alimentation du liquide par élément d'empilage présent dans une section droite de la colonne. Elle s'exprime en pourcents. Pour un lit fixe de 0.6 m de diamètre,

constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A, un distributeur quadriponctuel conduit à une valeur de Q égale à 0.9127%.

- Z_t est la distance séparant la section droite considérée du distributeur de liquide. Elle est exprimée en pieds (1 ft = 0.3048 m).
- D_c est le diamètre de la colonne exprimé en pouces (in). On a $D_c = 0.6 \text{ m} = 23.62 \text{ in}$.
- C est le « facteur de dispersion », qui représente la hauteur d'empilage (exprimée en ft) nécessaire pour disperser une alimentation ponctuelle sur une surface de 1 in^2 . Il dépend de la dimension nominale de l'empilage, D_p ($D_p = 1 \text{ in}$), du diamètre de la colonne, D_c (exprimé en in) et de la vitesse superficielle du liquide, L^* . Cette dernière est exprimée en $\text{gal} \cdot \text{min}^{-1} \cdot \text{ft}^{-2}$ ($1 \text{ gal} \cdot \text{min}^{-1} \cdot \text{ft}^{-2} = 6.79 \cdot 10^{-4} \text{ m/s}$). C est donné par l'expression :

$$C = \frac{1}{L^* D_p \left(\frac{D_c}{D_p} \right)^{0.1}}$$

Les valeurs du facteur de maldistribution calculées grâce à la corrélation empirique proposée par Klemas et Bonilla ont été comparées aux valeurs des écarts-types calculés sur les distributions des vitesses de liquide obtenues par tomographie, pour un lit fixe constitué d'éléments de Cascade Mini-Ring 1A. La figure A.VI.1 montre que la corrélation empirique permet de bien rendre compte de l'évolution de M_b avec le débit de liquide alimenté. Par contre, la corrélation semble surestimer de manière importante l'influence de la hauteur d'empilage parcourue par le liquide.

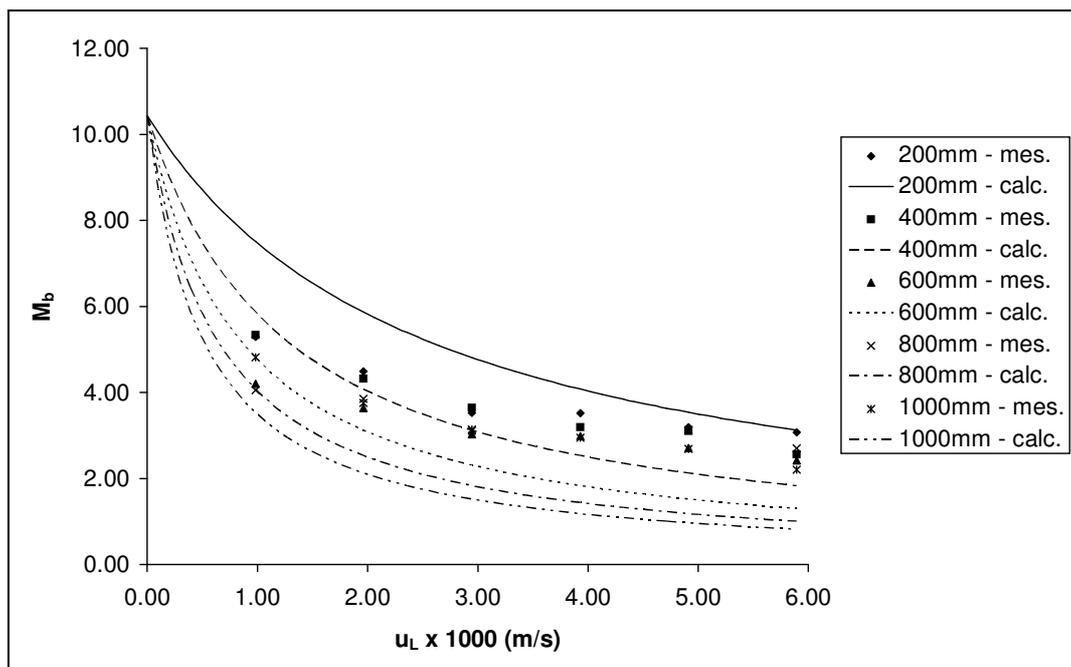


Figure A.VI.1 : Comparaison des valeurs du facteur de maldistribution calculées sur base des images tomographiques et prédites par la corrélation empirique proposée par Klemas et Bonilla.