HAL
open science

# Mesure d'un écoulement diphasique liquide/liquide par holographie numérique en ligne : application à la caractérisation des émulsions en colonne pulsée

Fabrice Lamadie

## To cite this version:

Fabrice Lamadie. Mesure d'un écoulement diphasique liquide/liquide par holographie numérique en ligne : application à la caractérisation des émulsions en colonne pulsée. Autre. Conservatoire national des arts et metiers - CNAM, 2013. Français. NNT : 2013CNAM0863 . tel-00843654

**HAL Id: tel-00843654**

**https://theses.hal.science/tel-00843654**

Submitted on 11 Jul 2013

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

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

CONSERVATOIRE NATIONAL DES ARTS ET MÉTIERS | le cnam

École Doctorale du Conservatoire National des Arts et Métiers

Laboratoire commun de métrologie LNE-CNAM

# THÈSE DE DOCTORAT

*présentée par* : **Fabrice LAMADIE**

*soutenue le* : **24 mai 2013**

*pour obtenir le grade de* : **Docteur du Conservatoire National des Arts et Métiers**

*Discipline / Spécialité* : **Métrologie - Instrumentation / Lasers, nanosciences et métrologie**

# Mesure d'un écoulement diphasique liquide/liquide par holographie numérique en ligne

## Application à la caractérisation des émulsions en colonne pulsée

**THÈSE DIRIGÉE PAR**

| | |
|---|---|
| M. Himbert Marc | *Professeur, CNAM* |
| M. Bruel Laurent | *Ingénieur - Chercheur, CEA* |

**RAPPORTEURS**

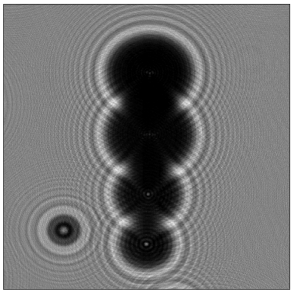
| | |
|---|---|
| M. Lebrun Denis | *Professeur, CORIA* |
| M. Bazile Rudy | *Maître de conférences (HDR), IMFT* |

**EXAMINATEURS**

| | |
|---|---|
| Mme Charton Sophie | *Ingénieur - Chercheur, CEA* |
| M. Lepoutre François | *Professeur, CNAM* |

**INVITÉ**

| | |
|---|---|
| M. Foos Jacques | *Professeur émérite, CNAM* |



*Dans la connaissance du monde, ceux qui ne savent rien en savent toujours autant que ceux qui n'en savent pas plus qu'eux.*

*Pierre Dac*

# Remerciements

*De tels chemins ne sauraient se parcourir seul. Ils nécessitent attention, bienveillance, soutien, amitié et amour.*
*Merci à tous...*

# Résumé

De nombreux procédés de la recherche et de l'industrie utilisent l'extraction liquide-liquide, technique qui permet la séparation sélective de produits au sein d'un mélange. À cet effet, deux liquides non miscibles sont mis en contact : une phase aqueuse et une phase organique, l'une contenant généralement une molécule extractante capable de transférer les éléments désirés à l'autre. Le transfert se produit à la surface de contact entre les deux phases. Après le transfert, les deux phases sont séparées par décantation. Dans la pratique, ces opérations sont effectuées dans des appareils industriels. Pour optimiser et comprendre le fonctionnement de ces dispositifs, il est important de déterminer les caractéristiques fondamentales de l'émulsion. Il s'agit notamment des paramètres liés à la vitesse des écoulements ainsi que ceux liés au mélange des fluides comme l'aire interfaciale, le taux de rétention, ou la distribution en taille de la population de gouttes. Plusieurs techniques d'imagerie peuvent être utilisées pour les mesurer. L'une d'elles, l'holographie numérique, est bien connue pour permettre la reconstruction complète en 3D d'un écoulement à partir d'une seule acquisition. Ce travail de thèse traite d'une application de l'holographie numérique en ligne directement sur des gouttes en mouvement dans une phase liquide continue. La taille des gouttes a imposé l'exploration d'un régime de diffraction peu étudié à ce jour. Dans ce domaine, le modèle du disque opaque classiquement employé n'est pas valide et un meilleur accord est obtenu avec un modèle mixte lui associant une lentille mince. La focalisation des hologrammes est réalisée via une méthode dédiée et automatique qui a été établie à partir d'une étude complète de la littérature. Dans un deuxième temps, afin de mesurer des rétentions plus élevées, elle est complétée par une approche inverse permettant de corriger les mauvais positionnements et de restituer les gouttes non détectées. Ce traitement a été appliqué à des résultats expérimentaux, sur un dispositif de référence produisant des gouttes calibrées, et comparé à des mesures indépendantes. Ces essais ont validé la pertinence de l'holographie pour la caractérisation des émulsions.

**Mots clés :** Holographie numérique en ligne, Gouttes, Caractérisation des émulsions, Extraction liquide-liquide

# Abstract

Several processes used in research and industry are based on liquid-liquid extraction, a method designed for selective separation of products in a mixture. In liquid-liquid extraction, two immiscible liquids are contacted : an aqueous phase and an organic phase, one of which generally contains an extractant molecule capable of transferring the desired elements to the other phase. The transfer occurs at the contact surface between the two phases. After transfer, both phases are separated by settling. In practice, these operations are performed in industrial apparatus. In order to optimize the operation of these devices, it's important to determine the fundamental characteristics of the emulsion. These include parameters related to the fluid flow velocity as well as parameters related to fluid mixing such as the interfacial area, hold-up, and size distribution of the droplets population. Numerous imaging techniques can be used to measure these parameters. One of them, digital holography, is well-known for allowing complete reconstruction of information about a 3D flow in a single shot. This PhD work deals with a direct application of digital in line holography to droplets rising in a continuous liquid phase. The droplet size imposes a regime of intermediate-field diffraction hardly explored to date. Acquired diffraction patterns show that the usual dark disk model is not valid and that good agreement is obtained with a mixed model coupling thin lens with opaque disk. Hologram focusing is nevertheless performed with a dedicated automated method. A literature review has been conducted to identify the sharpest autofocus function for our application. In a second step, in order to measure high retention rates, an inverse problem approach is applied on all the outliers and missing droplets. This hologram restitution treatment has been applied to experimental results with a comparison to independent measurements. The main results obtained with calibrated droplets are presented detailing the test device and instrumentation. They have validated the relevance of holography for the characterization of emulsions.

**Keywords :** In line digital holography, Drops, Characterization of emulsions, Liquid-liquid extraction

# Table des matières

**Introduction** **15**

**I Imagerie de particules en écoulement** **21**

**1 Diagnostics optiques pour la caractérisation des écoulements diphasiques** **23**

1.1 Les techniques de mesure en un point de l'écoulement . . . . . 24

1.1.1 Anémométrie Phase Doppler . . . . . 24

1.1.2 Méthode arc-en-ciel et diffusion critique . . . . . 30

1.2 Les techniques de champ . . . . . 34

1.2.1 Ombroscopie . . . . . 34

1.2.2 Fluorescence induite par laser . . . . . 39

1.2.3 Points de gloire et imagerie laser en défaut de mise au point . . . . . 44

1.2.4 Holographie numérique . . . . . 48

1.3 Choix d'une technique adaptée aux écoulements diphasiques liquide/liquide 51

**2 Holographie numérique de particules en ligne** **53**

2.1 Rappel et généralités sur l'holographie numérique en ligne . . . . . 53

2.2 Aspects théoriques . . . . . 56

2.2.1 Notations et rappels sur la diffraction . . . . . 56

2.2.2 Diffraction dans l'approximation de *Fresnel* . . . . . 57

2.3 Aspects numériques du calcul de propagation . . . . . 59

2.4 Restitution numérique des hologrammes . . . . . 62

2.5 Limitations liées au montage en ligne . . . . . 64

2.5.1 Prise d'intensité par le capteur et image jumelle . . . . . 64
2.5.2 Onde de référence et onde objet non séparées . . . . . 66
2.6 Applications classiques de l'holographie numérique . . . . . 67

**II Caractérisation de gouttes sur des images holographiques 71**

**3 Simulation des gouttes et choix d'une méthode de positionnement suivant l'axe optique 73**
3.1 Simulation numérique des gouttes . . . . . 73
3.1.1 Les limitations du modèle disque opaque . . . . . 74
3.1.2 Influence de la taille des gouttes . . . . . 78
3.1.3 Influence de l'indice de réfraction . . . . . 81
3.1.4 Proposition d'un modèle simplifié . . . . . 83
3.2 Méthodes de positionnement suivant l'axe $z$ . . . . . 88
3.2.1 Analyse de la littérature . . . . . 89
3.2.2 Choix de la méthode . . . . . 91

**4 Méthode de traitement des hologrammes 103**
4.1 Traitement des hologrammes . . . . . 104
4.1.1 Étape 1 : Recherche des figures de diffraction . . . . . 104
4.1.2 Étape 2 : Extraction de la partie utile du signal et traitement . . . . 110
4.1.3 Étape 3 : Vérification de la restitution . . . . . 113
4.1.4 Étape 4 : Optimisation . . . . . 116
4.2 Traitement des amas de gouttes . . . . . 119
4.2.1 Cas de deux gouttes de même diamètre . . . . . 121
4.2.2 Cas de deux gouttes de diamètres différents . . . . . 122

**5 Validation sur un dispositif expérimental de référence 127**
5.1 Description du dispositif de référence . . . . . 127
5.1.1 Génération des gouttes . . . . . 128
5.1.2 Zone d'accélération . . . . . 130

5.1.3 Zone d'interrogation . . . . . 134
5.1.4 Système d'acquisition . . . . . 134
5.2 Analyse des causes d'erreurs . . . . . 136
5.2.1 Sensibilité au bruit . . . . . 136
5.2.2 Courbure du front d'onde . . . . . 139
5.2.3 Réglage de la caméra . . . . . 141
5.3 Résultats expérimentaux . . . . . 142
5.3.1 Correction de la position des gouttes dans l'approximation paraxiale 142
5.3.2 Indicateur et optimisation sur un résultat expérimental . . . . . 144
5.3.3 Mesure de diamètres et de vitesses . . . . . 149
5.3.4 Précision du positionnement suivant l'axe $z$ . . . . . 151
5.3.5 Gouttes superposées . . . . . 153
5.3.6 Mesure d'une population de gouttes poly-disperse . . . . . 155

**III Mise en œuvre sur les appareils d'extraction liquide-liquide 163**

**6 Vers les appareils d'extraction liquide-liquide 165**
6.1 Bilan et positionnement par rapport aux autres techniques de champ . . . . 166
6.2 Aspects génie chimique . . . . . 167
6.2.1 Limite en taux de rétention . . . . . 167
6.2.2 Mise en mouvement de la phase dispersée . . . . . 168
6.2.3 Évolution des populations de gouttes . . . . . 171
6.3 Aspects numériques . . . . . 174
6.3.1 Mesure de vitesses et diamètres moyens par autocorrélation . . . . . 175
6.4 Aspects optiques . . . . . 182
6.4.1 Correction optique . . . . . 183
6.4.2 Adaptation de l'indice de la phase continue . . . . . 184
6.4.3 Prise en compte numérique de la géométrie cylindrique . . . . . 186

**Conclusion** **191**

**Bibliographie** **194**

**Annexes** **213**

**A Principe de l'algorithme de Hough et traitement des images ombroscopiques** **213**

**B Principaux Algorithmes** **219**

**C Caractéristiques d'une population de gouttes** **225**

**D Diagramme de forme des gouttes** **229**

**E Principe de lame de shearing** **231**

**Glossaire** **233**

# Liste des tableaux


1 Grandeurs classiquement utilisées pour caractériser une émulsion dans un appareil d'extraction liquide-liquide . . . . . 18

1.1 Bilan de l'étude bibliographique du point de vue de la caractérisation de la phase dispersée d'un écoulement liquide-liquide . . . . . 52

2.1 Conditions d'échantillonnage des deux méthodes de la propagation dans l'approximation de *Fresnel* . . . . . 62

2.2 Illustration des régimes de diffraction classiquement rencontrés en holographie numérique de particules, la dernière ligne du tableau se rapporte à l'observation de gouttes millimétriques à des distances de quelques centimètres . . . . . 69

3.1 Comparaison entre la position du maximum d'intensité et la focale de lentille boule correspondante - La focale est calculée avec les conditions définies plus haut, l'écart entre les plans est mesuré sur les restitutions ($\Delta z = 1$mm) . . 77

3.2 Dimension de la lentille boule en fonction du diamètre de la goutte, pour des gouttes de TPH dans de l'eau . . . . . 85

3.3 Comparaison entre les différents indicateurs . . . . . 101

5.1 Caractéristiques de fluides utilisés dans le dispositif de référence . . . . . 129

5.2 Exemples de formulation du coefficient de trainée pour des sphères rigides, avec $Re_p = \dfrac{\rho_c U d}{\mu_c}$ et $\mu$ la viscosité dynamique, source[1] . . . . . 132

5.3 Vitesse d'ascension de gouttes sphériques de TPH dans de l'eau statique . . 133

5.4 Diamètres moyens et vitesses moyennes mesurés par holographie, les incertitudes sont données avec un facteur d'élargissement de 2 . . . . . 150

6.1 Indice de réfraction à 20 °C des principales solutions salines utilisées pour réaliser un ajustement d'indice[2] . . . . . 186

D.1 Vitesse d'ascension de gouttes sphériques de TPH dans de l'eau statique . . 229

# Table des figures


1 Principe de l'extraction liquide-liquide en colonne pulsée . . . . . 17

1.1 Principe de l'anémométrie laser Doppler, source ONERA. L'interférence entre les deux faisceaux forme un réseau de franges lumineuses dont l'intensité est modulée par le passage d'une particule . . . . . 25

1.2 Principe de la PDA . . . . . 26

1.3 Montage classique en PDA, source Dantec™ . . . . . 27

1.4 Principe de la réfractométrie arc-en-ciel . . . . . 31

1.5 Diagramme de diffusion à l'angle critique, mesuré expérimentalement et reconstruit numériquement, pour deux gouttes d'eau en ascension dans de l'huile de silicone ($n = 1,4042$)[3] . . . . . 32

1.6 Exemple de montage ombroscopique . . . . . 35

1.7 Principe de la photoluminescence . . . . . 40

1.8 Formation des points de gloire pour la réflexion et la réfraction du premier ordre, dans le modèle de l'optique géométrique . . . . . 45

1.9 Principe de l'observation des points de gloire en défaut de mise au point[4] . 46

1.10 Schéma de principe de l'holographie . . . . . 49

2.1 Holographie numérique de particules, montage en ligne dit de *Gabor* . . . . 54

2.2 Système de coordonnées utilisé . . . . . 56

2.3 Méthodes de propagation numérique du champ scalaire . . . . . 59

2.4 Illustration du repliement spectral pour une propagation avec la réponse impulsionnelle du propagateur de *Fresnel* - Propagation d'une ouverture circulaire à une distance $z \leqslant \dfrac{N\Delta x^2}{\lambda}$ . . . . . 60

2.5 Illustration du repliement spectral pour une propagation avec la fonction de transfert du propagateur de *Fresnel* - Propagation d'une ouverture circulaire à une distance $z \geqslant \frac{N\Delta x^2}{\lambda}$ . . . . . 61

2.6 Utilisation du calcul de propagation dans le cas de la restitution d'un hologramme . . . . . 63

2.7 Illustration du bruit associé à l'image jumelle au plan de focalisation de l'objet pour une simulation numérique reproduisant les conditions expérimentales du chapitre 5 . . . . . 65

2.8 Influence du nombre de gouttes dans le champ de vision sur les hologrammes enregistrés avec un montage en ligne . . . . . 67

3.1 Principe de l'examen du volume restitué au travers d'un plan de coupe . . . 75

3.2 Comparaison entre la restitution d'une acquisition et la propagation du modèle disque opaque - Un zoom aux abords du plan médian de la goutte ($z = 0,36$ m) a été effectué, les niveaux de gris ont été normalisés et les échelles diffèrent entre l'axe horizontal et l'axe vertical . . . . . 76

3.3 Évolution de la phase en fonction de la distance de restitution - Comparaison entre une goutte micrométrique et une goutte millimétrique . . . . . 79

3.4 Évolution de l'intensité en fonction de la distance de restitution - Comparaison entre une goutte micrométrique et une goutte millimétrique . . . . . 79

3.5 Évolution de la phase du champ reconstruit en fonction du diamètre des gouttes - Profils suivant un axe qui passe par le centre de la goutte . . . . . 80

3.6 Évolution de l'intensité du champ reconstruit en fonction du diamètre des gouttes - Profils suivant un axe qui passe par le centre de la goutte . . . . . 81

3.7 Absorption à 632,8 nm dans des gouttes de 0,5 mm, 1,0 mm et 2,0 mm de diamètre en fonction de la partie complexe de son indice de réfraction . . . 82

3.8 Comparaison entre la restitution d'une acquisition et la propagation du modèle mixte - Un zoom aux abords du plan médian de la goutte ($z = 0,36$ m) a été effectué, les niveaux de gris ont été normalisés et les échelles diffèrent entre l'axe des abscisses et l'axe des ordonnées . . . . . 84

3.9 Réfraction dans les gouttes - Aspects géométriques . . . . . 86

3.10 Fraction du capteur éclairée par la lentille boule, en fonction du diamètre des gouttes et de la distance d'acquisition . . . . . 87

3.11 Comparaison entre les différents modèles . . . . . 88

3.12 Comparaison entre les différents modèles et une série d'acquisitions réalisées sur une population de gouttes mono-disperse . . . . . 89

3.13 Evolution des six indicateurs en fonction de la distance de propagation - A l'exception de $CC(z)$, les fonctions ont été normalisées par mise à l'échelle entre 0 et 1 pour faciliter leur comparaison . . . . . 93

3.14 Évolution de l'indicateur $VAR(z)$ en fonction de la distance de propagation calculé sur les différentes parties de l'ensemble du champ restitué, les fonctions ont été normalisées par mise à l'échelle entre 0 et 1 pour faciliter leur comparaison . . . . . 94

3.15 Evolution des six indicateurs, calculés sur la partie imaginaire du champ propagé, en fonction de la distance de propagation - A l'exception de $CC(z)$, les fonctions ont été normalisées par mise à l'échelle entre 0 et 1 pour faciliter leur comparaison . . . . . 95

3.16 Évolution de $LAP(z)$ en fonction de la distance de propagation pour un hologramme simulé à partir de 15 gouttes - La fonction de mérite est calculée sur la partie imaginaire du champ propagé et est normalisée par mise à l'échelle entre 0 et 1 . . . . . 96

3.17 Fraction de l'hologramme pris en compte pour calculer l'indicateur pour chacune des gouttes . . . . . 97

3.18 Évolution de $LAP(z)$ en fonction de la distance de propagation pour un hologramme simulé à partir de 15 gouttes - Pour chaque goutte, le calcul est effectué sur une fraction de l'hologramme incluant la figure de diffraction . 98

3.19 Détermination de la zone utile sur les figures de diffraction . . . . . 99

3.20 Surpression de la ligne de base pour l'indicateur $LAP(z)$ pour un paramètre $\lambda = 100$ . . . . . 100

4.1 Comparaison entre la transformée de Hough et le traitement par morphologie mathématique pour la recherche des figures de diffraction dans l'hologramme 105

4.2 Lecture et binarisation de l'hologramme . . . . . 106

4.3 Nettoyage de l'image binaire . . . . . 107

4.4 Calcul de la transformée en distance euclidienne . . . . . 108

4.5 Traitement des amas par imposition d'une carte de marqueurs . . . . . 109

4.6 Segmentation par ligne de partage des eaux et labellisation des zones utiles de l'image . . . . . 110

4.7 Résultat de la recherche des figures de diffraction . . . . . 111

4.8 Masque binaire permettant l'extraction de la partie utile du signal . . . . . 112

4.9 Illustration du traitement du signal pour une goutte - A - Restitution des différents plans - B - Construction du masque binaire - C - Extraction de la part signal utile - D - Construction de la fonction de focalisation . . . . . 113

4.10 Influence du pas de restitution et de l'ajustement parabolique sur la position suivant l'axe $z$ - Les zones cerclées de rouge montrent l'impact de l'ajustement parabolique . . . . . 114

4.11 Mesure du rayon pour une goutte - Focalisation sur la goutte (figure de gauche) - Mesure sur l'image binarisée (figure de droite) . . . . . 115

4.12 Résultat d'une restitution . . . . . 116

4.13 Vérification de la restitution, les cercles rouges désignent les gouttes mal positionnées, les cercles jaunes les gouttes non détectées . . . . . 117

4.14 Chemin emprunté par l'algorithme d'optimisation le long de la surface de la norme euclidienne des résidus . . . . . 118

4.15 Influence de l'optimisation du traitement sur le nombre de gouttes correctement positionnées . . . . . 120

4.16 Indicateur $LAP(z)$ pour une simulation numérique d'un amas de deux gouttes, une goutte de 340 µm (cercle orange) et une goutte de 1,02 mm (cercle vert), avec 50% de recouvrement . . . . . 121

4.17 Exemples de simulations numériques d'un amas de deux gouttes, une goutte de 340 µm et une goutte de 1,02 mm - a - 75% de recouvrement - b - 50% de recouvrement - c - 25% de recouvrement - d - 0% de recouvrement . . . . 122

4.18 Traitement d'un amas de deux gouttes identiques . . . . . 123

4.19 Traitement d'un amas de deux gouttes de diamètres différents, la goutte de petit diamètre G2 est située entre la goutte de grand diamètre G1 et le capteur 124

4.20 Traitement d'un amas de deux gouttes de diamètres différents, la goutte de grand diamètre G1 est située entre la goutte de petit diamètre G2 et le capteur 125

5.1 Colonne étalon pour la génération de populations de gouttes calibrées . . . 128

5.2 Détail du dispositif de génération des gouttes . . . . . 129

5.3 Influence du coefficient de trainée sur le calcul de la vitesse terminale . . . . 131
5.4 Illustration du montage à deux voies utilisé pour les acquisitions . . . . . 135
5.5 Méthode de correction du fond par division d'un hologramme brut par une image de bruit, zoom sur le bruit résiduel . . . . . 137
5.6 Examen des caractéristiques du bruit résiduel de l'hologramme . . . . . 138
5.7 Influence du bruit résiduel sur la qualité du positionnement suivant l'axe optique . . . . . 139
5.8 Influence de la forme du front d'onde sur la qualité du positionnement suivant l'axe optique . . . . . 140
5.9 Influence des réglages du $\gamma$ sur le RSB de l'indicateur $LAP(z)$ . . . . . 141
5.10 Notations utilisées dans le cadre du formalisme matriciel appliqué à l'optique paraxiale . . . . . 143
5.11 Matrice des milieux traversés par la lumière entre le plan de la goutte et le plan du capteur . . . . . 144
5.12 Indicateur $LAP(z)$ pour un hologramme expérimental réalisé sur une goutte de TPH de 1,0 mm de diamètre en ascension dans de l'eau statique . . . . . 145
5.13 Comportement des fonctions de focalisation $LAP(z)$ et $VAR(z)$ pour deux gouttes d'un hologramme expérimental . . . . . 147
5.14 Cartographie de la norme des résidus pour une goutte de 0,58 mm (17 pixels), incluse dans un amas et en ascension dans de l'eau statique . . . . . 148
5.15 Comparaison entre les diamètres produits par le dispositif de référence et les diamètres moyens mesurés par HN et ombroscopie . . . . . 151
5.16 Comparaison entre les vitesses moyennes mesurées par HN et les vitesses moyennes mesurées par ombroscopie . . . . . 152
5.17 Comparaison entre les vitesses moyennes mesurées par HN et les vitesses terminales de chute calculées avec deux formulations différentes du coefficient de trainée . . . . . 153
5.18 Exemple de résultats expérimentaux obtenus sur 3 gouttes de 1,0 mm, en ascension dans de l'eau statique - Les écarts en rouge sont les écarts mesurés en millimètres entre les centres des trois gouttes, la première goutte sert de référence sur les deux images . . . . . 154
5.19 Comparaison des positionnements suivant l'axe $z$ avec les deux voies de mesure 155

5.20 Comparaison des positionnements suivant l'axe $z$ avec les deux voies de mesure pour deux gouttes formant un amas - Cas des gouttes de 1,3 mm de diamètre . . . . . 156

5.21 Suivi individuel de gouttes de TPH en ascension, en groupe, dans un volume statique d'eau . . . . . 157

5.22 Évolution de la vitesse instantanée de trois gouttes au sein d'une population de gouttes poly-disperses - La goutte n°3, isolée, suit une trajectoire à vitesse constante, les gouttes 1 et 2 subissent des changements de vitesse . . . . . 158

5.23 Restitution en 3D d'une population de gouttes poly-disperses . . . . . 159

5.24 Distribution volumique des gouttes . . . . . 160

5.25 Illustration du recouvrement par des gouttes de grand diamètre . . . . . 160

6.1 Limite en taux de rétention mesurable pour une colonne de diamètre $\phi =$ 25 mm . . . . . 168

6.2 Rapport entre le taux de rétention restitué et le taux de rétention simulé, pour une colonne de diamètre $\phi = 25$ mm, en fonction de la densité d'ombre dans l'hologramme . . . . . 169

6.3 Mesure de la trajectoire de trois gouttes de TPH ($d = 1{,}0$ mm) en ascension dans de l'eau en mouvement avec une vitesse à contre-courant . . . . . 170

6.4 Vue d'ensemble de la cellule utilisée pour les mesures de granulométrie . . . 172

6.5 Granulométrie mesurée au premier régime d'agitation . . . . . 173

6.6 Granulométrie mesurée au deuxième régime d'agitation . . . . . 174

6.7 Suivi de la rupture d'une goutte par holographie numérique - Acquisitions . 175

6.8 Suivi de la rupture d'une goutte par holographie numérique - Restitutions . 176

6.9 Fonction d'autocorrélation normalisée calculée sur hologramme numérique de 100 gouttes de 30 pixels de rayon ($\approx 1,02$ mm de diamètre) . . . . . 178

6.10 Profil des fonctions d'autocorrélation normalisées, calculées avec le modèle disque opaque et avec le modèle mixte, pour une goutte de 60 pixels de diamètre . . . . . 179

6.11 Profil des fonctions d'autocorrélation normalisées en fonction de la distance de propagation, pour une goutte de 60 pixels de diamètre . . . . . 180

6.12 Influence du nombre de gouttes dans l'hologramme sur la fonction d'autocorrélation - Le rayon est de 29 pixels et la dispersion de la population est nulle . . . . . 181

6.13 Influence du rayon moyen sur la fonction d'autocorrélation pour des gouttes de 5 à 60 pixels de rayon . . . . . 182

6.14 Calcul d'intercorrélation réalisé entre deux hologrammes séparés par 50 ms - La flèche représente la vitesse moyenne du groupe de gouttes . . . . . 183

6.15 Figure de diffraction enregistrée pour une goutte de 1,0 mm de diamètre sur le dispositif de référence en présence du fût de la colonne . . . . . 184

6.16 Tracé de rayons avec ZEMAX™ pour la configuration sans ménisques compensateurs . . . . . 185

6.17 Tracé de rayons avec ZEMAX™ pour la configuration avec ménisques compensateurs . . . . . 185

6.18 Traitement d'un hologramme astigmate - Les zones noires, externe et centrale, correspondent au masque binaire. L'indicateur est calculé sur le profil marqué en couleur . . . . . 187

6.19 Évolution de $VAR(z)$ en fonction de la distance de propagation pour un hologramme astigmate - La fonction de mérite est calculée sur le profil suivant l'axe $y$ passant par le centre de la goutte . . . . . 188

A.1 Illustration du traitement des images ombroscopiques . . . . . 214

A.2 Image des contours . . . . . 215

A.3 Transformée de Hough de l'image de contours A.2, les cercles verts entourent les maxima de la matrice . . . . . 216

A.4 Coupes d'un accumulateur en trois dimensions pour la recherche de cercles dans l'image de contours A.2 . . . . . 217

C.1 Histogramme en diamètre d'une population de gouttes . . . . . 226

C.2 Fonction $\Psi$ correspondante à la distribution granulométrique de la figure C.1 226

D.1 Limites du domaine d'étude sur le diagramme de forme de *Clift*, *Grace* et *Weber* . . . . . 230

E.1 Principe de la lame de shearing . . . . . 231

E.2 Mesure de la courbure du front d'onde avec une lame de shearing . . . . . 232

# Introduction

C'est une certitude, dans un monde de sept milliards d'individus qui consomment chacun annuellement 2800 kWh d'électricité et 1800 kg d'équivalent pétrole[i], les ressources primaires vont se raréfier, les problématiques écologiques s'intensifier et la valorisation des déchets prendre une place prépondérante. Dans ce contexte, comme ils permettent de recycler les produits manufacturés, il est fort probable que l'ensemble des procédés de séparation tiennent une place de plus en plus significative dans l'industrie et la société. Parmi ces procédés, la séparation par extraction liquide-liquide présente certains avantages : faible besoin en énergie, rendement de séparation élevé et haute pureté des produits obtenus.

Les travaux présentés dans ce manuscrit ont trait à l'étude de ce procédé. Ils s'inscrivent en particulier dans l'ensemble des recherches conduites en France sur le cycle du combustible nucléaire, notion qui fait communément référence à la succession d'étapes appliquées à l'uranium brûlé dans les centrales nucléaires. Toutefois, les résultats obtenus dans ce contexte spécifique sont transférables à l'ensemble des applications de l'extraction liquide-liquide.

Le cycle du combustible comprend de multiples étapes, depuis l'extraction du minerai, en passant par la concentration de l'uranium, son enrichissement en isotope 235, la fabrication du combustible, l'utilisation en réacteur, pour finir par la gestion des déchets. Suivant le sort réservé au combustible usé, après son séjour en réacteur, ce cycle peut être ouvert, si les combustibles sont conservés en l'état d'après irradiation, ou fermé, s'ils font l'objet d'un traitement-recyclage. On parle alors de retraitement.

Rapidement, la production d'électricité française par énergie nucléaire a été associée à un cycle du combustible fermé, intégrant non seulement des étapes de retraitement mais aussi une valorisation des "cendres nucléaires". Le procédé retenu pour ce retraitement est de type hydrométallurgique (voie aqueuse) et est connu sous l'appellation PUREX, acronyme de Plutonium and Uranium Refining by EXtraction. Il a été historiquement développé aux États-Unis par les équipes de l'Oak Ridge National Laboratory[5] dans la

i. Source International Energy Agency - Valeurs moyennes qui ne reflètent pas les disparités !

continuité du procédé REDOX. Il permet de séparer plutonium et uranium des autres éléments présents dans le combustible usé que sont les actinides mineurs et les produits de fission. Il repose sur des méthodes d'extraction liquide-liquide, mettant en jeu du tributylphosphate (TBP) à titre de molécule extractante, ce dernier étant dilué dans une coupe pétrolière, classiquement du tétrapropylène hydrogéné (TPH) [ii].

Si l'aval du cycle met en œuvre l'extraction liquide-liquide pour retraiter les combustibles usés, l'amont exploite aussi cette technique pour purifier l'uranium. Dans ce cas l'uranium est extrait des minerais par attaque acide, en général de l'acide sulfurique, puis isolé par extraction liquide-liquide au moyen d'une amine tertiaire (alamine 336 [6]).

Comme son nom l'indique, l'extraction liquide-liquide est basée sur la mise en contact de deux liquides non miscibles, une phase aqueuse et une phase organique, choisies pour leurs caractéristiques [7]. L'objectif final est de faire passer d'une phase à l'autre les éléments à séparer. Ce transfert de matière s'effectue à la surface de contact entre les deux phases, surface que l'on cherche logiquement à maximiser en réalisant une émulsion. Après transfert, les deux phases, l'une enrichie et l'autre appauvrie en éléments à récupérer, doivent être séparées. Cette opération se fait simplement par décantation ou par extraction centrifuge.

En pratique ce type d'opération s'effectue dans des appareils dédiés que l'on nomme contacteurs. Leur mode de fonctionnement permet de les classer selon deux catégories :

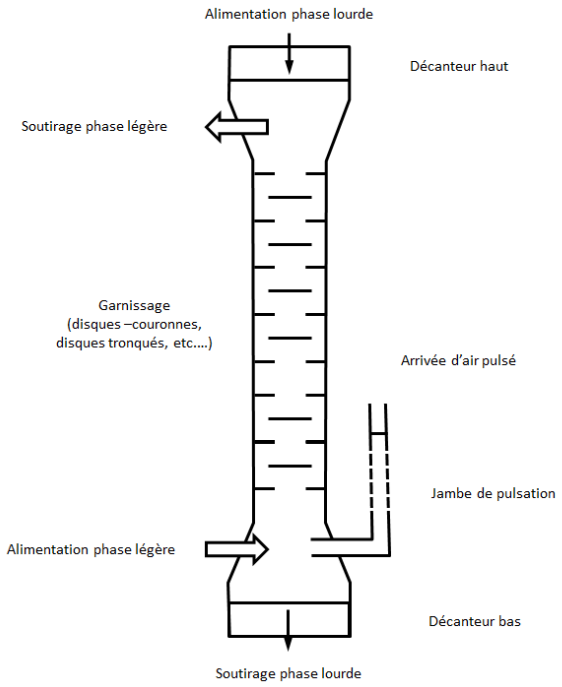
- les contacteurs à étages discrets, famille dans laquelle on trouve les mélangeurs-décanteurs ou les extracteurs centrifuges. Dans ce type d'appareil chaque étape comprend une phase de mélange suivie d'une phase de décantation ;
- les contacteurs continus comme les colonnes pulsées, les colonnes à disques rotatifs ou les colonnes à effet Couette. Dans ce cas le mélange et la décantation sont continus. La coalescence de la phase dispersée se fait à une extrémité de l'appareil.

Les appareils les plus utilisés pour les étapes de retraitement sont les mélangeurs-décanteurs, les colonnes pulsés et les extracteurs centrifuges [8]. La figure 1 propose une vue schématique du principe de l'extraction liquide-liquide en colonne pulsée ainsi qu'une photo d'émulsion réalisée dans une colonne de laboratoire.

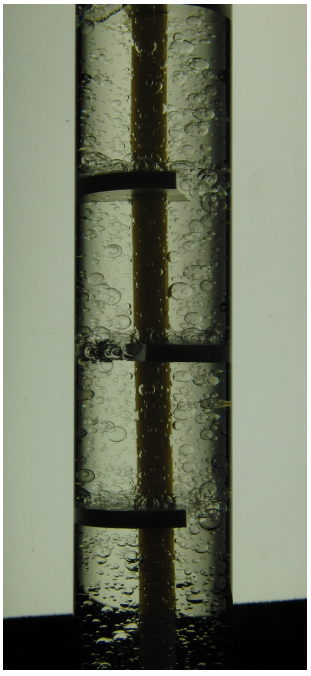
Tous les appareils d'extraction liquide-liquide ont des caractéristiques communes :

- ils fonctionnement toujours avec deux phases immiscibles circulant à contre courant ;
- une phase est dite dispersée (indicée $d$ dans ce document), l'autre est continue (indicée $c$ dans ce document). Si la phase continue est la phase aqueuse l'appareil fonctionne en mode FAC (fonctionnement en phase aqueuse continue), dans le cas contraire il fonctionne en mode FOC (fonctionnement en phase organique continue). La phase dispersée

ii. Le TPH est un mélange d'hydrocarbures contenant en moyenne : 4,2% de $C_{10}H_{22}$ ; 19,1% de $C_{11}H_{24}$ ; 74,1% de $C_{12}H_{26}$ ; 1,9% de $C_{13}H_{28}$ et 0,7% de $C_{14}H_{30}$.




(a) Schéma de principe d'une colonne pulsée avec garnissage à disques-couronnes



(b) Exemple d'émulsion générée dans une colonne pulsée de laboratoire de diamètre $\phi$=25 mm munie d'un garnissage à disques tronqués

Figure 1 – Principe de l'extraction liquide-liquide en colonne pulsée

se trouve toujours sous forme de gouttes ;

- on caractérise la dispersion d'une phase dans l'autre par différentes grandeurs. Les définitions des plus usitées sont rappelées dans le tableau 1 ;
- il existe un niveau d'interface entre les deux phases. Dans le cas d'une colonne il est situé en bas du fût en mode FOC et en haut du fût en mode FAC.

L'autre point commun à tous les dispositifs d'extraction liquide-liquide est qu'ils sont reliés à un dispositif permettant de communiquer une certaine quantité d'énergie aux fluides pour favoriser la formation de l'émulsion. Dans le cas des mélangeurs-décanteurs cette énergie est fournie par des agitateurs mis en rotation. Les extracteurs centrifuges utilisent un phénomène de cisaillement généré par un rotor. Pour les colonnes pulsées, l'énergie nécessaire à la formation de l'émulsion est apportée en faisant osciller les phases au sein d'un garnissage, à l'aide d'une pulsation d'air comprimé ou d'un dispositif mécanique.

Dans tous ces appareils, il est important de connaitre l'hydrodynamique de l'écoulement

| Grandeur | Notation | Définition |
|---|---|---|
| Diamètre moyen de Sauter | $d_{32}$ | Diamètre d'une goutte dont le rapport volume/surface est le même que le rapport volume/surface calculé sur l'ensemble des gouttes de l'émulsion, $d_{32} = \sum_{i=1}^{m} \frac{n_i d_i^3}{n_i d_i^2}$, $n$ est le nombre de gouttes de diamètre $d$ |
| Taux de rétention | $\beta$ | Rapport entre le volume de phase dispersée $V_d$ et le volume total $V_d + V_c$, $\beta = \frac{V_d}{V_d + V_c}$ |
| Aire interfaciale par unité de volume | $a$ | Surface d'échange entre les deux phases. $a = {}^{6\beta}/_{d_{32}}$ si la phase dispersée est constituée de gouttes sphériques |

Tableau 1 – Grandeurs classiquement utilisées pour caractériser une émulsion dans un appareil d'extraction liquide-liquide

car elle conditionne la cinétique de transfert entre les phases donc l'efficacité d'extraction. Éclairé par cet état des lieux succinct, on comprend aisément que l'optimisation du fonctionnement de ces dispositifs d'extraction est nécessairement lié à une connaissance détaillée des phénomènes impliqués dans la formation de l'émulsion. A l'échelle du laboratoire, la démarche mise en jeu pour comprendre ces phénomènes, s'appuie sur un triptyque regroupant des essais de génie des procédés, des simulations numériques, en particulier sur l'hydrodynamique, et des mesures des caractéristiques physiques des écoulements. Sur ce dernier point, on va s'intéresser à des grandeurs se rapportant à la vitesse d'écoulement des fluides comme à des grandeurs se rapportant au mélange de fluides et à leur surface d'échange. La caractérisation de ces écoulements, en particulier la mesure du diamètre et de la vitesse des gouttes, paramètres primordiaux pour comprendre les forces agissant sur ces dernières (force de trainée, poussée d'Archimède, etc...), reste encore à ce jour délicate.

Elle repose sur des techniques expérimentales qui peuvent se classer en deux grandes catégories : intrusives et non intrusives.

Par définition, les techniques intrusives reposent sur l'introduction d'un dispositif au sein de l'écoulement. Il peut alors s'agir de systèmes de prélèvement de l'émulsion associés à des dispositifs de caractérisation déportés ou de capteurs introduits dans l'écoulement pour

réaliser des mesures *in situ*.

Ces prélèvements sont souvent effectués à l'aide d'un système de captage relié à un capillaire qui véhicule les fluides jusqu'au dispositif de mesure. Les gouttes prélevées se transforment dans le capillaire en volumes cylindriques dont on détecte la présence en utilisant des cellules photoélectriques[9] ou des électrodes de mesure de conductivité[10]. Cette dernière méthode permet d'obtenir en sus des informations sur le transfert de matière qui s'est opéré dans les gouttes en fonction de leur diamètre. Une autre technique envisageable pour analyser ces prélèvements est la granulométrie laser. Dans ce cas, le prélèvement doit être réalisé de façon à ne pas modifier les caractéristiques de l'échantillon (rupture ou coalescence induite), ce qui reste délicat et contraint fortement la méthode de prélèvement.

Concernant l'introduction de capteurs au sein des écoulements on retrouve essentiellement deux technologies, l'anémométrie fil chaud et les méthodes optiques. L'anémométrie fil chaud permet de mesurer la vitesse de la phase continue et le taux de rétention en un point de l'écoulement[11], en quantifiant la variation de la puissance transférée depuis un fil fin chauffé par effet Joule et refroidi par le passage du fluide. C'est une technique faiblement intrusive, qui présente une excellente résolution spatiale et temporelle. Les méthodes optiques permettent d'accéder à des valeurs locales du taux de rétention en mesurant des variations d'indice de réfraction dans les fluides[12]. D'autres sondes permettent d'accéder à des grandeurs statistiques comme la granulométrie des gouttes par exemple en filmant leur passage dans un entrefer millimétrique[13].

L'emploi de ces techniques reste cependant sujet à discussion : représentativité du prélèvement, influence du dispositif introduit dans l'écoulement sur les caractéristiques de l'émulsion, etc...

Dans le domaine des méthodes non intrusives différentes techniques sont applicables. Il s'agit essentiellement de méthodes optiques, en lumière cohérente comme incohérente, qui peuvent être ponctuelles (anémométrie phase doppler) ou de champ (holographie numérique en ligne). Les plus simples sont basées sur une visualisation des émulsions associée à un traitement d'images, les plus complexes exploitent des signaux interférométriques.

Dans le domaine de la caractérisation des écoulements diphasiques liquide-liquide les applications de ces techniques sont rares. On trouve toutefois quelques exemples. Ainsi, l'imagerie par transmission sur l'axe ou "ombroscopie" a été employée pour mesurer les dimensions et les positions des gouttes et, moyennant des hypothèses (sphéricité des gouttes et erreurs de perspective négligeables), évaluer par calcul l'aire interfaciale volumique moyenne, en fonction du cycle de pulsation[14]. Toutes ces techniques d'analyse d'images souffrent cependant du fait qu'il n'est pas possible de voir l'ensemble de l'émulsion présente dans un

volume donné lorsque la fraction volumique de phase dispersée dépasse quelques pourcents.

Les techniques optiques ne sont pas les seules méthodes de mesure employées pour caractériser les écoulements liquide-liquide. On peut citer aussi l'utilisation d'ondes ultrasonores : la détermination du temps de parcours d'une telle onde au sein d'une émulsion renseigne sur la fraction volumique de la phase dispersée, pour autant que l'on connaisse précisément la vitesse de cette même onde dans chacune des phases considérées[15]. L'utilisation de propriétés magnétiques[16] ou électriques[17] des fluides sont également envisageables, même si celles-ci peuvent être intrusives dans certains cas.

**L'objectif de ce travail de thèse est de proposer une méthode non intrusive de caractérisation des émulsions permettant d'obtenir la taille et la vitesse des gouttes de phase dispersée**.

La technique qui a été retenue est une technique optique exploitant la diffraction en lumière cohérente : l'holographie numérique en ligne. Une des originalités est l'utilisation directe des gouttes de phase dispersée comme particules diffractantes.

Ce manuscrit décrit l'application de cette méthode à un écoulement liquide-liquide. Il est divisé en trois parties :

- la première partie comprend deux chapitres. Elle propose une revue ciblée de différentes techniques utilisées pour la caractérisation des écoulements diphasiques et détaille celle retenue pour cette étude : l'holographie numérique avec un montage en ligne ;
- la deuxième partie, divisée en trois chapitres, aborde le cœur du travail de thèse. Elle décrit l'application de la méthode à la caractérisation de gouttes au sein d'un écoulement liquide/liquide, en traitant, dans un premier temps, des aspects numériques, puis, dans un deuxième temps, des résultats expérimentaux ;
- la troisième et dernière partie, porte sur le déploiement de cette méthode sur un type d'appareil d'extraction liquide-liquide, la colonne pulsée.

# Première partie

# Imagerie de particules en écoulement

# Chapitre 1

# Diagnostics optiques pour la caractérisation des écoulements diphasiques

Ce premier chapitre propose une vision synthétique des différentes techniques utilisées pour caractériser des écoulements diphasiques, et plus spécifiquement déterminer les propriétés de la phase dispersée. La technique doit être non intrusive ce qui a orienté cette recherche bibliographique vers les méthodes basées sur l'optique. Les écoulements à étudier sont liquide-liquide, mais dans certains cas, le champ de cette étude bibliographique à volontairement été étendu aux écoulements gaz-liquide ou solide-liquide car ils sont nettement plus présents dans la littérature. Les techniques sont toutes non intrusives. Elles ont été rassemblées en trois catégories, d'après une classification courante dans cette discipline[18], à savoir :

- les techniques ponctuelles qui sont des techniques de mesure locales caractérisant les particules une à une ;
- les techniques intégrales qui caractérisent globalement, à travers des grandeurs moyennes, un ensemble de particules ;
- les techniques de champ qui caractérisent individuellement et de façon simultanée un ensemble de particules.

Chaque technique est abordée de la façon suivante :

- une fiche synthétique, axée sur la mise en œuvre ;
- une description de ses principes physiques de base ;
- quelques illustrations remarquables.

Évidemment cet inventaire n'est pas exhaustif et le panel présenté ne constitue pas l'ensemble des méthodes applicables à l'instrumentation des écoulements. Il s'agit des plus

utilisées. La dernière partie du chapitre justifie le choix d'une de ces techniques pour la caractérisation des écoulements liquide-liquide.

Dans ce chapitre, selon la nature de l'écoulement, la phase dispersée est désignée par les termes bulle ou goutte, ou de façon générique, par le terme particule.

## 1.1 Les techniques de mesure en un point de l'écoulement

Ce premier paragraphe décrit deux techniques ponctuelles : l'anémométrie phase Doppler et la réfractométrie arc-en-ciel.

### 1.1.1 Anémométrie Phase Doppler

| **Nom** | Anémométrie Phase Doppler ou Interférométrie Phase Doppler |
|---|---|
| **Type de technique** | Technique ponctuelle |
| **Gamme de diamètres mesurés** | 0,1 µm $< d <$ quelques mm |
| **Grandeurs mesurables** | Vitesse 1C, 2C, 3C et dimensions |
| **Sources de lumière** | Uniquement laser (jusqu'à trois longueurs d'onde différentes) |
| **Détecteurs** | Photodiodes, photomultiplicateurs, CCD |
| **Produit commercial** | Oui (Dantecs Dynamics, TSI inc., ...) |

#### 1.1.1.1 Principe

Cette technique dérive de l'anémométrie laser Doppler (LDA en anglais acronyme de Laser Doppler Anemometry). Elle a pour objectif la mesure simultanée de la vitesse et du diamètre des particules. Elle est basée sur la mesure de la fréquence de modulation du signal

lumineux diffusé par une particule qui traverse un volume optique formé par l'interférence de deux faisceaux lasers (figure 1.1) [i].

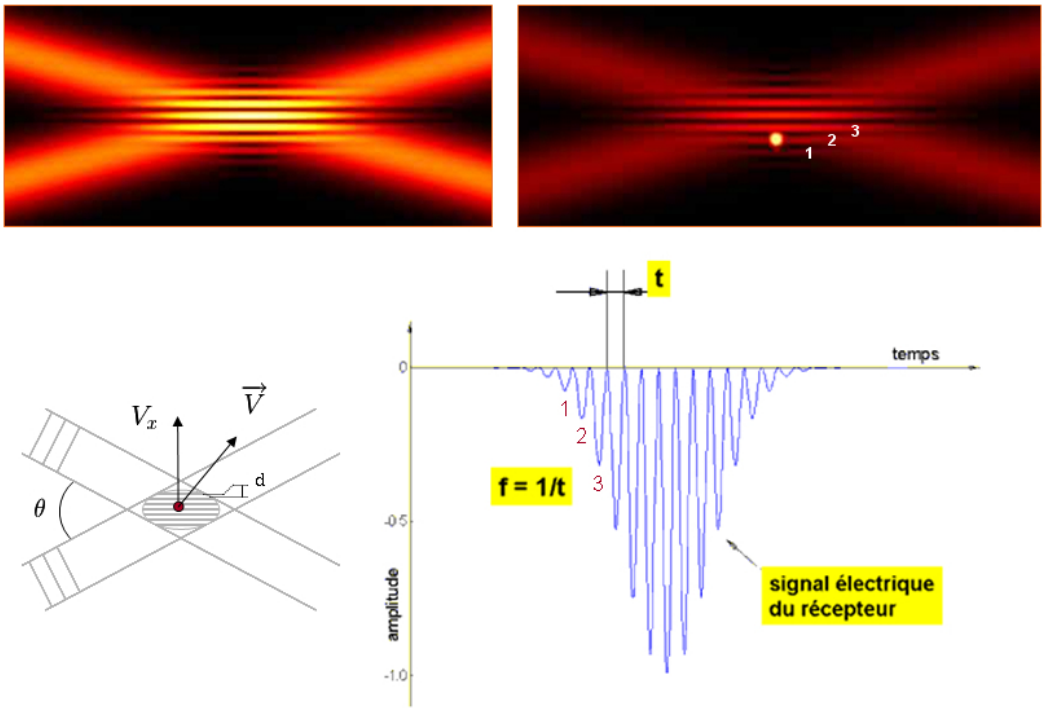


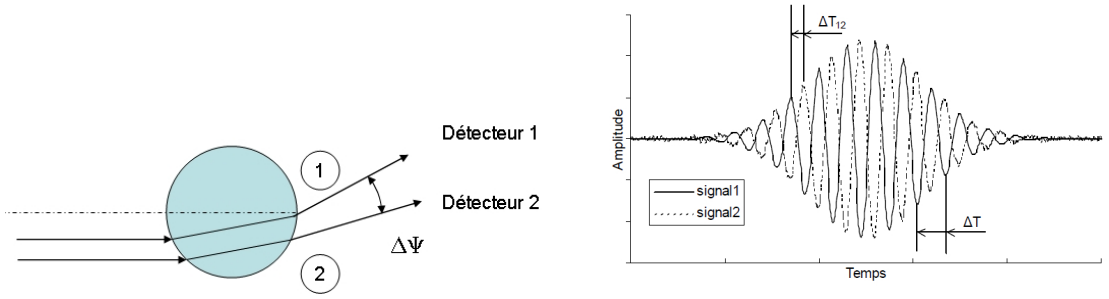

Figure 1.1 – Principe de l'anémométrie laser Doppler, source ONERA. L'interférence entre les deux faisceaux forme un réseau de franges lumineuses dont l'intensité est modulée par le passage d'une particule

Dans le cas de l'anémométrie phase Doppler [ii], l'acquisition est réalisée sur plusieurs détecteurs positionnés spécifiquement dans l'espace. La paternité de cette technique est attribuée à Durst et Zare [19], qui ont montré l'existence d'une relation linéaire entre le diamètre des particules mesurées et le déphasage des signaux Doppler enregistrés en deux points distincts de l'espace, relation pouvant être utilisée pour mesurer la taille des particules. Comme dans de nombreuses techniques de mesures dimensionnelles employées en mécanique des fluides, les particules sont supposées strictement sphériques. On peut trouver une description très détaillée des aspects théoriques et pratiques de l'anémométrie phase Doppler dans les re-

i. Lorsque les particules traversent le volume optique, elles diffusent un signal lumineux, modulé par les franges d'interférence. La fréquence du signal $f_s$ est liée à une des composantes $V_x$ de la vitesse de la particule par la relation : $V_x = \frac{f_s}{d} = \frac{\lambda f_s}{2\sin(\theta/2)}$, où $\lambda$ la longueur d'onde du laser et $\theta$ l'angle entre les deux faisceaux.

ii. Cette technique est souvent nommée PDA, acronyme de Phase Doppler Anemometry.

vues réalisées par Black *et al.* en 1996[20] et Durst *et al.* en 1997[21], ou encore dans les thèses de F. Onofri[22] et de C. Hespel[23].




(a) Trajets optiques des signaux (b) Signal enregistré

Figure 1.2 – Principe de la PDA

De manière simplifiée, le principe de cette technique repose sur l'observation des "bouffées" Doppler dans deux directions différentes. Les fréquences de ces "bouffées" Doppler sont identiques car indépendantes de la position du détecteur. *A contrario*, comme elles suivent des trajets optiques différents, elles sont déphasées d'une grandeur proportionnelle à la taille de la particule (figure 1.2). Pour des positions bien déterminées des détecteurs, la relation entre ce déphasage, $\Delta\phi$, et la taille de la particule peut être considérée comme linéaire, de la forme $\Delta\phi = {}^{\Delta T_{1/2}}/_{\Delta T} = f(d, \Delta\Psi)$.

En fait, trois modes de diffusion de la lumière sont exploitables, la réflexion, la réfraction de premier ordre et la réfraction de deuxième ordre. Ils conditionnent la position des détecteurs. L'expression qui lie le déphasage au diamètre des particules est fonction du mode de diffusion dominant (dans les expressions qui suivent les notations font référence à la figure 1.3).

S'il s'agit de la réflexion on écrit :

$$\Delta\phi = \frac{2\pi}{\lambda} d \frac{\sin {}^{\theta}/_{2} \sin \Psi}{\sqrt{2(1 - \cos {}^{\theta}/_{2} \cos \Psi \cos \varphi)}} \tag{1.1}$$

Dans le cas de la réfraction, on obtient :

$$\Delta\phi = -\frac{2\pi}{\lambda} d \frac{n_r \sin {}^{\theta}/_{2} \sin \Psi}{\sqrt{2(1 + \cos {}^{\theta}/_{2} \cos \Psi \cos \varphi)[1 + n_r^2 - n_r \sqrt{2(1 + \cos {}^{\theta}/_{2} \cos \Psi \cos \varphi)}]}} \tag{1.2}$$

avec $n_r$ l'indice relatif de la phase dispersée et $d$ le diamètre de la particule.

On remarque que dans le cas de la réfraction, cas qui nous intéresse nos particules étant généralement translucides, pour déterminer le diamètre il faut connaître l'indice de réfrac-

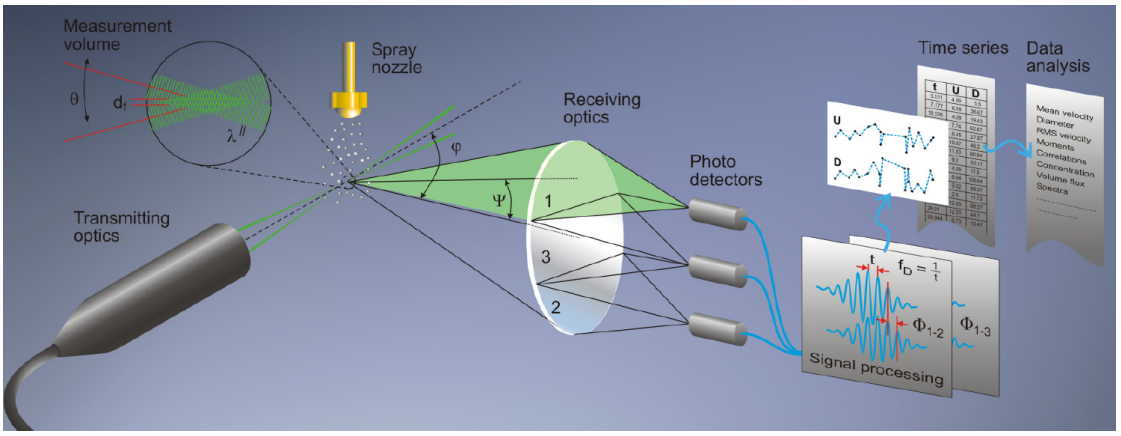



Figure 1.3 – Montage classique en PDA, source Dantec™

tion de la goutte. Cet indice est fonction de la température, température qui est donc un paramètre qu'il faut *a minima* connaître, voire maîtriser, au moment de l'acquisition. En général le rapport signal sur bruit est moins bon en réfraction qu'en réflexion. Dans tous les cas, la précision des mesures dépend au premier ordre de la sphéricité des particules observées et de la forme du volume de mesure. D'autre part, on voit sur la figure 1.2 que le déphasage augmente avec la taille de la particule. Comme il s'exprime modulo $2\pi$, il existe une limite en taille pour les particules au delà de laquelle il y a une ambiguïté sur la mesure. Conséquence directe, les montages sont souvent plus complexes que celui présenté en figure 1.3. Ils intègrent trois détecteurs ce qui permet de lever cette ambiguïté et d'augmenter la dynamique en taille des particules mesurables. *A contrario*, le déphasage n'est significatif que si la particule est suffisamment grande. Il existe donc une taille minimale de particules mesurables par ce procédé. On comprend donc aisément que le nombre de particules par unité de volume ne doit pas être trop important pour permettre une mesure acceptable. C'est une deuxième limitation du dispositif.

Il est possible d'atténuer ces limitations en utilisant deux faisceaux lasers de longueurs d'onde différentes et situés dans des plans orthogonaux[24]. Ce double dispositif (Dual PDA en anglais) est de plus en plus utilisé, notamment pour la caractérisation des aérosols. Il améliore la précision sur le dimensionnement des particules et diminue l'influence de l'hypothèse de sphéricité ainsi que l'impact du volume de mesure[25]. Dans ce cas on utilise des lasers à argon ionisé car ils ont deux raies d'émission, l'une située dans le bleu (488 nm) et l'autre située dans le vert (514,5 nm). En théorie, cette technique ne nécessite pas de calibration, qu'elle soit préalable ou postérieure. Toutefois de nombreux auteurs recommandent de réaliser quand même une phase d'étalonnage pour s'assurer en particulier

du bon positionnement des capteurs.

#### 1.1.1.2 Principaux résultats

La PDA fait partie des techniques de base de l'instrumentation appliquée à la mécanique des fluides pour lesquelles la littérature est abondante. La majorité des publications porte sur des exemples liés à l'instrumentation d'écoulements gaz-liquide[26,27,28]. On trouve aussi de nombreuses applications autour de la mesure des aérosols, en particulier pour l'industrie automobile[29]. L'inutilité de la calibration en fait une technique souvent choisie comme référence pour valider localement des résultats obtenus par d'autres méthodes. En 2005 Laakkonen *et al.*[30] proposent justement une comparaison entre l'anémométrie phase Doppler et deux autres techniques, sur un écoulement gaz-liquide, la première étant non intrusive (imagerie par ombroscopie) contrairement à la deuxième (prise d'échantillons par sonde d'aspiration). Dans l'ensemble l'accord entre les résultats obtenus avec les différentes techniques n'est pas bon. Pour les auteurs les écarts sont essentiellement liés aux différences entre les gammes de mesure de ces techniques. Logiquement l'anémométrie qui possède la plus grande gamme de mesure conduit à la meilleure estimation de la distribution en nombre de bulles. *A contrario*, comme dans le cas de la distribution en volume la mesure des grosses bulles est prépondérante, les résultats sont meilleurs avec les deux autres techniques qui ne reposent pas sur l'hypothèse de sphéricité [iii] .

On a vu que pour des liquides translucides il est indispensable de maîtriser l'indice de réfraction relatif des particules mesurées pour obtenir correctement le diamètre des gouttes. Cette contrainte est relativement simple à lever quand la phase dispersée est unique mais le problème se complexifie quand les écoulements deviennent triphasiques (cas, entre autres, de la précipitation en colonne pulsée[31]). Certains auteurs[32,33] proposent des méthodes d'acquisitions permettant de lever cette incertitude pour deux phases dispersées.

Comme précisé au paragraphe précédent, la technique est très dépendante de la forme des gouttes. Plus on s'éloigne de gouttes parfaitement sphériques, plus on se trompe sur les grandeurs mesurées. Ceci est particulièrement vrai pour les grandeurs volumétriques, comme l'aire interfaciale volumique, pour laquelle le diamètre intervient au cube. En 1998, une communication de Lohner *et al.*[34] étudie les potentialités de cette technique sur des écoulements représentatifs d'un dispositif d'extraction liquide/liquide et montre que la relation entre le déphasage des signaux Doppler et le diamètre des gouttes est linéaire jusqu'à 3,5 mm. Au delà, comme la forme des gouttes s'éloigne de plus en plus de celle d'une sphère, des erreurs sur la mesure du diamètre équivalent apparaissent. Ceci conduit à des

iii. Plus les bulles sont grosses, moins elles sont sphériques.

sous-estimations systématiques du volume qui, selon les auteurs, pourraient être réduites avec un système à deux longueurs d'onde. La mesure de la vitesse terminale d'ascension est quant à elle en bon accord avec les prédictions des modèles.

D'autres paramètres peuvent influencer la qualité des mesures des diamètres et des vitesses par anémométrie phase Doppler. C'est en particulier le cas pour tous les éléments réglables tel que la puissance du laser et la haute tension appliquée sur les tubes photomultiplicateurs. On peut trouver une étude détaillée de l'influence de ces différents paramètres sur la mesure de gouttelettes d'eau produites par un nébuliseur, dans un article de Kapulla et Najera[35]. Sans rentrer dans les détails, cet article démontre qu'une bonne maîtrise de ces réglages est nécessaire pour obtenir des résultats corrects. Les auteurs concluent d'ailleurs par une proposition de procédure générique pour le réglage de ces paramètres.

L'anémométrie phase Doppler est une technique qui peut répondre aux besoins de caractérisation des émulsions en colonne pulsée. Elle donne accès à des grandeurs d'intérêt (mesures simultanées de diamètre et de vitesses), avec toutefois deux inconvénients notables :
- les mesures sont ponctuelles et présentent un problème de représentativité ;
- les dispositifs d'instrumentation sont complexes.

### 1.1.2 Méthode arc-en-ciel et diffusion critique

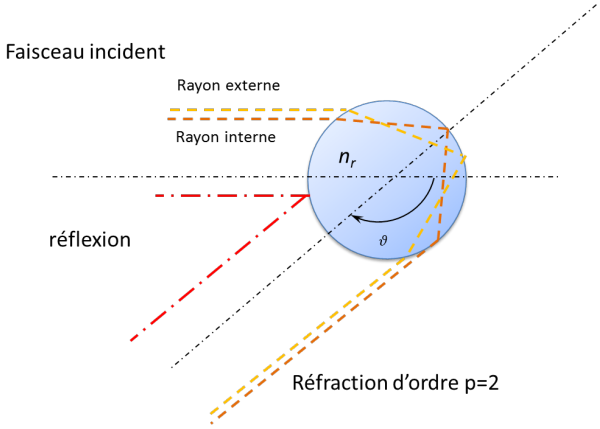
| **Nom** | Réfractométrie arc-en-ciel |
|---|---|
| **Type de technique** | Technique ponctuelle et de champ dans sa forme globale |
| **Gamme de diamètres mesurés** | 10,0 µm $< d <$ 1,0 mm |
| **Grandeurs mesurables** | Diamètre et indice de réfraction |
| **Sources de lumière** | Uniquement laser |
| **Détecteurs** | CCD, CMOS, SCMOS |
| **Produit commercial** | Non |

#### 1.1.2.1 Principe

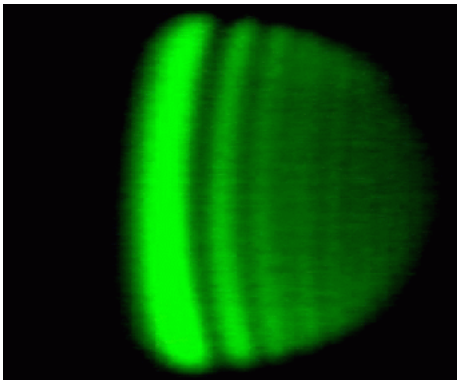
La réfractométrie arc-en-ciel est une technique permettant de déterminer l'indice de réfraction et le diamètre d'une particule ou de plusieurs particules. Elle s'appuie sur un phénomène d'interférence qui apparaît au voisinage d'un angle particulier, l'angle d'arc-en ciel lorsqu'une particule intercepte un faisceau laser. En ce sens, elle s'apparente au phénomène d'arc-en-ciel classique observable dans la nature.

Dans le formalisme de l'optique géométrique, on trouve, au voisinage de cet angle d'arc-en ciel, deux rayons optiques (rayons dits interne et externe sur la figure 1.4a) ayant deux parcours optiques différents. Ils interfèrent, provoquant la génération de franges. C'est le signal véhiculé par ces franges qui est exploité pour remonter aux caractéristiques de la particule.

On trouve cette technique sous deux formes, la forme standard et la forme globale :
- sous sa forme standard il s'agit de caractériser une seule particule. On parle de réfractométrie arc-en-ciel standard (RAS). L'interrogation se fait avec un laser focalisé ;
- sous sa forme globale, on somme les arcs-en-ciel issus de plusieurs particules ce qui permet




(a) Réfraction d'ordre p=2 dans la région de l'angle arc-en-ciel



(b) Exemple de figure d'interférence obtenue sur un spray d'eau [36]

Figure 1.4 – Principe de la réfractométrie arc-en-ciel

de remonter aux caractéristiques moyennes de la population. On parle de réfractométrie arc-en-ciel globale (RAG). C'est un volume de l'écoulement qui est investigué.

Pour que le phénomène soit observable il faut que la particule soit transparente et qu'elle ait un indice de réfraction relatif, $n_r$, supérieur à un. Quand cet indice de réfraction relatif est inférieur à un, on peut observer le même type de diagramme de diffusion à un angle dit angle critique. De la même manière, il est alors possible de remonter au diamètre et à la composition des particules [37]. Cette deuxième méthode existe aussi sous les deux formes, standard et globale.

Expérimentalement le signal arc-en-ciel se présente sous la forme d'un réseau de franges irrégulier (figure 1.4b).

D'après l'optique géométrique, pour une particule, l'angle d'observation de l'arc-en-ciel peut s'établir de la façon suivante en fonction de l'ordre de diffusion :

$$\theta_{p-1} = 2\arctan\sqrt{\frac{n_r^2-1}{p^2-n_r^2}} - 2p\arctan\sqrt{\frac{p^2\left(n_r^2-1\right)}{p^2-n_r^2}} \tag{1.3}$$

Cet angle ne dépend que de l'indice de réfraction relatif de la particule. Si cet indice varie, cela se traduit par un décalage angulaire du diagramme de diffusion. La mesure de ce décalage est donc une mesure de l'indice de réfraction de la particule. C'est une méthode très sensible à l'indice de réfraction (précision supérieure à $10^{-3}$) [23], applicable sur des particules uniques, dont la dynamique de mesure est limitée par les dimensions du champ d'observation.

Théoriquement cette mesure ne varie pas avec le diamètre et la forme des particules. En

réalité, l'approche proposée par l'optique géométrique ne rend pas compte de l'ensemble des phénomènes et des variations des figures d'arc-en-ciel apparaissent pour des particules de petit diamètre (<100 μm)[23] comme pour des objets non sphériques[38]. De surcroît, pour les petites particules, on observe des phénomènes d'interférence secondaires (entre la réflexion et la réfraction) sous la forme de structures oscillantes qui se superposent au diagramme de diffusion. Ces phénomènes parasites rendent la technique délicate à exploiter sous sa forme standard.

En conséquence, le traitement le plus couramment utilisé repose sur l'inversion d'un diagramme de diffusion (figure 1.5), qui est une coupe de la figure d'interférence. Il s'agit en fait d'une comparaison avec des figures d'arc-en-ciel simulées numériquement à partir d'une théorie ondulatoire ou électromagnétique (*Airy*[38], *Lorenz-Mie* généralisé[39], *Nussenzveig*[40]) plus complète que l'optique géométrique. Dans ce cas, le traitement de l'information se fait en deux temps :

- la mesure du diamètre à partir de la position de la première et de la deuxième frange. Il est indépendant de l'indice ;
- la mesure de l'indice à partir de l'angle d'arc-en-ciel.

La méthode globale permet de diminuer la sensibilité à ces phénomènes parasites, en particulier ceux liés à la non sphéricité. Elle ne donne toutefois accès qu'à des grandeurs moyennes.

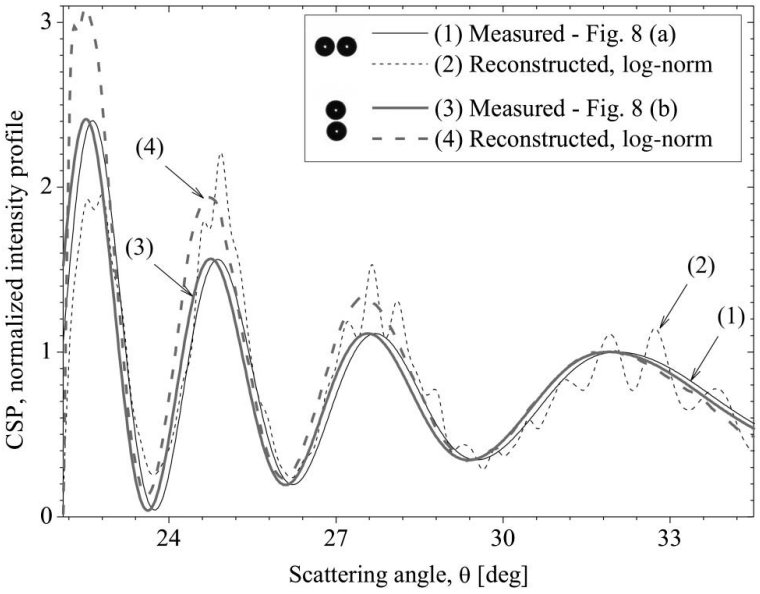



Figure 1.5 – Diagramme de diffusion à l'angle critique, mesuré expérimentalement et reconstruit numériquement, pour deux gouttes d'eau en ascension dans de l'huile de silicone ($n = 1,4042$)[3]

#### 1.1.2.2 Principaux résultats

L'essentiel des travaux publiés autour de la réfractométrie arc-en-ciel porte sur des mesures de la température dans les gouttes, en particulier dans les sprays[41]. Dans ce domaine les premiers travaux publiés par van Beeck et Riethmuller[38], ont montré qu'il était possible, avec la forme standard, d'obtenir simultanément le diamètre et la température de gouttes d'eau millimétriques, chutant dans de l'air, avec une précision de 1 °C (qui correspond à leur erreur de calibration).

Dans sa forme globale, la réfractométrie arc-en-ciel, a été utilisée sur des écoulements liquide-liquide. C'est le cas des travaux de Vetrano *et al.*[36] qui mesurent la taille et la température de gouttes d'huile de silicone dispersées dans de l'eau, au sein d'un réservoir agité. Les résultats obtenus par réfractométrie arc-en-ciel sont comparés avec des mesures par thermocouple en ce qui concerne la température et avec des mesures par ombroscopie en ce qui concerne les diamètres. Dans les deux cas, les résultats obtenus par la méthode arc-en-ciel sont en bon accord avec ceux des deux autres techniques (94 % de correspondance pour le diamètre moyen et 1,9 °C d'écart sur la température moyenne).

On trouve des applications plus industrielles sur des dispositifs expérimentaux de plus grandes dimensions. C'est le cas des travaux conduits par Lemaitre *et al.*[42,43] qui portent sur l'étude des transferts de chaleur et de masse entre des gouttelettes pulvérisées et l'atmosphère dans des conditions thermo-hydrauliques représentatives d'un accident grave dans un réacteur nucléaire à eau pressurisée. Ces travaux sont réalisés sur une maquette critique de grande dimension (cylindre de 7 $m^3$). Ils associent deux techniques de mesure, l'imagerie en défaut de mise au point pour la taille des gouttes (cf. 1.2.3) et l'arc-en-ciel global pour leur température (précision atteinte : 1 °C).

L'indice de réfraction est aussi une fonction de la composition des particules. Sa mesure est un moyen de quantification des espèces en solution ainsi que de leur transfert d'une phase dans l'autre. Cette forme d'exploitation de la RAS a été proposée dès le départ par Roth *et al.*[44]. Plus récemment, en 2011, Tagutchou *et al.*[45] suivent, par RAG, l'absorption du $CO_2$ par des monoéthanolamines (MEA) dans un spray. Ils montrent que la mesure de l'évolution de l'indice de réfraction permet d'évaluer l'efficacité de cette absorption du $CO_2$ par la phase liquide. Dans le même esprit, Wilms *et al.*[46] tracent, après étalonnage, l'évolution de la composition d'une gouttelette, contenant différentes chaînes de $n$-alcanes, au cours de son évaporation, à condition de mesurer par ailleurs sa température.

Le même type de résultats, c'est-à-dire la mesure simultanée du diamètre et de l'indice relatif, a été obtenu par la méthode de l'angle critique sur des écoulements gaz-liquide[37]. De fait, dans le domaine des émulsions, ces méthodes sont applicables sur tous les écoulements,

qu'il s'agisse d'un fonctionnement en phase aqueuse continue ou d'un fonctionnement en phase organique continue.

Au final, concernant les aspects hydrodynamiques, les techniques RAS et RAG n'apportent que peu d'informations. Elles sont limitées à la granulométrie. Leur principal intérêt, pour la caractérisation des émulsions, réside dans la mesure de la concentration dans les gouttes via l'indice de réfraction, avec pour perspective le suivi des échanges entre la phase dispersée et la phase continue. Il faut toutefois noter qu'il s'agit de techniques de laboratoire en plein développement qui mettent en œuvre des dispositifs d'instrumentation complexes.

## 1.2 Les techniques de champ

Ce deuxième paragraphe traite des techniques de champ. Quatre d'entre elles sont abordées : l'ombroscopie, la fluorescence induite par laser, l'imagerie laser en défaut de mise au point et l'holographie numérique.

### 1.2.1 Ombroscopie

| **Nom** | Imagerie par transmission sur l'axe ou ombroscopie |
|---|---|
| **Type de technique** | Technique de champ |
| **Gamme de diamètres mesurés** | 10,0 µm $< d$ |
| **Grandeurs mesurables** | Vitesse 2C (3C en montage stéréoscopique) + dimensions 2D |
| **Sources de lumière** | Laser ou lumière incohérente |
| **Détecteurs** | CCD, CMOS, SCMOS |
| **Produit commercial** | Oui (LaVision, R&D Vision, CILAS, ...) |

#### 1.2.1.1 Principe

Initialement l'ombroscopie ("backlight illumination" ou "shadowgraphy", en anglais) est une technique non intrusive développée pour mesurer, via des variations d'indice de réfraction, des changements de la masse volumique au sein d'un fluide, changements généralement liés à des variations de température et/ou de pression. On utilise alors une source lumineuse *quasi* ponctuelle que l'on place derrière le fluide perturbé à étudier, un capteur réceptionnant la lumière. Par extension, en utilisant des sources de lumière diffuse ou collimatée (figure 1.6), elle permet de réaliser des images à contre-jour des objets, pouvant être exploitées pour mesurer certaines grandeurs dimensionnelles (taille) et statistiques (population). On trouve aussi des applications spécifiquement dédiées aux mesures dimensionnelles dans l'industrie basées sur l'utilisation de diodes laser [iv]. C'est historiquement la technique la plus ancienne pour mesurer la granulométrie des sprays.

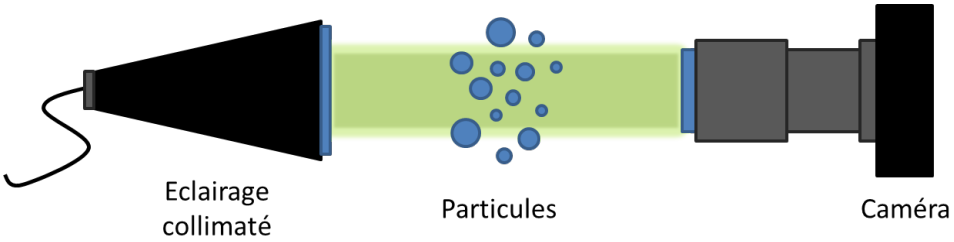



Figure 1.6 – Exemple de montage ombroscopique

L'ombroscopie est une technique simple de conception, mais elle présente une difficulté majeure liée aux flous intrinsèques à la mise au point. Avec cette technique, l'estimation de la taille des particules n'est correcte que dans le plan de mise au point. Plus on s'éloigne de ce dernier, plus le contour de la particule devient flou et la mesure de ses dimensions difficile. Pour corriger cet effet deux approches sont possibles, une approche numérique et une approche optique. Elles sont souvent utilisées de façon complémentaire.

D'un point de vue optique, il faut minimiser les effets de perspective dans la profondeur de champ. Les objectifs macroscopiques sont exploitables mais le type d'objectif le plus adapté est l'objectif télécentrique voire bi-télécentrique. Avec ce type d'objectif, deux objets situés dans la profondeur de champ ne produiront la même image sur le capteur que s'ils ont les mêmes dimensions. Le grandissement est le même dans toute la profondeur de champ et il n'y a plus de correction à apporter suite aux erreurs de perspective. Ce type d'objectif est de conception plus complexe car on impose sa pupille d'entrée à l'infini (image du diaphragme

iv. Sources laser de faible cohérence qui permettent d'éviter l'apparition du speckle.

d'ouverture). Comme il ne collecte que les rayons lumineux ayant une direction parallèle à l'axe optique, la taille maximale des objets qu'il peut imager est approximativement égale au diamètre de sa lentille d'entrée. La mesure d'objets de grandes dimensions conduit donc à l'utilisation d'un objectif de grandes dimensions. Le sujet (objet) est rendu sur le capteur suivant une transformation isométrique. Ce type d'objectif impose l'utilisation d'éclairage de forte intensité.

Comme les mesures sont réalisées, à l'aide d'un étalonnage, sur des projections en deux dimensions, le traitement des images ne doit pas altérer la mesure afin de fournir une information la plus proche possible de la valeur réelle. En général l'image originale est codée sur $2^8$ ou $2^{10}$ niveaux de gris. Elle est ensuite binarisée[v], souvent après soustraction d'une image de fond, pour permettre une détection de contour sur les gouttes à mesurer. Cette étape se fait en fonction d'un seuil de niveau de gris et peut par conséquent conduire à une détérioration de l'information. Des traitements d'image basés sur l'analyse du contraste, en particulier via l'exploitation des gradients des niveaux de gris, permettent de corriger les erreurs liées à ces aspects numériques[47,48].

Pour les aspects vélocimétriques cette méthode de mesure est souvent utilisée en montage stéréoscopique pour accéder à la troisième composante de la vitesse. Dans tous les cas, on ne peut suivre simultanément qu'un nombre de particules limité. S'il devient trop important des ambiguïtés de trajectoire apparaissent rendant impossible le traitement des images. Une autre limitation de cette technique est liée à la vitesse de l'écoulement qui ne doit pas être trop importante, pour que la particule reste dans le champ de vision du détecteur. En ce qui concerne l'exploitation stéréoscopique de ces méthodes, on peut se reporter aux travaux de Maas *et al.*[49] et Malik *et al.*[50] qui, en deux articles, décrivent par le détail une méthode pour déterminer avec trois caméras la position et la trajectoire d'une particule en trois dimensions. Les différents algorithmes de suivi des particules font aussi l'objet de nombreux articles[51,52,53].

#### 1.2.1.2 Principaux résultats

Cette technique est particulièrement adaptée aux mesures dimensionnelles et statistiques. On trouve donc logiquement dans la littérature des applications essentiellement dédiées à la mesure d'une population de bulles ou de particules. Sur ce type d'écoulement, l'ombroscopie est une technique efficace, notamment car l'écart d'indice de réfraction entre la phase dispersée et la phase continue est très prononcé.

v. Transformation d'une image à $n$ niveaux de gris en une image à deux niveaux de gris.

C'est sur l'instrumentation des écoulements gaz-liquide que l'on trouve le plus d'articles. Le système ombroscopique comprend classiquement trois éléments :
- un éclairage stroboscopique pour figer l'écoulement ;
- un objectif à faible profondeur de champ ;
- une méthode de traitement des images permettant de rejeter les particules situées hors champ.

Avec ce type de montage, Hay *et al.* [54] montrent, dès 1998, qu'il est possible de mesurer de manière satisfaisante (précision de 50 µm sur la mesure du diamètre) la granulométrie d'une population de gouttes d'eau polydispersée. Avec le même type de configuration, Bröder et Sommerfeld (2003) [55], caractérisent complètement un écoulement gaz-liquide (vitesse des deux phases et granulométrie). Dans ce but, ils utilisent un rétro-éclairage à LED pulsées ainsi que des particules d'ensemencement de grandes dimensions (50 µm). Ce système, couplé à une optique à très faible profondeur de champ, et associé à un traitement des images permettant de rejeter toutes les particules situées en dehors de la zone de netteté, leur permet de mesurer :
- la vitesse des bulles par PTV (Particle Tracking Velocimetry) ;
- la vitesse de la phase continue par PIV (Particle Timage Velocimetry) sur les particules d'ensemencement ;
- les dimensions des bulles.

La principale limitation dans cette étude est liée au taux de vide qui doit rester très faible (entre 0,7 et 1,7 % pour l'étude) pour permettre un fonctionnement *ad hoc* des algorithmes de rejet des bulles hors champ.

On trouve dans la littérature des articles dans lesquels cette technique est comparée à d'autres méthodes de mesure et qui démontrent sa pertinence. On peut notamment citer les travaux de Tassin *et al.* [56] qui proposent une comparaison approfondie entre des mesures par PDA et des mesures ombroscopiques sur des bulles d'air injectées une à une dans une capacité parallélépipédique remplie d'eau (250 µm $< d <$ 3 mm). L'accord entre les deux techniques est bon pour les mesures de diamètres comme pour les mesures de vitesses, avec un écart maximal constaté pour les diamètres de 7% sur l'ensemble de la gamme de taille. Il reste inférieur à 10% pour les mesures de vitesse sur une plage allant de 0,05 à 0,30 m.s$^{-1}$.

Le traitement des images reste le point délicat pour une mesure correcte des dimensions des objets observés. Le choix du niveau de seuil à appliquer pour binariser les images est particulièrement crucial. La possibilité d'éliminer par traitement des images les objets situés en dehors de la profondeur de champ est aussi un paramètre important. Ces deux aspects ont fait l'objet de plusieurs articles. Dans ce domaine, on peut citer les travaux de Lecuona

*et al.*[47] qui décrivent une méthode complète de traitement du signal permettant de mesurer simultanément sur une population de gouttes, l'histogramme de distribution en diamètre, le déplacement et donc la vitesse. Leur algorithme de traitement comprend en particulier une étape remarquable permettant d'éliminer les gouttes hors champ, via un calcul du gradient de niveau de gris sur tout le contour des gouttes identifiées. Elle est précédée par une étape d'élimination des gouttes superposées. L'évaluation des grandeurs recherchées, diamètre et vitesse, est réalisée sur la population de gouttes restantes. Les diamètres des gouttes sont calculés, à partir des surfaces, en supposant que ces dernières sont sphériques, la vitesse est calculée en dérivant les trajectoires (obtenues par un algorithme de PTV). Cette méthode a été validée sur deux cas physiques. Le premier est l'observation de billes de verres calibrées. Il a permis de montrer que l'écart entre le diamètre mesuré par ombroscopie et le diamètre réel est au maximum de 10% et que dans la majorité des cas il reste inférieur à 3%. Le deuxième porte sur la mesure d'un spray d'eau. Il a permis de fixer les limites maximales en fraction de phase dispersée pour l'algorithme de PTV. Plus récemment l'approche de Lecuona a été reprise et améliorée sur des écoulements solide-liquide[57] et des sprays[48].

Un autre aspect intéressant de cette technique est son apport quand elle est couplée à d'autres méthodes de mesure. De plus en plus, l'ombroscopie est utilisée en association avec la PIV. Dans cette configuration elle permet de réaliser des images de l'écoulement ; images qui servent ensuite de "masques", eux-mêmes appliqués aux acquisitions de PIV pour distinguer les deux phases au moment du calcul d'intercorrélation. On retrouve ici un traitement de l'information analogue à celui utilisé pour le couplage FIL/PIV. Parmi les articles intéressants sur cet emploi de l'ombroscopie, on peut citer les travaux de Joshi *et al.*[58] qui utilisent ce couplage pour la caractérisation d'un écoulement gaz-liquide dans une colonne rectangulaire de faible épaisseur. Leur dispositif fonctionne sur une étendue importante de diamètre de bulles (entre 0,1 et 15 mm) avec un taux de rétention modéré (5%). Avec le même type de couplage Fujiwara *et al.*[59] proposent une mesure de la structure de l'écoulement d'eau autour d'une bulle de gaz millimétrique en ascension. Dans cet article les acquisitions ombroscopiques sont réalisées à partir de deux points de vue à 90 ° permettant une reconstitution en trois dimensions de la trajectoire et du volume de la bulle.

Concernant l'utilisation de la technique sur des écoulements liquide-liquide, on peut citer les travaux récents de Randriamanentena[14] menés sur une colonne pulsée expérimentale. La colonne fonctionne en mode FOC, la phase continue étant du TPH et la phase dispersée de l'eau colorée avec du bleu de méthylène. Dans cette configuration, l'ombroscopie permet de mesurer simultanément les dimensions et les positions 2D des gouttes. A partir de ces données et moyennant un certain nombre d'hypothèses (sphéricité des gouttes et erreurs

de perspective négligeables), il est possible de remonter, par calcul, à une "cartographie" de l'aire interfaciale volumique moyenne, à différents instants du cycle de pulsation.

Pour finir, on peut noter que, l'ombroscopie est souvent utilisée de manière plus intrusive, via des sondes placées dans les fluides, ce qui permet des mesures à des taux de rétention plus élevés[13,60].

### 1.2.2 Fluorescence induite par laser

| **Nom** | Fluorescence induite par Laser |
|---|---|
| **Type de technique** | Technique de champ |
| **Gamme de diamètres mesurés** | 10,0 µm $< d$ |
| **Grandeurs mesurables** | Dimensions 3D, concentration, température |
| **Sources de lumière** | Laser |
| **Détecteurs** | CCD |
| **Produit commercial** | Oui (Dantecs Dynamics, LaVision, ..) |

#### 1.2.2.1 Principe

La fluorescence induite par laser (Laser Induced Fluorescence) est une méthode de diagnostic optique permettant de visualiser et déterminer certaines propriétés (concentration, température et pression) dans un fluide[61]. Elle repose sur l'exploitation des propriétés de luminescence qu'ont certaines molécules. De manière simplifiée, il s'agit d'exciter de façon maîtrisée une substance qui va se désexciter en émettant de la lumière. On mesure alors cette lumière de désexcitation qui renseigne sur les propriétés du milieu. Dans le cas de la FIL, on utilise les propriétés de photoluminescence, pour lesquelles l'excitation est réalisée avec une source lumineuse. La figure 1.7 rappelle schématiquement le processus de luminescence moléculaire consécutif à une excitation par de la lumière. L'émission se fait

toujours à une énergie plus faible que l'absorption, ce qui décale le spectre lumineux vers les couleurs rouges.

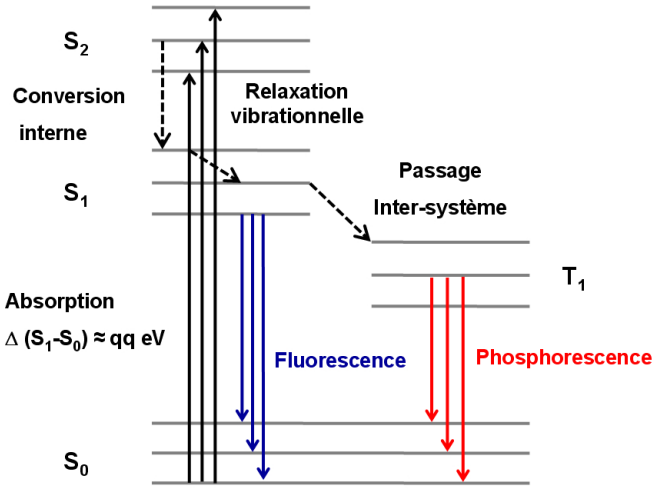



Figure 1.7 – Principe de la photoluminescence

La substance fluorescente ou "fluorophore", qui est l'élément clef, se caractérise par différents paramètres :

1. son rendement quantique, $\phi_q$ défini comme la fraction de molécules excitées qui retournent à l'état fondamental avec émission de photons de fluorescence. Une valeur nulle ou proche de zéro caractérise une substance non fluorescente. Il varie en fonction de l'environnement du fluorophore (concentration, pH, polarité,...) ;
2. son coefficient d'extinction molaire ou absorbance linéique molaire, $\varepsilon_\lambda$. C'est la probabilité d'absorption d'une molécule à une longueur d'onde donnée ($\lambda$). Il s'exprime en $m^2$. $mol^{-1}$. A partir de ce coefficient on établit :
   - l'absorbance à la longueur d'onde $\lambda$, donnée par $A = \varepsilon_\lambda Cl$, si $l$ est l'épaisseur du milieu absorbant (m) et $C$ la concentration du fluorophore (mol. $m^{-3}$) ;
   - la brillance (ou intensité de fluorescence) qui est le produit $\varepsilon_\lambda \times \phi_q$ ;
3. le déplacement de *Stokes*, c'est-à-dire le décalage entre la longueur d'onde du maximum d'émission et la longueur d'onde du maximum d'excitation ;
4. le temps de vie de fluorescence $\tau$, c'est-à-dire le temps après lequel l'intensité lumineuse a décru d'un facteur $1/e$.

Ces paramètres, autrement dit le choix de la substance fluorescente, conditionnent les performances de cette technique. Les substances fluorescentes les plus fréquemment utilisées

en visualisation des écoulements sont la rhodamine-B, la rhodamine-6G, la fluorescéine et plus accessoirement l'éosine. On trouve aussi de nombreuses espèces présentes naturellement dans les phénomènes de combustion ($CH_4$, radicaux libres, ...).

La relation entre le signal de fluorescence, l'intensité de la source lumineuse et la concentration fluorophore est linéaire. Ainsi, si on se place dans le cas d'une nappe laser se propageant dans la direction $X$, le signal émis par une molécule fluorescente, à une profondeur $x$, s'écrit :

$$S_f(x) = I_0 e^{\mu(\lambda)x} \phi_q C \varepsilon_\lambda \tag{1.4}$$

Avec $I_0 e^{\mu(\lambda)x}$ l'intensité lumineuse à la profondeur $x$ en fonction de $I_0$ l'intensité incidente du laser et $\mu(\lambda)$ le coefficient linéique d'absorption du milieu traversé, à la longueur d'onde $\lambda$.

Bien que la fluorescence ait lieu indépendamment de l'état (solide ou liquide) de la substance fluorescente, l'environnement (pH, milieu, ...) a une influence sur ces paramètres[62,63]. La concentration en substance fluorescente impacte aussi le rendement de fluorescence par des phénomènes de "quenching". Ce signal est donc une fonction de la longueur d'onde ($\lambda$), de la température ($T$), de la pression ($P$) et de la concentration en fluorophore ($C$). Cette dépendance vis à vis de la température et de la pression en font un outil de mesure naturel de ces deux paramètres.

Du point de vue temporel, les réactions mises en jeu pour la luminescence sont extrêmement rapides ($\approx 10^{-6}$ s). Leur durée est donc négligeable pour l'observation de la plupart des écoulements classiques, pour lesquels l'échelle de temps se situe entre la microseconde et la milliseconde. C'est donc une technique qui dispose d'une excellente résolution temporelle. Il en est de même pour la résolution spatiale essentiellement inféodée à la qualité du capteur. Lorsque la mesure est effectuée dans un plan, avec une nappe laser, on parle de PLIF (Planar Laser Induced Fluorescence). C'est une configuration très fréquente.

Au final, ce procédé permet d'accéder facilement à des informations qualitatives (structure et forme d'un écoulement) comme à des informations quantitatives (température d'une flamme, taux de rétention en écoulement diphasique, ...). Il est donc très utilisé. Quand l'écoulement est diphasique, il est fréquent de réaliser une adaptation d'indice de réfraction entre les deux phases pour que la nappe laser et la lumière de fluorescence ne soient pas réfractées.

Enfin cette technique peut être couplée à d'autres techniques de mesures. C'est particulièrement vrai avec la vélocimétrie par image de particules pour l'observation d'écoulements diphasiques[64,65].

#### 1.2.2.2 Principaux résultats

La littérature est riche en exemples d'applications de la FIL à la visualisation des fluides. On trouve différentes illustrations, allant de la visualisation de la structure d'un écoulement, à la mesure du taux de rétention, en passant par la distribution en taille des gouttes.

La FIL est avant tout un outil d'observation des écoulements. Un exemple intéressant de ce type d'application est proposée par F. Hewitt *et al.*[66,67] en 2006. Cette équipe applique la FIL à la visualisation de la structure d'un écoulement liquide-liquide, au sein d'une tuyauterie cylindrique verticale. La phase aqueuse est la phase ensemencée en substance fluorescente. Avec leur dispositif expérimental, les auteurs observent de façon détaillée l'évolution dynamique de la structure des phases. Ils visualisent notamment des phénomènes de coalescence et/ou de rupture de gouttes, et ceci pour une large plage de vitesses d'écoulement des fluides (de 0,01 à quelques m. $s^{-1}$). L'exploitation quantitative de leurs observations leur donne accès à une mesure en continu de la fraction "surfacique" d'un liquide par rapport à l'autre, qui est directement une évaluation du taux de rétention.

Toujours dans ce domaine, on peut citer les travaux de Deusch et Dracos[68]. Ils portent sur un système de visualisation des écoulements en trois dimensions par PFIL. L'écoulement à observer est monophasique. Il est scanné à haute fréquence (de 250 Hz à 500 Hz) à l'aide d'un couple laser continu/miroir. Les acquisitions sont réalisées avec une caméra rapide synchronisée sur ce dispositif. L'objectif de l'observation est la visualisation du développement d'un jet turbulent dans un volume de liquide au repos. Ces travaux montrent que la PFIL est l'une des techniques tomographiques les plus simples à mettre en œuvre tout en étant l'une des mieux résolues en temps et en espace. C'est pourquoi elle est fréquemment utilisée pour obtenir ce type de résultats[69], en particulier sur des écoulements turbulents[70].

La FIL est aussi un outil quantitatif, notamment via la mesure des concentrations instantanées de la substance fluorescente. Pour cette raison, elle est très appliquée à l'instrumentation des phénomènes de combustion où elle permet de mesurer la température des flammes. Sur ce principe, on trouve des applications de la FIL à la mesure quantitative de propriétés des fluides. On peut se reporter aux travaux de Van Cruyningen *et al.*[71] qui proposent, en 1990, la description complète d'un système dédié à la mesure quantitative de la dispersion d'un jet en régime turbulent au sein d'un fluide statique. Dans cet article, ils montrent qu'il est possible de relier directement l'intensité mesurée sur un pixel avec la concentration en substance fluorescente du volume élémentaire observé. Au delà de ces aspects techniques, l'intérêt de cette publication est qu'elle décrit exhaustivement les différentes étapes de la conception d'un tel système, depuis le choix de la substance fluorescente, en passant par

l'ensemble laser-optique-caméra, jusqu'au traitement du signal. Qui plus est, l'influence des différents éléments sur la quantification du signal est amplement détaillée. Toujours sur les mesures quantitatives, on peut citer, en 2003, A.W. Fitch et X. Ni[72] qui utilisent la FIL pour déterminer le coefficient de dispersion axiale dans une colonne "segmentée" au sein d'un écoulement oscillant. Ils positionnent cette méthode comme une alternative à celles classiquement utilisées et qui mettent en jeu des colorants. L'écoulement étudié est monophasique et le fluide, de l'eau, ne circule pas dans la colonne. L'intérêt de ces travaux réside dans la qualité des résultats, qui présentent un excellent rapport signal sur bruit, et permettent de mesurer simultanément la dispersion radiale et la dispersion axiale.

Le dernier aspect intéressant de la FIL est sa capacité à fournir des informations dimensionnelles sur la phase dispersée. En effet, l'intersection entre une nappe laser suffisamment "fine" et des gouttes ensemencées en substance fluorescente, fournit une mesure de certaines dimensions de ces dernières. On peut alors proposer l'évaluation de plusieurs paramètres comme la distribution en taille des gouttes, le taux de rétention, voire, dans certaines conditions, l'aire interfaciale. C'est une technique très employée dans le domaine de la motorisation pour l'examen des systèmes d'injection[73,74] et de manière plus générale pour la mesure des sprays. Sur ce dernier point elle est souvent couplée avec succès à d'autres méthodes[75,76]. Par exemple, en association avec une mesure de la diffusion élastique (diffusion de *Mie*) [vi], elle permet d'obtenir directement une cartographie du diamètre moyen de Sauter dans un spray[77].

En ce qui concerne l'examen de procédés d'extraction liquide-liquide, la PLIF est une technique qui a été employée pour évaluer la distribution en taille des gouttes de phase dispersée ainsi que le taux de rétention. On peut citer les travaux d'Augier[64] qui sont très aboutis sur ces aspects. Dans ces travaux, l'observation porte sur une colonne sans garnissage et non pulsée. Elle fonctionne en mode FAC et les deux phases circulent à contre-courant. L'indice de réfraction entre les deux phases est adapté très finement, avec des fluides thermostatés pour s'affranchir des effets liés à température. Des travaux similaires ont été conduits récemment au laboratoire de génie chimique et d'instrumentation[14]. L'étude porte aussi sur une colonne d'extraction liquide-liquide, fonctionnant en mode FOC, mais cette fois-ci en intégrant la pulsation et le garnissage.

Au final, on peut dire que la fluorescence induite par laser fait partie des techniques de référence pour l'instrumentation des écoulements. C'est sans aucun doute une des techniques la plus facile à déployer. Elle ne présente pas de traitement complexe du signal et permet d'obtenir facilement des informations surfaciques (distribution en taille des gouttes, taux

vi. La diffusion élastique est proportionnelle à la surface des gouttes, la fluorescence à leur volume, le rapport des deux quantifie directement le $d_{32}$.

de rétention dans un plan) pouvant conduire à l'évaluation de grandeurs volumétriques (taux de rétention volumique, aire interfaciale).

### 1.2.3 Points de gloire et imagerie laser en défaut de mise au point

| **Nom** | Interferometric Laser Imaging Droplet Sizing ou Interferometric Particle Imaging ou Glare Points Technic |
|---|---|
| **Type de technique** | Technique de champ |
| **Gamme de diamètres mesurés** | 10,0 µm $< d <$ 1,0 mm |
| **Grandeurs mesurables** | Vitesse 2C (3C dans le volume de la nappe) + dimensions 2D |
| **Sources de lumière** | Uniquement laser |
| **Détecteurs** | Photodiodes, photomultiplicateurs, CCD |
| **Produit commercial** | Oui (Dantecs Dynamics, LaVision, ..) |

#### 1.2.3.1 Principe

Sous certains angles de diffusion, l'observation d'une particule transparente de taille significative permet de mettre en évidence deux points brillants sur sa surface. Ils s'agit des points de gloire[78]. Du point de vue de l'optique géométrique, ce sont les points d'impact et de sortie des rayons réfléchis et réfractés ou ayant connu plusieurs réflexions internes arrivant dans la direction d'observation comme indiqué par la figure 1.8. Ces points de gloire sont dépendants de la taille et de l'indice de réfraction de la particule. Ils sont à l'origine de plusieurs méthodes de mesure applicables aux écoulements diphasiques.

La mesure de la distance séparant les points de gloire de la réflexion et du premier ordre de la réfraction est un moyen d'obtenir les caractéristiques de la phase dispersée[79]. En choisissant un angle d'observation adapté, il est possible de mesurer, dans le temps, deux

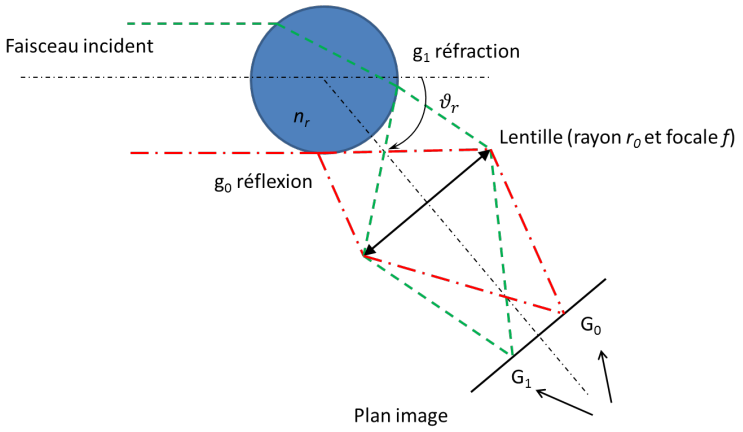



Figure 1.8 – Formation des points de gloire pour la réflexion et la réfraction du premier ordre, dans le modèle de l'optique géométrique

impulsions d'intensité, lors du passage d'une particule à travers une nappe laser. La première correspond à la réflexion et la deuxième à la réfraction. Le décalage temporel entre ces deux impulsions permet de remonter à la distance séparant les points de gloire, donc à la taille de la particule si l'indice de réfraction est connu. La relation qui lie le diamètre de la particule avec les distances séparant les points de gloire, $D_{PG}$, est la suivante[23] :

$$d = 2D_{PG}\left(\cos\left(\frac{\vartheta_r}{2}\right) + \frac{n_r \sin\left(\frac{\vartheta_r}{2}\right)}{\sqrt{n_r^2 + 1 - 2n_r\cos\left(\frac{\vartheta_r}{2}\right)}}\right)^{-1} \tag{1.5}$$

Cette technique est connue sous le nom de Pulse Displacement Technic. De façon complémentaire, le rapport des intensités des points de gloire peut être exploité pour estimer la partie réelle de l'indice de réfraction[23].

Enfin, il est possible d'étudier les interférences entre la lumière issue des points de gloire de la réflexion et de la réfraction. Dans ce cas, l'image d'une particule en défaut de mise au point est un cercle contenant un réseau de franges d'interférences. C'est l'imagerie laser en défaut de mise au point, utilisée pour la première fois par Ragucci *et al.*[80]. Pour obtenir ces interférences, on observe les gouttes suivant un angle de collection[vii] pour lequel les intensités dues à la réflexion et à la réfraction sont proches et dans un plan situé à l'avant du plan de focalisation des points de gloire (cf. figure 1.9).

Cette condition permet d'obtenir un bon contraste entre les franges. Le nombre de franges

vii. Cet angle est fonction de l'indice de réfraction.

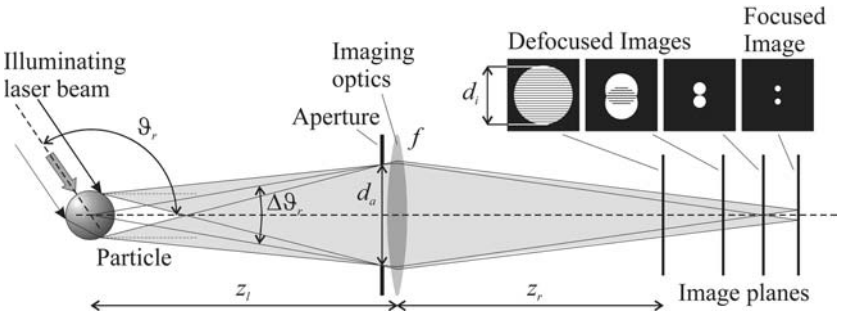



Figure 1.9 – Principe de l'observation des points de gloire en défaut de mise au point[4]

est une fonction de l'indice et du diamètre. Le diamètre du cercle est dépendant de la position de la goutte dans la nappe. Le lien entre le nombre de franges $N_f$ et le diamètre de la goutte est le suivant :

$$d = \frac{2\lambda N_f}{\Delta\vartheta_r}\left(\cos\left(\frac{\vartheta_r}{2}\right) + \frac{n_r \sin\left(\frac{\vartheta_r}{2}\right)}{\sqrt{n_r^2 + 1 - 2n_r\cos\left(\frac{\vartheta_r}{2}\right)}}\right)^{-1} \tag{1.6}$$

Avec $n_r$ l'indice de réfraction relatif de la particule, $\Delta\vartheta_r = 2NA$, $NA$ étant l'ouverture angulaire.

En général, on utilise pour cette technique un montage analogue à ceux exploités en vélocimétrie par imagerie de particules, c'est-à-dire un laser à double cavité et une caméra. Ce type de montage permet d'enregistrer deux images séparées par un court intervalle de temps. Le suivi des figures de diffraction entre ces deux images donne alors accès à deux composantes de la vitesse des particules.

Il est important de noter que ces techniques ne sont applicables qu'aux particules sphériques et transparentes.

#### 1.2.3.2 Principaux résultats

L'imagerie des points de gloire est l'une des techniques de base pour l'instrumentation des écoulements. Elle est surtout adaptée aux mesures dans les écoulements ayant un faible taux de phases dispersées, et en particulier pour la caractérisation des sprays[81,82]. En effet, si trop de gouttes sont présentes dans le volume de mesure il y aura superposition des franges d'interférences donc perte d'information. Pour augmenter le nombre de gouttes qui peuvent être traitées, certains auteurs proposent des méthodes de compression des

franges[83], par des systèmes optiques[viii] ou numériques. Ce type de compression entraîne une perte d'information sur la position des gouttes dans l'écoulement au profit de l'obtention des histogrammes de taille plus statistiquement représentatifs.

Le nombre de franges étant directement lié au diamètre des gouttes, l'enregistrement du motif d'interférence sur un capteur numérique impose le respect du critère de *Shannon*. Ce critère détermine directement le taille maximale des gouttes mesurables, qui, de façon simplifiée, doivent produire, *a minima*, des franges de deux pixels. Sur ces aspects, les relations entre les montages optiques, les concentrations en gouttes et les limites de la méthode, ont été étudiés en détail par Damaschke *et al*[84].

En ce qui concerne l'exploitation des points de gloire au plan de mise au point, l'un des articles les plus complets est celui proposé par Dehaeck *et al*[85]. Grâce à cette méthode les auteurs montrent qu'il est possible de caractériser, de façon très précise, la taille et la vitesse (2D) des bulles dans un écoulement diphasique. En ce qui concerne la taille, les résultats diffèrent de moins de 1% par rapport à des observations par ombroscopie. En ajoutant une seconde nappe laser à l'opposé de la première, les auteurs font apparaître un troisième point de gloire qui permet d'évaluer l'indice de réfraction et la sphéricité de la goutte. De plus, d'un point de vue strictement théorique, cette technique peut être utilisée avec des fractions de phase dispersée sensiblement plus grandes qu'avec ILIDS (jusqu'à 1500 fois plus de bulles par rapport à l'ILIDS en montage classique et jusqu'à 100 fois plus de bulles par rapport à l'ILIDS avec compression optique) ou l'ombroscopie. La deuxième nappe laser permet l'utilisation avec un angle d'observation arbitraire, ce qui permet d'envisager le couplage avec d'autres méthodes de mesure.

Une association entre l'ILIDS et la PIV a été exploitée par Hardalpulas *et al*[86] pour caractériser simultanément la vitesse et la taille des gouttes ainsi que la vitesse de la phase gazeuse, dans un spray. Un des points intéressants de cet article est la méthode de suppression des points de gloire dans les images PIV, via l'exploitation de transformées en ondelettes, afin qu'ils ne faussent pas l'évaluation de la vitesse de la phase gazeuse.

Une application plus industrielle de la technique est proposée par Quérel *et al.*[87] avec un dispositif aéroporté pour la mesure des gouttelettes d'eau dans la troposphère. Dans ce cas l'ILIDS est complètement intégrée sous la forme d'un capteur embarqué avec un traitement en temps réel de l'information qui donne accès directement à la distribution en taille des gouttes.

Pour finir, il est possible, avec cette technique, de réaliser facilement une modélisation complète de la réponse de l'ensemble du système optique. Par exemple, en couplant les

viii. Par exemple en insérant un jeu de lentilles cylindriques pour focaliser les franges selon un axe.

intégrales de *Huygens-Fresnel* avec des corrections dans l'approximation paraxiale basées sur le formalisme matriciel[88], on peut décrire la réponse de la plupart des configurations d'imagerie en défaut de mise au point. Il devient en particulier possible de prendre en compte de forts astigmatismes dans le système optique créés par la présence de dioptres cylindriques comme les fûts des colonnes. Cette approche et ce formalisme ont été introduits par Shen *et al.*[89] en 2012. Dans cet article, les auteurs montrent que l'on peut caractériser expérimentalement par ILIDS, des gouttelettes d'eau ($d$ = 30 µm), dans un tube cylindrique en quartz de 35 mm de rayon et de 4 mm d'épaisseur, c'est-à-dire une configuration optique analogue à celle des colonnes utilisées en extraction liquide-liquide.

L'image des points de gloire avec ou sans défaut de mise au point, est une donc technique toute indiquée pour l'observation des écoulements liquide-liquide. Comme l'ensemble des techniques de champ, elle est essentiellement limitée par le nombre d'objets observables simultanément.

### 1.2.4 Holographie numérique

| **Nom** | Holographie numérique en ligne, Digital In-line Holography |
|---|---|
| **Type de technique** | Technique de champ |
| **Gamme de diamètres mesurés** | 10,0 µm $< d <$ 3,0 mm |
| **Grandeurs mesurables** | Vitesse 3C + dimensions 3D |
| **Sources de lumière** | Uniquement laser |
| **Détecteurs** | CCD, CMOS, SCMOS |
| **Produit commercial** | Non |

#### 1.2.4.1 Principe

L'holographie est une technique relativement ancienne fréquemment utilisée pour la granulométrie des particules (ou aérosols) en mouvement[90]. A ce titre, elle fait partie des techniques à retenir pour l'instrumentation des appareils d'extraction liquide-liquide. Elle permet d'obtenir une image des particules en trois dimensions. Jusqu'à présent elle était limitée par sa lourdeur car elle nécessitait l'emploi de plaques photographiques dites "holographiques", d'une excellente résolution non accessible avec des capteurs numériques. Les progrès récents dans le domaine des caméras font qu'il est aujourd'hui possible de réaliser des hologrammes numériques[91]. Son principe est relativement simple[92]. Pour enregistrer un hologramme, il faut faire interférer sur un détecteur (émulsion photographique, capteur numérique) deux faisceaux de lumière cohérente issus d'une seule source de lumière monochromatique (laser).

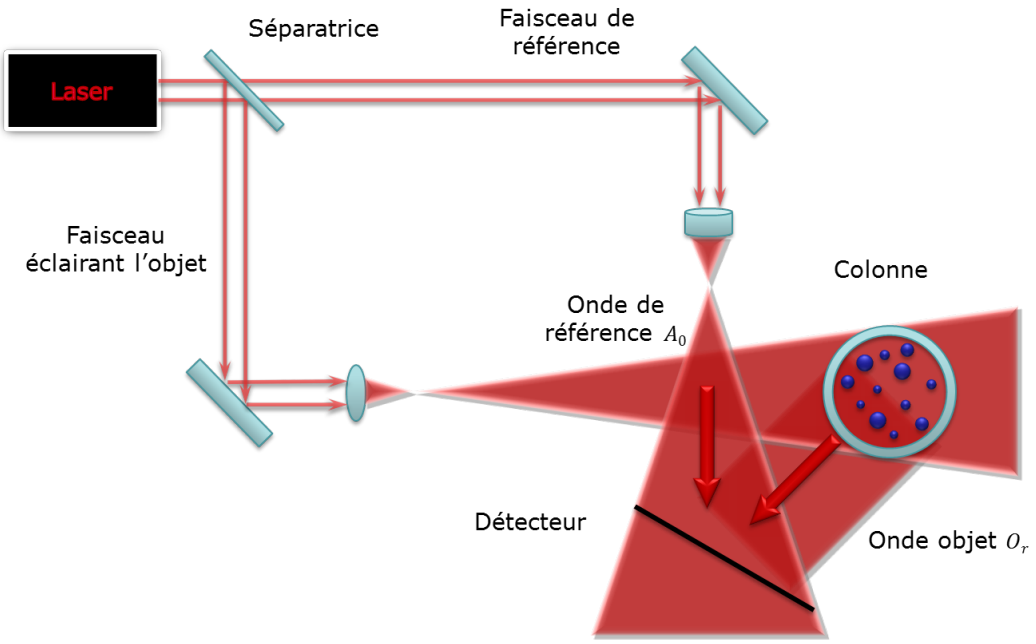



Figure 1.10 – Schéma de principe de l'holographie

Le premier est dirigé sur le détecteur, le second sur l'objet à holographier diffusant la lumière qu'il reçoit en direction du détecteur (figure 1.10). La rencontre des deux faisceaux crée une figure d'interférence porteuse des informations concernant la forme de l'objet et sa position dans l'espace.

Considérons deux ondes, une onde de référence d'amplitude complexe $A_0 = a_0 e^{j(\omega t+\phi_0)}$ et une onde diffractée par l'objet d'amplitude complexe $O_r = o_r e^{j(\omega t+\phi)}$, en un point $(x, y)$

d'un détecteur éclairé par ces deux ondes, on reçoit l'intensité lumineuse $I(x, y)$ suivante :

$$I(x, y) = a_0^2 + o_r^2 + 2o_r a_0 cos\,(\phi_0 - \phi) \tag{1.7}$$

Cette intensité est proportionnelle à l'amplitude de l'onde réfléchie ainsi qu'à son déphasage par rapport à l'onde de référence. Elle contient donc des informations dimensionnelles sur l'objet qui produit l'onde diffractée.

Si après enregistrement, on éclaire le détecteur, en général une plaque photosensible, avec l'onde de référence on effectue une "lecture" de l'hologramme. On fait alors apparaître trois ondes distinctes :

- l'onde de référence $A_0$ dont l'amplitude est modulée d'un facteur $\mid O_r + A_0 \mid^2$ ;
- l'onde objet $O_r \cdot \mid A_0 \mid^2$, modulée par un facteur $\mid A_0 \mid^2$ unitaire si l'onde de référence est plane ;
- une onde conjuguée de l'onde objet.

Depuis une quarantaine d'années, l'avènement des progrès, dans le domaine des capteurs comme dans celui des ordinateurs, fait que cette restitution physique peut être réalisée numériquement. Pour utiliser une métaphore, on peut dire que l'on simule le processus d'illumination de l'hologramme avec une onde de référence "numérique". Ce type de restitution a été proposé à partir des années 70[93,94] sur la base d'hologramme enregistré sur plaque photographique et numérisé *a posteriori*. Les progrès technologiques réalisés dans le domaine des CCD (résolution, dynamique) ont permis, dans les années 90, l'enregistrement direct des hologrammes sur des capteurs numériques[95]. L'acquisition et le traitement deviennent alors indépendants du traitement chimique des plaques comme de la mise en place de systèmes optiques pour la lecture, réduisant considérablement les contraintes expérimentales de la technique, avec cependant un interfrange enregistrable moins résolu. Depuis les années 2000, cette forme numérique de l'holographie est devenue très utilisée en dehors des laboratoires d'optique, notamment dans le domaine de la caractérisation des écoulements.

L'un des intérêt de la technique est qu'elle permet d'enregistrer les hologrammes à la fréquence d'acquisition de la caméra et permet donc d'obtenir un suivi tridimensionnel des objets, c'est-à-dire de mesurer la vitesse de déplacement des objets.

#### 1.2.4.2 Principaux résultats

Cette technique, dans son montage en ligne, facile à mettre en œuvre et d'une stabilité suffisante pour une exploitation en dehors d'un laboratoire d'optique, est celle qui a été retenue pour notre étude. Son principe et quelques exemples d'application sont détaillés

dans le chapitre suivant. C'est pourquoi, pour une vue d'ensemble des principaux résultats accessibles avec cette méthode de mesure, on se reportera à la section 2.6 du document.

## 1.3 Choix d'une technique adaptée aux écoulements diphasiques liquide/liquide

Ce dernier paragraphe du chapitre propose un bilan de l'ensemble des techniques évoquées dans les sections précédentes. Dans un second temps, il motive le choix de l'holographie numérique. Un bilan des différentes techniques abordées par cette étude bibliographique est présenté tableau 1.1, sous le prisme de la caractérisation des écoulements liquide-liquide.

A partir de ce bilan, il est possible de choisir une technique de mesure.

1. L'objectif est la caractérisation de la phase dispersée de l'écoulement, il est avantageux de choisir une méthode permettant d'obtenir simultanément la vitesse et le diamètre des gouttes. Les mesures doivent être réalisées sur un volume représentatif ce qui de fait élimine les techniques ponctuelles. Les techniques intégrales (spectrométrie d'extinction, diffractométrie laser) ont été éliminées dès le départ pour préserver la possibilité de mesurer le comportement individuel de chaque goutte. Au final il reste donc les techniques de champ.
2. Comme les paramètres recherchés sont la vitesse et le diamètre des gouttes, toutes les techniques de champ sont applicables. Toutefois l'holographie numérique et l'ILIDS semblent être les choix les plus intéressants, car elles offrent la possibilité de mesurer les trois composantes de la vitesse. Nous avons retenu l'holographie numérique pour deux raisons essentielles :
   - elle donne accès simultanément aux trois composantes de la vitesse et à la dimension des gouttes ;
   - dans sa configuration en ligne, elle est simple à mettre en œuvre et d'une grande stabilité ce qui permet d'envisager des mesures sur des dispositifs vibrants comme la colonne pulsée.

Le chapitre suivant détaille l'holographie numérique en ligne.

| **Technique** | **Résultats attendus** | **Limitations** | **Diamètres** | **Vitesses** |
|---|---|---|---|---|
| **PDA** | Vitesse (3C) et diamètre | Faible taux de rétention, mesure locale | +++ | † † † |
| **Arc-en-ciel** | Diamètre et indice de réfraction | Faible taux de rétention, mesure locale | ++ | - |
| **FIL** | Vitesse (2C), dimensions(2D) et concentration | Mesure dans un plan, mesure volumétrique complexe | ++ | †† |
| **Ombroscopie** | Vitesse (2C) et dimensions(2D) | Calibration importante, faible taux de rétention | ++ | †† |
| **ILIDS** | Vitesse (2C, 3C*) et diamètre | Faible taux de rétention | ++ | †† |
| **HN** | Vitesse (3C) et diamètre | Faible taux de rétention | ++ | †† |

Tableau 1.1 – Bilan de l'étude bibliographique du point de vue de la caractérisation de la phase dispersée d'un écoulement liquide-liquide

Légende : +++ [« 0,1 µm à qqs mm] ; ++ [qqs µm à qqs mm] ; † † † [m. $s^{-1}$] ; †† [cm. $s^{-1}$] ; * Uniquement dans l'épaisseur de la nappe.

# Chapitre 2

# Holographie numérique de particules en ligne

**Préambule** *Ce chapitre, ainsi que les chapitres qui suivent, font référence à deux notions qu'il est important d'introduire. La première est la notion de restitution. Dans ce document, elle est employée pour désigner la propagation, en différents plans et par calcul, de l'intensité enregistrée par le capteur. La deuxième est la notion de focalisation. Elle se rapporte à l'action de trouver, dans l'ensemble des plans restitués, le plan qui contient la position du centre de la particule. Une goutte est dite restituée quand sa position dans l'espace et son diamètre sont estimés.*

Ce chapitre rappelle succinctement les grands principes de l'holographie numérique et de la restitution des hologrammes. La littérature est abondante dans le domaine et les notions abordées ici sont volontairement réduites à l'essentiel. Après un rappel sur l'holographie, les différentes notations et notions utilisées sont introduites en partie deux. Le troisième paragraphe aborde les aspects numériques du calcul de propagation. La quatrième partie porte sur les contraintes associées au traitement numérique des hologrammes. L'influence de la prise d'intensité par le capteur et des limitations du montage en ligne sont traitées en partie cinq. La dernière partie décrit quelques applications classiques de l'holographie numérique de particules.

## 2.1 Rappel et généralités sur l'holographie numérique en ligne

Du point de vue étymologique, le mot holographie vient du grec *holos* (en entier) et *graphein* (écrire). Il signifie donc tout écrire. Sur le plan physique, il s'agit d'enregistrer des inter-

férences entre une onde monochromatique de référence et la même onde diffractée par un objet. Ces interférences, enregistrées sous la forme de modulations d'intensité, contiennent des informations sur la phase de l'onde lumineuse, donc des informations tridimensionnelles sur l'objet diffractant. Le signal, s'il est enregistré sur un support physique, peut ensuite être restitué en le plaçant dans un faisceau de lumière monochromatique similaire à celui utilisé comme référence. Plusieurs montages optiques [96,97] sont possibles pour enregistrer un hologramme. Ils diffèrent notamment par :

- la forme du front d'onde (plan ou sphérique) ;
- les parcours des ondes (identiques ou différents) ;
- l'angle entre les ondes et le capteur (nul ou non).

En holographie numérique de particules on utilise, le plus souvent, un montage en ligne (figure 2.1) dit montage de *Gabor*, en référence à l'inventeur de l'holographie (prix *Nobel* de physique en 1971).

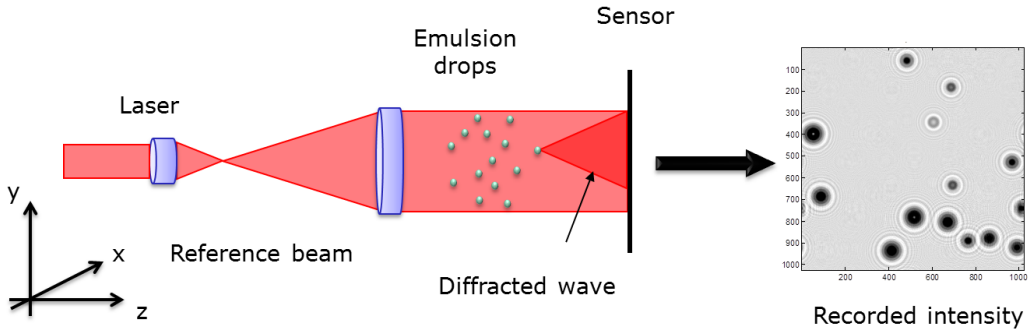



Figure 2.1 – Holographie numérique de particules, montage en ligne dit de *Gabor*

L'emploi de ce montage se justifie par sa simplicité, qui le rend accessible à des non spécialistes de l'optique, et par sa stabilité, permettant une utilisation dans d'autres environnements que les laboratoires d'optique. Ces raisons en font le montage le plus utilisé en holographie numérique de particules. On note cependant que dans certaines configurations, les autres montages, qu'ils soient à un ou deux faisceaux et/ou hors axe, peuvent être utilisés à profit. Les montages à deux voies sont plus sensibles aux vibrations, donc *a priori* moins adapté à l'observation des écoulements dans les dispositifs d'extraction liquide/liquide, en particulier les colonnes pulsées.

Dans la configuration en ligne, un seul faisceau sert d'onde de référence et d'onde diffractée et l'hologramme enregistré est simplement la figure de diffraction des objets à une distance

finie. L'étape d'enregistrement consiste à éclairer l'écoulement ensemencé à l'aide d'un faisceau laser collimaté et filtré spatialement. On obtient ainsi une lumière cohérente spatialement et temporellement, particulièrement adaptée à la diffraction. Un capteur numérique (CCD, CMOS ou SCMOS) est positionné perpendiculairement au faisceau et enregistre en aval l'intensité lumineuse diffractée par les traceurs. Par exemple, pour un objet sphérique, l'intensité diffractée correspond à des anneaux concentriques. Les informations sur la position et la taille des particules sont contenues dans ces figures de diffraction.

L'holographie numérique en ligne présente un certain nombre de caractéristiques qui méritent d'être soulignées :

- comme son nom l'indique, elle repose sur un montage en ligne qui ne nécessite l'utilisation que d'un seul faisceau. Elle présente donc l'avantage d'être à la fois simple et stable, permettant notamment de s'affranchir des difficultés liées à la maîtrise des différences de parcours entre les deux ondes. L'exploitation des interférences impose toutefois des conditions de cohérence spatiale et temporelle sur la source, conditions qui dans les faits sont facilement accessibles avec un laser courant. L'onde issue de la source est généralement choisie quasi-plane. L'exploitation d'une onde sphérique est toutefois possible, il peut même s'agir d'un moyen pour améliorer la résolution suivant l'axe $z$[98] ;
- l'utilisation directe d'un seul capteur numérique permet une mesure en trois dimensions exploitable par des méthodes numériques de traitement du signal. Pour mesurer le mouvement, le capteur doit permettre la prise d'une série d'images. La fréquence d'acquisition conditionne l'étendue des vitesses mesurables, l'illumination directe du capteur autorisant la mesure de phénomènes rapides y compris avec des sources de faibles puissances ;
- le traitement du signal fait en général appel à un calcul de propagation. Dans un grand nombre de situations, ce calcul se fait avec un modèle simplifié de champ scalaire. Cette approximation se justifie moyennant un certain nombre d'hypothèses et en particulier des contraintes sur les objets observés qui doivent avoir une taille significative par rapport à la longueur d'onde de lumière.

En général, le capteur n'est pas couplé à une optique spécifique et les dimensions transversales du champ sont identiques à celles du capteur. Dans cette configuration, certains auteurs ont montré qu'il était possible de détecter des particules positionnées en dehors du champ[99]. Il est toutefois possible d'ajouter un objectif devant le capteur pour ajuster le champ. Dans ce cas, une étape de calibration est nécessaire[100].

Une fois l'enregistrement réalisé, l'hologramme est restitué numériquement par calcul de la diffraction. Différentes méthodes mathématiques sont possibles pour réaliser cette restitution. Les principales sont rappelées au paragraphe 2.4.

## 2.2 Aspects théoriques

### 2.2.1 Notations et rappels sur la diffraction

Cette section rappelle les aspects théoriques de la diffraction et de l'holographie numérique. Le système de coordonnées utilisé dans les expressions ci-après pour repérer les différents plans est présenté en figure 2.2. Dans ce repère, le plan $(u, v)$ est le plan objet, le plan $(x, y)$ est le plan d'enregistrement et le plan $(\xi, \eta)$ est le plan de restitution. L'axe $z$ est l'axe de propagation de l'onde incidente. Dans ce système de coordonnées la propagation est physique entre le plan objet et le plan capteur, puis numérique entre le plan capteur et le plan de restitution.

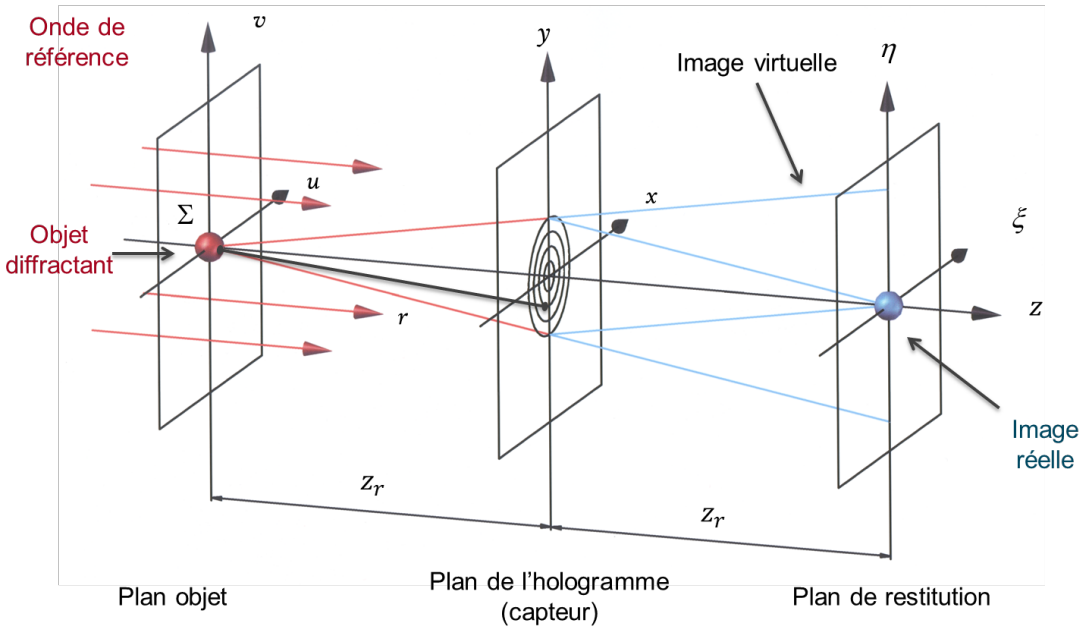



Figure 2.2 – Système de coordonnées utilisé

On rappelle que le phénomène de diffraction s'appuie sur le caractère ondulatoire de la lumière. Il fait référence à la déviation que subit une onde qui se propage lorsqu'elle passe au voisinage d'un obstacle ou lorsque son extension est limitée par une ouverture. En toute rigueur le calcul du champ d'une onde propagée doit se faire à partir des équations de *Maxwell* pour prendre en compte l'ensemble des composantes du champ électrique $\vec{E}$, l'ensemble des composantes du champ magnétique $\vec{H}$ ainsi que leur couplage. En pratique, en s'appuyant sur des hypothèses simplificatrices (milieu de propagation homogène, isotrope, etc...), il est possible de ramener ce calcul à la propagation d'un champ scalaire. Cette

approximation est particulièrement adaptée à la propagation en espace libre ou dans des milieux de propagation ayant des caractéristiques proches de l'espace libre.

Dans ce cas, la propagation suivant l'axe $z$ d'une onde monochromatique plane est décrite par l'intégrale de *Rayleigh-Sommerfeld*. En reprenant les notations de la figure 2.2, cette intégrale s'écrit :

$$A_{z_r}(x,y) = \frac{z_r}{j\lambda} \iint_{\Sigma} A(u,v) \frac{e^{jkr}}{r^2} dudv \tag{2.1}$$

Dans laquelle :
- $\lambda$ est la longueur d'onde ;
- $k = {}^{2\pi}/_{\lambda}$ est le nombre d'onde ;
- $z_r$ est la distance séparant les centres des deux plans ;
- $r = \sqrt{z_r^2 + (u-x)^2 + (v-y)^2}$ est la distance entre un point du plan source et un point du plan d'observation ;
- $A(u,v)$ est le champ dans le plan source $(u,v)$, ici le plan de la particule ;
- $\Sigma$ est la surface projetée de l'obstacle.

Cette intégrale est une formulation du principe de *Huygens-Fresnel* qui permet de prévoir l'évolution d'une surface d'onde au cours de sa propagation en considérant que la surface $\Sigma$ de l'objet diffractant est en fait une somme infinie de sources fictives et ponctuelles émettant des ondes sphériques.

Dans le cas où le plan source et le plan d'observation sont parallèles, cette intégrale s'exprime sous la forme d'un produit de convolution :

$$A_{z_r}(x,y) = \iint A(u,v) h(x-u, y-v) dudv \tag{2.2}$$

où $h(x,y) = \dfrac{z_r}{j\lambda} \dfrac{e^{jkr}}{r^2}$ est la réponse impulsionnelle.

### 2.2.2 Diffraction dans l'approximation de *Fresnel*

En l'état, l'intégrale de *Rayleigh-Sommerfeld* reste difficile à manipuler et il est commode de faire une approximation supplémentaire, dite approximation de *Fresnel*. Cette approximation porte sur la distance $r$ et repose sur deux conditions :

1. une distance d'observation grande par rapport à la taille de l'objet diffractant, permettant de remplacer $r$ par $z_r$ au dénominateur du terme d'amplitude des ondes sphériques secondaires (eq. 2.1) ;
2. une condition sur les dimensions de l'objet diffractant vis à vis de la longueur d'onde (pour des objets sphériques : $z_r^3 >> {}^{\pi d^4}/_{4\lambda}$, $d$ étant ici le diamètre), permettant

d'exprimer $r$ sous la forme d'un développement en série de *Taylor* dans le terme exponentiel.

Elle permet d'écrire l'intégrale de *Rayleigh-Sommerfeld* sous la forme suivante :

$$A_{z_r}(x,y) = \frac{e^{jkz_r}}{j\lambda z_r} \iint A(u,v) e^{j\frac{\pi}{\lambda z_r}\left[(x-u)^2+(y-v)^2\right]} dudv \tag{2.3}$$

et de faire apparaitre la réponse impulsionnelle de *Fresnel* :

$$h_{z_r}(x,y) = \frac{e^{jkz_r}}{j\lambda z_r} e^{j\frac{\pi(x^2+y^2)}{\lambda z_r}} \tag{2.4}$$

ou encore, en plaçant le terme de phase quadratique à l'extérieur de l'intégrale, sous la forme :

$$A_{z_r}(x,y) = \frac{e^{jkz_r}}{j\lambda z_r} e^{jk\left(\frac{x^2+y^2}{2z_r}\right)} \iint A(u,v) e^{jk\left(\frac{u^2+v^2}{2z_r}\right)} e^{-jk\left(\frac{ux+vy}{z_r}\right)} dudv \tag{2.5}$$

Cette dernière formulation permet de mettre en relief le calcul de la diffraction dans l'approximation de *Fresnel* et fait apparaître un terme quadratique qui module le champ dans le plan source. Ce terme est à l'origine de la définition du nombre de *Fresnel*, $N_f = {}^{\pi d^2}/_{4\lambda z_r}$, qui caractérise le régime de diffraction.

Généralement, on distingue trois cas selon la valeur de $N_f$ :

1. $N_f << 1$, le terme quadratique est assimilable à l'unité, la figure de diffraction est la transformée de *Fourier* du champ dans le plan source $A(u,v)$. On parle de diffraction de *Fraunhofer* aussi appelée diffraction à l'infini ;
2. $N_f \approx 1$, le terme quadratique doit être pris en compte. Il module la figure de diffraction en fonction de la distance. On parle de diffraction de *Fresnel*. C'est le mode qui nous intéresse en holographie numérique de particules ;
3. $N_f >> 1$, le produit de convolution tend vers une fonction proche du champ dans le plan source. Quand $N_f \to +\infty$, le motif correspond à l'ombre de la pupille si cette dernière est opaque.

Pour finir sur ces rappels théoriques, on peut remarquer qu'en prenant en considération les fréquences spatiales $\mu = \frac{x}{\lambda z_r}$ et $\nu = \frac{y}{\lambda z_r}$, il est possible d'exprimer la diffraction dans l'approximation de *Fresnel* sous la forme d'une transformée de *Fourier* :

$$A_{z_r}(x,y) = e^{jkz_r} e^{jk\left(\frac{x^2+y^2}{2z_r}\right)} \iint A(u,v) \frac{e^{jk\left(\frac{u^2+v^2}{2z_r}\right)}}{j\lambda z_r} e^{-2j\pi(u\nu+v\mu)} dvdu \tag{2.6}$$

## 2.3 Aspects numériques du calcul de propagation

Il est possible de calculer numériquement la propagation du champ scalaire à partir des expressions établies ci-dessus. Le calcul à réaliser est le suivant :

$$A_{z_r}(x,y) = A(u,v) * h_{z_r}(x,y) \tag{2.7}$$

avec $A(u,v)$, l'amplitude du champ dans le plan objet et $A_{z_r}(x,y)$, l'amplitude du champ propagé à la distance $z_r$.

Pour faire ce calcul, deux approches numériques, utilisant généralement la transformée de *Fourier* rapide, sont exploitables[101]. Elles sont illustrées de manière synthétique en figure 2.3 en reprenant les notations de la figure 2.2 .

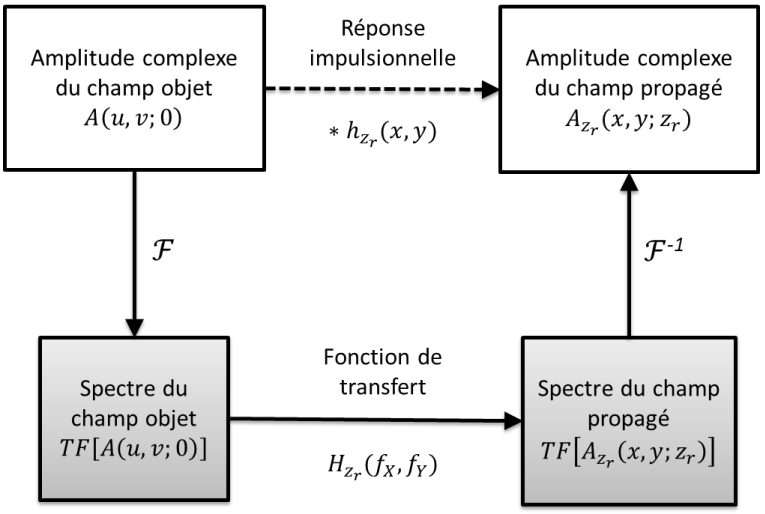



Figure 2.3 – Méthodes de propagation numérique du champ scalaire

La première approche est une convolution directe avec la réponse impulsionnelle de *Fresnel* (en pointillés sur la figure 2.3). En général, ce calcul s'effectue via trois transformées de *Fourier* en écrivant :

$$A_{z_r}(x,y) = TF^{-1}[TF(A(u,v)).TF(h_{z_r}(x,y))] \tag{2.8}$$

La deuxième voie exploite la fonction de transfert du propagateur de Fresnel (en trait plein sur la figure 2.3). Dans ce cas, le champ propagé s'écrit :

$$A_{z_r}(x,y) = TF^{-1}[TF(A(u,v)).H_{z_r(f_X,f_Y)}] \tag{2.9}$$

avec $H_{z_r(f_X,f_Y)} = e^{jkz_r}e^{-j\pi(f_X^2+f_Y^2)\lambda z_r}$, la fonction de transfert du propagateur de *Fresnel* et $f_X$, $f_Y$, les fréquences spatiales associées à $x$ et $y$.

Dans les deux cas, le passage dans le domaine discret impose un certain nombre de conditions sur l'échantillonnage afin de limiter l'apparition d'artefacts numériques.

Pour la première méthode, le terme à échantillonner correctement est la phase de la réponse impulsionnelle. Il faut enregistrer deux points par période, soit un écart entre la valeur du signal sur le point $n$ et sur le point $n+1$ inférieur à $\pi$. Si on considère un pavé d'échantillonnage carré de $N$ points, donc $N$ points par ligne, eux mêmes carrés de $\Delta x$ de coté, le respect de la condition ci-dessus conduit à écrire :

$$\frac{\pi}{\lambda z_r}\left(\frac{N\Delta x}{2}\right)^2 - \frac{\pi}{\lambda z_r}\left(\frac{N\Delta x}{2} - \Delta x\right)^2 \leqslant \pi \tag{2.10}$$

Ceci se traduit par une condition sur la distance de propagation qui doit alors être supérieure à une distance minimale $z_{min}$ telle que :

$$z_{min} \geqslant \frac{N\Delta x^2}{\lambda} \tag{2.11}$$

Le non respect de cette condition provoque un phénomène de repliement spectral illustré en figure 2.4.

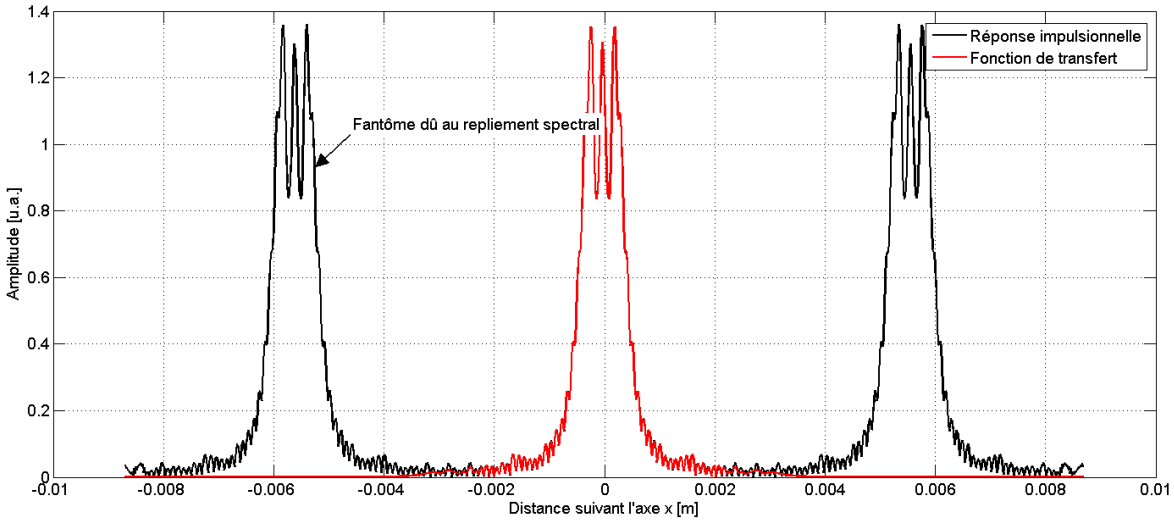



Figure 2.4 – Illustration du repliement spectral pour une propagation avec la réponse impulsionnelle du propagateur de *Fresnel* - Propagation d'une ouverture circulaire à une distance $z \leqslant \dfrac{N\Delta x^2}{\lambda}$

Dans le deuxième cas, le terme à échantillonner est la phase de la fonction de transfert. En reprenant les mêmes notations ($\varepsilon = \dfrac{1}{N\Delta x}$), la condition à respecter entre deux points

consécutifs $n$ et $n+1$ devient :

$$\pi\lambda z_r \left(\frac{N\varepsilon}{2}\right)^2 - \pi\lambda z_r \left(\frac{N\varepsilon}{2} - \varepsilon\right)^2 \leqslant \pi \tag{2.12}$$

Ce qui équivaut cette fois-ci à écrire pour la distance d'enregistrement :

$$z_{max} \leqslant \frac{N\Delta x^2}{\lambda} \tag{2.13}$$

Le phénomène de repliement spectral apparaissant pour des distances de propagation supérieures à $z_{max}$ est illustré en figure 2.5.

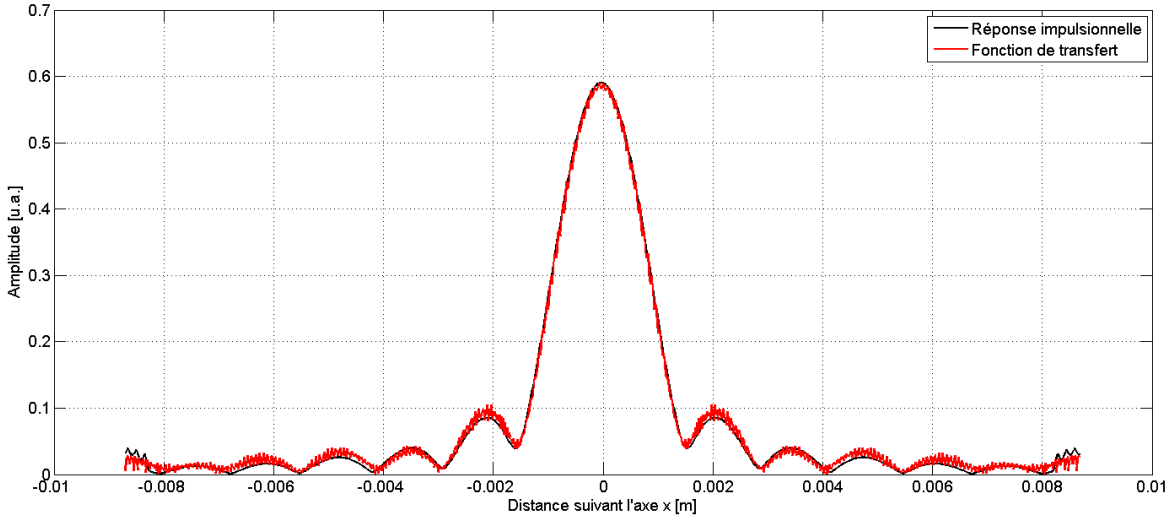



Figure 2.5 – Illustration du repliement spectral pour une propagation avec la fonction de transfert du propagateur de *Fresnel* - Propagation d'une ouverture circulaire à une distance $z \geqslant \dfrac{N\Delta x^2}{\lambda}$

Il existe donc un lien étroit entre les choix de la méthode de propagation et l'échantillonnage, synthétisé par le tableau 2.1. La réponse impulsionnelle, en raison du sous échantillonnage de sa phase, est à l'origine de copies périodiques du champ pour les "courtes distances" de propagation. Pour une distance de propagation $z = \dfrac{N\Delta x^2}{\lambda}$, les deux propagateurs sont équivalents. A "longue distance", la propagation avec la fonction de transfert peut conduire à des artefacts qui ne seront pas visibles avec la réponse impulsionnelle car elle agit comme un filtre pour les hautes fréquence. Le signal propagé est alors plus lissé mais pas nécessairement plus précis.

| | Réponse impulsionelle | Fonction de transfert |
|---|---|---|
| Propagateur | $h_{z_r}(x,y) = \frac{e^{jkz_r}}{j\lambda z_r} e^{j\frac{\pi(x^2+y^2)}{\lambda z_r}}$ | $H_{z_r(f_X,f_Y)} = e^{jkz_r} e^{-j\pi(f_X^2+f_Y^2)\lambda z_r}$ |
| Fréquence maximale du signal à échantillonner | $\frac{N\Delta x}{2\lambda z}$ | $\frac{\lambda z}{2\Delta x}$ |
| Fréquence d'échantillonnage | $\frac{1}{\Delta x}$ | $N\Delta x$ |
| Condition de *Shannon* | $z \geqslant \frac{N\Delta x^2}{\lambda}$ | $z \leqslant \frac{N\Delta x^2}{\lambda}$ |

Tableau 2.1 – Conditions d'échantillonnage des deux méthodes de la propagation dans l'approximation de *Fresnel*

## 2.4 Restitution numérique des hologrammes

La restitution de l'hologramme est en fait une propagation numérique de l'intensité enregistrée par le capteur, via la théorie de *Rayleigh-Sommerfeld* et selon différents plans de l'axe $z_r$. Celle-ci étant réelle, le sens de propagation ($+z_r$ ou $-z_r$) est indifférent. Pour calculer cette propagation et obtenir le champ restitué, noté $Ar_{z_r}$, plusieurs transformations mathématiques sont possibles[i]. Elles sont largement détaillées dans la littérature. Pour les plus courantes on peut citer :

- la restitution par convolution avec la réponse impulsionnelle de *Fresnel* et des conditions sur $z_r$, méthode proposée par Kreis[102] en 1997. Une variante de cette méthode, consistant à "fenêtrer" cette réponse impulsionnelle pour limiter les artefacts numériques, a été introduite par Fournier[100] en 2003 ;
- la restitution par transformée en ondelettes, méthode proposée par Buraga[103] en 2000 ;
- la restitution par transformée de *Fourier* fractionnaire, proposée par Coëtmellec en 2002[104].

i. L'emploi du terme champ peut être vu comme un abus de langage car c'est l'intensité qui est propagée.

D'autres approches moins classiques ont aussi été étudiées. Les deux plus remarquables sont :

- la décomposition directe de l'hologramme sur une base spécifique d'ondelettes discrètes, les Fresnelets, proposée par Liebling en 2004[105] ;
- une approche par résolution de problèmes inverses, proposée par Denis en 2006[106,107].

La plupart des auteurs utilisent le traitement par convolution avec la réponse impulsionnelle pour réaliser cette restitution. Le calcul à réaliser est alors le suivant :

$$Ar_{z_r}(\xi,\eta) = I(x,y) * h_{z_r}(\xi,\eta) \tag{2.14}$$

avec $I(x,y)$, l'intensité enregistrée par le capteur.

Comme pour la propagation du champ scalaire, on retrouve pour ce calcul deux approches numériques. Elles sont illustrées de manière synthétique en figure 2.6.

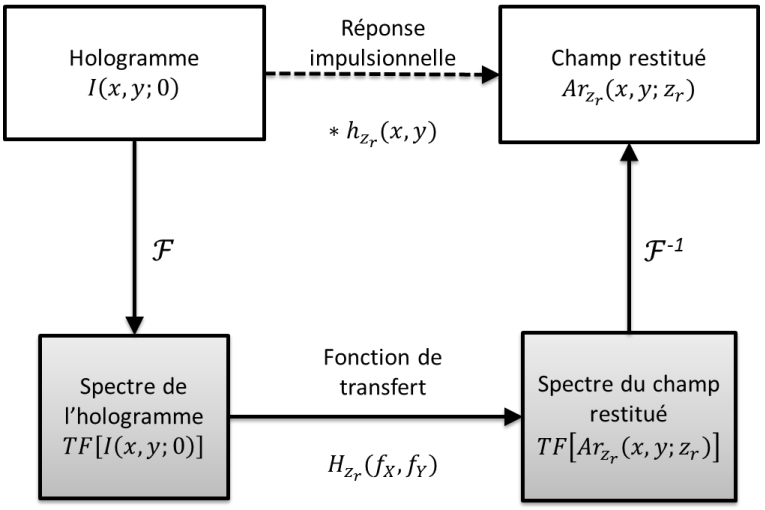



Figure 2.6 – Utilisation du calcul de propagation dans le cas de la restitution d'un hologramme

Pour les travaux présentés ici, la méthode de propagation utilisée est celle s'appuyant sur la fonction de transfert, car elle limite à deux le nombre de TFR à calculer tout en répondant aux contraintes liées aux conditions opératoires. Le champ restitué s'écrit alors :

$$Ar_{z_r}(\xi,\eta) = TF^{-1}[TF(I(x,y)).H_{z_r(f_X,f_Y)}] \tag{2.15}$$

Pour faciliter la restitution, le propagateur a été dimensionné en fonction du capteur utilisé et la contrainte sur la distance de propagation a été transformée en contrainte sur le positionnement de la caméra (cf. 5.1.4).

Dans tous les cas, le calcul est effectué en différents plans afin de reconstituer l'ensemble du volume observé. L'écart $\Delta z$ entre deux de ces plans conditionne directement la précision de mesure suivant l'axe optique. Dans les approches classiques, basées sur un calcul de propagation, il existe toujours un compromis entre la précision du positionnement suivant l'axe $z$ et le nombre de plans calculés.

## 2.5 Limitations liées au montage en ligne

S'il est efficace en raison de sa simplicité, le montage en ligne présente trois limitations significatives. La première, et plus importante d'entre-elles, est qu'il ne permet pas d'enregistrer la phase de l'objet contrairement à un montage à deux voies. La deuxième est liée à l'existence d'une image virtuelle qui dans le cas d'un montage en ligne à la particularité d'être indissociable de l'image réelle ; on la nomme image jumelle. Enfin, la troisième est une limitation sur le nombre d'objets dans le champ.

### 2.5.1 Prise d'intensité par le capteur et image jumelle

L'utilisation conjointe d'un capteur numérique et du montage en ligne a une incidence sur la restitution des hologrammes : l'apparition d'une image dite "jumelle". Il s'agit d'une image défocalisée des objets holographiés qui se superpose à l'image réelle au moment de la restitution. Pour comprendre l'existence de cette image, il faut se pencher sur la nature des détecteurs. Ils ne sont sensibles qu'à la valeur moyenne du carré du module des champs électriques. Ils mesurent donc soit une intensité (notée $I(x,y)$ en W/m$^2$), soit une énergie par unité de surface (en J/m$^2$) quand la source est impulsionnelle. Cette intensité peut s'écrire de la façon suivante :

$$I(x,y) \propto |Ar_{z_r}(x,y)|^2 \tag{2.16}$$

où encore :

$$I(x,y) \propto Ar_{z_r}(x,y)\overline{Ar_{z_r}}(x,y) \tag{2.17}$$

En rappelant que $Ar_{z_r}(x,y)$ peut s'interpréter comme la somme de deux ondes, une onde de référence $A_0$ et une onde diffractée $O_{z_r}(x,y)$, cette intensité devient :

$$I(x,y) \propto |A_0|^2 + |O_{z_r}(x,y)|^2 + A_0.O^*_{z_r}(x,y) + A^*_0.O_{z_r}(x,y) \tag{2.18}$$

Elle se décompose alors en quatre termes :
- un terme constant et uniforme $|A_0|^2$, caractéristique de l'intensité de l'onde de référence ;
- une image réelle $A_0.O^*_{z_r}(x,y)$ ;
- une image virtuelle $A^*_0.O_{z_r}(x,y)$ ;

– un dernier terme $|O_{z_r}(x,y)|^2$, caractéristique des interférences entre les figures de diffraction qui constitue une source de bruit.

C'est cette grandeur qui est propagée au moment de la restitution numérique de l'hologramme. Elle traduit une perte d'information sur la phase. Sa propagation numérique s'écrit de la façon suivante :

$$\begin{aligned} Ar_{z_r}(\xi,\eta) &= I(x,y) * h_{z_r}(\xi,\eta) \\ &= [|A_0|^2 + |O_{z_r}(x,y)|^2 + A_0.O^*_{z_r}(x,y) + A^*_0.O_{z_r}(x,y)] * h_{z_r}(\xi,\eta) \\ &= \underbrace{A(u,v)}_{\text{Champ objet}} + \underbrace{[|A_0|^2 + |O_{z_r}(x,y)|^2 + A^*_0.O_{z_r}(x,y)] * h_{z_r}(\xi,\eta)}_{\text{Champ "fantôme"}} \end{aligned} \tag{2.19}$$

on rappelle que $A_0.O^*_{z_r}(x,y) * h_{z_r}(\xi,\eta) = A_0.O_{z_r}(x,y) * h_{-z_r}(\xi,\eta)$.

Cette dernière formulation fait apparaitre deux champs, le champ objet restitué et un champ "fantôme" contenant l'image jumelle. La figure 2.7 illustre ce phénomène sur une simulation numérique. Il se traduit par l'apparition d'oscillations dans le plan de mise au point.

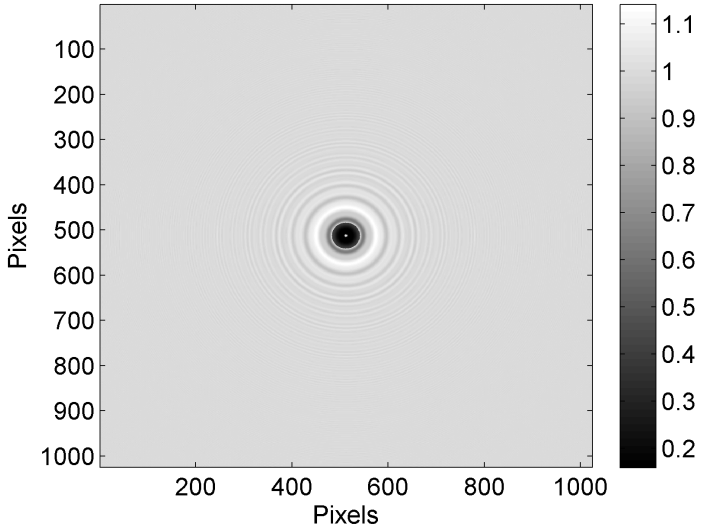



Figure 2.7 – Illustration du bruit associé à l'image jumelle au plan de focalisation de l'objet pour une simulation numérique reproduisant les conditions expérimentales du chapitre 5

Pour un montage en ligne ces deux images sont indissociables. L'existence de cette image jumelle a pour conséquence une dégradation du rapport signal sur bruit des hologrammes qui a poussé de nombreux auteurs à étudier sa suppression. Dans ce domaine deux approches sont possibles : une approche visant à modifier les conditions d'enregistrement via

l'utilisation d'un montage hors axe[108] ou une approche numérique de suppression *a posteriori* de l'image jumelle[106]. Pour la mesure d'objets millimétriques, le choix du plan de focalisation (meilleur plan au sens de la restitution numérique, cf. 3.2) s'effectue à partir d'indicateurs calculés sur certaines parties localisées de la figure de diffraction et la dégradation du rapport signal sur bruit liée à l'image jumelle est moins prégnante. De fait, aucun traitement n'a été effectué pour réduire l'influence de l'image jumelle.

### 2.5.2 Onde de référence et onde objet non séparées

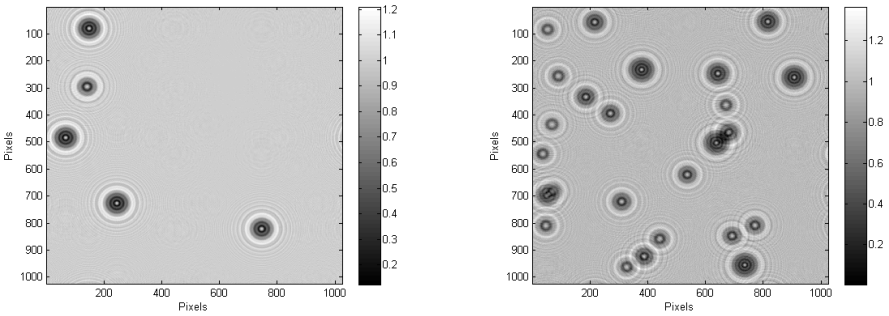
Par définition, un hologramme est le résultat de l'interférence de deux ondes, dont l'une est de référence car elle est envoyée directement sur le support d'enregistrement. Dans un montage en ligne, l'onde de référence et l'onde objet sont confondues et la lumière non diffusée est prise comme référence. Pour que cette approximation reste valide, la fraction de lumière diffractée doit rester suffisamment faible par rapport à la part de l'onde non diffractée. Évidemment plus le nombre de gouttes augmente plus cette fraction diminue jusqu'à atteindre une limite où l'hologramme "disparaît". Pour quantifier cet impact lié au nombre de gouttes, Royer[109] propose, en 1974, d'utiliser une grandeur qu'il nomme la "densité d'ombre". Il s'agit du rapport entre la somme des sections des gouttes et la surface de l'hologramme $S$. En fonction du diamètre $d_i$ des gouttes ce critère s'écrit :

$$DO = \frac{\pi \sum_i d_i^2}{4S} \tag{2.20}$$

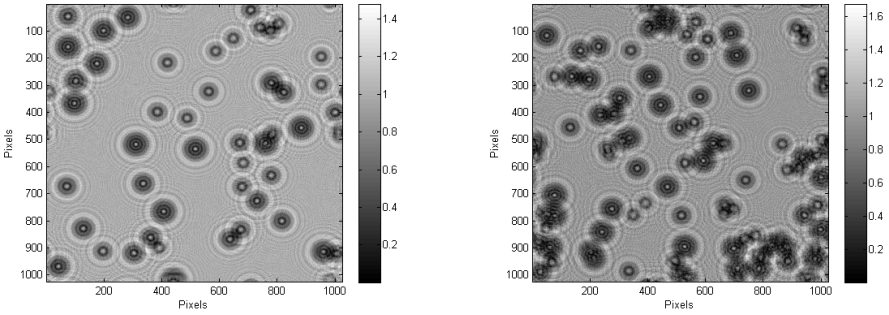
D'après ce critère, l'hologramme reste exploitable tant que $DO < 10\%$. En deçà de 1% la qualité est excellente, au delà de 10 % l'hologramme devient inexploitable et il est nécessaire d'abandonner le montage en ligne. Rapporté aux dimensions du volume investigué dans une colonne de laboratoire et pour une population mono-disperse de gouttes de 1 mm de diamètre, ces critères correspondent à des taux de rétention compris entre 0,01% et 0,25%.

On peut illustrer cette limitation à l'aide de simulations numériques. La figure 2.8 présente six exemples de simulations réalisées sur un nombre croissant de "gouttes" millimétriques ($0,7\,\mathrm{mm} < d < 2,5\,\mathrm{mm}$), placées de manière aléatoire dans un espace borné[ii], et mesurées avec un capteur de gain unitaire. Ces simulations mettent clairement en évidence la dégradation du signal liée à la diminution de l'énergie de l'onde de référence. A l'extrême, quand le nombre de gouttes devient trop important, les figures de diffraction se superposent sous la forme d'un bruit, qualifié de bruit de "speckle" en raison de sa granularité, et l'information est perdue. Il s'agit d'une limitation importante qui va cantonner l'utilisation de cette technique à l'observation d'émulsions à faible taux de rétention.

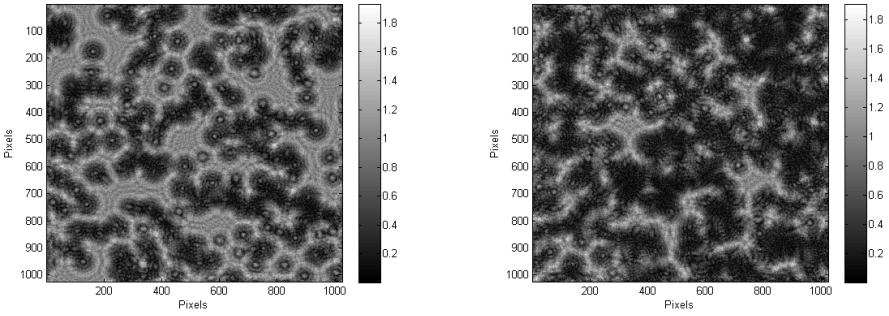
ii. Volume d'interrogation parallélépipédique d'environ 9 $\mathrm{cm}^3$.




(a) 5 gouttes, $DO = 1,2\%$, $\beta = 0,027\%$ (b) 25 gouttes, $DO = 4,5\%$, $\beta = 0,090\%$




(c) 50 gouttes, $DO = 9,6\%$, $\beta = 0,198\%$ (d) 100 gouttes, $DO = 19,5\%$, $\beta = 0,405\%$




(e) 250 gouttes, $DO = 51,1\%$, $\beta = 1,070\%$ (f) 500 gouttes, $DO = 96,3\%$, $\beta = 1,982\%$

Figure 2.8 – Influence du nombre de gouttes dans le champ de vision sur les hologrammes enregistrés avec un montage en ligne

## 2.6 Applications classiques de l'holographie numérique

Pour finir ce chapitre d'introduction à l'holographie numérique de particules, il est intéressant de rappeler les différents domaines dans lesquels cette technique est appliquée. On en

distingue essentiellement deux : la microscopie et l'instrumentation pour la mécanique des fluides.

**La microscopie :** On trouve dans la littérature différentes applications de l'holographie numérique à la microscopie. Elles exploitent de multiples montages optiques, avec ou sans objectif, suivant un ou plusieurs angles d'observation. Les caractérisations présentées portent sur toutes sortes d'éléments microscopiques depuis les pollens[110], jusqu'aux micro-organismes, y compris pour l'étude de leurs déplacements,[111,112] en passant par l'examen de cellules vivantes comme les globules rouges[113]. L'ensemble de ces travaux a abouti à la définition de plusieurs méthodes de positionnement suivant l'axe $z$[114], pour des objets réels comme pour des objets de phase pure[115]. La technique a aussi été appliquée à l'étude d'écoulement à l'échelle micrométrique[116] ouvrant des perspectives d'applications pour la micro-fluidique.

**L'instrumentation pour la mécanique des fluides :** C'est dans ce domaine que l'on trouve le plus grand nombre d'utilisations. Comme pour la microscopie, les développements autour de la mécanique des fluides ont fait émerger plusieurs méthodes de positionnement suivant l'axe optique. Elles seront, pour partie, détaillées dans la section 3.2.1.

Initialement, l'holographie numérique de particules a été employée avec succès pour la mesure de la vitesse au sein des écoulements via un ensemencement, en PIV comme en PTV[117,118,98]. Dans ce domaine, sa capacité à positionner dans l'espace les particules d'ensemencement donne accès facilement aux trois composantes de la vitesse et en fait une technique de plus en plus exploitée (nombre de publications croissant depuis 2000 [iii]). Appliquée directement sur la phase dispersée d'un écoulement diphasique, aussi bien gaz-liquide que liquide-liquide, c'est une technique qui permet d'accéder à la granulométrie des sprays[119], d'étudier des phénomènes comme la cavitation[120] ou encore de suivre les mouvements de gouttelettes dans des écoulements[121,99]. Plus récemment, et en lien direct avec les applications traitées dans cette étude, il a été démontré que l'holographie numérique en ligne peut être utilisée pour mesurer simultanément la taille et la position de gouttelettes ou bulles micrométriques, en mouvement dans des écoulements air/eau ou eau/huile[122].

Quelles que soient leurs applications, tous ces exemples extraits de la littérature font référence à des objets diffractants ayant des dimensions typiquement comprises entre quelques micromètres et quelques centaines de micromètres, observés à des distances de l'ordre de la dizaine de millimètres. Ceci correspond à des nombres de *Fresnel* inférieurs ou égaux

iii. Source : citation report Web of Science.

| Diamètre des particules (µm) | Distance de mesure (mm) | Nombre de *Fresnel* | Application / Référence |
|---|---|---|---|
| 10,0 | 30,0 | $\approx 4{,}1 \times 10^{-3}$ | PIV / Pan *et al.* |
| 20,0 | 40,0 | $\approx 1{,}2 \times 10^{-2}$ | Caractérisation d'écoulements diphasiques / Tian *et al.* |
| 20,0 | 50,0 | $\approx 9{,}9 \times 10^{-3}$ | Microscopie / Malkiel *et al.* |
| 50,0 | 60,0 | $\approx 5{,}2 \times 10^{-2}$ | PTV / Chareyron *et al.* |
| 1000,0 | 350,0 | $\approx 3,5$ | - |

Tableau 2.2 – Illustration des régimes de diffraction classiquement rencontrés en holographie numérique de particules, la dernière ligne du tableau se rapporte à l'observation de gouttes millimétriques à des distances de quelques centimètres

à $10^{-2}$ (cf. tableau 2.2), ce qui s'apparente à des régimes de diffraction intermédiaires entre le régime de *Fresnel* et le régime de *Fraunhofer*. Qui plus est, la petite taille des particules autorise la présence d'un grand nombre d'éléments dans le champ d'observation sans dégradation significative du rapport signal sur bruit, telle que définie par le critère de Royer.

Pour les gouttes qui font l'objet de cette étude le diamètre varie de quelques centaines de micromètres à deux ou trois millimètres, et le nombre de *Fresnel* typique est compris entre 0,5 et 15, ce qui correspond à de la diffraction en champ proche. Pour retrouver des régimes de diffractions équivalents à ceux de la littérature, il faudrait placer le plan du capteur à des distances supérieures au mètre, ce qui est matériellement compliqué. Une des conséquences de ce grand nombre de *Fresnel* est l'absence de phénomène de focalisation prononcée, en particulier de visualisation du cône de diffraction, ce qui impacte directement la restitution et le choix de la méthode de positionnement suivant l'axe $z$.

La caractérisation et le positionnement dans l'espace de gouttes millimétriques et transparentes, par holographie numérique en ligne, impose donc un certain nombre d'adaptations des techniques classiques de restitution. Elles sont présentées dans les deux chapitres suivants.

# Deuxième partie

# Caractérisation de gouttes sur des images holographiques

# Chapitre 3

# Simulation des gouttes et choix d'une méthode de positionnement suivant l'axe optique

Cela a été évoqué dans la partie précédente, l'application de l'holographie numérique à la caractérisation de gouttes transparentes millimétriques présente deux spécificités notables : la taille des objets diffractants et la proximité des indices de réfractions entre les deux liquides utilisés. Ces spécificités vont entièrement déterminer les deux aspects présentés dans ce chapitre, à savoir le modèle de transmission choisi pour simuler numériquement les gouttes et la méthode de positionnement suivant l'axe $z$. A cette étape, même si ce chapitre est essentiellement consacré aux aspects numériques de l'holographie, il a été nécessaire d'introduire un résultat expérimental.

## 3.1 Simulation numérique des gouttes

Définir un modèle numérique capable de traduire le comportement de la lumière diffusée par les gouttes est un point fondamental en holographie numérique. Avec un tel modèle il est possible de reproduire numériquement l'étape d'enregistrement de l'hologramme donc de travailler sur des simulations, parfaitement maîtrisées, pour choisir et optimiser la méthode de restitution. Il donne aussi accès à une évaluation de la qualité des restitutions par comparaison entre l'hologramme synthétisé à partir des gouttes restituées et l'acquisition correspondante enregistrée par le capteur.

Pour modéliser la diffusion d'une onde monochromatique par des particules plusieurs méthodes sont applicables. Communément elles sont classées d'après un paramètre de taille, $\alpha = {}^{2\pi r}/_{\lambda}$, qui rapporte les dimensions de l'objet, ici une particule sphérique de rayon $r$,

à la longueur d'onde $\lambda$ de la lumière. On distingue en général trois cas en fonction de ce paramètre[90] :

- si $\alpha \ll 1$ la diffusion est calculée à partir du modèle de *Rayleigh* aussi appelé modèle du dipôle ;
- si $\alpha \gg 1$ les lois de l'optique géométrique et la diffraction de *Fraunhofer* sont applicables ;
- si $\alpha \simeq 1$ des théories plus complexes, basées sur la résolution des équations de *Maxwell* sont nécessaires ; la théorie de *Lorenz-Mie* généralisée (TLMG) est la plus couramment utilisée[123]. Elle permet de décrire rigoureusement l'interaction entre un faisceau lumineux arbitraire et une sphère homogène.

En général, la plupart des auteurs travaillent avec des particules opaques micrométriques et des observations à la limite entre le champ proche et le champ lointain ($N_f \approx 10^{-2}$, cf. paragraphe 2.6), c'est-à-dire dans le cas où $\alpha \gg 1$. Dans cette configuration, pour restituer l'hologramme, le champ est classiquement calculé dans l'approximation scalaire et chaque objet est assimilé à un masque de transmission binaire du type :

$$t(u,v) = \begin{cases} 0 & si \quad \rho \leqslant \dfrac{d_s}{2} \\ \\ 1 & si \quad \rho > \dfrac{d_s}{2} \end{cases} \tag{3.1}$$

avec $\rho^2 = u^2 + v^2$, $d_s$ étant le diamètre de la section apparente de la particule considérée comme parfaitement sphérique.

### 3.1.1 Les limitations du modèle disque opaque

Ce type de modèle, qui assimile les objets diffractants à des disques totalement opaques, est bien adapté à la simulation de la diffraction dans les conditions décrites ci-dessus. Si on se réfère uniquement au paramètre de taille $\alpha$, il est aussi adapté à la mesure de gouttes millimétriques[i]. Quand ces dernières sont transparentes, c'est une approximation ; les gouttes se comportant en réalité alors comme des lentilles, c'est-à-dire plus comme des masques de phase que comme des masques d'amplitude.

Il est facile d'illustrer cette différence en comparant la restitution d'une acquisition réalisée sur une goutte sphérique d'un millimètre de diamètre[ii] avec la propagation d'un disque opaque de même dimension. Dans cet exemple, la restitution de la goutte et la propagation du modèle disque opaque sont calculées, suivant l'axe optique, en différents plans séparés d'un intervalle $\Delta z$ d'un millimètre, et ceci, sur un espace de plus ou moins dix centimètres

i. $\alpha = 5 \times 10^3$ pour une goutte de 1 mm éclairée par laser HeNe à 632,8 nm.

ii. Note : l'hologramme exploité pour cette illustration a été acquis sur le dispositif de test dans les conditions définies au chapitre 5, il a été réalisé sur une goutte de TPH en ascension dans de l'eau statique.

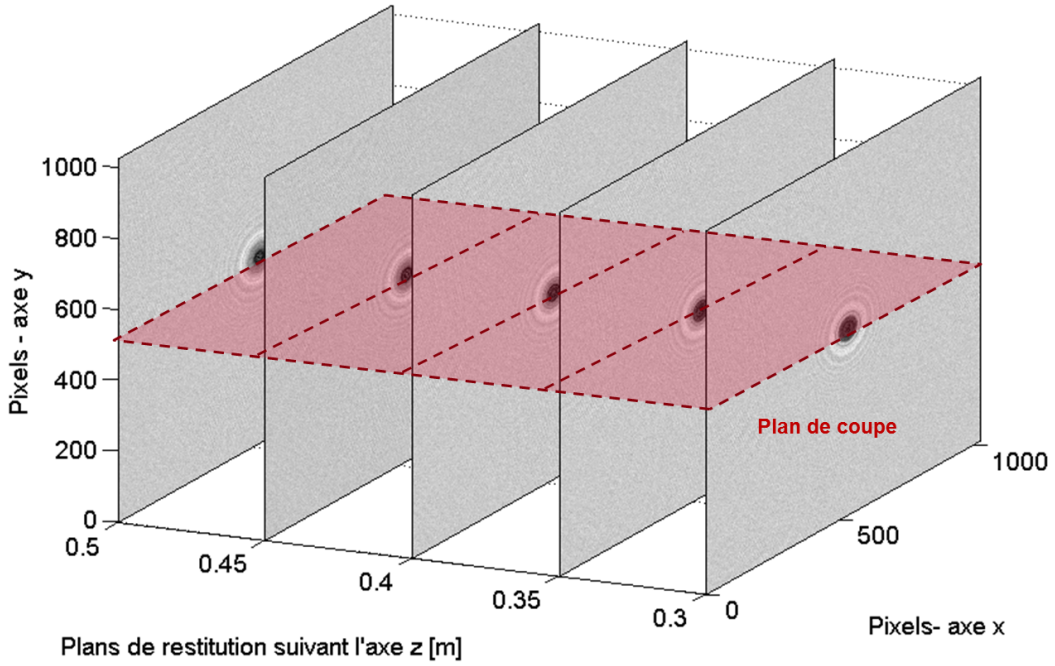
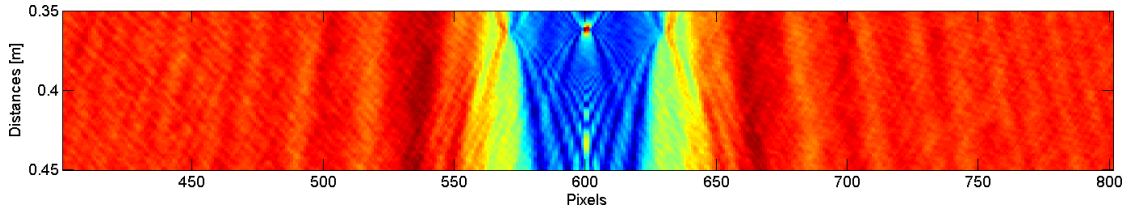



Figure 3.1 – Principe de l'examen du volume restitué au travers d'un plan de coupe

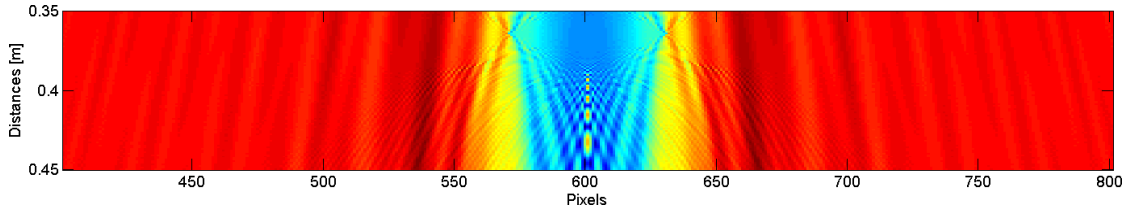
autour de la position supposée de la goutte. L'ensemble de ces restitutions forme un volume que l'on peut couper par un plan perpendiculaire aux plans restitués, passant par le centre de la goutte, tel qu'illustré par la figure 3.1. La comparaison entre ces plans de coupe permet de valider ou invalider, l'adéquation entre la mesure et le modèle. Cette méthode d'examen de l'ensemble du volume restitué a notamment été proposée par Yang *et al.*[124] en 2006.

Pour la configuration décrite ci-dessus, les deux coupes obtenues sont comparées en figure 3.2. Il apparait clairement sur celle qui se rapporte aux restitution de l'hologramme (3.2.a) un maximum local d'intensité qui n'est pas présent lors de la propagation du modèle du disque opaque (3.2.b). Ce maximum local est attribuable à la focalisation de la lumière incidente par les gouttes, qui étant transparentes se comportent comme des lentilles boules.

Une analyse expérimentale plus détaillée, consistant à mesurer l'écart entre le plan médian de la goutte et le plan de ce maximum d'intensité en fonction du diamètre des gouttes (cf. tableau 3.1), permet de montrer que cette distance correspond à la distance focale $f$ d'une




(a) Restitution d'une acquisition




(b) Propagation du modèle disque opaque

Figure 3.2 – Comparaison entre la restitution d'une acquisition et la propagation du modèle disque opaque - Un zoom aux abords du plan médian de la goutte ($z = 0,36$ m) a été effectué, les niveaux de gris ont été normalisés et les échelles diffèrent entre l'axe horizontal et l'axe vertical

lentille boule d'indice de réfraction $n = 1,08$ [iii] et de diamètre $d$ [iv]. Autrement dit, une partie de la lumière est réfractée par les gouttes ; elle n'apparaît pas avec la propagation d'un modèle disque opaque.

En conséquence, pour simuler correctement des gouttes millimétriques et transparentes, le modèle disque opaque doit être *a minima* complété pour prendre en compte totalement ou partiellement la réfraction.

L'importance de ce phénomène va évidemment dépendre des caractéristiques des gouttes, en particulier des deux paramètres influençant au premier ordre la réfraction : le diamètre et la transparence. Pour bien comprendre l'influence de la réfraction et fixer les limites à partir desquelles elle doit être considérée, il est important de conduire une étude de sensibilité sur ces deux paramètres.

Expérimentalement, une telle étude est difficile, voire impossible, à conduire car elle nécessiterait une maîtrise simultanée du diamètre, de l'indice de réfraction et de la position dans l'espace des gouttes. Nous avons donc retenu une approche numérique en exploitant des hologrammes simulés avec la TLMG. Le code employé est celui qui a été développé par

iii. Indice de réfraction relatif du TPH dans l'eau.

iv. $f = \dfrac{nd}{4\,(n-1)}$

| Diamètre de la goutte [mm] | Focale correspondante [mm] | Écart moyen entre le plan du maximum d'intensité et le plan médian de la goutte [mm] |
|---|---|---|
| 0,7 | 2,4 | 2,1 |
| 1,0 | 3,4 | 3,0 |
| 1,3 | 4,4 | 4,1 |
| 1,5 | 5,1 | 4,9 |
| 1,8 | 6,1 | 5,8 |
| 2,1 | 7,1 | 6,3 |

Tableau 3.1 – Comparaison entre la position du maximum d'intensité et la focale de lentille boule correspondante - La focale est calculée avec les conditions définies plus haut, l'écart entre les plans est mesuré sur les restitutions ($\Delta z = 1$mm)

les équipes du CORIA [v] [125].

Les liquides utilisés pour ces simulations sont ceux des essais expérimentaux présentés au chapitre 5, à savoir :

- pour la phase continue, de l'eau d'indice de réfraction réel $n_{H_2O} = 1,3317$ à 632,8 nm et 25 °C[126] ;
- pour la phase dispersée, du TPH d'indice de réfraction réel $n_{TPH} = 1,4425$ à 25 °C [vi].

Toutes les simulations, basées sur la TLMG et présentées dans ce chapitre, ont été calculées à une longueur d'onde de 632,8 nm. Elles servent de simulations de référence. On notera toutefois que dans le cas de gouttes millimétriques, le nombre de réflexions internes devient très important[127]. En conséquence, le nombre de termes à prendre en compte est grand et le calcul plus complexe que dans le cas de gouttes micrométriques. Il n'est pas exclu que, pour certains calculs, des problèmes numériques apparaissent. Dans ce cas, les hologrammes ne sont pas exploitables. La TLMG a donc été essentiellement exploitée pour

v. COmplexe de Recherche Interprofessionnel en Aérothermochimie.
vi. Mesuré au réfractomètre d'*Abbe*.

établir grossièrement les limites d'utilisation du modèle disque opaque.

### 3.1.2 Influence de la taille des gouttes

Le premier paramètre d'influence est la taille des gouttes. Le diamètre des gouttes dans les dispositifs d'extraction liquide-liquide s'étale sur trois décades, du micromètre au millimètre. Dans cette gamme, les gouttes ont un paramètre $\alpha >> 1$ et la réfraction est toujours présente. Évidement, au sens physique *stricto sensus*, il n'existe pas de taille minimale vis à vis de la réfraction. Toutefois, plus la goutte est petite plus l'énergie réfractée est faible, la surface d'interaction avec l'onde devenant de plus en plus réduite. De plus, l'énergie réfractée arrivant au capteur diminue avec la focale de la goutte. On peut donc intuitivement penser qu'il existe une taille en deçà de laquelle le maximum d'intensité lié à la réfraction ne sera pas détecté et que les gouttes suffisamment petites seront correctement simulées avec le modèle du disque opaque.

Les restitutions des gouttes millimétriques (grosses gouttes) et des gouttes micrométriques (petites gouttes) sont très différentes. Pour s'en convaincre, il suffit de comparer deux coupes réalisées sur des simulations, calculées avec la TLMG et représentatives des conditions expérimentales[vii]. Une comparaison de ce type est présentée en figures 3.3 et 3.4. Des différences apparaissent nettement, sur la phase comme sur l'intensité. Les gouttes de petites dimensions, assimilables à des objets totalement opaques, présentent deux caractéristiques notables :

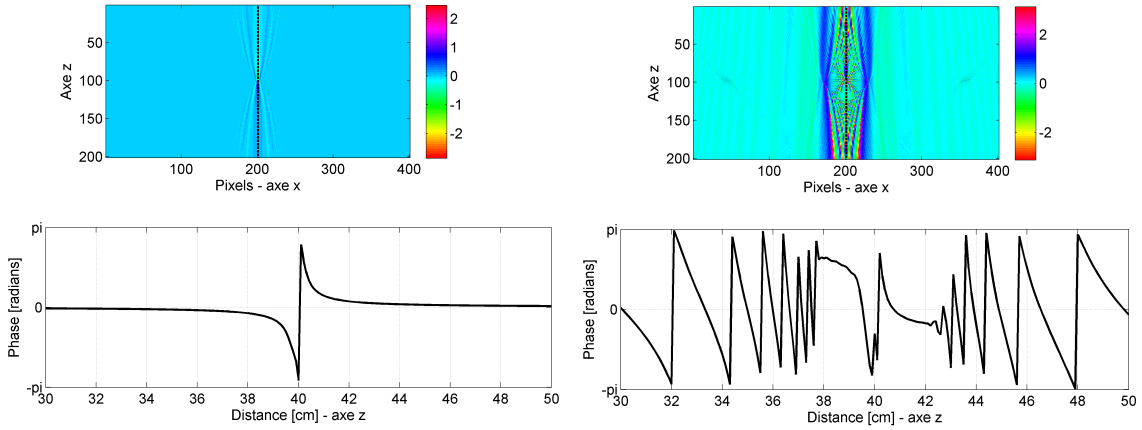
- une intensité *quasi* constante qui passe par un minimum local et unique à la position de la goutte ;
- une phase qui évolue en $1/z$[124], fonction inverse de la distance[viii], avec un saut caractéristique dans le plan médian de la goutte, que l'on ne retrouve pas pour les gouttes millimétriques.

Pour ces dernières, la variation de l'intensité en fonction de la distance de restitution a deux extrema locaux, un minimum au plan de focalisation (au sens de la restitution) et un maximum au plan focal. En dehors de ces extrema, l'évolution de cette fonction n'est plus monotone comme dans le cas des petites gouttes. La phase, quant à elle, a une structure nettement plus complexe, qui n'est plus symétrique par rapport au plan médian et qui présente de multiples sauts.

Pour anticiper sur la deuxième partie de ce chapitre, ces différences hypothèquent l'exploi-

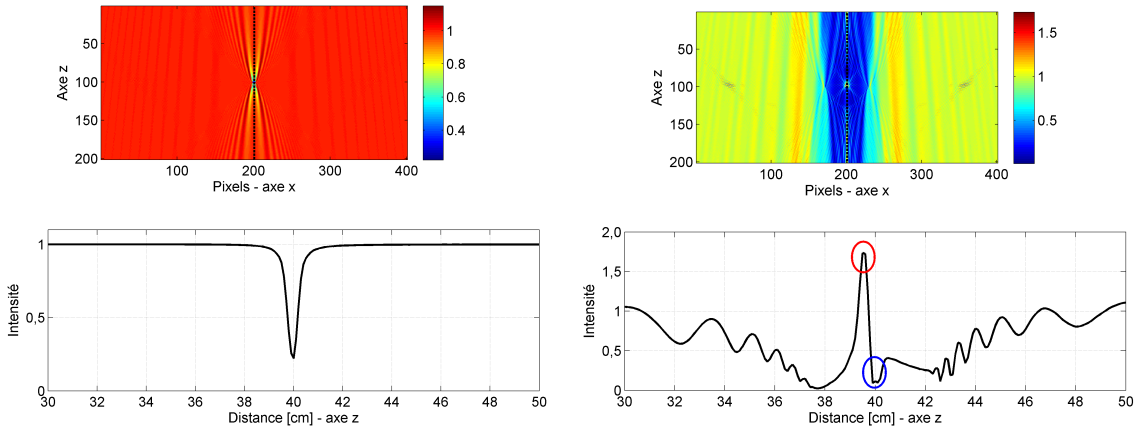
vii. Gouttes d'indice de réfraction de 1,08 observées à une distance de 40 cm par un capteur carré de 1024×1024 pixels eux-mêmes carrés de 17 µm de côté.

viii. En coordonnées cylindriques, le champ reconstruit suivant un axe qui passe par le centre de la goutte s'écrit : $E_z(0) \approx e^{j(l/z)}$, avec $l = \pi r_{do}^2/\lambda$ et $r_{do}$ le rayon du disque opaque correspondant à la goutte.




(a) Goutte de 60 µm de diamètre (b) Goutte de 1 mm de diamètre

Figure 3.3 – Évolution de la phase en fonction de la distance de restitution - Comparaison entre une goutte micrométrique et une goutte millimétrique




(a) Goutte de 60 µm de diamètre (b) Goutte de 1 mm de diamètre

Figure 3.4 – Évolution de l'intensité en fonction de la distance de restitution - Comparaison entre une goutte micrométrique et une goutte millimétrique

tation de certaines méthodes de positionnement suivant l'axe optique, en particulier celle proposée par Murata *et al.*[128], basée sur la recherche d'un minimum d'intensité au centre de la particule en fonction du plan de restitution et celle proposée par Yang *et al.*[124] qui s'appuie sur la recherche du plan dans lequel a lieu un saut de phase. De la même façon, l'existence d'un maximum local d'intensité va imposer des adaptations à la plupart des méthodes de focalisation décrites par la littérature et généralement basées sur un modèle de type disque opaque.

A partir de ces simulations, on peut, en faisant varier la taille de la goutte, toutes choses restant égales par ailleurs, trouver le diamètre maximal au delà duquel le modèle "disque opaque" n'est plus valide. Une telle étude de sensibilité est présentée en figures 3.5 et 3.6. On voit, sur ces figures que, pour la phase comme pour l'intensité, cette limite se situe aux environs de 60 µm, quand on se base sur les critères décrits ci-dessus. Jusqu'à 100 µm, il y a un seul minimum local d'intensité et les méthodes de focalisation basées sur l'analyse de l'intensité du champ restent applicables.

Transposée au régime de diffraction, cette condition sur le diamètre devient la condition suivante : pour des gouttes transparentes, il faut prendre en compte la réfraction quand $N_f \geqslant 3 \times 10^{-2}$.

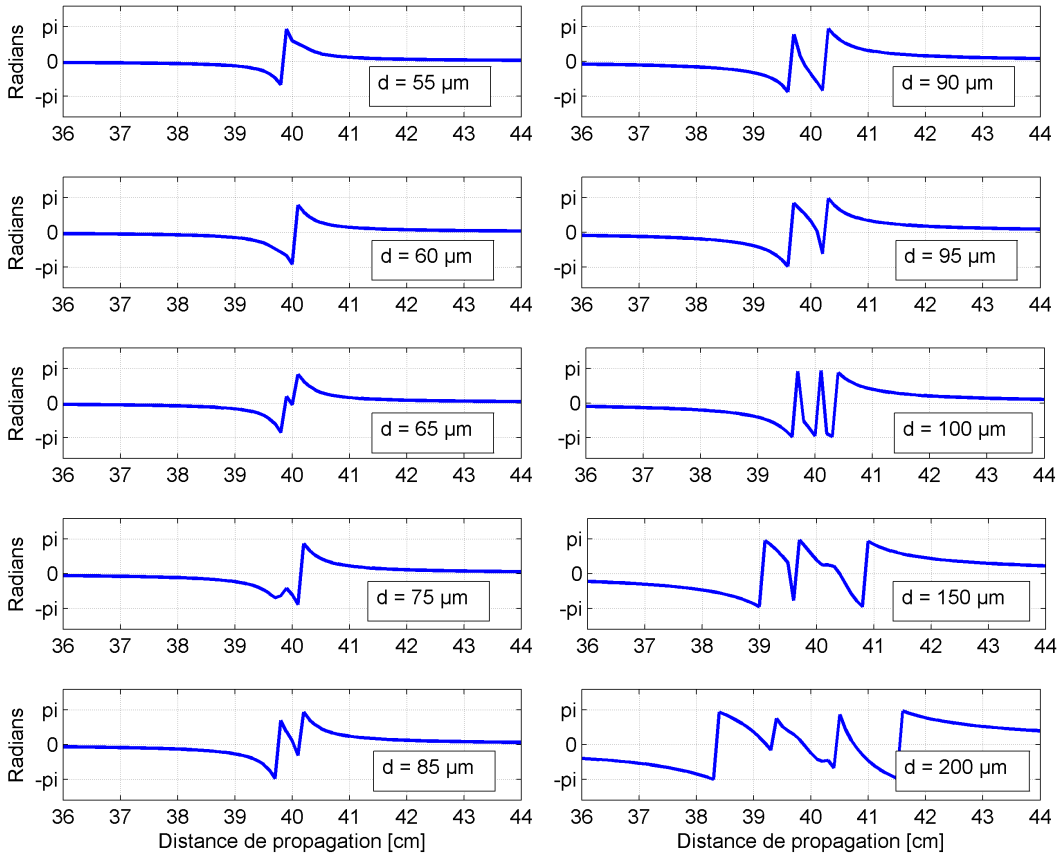



Figure 3.5 – Évolution de la phase du champ reconstruit en fonction du diamètre des gouttes - Profils suivant un axe qui passe par le centre de la goutte

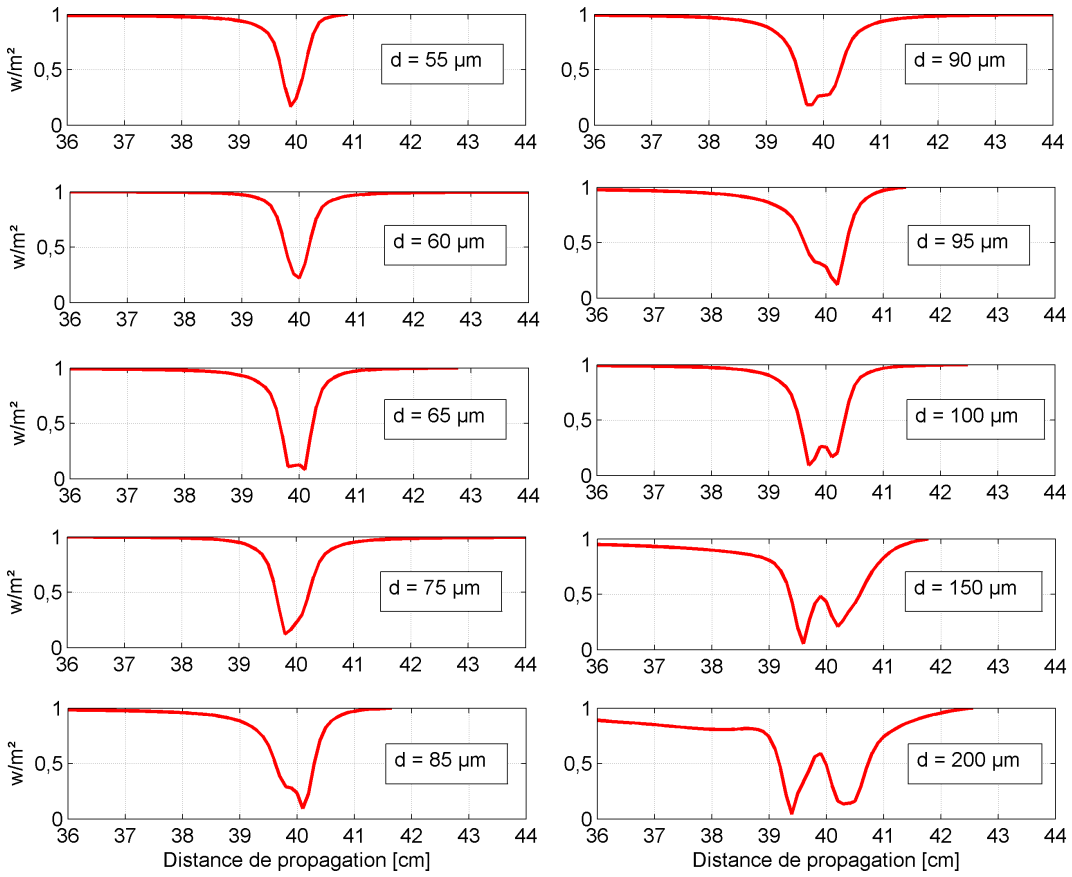



Figure 3.6 – Évolution de l'intensité du champ reconstruit en fonction du diamètre des gouttes - Profils suivant un axe qui passe par le centre de la goutte

### 3.1.3 Influence de l'indice de réfraction

Le deuxième paramètre d'influence est l'indice de réfraction. Écrit sous sa forme complexe, $\tilde{n(\lambda)} = n(\lambda) - ik(\lambda)$, il rend compte à la fois de la réfraction et de l'absorption dans les gouttes. Les deux phénomènes sont en "compétition" et quand l'absorption devient trop importante la réfraction disparaît.

La partie imaginaire de l'indice de réfraction, notée $k$, est aussi appelée coefficient d'extinction. Il est directement lié à l'absorption dans les gouttes, via un coefficient macroscopique $\alpha$ dit coefficient d'absorption, qui caractérise l'atténuation linéique de la lumière.

Avec ce coefficient et en appliquant la loi de *Beer-Lambert*, il est possible de calculer $\overline{T}$, la transmission moyenne de la lumière par une goutte de diamètre $d$.

$$\overline{T} = e^{-\alpha \hat{d}} = e^{-\frac{4\pi k}{\lambda}\hat{d}} \tag{3.2}$$

avec $\hat{d} = {}^{\pi d}/_{8}$ la distance moyenne parcourue par la lumière qui traverse une goutte de diamètre $d$.

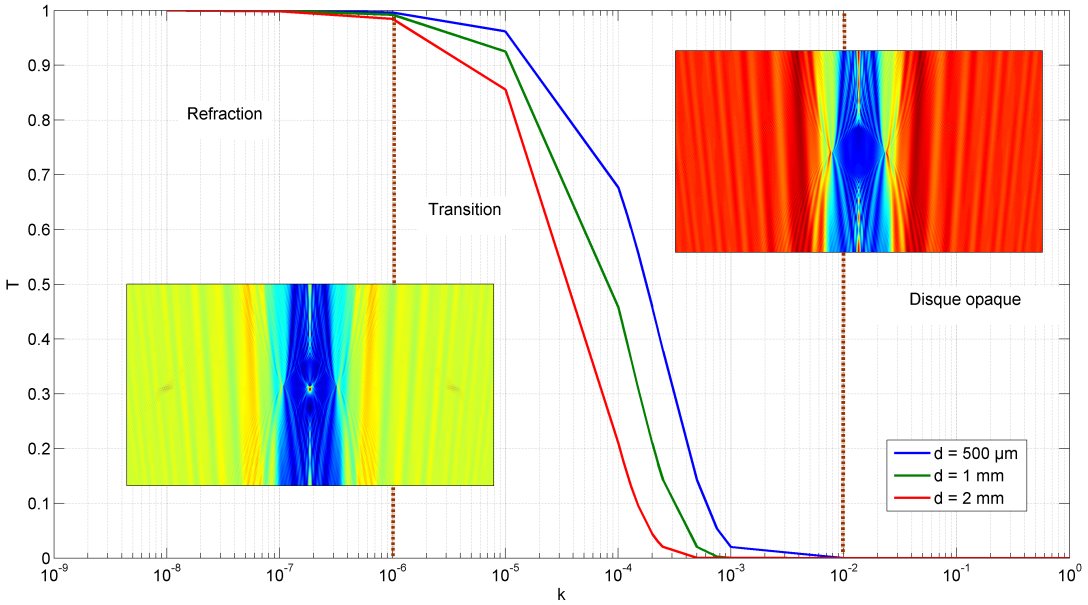



Figure 3.7 – Absorption à 632,8 nm dans des gouttes de 0,5 mm, 1,0 mm et 2,0 mm de diamètre en fonction de la partie complexe de son indice de réfraction

En faisant varier $k$, tout en conservant $n$ et $d$ constants, il est possible de calculer avec la TLMG des hologrammes de gouttes devenant de plus en plus opaques. La propagation de ces simulations et leur examen selon la méthode décrite au paragraphe 3.1, permet de classer les gouttes en trois types :

- les gouttes transparentes, pour des valeurs de $k$ comprises entre 0 et $10^{-6}$ ;
- les gouttes semi-transparentes, pour des valeurs de $k$ comprises en $10^{-6}$ et $10^{-2}$ ;
- les gouttes opaques, pour des valeurs de $k$ supérieures à $10^{-2}$.

C'est ce qui est illustré en figure 3.7. On voit sur cette figure que seules les gouttes du troisième type sont assimilables à des disques opaques. Le diamètre des gouttes a logiquement une influence ; elle est toutefois moins importante que celle du coefficient d'extinction. Les bornes proposées ici, pour $k$, sont applicables à l'ensemble de la gamme de diamètres des gouttes étudiées.

Avec les liquides classiquement utilisés dans les dispositifs d'extraction liquide-liquide qui font l'objet de cette étude, le coefficient $k$ est toujours inférieur à $10^{-6}$ [ix]. Les gouttes sont du premier type. Pour atteindre un niveau de coefficient d'extinction suffisant pour pouvoir

ix. A 632,8 nm et à 25 °C $k = 1{,}4680 \times 10^{-8}$ pour l'eau[126]. La transmission relative du TPH par rapport à l'air est de 99,1 % (mesuré au spectrophotomètre).

utiliser le modèle disque opaque, il faudrait opacifier les gouttes en ajoutant un colorant (du bleu de méthylène par exemple) donc modifier les propriétés hydrodynamiques des liquides. Cette option n'a pas été retenue.

La conclusion de cette analyse de sensibilité est que le modèle disque opaque reste valide pour des gouttes transparentes jusqu'à un diamètre de 60 µm (100 µm si la méthode de recherche est basée sur l'analyse de l'intensité restituée). Au-delà, la nécessité de prendre en compte la réfraction par les gouttes s'impose et le modèle disque opaque doit être complété.

### 3.1.4 Proposition d'un modèle simplifié

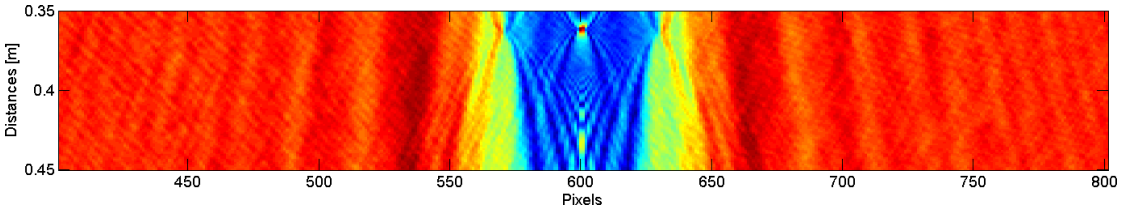
Pour la gamme de gouttes produites dans les dispositifs d'extraction liquide-liquide, les diamètres sont majoritairement supérieurs à 60 µm et la réfraction doit être prise en compte. Utiliser la TLMG pour simuler les hologrammes est une possibilité mais elle impose des temps de calculs importants (plusieurs dizaines d'heures pour simuler un hologramme d'une dizaine de gouttes millimétriques sur une machine standard). Il ne s'agit donc pas d'un outil adapté à un traitement courant. Pour valider la performance de la restitution par comparaison entre l'hologramme mesuré et un hologramme synthétisé, il est nécessaire de disposer d'un outil plus simple.

Dans ce but, nous proposons un modèle de transmission simplifié capable de reproduire l'influence de la réfraction en un temps de calcul raisonnable. Basé sur l'optique géométrique, il s'agit d'un modèle "mixte", fusionnant le masque d'amplitude du disque opaque avec le masque de phase d'une lentille boule. Il s'écrit de la façon suivante :

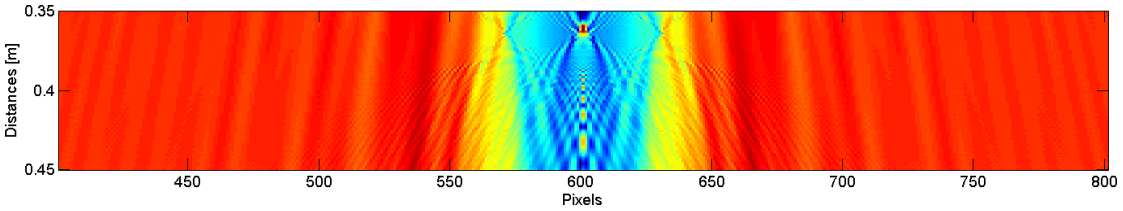
$$t(u,v) = \begin{cases} e^{\left(-\frac{j\pi\rho^2}{\lambda f}\right)} & si \quad \rho \leqslant r_l \\ 0 \quad si \quad r_l < \rho \leqslant \frac{d}{2} \\ 1 \quad si \quad \rho > \frac{d}{2} \end{cases} \tag{3.3}$$

avec $r_l$ le rayon pris en compte pour la lentille boule , $f = \dfrac{nd}{4\,(n-1)}$ la focale et $d$ le diamètre de la goutte.

Comme le montre la figure 3.8, la propagation dans l'approximation scalaire de ce modèle permet bien de rendre compte du maximum d'intensité lié à la focalisation.




(a) Restitution d'une acquisition




(b) Propagation du modèle mixte

Figure 3.8 – Comparaison entre la restitution d'une acquisition et la propagation du modèle mixte - Un zoom aux abords du plan médian de la goutte ($z = 0,36$ m) a été effectué, les niveaux de gris ont été normalisés et les échelles diffèrent entre l'axe des abscisses et l'axe des ordonnées

#### 3.1.4.1 Dimensions de la lentille boule

La goutte est décrite par deux fonctions, ce qui impose de définir la limite entre la zone correspondant au disque opaque et la zone correspondant au masque de phase, c'est-à-dire de calculer le rayon à prendre en compte pour la lentille boule en fonction du diamètre de la goutte. Cette limite est liée à l'échantillonnage du terme de phase de la lentille. En considérant ce dernier, $\phi = \dfrac{\pi\rho^2}{\lambda f}$, on peut écrire la condition ci-après :

$$\frac{2\pi}{\lambda}\left(f - \sqrt{f^2 - r_l^2}\right) - \frac{2\pi}{\lambda}\left(f - \sqrt{f^2 - (r_l + \Delta r_l)^2}\right) \leqslant \pi \tag{3.4}$$

où $\Delta r_l$ est le pas d'échantillonnage.

Ce qui permet de définir $r_{l_{max}}$, le rayon de la pupille qui limite la lentille échantillonnée dans le respect du théorème de *Shannon* :

$$r_{l_{max}} = \frac{\lambda}{4}\sqrt{\frac{-4\Delta r_l^2 + 16f^2 - \lambda^2}{4\Delta r_l^2 + \lambda^2}} - \frac{\Delta r_l}{2} \tag{3.5}$$

qui est arrondi à $q.\Delta r_l$, avec $q$ un entier tel que $q.\Delta r_l \leqslant r_{l_{max}}$.

Le tableau 3.2 présente des exemples de rayons de pupilles, calculés avec cette méthode, pour des gouttes caractéristiques des dispositifs d'extraction liquide-liquide.

| Diamètre de la goutte [mm] | $r_{l_{max}}$ [mm] | Ouverture numérique |
|---|---|---|
| 0,7 | 0,034 | 35 |
| 1,0 | 0,051 | 33 |
| 1,3 | 0,068 | 32 |
| 1,5 | 0,085 | 30 |
| 1,8 | 0,102 | 30 |
| 2,1 | 0,102 | 35 |

Tableau 3.2 – Dimension de la lentille boule en fonction du diamètre de la goutte, pour des gouttes de TPH dans de l'eau

Du point de vue de l'optique géométrique, le diamètre maximal à prendre en compte, peut se déterminer en remarquant que les rayons issus du bord de la pupille ne parviennent pas au capteur. C'est ce qui est illustré par la figure 3.9.

On peut établir que $h$, le rayon du disque éclairé par la réfraction à la distance $z_r$ s'écrit en fonction de $r_l$ le rayon de la pupille considérée, de la façon suivante [x] :

$$h = (z_r - f)\left(\frac{f - 2R + \sqrt{R^2 - r_l^2}}{r_l}\right) \tag{3.6}$$

Avec cette expression, il est possible, pour les conditions expérimentales décrites au chapitre 5, de calculer la fraction de capteur éclairé par la lumière réfractée en fonction de la distance de mesure et du diamètre des gouttes. C'est ce qui est illustré en figure 3.10. Sur cette figure on voit que, pour récupérer dans notre configuration expérimentale 100 % de l'énergie réfractée par la goutte indépendamment de son diamètre, il est nécessaire de se placer à une distance maximale de 0,425 mètre. Au delà, pour les gouttes de diamètre $d > 0,5$ mm, une partie de la lumière réfractée n'est pas interceptée par le capteur. Cette condition va

x. $R$ est le rayon de la goutte considérée, voir figure 3.9.

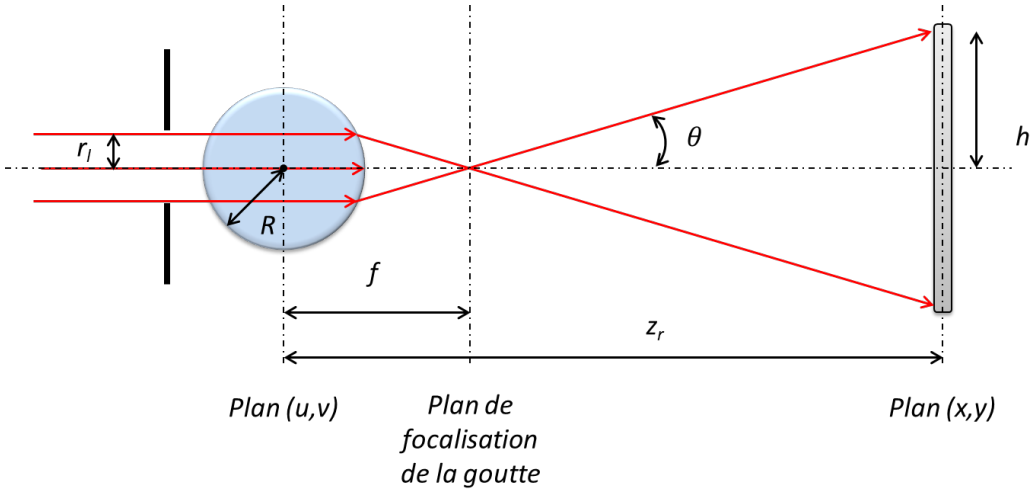



Figure 3.9 – Réfraction dans les gouttes - Aspects géométriques

se traduire expérimentalement par une contrainte sur la distance entre le plan objet et le plan capteur.

A partir de ce modèle, la simulation d'un hologramme se fait par propagations successives de goutte en goutte, depuis le plan de la première goutte, celle qui est la plus éloignée du capteur, jusqu'au plan du capteur. A chaque plan contenant une goutte, le masque de transmission défini par l'équation 3.3 est appliqué à l'ensemble du champ propagé. Au niveau du capteur, la prise d'intensité est simulée en calculant le carré du module du champ. Cette méthode de propagation permet de prendre en compte plus rigoureusement la contribution de chaque goutte qu'une simple somme des différents champs à distance. Elle ne permet toutefois pas de restituer correctement les interférences multiples, c'est-à-dire la diffraction des ondes diffractées par les gouttes.

#### 3.1.4.2 Comparaison modèle simplifié / simulation théorie de *Lorenz-Mie*

Pour valider la pertinence de ce modèle simplifié avec la TLMG, il est possible de comparer les hologrammes produits avec les deux théories[129]. En limitant cette comparaison à un espace numérique correspondant au domaine expérimental, c'est-à-dire des distances de propagation comprises entre 0,1 m et 0,5 m et des diamètres de gouttes compris entre 0,7 mm et 2,5 mm, l'écart, en valeur absolue, entre TLMG et Fresnel reste inférieur à 0,05. C'est ce qui est illustré en figure 3.11a pour une des configurations expérimentales. Ce résultat permet de valider la pertinence des hologrammes simulés en propageant le modèle mixte. L'accord entre les deux théories est moins bon pour les hautes fréquences.

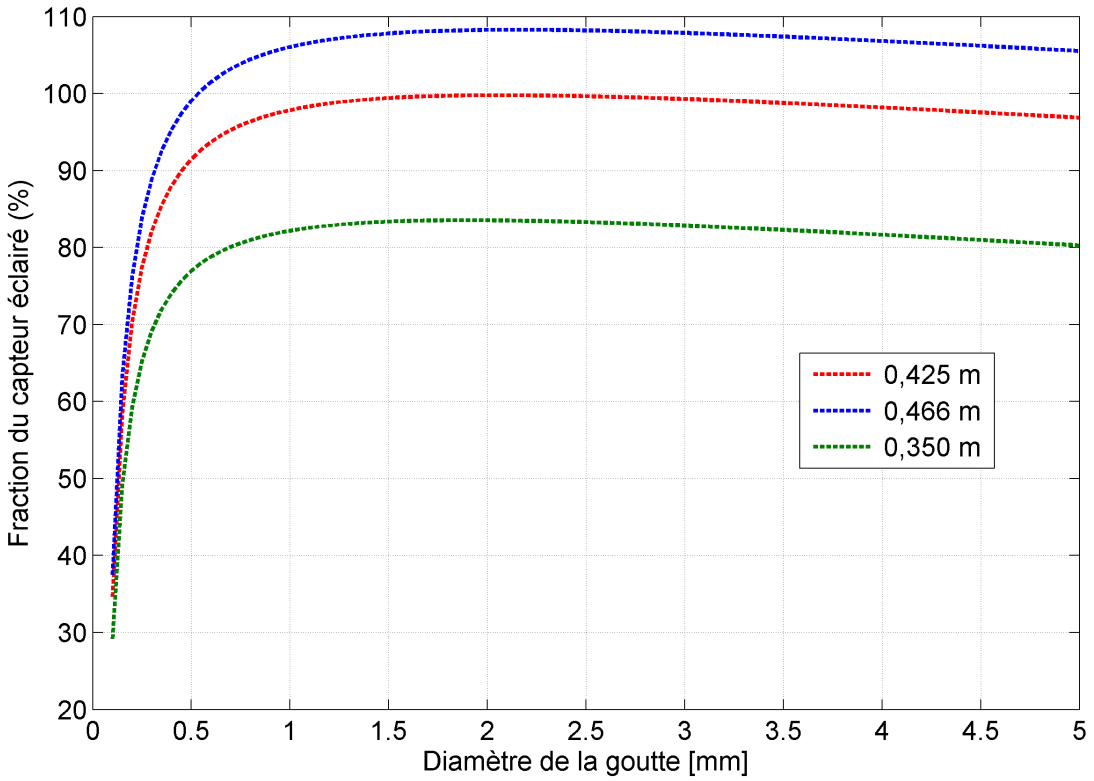
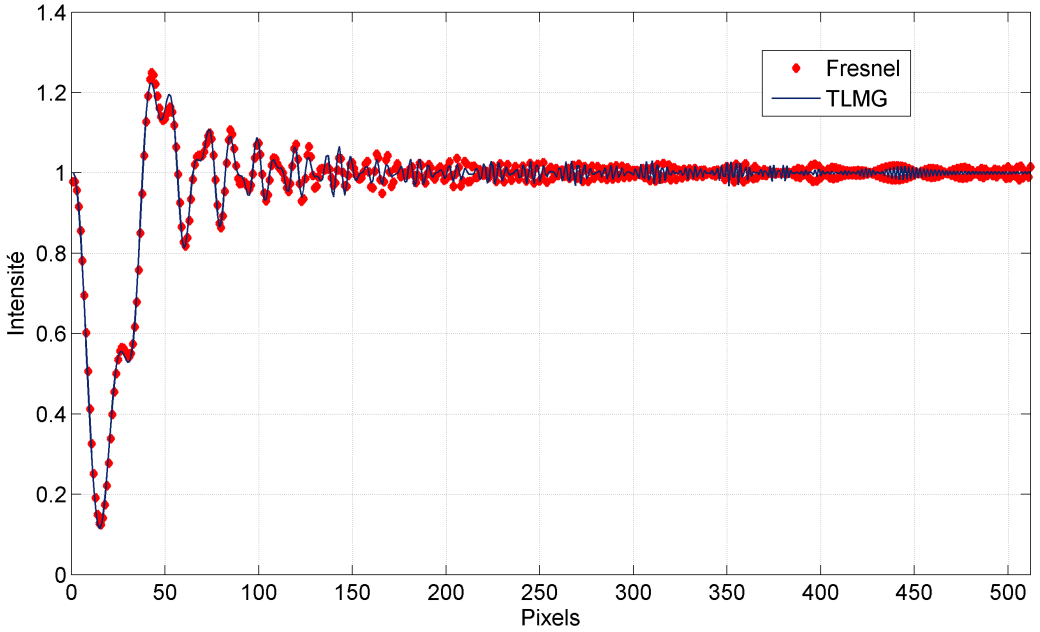


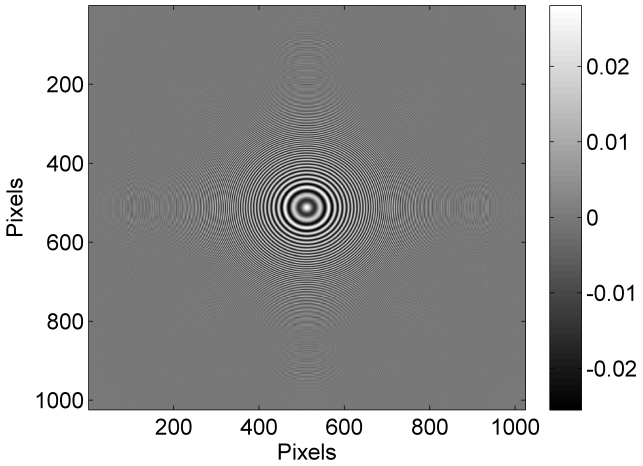

Figure 3.10 – Fraction du capteur éclairée par la lentille boule, en fonction du diamètre des gouttes et de la distance d'acquisition

La figure 3.11b montre l'écart entre une simulation réalisée avec le modèle mixte et une simulation réalisée avec le modèle disque opaque. Elle confirme la nécessité de prendre en compte la réfraction pour obtenir des simulations numériques correctes.

Le positionnement du maximum d'intensité lié à la réfraction est aussi en accord avec les résultats expérimentaux (illustration sur la figure 3.12, pour un exemple particulier). Il apparaît clairement que le modèle mixte reproduit mieux la réalité physique que le modèle disque opaque, en particulier au voisinage de la goutte. Pour cet exemple, avec la TLMG, la position du maximum est légèrement décalée. Dans les faits, l'intensité du maximum peut varier d'un facteur 2 entre deux acquisitions successives sur des gouttes supposées identiques, tout comme, la position du plan dans lequel se trouve ce maximum qui n'est pas connu avec une précision inférieure au millimètre. Les modèles étant basés sur des hypothèses (sphéricité parfaite, indice réfraction constant,...), ils ne sont pas à même de reproduire l'ensemble des variations expérimentales. Ceci explique les écarts constatés entre acquisitions et simulations quelle que soit la théorie utilisée pour les simulations.




(a) Comparaison entre la TLMG et la propagation de *Fresnel* pour une goutte transparente de 700 µm et un nombre de *Fresnel* de 4,9




(b) Écart en intensité entre la propagation du modèle mixte et la propagation du modèle disque opaque au plan d'enregistrement de l'hologramme

Figure 3.11 – Comparaison entre les différents modèles

## 3.2 Méthodes de positionnement suivant l'axe $z$

On rappelle que l'on entend par focalisation l'action de positionner les gouttes suivant l'axe $z$ par restitution de l'hologramme, c'est-à-dire de trouver le meilleur plan de mise au point

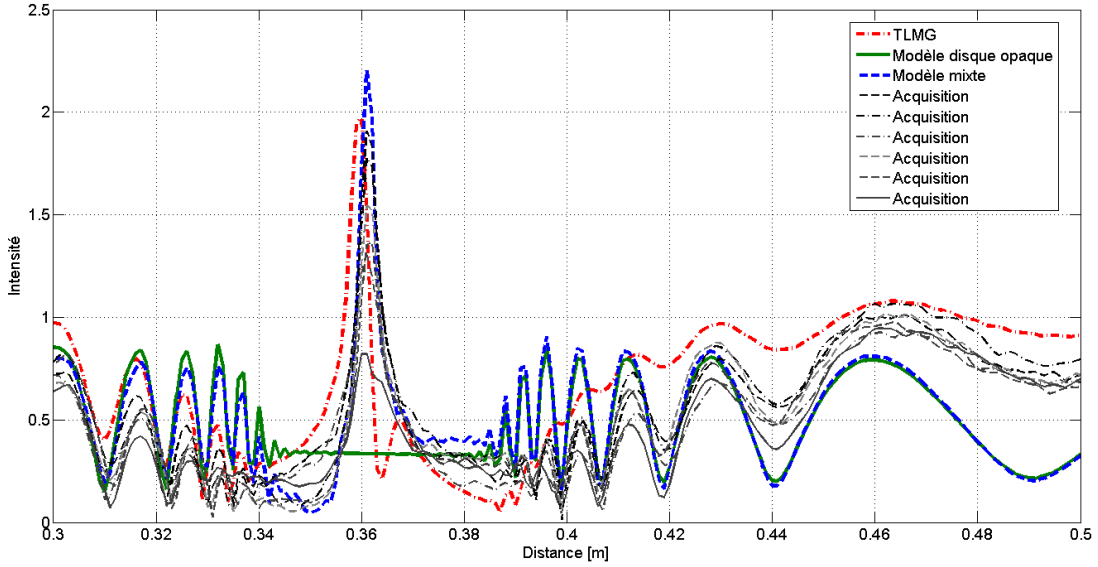



Figure 3.12 – Comparaison entre les différents modèles et une série d'acquisitions réalisées sur une population de gouttes mono-disperse

pour chacune des gouttes détectées sur l'hologramme.

Automatiser cette focalisation est certainement l'un des aspects les plus critiques de l'holographie numérique de particules. Divers critères de détection automatique sont proposés dans la littérature, d'autres auteurs préfèrent utiliser des méthodes plus "empiriques" basées sur une analyse visuelle des hologrammes restitués. L'approche retenue pour cette étude est une focalisation automatique au moyen d'une fonction de mérite.

### 3.2.1 Analyse de la littérature

La littérature propose plusieurs méthodes de focalisation. On peut les classer en trois grandes familles :

- les méthodes basées sur la recherche de singularités dans les restitutions ;
- les méthodes basées sur le calcul de restitution ;
- et les méthodes basées sur le calcul d'un indicateur.

**Méthodes basées sur la recherche de singularités dans les restitutions :** Souvent les méthodes de focalisation sont basées sur l'analyse locale des niveaux de gris des images restituées et la recherche de singularités, en particulier d'un minimum local d'intensité. Sur ce principe Murata *et al.*[128] proposent de positionner les particules sur l'axe z en

recherchant le minimum du niveau de gris du centre de la particule en fonction du plan de restitution. Ce minimum n'est pas toujours unique, et à partir du même indicateur certains auteurs améliorent la focalisation via l'utilisation de méthodes d'analyse de profils (par exemple via une méthode de "palpage" morphologique[130]) ou par analyse simultanée de l'image restituée de la particule et de la transformée ayant permis la restitution[119]. Un exemple patent de la qualité de ces méthodes est celui présenté par Tian *et al.* en 2010[122]. Dans cet article, les auteurs réussissent à focaliser, à partir d'une acquisition un nombre important de micro-bulles ($\approx$ 1700 bulles ayant un diamètre compris entre 9 et 600 µm). Leur algorithme repose sur la recherche des minima d'intensité en périphérie des gouttes, c'est-à-dire sur l'ensemble du cercle décrit par le diamètre apparent de la goutte. Les amas de gouttes sont déconvolués par application d'un modèle de mélange gaussien. Ces méthodes sont les plus fréquemment employées.

**Méthodes basées sur le calcul de restitution :** La deuxième famille repose sur l'analyse des paramètres de restitution. C'est le cas de Liebling[131] qui, après une reconstruction par projection sur une base d'ondelettes discrètes, utilise les différents coefficients de projection pour déterminer le plan en $z$ de mise au point. D'autres traitements permettent d'accéder directement au plan de mise au point de part leur méthode de reconstruction. On peut notamment citer l'approche inverse proposée par Soulez *et al.*[106,132]. Cette méthode itérative est basée sur la comparaison entre l'hologramme mesuré et un hologramme numériquement synthétisé à partir, entre autres, de deux paramètres, la taille de la particule et sa position supposée en $z$. La mise au point est réalisée quand l'écart entre les deux hologrammes est minimal. De fait, la réalisation de cette mise au point contient implicitement l'information sur la position en $z$.

**Méthodes basées sur le calcul d'un indicateur :** Les méthodes basées sur l'analyse des valeurs numériques du champ complexe reconstruit sont une troisième alternative. Sur ce principe Pan et Meng[133] montrent que, comme la phase doit théoriquement s'annuler au plan de restitution, on peut utiliser la partie imaginaire du champ reconstitué pour localiser les particules selon l'axe $z$. Ils proposent d'utiliser comme indicateur la variance de la partie imaginaire du champ reconstruit autour de la particule, le point de focalisation correspondant au passage par un minimum de cet indicateur. De la même façon, Dubois *et al.*[115] utilisent la minimisation de l'intégrale du module du champ complexe reconstitué. Ils montrent que cet indicateur passe par un minimum au point de focalisation pour un objet d'amplitude purement réelle et par un maximum pour un objet de phase pure. Le traitement de l'ensemble du champ complexe est aussi utilisé par Yang *et al.*[124], qui

montrent qu'il est possible de trouver le point de focalisation en $z$ via la détection de sauts de phase (la phase passant brutalement de $\pi$ à $-\pi$) sur certains groupes de pixels de l'image reconstituée. D'autres auteurs réalisent au préalable des traitements mathématiques sur le champ restitué pour améliorer la focalisation. On peut notamment citer Fugal[134] qui propose une méthode basée sur un calcul de l'écart-type du champ complexe restitué dans une zone localisée autour du centre de la particule à localiser. Au préalable, le champ restitué est convolué avec un filtre de *Sobel* qui permet d'améliorer sensiblement le rapport signal sur bruit. La méthode proposée dans ce dernier article est applicable, selon les auteurs, à des hologrammes mélangeant des particules de petites dimensions et des particules de grandes dimensions. Un bonne vision d'ensemble des méthodes de focalisation exploitant les propriétés du champ complexe est proposée par Choi *et al.*[113].

**Les autres méthodes :** Enfin, il existe des méthodes qui n'appartiennent pas à l'une de ces trois catégories. C'est le cas de celle proposée par Yang et Kang qui est basée sur le calcul du coefficient de corrélation entre deux images séparées par un espace arbitraire de $2\delta z$ mm. Comme cela est démontré dans leur article[135], ce coefficient passe par un maximum au plan de focalisation quand il est calculé à partir du module des champs reconstruits.

### 3.2.2 Choix de la méthode

Les méthodes de la première catégorie reviennent à considérer les gouttes comme des disques opaques et à chercher les minima d'intensité caractéristiques de leur position. Elles ne sont donc pas applicables en l'état à des gouttes millimétriques et transparentes. Il en est de même pour certaines méthodes exploitant le champ complexe restitué, comme celle proposée par Yang *et al.*, basée sur la recherche de sauts de phase.

Les méthodes de la troisième catégorie associent restitution et focalisation. Elles imposent, de fait, l'utilisation d'une méthode de restitution spécifique. Elles restent cependant applicables, en particulier l'approche inverse qui présente l'intérêt de permettre, en utilisant les hautes fréquences de l'hologramme, la restitution de particules hors champ.

Il est donc naturel de se tourner vers les méthodes de la deuxième catégorie basées sur le calcul d'un indicateur. Pour une goutte millimétrique et transparente, six indicateurs sont exploitables. Ils permettent de construire une fonction de mérite qui va réaliser la focalisation[133,115,116,135] :

1. la somme du module du champ

$$MOD(z) = \sum_{\xi,\eta} |Ar(\xi,\eta;z)| \tag{3.7}$$

2. la variance du champ

$$VAR(z) = \frac{1}{N} \sum_{\xi,\eta} \left\{ Ar(\xi,\eta;z) - \overline{Ar(z)} \right\}^2 \tag{3.8}$$

3. la somme du gradient du champ

$$GRA(z) = \sum_{\xi,\eta} |\nabla Ar(\xi,\eta;z)| \tag{3.9}$$

4. la somme du laplacien du champ au carré

$$LAP(z) = \sum_{\xi,\eta} \left\{ \nabla^2 Ar(\xi,\eta;z) \right\}^2 \tag{3.10}$$

5. la somme du spectre du champ dans l'espace de *Fourier*

$$SPEC(z) = \sum_{f\xi,f\eta} log \left[ 1 + TF \left| \left\{ Ar(\xi,\eta;z) - \overline{Ar(z)} \right\} \right| \right] \tag{3.11}$$

6. le coefficient de corrélation entre deux images séparées par un intervalle $2\delta z$

$$CC(z) = \frac{\sum_\xi \sum_\eta \left( Ar\left(\xi,\eta;z+\delta z\right) - \overline{Ar\left(z+\delta z\right)} \right) \left( Ar\left(\xi,\eta;z-\delta z\right) - \overline{Ar\left(z-\delta z\right)} \right)}{\sqrt{\left( \sum_\xi \sum_\eta \left( Ar\left(\xi,\eta;z+\delta z\right) - \overline{Ar\left(z+\delta z\right)} \right)^2 \right) \left( \sum_\xi \sum_\eta \left( Ar\left(\xi,\eta;z-\delta z\right) - \overline{Ar\left(z-\delta z\right)} \right)^2 \right)}} \tag{3.12}$$

avec $Ar(\xi,\eta;z)$ le champ restitué à la distance $z$ et $\overline{Ar(z)}$ sa moyenne. $N$ est le nombre de pixels pris en compte. De manière simplifiée, toutes ces méthodes basées sur le calcul d'un indicateur s'apparentent à des méthodes de dénombrement des anneaux de diffraction. Elles cherchent le plan dans lequel ce nombre d'anneaux passe par un minimal local, plan caractéristique de la focalisation.

Graphiquement, l'évolution de ces six indicateurs, calculés à partir d'un hologramme simulé (une goutte de 986 µm placée à 40 cm du plan d'enregistrement[xi] ), en fonction de la distance de propagation est présentée en figure 3.13. Pour cette simulation, le pas de restitution choisi vaut $\Delta_z = 1$ mm et le calcul des indicateurs est réalisé sur l'ensemble du champ restitué ($N = 1024^2$). Une analyse plus détaillée de cette figure, permet de mettre en évidence les points suivants :

xi. Cette partie exploite des hologrammes calculés numériquement, sauf mention contraire ils l'ont été avec ces paramètres.

- l'indicateur $MOD(z)$ passe par un minimum local et l'indicateur $VAR(z)$ par un maximum local. Les deux courbes normalisées sont approximativement complémentaires, $MOD(z) = 1 - VAR(z)$ [xii]. Les extrema locaux (39,8 cm) ne correspondent pas exactement à la position du plan central de la goutte. Cet écart, qui n'apparaît pas pour les simulations réalisée avec la modèle disque opaque, est un effet de la réfraction ;
- l'indicateur $GRAD(z)$ passe aussi par un minimum local. Il est situé à 40,1 cm et ne correspond pas non plus exactement à la position du plan central de la goutte ;
- les indicateurs $SPEC(z)$ et $LAP(z)$ présentent tous les deux au plan de focalisation, un saut brutal d'un maximum vers un minimum ; les maxima des sauts correspondent au plan de focalisation ;
- l'indicateur $CC(z)$ passe bien comme attendu par un maximum au plan de focalisation.

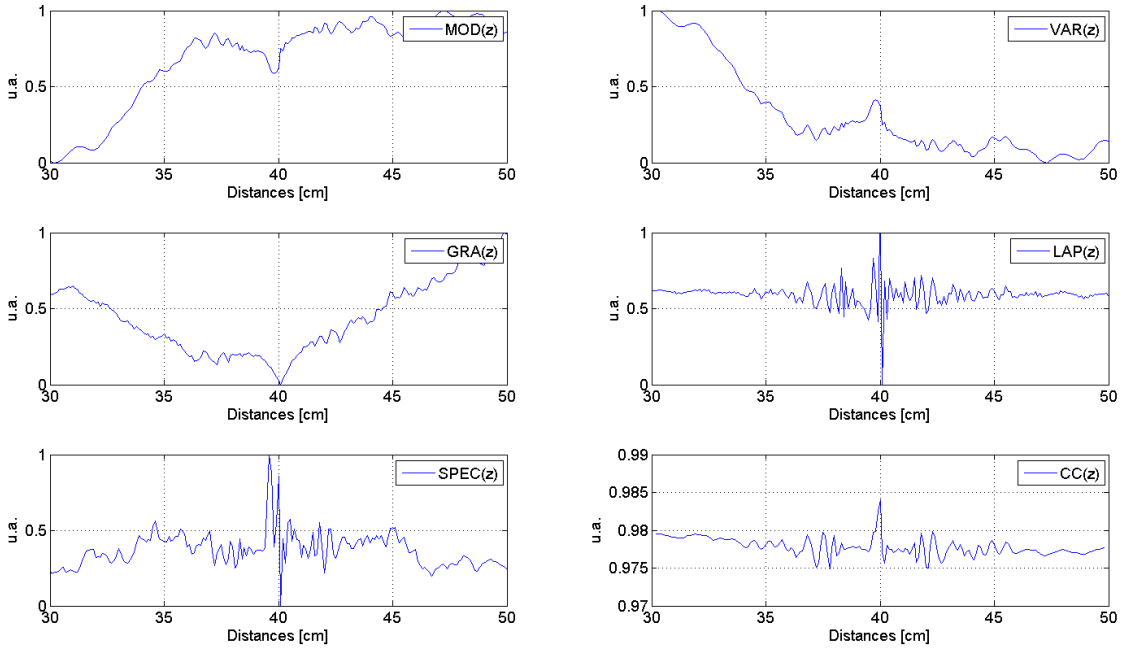



Figure 3.13 – Evolution des six indicateurs en fonction de la distance de propagation - A l'exception de $CC(z)$, les fonctions ont été normalisées par mise à l'échelle entre 0 et 1 pour faciliter leur comparaison

Ces six fonctions de mérite contiennent totalement ou partiellement des informations sur la position du plan central de la goutte. Elles permettent toutes d'accéder, plus ou moins facilement, à la focalisation. Il est possible de classer ces indicateurs en fonction de leur "efficacité" à focaliser des gouttes millimétriques et transparentes. C'est ce qui est présenté

xii. En effet pour les simulations numériques $\overline{Ar(z)} \approx 1$.

dans les paragraphes suivants.

**Calcul des indicateurs sur la partie imaginaire du champ complexe restitué :** Le champ restitué est un champ complexe. On peut donc, en chaque plan, calculer les six indicateurs non seulement sur son module ou son argument, mais aussi sur sa partie réelle ou sur sa partie imaginaire. Appliqué à l'indicateur $VAR(z)$ et pour les hypothèses formulées plus haut, on obtient les évolutions présentées en figure 3.14.

Sur cette figure, il apparaît nettement que les indicateurs calculés sur les parties réelles ou imaginaires du champ ont des extrema locaux exactement au plan de focalisation de la goutte.

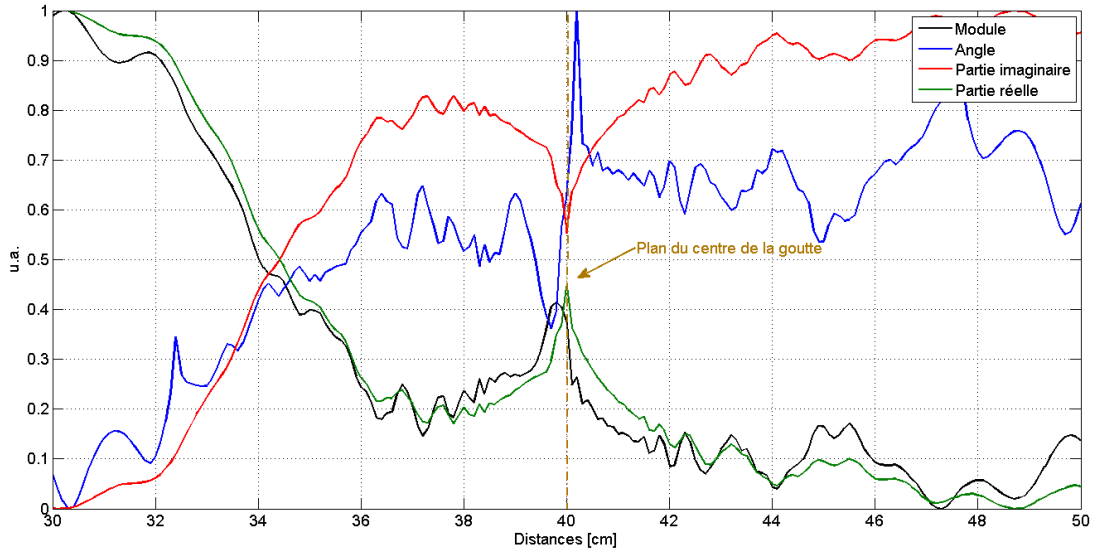



Figure 3.14 – Évolution de l'indicateur $VAR(z)$ en fonction de la distance de propagation calculé sur les différentes parties de l'ensemble du champ restitué, les fonctions ont été normalisées par mise à l'échelle entre 0 et 1 pour faciliter leur comparaison

Les six indicateurs calculés sur la partie imaginaire et avec les mêmes hypothèses ($d$ = 986 µm, $z_r$ = 40 cm), sont représentés en figure 3.15. A nouveau les calculs sont réalisés sur l'ensemble du champ restitué. Hormis pour la fonction $MOD(z)$, on constate que tous les indicateurs présentent un minimum local au plan de focalisation. Les mêmes calculs réalisés sur la partie réelle donnent des résultats comparables mais pour lesquels les minima sont remplacés par des maxima (à l'exclusion de l'indicateur $GRAD(z)$ qui passe toujours par un minimum).

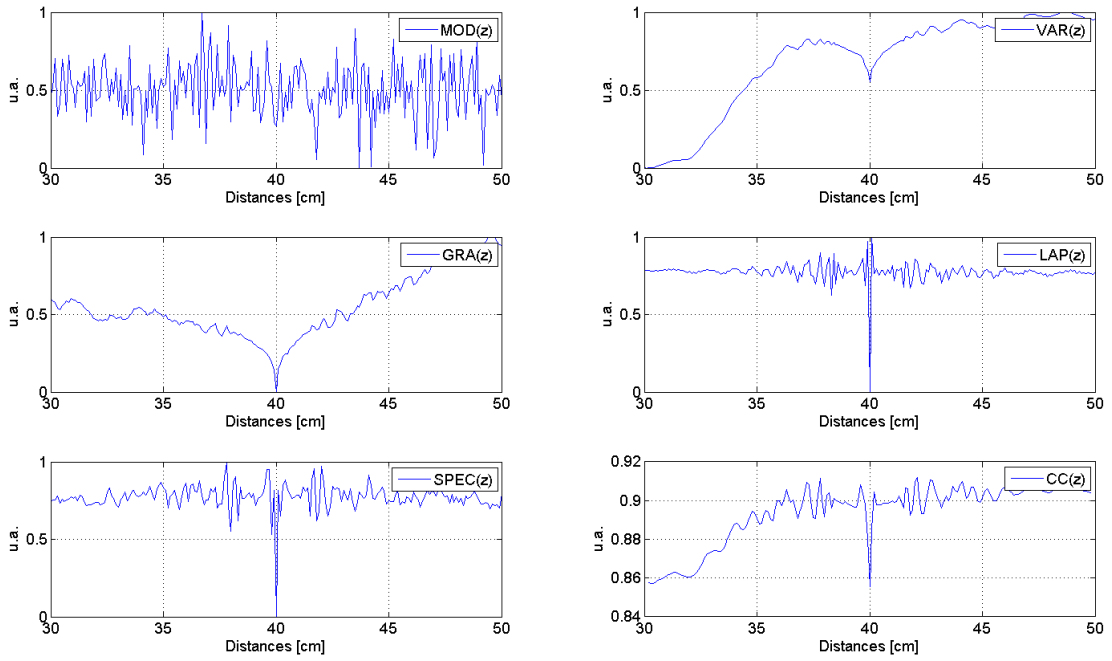



Figure 3.15 – Evolution des six indicateurs, calculés sur la partie imaginaire du champ propagé, en fonction de la distance de propagation - A l'exception de $CC(z)$, les fonctions ont été normalisées par mise à l'échelle entre 0 et 1 pour faciliter leur comparaison

Ce constat démontre qu'il est préférable d'exploiter les parties réelles et/ou imaginaires des champs restitués pour focaliser précisément les gouttes. Nous avons utilisé la partie imaginaire du champ restitué et basé la focalisation sur la détection des minima locaux, que nous appellerons "pics de focalisation".

**Calcul des indicateurs sur une zone limitée au voisinage de la figure de diffraction :** Jusqu'ici, le calcul des fonctions de mérite a été effectué sur l'ensemble du champ restitué. Toutefois, quand le nombre de figures de diffractions augmente, il devient difficile, voire impossible, de distinguer tous les minima locaux. Un indicateur calculé à partir de l'ensemble du champ restitué est alors inexploitable. C'est ce que montre la figure 3.16, qui représente l'évolution de l'indicateur laplacien ($LAP(z)$), en fonction de la distance de restitution, pour un hologramme simulé à partir de quinze gouttes dont les dimensions et positions ont été choisies de façon aléatoire. La fonction de mérite ainsi calculée ne permet pas de distinguer facilement les quinze minima locaux attendus, correspondant aux différents plans de focalisation des gouttes.

Une alternative, permettant de dépasser cette difficulté, consiste à ne plus considérer l'en-

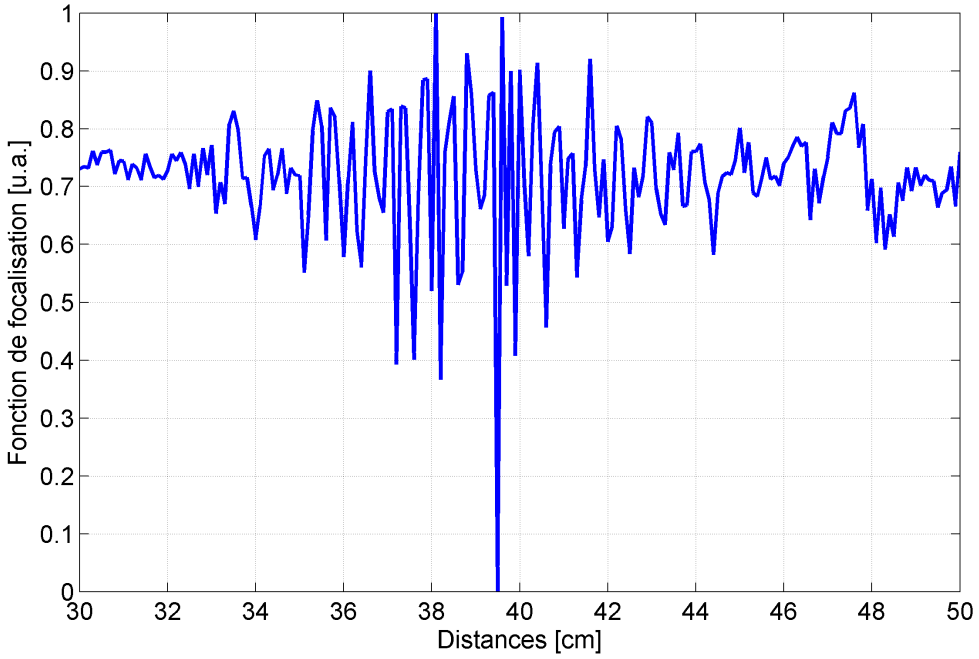



Figure 3.16 – Évolution de $LAP(z)$ en fonction de la distance de propagation pour un hologramme simulé à partir de 15 gouttes - La fonction de mérite est calculée sur la partie imaginaire du champ propagé et est normalisée par mise à l'échelle entre 0 et 1

semble du champ propagé pour réaliser le calcul de l'indicateur, mais seulement une partie réduite de ce dernier, localisée autour de la figure diffraction concernée. Si on recommence le calcul de la fonction de mérite, dans les mêmes conditions, mais en limitant $N$, le nombre de pixels pris en compte, à une fraction de l'hologramme qui inclut le motif de diffraction (cercles rouges sur la figure 3.17), on obtient les courbes de la figure 3.18.

Dans ce cas, on calcule, pour chaque goutte, une fonction de mérite qui passe par un minimum local au plan de focalisation. Quand les figures de diffraction se superposent (zone centrale de la figure 3.17) plusieurs pics de focalisation peuvent apparaître ; le plus "marqué" correspond généralement à la position de la goutte (cf. paragraphe 4.2 sur le traitement des amas de gouttes).

Grâce à cette approche, il est possible de focaliser plusieurs gouttes à partir d'un seul hologramme. C'est un processus en deux étapes : une première étape pour la détection et l'isolement des figures de diffraction dans l'hologramme et une deuxième étape pour le calcul de la fonction de mérite sur chaque partie de l'hologramme ainsi isolée.

Les dimensions de la fraction de l'hologramme utilisée pour la focalisation peuvent être

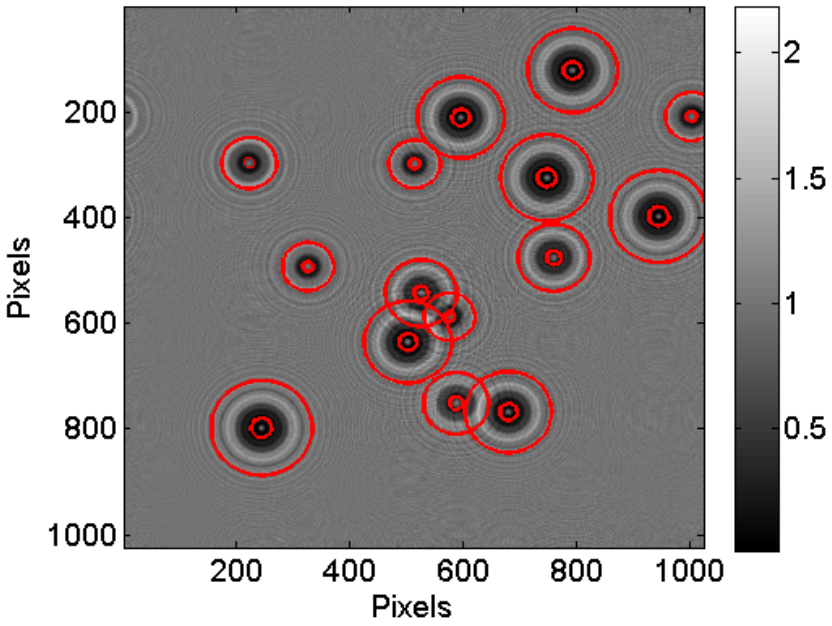



Figure 3.17 – Fraction de l'hologramme pris en compte pour calculer l'indicateur pour chacune des gouttes

optimisées au regard du calcul des indicateurs. En effet, il est possible de définir une zone bornée autour de la figure de diffraction dans laquelle il y a assez d'information pour déterminer par calcul le plan de focalisation, tout en étant suffisamment limitée pour permettre une exploitation optimale de l'ensemble de l'hologramme. Cette zone est baptisée "zone utile" de la figure de diffraction. Elle contient les $N$ pixels qui vont servir au calcul de l'indicateur en chaque plan de restitution. D'un point de vue fréquentiel, définir cette zone revient à délimiter le domaine de fréquences qui contient l'information. Pour les figures de diffractions produites par les gouttes, la forme optimale de cette zone est un disque troué, c'est-à-dire une surface borné par deux cercles. Le cercle interne permet d'exclure du calcul l'énergie liée à la réfraction qui est une source de bruit. Le cercle externe délimite le nombre d'anneaux pris en compte (hautes fréquences). La figure 3.19 montre les limites de cette zone utile exprimées en fonction du rayon de l'ombre géométrique de la goutte, $r_o$. Elle a été établie en deux temps sur la simulation numérique d'une goutte centrée dans le plan $x, y$ et située en $z = 0,4$ m. Dans un premier temps, le rayon du cercle interne a été augmenté progressivement (courbe en rouge) pour déterminer la zone de focalisation qui lui est associée. Dans un deuxième temps, c'est le rayon du disque externe qui a été diminué progressivement (courbe en bleu).

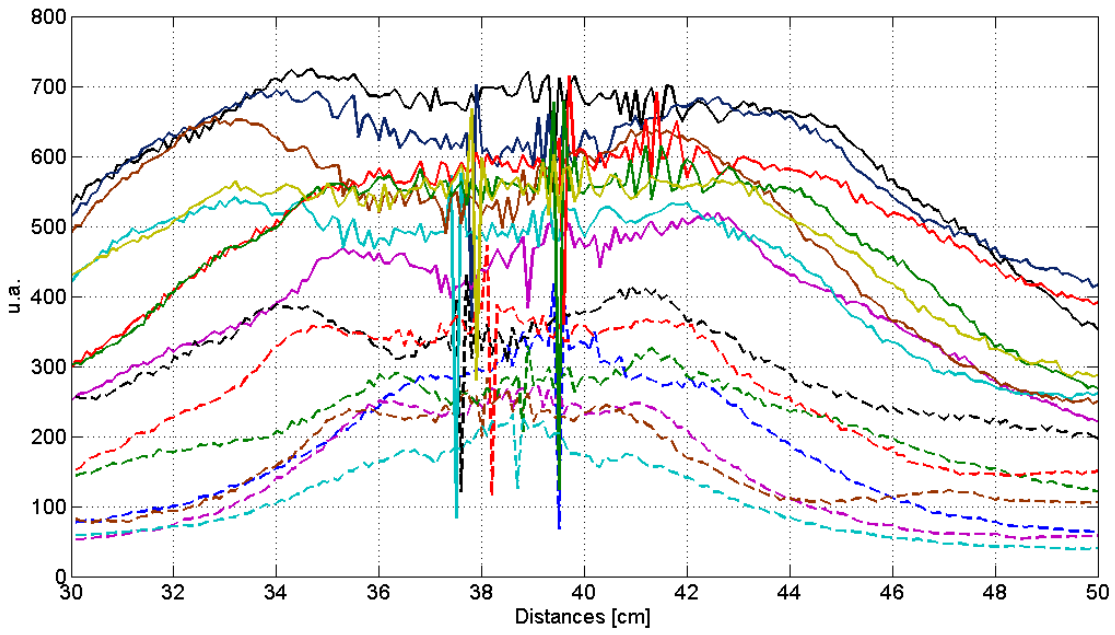



Figure 3.18 – Évolution de $LAP(z)$ en fonction de la distance de propagation pour un hologramme simulé à partir de 15 gouttes - Pour chaque goutte, le calcul est effectué sur une fraction de l'hologramme incluant la figure de diffraction

D'après cette figure, la focalisation reste exacte tant que les deux conditions suivantes sont remplies :

- un disque interne ayant un rayon supérieur à 40% et inférieur à 65% du rayon de l'ombre géométrique de la goutte ;
- un disque externe ayant un rayon supérieur ou égal à 120% du rayon de l'ombre géométrique de la goutte.

Au final, nous avons retenu un rayon interne de $0,4 \times r_o$ et un rayon externe de $2,0 \times r_o$. Ces paramètres, déterminés de façon empirique, fonctionnent pour notre configuration expérimentale. Il faudrait les ajuster pour un autre montage, en particulier si la distance entre le plan moyen des gouttes et le plan capteur change significativement.

**Classement des indicateurs et choix de la fonction de mérite :** Comme le montre la figure 3.18 pour l'indicateur $LAP(z)$, les fonctions de mérite sont portées par une ligne de base, qui ne contient pas d'information utile et qu'il est intéressant de supprimer préalablement à la recherche des pics de focalisation. Nous avons réalisé cette suppression à l'aide d'un ajustement par la méthode des moindres carrés asymétriques. Cette méthode, fréquemment employée en traitement des spectres dans différents domaines[136,137], est fa-

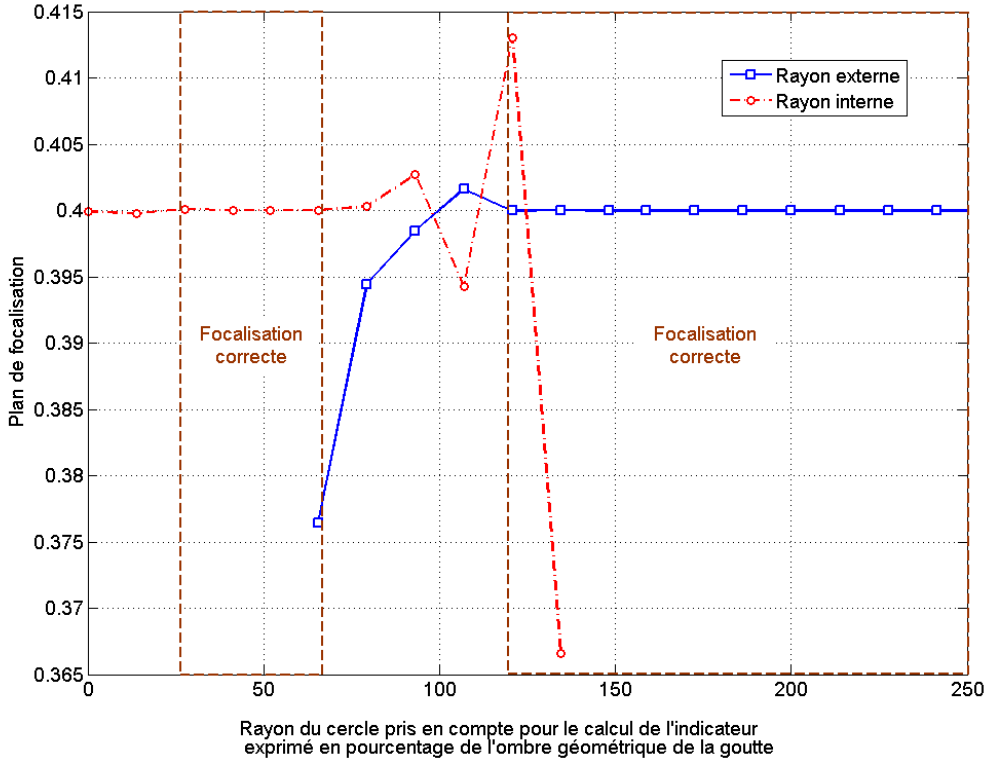



Figure 3.19 – Détermination de la zone utile sur les figures de diffraction

cilement adaptable à nos indicateurs. De façon simplifiée, son principe est de compléter la méthode classique des moindres carrés pondérés par un terme asymétrique qui va permettre d'obtenir un ajustement excluant les pics en raison de leur symétrie.

La méthode repose sur la minimisation de la grandeur suivante :

$$S = \sum_i \omega_i \left(y_i - z_i\right)^2 + \lambda \sum_i \left(\Delta^2 z_i\right)^2 \tag{3.13}$$

avec $y$ le vecteur signal à ajuster, $z$ le vecteur ligne de base, $w$ un vecteur de pondération et $\Delta^2 z_i = z_i + 2z_{i-1} + z_{i-2}$ le terme d'asymétrisation.

$\lambda$ est le paramètre qui permet de régler la balance entre les deux termes d'ajustement. Plus il est grand, plus la ligne de base est "lissée". Il doit être adapté à chaque type d'indicateur et peut être optimisé par des méthodes numériques[136]. La ligne de base ainsi déterminée est soustraite à l'indicateur brut. Cette méthode de suppression de la ligne de base est illustrée en figure 3.20.

Une fois les lignes de base supprimées, nous avons comparé les six indicateurs et le plus

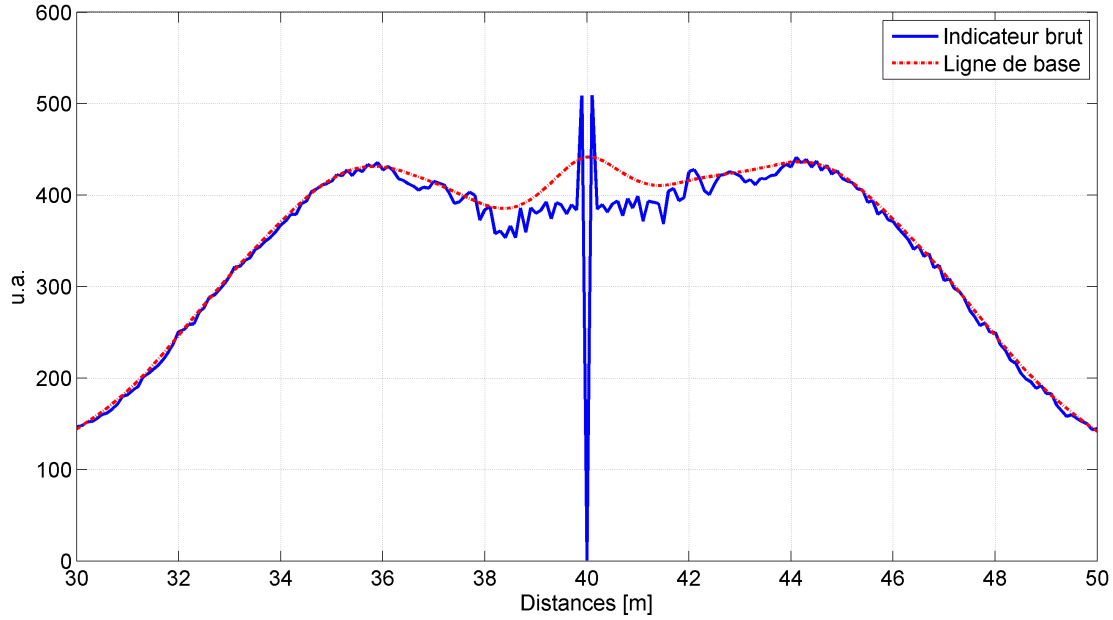



Figure 3.20 – Surpression de la ligne de base pour l'indicateur $LAP(z)$ pour un paramètre $\lambda = 100$

efficace a été retenu. Cette efficacité de focalisation a été définie à partir de deux critères : un niveau de rapport signal sur bruit maximal et une largeur à mi-hauteur (LMH) du pic de focalisation minimale.

Pour un indicateur quelconque, $Ind(z)$, le rapport signal sur bruit est défini de la façon suivante :

$$RSB = 20 \log_{10} \frac{\min(Ind(z))}{\overline{Ind(z)}} \tag{3.14}$$

avec $\min(Ind(z))$ la hauteur du pic de focalisation et $\overline{Ind(z)}$ la moyenne de l'indicateur, à l'exclusion du pic de focalisation. Il est calculé après soustraction de la ligne de base et caractérise la robustesse du positionnement.

La LMH est tout simplement la largeur du pic de focalisation mesurée à mi-hauteur par rapport au niveau de bruit résiduel, une fois la ligne de base déduite. Elle donne un ordre de grandeur de la capacité de l'indicateur à discriminer deux gouttes dont les figures de diffraction se superposent. Le tableau 3.3 présente une synthèse de cette comparaison.

On peut remarquer que deux des six indicateurs, $MOD(z)$ et $SPEC(z)$, ne présentent pas de pics significatifs. Le premier car il n'a pas été conçu pour être appliqué sur la partie imaginaire du champ, mais sur son module[115] [xiii]. Le deuxième car la limitation du calcul

xiii. La méthode de focalisation est basée sur l'invariance du module dans plan $x, y$ vis à vis de la

| Fonction de focalisation | RSB moyen [dB] | LMH moyenne [mm] |
|---|---|---|
| $MOD(z)$ | 6,5 | Pas de minimum local |
| $VAR(z)$ | 22,8 | 5 |
| $GRAD(z)$ | 19,6 | 7 |
| $LAP(z)$ | 23,0 | 2 |
| $SPEC(z)$ | <1,0 | Pas de minimum local |
| $CC(z)$ | 13,4 | 2 |

Tableau 3.3 – Comparaison entre les différents indicateurs

de l'indicateur à une zone particulière autour de la position des gouttes dans le plan $x, y$ a pour conséquence une perte d'information plus importante dans le domaine spectral que dans le domaine spatial.

Au final, les deux indicateurs les plus robustes, pour la focalisation des gouttes millimétriques et transparentes sont :

$$LAP(z) = \sum_{\xi,\eta} \left\{ \nabla^2 \Im \left( Ar(\xi, \eta; z) \right) \right\}^2 \tag{3.15}$$

et

$$VAR(z) = \frac{1}{N} \sum_{\xi,\eta} \left\{ \Im \left( Ar(\xi, \eta; z) \right) - \overline{\Im \left( Ar(\xi, \eta; z) \right)} \right\}^2 \tag{3.16}$$

où $\Im$ désigne la partie imaginaire.

Pour les essais expérimentaux présentés au chapitre 5, nous avons retenu, pour le positionnement des gouttes, la somme du laplacien de la partie imaginaire du champ, car cet indicateur présente une LMH légèrement meilleure. La focalisation s'effectue par recherche du minimum de cette fonction calculée sur une portion restreinte de l'hologramme située autour de la figure de diffraction concernée.

propagation.

Cette méthode de traitement des hologrammes en deux étapes, détection puis focalisation, et en particulier la recherche des figures de diffractions dans l'image, est détaillée dans le chapitre suivant.

# Chapitre 4

# Méthode de traitement des hologrammes

Le chapitre précédent a mis en relief la nécessité de traiter les hologrammes par partie pour parvenir à un positionnement correct de toutes les gouttes dans l'espace. Ceci implique un traitement séquentiel qui va reposer sur trois ou quatre étapes, en fonction de la densité de gouttes. Ces différentes étapes sont :

1. une étape de recherche et d'isolement des figures de diffraction ;
2. une étape de positionnement ;
3. une étape de vérification de la restitution ;
4. une étape d'optimisation, fonction du résultat de l'étape de vérification.

Ce chapitre est essentiellement consacré à la description de l'algorithme de traitement élaboré à l'occasion de ce travail. Sauf mention contraire, l'ensemble des exemples et illustrations sont réalisés à partir de simulations numériques.

En fin de chapitre, les limites de l'algorithme concernant le traitement des amas de gouttes, pour lesquels les figures de diffraction se superposent, sont abordées.

**Remarque préalable** *Dans ce chapitre, les coordonnées dans le plan objet* $(u, v)$*, dans le plan d'enregistrement* $(x, y)$ *et dans le plan de restitution* $(\xi, \eta)$ *sont confondues. Elles sont notées* $(x, y)$*.*

## 4.1 Traitement des hologrammes

### 4.1.1 Étape 1 : Recherche des figures de diffraction

La première étape du traitement d'un hologramme est la recherche des figures de diffraction dans l'image enregistrée par le capteur. C'est l'étape fondatrice de la méthode qui va permettre de construire un masque binaire permettant le traitement par parties.

Les figures de diffraction sont des groupes d'anneaux concentriques ; il s'agit donc d'identifier pour chaque goutte la position du centre de ces anneaux et un disque englobant la partie exploitable du signal de diffraction (cf. paragraphe 3.2.2). Dans le cas des amas, il faut être capable de procéder à une forme de déconvolution permettant de séparer les figures de diffraction.

Il existe plusieurs méthodes, développées au cours des deux dernières décennies, pour effectuer la reconnaissance de forme dans une image. De façon non exhaustive, on peut citer :
- les techniques basées sur la transformée de Hough (TH) et ses variantes[138] ;
- les techniques d'ajustement à des modèles par la méthode des moindres carrés[139] ou par la méthode RANSAC (Random Sample Consensus)[140] ;
- l'exploitation des algorithmes génétiques ;
- les méthodes basées sur la logique floue[141] ;
- les méthodes des descripteurs (*Fourier*, SIFT,...). Par exemple les descripteurs SIFT[142] (Scale Invariant Feature Transform) transforment l'image en une large collection de vecteurs caractéristiques, invariants aux changements dans l'image (translation, rotation, distorsions géométriques locales,...) ;
- la détection par corrélation entre deux images, l'image à traiter et une image du motif recherché ;
- les opérations de morphologie mathématique.

De façon générale, ces algorithmes ne sont pas "universels" et se révèlent efficaces pour une catégorie d'image donnée. Par exemple, la méthode des descripteurs de *Fourier* est bien adaptée à la recherche de texture, c'est-à-dire de motifs répétés dans l'image[143], mais relativement peu efficace pour détecter des formes isolées.

Au départ de cette étude, deux méthodes classiques ont été envisagées pour détecter les figures de diffraction :
- la détection de cercles par transformée de Hough, dont le principe est décrit en annexe A ;
- un traitement basé sur une succession d'opérations de morphologie mathématique.

La transformée de Hough est particulièrement adaptée à la recherche de formes géomé-

triques simples. Elle est donc indiquée pour la détection des figures de diffraction. La deuxième approche a été retenue car la structure du contraste dans les images holographiques est suffisamment simple pour permettre une binarisation efficace, qui est la première étape d'un traitement par opérations de morphologie mathématique.

Ces deux méthodes sont différentes dans leur principe. La TH repose sur la construction d'un accumulateur à partir duquel un certain nombre de cercles vont être choisis grâce à un système de vote. Le traitement par morphologie mathématique est, quant à lui, une succession d'opérations permettant d'isoler des zones de l'image correspondant aux figures de diffraction, en exploitant leur contraste au lieu de leur forme géométrique. Le choix final de la méthode a été effectué en fonction de deux critères : la performance de détection et la rapidité de traitement.

La figure 4.1 présente une comparaison des efficacités de détection des deux méthodes. Chaque point est la moyenne de 500 traitements. Elle montre clairement que le traitement par morphologie mathématique[i] est plus efficace que la TH, puisqu'il permet une segmentation correcte jusqu'à 45 gouttes de façon automatique et jusqu'à 70 gouttes avec un marquage manuel.

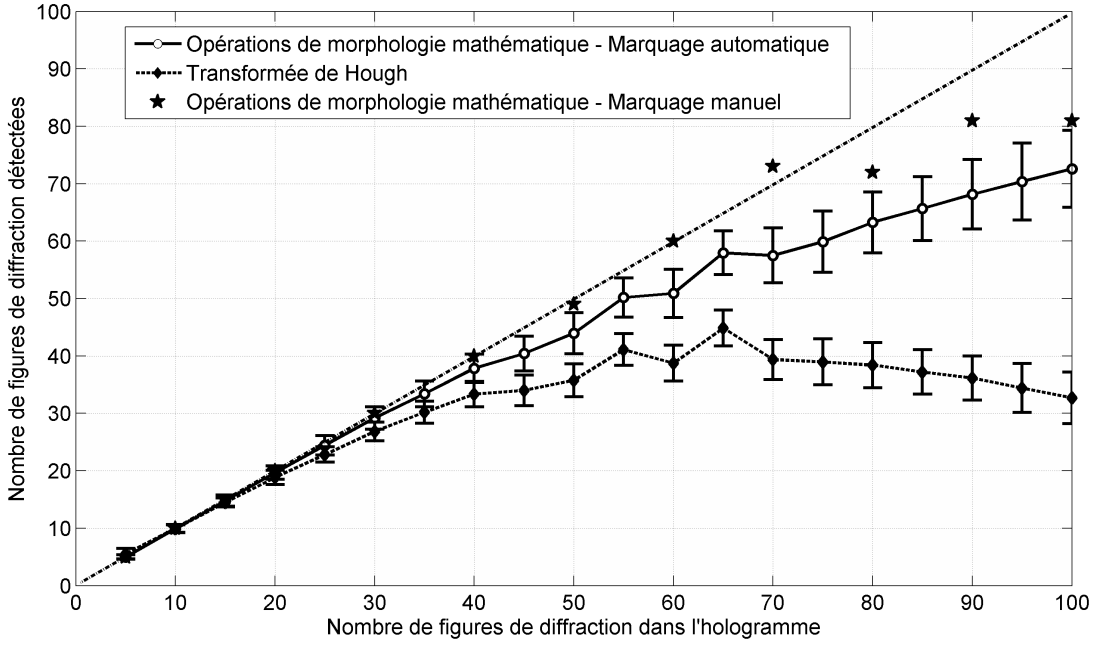



Figure 4.1 – Comparaison entre la transformée de Hough et le traitement par morphologie mathématique pour la recherche des figures de diffraction dans l'hologramme

i. Les mentions marquage manuel/automatique font référence à la création de l'image des marqueurs (cf. paragraphe 4.1.1.1).

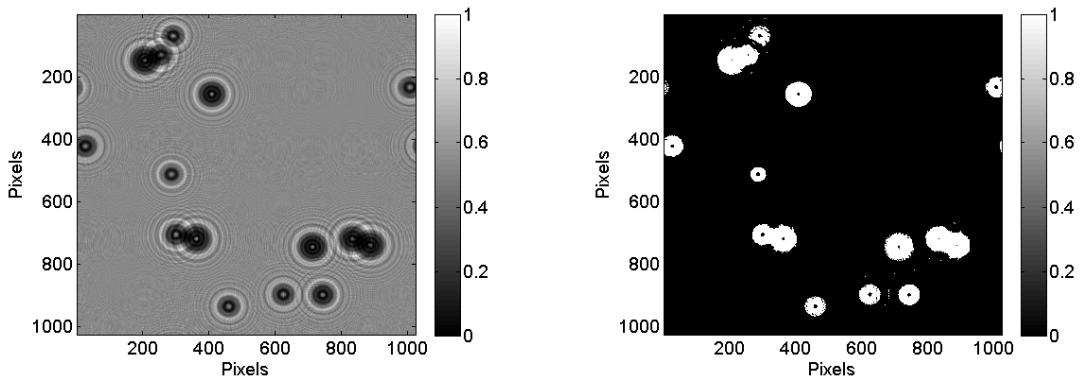
Le deuxième avantage des opérations par morphologie mathématique est l'indépendance du temps de traitement vis à vis du nombre de figures de diffraction que contient l'image. En effet, pour la transformée de Hough, quand ce nombre croit, l'accumulateur contient de plus en plus d'information, ce qui augmente, logiquement, le temps de traitement proportionnellement. Au contraire, dans le cas d'un traitement par morphologie mathématique, le nombre d'opérations à réaliser reste constant, quel que soit le nombre de gouttes. En conséquence, quand les hologrammes se complexifient le traitement par morphologie mathématique devient plus rapide que la TH.

Comme il est plus efficace et plus rapide, c'est le traitement par morphologie mathématique qui a été retenu pour la recherche des figures de diffraction. Le paragraphe suivant décrit, pour un exemple, les étapes de ce traitement, depuis la lecture de l'hologramme jusqu'au marquage des figures de diffraction.

#### 4.1.1.1 Détection des figures de diffraction

Cela a été introduit, la méthode de segmentation est basée sur une succession d'opérations de morphologie mathématique. L'algorithme de traitement correspondant est présenté en annexe B. Il repose sur les cinq opérations décrites ci-après. L'objectif final est de construire un masque binaire permettant le traitement des hologrammes par partie.

**Opération n°1 :** La matrice d'entiers codés sur 16 bits non signés, lue depuis le capteur, est préalablement normalisée en une image de niveau de gris codée entre 0,0 (noir) et 1,0 (blanc), pour faciliter la binarisation. Le résultat obtenu est illustré en figure 4.2a.




(a) Image en niveau de gris de l'hologramme (b) Binarisation de l'image en niveau de gris

Figure 4.2 – Lecture et binarisation de l'hologramme

Cette image est ensuite binarisée. Le seuil de binarisation est déterminé automatiquement par la méthode proposée par Otsu en 1979[144]. Le résultat obtenu est illustré en figure 4.2b.

**Opération n°2 :** La deuxième opération a pour objectif de nettoyer l'image binaire en éliminant les petits éléments et les défauts. Il s'agit d'une ouverture morphologique (érosion suivie par une dilatation), avec pour élément structurant un disque de 5 pixels de rayon[145]. Cette opération est immédiatement suivie par un remplissage des groupes de pixels de valeur 0, quand ils sont situés au sein d'amas de pixels de valeur 1. Le résultat obtenu est présenté en figure 4.3. A cette étape les figures de diffraction et les amas de figures de diffraction sont discriminés du fond continu de l'image, mais il est impossible de les différencier.

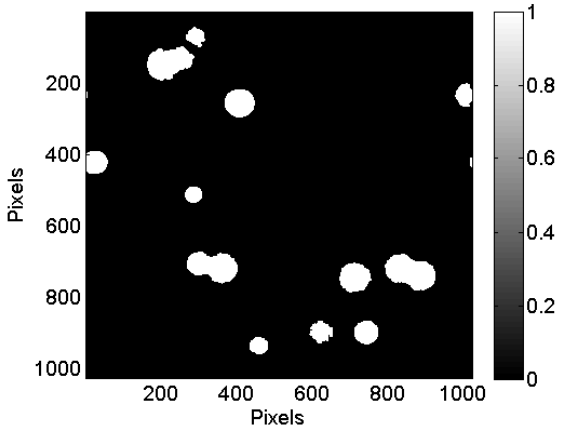



Figure 4.3 – Nettoyage de l'image binaire

**Opération n°3 :** L'opération suivante est le calcul de la transformée en distance[146]. Elle permet de traiter les amas de gouttes. Au cours de cette opération, chaque pixel se voit attribuer une valeur déterminée en fonction de sa position dans l'image binaire. Plusieurs distances peuvent être calculées, nous avons retenu la distance euclidienne qui est adaptée à la détection de cercles[147]. Dans ce cas, pour un pixel $(x_1, y_1)$ quelconque, non nul, on calcule la distance $d_e = \sqrt{(x_1 - x_0)^2 + (y_1 - y_0)^2}$, qui le sépare du pixel $(x_0, y_0)$ de valeur nulle le plus proche et on le porte à cette valeur. Avec cette transformation, plus le pixel est éloigné de la bordure de la zone considérée, plus la valeur qui lui est attribuée est importante. Pour les zones correspondant à des amas, plusieurs maxima apparaissent. Pour le traitement des hologrammes, c'est l'opposée de la transformée en distance euclidienne

qui est exploitée, ce qui permet d'améliorer les performances de l'opération n°5. Dans ce cas les maxima deviennent des minima. Le résultat de ce traitement est présenté en figure 4.4.

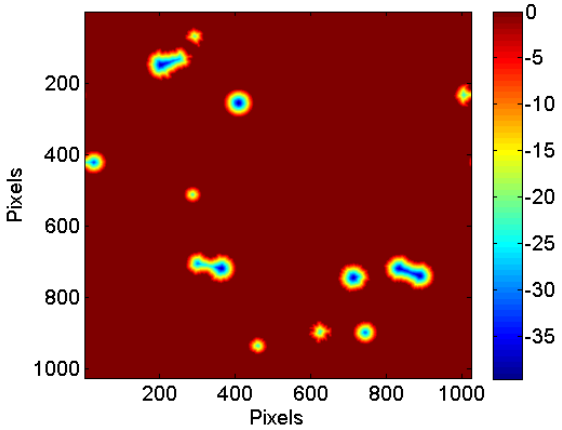
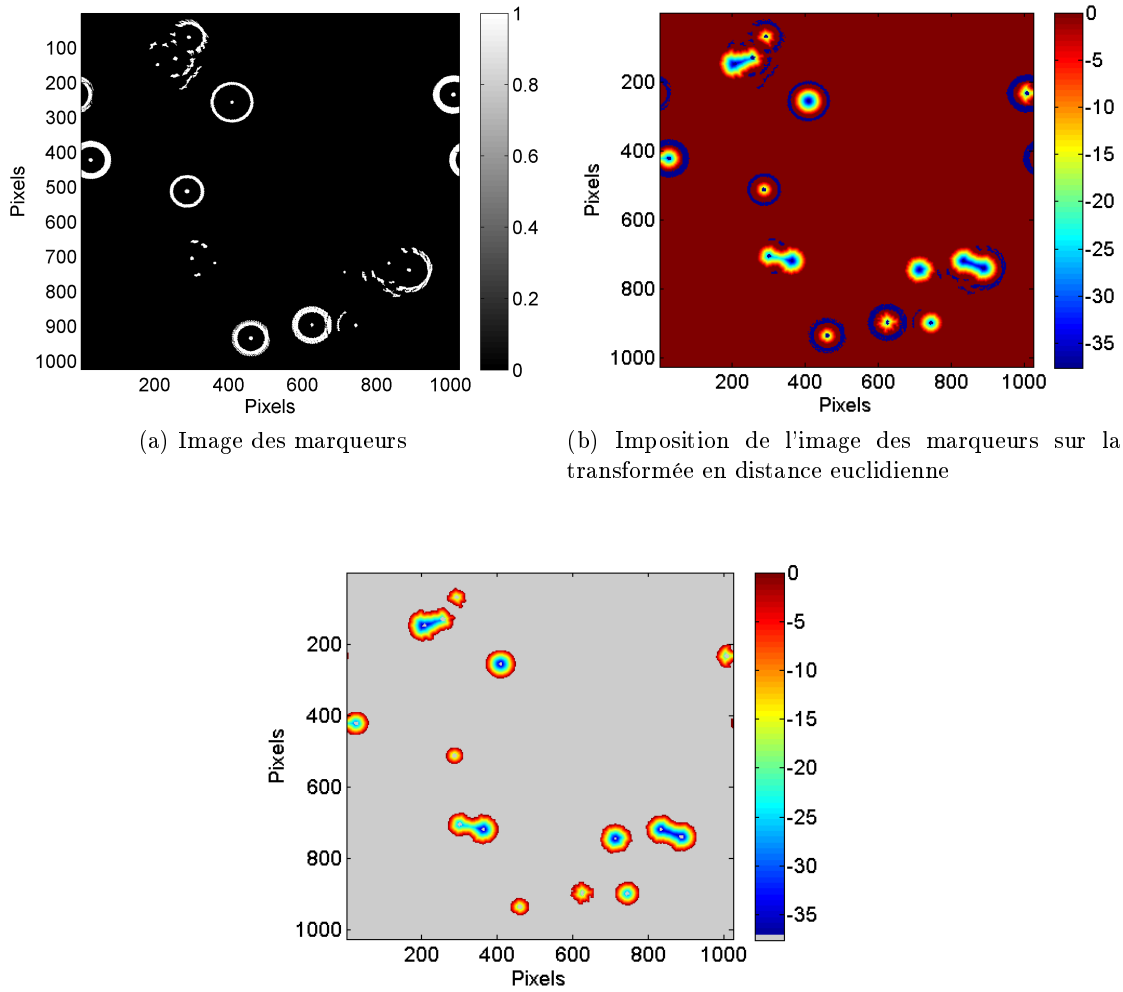



Figure 4.4 – Calcul de la transformée en distance euclidienne

**Opération n°4 :** En faisant apparaître un minima par figure de diffraction, l'opération n°3 traite la *quasi* totalité des amas. Toutefois, quand les figures de diffraction sont trop superposées, l'utilisation de la transformée en distance euclidienne ne permet pas une séparation correcte. Dans ce cas, il est intéressant d'imposer à l'image de la transformée en distance euclidienne une image de "marqueurs" permettant de positionner précisément le centre de chaque figure de diffraction et d'assurer une meilleure déconvolution des amas. Cette image de "marqueurs" (figure 4.5a) peut être produite de deux façons. Soit elle est calculée automatiquement en cherchant l'ensemble des maxima locaux par rapport à un seuil fixé, ici 0,2 fois l'intensité maximale de l'image en niveau de gris. On obtient alors une image binaire qui comprend notamment l'ensemble des centres des figures de diffraction. Soit, pour améliorer l'efficacité de détection, cette image de marqueurs est conçue "manuellement", en marquant sur l'image initiale le centre de chaque figure de diffraction.

Une fois imposée à l'image obtenue avec l'opération n°3, elle permet de spécifier dans chaque amas la position des centres, ce qui détermine le nombre de partitions (figure 4.5b) nécessaires à leur traitement. Pour finir, la partie de l'image correspondant à la partie nulle du masque défini avec l'opération n°2, tout comme les centres des amas, sont mises à une valeur théorique de $-\infty$ pour renforcer le contraste entre les zones d'intérêt et le fond de l'image. L'image résultante est une image dérivée de la transformée en distance euclidienne,

dans laquelle les centres des figures de diffraction et l'extérieur des zones identifiées ont pour valeur $-\infty$ (figure 4.5c).




(a) Image des marqueurs

(b) Imposition de l'image des marqueurs sur la transformée en distance euclidienne

(c) Mise à $-\infty$ des pixels de valeur nulle et des centres des amas (pixels représentés en gris)

Figure 4.5 – Traitement des amas par imposition d'une carte de marqueurs

**Opération n°5 :** La dernière opération est la segmentation de l'image par ligne de partage des eaux[148]. Dans ce type de traitement les niveaux de gris de l'image sont considérés comme un relief topographique. La segmentation est obtenue en simulant une montée progressive du niveau d'eau à partir des minima de ce relief fictif. Ici le remplissage s'effectue depuis les zones qui ont pour valeur $-\infty$. A chaque fois qu'un niveau haut est atteint, le pixel est considéré comme appartenant à une frontière. Un ensemble de pixels de ce type connectés délimite la frontière d'une zone de l'image. Cette zone est alors

labellisée, c'est à dire identifiée comme un ensemble particulier de l'image. Le résultat de ce traitement est présenté en figure 4.6. La représentation en fausse couleur permet d'identifier les différentes zones labellisées. Chacune d'entre-elles correspond à une figure de diffraction dans l'image.

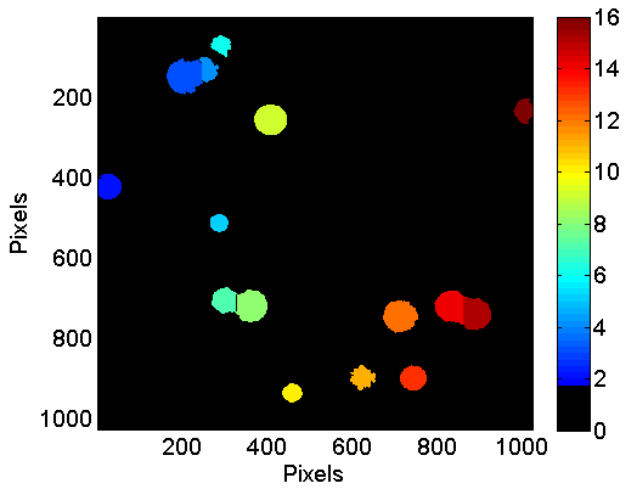



Figure 4.6 – Segmentation par ligne de partage des eaux et labellisation des zones utiles de l'image

Sur toutes les zones labellisées les paramètres suivants sont calculés :

- les coordonnées $x, y$ du centroïde ;
- la longueur, $l_a$, du grand axe de l'ellipse qui a le même second moment centré normalisé que la zone[149] ;
- la longueur, $l_b$, du petit axe de cette ellipse qui a le même second moment centré normalisé que la zone ;
- un nombre, nommé nombre d'*Euler*, $\mathcal{N}_\mathcal{E}$, défini comme le nombre d'objets dans la région moins le nombre de trous dans les objets de la région. On obtient pour l'ensemble des zones correspondants à des figures de diffraction $\mathcal{N}_\mathcal{E} = 1$. Pour le reste de l'image, $\mathcal{N}_\mathcal{E} \neq 1$. Ce nombre permet donc de repérer les zones correspondant aux figures de diffraction.

Les coordonnées du centroïde sont celles du centre de la zone d'intérêt correspondant à la figure de diffraction. A partir de $l_a$ et $l_b$, un rayon équivalent est calculé en écrivant $r_{eq} = \dfrac{l_a + l_b}{4}$. Ce rayon équivalent est une évaluation de l'ombre géométrique de la goutte. C'est cette grandeur qui est multipliée par 0,4 et 2,0 pour déterminer les limites de la zone utile (cf. paragraphe 3.2.2). Le résultat final est une délimitation des figures de diffraction telle qu'illustrée en figure 4.7.

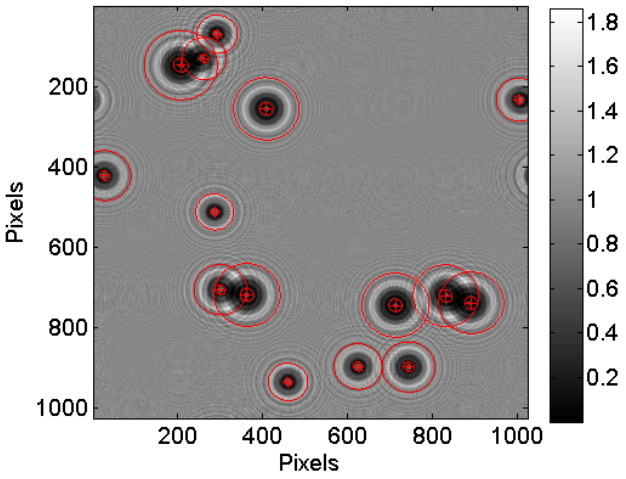



Figure 4.7 – Résultat de la recherche des figures de diffraction

### 4.1.2 Étape 2 : Extraction de la partie utile du signal et traitement

Cette recherche des figures de diffraction permet d'établir un masque binaire qui va servir à extraire le signal utile des hologrammes. Le masque binaire correspondant à la simulation numérique utilisée pour les illustrations est présenté en figure 4.8.

A l'aide de ce masque, la détermination du plan focal repose sur les étapes suivantes :

1. définition d'un espace d'interrogation borné de $z_{min}$ à $z_{max}$ et d'un pas de reconstruction $\Delta z$ (typiquement 1,0 mm). Les limites de l'espace d'interrogation doivent être en accord avec les dimensions du volume de fluide observé. Le nombre de plans reconstruits est $n_p = \dfrac{z_{max} - z_{min}}{\Delta z} + 1$ ;
2. pour chaque goutte :
   (a) création d'un masque binaire limitant la zone de traitement à la goutte concernée ;
   (b) pour chaque plan restitué :
      i. multiplication de la partie imaginaire du champ restitué par le masque ;
      ii. calcul de l'indicateur $LAP(z)$ sur l'image résultante ;
      iii. stockage des valeurs de $z$ et de $LAP(z)$.
   (c) à partir des tableaux de données de $z$ et de $LAP(z)$, construction de la fonction de focalisation et suppression de sa ligne de base (cf. paragraphe 3.2.2) ;
3. recherche des minima de chaque fonction de focalisation et des plans $z$ correspondants.

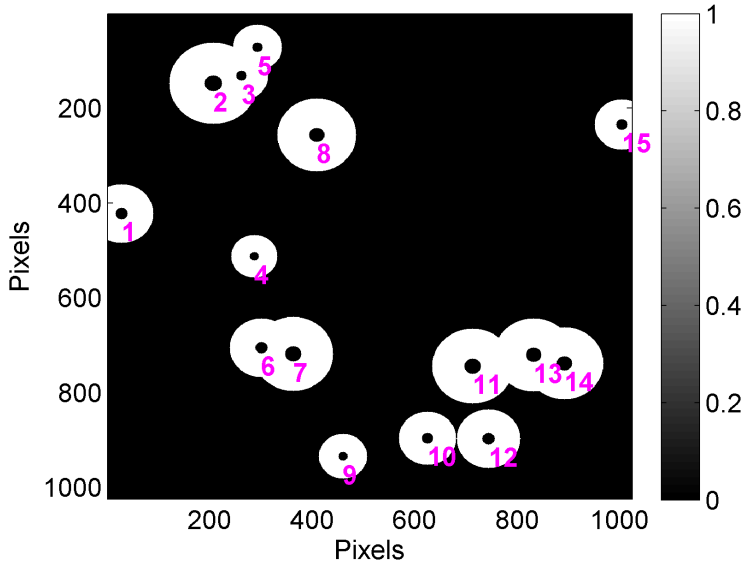



Figure 4.8 – Masque binaire permettant l'extraction de la partie utile du signal

Ce processus de traitement est illustré pour une goutte (la goutte n°3 [ii]) en figure 4.9.

Le résultat est la détermination des trois coordonnées cartésiennes du centre de la goutte.

Dans le plan $(x, y)$, la précision de ce positionnement est liée au pas d'échantillonnage, ici 17 µm. Suivant l'axe $z$, la précision est conditionnée au pas de restitution, c'est-à-dire ici 1 mm. Pour l'améliorer et descendre en dessous de ce dernier, il est possible d'ajuster, sur la partie de la fonction de focalisation située à proximité du minimum, un modèle parabolique. L'équation de cette parabole, de la forme $z = a \times [LAP(z)]^2 + b$, est établie en prenant en considération cinq plans de part et d'autre du minimum. Son sommet, $z_s = {}^{-b}/_{2a}$, est une évaluation de la position du plan de focalisation inférieure au pas de restitution.

La figure 4.10 illustre l'impact du pas de restitution ainsi que l'apport de la méthode d'ajustement sur la précision du positionnement suivant l'axe optique. Sur cet exemple, la goutte est positionnée correctement quand le pas de restitution est égal à la précision recherchée. Ainsi, un pas de recherche de 0,5 mm permet un positionnement à ± 0,5 mm alors que pour obtenir un positionnement à ± 0,1 mm, un pas de recherche de 0,1 mm est nécessaire. Sur ces résultats, il apparaît aussi nettement que l'ajustement parabolique permet de descendre à une précision inférieure au pas de restitution. Il permet donc de diminuer le temps de traitement des hologrammes en proportion du rapport du nombre de plans restitués. Par exemple, restituer avec un ajustement parabolique pour un positionnement à ± 0,1 mm permet de gagner un facteur 5 sur le temps de calcul.

ii. En référence à la numérotation portée sur le masque binaire, figure 4.8.

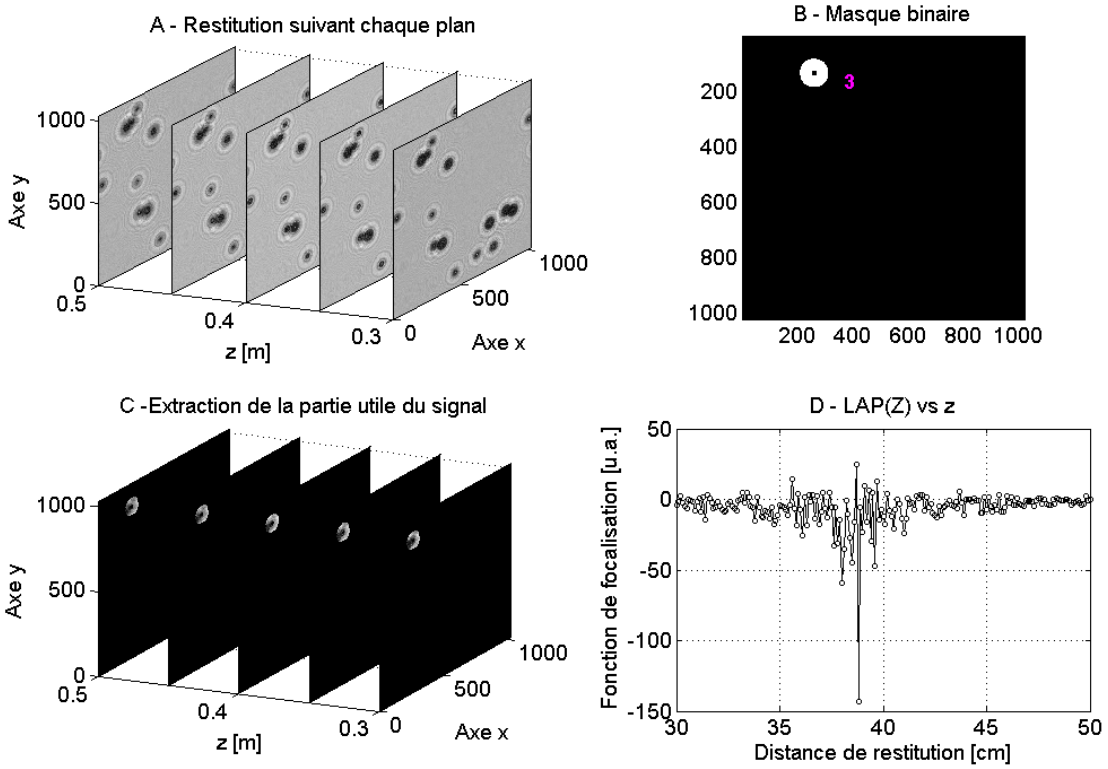



Figure 4.9 – Illustration du traitement du signal pour une goutte - A - Restitution des différents plans - B - Construction du masque binaire - C - Extraction de la part signal utile - D - Construction de la fonction de focalisation

Pour mesurer le diamètre apparent, $d$, on se place au plan de focalisation. Sur la restitution correspondant à ce plan, l'image est recentrée sur la goutte concernée et est réduite à une zone carrée de $2r_{eq}$ de côté. Cette image réduite est alors transformée en une image binaire sur laquelle le rayon du cercle correspondant à la goutte est mesuré par transformée de Hough. Ce processus est illustré en figure 4.11 pour la goutte n°3. Ce rayon est considéré comme étant celui de la goutte supposée parfaitement sphérique (cf. annexe D). Sur cette mesure, il est possible de descendre à une précision sub-pixel et d'associer un écart-type $\sigma_d = {}^{0,26}/\sqrt{d}$[150].

A partir de ces résultats, il est possible de reconstituer l'ensemble du nuage de gouttes mesuré comme le montre la figure 4.12. Sur cette figure l'échelle de couleur fait référence au diamètre des gouttes.

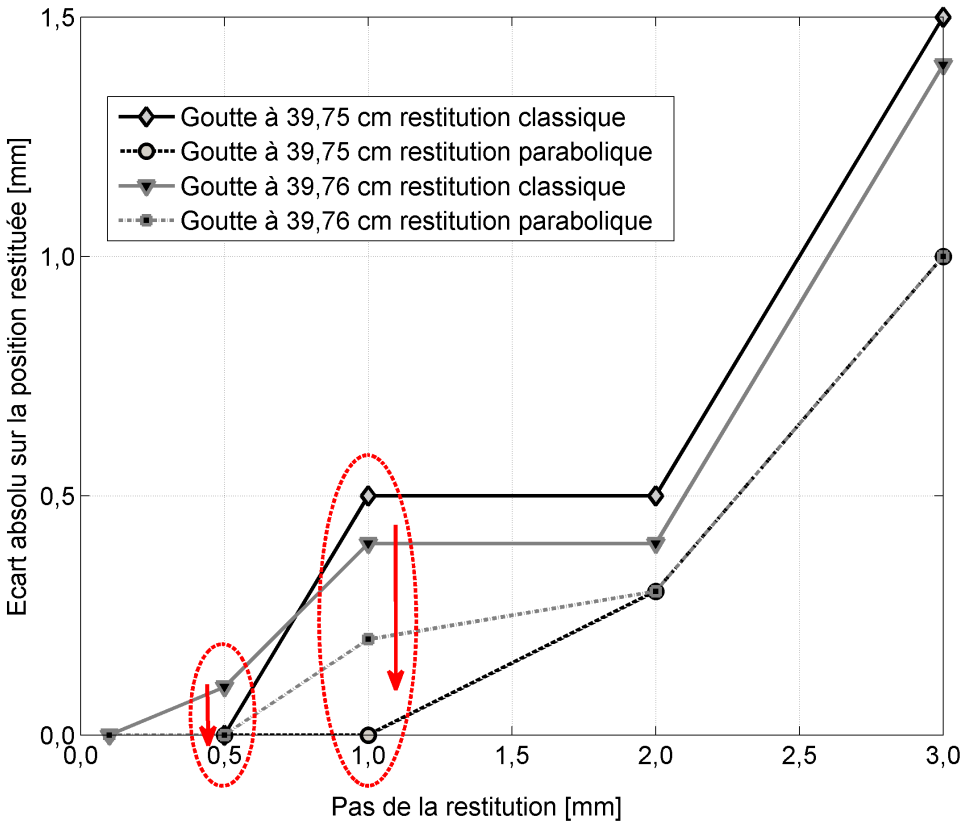



Figure 4.10 – Influence du pas de restitution et de l'ajustement parabolique sur la position suivant l'axe $z$ - Les zones cerclées de rouge montrent l'impact de l'ajustement parabolique

### 4.1.3 Étape 3 : Vérification de la restitution

Quand le nombre de gouttes devient supérieur à cinquante, ce premier traitement de l'hologramme peut conduire à des erreurs de positionnement voire à des manquements. A ceci deux raisons, la méthode de recherche des figures de diffraction qui n'a pas une efficacité de 100 % quand le nombre de gouttes augmente et la dégradation du rapport signal sur bruit de la fonction de focalisation quand les superpositions de figure de diffraction sont plus nombreuses.

Il est donc nécessaire de vérifier la pertinence de la restitution. Dans cette optique, il est possible de simuler, à l'aide du modèle défini au paragraphe 3.1.4.1, un hologramme correspondant au résultat de la restitution, pour ensuite le comparer avec l'acquisition.

Cette comparaison est effectuée en deux étapes :

– une première étape de vérification du positionnement et du dimensionnement de chaque

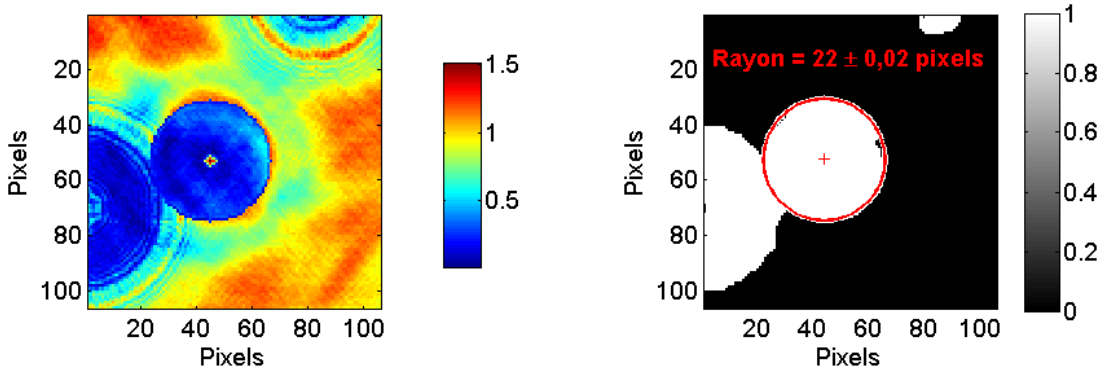



Figure 4.11 – Mesure du rayon pour une goutte - Focalisation sur la goutte (figure de gauche) - Mesure sur l'image binarisée (figure de droite)

goutte détectée ;

– une deuxième étape d'examen du reste de l'hologramme pour vérifier l'absence de goutte non détectée.

Pour les deux étapes, le traitement s'appuie sur le masque binaire construit au moment de la recherche des figures de diffraction.

Au cours de la première étape, acquisition ($I_1$) et simulation numérique ($I_2$) sont multipliées par le masque correspondant à la figure de diffraction examinée, puis un calcul de coefficient de corrélation (CC) est effectué entre les deux images[iii]. Si le résultat de cette corrélation est inférieur à 0,975, la goutte est considérée comme étant mal restituée. Cette valeur de 0,975 a été ajustée par retour d'expérience.

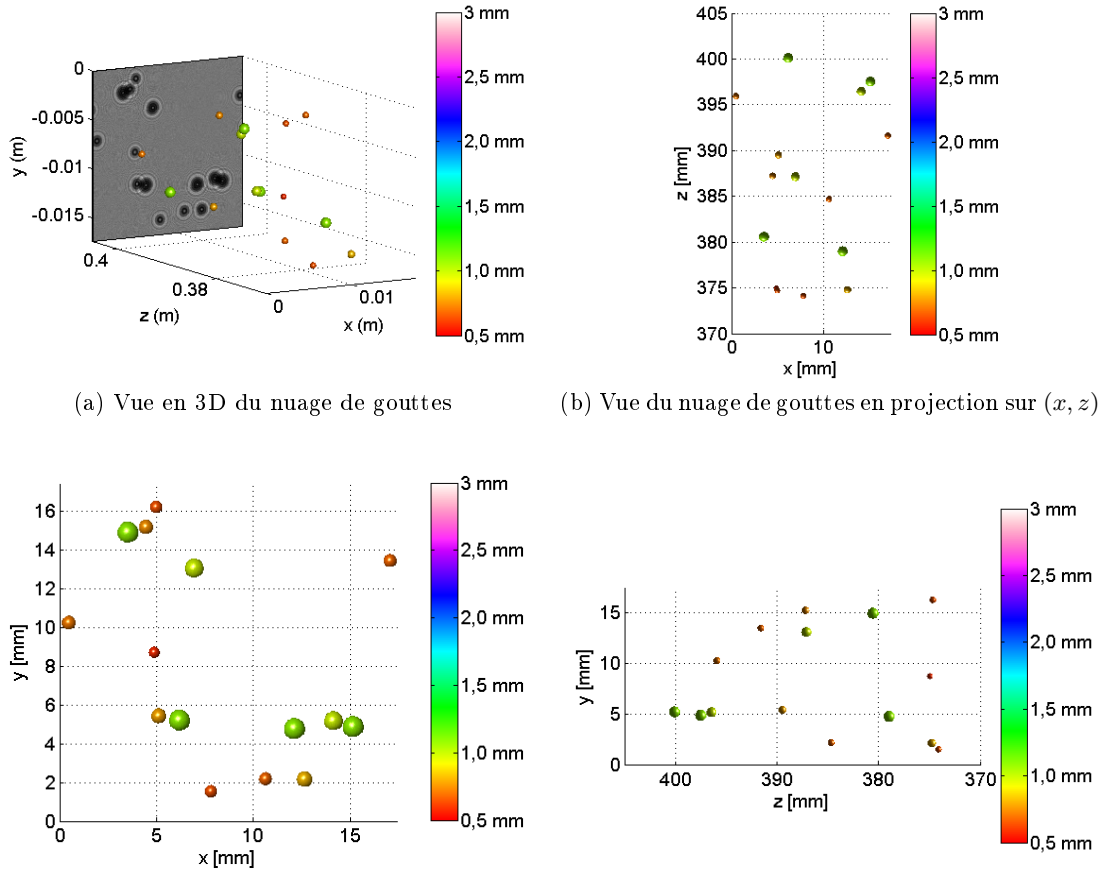
La deuxième étape est réalisée en examinant la multiplication entre l'image complémentaire du masque binaire et une image de résidu, qui est le carré des écarts entre $I_1$ et $I_2$ normalisés sur chaque pixel. Pour un pixel $(x, y)$ quelconque, ce résidu s'écrit :

$$R(x,y) = \left[\frac{I_1(x,y) - I_2(x,y)}{I_2(x,y)}\right]^2 \tag{4.1}$$

En cas de gouttes non détectées, l'image $R$ va présenter des extrema locaux à l'emplacement des carences. L'analyse de ces zones permet de trouver la position des gouttes non détectées. Chaque goutte ainsi positionnée, se voit attribuer comme caractéristiques la position suivant $z$ et le rayon moyen des autres gouttes.

Pour illustrer ce processus de vérification, on peut modifier les résultats obtenus à l'étape 2, par exemple, en décalant de 1 cm la position suivant $z$ de la goutte n°3, tout en supprimant

iii. Le calcul de ce coefficient est le même que celui de l'indicateur $CC(z)$.




(a) Vue en 3D du nuage de gouttes

(b) Vue du nuage de gouttes en projection sur $(x, z)$

(c) Vue du nuage de gouttes en projection sur $(x, y)$

(d) Vue du nuage de gouttes en projection sur $(z, y)$

Figure 4.12 – Résultat d'une restitution

complètement la goutte n°14. L'analyse de la restitution, à partir des critères définis ci-dessus, est illustrée en figure 4.13.

Sur cette vérification, on voit que les deux erreurs ont été identifiées. La goutte n°13 est aussi identifiée comme mal restituée car elle fait partie d'un amas avec la goutte n°14.

Si la vérification ne met en évidence ni carence ni mauvaise restitution, le processus de traitement de l'hologramme s'arrête. Dans le cas contraire la restitution est optimisée.

### 4.1.4 Étape 4 : Optimisation

A l'issue de la vérification, il est possible de procéder à une optimisation ciblée du résultat, c'est-à-dire centrée sur les zones mal restituées. A cet effet, la méthode du simplexe, proposée par Georges Dantzig en 1947[151], est particulièrement adaptée.

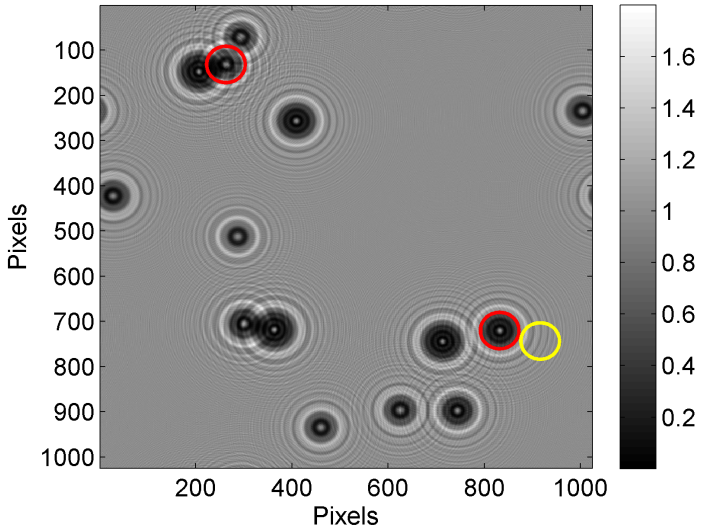



Figure 4.13 – Vérification de la restitution, les cercles rouges désignent les gouttes mal positionnées, les cercles jaunes les gouttes non détectées

De façon simplifiée, cet algorithme de résolution des problèmes d'optimisation linéaire, permet de trouver rapidement le minimum d'une fonction. Si on sait construire une fonction minimale pour un écart entre acquisition et restitution nul, on peut appliquer cette méthode pour trouver rapidement la restitution optimale d'un hologramme à partir d'un traitement initial.

Dans cette étude, nous avons retenu comme fonction de mérite la norme euclidienne de la matrice des résidus, qui est la matrice des écarts entre l'acquisition et la restitution. Le calcul de cette norme est limité au masque de la goutte correspondante pour simplifier la résolution du problème et n'optimiser qu'une goutte à la fois. Toutefois, comme ce processus d'optimisation repose sur une comparaison des intensités il est important de simuler la réfraction. En conséquence, le masque interne, utilisé pour le calcul de la fonction de focalisation, n'est pas pris en compte. L'optimisation de l'hologramme dans son ensemble est donc une optimisation, une à une, de chaque goutte mal restituée. L'ensemble des gouttes doit être simulé à chaque étape, indépendamment du masque, afin de prendre en compte les interférences entre gouttes.

Pour une goutte, l'optimisation s'effectue en trois étapes :

- une première étape qui correspond à une optimisation sur la position $x, y$ du centre de la figure de diffraction ;
- une deuxième étape qui correspond à une optimisation sur la position suivant l'axe

$z$. Cette deuxième optimisation se fait sur un espace borné, de $z_{min}$ à $z_{max}$, à l'aide d'un algorithme différent de l'algorithme classique du simplexe, basé sur la méthode de Brent[152,153] ;

– une dernière étape d'optimisation sur le rayon des gouttes.

L'intérêt de ce traitement séquentiel est qu'il permet de minimiser les confusions entre diamètre et positionnement suivant l'axe optique. En effet, comme une figure de diffraction peut être le résultat de différentes combinaisons entre le diamètre et la position, il est important d'optimiser ces paramètres en deux temps et éviter ainsi que l'algorithme ne converge vers un minimum local qui ne soit pas la solution recherchée. Comme il est plus difficile de mesurer précisément la position suivant $z$ que le rayon, l'ordre de ce traitement séquentiel doit être respecté pour obtenir une optimisation vers la focalisation. Généralement, il est nécessaire de répéter les deux dernières étapes pour atteindre un positionnement correct avec la précision recherchée.

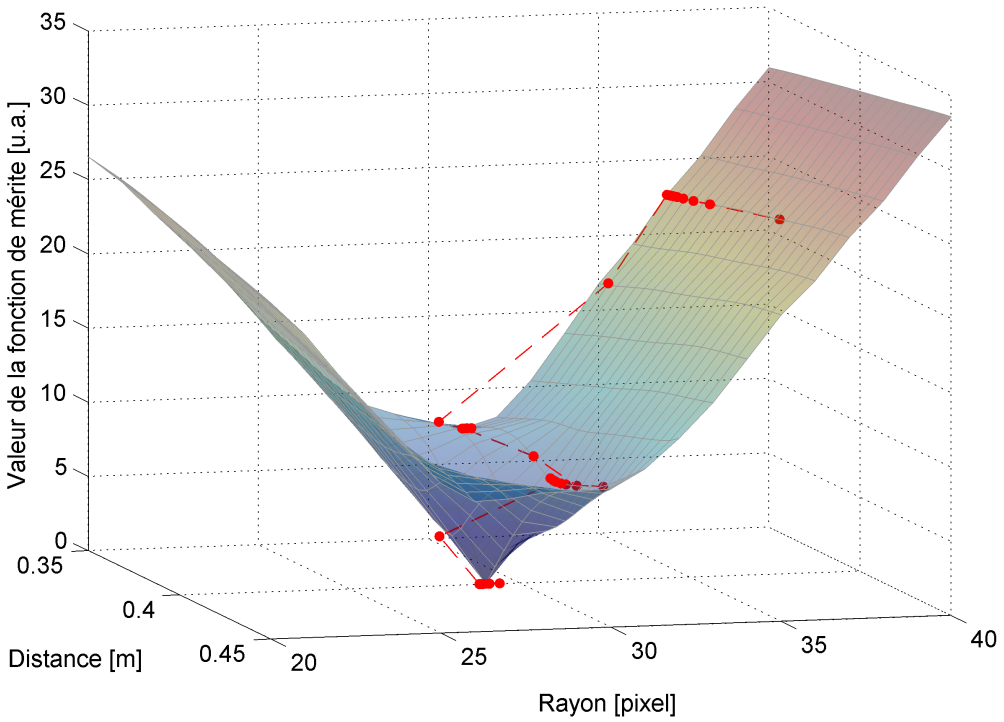



Figure 4.14 – Chemin emprunté par l'algorithme d'optimisation le long de la surface de la norme euclidienne des résidus

Il est possible d'illustrer graphiquement le principe de cette optimisation. C'est ce qui est proposé en figure 4.14. Sur cette figure, l'ensemble des solutions de la fonction de mérite,

pour une goutte, en fonction du rayon en pixel et de la position suivant l'axe $z$, est présenté sous la forme d'un relief. Le minimum de cette surface correspond à la solution du problème pour la position suivant $z$ et pour le rayon. Le trajet en pointillés est un exemple de chemin suivi par l'algorithme d'optimisation, depuis une mauvaise restitution, pour converger vers ce point. Sur ce trajet chaque point désigne un calcul d'optimisation[iv]. On distingue les différentes étapes du processus d'optimisation, à savoir une optimisation sur $z$ avec $d$ fixé suivi par une optimisation sur $d$ avec $z$ fixé, ce processus étant répété deux fois. Comme il existe une plus forte pente pour les "lignes de niveau" $z = cste$, les optimisations suivant le diamètre permettent un gain plus important que celles suivant l'axe $z$.

Cette optimisation allonge considérablement le temps de traitement des hologrammes[v]. Elle permet d'augmenter notablement le nombre de gouttes correctement positionnées dans l'hologramme, comme l'illustre la figure 4.15. Sur cette illustration le nombre de gouttes correctement positionnées, passe de 55 à 80. Ce gain sera certainement moins important pour les résultats expérimentaux eu égard à la dégradation du rapport signal sur bruit.

## 4.2 Traitement des amas de gouttes

Comme cela a été évoqué dans le paragraphe précédent, le traitement des amas reste le point le plus délicat à mettre en œuvre. En effet, de façon analogue à l'ombroscopie, deux gouttes dont les centres ont les mêmes coordonnées dans le plan $x, y$, mais ayant des positions différentes suivant l'axe $z$ , vont projeter sur le capteur deux figures de diffraction qui vont se superposer complètement. Dans cette configuration, il devient difficile, voire impossible, de déconvoluer les signaux pour positionner correctement ces deux gouttes dans l'espace.

Quand les positions des deux centres dans le plan $x, y$ différent, les figures de diffraction sont plus ou moins superposées, entrainant un multiplexage fréquentiel plus ou moins difficile à traiter. La figure 4.16 illustre ce point à partir d'une simulation numérique. Dans cet exemple, la goutte de petit diamètre ($d = 20$ px, $z = 0,395$ m) et la goutte de grand diamètre ($d = 60$ px, $z = 0,340$ m) ont un recouvrement de 50%. Le tracé de l'indicateur $LAP(z)$ en fonction de la distance de restitution, fait apparaître deux minima locaux correspondant aux positions respectives de chacune des gouttes, alors qu'une seule

iv. Les valeurs initiales sont respectivement de 37 pixels pour le rayon et de 41,2 cm pour la position suivant $z$. Le résultat, 29 pixels pour le rayon et de 40,0 cm pour la position suivant $z$, est atteint en 49 itérations.

v. Pour un hologramme de 80 gouttes, le temps de traitement initial est d'environ 600 secondes, l'optimisation des 41 gouttes mal restituées porte ce temps de traitement à 48500 secondes, avec un critère de convergence de $10^{-4}$m sur la distance suivant $z$ et $10^{-1}$mm sur le rayon et une machine de calcul standard.

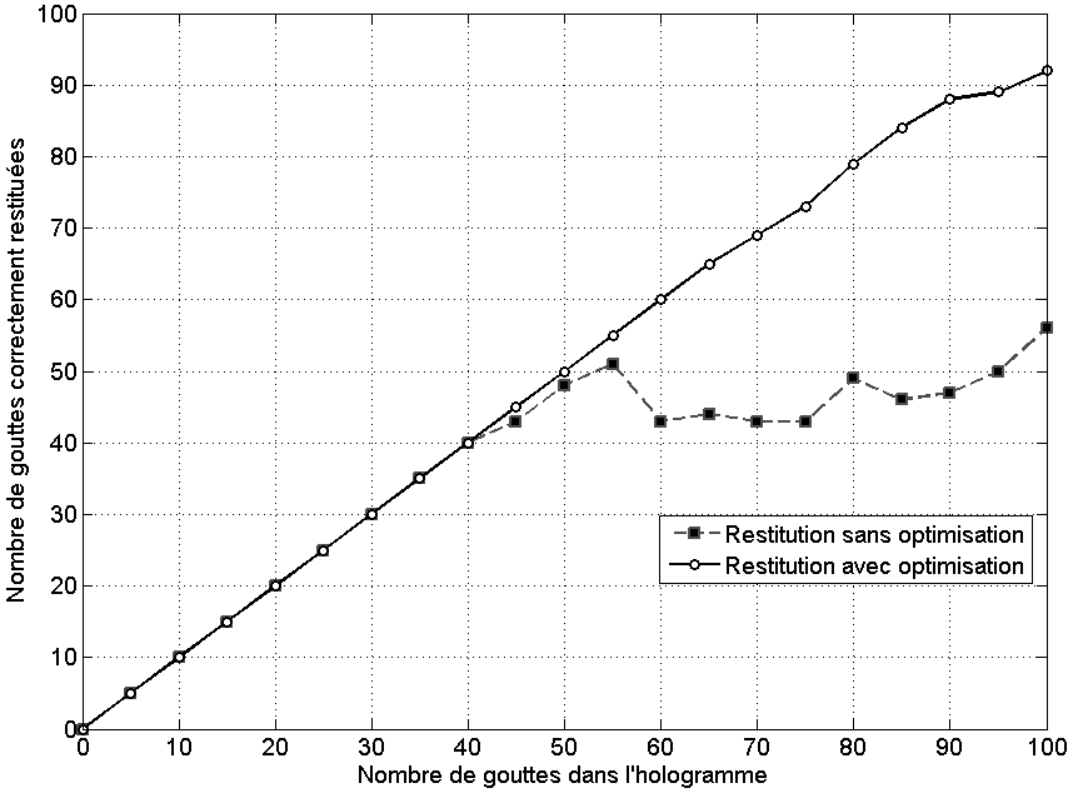



Figure 4.15 – Influence de l'optimisation du traitement sur le nombre de gouttes correctement positionnées

goutte a été détectée par l'algorithme (cercle rouge sur la figure 4.16). Ceci démontre que la convolution des signaux ne conduit pas à une perte complète de l'information et autorise un traitement des amas.

A partir de ce constat, il est possible de postuler l'existence d'une limite à la superposition ; limite à partir de laquelle il devient impossible de traiter les amas avec la méthode décrite au paragraphe précédent. Au premier ordre, elle semble liée aux performances de l'algorithme de recherche.

Quoiqu'il en soit, la connaissance de cette limite est importante, car elle détermine les performances de la méthode de traitement. Afin de l'évaluer, il est possible d'étudier les performances de la méthode de traitement sur des amas de deux gouttes dont les positions sont maîtrisées. C'est ce qui est présenté dans les paragraphes suivants sur la base de simulations numériques.

Les deux cas suivants sont considérés :

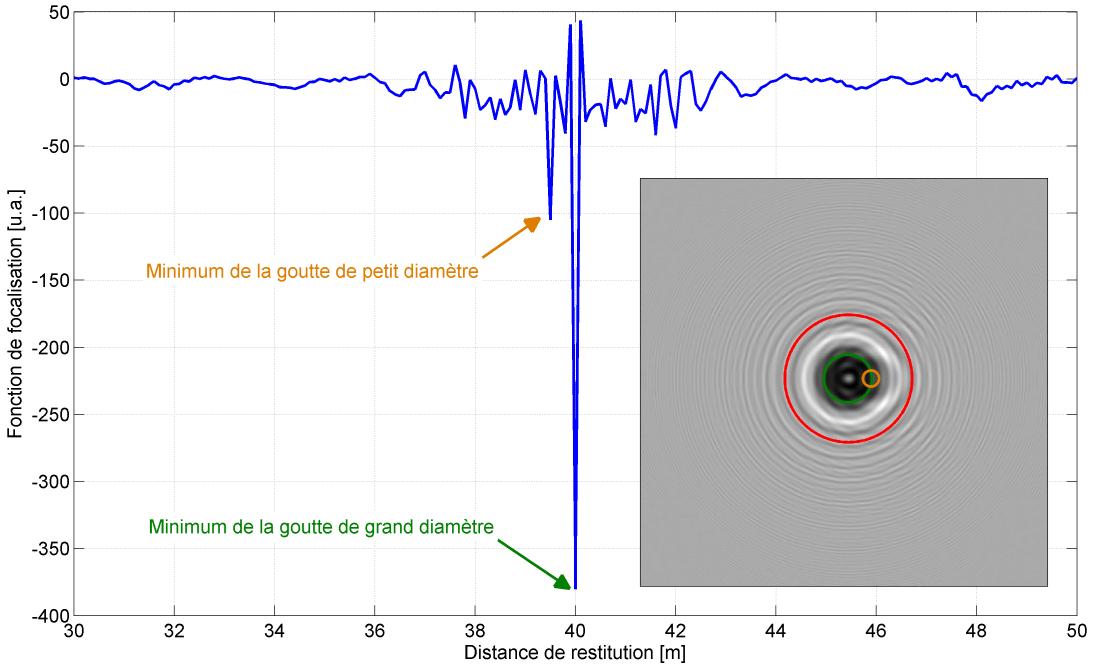



Figure 4.16 – Indicateur $LAP(z)$ pour une simulation numérique d'un amas de deux gouttes, une goutte de 340 µm (cercle orange) et une goutte de 1,02 mm (cercle vert), avec 50% de recouvrement

- le cas de deux gouttes de même diamètre ;
- le cas de deux gouttes de diamètres différents. Ce deuxième cas est lui-même subdivisé en deux sous cas, selon que la goutte de petit diamètre se situe devant ou derrière la goutte de grand diamètre, par rapport au plan du capteur.

A chaque fois, trois écarts selon $z$ (1 mm, 10 mm et 50 mm) ainsi que quatre fractions de recouvrement pour la surface des gouttes (0%, 25%, 50% et 75%), sont testés. Dans ces simulations, la première goutte est toujours positionnée au centre de l'hologramme. La deuxième prend différentes positions en fonction de la fraction de recouvrement désirée. Dans ce cas, la fraction de recouvrement est définie comme la part de l'ombre géométrique de la deuxième goutte en intersection avec l'ombre géométrique de la première goutte. Cette notion est illustrée en figure 4.17. Sur cette figure, les cercles rouges délimitent le contour des ombres géométriques des gouttes. Les deux gouttes sont décalées suivant l'axe $z$ de 10 mm, la goutte de petit diamètre est placée entre le capteur et la goutte de grand diamètre.

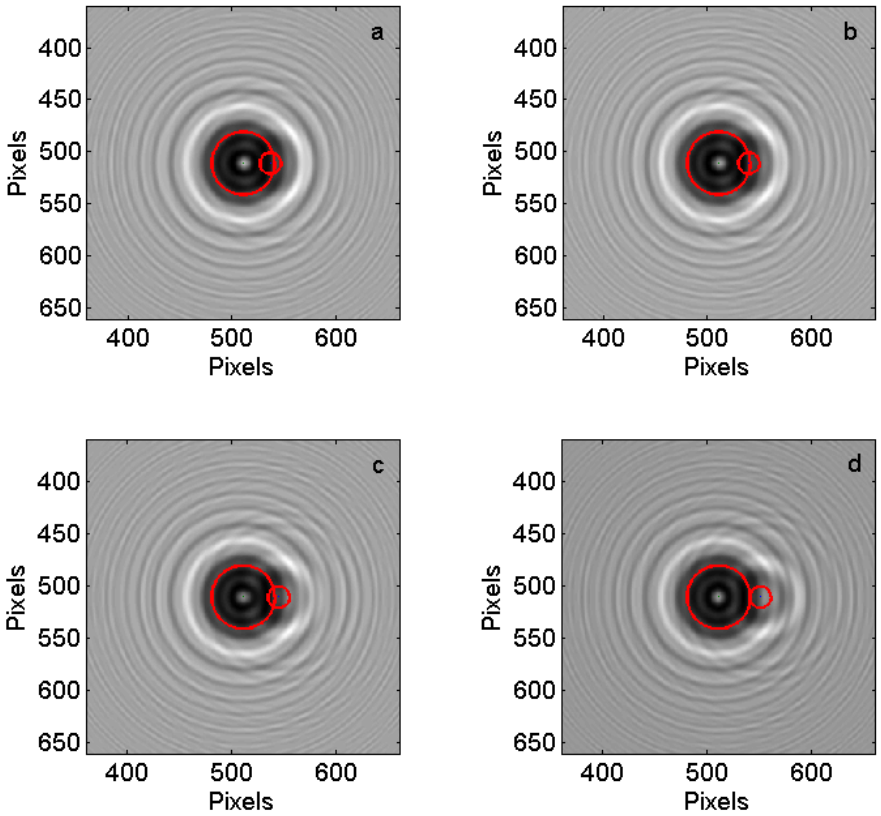


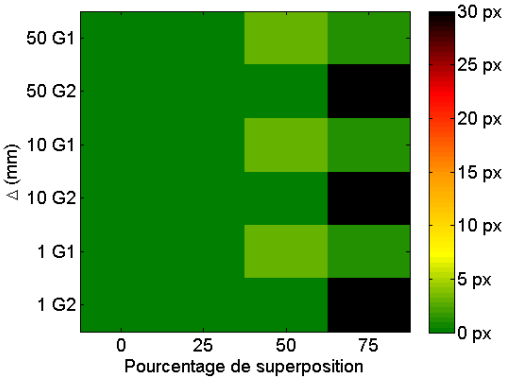

Figure 4.17 – Exemples de simulations numériques d'un amas de deux gouttes, une goutte de 340 µm et une goutte de 1,02 mm - a - 75% de recouvrement - b - 50% de recouvrement - c - 25% de recouvrement - d - 0% de recouvrement

### 4.2.1 Cas de deux gouttes de même diamètre

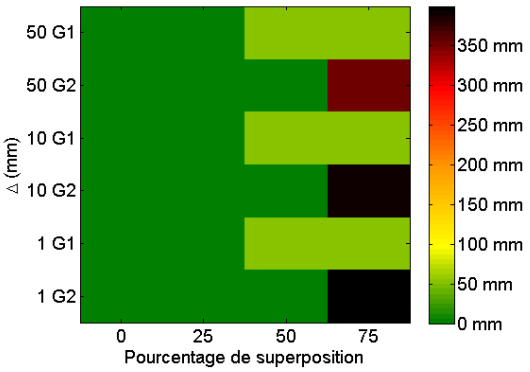
Pour ce premier cas, les deux gouttes ont le même rayon, 0,51 mm soit 30 pixels. La goutte notée G1 est fixe. Elle est située à l'arrière plan, en $z = 0,400$ m [vi]. La goutte notée G2 est celle qui est déplacée pour les différentes simulations. Ses positions respectives suivant l'axe $z$ sont : $0,399$ m, $0,390$ m et $0,350$ m. La figure 4.18 présente les résultats du traitement de cet amas, pour le rayon $r$ et pour la position suivant $z$, avant et après optimisation.

Sur cette figure, l'échelle de couleur correspond à l'écart absolu entre la valeur attendue et la valeur restituée. Avant optimisation, la restitution des diamètres et positions suivant $z$ est correcte jusqu'à 50% de recouvrement. Avec 75% de recouvrement, la goutte G2 n'est pas détectée. Si l'optimisation permet de discriminer les deux gouttes avec 75% de recouvrement, la position de la goutte G2 reste entachée d'une erreur.

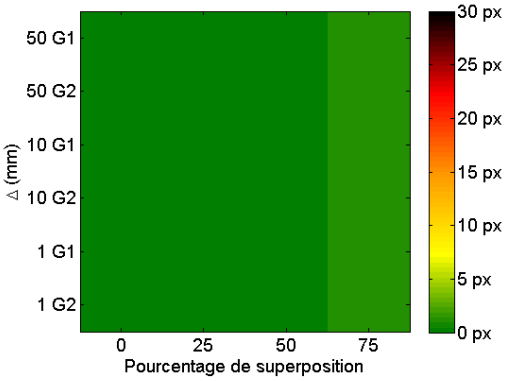
vi. Distance entre le plan du capteur et le plan du centre de la goutte.



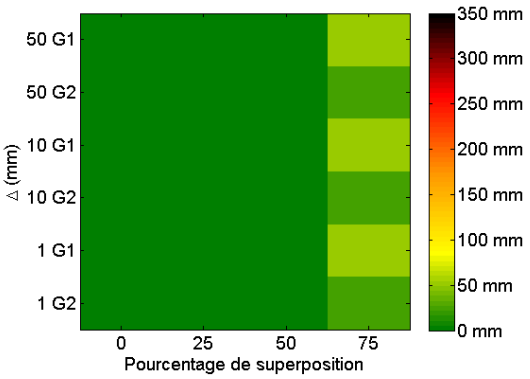

(a) Mesure du rayon sans optimisation




(b) Mesure de la position suivant $z$ sans optimisation




(c) Mesure du rayon avec optimisation




(d) Mesure de la position suivant $z$ avec optimisation

Figure 4.18 – Traitement d'un amas de deux gouttes identiques

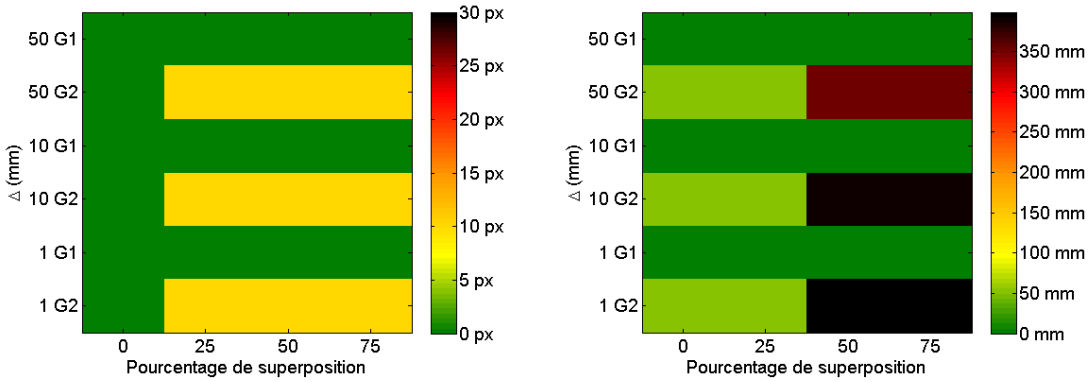
### 4.2.2 Cas de deux gouttes de diamètres différents

Pour ce deuxième cas, les gouttes ont deux diamètres différents. La goutte notée G1 est fixe, elle a un diamètre 0,51 mm soit 30 pixels. La goutte notée G2 est mobile, elle a un diamètre de 170 µm, c'est-à-dire 10 pixels. Le facteur 3 sur les rayons a été choisi pour accentuer la différence entre les deux figures de diffraction. Il s'agit d'une configuration défavorable.

#### 4.2.2.1 Cas d'une goutte de petit diamètre placée devant une goutte de grand diamètre

Dans ce cas, les positions respectives de la petite goutte G2 suivant l'axe $z$ sont : $0,399$ m, $0,390$ m et $0,350$ m. La figure 4.19 présente les résultats du traitement de cet amas, pour

le rayon et pour la position suivant $z$, avant et après optimisation. A nouveau, l'échelle de couleur correspond à l'écart absolu entre la valeur attendue et la valeur restituée.




(a) Mesure du rayon sans optimisation

(b) Mesure de la position suivant $z$ sans optimisation

(c) Mesure du rayon avec optimisation

(d) Mesure de la position suivant $z$ avec optimisation

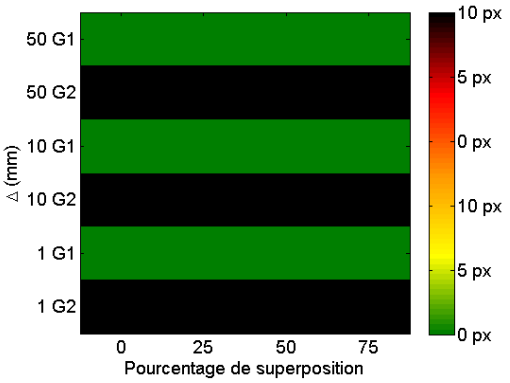
Figure 4.19 – Traitement d'un amas de deux gouttes de diamètres différents, la goutte de petit diamètre G2 est située entre la goutte de grand diamètre G1 et le capteur

Avant optimisation la restitution des diamètres et positions suivant $z$ n'est correcte que jusqu'à 25% de recouvrement. Au-delà, la goutte G2 n'est pas détectée. L'optimisation permet de discriminer les deux gouttes, jusqu'à 50% de recouvrement.

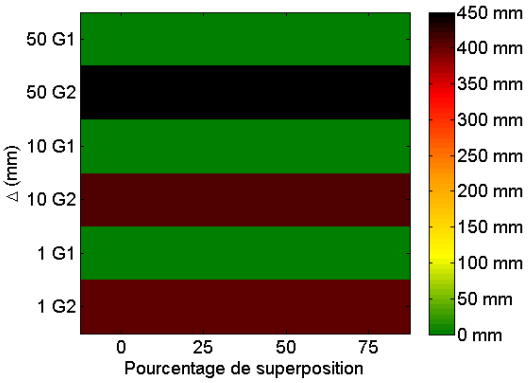
#### 4.2.2.2 Cas d'une goutte de petit diamètre placée derrière une goutte de grand diamètre

Dans ce cas, les positions respectives de la petite goutte G2 suivant l'axe $z$ sont : $0,401$ m, $0,410$ m et $0,450$ m. La figure 4.20 présente les résultats du traitement de cet amas, pour

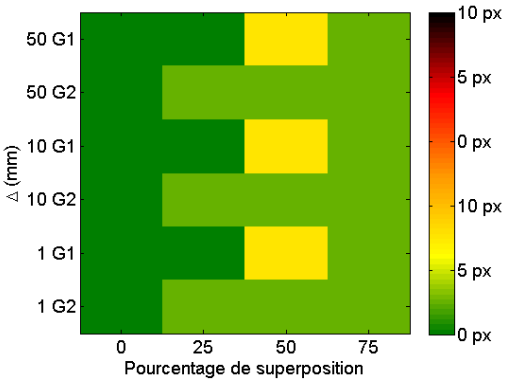
le rayon et pour la position suivant $z$, avant et après optimisation. L'échelle de couleur représente toujours l'écart absolu entre la valeur attendue et la valeur restituée. Dans ce



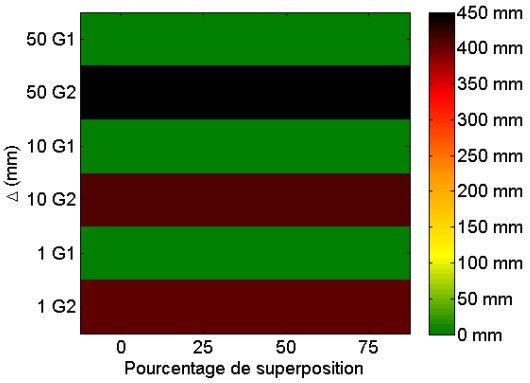

(a) Mesure du rayon sans optimisation




(b) Mesure de la position suivant $z$ sans optimisation




(c) Mesure du rayon avec optimisation




(d) Mesure de la position suivant $z$ avec optimisation

Figure 4.20 – Traitement d'un amas de deux gouttes de diamètres différents, la goutte de grand diamètre G1 est située entre la goutte de petit diamètre G2 et le capteur

cas la figure de diffraction associée à la goutte G2 est masquée par celle liée à la goutte G1. Avant comme après optimisation la goutte G2 n'est pas détectée. L'optimisation ne permet pas de discriminer les deux gouttes. Tout se passe comme s'il n'y avait qu'une seule goutte.

De ces simulations on peut dresser le bilan suivant :

- la déconvolution reste efficace jusqu'à 75% de recouvrement, si la population des gouttes est homogène en diamètre, ce qui permet de traiter la plupart des amas ;
- quand les gouttes ont une distribution en diamètre plus étendue ($d_{max} \geqslant 3 \times d_{min}$), les gouttes de petit diamètre sont détectables jusqu'à 50 % de recouvrement si elles sont

situées devant les gouttes de grand diamètre ;
- de façon analogue aux techniques ombroscopiques, quand une goutte de petit diamètre est masquée par une goutte de grand diamètre, elle n'est pas détectée.

Cette étude du traitement des amas clos le chapitre 4. Elle sera à nouveau abordée, mais cette fois-ci du point de vue expérimental, dans le chapitre suivant qui est dédié à l'évaluation des performances de la méthode sur un dispositif de référence.

# Chapitre 5

# Validation sur un dispositif expérimental de référence

Ce chapitre traite la partie expérimentale des travaux. Il décrit le dispositif, dit de référence, conçu et utilisé pour définir les performances de l'holographie numérique en ligne pour la caractérisation des écoulements liquide-liquide. Il propose une analyse non exhaustive des différentes causes d'erreurs liées aux conditions expérimentales et présente les résultats obtenus pour des gouttes de TPH en ascension dans un volume d'eau statique.

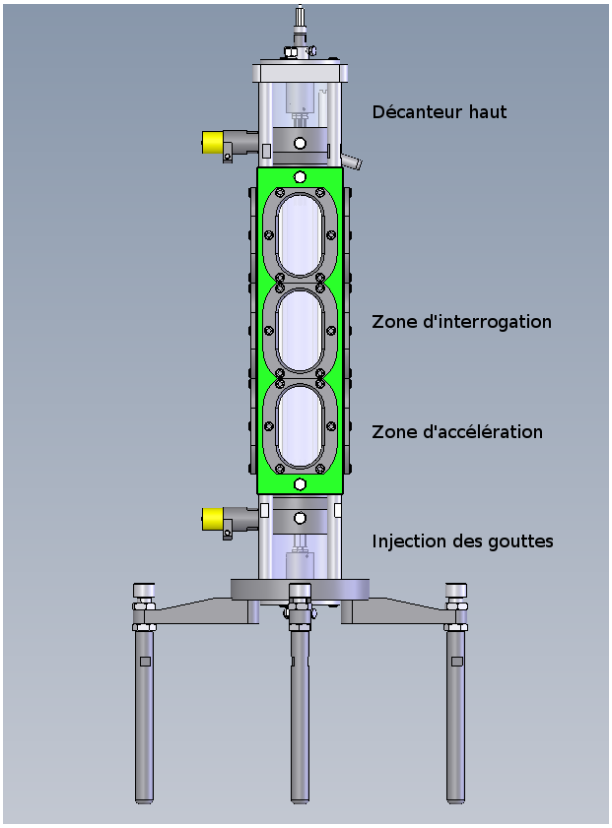
## 5.1 Description du dispositif de référence

Pour déterminer expérimentalement les performances de l'holographie numérique quant à la caractérisation des émulsions, un dispositif permettant de générer simultanément une population de une à sept gouttes "calibrée(s)" a été conçu et réalisé. Dans cet outil, après qu'elles ont été créées, les gouttes se déplacent au sein d'un tube ($\phi_{int}$=30 mm) simulant le fût d'une colonne d'extraction liquide-liquide. Ce tube est amovible. Il a été enlevé pour les essais présentés dans ce chapitre. L'ensemble est placé dans une double enveloppe parallélépipédique qui minimise les déformations optiques apportées par le fût. Cette double enveloppe possède douze hublots permettant de visualiser l'émulsion. La figure 5.1 propose une vue d'ensemble du dispositif de référence.

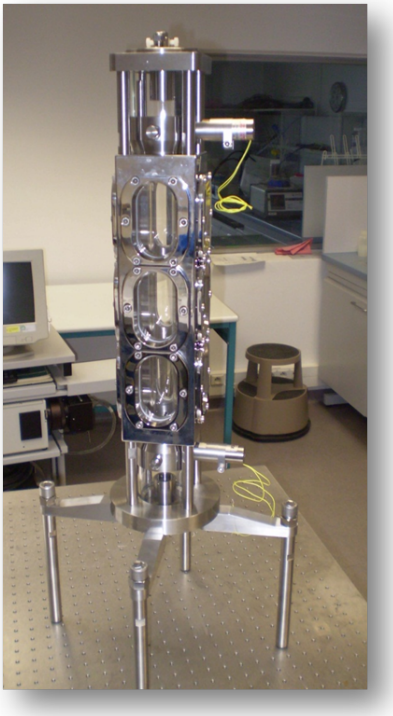
De manière simplifiée on peut décomposer ce dispositif par ses quatre fonctionnalités :

1. un faisceau de sept aiguilles de chromatographie associées à un système de percussion, assurant la génération des gouttes ;
2. une zone libre, permettant aux gouttes d'atteindre leur vitesse terminale de chute ou d'ascension ;

3. une zone centrale d'interrogation ;
4. un décanteur assurant la collecte de la phase dispersée.




(a) Modèle 3D



(b) Photographie du dispositif

Figure 5.1 – Colonne étalon pour la génération de populations de gouttes calibrées

Le système est réversible, les positions des différentes zones étant inversée, en fonction du mode d'utilisation (F.A.C. ou F.O.C.). Dans son ensemble, le dispositif présente une hauteur d'environ 60 cm pour une section totale de 100 $cm^2$.

Deux fluides on été utilisés dans ce dispositif, l'eau et le TPH. Leurs principales caractéristiques sont rappelées dans le tableau 5.1.

Les sections ci-dessous détaillent les principales zones d'intérêt du dispositif.

### 5.1.1 Génération des gouttes

La génération des gouttes est assurée par un système en forme de "poire" qui bloque sept aiguilles dans une position déterminée. Il s'agit d'aiguilles de chromatographie dont le diamètre interne est de 0,18 mm, le diamètre externe de 0,52 mm et la longueur de

| | Masse volumique $\rho$ en kg.m$^{-3}$ à 20 °C | Viscosité dynamique $\mu$ en Pa.s à 20 °C | Tension interfaciale en N.m$^{-1}$ à 20 °C |
|---|---|---|---|
| Eau | 998,2 | $1{,}0 \times 10^{-3}$ | $43 \times 10^{-3}$ |
| TPH | 760,19 | $1{,}26 \times 10^{-3}$ | |

Tableau 5.1 – Caractéristiques de fluides utilisés dans le dispositif de référence

100 mm. Les aiguilles se terminent par un embout de surface plane, perpendiculaire à leur axe. Elles sont enchâssées dans une masselotte, elle-même solidaire d'un arbre se déplaçant dans un solénoïde (cf. figure 5.2).

Ceci permet, via une impulsion électrique de courte durée, de déplacer brutalement les aiguilles. Une certaine quantité d'énergie est alors communiquée aux gouttes en formation sur la pointe des aiguilles, qui se décrochent avant d'avoir atteint leur taille critique, c'est à dire la taille atteinte en l'absence d'action mécanique, à l'équilibre des forces de gravité et de tension superficielle des fluides.

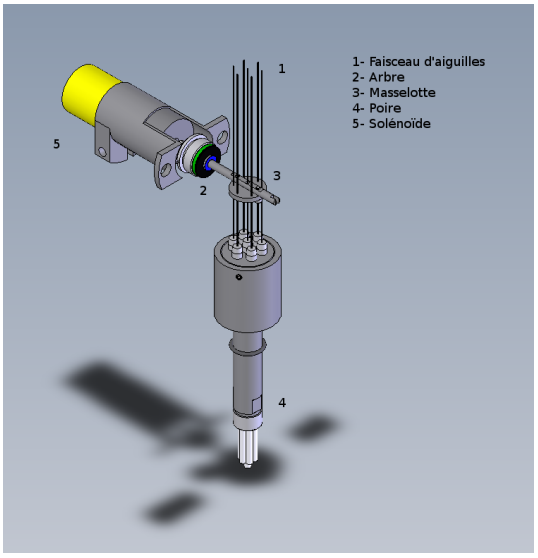



Figure 5.2 – Détail du dispositif de génération des gouttes

Quand le débit d'alimentation des aiguilles est faible (0,5 mm$^3$.s$^{-1}$ pour notre application) on peut alors, avec ce type de système, piloter directement la taille des gouttes via la fréquence des impulsions électriques envoyées au solénoïde.

En effet, en posant $F$ la fréquence des impulsions (en Hz) et $Q$ le débit de phase dispersée injectée dans les aiguilles (en $mm^3.s^{-1}$), on peut établir facilement que le diamètre des gouttes $d$ (en mm) vaut :

$$d = \sqrt[3]{\frac{6Q}{\pi F}} \tag{5.1}$$

Ainsi, à débit constant le diamètre des gouttes est directement dépendant de la fréquence des impulsions. La gamme de diamètres accessibles est alors comprise entre celui correspondant à la taille critique, obtenue en l'absence de pulsation, et celui correspondant à la taille minimale de gouttes, obtenue pour la fréquence de pulsation maximale admissible par le solénoïde. Dans notre cas nous pouvons générer des populations uniformes de gouttes dont le diamètre varie entre 0,7 mm et 2,6 mm. On notera, que cette relation entre le diamètre et la fréquence est indépendante des paramètres physiques des fluides, en particulier de la tension superficielle. Pour que la relation 5.1 soit valide, il faut que l'énergie communiquée par l'impulsion soit adaptée aux deux fluides, c'est à dire suffisamment importante pour lutter contre les forces qui tendent à retenir la goutte. C'est le cas pour notre dispositif en mode F.A.C., avec un mélange eau/TPH. Toute modification du dispositif ou le changement d'un des deux fluides nécessitera une adaptation du système d'impulsions.

### 5.1.2 Zone d'accélération

L'alimentation en phase dispersée et la création des gouttes sont pilotées par une application informatique, associée à un système électronique. Une fois créées, les gouttes se déplacent dans le dispositif.

Le mouvement des gouttes dans la colonne de test (chute ou ascension) est la conséquence de trois forces : la poussée d'Archimède, le poids et la force de traînée. En appliquant le principe fondamental de la dynamique, on peut établir une expression analytique permettant de déterminer l'évolution de la vitesse des gouttes $U$ en fonction du temps $t$. Pour une goutte ascendante on obtient l'expression suivante :

$$\frac{dU}{dt} = g\left(\frac{\rho_c}{\rho_d} - 1\right) - \frac{\rho_c A U^2 C_D}{2 V_d \rho_d} \tag{5.2}$$

avec $\rho$ la masse volumique, $V$ le volume, $A = {}^{\pi d^2}/_4$ la surface projetée de la goutte, $U$ sa vitesse, $C_D$ le coefficient de trainée et $g$ l'accélération de la pesanteur. Dans cette expression l'indice $d$ se rapporte à la phase dispersée et l'indice $c$ à la phase continue.

De la même façon, on établit pour une goutte descendante que :

$$\frac{dU}{dt} = g\left(1 - \frac{\rho_c}{\rho_d}\right) - \frac{\rho_c A U^2 C_D}{2 V_d \rho_d} \tag{5.3}$$

La résolution numérique de ces équations permet de calculer la vitesse terminale, $U_t$, des gouttes ainsi que le temps au bout duquel on peut considérer que cette vitesse est atteinte. Dans cette expression, la relation choisie pour le coefficient de trainée $C_D$ est importante. Il s'agit toujours d'une relation empirique ou semi-empirique dont le choix est essentiellement déterminé par le nombre de *Reynolds* particulaire ($Re_p$) et par un certain nombre d'hypothèses quant à la nature et à la forme des gouttes. Dans notre cas, il est acceptable de les considérer comme sphères parfaites et non déformables. Dans ce contexte, pour une gamme de diamètres correspondant à nos gouttes, le nombre de *Reynolds* varie entre 20 et 280, et plusieurs formulations sont disponibles dans la littérature[1]. Les plus communes sont rappelées dans le tableau 5.2.

Le choix de cette formulation peut, toutes choses étant égales par ailleurs, conduire à des écarts sur la vitesse terminale. C'est ce qui est illustré en figure 5.3 où les résultats obtenus avec les différentes corrélations du tableau 5.2 sont comparés.

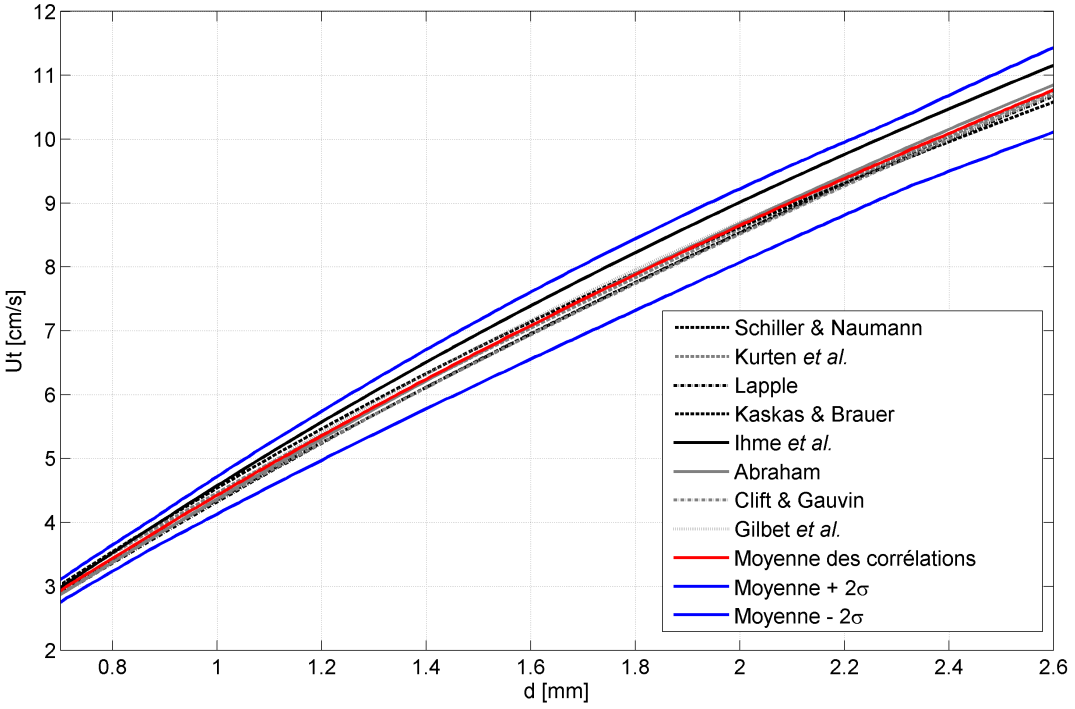



Figure 5.3 – Influence du coefficient de trainée sur le calcul de la vitesse terminale

Sur cette figure, la courbe rouge en trait plein correspondant à la valeur obtenue en moyennant les résultats des différentes corrélations pour chaque diamètre. De façon arbitraire, c'est la valeur qui sera retenue pour les comparaisons avec les résultats expérimentaux. En considérant que toutes les évaluations de la vitesse terminale sont équiprobables, on peut

| Auteurs | Condition sur le nombre de *Reynolds* | Expression pour $C_D$ | Déviation en % de $C_D$ |
|---|---|---|---|
| *Schiller* et *Naumann* | $Re_p < 800$ | $\frac{24}{Re_p}\left(1+0,15Re_p^{0,687}\right)$ | 5 à -4 |
| *Lapple* | $Re_p < 1000$ | $\frac{24}{Re_p}\left(1+0,125Re_p^{0,72}\right)$ | 5 à -8 |
| *Kurten et al.* | $0,1 < Re_p < 4000$ | $\frac{21}{Re_p}+\frac{6}{\sqrt{Re_p}}+0,28$ | 7 à -6 |
| *Kaskas* et *Braueur* | $Re_p < 3\times 10^5$ | $\frac{24}{Re_p}+\frac{4}{\sqrt{Re_p}}+0,4$ | 20 à -18 |
| *Ihme et al.* | $Re_p < 10^4$ | $\frac{24}{Re_p}+\frac{5,48}{Re_p^{0,573}}+0,36$ | 10 à -10 |
| *Abraham* | $Re_p < 6000$ | $0,2924\left(1+0,15Re_p^{0,687}\right)$ | 9 à -6 |
| *Clift* et *Gauvin* | $Re_p < 3\times 10^5$ | $\frac{24}{Re_p}\left(1+0,15Re_p^{0,687}\right)+$ $0,42/\left(4+4{,}25\times 10^4 Re_p^{-1,16}\right)$ | 6 à -4 |
| *Gilbert et al.* | $0,2 < Re_p < 2000$ | $0,48+28Re_p^{-0,85}$ | 24 à -11 |

Tableau 5.2 – Exemples de formulation du coefficient de trainée pour des sphères rigides, avec $Re_p = \frac{\rho_c U d}{\mu_c}$ et $\mu$ la viscosité dynamique, source[1]

proposer, en s'appuyant sur l'étendue des valeurs à chaque diamètre, un encadrement de cette valeur moyenne. Pour un diamètre donné, on peut définir une incertitude pour cette valeur moyenne avec la relation suivante :

$$\sigma = \frac{2\left(U_{t_{max}} - U_{t_{min}}\right)}{\sqrt{12}}$$

L'intervalle délimité autour de la valeur moyenne par cette incertitude est représenté en bleu sur la figure 5.3.

Au final, le mouvement des gouttes dans le dispositif peut être vu comme la succession de deux étapes, la transition entre elles s'effectuant progressivement :

- une première étape pendant laquelle elles vont accélérer jusqu'à atteindre leur vitesse terminale ;
- une deuxième étape pendant laquelle elles se déplacent dans la phase continue avec leur vitesse terminale.

Dans le cas de l'écoulement d'une phase dispersée au sein d'une phase continue immobile, on peut raisonnablement supposer que les gouttes ont un mouvement rectiligne uniformément accéléré. Ceci permet de calculer la distance qui leur est nécessaire de parcourir pour atteindre leur vitesse terminale. En se plaçant au delà de cette distance on s'assure que la population de gouttes se déplace avec une vitesse constante et connue. C'est ce qui a permis de dimensionner la colonne étalon. Nous avons considéré que la vitesse terminale était atteinte quand l'écart relatif entre deux calculs successifs était inférieur à une partie par million.

Le tableau 5.3 présente, à titre d'exemple, les résultats obtenus en moyennant les différents modèles pour des gouttes de TPH en ascension dans de l'eau statique (avec les caractéristiques de fluides présentées en tableau 5.1).

| Diamètre (mm) | Vitesse terminale $U_t$ (cm.s$^{-1}$) | Distance parcourue pour atteindre la vitesse terminale $U_t$ (cm) |
|---|---|---|
| 0,7 | 2,9 ± 0,1 | $<$ 0,5 |
| 1,0 | 4,4 ± 0,1 | $<$ 2,0 |
| 1,5 | 6,7 ± 0,2 | $<$ 3,0 |
| 2,0 | 8,7 ± 0,3 | $<$ 5,5 |
| 2,6 | 10,8 ± 0,3 | $<$ 10,0 |

Tableau 5.3 – Vitesse d'ascension de gouttes sphériques de TPH dans de l'eau statique

L'ensemble des éléments établis ci-dessus supposent la sphéricité des gouttes. Pour déterminer la forme d'une goutte en mouvement dans un fluide, il faut se reporter au diagramme de forme proposé par Clift, Grace et Weber[1]. Pour notre gamme de diamètre, de 0,7 mm à 2,5 mm et pour nos conditions opératoires, cette hypothèse est tout à fait valide (cf. Annexe D).

Ce dispositif, tel que conçu et utilisé, permet donc la production de gouttes sphériques, de diamètre connu et vitesse maîtrisée.

### 5.1.3 Zone d'interrogation

Sur le dispositif étalon, la zone d'interrogation est située à environ 15 cm des aiguilles. C'est une distance suffisante pour qu'elles aient atteint leur vitesse terminale (cf. tableau 5.3). Cette zone ne présente pas de caractéristiques particulières, si ce n'est que l'ensemble des éléments en verre BK7 la constituant ont été polis à quelques $\lambda$. Leur influence sur le résultat de mesure est donc minimisée.

### 5.1.4 Système d'acquisition

Pour les premiers essais, afin de valider le bon positionnement des gouttes par holographie numérique, un système d'acquisition à deux voies a été retenu. Il est présenté schématiquement en figure 5.4.

La voie n°1 est une voie ombroscopique. Elle exploite une source de lumière blanche (diodes électroluminescentes), plane, collimatée, uniforme (uniformité de ± 10 % pour 98,71 % des pixels) et de forte luminance (57 583 cd/m$^2$). Les images sont réalisées à travers un objectif bi-télécentrique présentant une lentille d'entrée de 100 mmde diamètre. Cet objectif a les caractéristiques suivantes : une profondeur de champ de 22,6 mm [i], un grossissement de 0,276 [ii] et une erreur de télécentricité inférieure à 0,054° dans la profondeur de champ [iii]. Sur cette voie l'image des gouttes obtenue est une projection dans le plan $(z, y)$.

La voie n°2 est la voie holographique. Elle exploite une source laser Hélium-Néon continue rouge (632,8 nm), fibrée et d'une puissance de 30 mW (avant injection dans la fibre). La collimation est réalisée au moyen d'une lentille convergente ($\phi = 50$ mm, $f = 500$ mm). Sur cette voie l'image des gouttes obtenue est une projection dans le plan $(x, y)$.

Les deux voies sont équipées de caméras identiques, parfaitement synchronisées. Cette synchronisation est obtenue en mettant en phase les deux mémoires des caméras ; l'enre-

i. Mesurée expérimentalement
ii. Mesuré expérimentalement
iii. Donnée fabricant

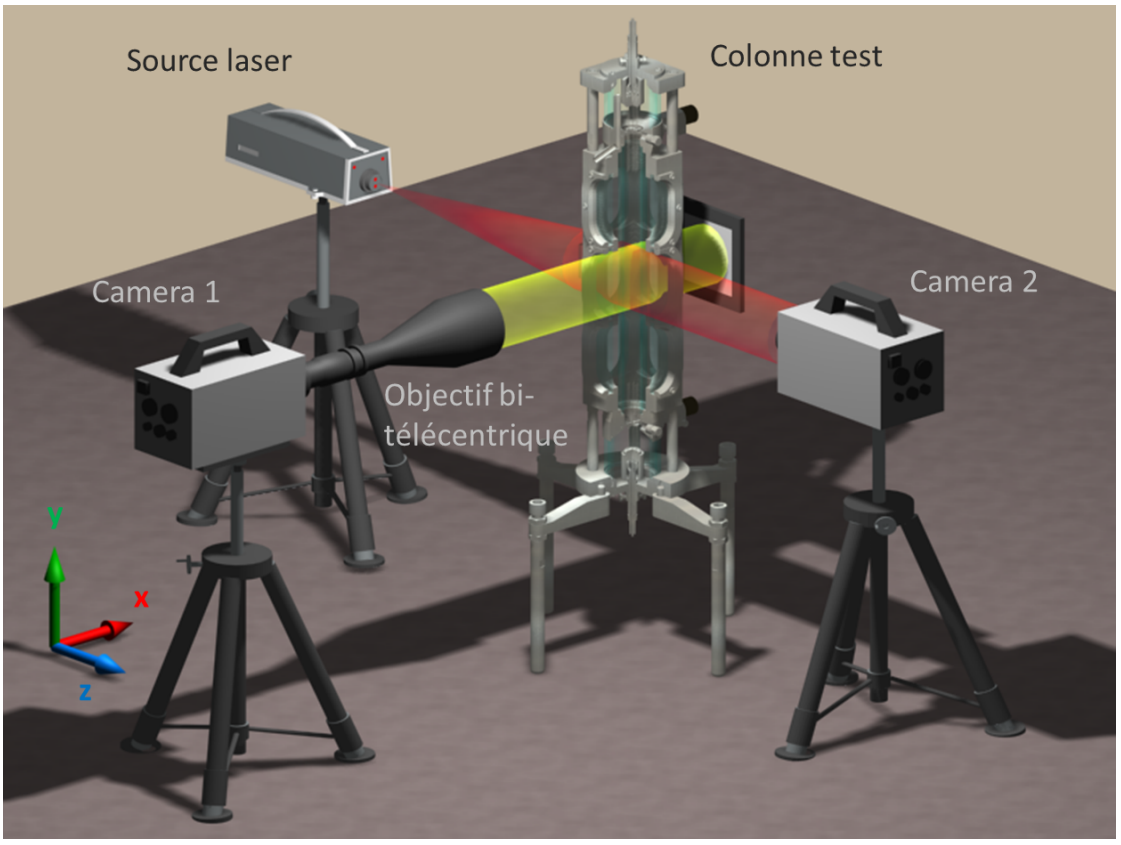



Figure 5.4 – Illustration du montage à deux voies utilisé pour les acquisitions

gistrement des séquences est alors déclenché simultanément sur les deux caméras grâce à un trigger externe unique, assurant un appariement parfait des images.

Les deux caméras sont équipées de capteurs CMOS, ayant une résolution de 1024×1024 pixels, chaque pixel mesurant 17 µm de côté. Pour la plupart des essais la cadence d'acquisition a été de 60 images par seconde, avec une durée d'exposition de 1/15000 s sur la voie holographique et une durée de d'exposition de 1/5000 s sur la voie télécentrique.

La caméra de la voie n°1 a été placée a une distance permettant d'observer les gouttes dans la profondeur de champ de l'objectif bi-télécentrique. La restitution numérique des hologrammes s'appuyant sur la fonction de transfert du propagateur de *Fresnel* (cf. paragraphe 2.4) $H_{z_r}$, on rappelle que le capteur de la voie holographique doit être placé de manière à obtenir un échantillonnage de la phase de $H_{z_r}$ respectant le théorème de *Shannon*. En considérant un capteur carré de $N$ pixels, soit $N$ points d'échantillonnage par ligne, eux mêmes carrés de $\Delta x$ de coté, le pas d'échantillonnage est $\varepsilon = \dfrac{1}{N\Delta x}$ et la condition à

respecter entre deux points consécutifs $n$ et $n+1$ vaut en bord de champ :

$$\pi\lambda z_r\left(\frac{N\varepsilon}{2}\right)^2-\pi\lambda z_r\left(\frac{N\varepsilon}{2}-\varepsilon\right)^2\leqslant\pi \tag{5.4}$$

Soit une distance d'enregistrement telle que :

$$z_{max}\leqslant\frac{L\Delta x}{\lambda} \tag{5.5}$$

où L est la longueur du capteur donnée par $L=N.\Delta x$.

Pour les capteurs et le laser décrits ci-dessus, la distance d'enregistrement maximale, pour un échantillonnage en limite de la condition de *Shannon*, est de 46,77 cm. Cette condition est moins contraignante que celle liée à l'échantillonnage du terme de phase de la lentille boule (cf. paragraphe 3.1.4.1). La caméra de la voie holographique a été placée de façon à toujours respecter les deux critères.

Ce montage à deux voies permet une comparaison directe du positionnement des gouttes suivant l'axe z.

## 5.2 Analyse des causes d'erreurs

Différents paramètres expérimentaux pourront entraîner une dégradation de la qualité du positionnement suivant l'axe $z$. Ils méritent une analyse de sensibilité préalable sur simulations numériques permettant d'anticiper leur impact sur les résultats expérimentaux. Les trois principaux qui ont été identifiés sont le bruit résiduel dans les hologrammes, la courbure du front d'onde et les réglages de la caméra. En vue de définir, pour ces trois paramètres, des limites assurant un positionnement optimal suivant $z$, leur influence respective a été évaluée sur des simulations numériques.

### 5.2.1 Sensibilité au bruit

La suppression de la composante continue des hologrammes s'obtient en réalisant une division pixel à pixel de l'acquisition brute par une acquisition en l'absence de gouttes. Elle est complétée par une diminution du bruit résiduel par la méthode du flou gaussien[154]. Ce processus est illustré en figure 5.5. Cette suppression n'est pas parfaite. Elle laisse un bruit persistant susceptible de dégrader la qualité des restitutions donc la précision du positionnement suivant l'axe optique. Une analyse de ce bruit, au sens des critères définis par Chehdi, a été conduite[155],[156]. L'évolution de la variance de ce bruit en fonction de sa valeur moyenne (figure 5.6a) ainsi que les histogrammes réalisés à partir des écarts-types du bruit (figure 5.6b), permettent de conclure qu'il s'agit d'un bruit additif. La mesure de

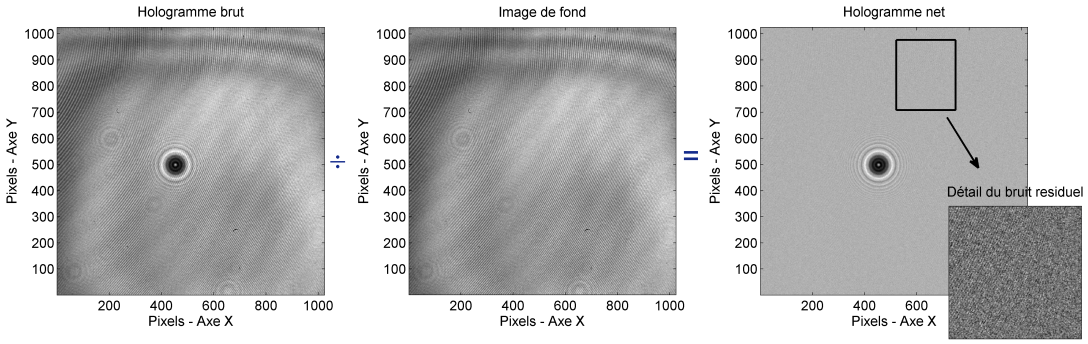



Figure 5.5 – Méthode de correction du fond par division d'un hologramme brut par une image de bruit, zoom sur le bruit résiduel

son autocorrelation montre qu'il est peu corrélé spatialement [iv]. Il est donc possible de le simuler par ajout d'un bruit gaussien aux hologrammes numériques.

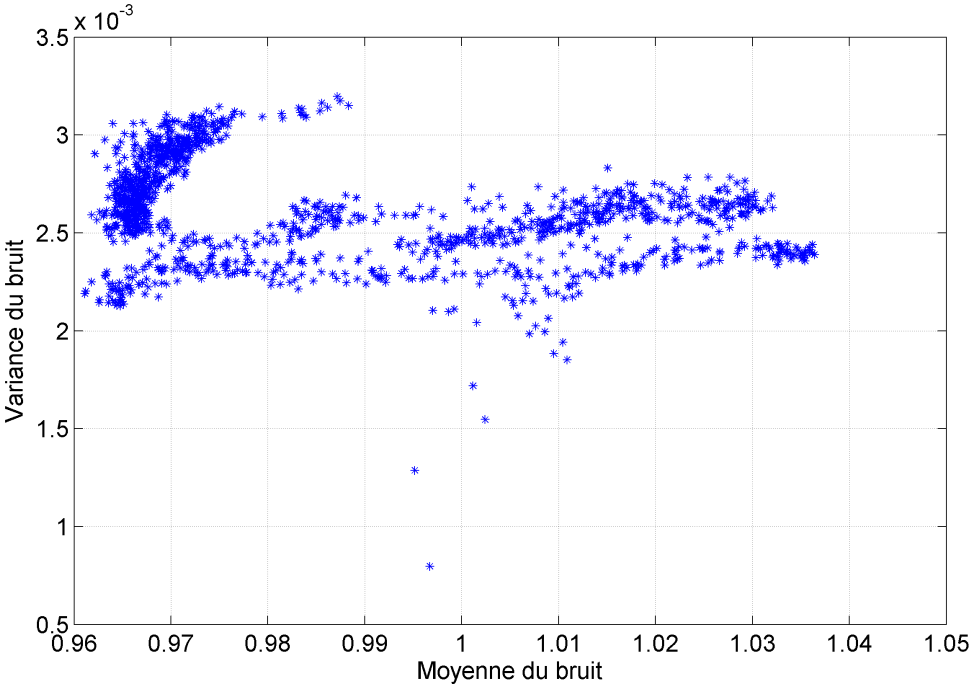
La mesure des paramètres statistiques de ce bruit sur 2700 hologrammes nets donne les résultats suivants (exprimés en niveau de gris) :
- moyenne ($m$) : 0,998 ;
- écart-type ($\sigma_m$) : 0,051.

La moyenne, $m$, correspond au niveau de gris moyen du fond continu des hologrammes ; le bruit sera donc simulé en ajoutant aux hologrammes numériques un bruit gaussien de moyenne nulle et de variance $\gamma \times \sigma_m^2$, où $k$ est un scalaire permettant d'obtenir un niveau de bruit croissant. La figure 5.7 présente les résultats obtenus pour dix hologrammes numériques simulant une goutte de 1 mm de diamètre, centrée et perturbée par un bruit additif croissant avec un facteur $\gamma$ variant de 1 à 20. Pour cette simulation, la distance, suivant l'axe optique, qui sépare le centre de la goutte du plan du capteur est de 40,0 cm.

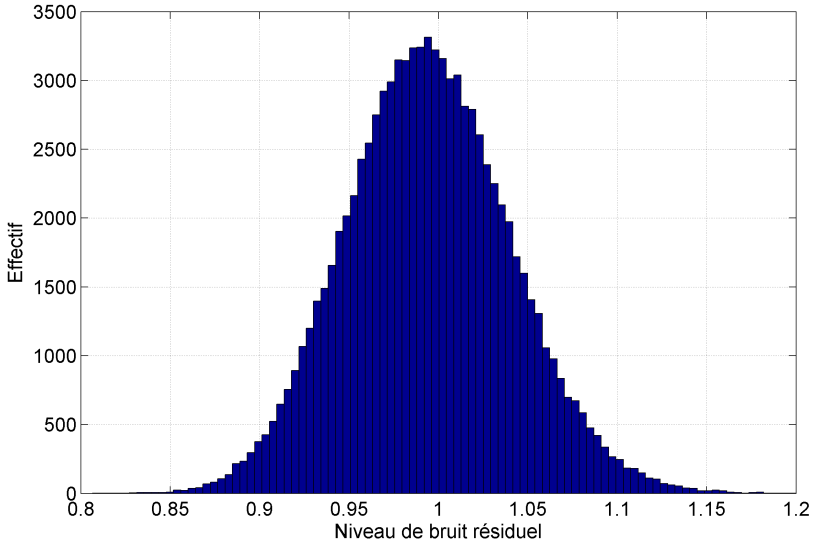
Sur cette figure, les évolutions du rapport signal bruit pour deux indicateurs ($VAR(z)$ et $LAP(z)$) et dans l'hologramme, après suppression de la composante continue, sont tracés simultanément avec l'écart sur la position de focalisation suivant $z$, pour les deux mêmes indicateurs. Il apparaît clairement que l'influence du bruit résiduel est négligeable jusqu'à des niveaux de bruit significatifs ($\gamma = 5$). Ceci permet de conclure que le traitement des hologrammes est relativement robuste vis à vis du bruit résiduel.

Il existe une différence de comportement entre les deux indicateurs, avec en particulier une dégradation plus rapide du positionnement suivant $z$ avec l'indicateur $LAP(z)$. Ce constat

iv. Le pic central de la fonction d'autocorrélation du bruit présente en moyenne une largeur à mi-hauteur de deux pixels.




(a) Variance du bruit en fonction de la moyenne du bruit, mesuré sur 1360 hologrammes nets. La répartition est caractéristique d'un bruit additif [155]




(b) Histogramme type des niveaux de gris dans une image de bruit résiduel

Figure 5.6 – Examen des caractéristiques du bruit résiduel de l'hologramme

sur des simulations numériques est confirmé par le passage au domaine expérimental. L'indicateur $LAP(z)$ est plus sensible au bruit résiduel.

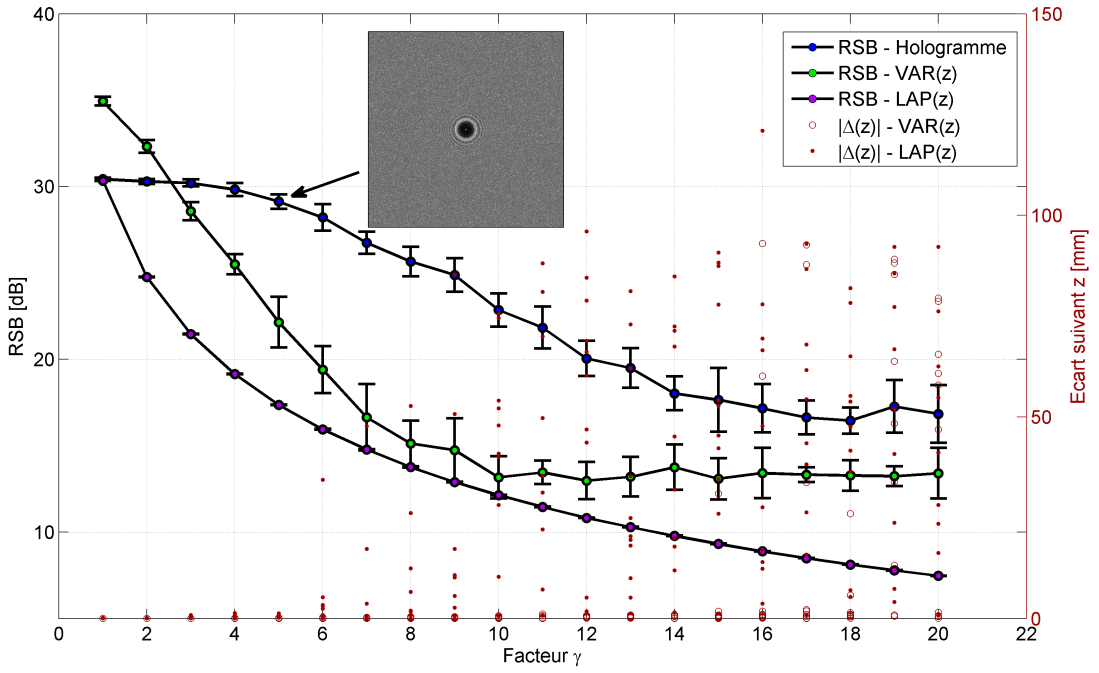



Figure 5.7 – Influence du bruit résiduel sur la qualité du positionnement suivant l'axe optique

Concernant le rapport signal sur bruit dans les images [v], sur ces simulations numériques, suivant les indicateurs, une perte comprise entre 2 et 10 dB est acceptable. Cela correspondant une à dégradation du RSB d'un facteur 1,2 à 3. Cette tolérance au bruit sera probablement moins importante pour les hologrammes expérimentaux.

### 5.2.2 Courbure du front d'onde

La méthode de restitution numérique présuppose que l'onde diffractée par les gouttes est rigoureusement plane. De fait, une onde légèrement convergente ou divergente, qu'elle soit astigmate ou non, peut être à l'origine d'un mauvais positionnement en l'absence de prise en compte de la courbure correspondante dans les calculs de propagation.

Physiquement, il est possible d'évaluer la courbure de l'onde incidente avec des dispositifs interférométriques. Pour les essais présentés dans ce chapitre, le dispositif qui a été utilisé est une lame de shearing (cf. Annexe E). Pour mesurer expérimentalement cette l'influence,

v. Les RSB d'une image est généralement évalué en calculant le rapport entre la moyenne de la zone correspondant au signal ($S_{moy}$) et l'écart-type de la zone correspondant au bruit ($\sigma_B$). Il s'exprime en déciBel. En accord avec les standards industriels utilisés pour les caméras on écrit : $RSB = 20\log_{10}\left(\frac{S_{moy}}{\sigma_B}\right)$.

il aurait fallu courber de manière croissante, en déplaçant la dernière lentille, l'onde plane initiale avant sa diffraction par les gouttes tout en maîtrisant parfaitement la position des gouttes dans l'espace. Maîtriser, de façon reproductible, la position des gouttes est délicat, c'est pourquoi la simulation numérique a été préférée. Numériquement, il est possible de simuler de la même façon une courbure du front d'onde en intercalant un objet de phase calculé. On peut alors regarder l'écart qu'il existe entre la position réelle de la goutte et la position restituée, en fonction de cette courbure. En général on l'exprime sous la forme d'un déphasage entre le centre et le bord du champ.

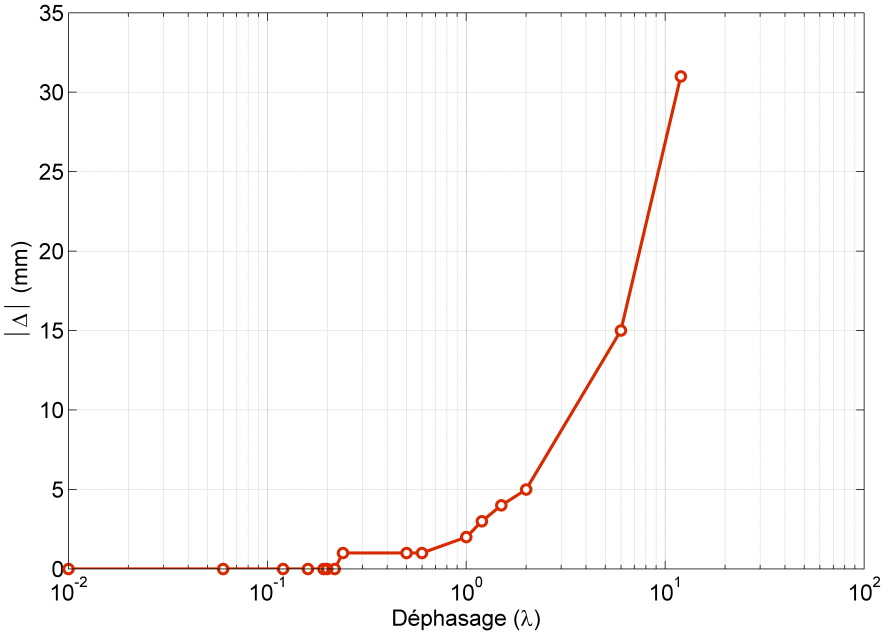



Figure 5.8 – Influence de la forme du front d'onde sur la qualité du positionnement suivant l'axe optique

La figure 5.8 présente la variation en millimètre de la valeur absolue de cet écart de positionnement, $\mid \Delta \mid$, en fonction de la courbure de l'onde incidente exprimée sous la forme d'un déphasage calculé en nombre de longueur d'onde $\lambda$. Ici, l'examen de la variation de la valeur absolue est pertinent, car le sens de courbure du front d'onde, qu'elle soit divergente ou convergente, n'a pas d'influence sur la valeur numérique de l'écart, seul le signe change, la focalisation se faisant avant ou après la position réelle de la goutte.

On voit sur la figure 5.8 que la courbure de l'onde n'a pas d'incidence jusqu'à un déphasage de 0,2 $\lambda$, soit 126,5 nm. Ceci correspond à un rayon de courbure maximal pour le front d'onde de 250 m. Il s'agit donc d'un paramètre sensiblement influent, et la planéité du front d'onde, dans cette gamme de tolérance, a été vérifiée au niveau du capteur avant chaque

acquisition. Pour la lame de shearing à notre disposition, la courbure limite mesurable à 632,8 nm est d'environ 100 m. C'est cette valeur qui a été recherchée avant chaque mesure.

### 5.2.3 Réglage de la caméra

Le dernier élément qui peut être à l'origine d'erreur de positionnement suivant l'axe $z$ est lié au capteur lui-même, il s'agit de la correction $\gamma$ appliquée aux images. *A priori*, cette correction est fixée à un et il n'est pas nécessaire de la prendre en compte. Il n'existe cependant pas d'information ni sur la précision de ce réglage, ni sur sa dérive en fonction du temps. Il est donc intéressant de regarder l'impact qu'aurait une variation de cette correction entre l'acquisition de l'image du fond continu et l'acquisition de l'image du signal.

Cette influence est facile à reproduire numériquement, en portant les hologrammes simulés à la puissance $\gamma$ et les simulations du fond continu à la puissance $\gamma_f$. Une variation de plus ou moins 30% autour de la valeur nominale, $\gamma = 1$ a été explorée. La qualité des restitutions a été vérifiée avec deux indicateurs, l'écart par rapport à la position exacte de la goutte suivant l'axe optique et le RSB sur l'indicateur. En ce qui concerne l'écart sur la position, dans la gamme explorée, les réglages du $\gamma$ sont sans influence. Pour l'ensemble des couples $\gamma$, $\gamma_f$, l'écart sur la position est nul.

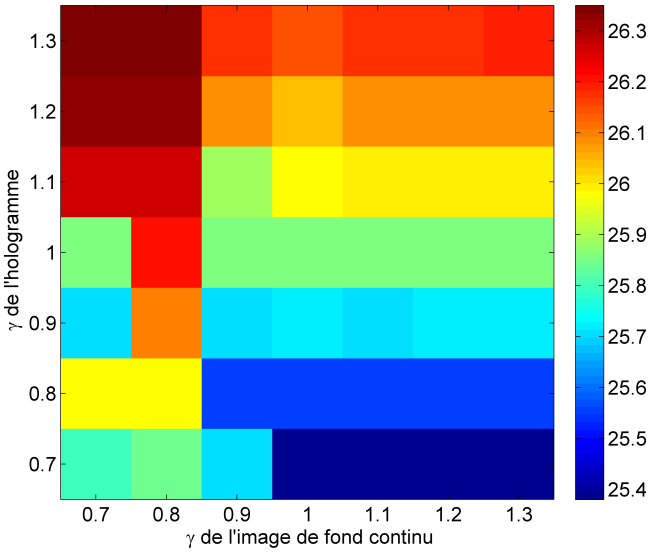



Figure 5.9 – Influence des réglages du $\gamma$ sur le RSB de l'indicateur $LAP(z)$

Pour le rapport signal sur bruit une légère amélioration est constatée quand le $\gamma$ de l'holo-

gramme est très supérieur au $\gamma_f$ du fond continu. Le gain reste toutefois très marginal et cette voie d'amélioration n'a pas été exploitée. Pour l'ensemble des acquisitions le $\gamma$ a été réglé à 1 et sa dérive éventuelle a été considérée sans incidence.

## 5.3 Résultats expérimentaux

Cette partie présente les résultats expérimentaux pour des séries de gouttes mono-disperses ou poly-disperses en diamètre, générées individuellement ou en groupe. Pour l'ensemble de ces essais, le dispositif a été opéré en mode FAC, avec des gouttes de TPH en ascension dans de l'eau statique. Les essais ont porté sur les points suivants :

- performance de la méthode de focalisation ;
- précision de la mesure des diamètres et des vitesses ;
- précision du positionnement suivant l'axe $z$ ;
- capacité à traiter les amas de gouttes ;
- capacité à suivre individuellement, dans le temps, des gouttes au sein d'une population poly-disperse ;
- capacité à mesurer simultanément plusieurs dizaines de gouttes.

Dans cette partie, la notion de groupe désigne un ensemble de gouttes qui sont proches dans le dispositif expérimental. Elle est distincte de la notion d'amas qui implique une superposition des figures de diffraction.

Le passage sur un dispositif expérimental nécessite l'application d'une correction qui est l'objet du paragraphe suivant. Il est suivi par une évaluation des performances de la méthode de focalisation sur des hologrammes expérimentaux, qui conduit naturellement à la présentation des résultats.

### 5.3.1 Correction de la position des gouttes dans l'approximation paraxiale

Le positionnement exact des gouttes dans tout dispositif nécessite l'application d'une correction. En effet, la restitution de la position via la FTF, s'appuie sur l'hypothèse d'une propagation dans le vide. Cette hypothèse est sans incidence quand les mesures ont lieu dans l'air. Au contraire, quand les matériaux traversés ont des indices de réfraction différents de un, il devient nécessaire de tenir compte du système optique traversé pour restituer correctement la position selon l'axe optique. Les dioptres utilisés étant plans, cette correction ne s'applique pas aux positions mesurées suivant $x$ et $y$.

Si l'on écrit sous forme matricielle[88] (les notations font référence à la figure 5.10) la

propagation des rayons dans les deux configurations on obtient :

– pour la propagation libre :

$$\begin{pmatrix} y_2 \\ \theta_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 & z_r \\ 0 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} y_1 \\ \theta_1 \end{pmatrix}$$

– pour la propagation à travers $N$ plans parallèles d'épaisseur $z$ et d'indice $n$ :

$$\begin{pmatrix} y_2 \\ \theta_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 & \sum_{i=1}^{N} \frac{z_i}{n_i} \\ 0 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} y_1 \\ \theta_1 \end{pmatrix}$$

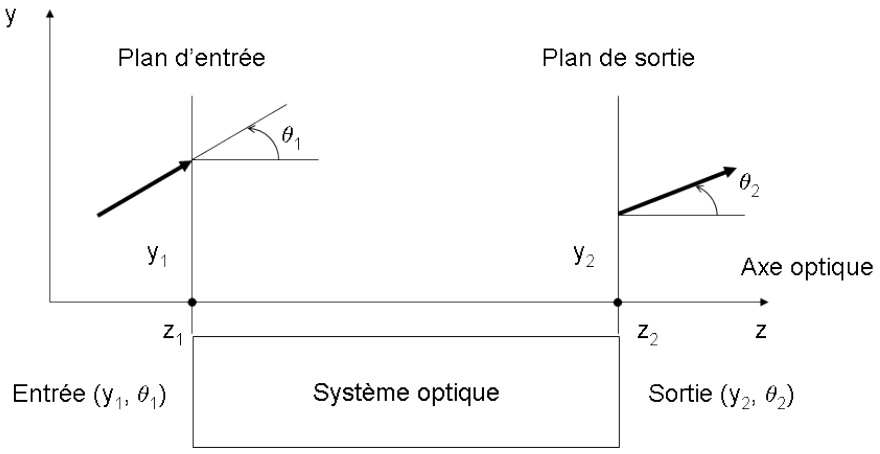



Figure 5.10 – Notations utilisées dans le cadre du formalisme matriciel appliqué à l'optique paraxiale

Pour que ces deux propagations soient équivalentes, il faut que les matrices de transfert, caractéristiques des deux systèmes, soient égales. En considérant les deux matrices de transfert ci-dessus, ceci revient à écrire que :

$$z_r = \sum_{i=1}^{N} \frac{z_i}{n_i}$$

Pour notre configuration expérimentale, dans le cas des essais sur le dispositif de référence, trois milieux d'indices et d'épaisseurs différents sont traversés depuis l'interaction de la goutte jusqu'au capteur (la vitre protectrice du capteur est prise en compte dans l'épaisseur du hublot). Cette configuration est illustrée en figure 5.11.

La relation entre les deux chemins vaut alors :

$$z_r = \frac{z_{air}}{n_{air}} + \frac{z_{verre}}{n_{verre}} + \frac{z_{eau}}{n_{eau}}$$

Dans cette relation, l'ensemble des variables est connu, à l'exclusion de l'épaisseur d'eau traversée $z_{eau}$.

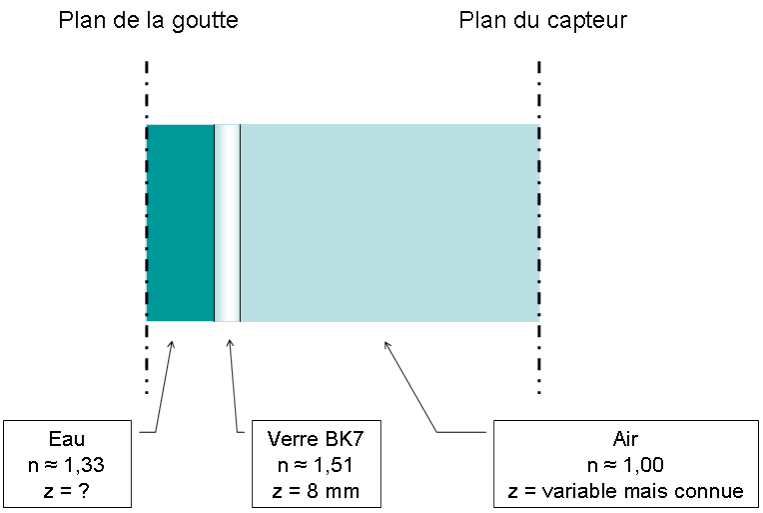



Figure 5.11 – Matrice des milieux traversés par la lumière entre le plan de la goutte et le plan du capteur

On peut donc facilement remonter à la position exacte $z$ du centre de la goutte qui, au final, s'écrit en fonction de la cote restituée $z_r$ :

$$z = z_{air} + z_{verre} + \left( z_r - \frac{z_{air}}{n_{air}} - \frac{z_{verre}}{n_{verre}} \right) n_{eau} \tag{5.6}$$

C'est à partir de ces cotes corrigées qu'a été calculé l'ensemble des positions et vitesses présentées dans les parties suivantes.

### 5.3.2 Indicateur et optimisation sur un résultat expérimental

Le passage du domaine numérique au domaine expérimental est examiné ici. Il se traduit, de façon attendue, par une diminution des performances de la méthode de focalisation. Il est possible de l'évaluer sur des résultats expérimentaux en les comparant avec les performances présentées dans les deux chapitres précédents, obtenues sur les simulations numériques. C'est l'objet de ce paragraphe préliminaire à la présentation des résultats expérimentaux. Il se propose de préciser cette dégradation sur les deux aspects de la méthode de restitution : la focalisation et l'optimisation.

#### 5.3.2.1 Focalisation d'un hologramme expérimental

Sur les hologrammes, le passage dans le domaine expérimental s'accompagne d'une dégradation logique du rapport signal sur bruit dans les images. Les ordres de grandeur de cette dégradation sont les suivants :

- pour une goutte unique de 1,0 mm de diamètre, environ 10 dB de perte ;
- pour deux gouttes de 1,0 mm de diamètre en amas, avec 0 % de superposition, entre 10 dB et 12 dB de perte ;

C'est donc une dégradation significative, puisqu'elle correspond, en moyenne, à un RSB 3,3 fois plus faible. Toutefois, le niveau moyen du RSB des hologrammes expérimentaux, autour de 20 dB, reste celui d'images présentant un bon contraste.

Cette dégradation se répercute sur la fonction de focalisation. Ainsi, pour une goutte de 1,0 mm de diamètre, la perte moyenne est de 3,0 dB par rapport aux simulations numériques, c'est-à-dire que le RSB est deux fois plus faible. Elle s'accompagne aussi d'une perte de résolution liée à une augmentation de la largeur à mi-hauteur.

Ces deux points sont illustrés en figure 5.12 pour une acquisition sur une goutte de 1,0 mm de TPH en ascension dans l'eau statique.

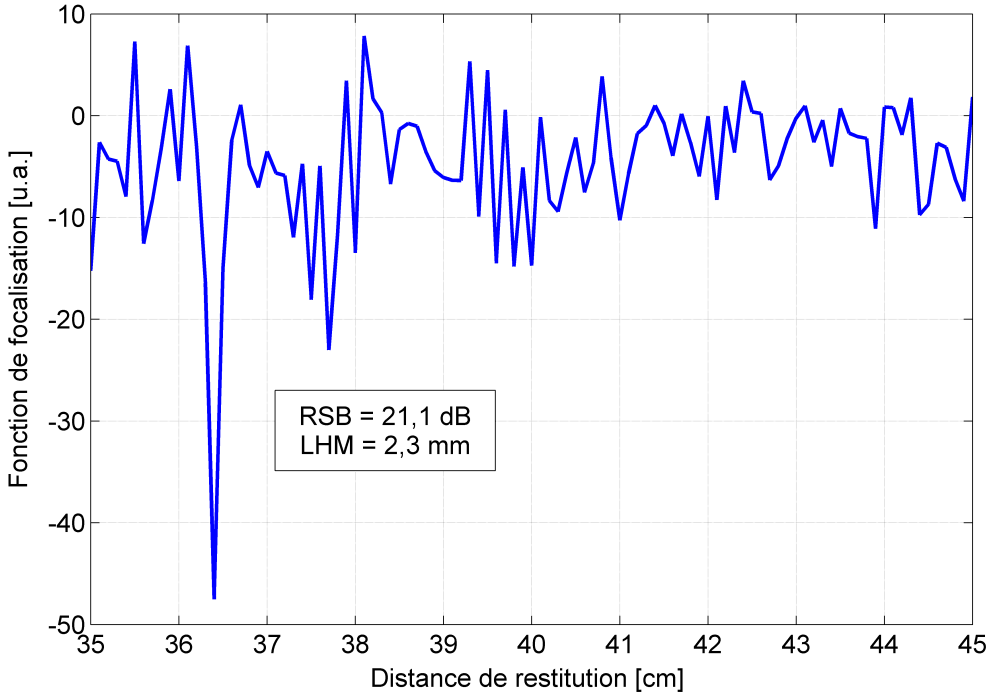



Figure 5.12 – Indicateur $LAP(z)$ pour un hologramme expérimental réalisé sur une goutte de TPH de 1,0 mm de diamètre en ascension dans de l'eau statique

Localement, pour l'indicateur $LAP(z)$, cette dégradation du RSB peut être suffisamment importante pour conduire à un mauvais positionnement suivant l'axe $z$, ce qui confirme le comportement mis en évidence avec l'étude du bruit résiduel. La dégradation est liée aux dérivées secondes du laplacien, qui rendent la fonction de focalisation plus sensible au

bruit. Le retour d'expérience montre que l'indicateur $VAR(z)$ est, en moyenne, beaucoup moins sensible à la dégradation du RSB. Il s'agit donc d'un indicateur plus "robuste". Il reste toutefois moins résolu que l'indicateur $LAP(z)$. Cette différence de comportement est illustrée en figure 5.13.

Le traitement de cet hologramme expérimental, fait apparaître un cas, celui de la goutte n°4, pour lequel la focalisation avec $LAP(z)$ conduit à un positionnement initial erroné. Les courbes, tracées en figure 5.13b, montrent la différence de "robustesse" de l'indicateur $VAR(z)$ et l'indicateur $LAP(z)$ pour cette goutte.

A l'inverse, les courbes tracées en figure 5.13c illustrent la différence de résolution pour la goutte n°7. La focalisation de cette goutte permet aussi de mettre en relief l'absence de lien entre la dégradation de l'indicateur $LAP(z)$ et le fait que la goutte fasse ou non partie d'un amas. En effet, dans l'exemple choisi, la goutte n°7, qui fait partie d'un amas avec la goutte n°6, est focalisée correctement à partir de l'indicateur $LAP(z)$.

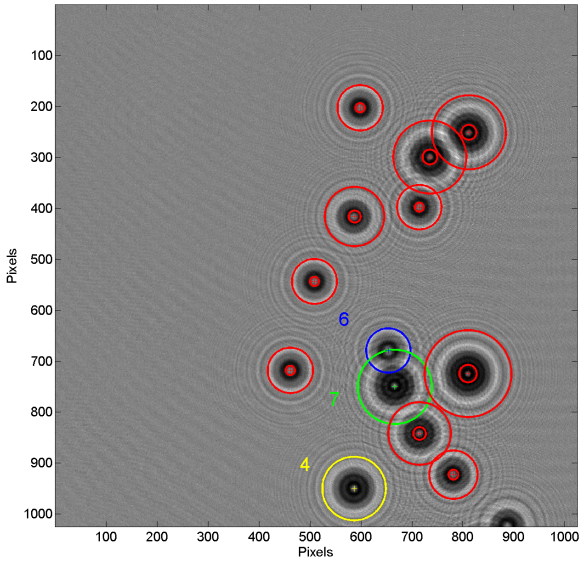
Bien que peu fréquente, cette instabilité de l'indicateur $LAP(z)$ nous a conduit à une adaptation de la méthode de focalisation pour le traitement des hologrammes expérimentaux. Chaque goutte est d'abord focalisée selon la méthode décrite aux chapitres 3 et 4. Le RSB de la fonction de focalisation est ensuite vérifié pour chaque goutte. S'il est inférieur à 19 dB[vi] , l'indicateur $VAR(z)$ est calculé pour la goutte concernée. Les deux plans de focalisation ainsi obtenus sont comparés. S'ils présentent un écart, le plan déterminé avec l'indicateur $VAR(z)$ est conservé. Cette approche permet de bénéficier des performances de l'indicateur $LAP(z)$ pour la *quasi* totalité des gouttes, tout en se prémunissant des instabilités occasionnelles.

#### 5.3.2.2 Optimisation d'un hologramme expérimental

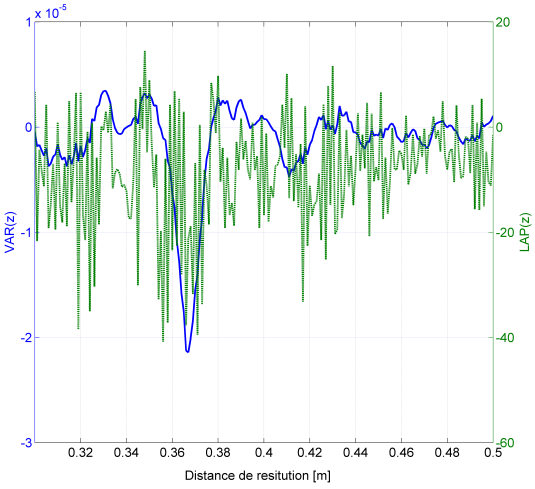
Sur le plan de l'optimisation un premier constat peut être établi en ce qui concerne la fonction de mérite. Comme pour l'indicateur de focalisation, pour l'ensemble des restitutions d'hologrammes expérimentaux, le minimum qui désigne la solution optimale est moins prononcé. Une illustration de cette différence est présentée en figure 5.14 pour la goutte n°4 de la figure 5.13. Sur cette figure, les points rouges désignent la solution proposée par la focalisation initiale. On constate que cette solution initiale est proche de l'optimum recherché. D'autre part, comme pour les simulations numériques, cette cartographie des solutions possibles montre une plus grande variabilité sur le rayon que sur la position suivant $z$.

Sur cette cartographie, la zone autour du rayon optimal forme une vallée dans laquelle se trouve la solution recherchée. Cette vallée présente d'autres minima locaux pouvant être

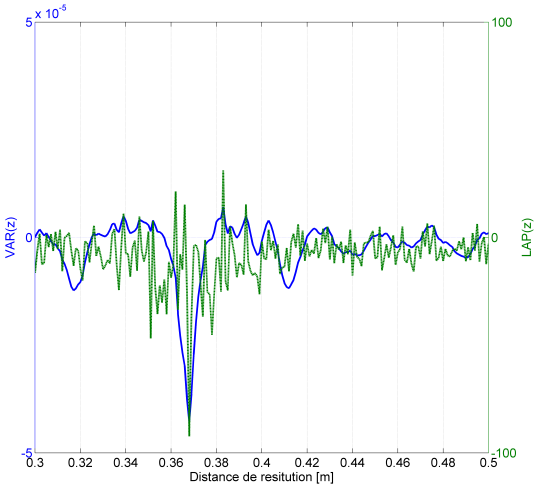
vi. Seuil déterminé expérimentalement, valable pour nos essais et notre configuration de mesure.




(a) Hologramme expérimental




(b) Fonctions de focalisation pour la goutte n°4

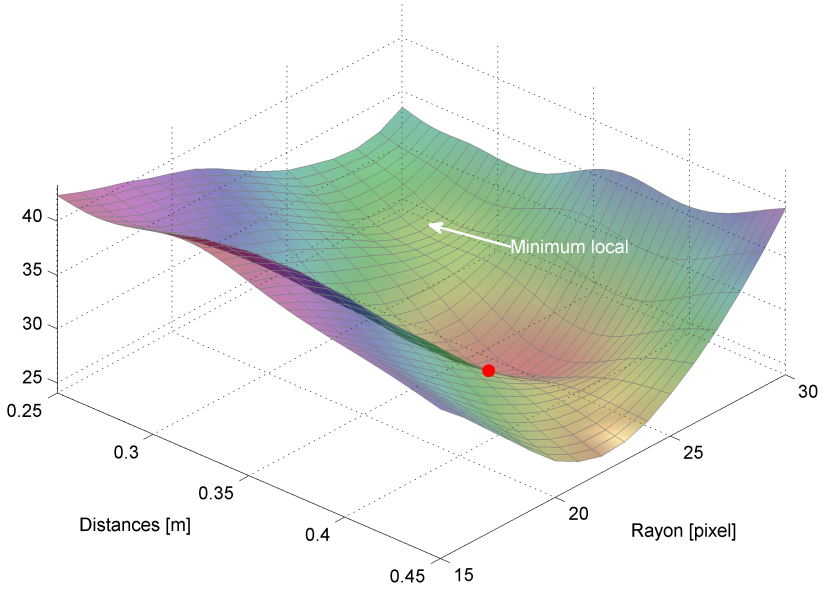



(c) Fonctions de focalisation pour la goutte n°7

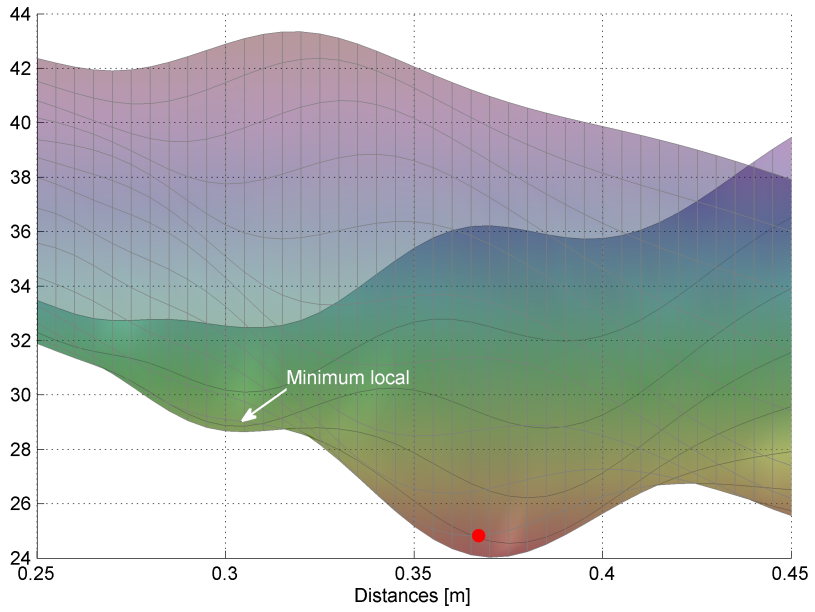
Figure 5.13 – Comportement des fonctions de focalisation $LAP(z)$ et $VAR(z)$ pour deux gouttes d'un hologramme expérimental

considérés comme une solution par le processus d'optimisation.

A l'image de la focalisation initiale, cet examen détaillé conduit à choisir un certain nombre d'ajustements pour la méthode d'optimisation. Comme il existe une pente nettement plus importante que pour les simulations numériques quand on suit une ligne de niveau $z = cste$ il paraît opportun de débuter l'optimisation par le rayon de la goutte. Le deuxième constat




(a) Surface de la norme euclidienne des résidus




(b) Surface de la norme euclidien des résidus en projection sur $x, z$

Figure 5.14 – Cartographie de la norme des résidus pour une goutte de 0,58 mm (17 pixels), incluse dans un amas et en ascension dans de l'eau statique

est que l'optimum suivant $z$ est situé à proximité du plan de focalisation initial[vii]. Il est

vii. Ces constats ont été faits pour l'ensemble des hologrammes expérimentaux.

donc profitable de limiter l'optimisation sur l'axe $z$ à une zone réduite autour du plan de focalisation initial pour éviter les pièges que sont les autres minima locaux. Enfin, comme dans le cas de l'optimisation des simulations numériques, il est intéressant de répéter ce processus deux fois.

Au final, pour une goute, l'optimisation de la restitution d'un hologramme expérimental repose sur les trois étapes suivantes :
- une première étape qui correspond à une optimisation sur la position $x, y$ du centre de la figure de diffraction ;
- une deuxième étape d'optimisation sur le rayon des gouttes, sur un intervalle borné de ($r_{min} = r_i - 10$ px) à ($r_{max} = r_i + 10$ px) ;
- une troisième étape sur la position suivant l'axe $z$, sur un espace borné de ($z_{min} = z_i - 50$ mm) à ($z_{max} = z_i + 50$ mm),

où $z_i$ et $r_i$ sont les résultats de la focalisation initiale.

L'optimisation de l'ensemble de l'hologramme se fait goutte après goutte, toutefois les hologrammes synthétisés à chaque étape prennent en compte l'ensemble des gouttes pour reproduire au mieux les amas.

C'est sur cette base qu'ont été traités les résultats expérimentaux présentés dans les paragraphe suivants. A moins que cela ne soit spécifié, les résultats sont ceux d'un traitement automatique sans optimisation.

### 5.3.3 Mesure de diamètres et de vitesses

La première série d'essais a porté sur l'évaluation des diamètres et des vitesses. Les conditions de ces essais sont les suivantes :
- phase continue statique ;
- phase dispersée sous la forme d'une goutte isolée mono-disperse, produite par l'aiguille centrale du dispositif d'injection ;
- $\text{RSB}_{moyen}$ de 25,8 dB, mesuré sur 1360 hologrammes.

Six diamètres de gouttes ont été testés, avec pour chaque diamètre $N$ évaluations. Chacune de ces évaluations est la moyenne de $n$ acquisitions réalisées pendant le passage de la goutte dans le volume d'interrogation. La fréquence d'acquisition des images étant fixe (60 images par seconde), ce nombre $n$ varie uniquement en fonction du diamètre de la goutte.

Sur la voie holographique, les diamètres sont mesurés avec la méthode décrite au chapitre 4. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 5.4. Sur la voie ombroscopique, ils sont évalués par un traitement d'image basé sur la transformée de Hough (cf. annexe A).

Les vitesses sont calculées en suivant au cours du temps les coordonnées $(x, y, z)$ du centre des gouttes. Les incertitudes sont évaluées par un écart-type expérimental calculé à partir des résultats de chaque série.

| Diamètre théorique du dispositif de référence (mm) | Diamètre moyen mesuré par HN (mm) | Vitesse moyenne mesurée par HN (cm.s$^{-1}$) | Nombre d'acquisition $N \times n$ |
|---|---|---|---|
| 0,7 | 0,73 ± 0,02 | 4,01 ± 0,16 | 104 × 21 |
| 1,0 | 1,00 ± 0,04 | 4,88 ± 0,24 | 169 × 20 |
| 1,3 | 1,29 ± 0,02 | 6,07 ± 0,16 | 110 × 15 |
| 1,5 | 1,46 ± 0,06 | 6,78 ± 0,3 | 141 × 14 |
| 1,8 | 1,78 ± 0,04 | 8,05 ± 0,18 | 88 × 11 |
| 2,1 | 2,07 ± 0,04 | 9,26 ± 0,18 | 97 × 10 |

Tableau 5.4 – Diamètres moyens et vitesses moyennes mesurés par holographie, les incertitudes sont données avec un facteur d'élargissement de 2

La comparaison des diamètres mesurés par holographie numérique et par ombroscopie, avec les diamètres produits par le dispositif de référence calculés d'après l'équation (5.1) montre un bon accord sur l'ensemble de la gamme de diamètres investiguée (figure 5.15).

Il en est de même pour les vitesses mesurées sur les deux voies, comme l'illustre la figure 5.16, ainsi que pour l'accord entre mesure par holographie et vitesse terminale de chute. Naturellement, l'évaluation des vitesses par ombroscopie est limitée à deux composantes (projection sur le plan $y-z$). Cette deuxième comparaison est présentée en figure 5.17 pour deux coefficients de trainée différents (*Schiller* & *Naumann*, *Kaskas* & *Braueur*). Pour cette deuxième comparaison, l'accord est moins bon pour les faibles vitesses, autrement dit pour les gouttes de petit diamètre. Cette différence est attribuable à la méthode de calcul de la vitesse terminale qui fait appel à des termes approchés (coefficient de trainée).

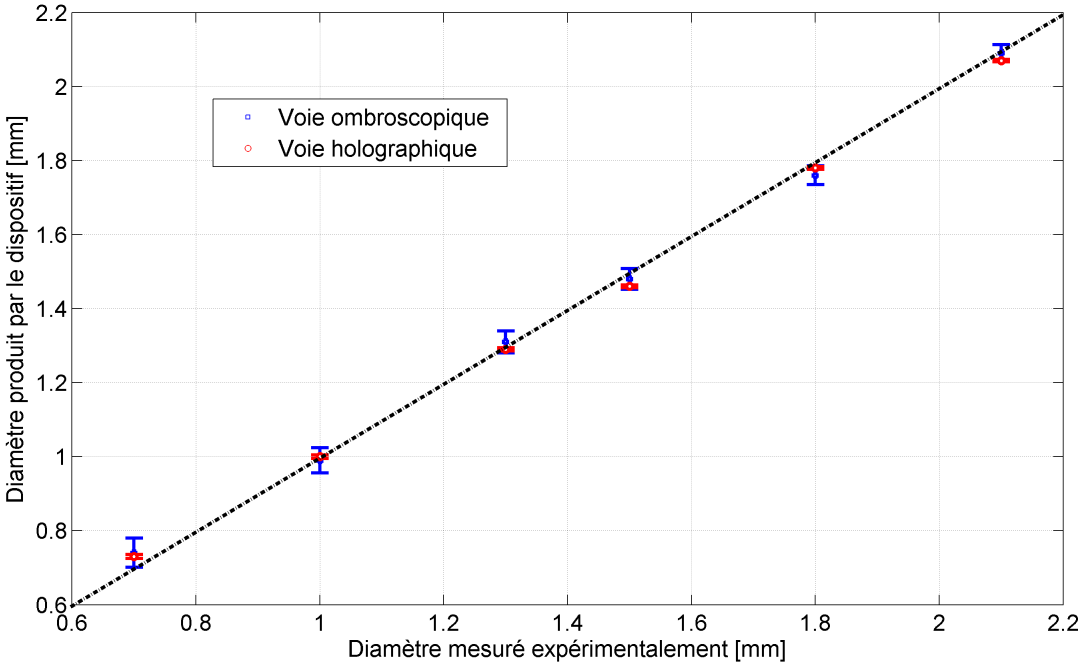



Figure 5.15 – Comparaison entre les diamètres produits par le dispositif de référence et les diamètres moyens mesurés par HN et ombroscopie

Cette première série de résultats permet de conclure que la méthode de mesure est efficace pour la caractérisation du diamètre et des vitesses de gouttes isolées en ascension dans un fluide statique.

Les essais, présentés ici pour des séries de gouttes uniques et isolées, ont été reproduits sur des chapelets de 4 et 7 gouttes en ascension simultanée. Les résultats obtenus sont similaires, ce qui confirme l'efficacité du traitement des hologrammes expérimentaux par partie (cf. paragraphe 3.2.2).

### 5.3.4 Précision du positionnement suivant l'axe $z$

La deuxième série d'essais a porté sur l'évaluation de la précision du positionnement suivant l'axe optique. A l'aide du montage à deux voies, les positionnements suivant $z$ par les deux méthodes ont été comparés. La méthode ombroscopique a été choisie comme méthode de référence pour ces essais.

Les conditions ont été les suivantes :

- phase continue statique ;
- phase dispersée sous la forme de trois gouttes de même diamètre (1,0 mm), produites

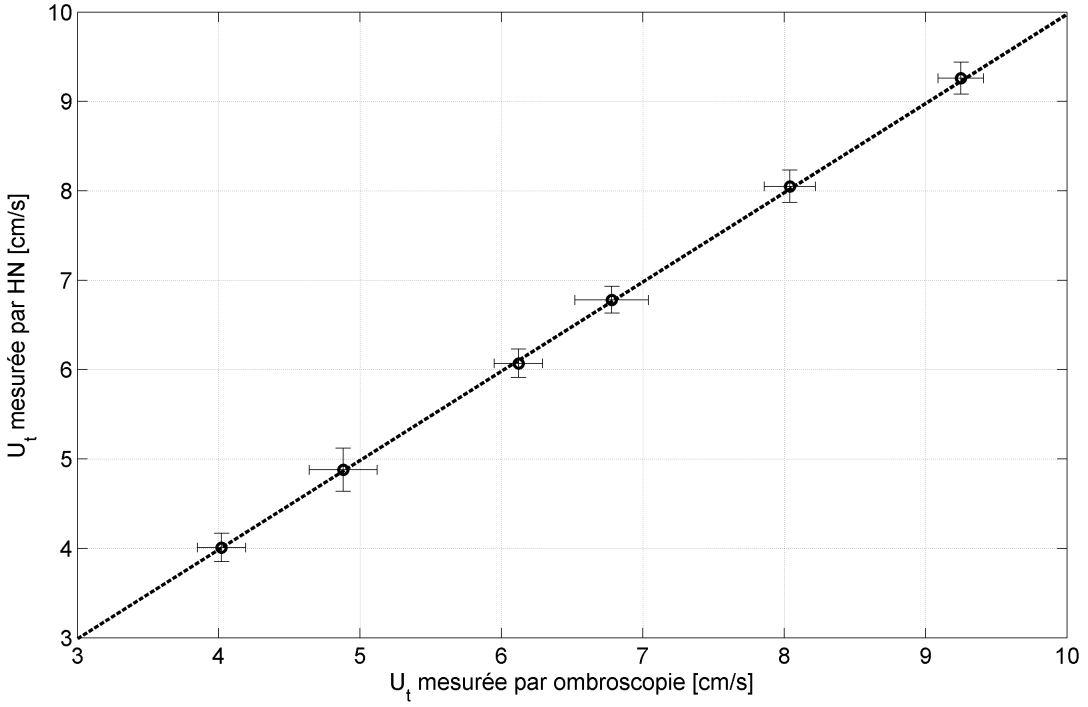



Figure 5.16 – Comparaison entre les vitesses moyennes mesurées par HN et les vitesses moyennes mesurées par ombroscopie

par l'aiguille centrale et deux autres aiguilles du dispositif d'injection. Les gouttes sont injectées de façon à former une diagonale qui évite la formation d'amas de figures de diffraction (figure 5.18d) ;

– $RSB_{moyen}$ de 23,2 dB, mesuré sur 1360 hologrammes.

Les deux voies d'acquisition étant totalement appariées, les positions des gouttes ont été directement comparées pour chaque paire d'images. Pour ces essais, l'ensemble des dépouillements a été automatisé, sur la voie ombroscopique comme sur la voie holographique, avec un pas de restitution de 1,0 mm sur cette voie.

Les résultats de cette comparaison sont présentés en figure 5.19. On distingue nettement les trois groupes de gouttes, correspondant à chacune des positions. Sur cette figure les boîtes rouges marquent une zone de ± 1,0 mm autour de la position attendue.

Ces essais démontrent que le traitement initial des hologrammes permet d'atteindre facilement une précision de 1,0 mm sur le positionnement suivant l'axe $z$. Sur l'ensemble des 612 gouttes mesurées, l'écart absolu moyen entre la voie holographique et la voie ombroscopique est de 0,30 mm à ± 0,04 mm (écart-type expérimental sur la moyenne sans facteur d'élargissement). Ceci valide la performance du positionnement suivant l'axe $z$.

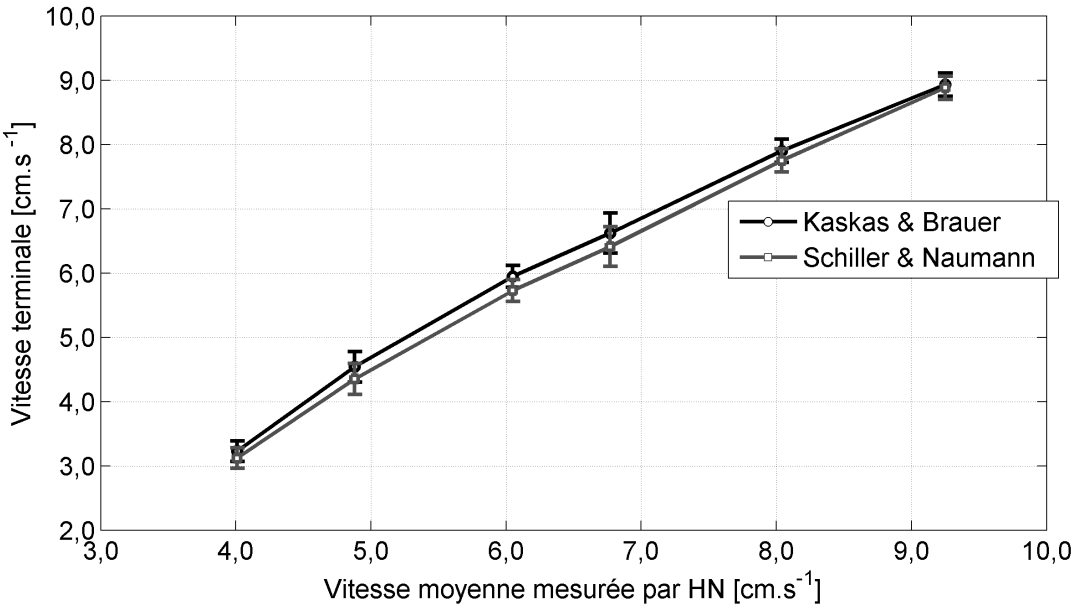



Figure 5.17 – Comparaison entre les vitesses moyennes mesurées par HN et les vitesses terminales de chute calculées avec deux formulations différentes du coefficient de trainée

### 5.3.5 Gouttes superposées

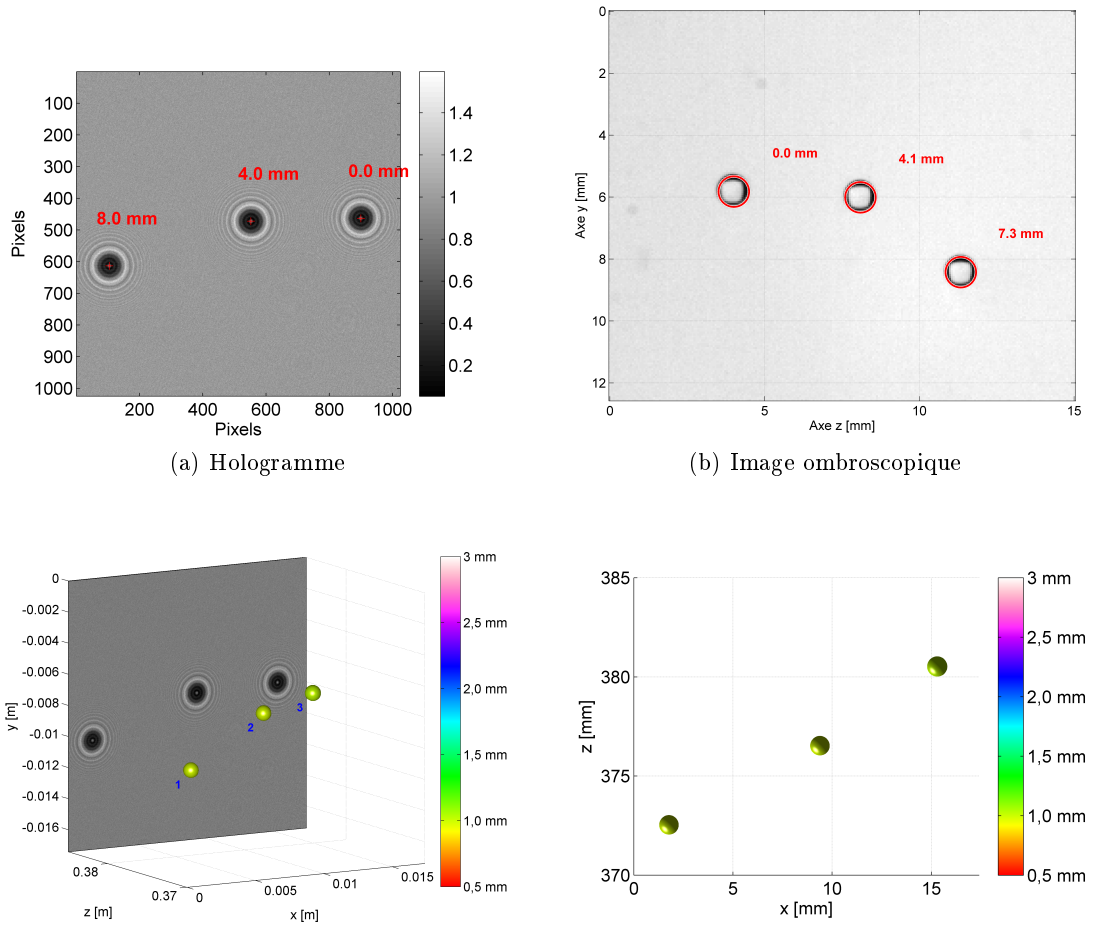
Cette troisième série d'essais a été conduite pour vérifier, expérimentalement, les performances de la méthode de restitution sur des amas de deux gouttes.

Les conditions sont les suivantes :

- phase continue statique ;
- phase dispersée sous la forme de deux gouttes de même diamètre (1,0 mm ou 1,3 mm), produites par l'aiguille centrale et l'aiguille située devant l'aiguille centrale, à la même côte suivant l'axe $x$. Les gouttes sont injectées de façon à monter l'une derrière l'autre pour former un amas de figures de diffraction.
- $\mathrm{RSB}_{moyen}$ de 22,2 dB, mesuré sur 1360 hologrammes.

Expérimentalement les performances n'ont été évaluées que sur des amas de deux gouttes. Les distances suivant $z$ entre les centres des deux gouttes constituant l'amas ont été directement comparées. Le traitement initial a été optimisé.

Comme le montre la figure 5.20, l'écart entre les deux séries de mesure est plus important que pour les gouttes isolées. L'encadrement en rouge marque une zone de ± 1,0 mm autour de la position attendue. Pour les gouttes de 1,0 mm, sans recouvrement, sur l'ensemble des 21 doublés de gouttes mesurés, l'écart absolu moyen entre la voie holographique et la voie ombroscopique est de 0,8 mm à ± 0,5 mm (écart-type expérimental sur la moyenne sans




(a) Hologramme

(b) Image ombroscopique

(c) Restitution des gouttes en 3D

(d) Restitution des gouttes en projection sur $(z, x)$

Figure 5.18 – Exemple de résultats expérimentaux obtenus sur 3 gouttes de 1,0 mm, en ascension dans de l'eau statique - Les écarts en rouge sont les écarts mesurés en millimètres entre les centres des trois gouttes, la première goutte sert de référence sur les deux images

facteur d'élargissement). Pour les gouttes de 1,3 mm, avec un pourcentage de recouvrement qui varie entre 0,2% et 20%, sur l'ensemble des 34 doublés de gouttes mesurées, l'écart absolu moyen entre la voie holographique et la voie ombroscopique est de 1,0 mm à ± 0,5 mm.

Les performances de ces essais sont moins bonnes que celles obtenues sur les simulations numériques. De plus, à l'inverse des simulations, le nombre d'essai limité ne permet pas d'établir un lien de corrélation direct entre le pourcentage de recouvrement et la précision du positionnement suivant l'axe $z$. Néanmoins, on peut noter que l'écart absolu moyen est plus important pour les gouttes de 1,3 mm.

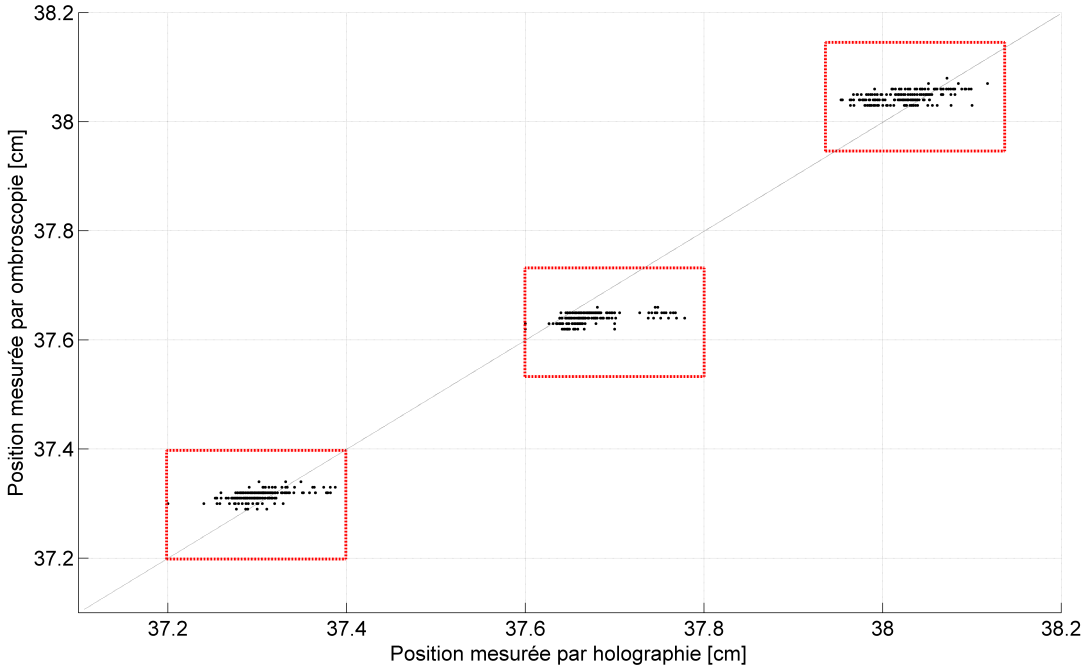



Figure 5.19 – Comparaison des positionnements suivant l'axe $z$ avec les deux voies de mesure

Globalement les résultats de ces essais pointent une faiblesse de la méthode de restitution concernant le traitement des amas, malgré une optimisation des focalisations initiales. Toutefois, ils sont à mettre en perspectives sur deux plans :

- un plus faible RSB pour ces acquisitions par rapport à celles réalisées sur des gouttes isolées, lié à une turbidité plus grande de la phase statique ;
- les carences du modèle qui ne tient pas compte des interférences multiples et limite probablement l'optimisation des amas.

Le travail sur les amas s'est limité à ces deux cas expérimentaux. Il mérite très certainement un approfondissement.

### 5.3.6 Mesure d'une population de gouttes poly-disperse

Les derniers essais de référence ont concerné la mesure de populations de gouttes poly-disperses. Pour générer cette population de gouttes, de façon aléatoire, un débit plus important a été injecté dans les aiguilles, en l'absence de percussion. Expérimentalement, nous avons constaté que ce mode opératoire permet d'établir, de façon progressive, une population de gouttes poly-disperses de plus en plus nombreuses.

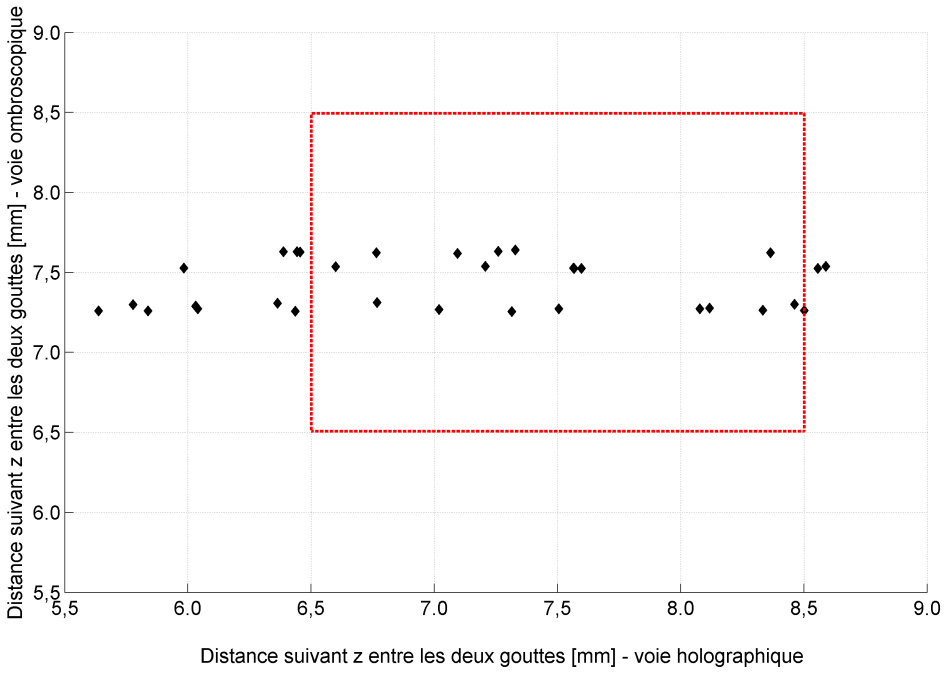



Figure 5.20 – Comparaison des positionnements suivant l'axe $z$ avec les deux voies de mesure pour deux gouttes formant un amas - Cas des gouttes de 1,3 mm de diamètre

Les conditions des essais sont les suivantes :

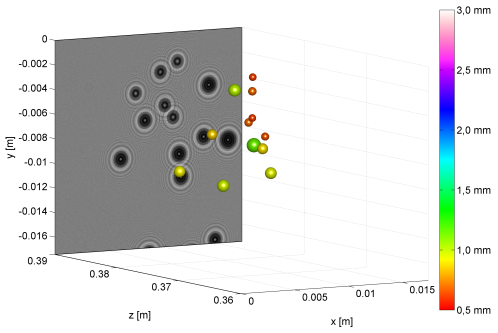
- phase continue statique ;
- phase dispersée sous la forme de gouttes de diamètres dispersés et inconnus, produites par trois aiguilles, avec un débit d'injection de 25 $mm^3.s^{-1}$.
- $RSB_{moyen}$ de 25,2 dB, mesuré sur 661 hologrammes.

Dans cette configuration de mesure, deux approches ont été évaluées. Une approche, que l'on peut qualifier d'approche Lagrangienne, qui consiste à suivre individuellement chaque goutte. Une deuxième approche, qualifiée d'approche Eulérienne, qui cherche à mesurer sur une acquisition des grandeurs macroscopiques pour le plus grand nombre de gouttes possible.

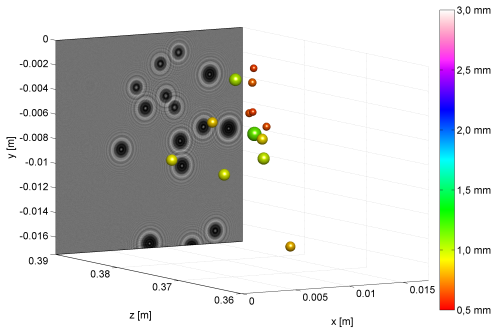
#### 5.3.6.1 Suivi individuel

En réalisant des acquisitions successives, il est possible de reconstruire les trajectoires de populations poly-disperses en diamètre de gouttes. Les trajectoires sont reconstituées avec un algorithme de tracking élémentaire, basé sur une recherche de proximité dans la direction principale de déplacement.

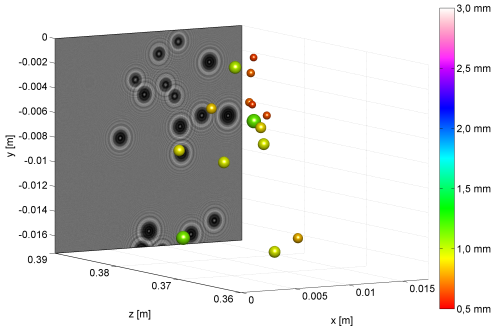
La figure 5.21 montre un exemple de ce type de suivi. Dans ce cas les résultats sont obtenus par l'analyse d'une succession d'hologrammes pris à des intervalles de temps, $\delta t$, de $^1/_{60}$ de seconde.



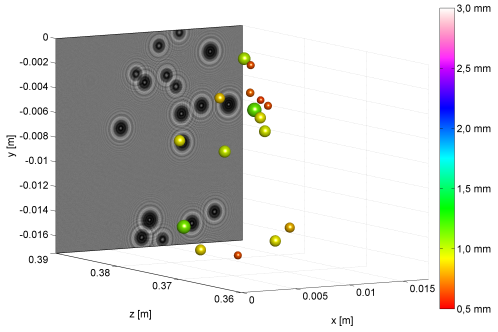

(a) restitution à $t_0$



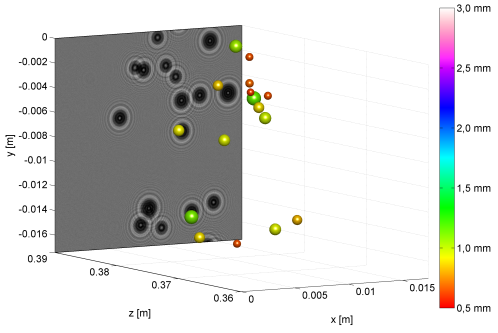

(b) restitution à $t_0 + \delta t$



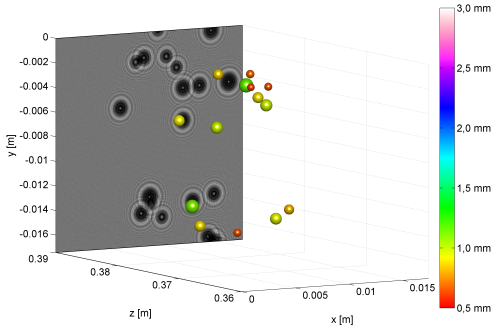

(c) restitution à $t_0 + 2\delta t$




(d) restitution à $t_0 + 3\delta t$




(e) restitution à $t_0 + 4\delta t$




(f) restitution à $t_0 + 5\delta t$

Figure 5.21 – Suivi individuel de gouttes de TPH en ascension, en groupe, dans un volume statique d'eau

Ce suivi individuel permet de mettre en évidence les interactions entre les gouttes. A titre d'exemple, à partir des acquisitions présentées sur la figure 5.21, il a été démontré que la vitesse de chaque goutte dépassait systématiquement la vitesse terminale donnée par les corrélations. Cette différence, d'un facteur 1,5 en moyenne, étant supérieure aux variations liées à la température, elle peut raisonnablement être attribuée à une combinaison entre l'impulsion initiale des gouttes et les effets liés à leur déplacement en groupe (effets de traînées collectifs).

Ce suivi individuel permet aussi une évaluation des effets liés à la structure locale de l'écoulement. Il est notamment possible de mesurer des accélérations localisées, dans le temps et l'espace, sur une ou des goutte(s) particulière(s). Une illustration de ce type de résultat est proposé en figure 5.22. Sur cet exemple, l'évolution de la vitesse instantanée de trois gouttes issues du cas présenté sur la figure 5.21 est tracé. Il apparaît nettement que les gouttes n°1 et 2, qui sont au sein d'un groupe (partie droite des figures), subissent des accélérations locales, quand la goutte n°3, plus isolée (partie gauche des figures), a une trajectoire rectiligne à vitesse constante.

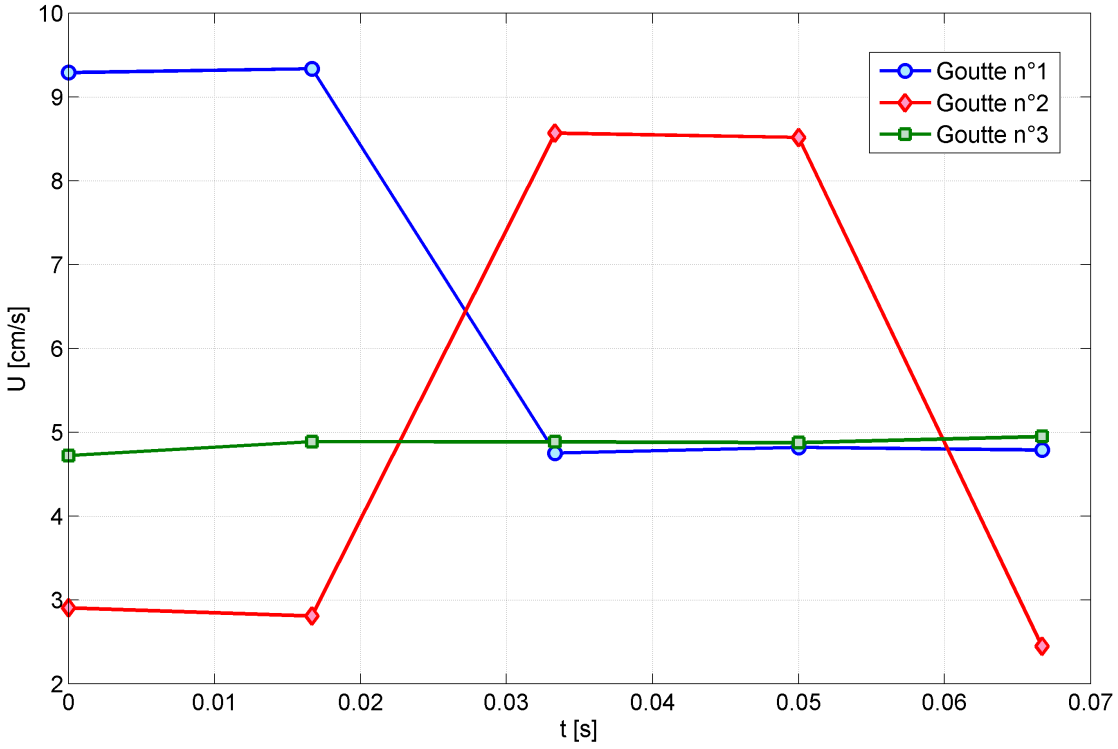



Figure 5.22 – Évolution de la vitesse instantanée de trois gouttes au sein d'une population de gouttes poly-disperses - La goutte n°3, isolée, suit une trajectoire à vitesse constante, les gouttes 1 et 2 subissent des changements de vitesse

#### 5.3.6.2 Grandeurs moyennes

Quand le nombre de gouttes enregistré par l'hologramme devient plus important, il est possible, dans une approche de type Eulérienne, de calculer des grandeurs moyennes. Un exemple de ce type de traitement est présenté en figure 5.23. Dans cet hologramme, 43 gouttes, ayant des diamètres compris entre 0,5 mm et 2,8 mm, ont été restituées. En raison du nombre de gouttes plus important, le traitement initial a été optimisé.

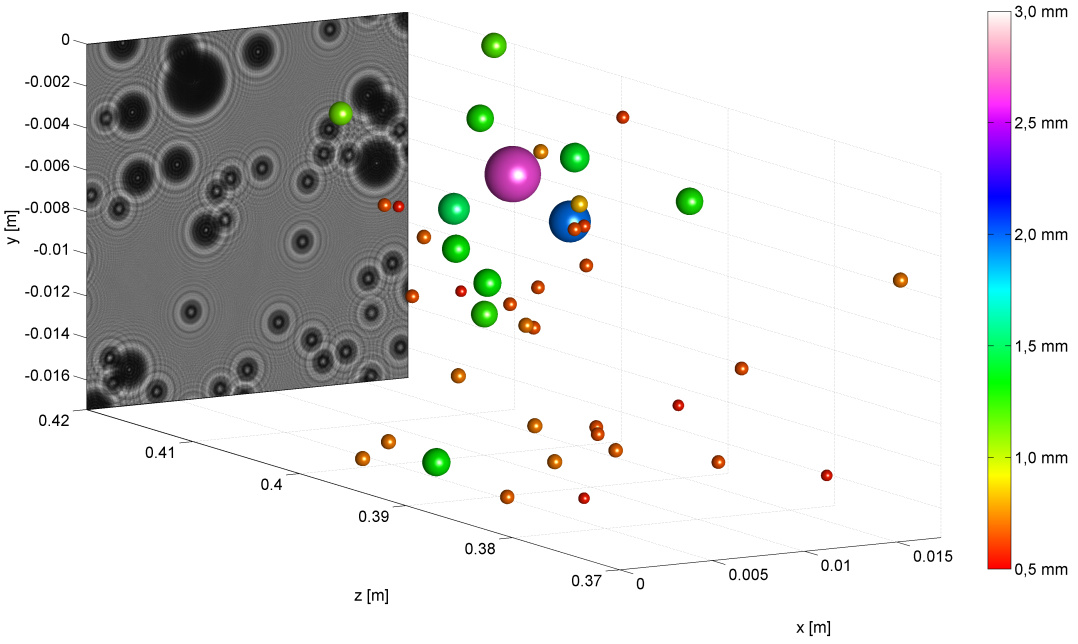



Figure 5.23 – Restitution en 3D d'une population de gouttes poly-disperses

A partir de cette restitution, il est possible de déterminer la distribution du diamètre de gouttes (figure 5.24) puis de calculer les grandeurs caractéristiques de l'émulsion. Ici trois diamètres caractéristiques (cf. annexe C) ont été évalués :

- le $d_{10}$ qui est le diamètre moyen de la population de gouttes ;
- le $d_{32}$ (diamètre de Sauter), qui caractérise les échanges surfaciques,
- le $d_{43}$, qui caractérise les transferts massiques.

Suivant le même principe, il est alors facile d'évaluer d'autres grandeurs d'intérêts, comme l'aire interfaciale ou le taux de rétention, puis de suivre leur évolution dans le temps. Sept essais de ce type ont été réalisés. Le plus grand nombre de gouttes correctement positionnées dans un hologramme expérimental a été de 72 gouttes. C'est un résultat proche de celui obtenu sur les simulations numériques. Le nombre de gouttes mesurables est limité par les

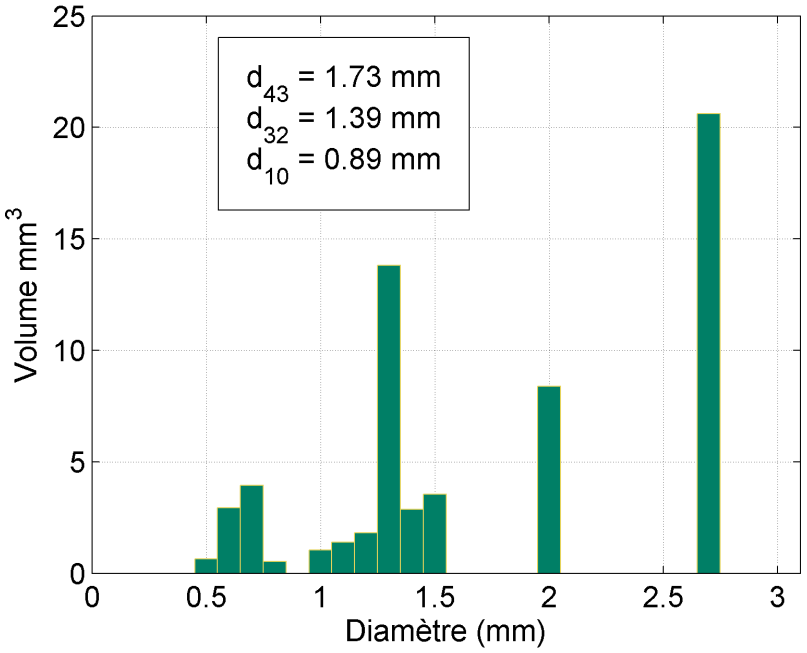
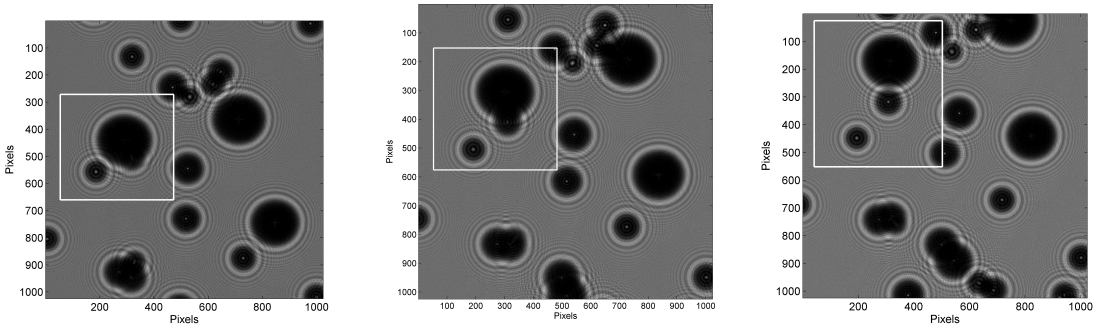



Figure 5.24 – Distribution volumique des gouttes

superpositions de figures de diffraction. Ce phénomène est accentué en présence de gouttes de grand diamètre qui vont masquer le signal des gouttes de petit diamètre, comme l'illustre la figure 5.25.




(a) Hologramme à $t_0$ (b) Hologramme à $t_0 + \delta t$ (c) Hologramme à $t_0 + 2\delta t$

Figure 5.25 – Illustration du recouvrement par des gouttes de grand diamètre

Dans une émulsion établie, avec un $d_{10} \approx 1$ mm, l'ordre de grandeur à retenir est de 60 gouttes correctement positionnées après optimisation de l'hologramme. Pour une colonne de 25 mm de diamètre, cela correspond à un taux de rétention d'environ 0,35 % (pour un volume d'observation 18,5 cm$^3$) .

Les résultats présentés dans ce chapitre ont fait l'objet d'une publication dans la revue *Optics and Laser in Engineering* [157]. Sur le plan instrumentation, il est possible de porter un regard critique sur cette série d'essais. En particulier, on peut noter que les conditions d'acquisition n'ont pas été optimisées eu égard à la dynamique du capteur utilisé (RSB de 60 dB). Ceci peut expliquer partiellement les performances limitées, notamment pour le traitement des amas. Avec un temps d'exposition plus long [viii], il aurait sans doute été possible d'améliorer le contraste des anneaux de diffraction, c'est-à-dire la précision du positionnement suivant $z$.

Indépendamment de cette considération sur les acquisitions, ces résultats permettent une évaluation correcte des performances intrinsèques de l'holographie numérique sur des gouttes dans un écoulement liquide-liquide. Ils démontrent qu'il s'agit d'une méthode d'intérêt pour leur caractérisation.

Néanmoins, ils ne sont pas représentatifs des performances qui vont être obtenues dans une colonne pulsée de laboratoire. Pour appréhender l'impact du passage sur ce type de dispositif, il est nécessaire de conduire des essais complémentaires dans trois domaines :
- les performances vis à vis du génie des procédés ;
- le traitement numérique ;
- la prise en compte des conditions optiques liées à la géométrie des colonnes.

C'est l'objet du chapitre suivant, dernier chapitre de ce document.

viii. Un gain d'un facteur 3 parait envisageable.

# Troisième partie

# Mise en œuvre sur les appareils d'extraction liquide-liquide

# Chapitre 6

# Vers les appareils d'extraction liquide-liquide

Le chapitre 5 a permis de déterminer les performances de l'holographie numérique sur des gouttes de phase dispersée en ascension dans un fluide statique. S'il s'agit de conditions expérimentales adaptées à une évaluation de la méthode de mesure, elles ne sont pas représentatives des conditions hydrodynamiques couramment rencontrées dans une colonne pulsée. En effet, dans ce type de dispositif, la phase continue est en mouvement et les gouttes de phase dispersée, en raison de l'énergie qui leur est transmise, sont soumises à des ruptures comme à des coalescences. Il est donc important de vérifier les capacités de la méthode sur les points suivants :

- le positionnement de gouttes dans une phase continue dynamique ;
- la capacité à suivre l'évolution de la granulométrie d'une population de gouttes ;
- la possibilité de suivre la rupture ou la coalescence des gouttes.

Une série d'essais a été conduite pour vérifier ces aspects. Elle est présentée en première partie de ce chapitre.

Les essais sur le dispositif étalon ont permis d'arrêter la limite de la méthode concernant le nombre de gouttes observables simultanément. Cette limite s'entend dans le cas d'une recherche des caractéristiques de chaque goutte. Il est possible d'envisager que d'autres approches numériques permettent d'évaluer les caractéristiques moyennes d'un plus grand nombre de gouttes. C'est l'objet de la deuxième partie de ce chapitre.

Enfin, la géométrie classique des colonnes est cylindrique. Leur principal élément est un fût en verre qui induit un fort astigmatisme. Il rend la focalisation des hologrammes impossible avec la méthode décrite aux chapitres 3 et 4. Ce point est abordé dans la troisième partie.

Au préalable, nous pouvons dresser un bilan des résultats obtenus, en les plaçant en perspective avec quelques résultats comparables, issus de la littérature et obtenus avec d'autres méthodes de mesure.

## 6.1 Bilan et positionnement par rapport aux autres techniques de champ

**Limitation en nombre de gouttes :** Comme toutes les techniques de champ l'holographie numérique est limitée quant au nombre de gouttes mesurables simultanément. Cette limite est essentiellement liée au traitement des images, c'est-à-dire relativement indépendante de la méthode de mesure. De fait, on retrouve le même type de limitation qu'avec des techniques alternatives comme l'ombroscopie ou l'ILIDS[14,83]. En l'état des connaissances actuelles, cette limitation intrinsèque aux techniques de champ ne paraît pas dépassable. Pour augmenter le nombre de gouttes mesurables, il faut passer sur des techniques de mesure locales[158]. Le parti pris est alors de limiter le volume d'observation, donc d'échantillonner l'émulsion pour accéder à des rétentions plus importantes. En l'état de l'art, **la limite supérieure**, permettant une restitution fiable après optimisation, est de **70 gouttes de diamètre moyen 0,85 mm** [i], soit une DO $< 13$ % ce qui est cohérent avec le critère proposé par Royer.

**Gamme de diamètre :** La gamme de diamètre mesurée est adaptée à celle rencontrée dans les dispositifs d'extraction liquide-liquide. **Elle démarre à 50 µm pour finir à 3 mm**. Pour le montage en ligne sans objectif exploité ici, c'est une étendue légèrement plus limitée que celle accessible avec l'imagerie par transmission (de 10 µm à 7 mm, avec un éclairage collimaté et un objectif télécentrique[158]).

**Trajectoires et vitesses :** Par rapport aux autres techniques de champ, la mesure des vitesses est l'atout majeur de l'holographie numérique. Comme elle donne accès à la position en trois dimensions du centre des gouttes, elle permet une **mesure des trois composantes de la vitesse**, là où les autres techniques de champ (ILIDS, Ombroscopie, FIL), qui exploitent des projections, ne permettent de remonter qu'à deux composantes. C'est la seule technique de champ qui permet d'obtenir des performances en terme de vélocimétrie analogues à celles des techniques ponctuelles. Les résultats présentés au chapitre 5 ont permis d'établir qu'il est aisé de mesurer des objets ayant des vitesses allant

i. Pour notre configuration de mesure et notre capteur.

jusqu'à quelques dizaines de centimètres par seconde. L'utilisation de caméras rapides associées à un éclairage direct du capteur, laisse penser que des vitesses de l'ordre du mètre par seconde sont accessibles. Il s'agit de vitesses extrêmes rencontrées localement dans les écoulements. Ceci correspond à la limite supérieure des vitesses 2C mesurées actuellement par ombroscopie[158]. Dans ce domaine, l'holographie numérique permet de couvrir l'ensemble des vitesses de gouttes typiquement rencontrées dans les dispositifs d'extraction liquide-liquide. De par son caractère tridimensionnel, elle se positionne comme une alternative intéressante à l'imagerie par transmission.

## 6.2 Aspects génie chimique

Dans cette partie, nous présentons les résultats d'essais et de simulations complémentaires. Ils ont été effectués afin d'esquisser les performances atteignables sur une émulsion en colonne pulsée. Quand ils sont expérimentaux, ces essais ont été conduits sur deux appareils, le dispositif de référence et la cellule d'un granulomètre. Quatre points ont été examinés :
- la limite quant au taux de rétention ;
- l'influence de la mise en mouvement de la phase dispersée ;
- le suivi granulométrique ;
- la possibilité d'observer des phénomènes locaux comme des ruptures de gouttes.

### 6.2.1 Limite en taux de rétention

Une des informations importantes pour le génie des procédés est le taux de rétention. Pour évaluer la limite supérieure mesurable pour cette grandeur avec l'holographie en ligne, nous nous sommes appuyés sur des simulations numériques. Cette évaluation s'est déroulée en deux étapes :
- dans un premier temps, génération d'un hologramme numérique avec le modèle défini au chapitre 3 ;
- dans un deuxième temps restitution de cet hologramme à partir de la méthode définie aux chapitres 3 et 4 ;

Les taux de rétention calculés à chacune des deux étapes ont ensuite été comparés. Les résultats de cette comparaison sont présentés en figure 6.1. Le hold-up est simulé pour un volume d'observation de 18,5 $cm^3$ qui correspond au volume d'observation dans une colonne de diamètre, $\phi$, de 25 mm. La population de gouttes est poly-disperse avec un $d_{10}$ de 1,0 mm $\pm$ 0,17 mm.

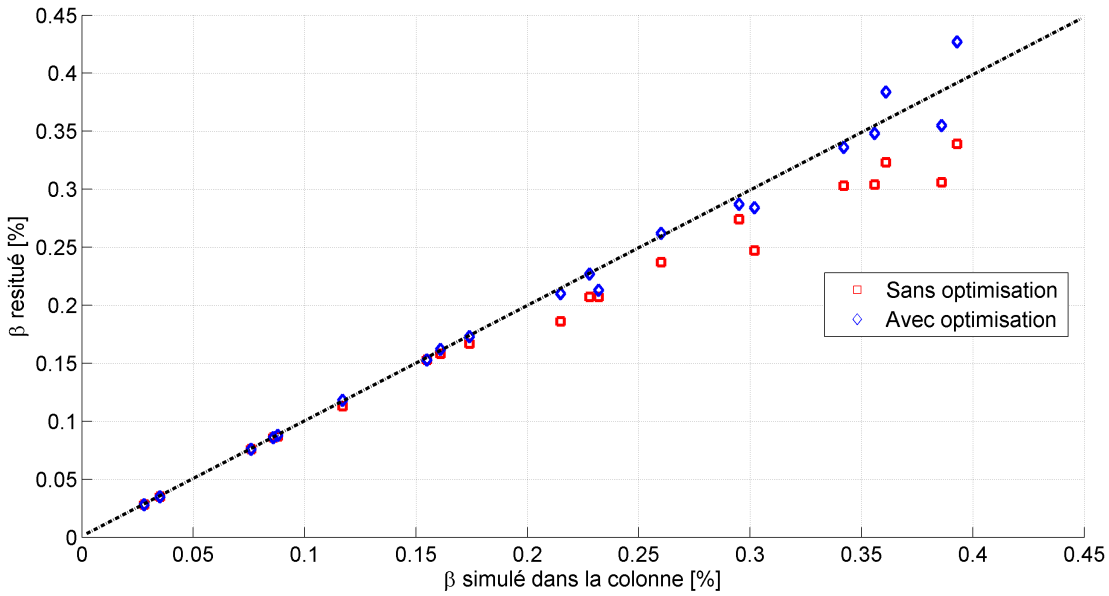



Figure 6.1 – Limite en taux de rétention mesurable pour une colonne de diamètre $\phi = 25$ mm

Ces simulations confirment que la limite théorique [ii] atteignable avec optimisation se situe aux environs de 0,35%. Sans optimisation, elle chute à environ 0,2%. Comme le montre la figure 6.2, ces résultats sont cohérents avec le critère de Royer[109], qui postule que la densité d'ombre doit rester inférieure à 10% pour que l'hologramme reste exploitable.

Pour les faibles rétentions, on peut établir une relation linéaire entre la densité d'ombre et le taux de rétention [iii]. Elle est indépendante du diamètre des gouttes. Sur ces simulations, le taux de rétention maximal correctement restitué après optimisation correspond à une densité d'ombre de 13,9%, qui dépasse légèrement le critère de Royer.

### 6.2.2 Mise en mouvement de la phase dispersée

Une des différences essentielle entre les dispositifs d'extraction liquide-liquide et le dispositif de référence est le mouvement de la phase continue. Dans les colonnes pulsées, la phase continue circule avec un débit généralement fixe, tout en oscillant sous l'influence d'une pulsation dont l'amplitude varie en fonction des régimes de fonctionnement.

Dans le dispositif de référence tel que conçu, il n'a pas été possible de reproduire des conditions d'écoulement représentatives de celles rencontrées dans les colonnes pulsées,

ii. Cette limite est théorique car elle ne prend pas en compte les dégradations liées au passage dans le domaine expérimental.

iii. Pour un nombre de superpositions limité, on peut écrire que $\beta(\%) = 0,016 \times DO(\%)$.

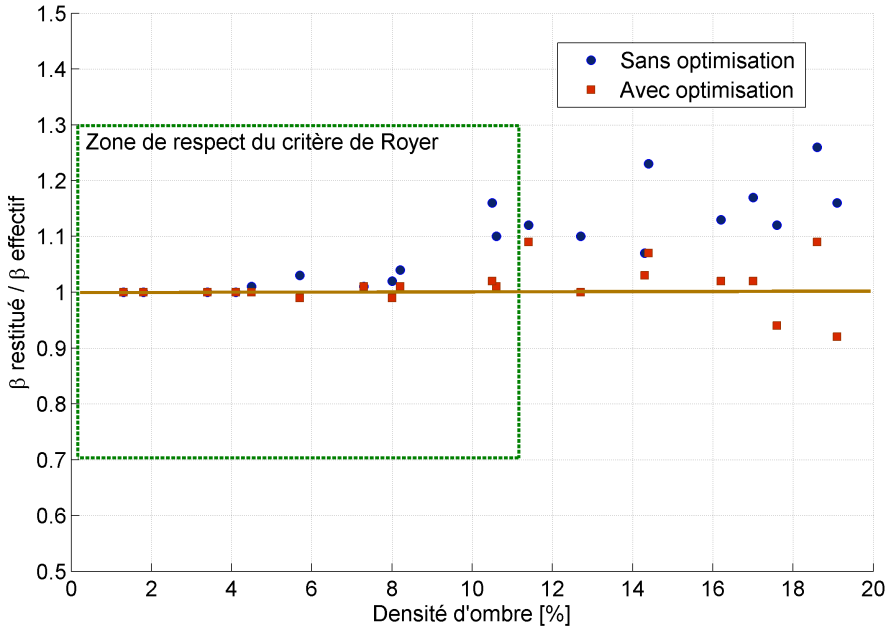



Figure 6.2 – Rapport entre le taux de rétention restitué et le taux de rétention simulé, pour une colonne de diamètre $\phi = 25$ mm, en fonction de la densité d'ombre dans l'hologramme

et en particulier d'imposer une vitesse suffisante à la phase continue (entre 0,001 m.s$^{-1}$ et 0,5 m.s$^{-1}$) tout en pulsant les fluides. La vitesse maximale imposée à contre-courant comme à co-courant a été de 0,3 cm.s$^{-1}$, ce qui, au regard de la vitesse terminale des gouttes, ne représente pas une vitesse de glissement significative. Au delà, il a été constaté que le système d'injection ne produit plus des gouttes calibrées et que des bulles d'air apparaissent dans le dispositif, ce qui dégrade le RSB.

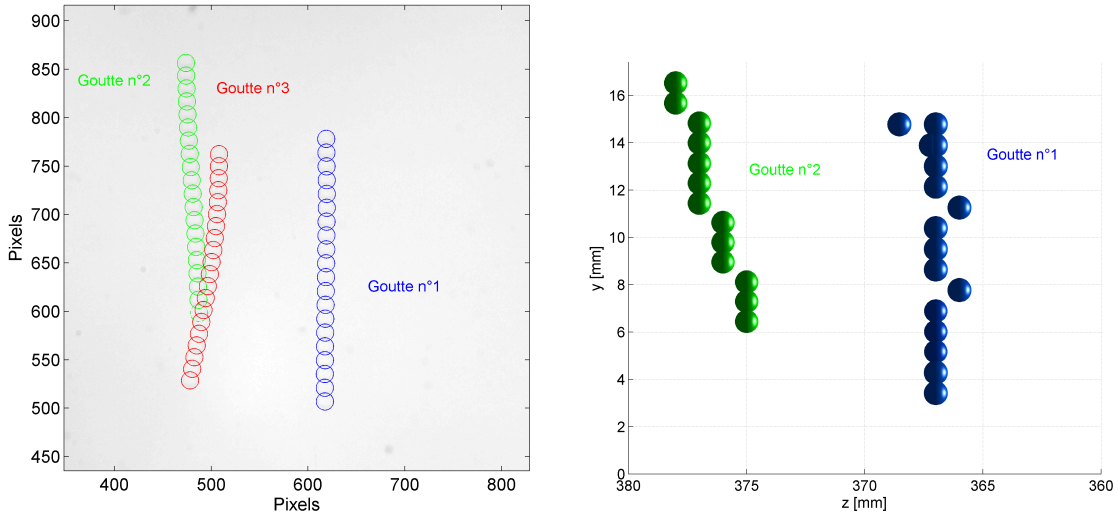
Si elle n'est pas représentative d'un écoulement en colonne pulsée, cette mise en mouvement de la phase continue se traduit quand même par une perturbation de la trajectoire des gouttes comme l'illustre la figure 6.3a.

Sous cette contrainte, nous avons réalisé quatre séries d'essais avec les conditions suivantes :

- phase continue en mouvement, avec des vitesses à contre-courant et à co-courant de 0,15 cm.s$^{-1}$ à 0,3 cm.s$^{-1}$ ;
- phase dispersée sous la forme de trois gouttes de même diamètre (1,0 mm), produites par l'aiguille centrale et deux autres aiguilles du dispositif d'injection. Les gouttes sont injectées de façon à former une diagonale qui évite la formation d'amas de figures de diffraction ;
- RSB$_{moyen}$ de 23,2 dB, mesuré sur 1360 hologrammes.

Par rapport aux essais de référence sur la mesure du diamètre et de la vitesse, on remarque

une baisse du RSB. Toutefois, elle est du même ordre de grandeur que celle constatée pour les essais sur les amas de gouttes et ne peut donc pas être attribuée avec certitude à la mise en mouvement de la phase continue.




(a) - Vue en projection sur $(y, z)$ avec la voie ombroscopique

(b) Trajectoires restituées par holographie

Figure 6.3 – Mesure de la trajectoire de trois gouttes de TPH ($d$ = 1,0 mm) en ascension dans de l'eau en mouvement avec une vitesse à contre-courant

La figure 6.3b présente les trajectoires restituées par holographie numérique pour les gouttes n°1 et n°2. La goutte n°3 n'est pas dans le champ de la voie holographique. Les deux trajectoires sont correctement reproduites avec une profondeur de champ de 1 mm. En effet, on constate sur la trajectoire de la goutte n°1 trois écarts de positionnement de 1 mm, et, pour la goutte n°2, trois discontinuités liées elles aussi à la profondeur de champ.

Les hologrammes ont été optimisés. Malgré tout, la profondeur de champ expérimentale limite la précision du positionnement suivant l'axe $z$ à 1 mm. Une diminution du pas de restitution à 0,5 mm, ne conduit pas à une amélioration alors que cela a été constaté sur les simulations numériques. Cette limite s'entend pour nos conditions expérimentales (dispositif d'acquisition, laser et réglage du front d'onde). Il est possible qu'une amélioration de la qualité des images permette de tendre vers les résultats obtenu par simulation, c'est-à-dire un positionnement à 0,1 mm.

### 6.2.3 Évolution des populations de gouttes

Si l'holographie numérique est avant tout une technique de suivi dynamique des gouttes, elle présente aussi l'intérêt de permettre une mesure concomitante de la granulométrie. Pour appréhender ses performances dans ce domaine, nous avons réalisé des essais de suivi de l'évolution granulométrique d'une population de gouttes. Pour ces essais, le dispositif expérimental retenu a été la cellule d'un granulomètre commercial [iv].

Un tel dispositif présente plusieurs avantages :
- un volume de mesure réduit qui limite le nombre de gouttes présentes simultanément dans le champ ;
- une fenêtre d'interrogation de qualité optique ;
- un système interne d'agitation permettant la mise en mouvement de la phase continue avec différents régimes d'agitation connus ;
- la possibilité d'exploiter le granulomètre pour réaliser des mesures contradictoires.

Son principal inconvénient réside dans le fait que le volume d'interrogation ne correspond qu'à une fraction du volume total de la cellule. C'est donc une configuration de mesure pour laquelle la représentativité de l'émulsion observée se pose. Pour les essais conduits ici ce problème de représentativité n'a que peu d'incidence puisqu'il s'agit de comparer l'évolution de la granulométrie dans la zone d'observation.

Ce dispositif est illustré en figure 6.4. Le volume d'observation présente un entrefer de 6 mm et la cellule a un volume total d'environ 15 $cm^3$. Les hublots sont silanisés [v] de manière à les rendre hydrophobes. Ils présentent une surface de 800 $mm^2$, supérieure au champ observé par la caméra ($\approx$ 300 $mm^2$). Le volume d'interrogation est donc de 1,8 $cm^3$, soit 12% du volume total.

Les conditions de ces essais sont les suivantes :
- phase continue (TPH), en mouvement ;
- phase dispersée ($H_2O$) injectée en une fois avant la mise en route de l'agitation. Le volume injecté est de 4,2 $mm^3$, soit un taux rétention d'un peu moins de 0,03% ;
- $RSB_{moyen}$ de 25,4 dB, mesuré sur 1360 hologrammes ;

Les essais se sont déroulés de la manière suivante :

1. injection de la phase dispersée ;
2. mise en mouvement de l'agitateur ;
3. réalisation de la mesure juste après la mise en route de l'agitation [vi], à une cadence

iv. Beckman Coulter, modèle LS 13 320.

v. La silanisation est une opération qui permet de greffer sur une surface de silice une molécule complexe comprenant des radicaux silanes (octadecyltriméthosilane ODTMOS à 6 % massique).

vi. Dans l'objectif de pouvoir observer des ruptures sur des gouttes de grand diamètre.

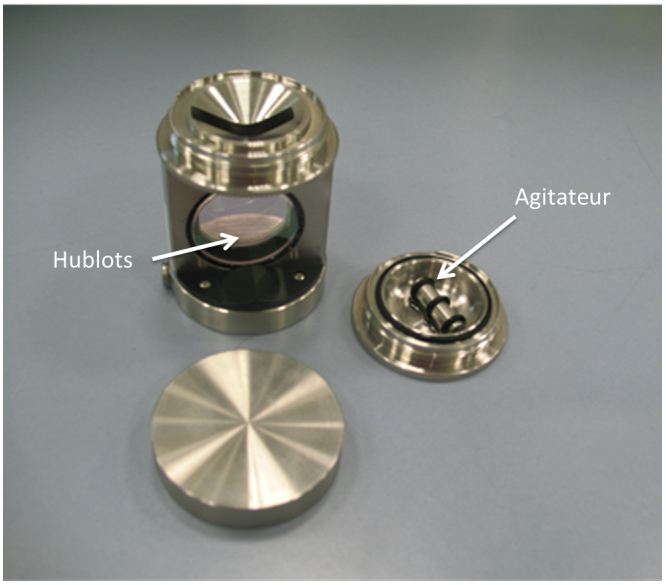



Figure 6.4 – Vue d'ensemble de la cellule utilisée pour les mesures de granulométrie

de 125 images par seconde.

Le traitement complet d'un film (1360 hologrammes) permet d'établir la granulométrie des gouttes, à un régime d'agitation donné, avec une bonne statistique. On fait ici l'hypothèse qu'observer dans le temps l'échantillon qui passe devant le hublot équivaut à observer l'ensemble de la population.

Les figures 6.5 et 6.6 illustrent le changement de granulométrie de la population de gouttes pour deux régimes d'agitation (l'agitateur passe de 1035 tours par minute à 1157 tours par minute).

On voit clairement sur ces deux figures l'influence de l'agitation qui se traduit par une augmentation de la rupture des gouttes donc par un diamètre de Sauter plus petit. L'holographie numérique permet de suivre facilement cette évolution, ce qui confirme sa capacité à mesurer la granulométrie d'un ensemble de gouttes.

Sur le plan quantitatif, l'ordre de grandeur des résultats obtenus ici est en accord avec les mesures contradictoires réalisées sur le granulomètre, notamment pour le diamètre arithmétique avec un $d_{10}$ de 0,47 mm ± 0,18 mm pour le premier régime et un $d_{10}$ de 0,34 mm ± 0,13 mm pour le deuxième régime. Les distributions obtenues avec le granulomètre sont plus riches en petites gouttes ($d$<200 µm) qui n'ont pas été détectées par l'holographie numérique. De fait, l'écart entre les deux mesures devient plus important pour la compa-

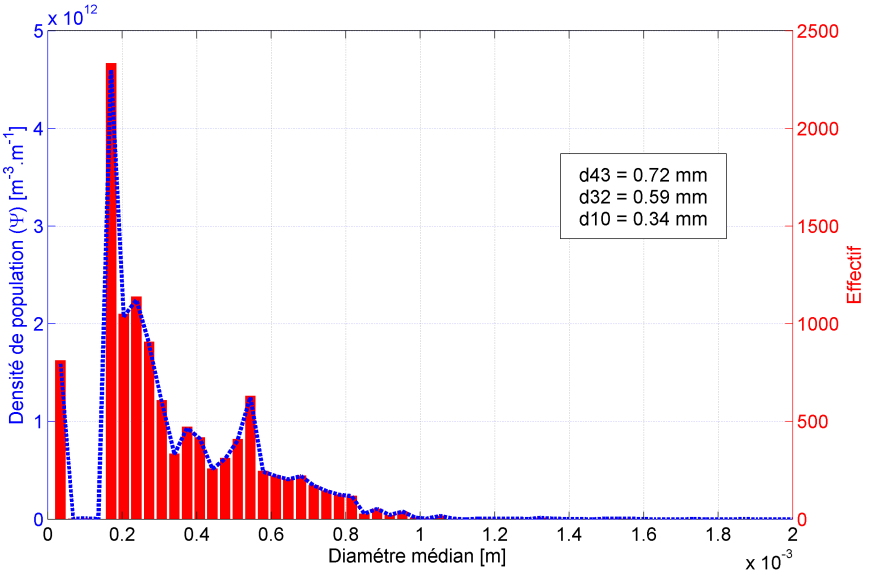



Figure 6.5 – Granulométrie mesurée au premier régime d'agitation

raisons des $d_{43}$ [vii]. Cette différence peut être expliquée par deux causes :

- l'instant choisi pour la mesure par holographie, c'est-à-dire juste après la mise en route de l'agitation, afin de favoriser l'observation de rupture. Les mesures sur le granulomètre ont été réalisées avec un régime établi, donc une population de gouttes moins poly-disperses ;
- la différence entre les deux méthodes d'observation. De par son principe (la diffraction à l'infini à travers une lentille), la mesure réalisée sur le granulomètre est plus sensible aux gouttes de tout petit diamètre ($d < 50$ µm).

#### 6.2.3.1 Suivi de la rupture et de la coalescence

Au delà de cette mesure de la distribution des gouttes, un des intérêts de l'holographie numérique est de pouvoir détailler certains phénomènes locaux plus isolés comme la rupture ou la coalescence de gouttes. Ces essais, sur la cellule granulométrique, ont été l'occasion d'observer ce type d'événement. La figure 6.7 illustre une de ces observations. Sur cette figure, les gouttes ont été identifiées à l'aide d'un code couleur pour faciliter le suivi de leur trajectoire. Les flèches blanches marquent le sens de circulation principal de la phase continue sous l'action de l'agitateur. Au cours de cette séquence, la goutte marquée en jaune se scinde en deux gouttes de plus petit diamètre (figure 6.8c), après s'être déformée (figure 6.8b). La fréquence d'acquisition, 125 images par seconde, ne permet pas de visualiser les

vii. Selon les résultats obtenus avec le granulomètre le $d_{43}$ est égal au $d_{10}$.

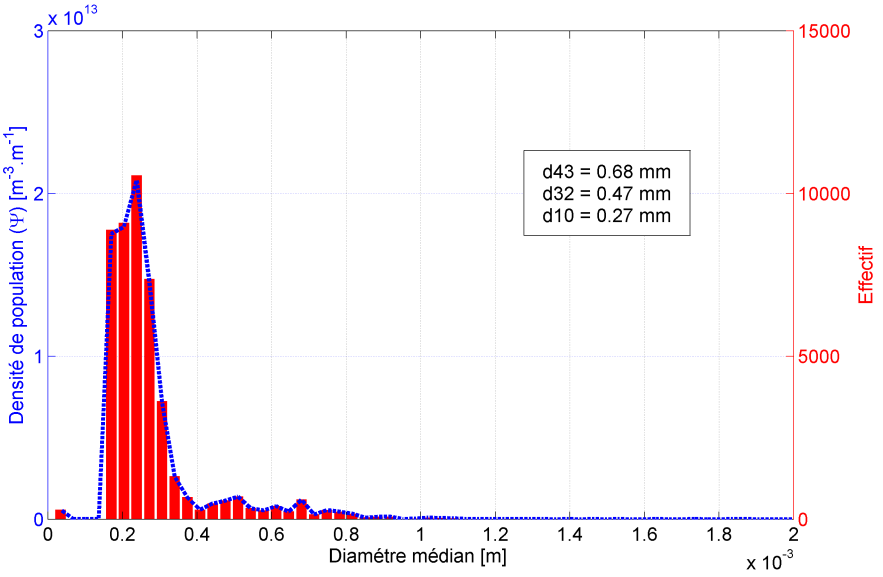



Figure 6.6 – Granulométrie mesurée au deuxième régime d'agitation

détails de ce processus.

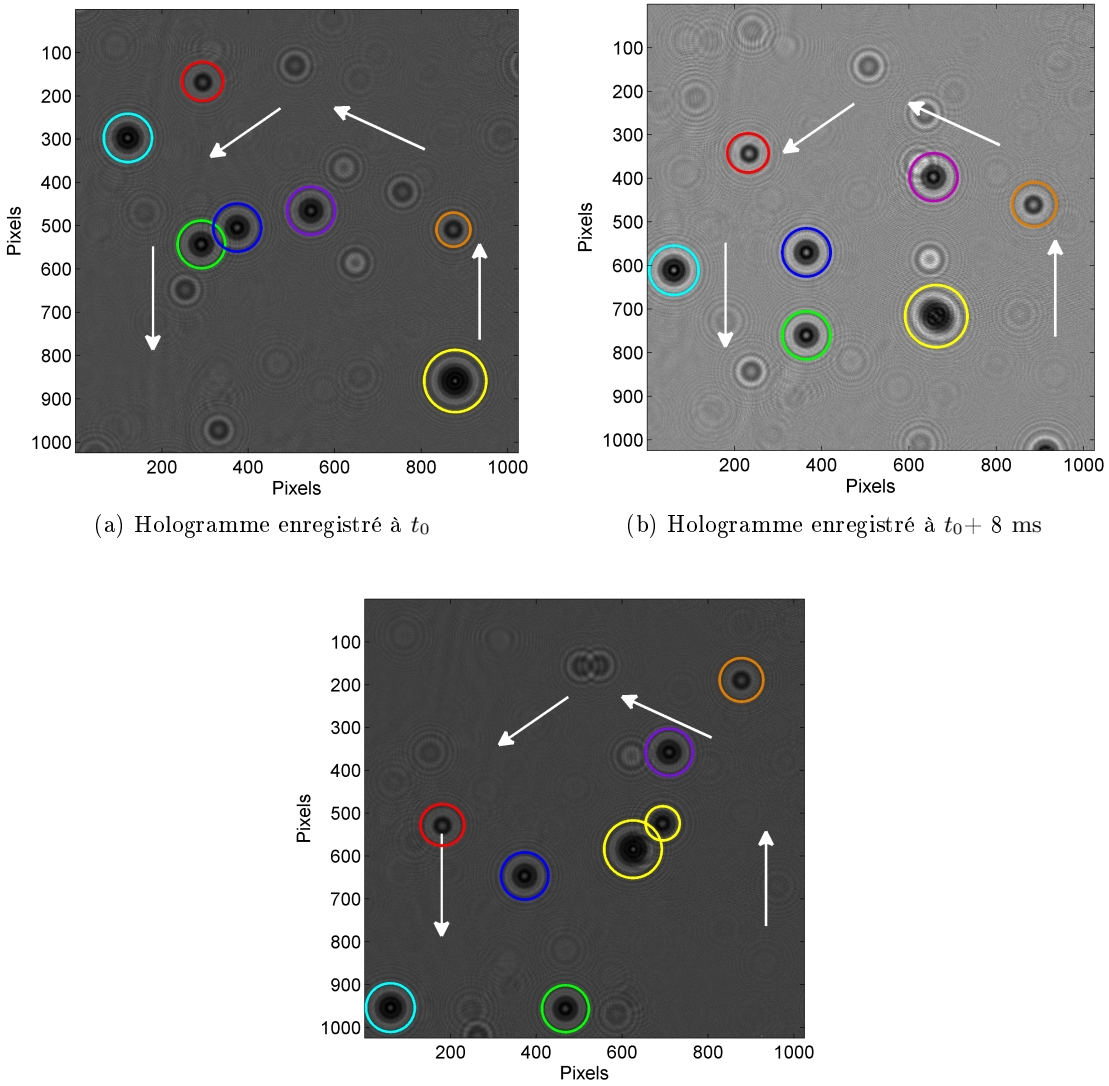
Toutefois, une analyse quantitative par restitution de la séquence d'hologrammes permet d'établir que la goutte, d'un diamètre initial de 0,95 mm, s'est rompue de manière dissymétrique en deux gouttes de diamètres respectifs, 0,9 mm et 0,53 mm. Le volume total de 0,45 $mm^3$ est conservé aux erreurs de mesure près. La restitution de cette séquence est illustrée en figure 6.8.

Cet essai montre que l'holographie numérique est un outil capable de suivre les phénomènes de rupture. Par analogie, on peut supposer qu'il en est de même pour le suivi de la coalescence. La focalisation des hologrammes permet de visualiser la déformation de la goutte préalablement à sa rupture, ce qui donne accès à une information intéressante sur les énergies mises en jeu lors de ces phénomènes.

## 6.3 Aspects numériques

Cela a été abordé au chapitre 5, la limite en nombre de gouttes que l'on peut suivre individuellement se situe aux environs de 70. Au delà, les carences et les erreurs de positionnement deviennent trop nombreuses pour permettre une approche Lagrangienne.

Toutefois comme cela a été démontré par Denis *et al.* [159], il est possible d'extraire directement des grandeurs moyennes de l'hologramme sans passer par l'étape de restitution. En




(a) Hologramme enregistré à $t_0$

(b) Hologramme enregistré à $t_0$+ 8 ms

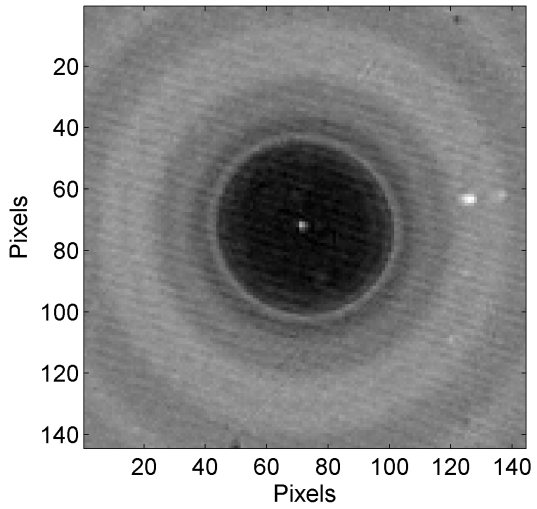
(c) Hologramme enregistré à $t_0$ + 16 ms

Figure 6.7 – Suivi de la rupture d'une goutte par holographie numérique - Acquisitions

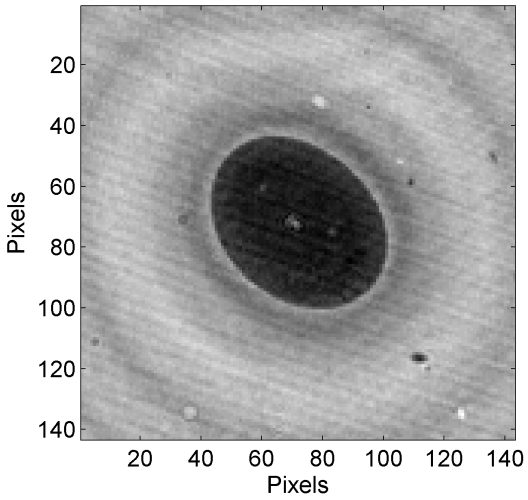
particulier, le calcul de la fonction d'autocorrélation d'un hologramme permet d'évaluer la taille moyenne des gouttes. Il est donc intéressant d'examiner cette méthode de traitement sur nos hologrammes de gouttes pour, en particulier, vérifier si elle permet de mesurer, via des grandeurs moyennes, un plus grand nombre de gouttes que le suivi individuel.

### 6.3.1 Mesure de vitesses et diamètres moyens par autocorrélation

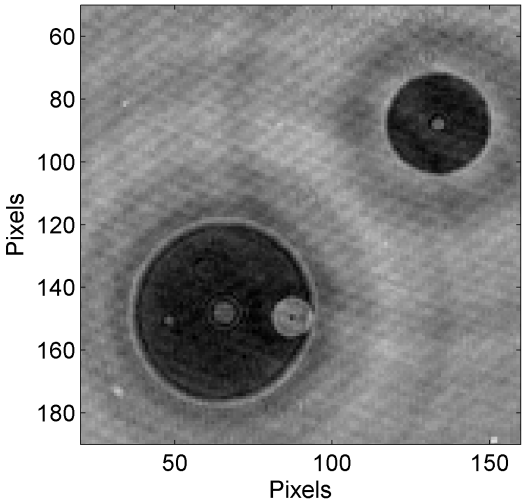
On peut démontrer que la fonction d'autocorrélation d'un hologramme sans son terme constant (cf. équation 2.18) contient une information sur le diamètre moyen des gouttes.




(a) Restitution de l'hologramme enregistré à $t_0$ - Zoom sur la zone de rupture




(b) Restitution de l'hologramme enregistré à $t_0$+ 8 ms - Zoom sur la zone de rupture




(c) Restitution de l'hologramme enregistré à $t_0$ + 16 ms - Zoom sur la zone de rupture

Figure 6.8 – Suivi de la rupture d'une goutte par holographie numérique - Restitutions

Pour un modèle de type disque opaque, Denis *et al.* ont établi que la fonction d'autocorrélation est proportionnelle à celle du disque, quelle que soit la distance de propagation, pour des nombres de *Fresnel* suffisamment petits.

En effet, à partir de l'intensité enregistrée $I(x, y)$ et en négligeant le terme caractéristique des interférences multiples, on peut écrire, pour une goutte :

$$C(x, y) = [I(x, y)] * [I(-x, -y)]^* \tag{6.1}$$

avec $C(x,y)$, la fonction d'autocorrélation de l'intensité.

En introduisant l'expression de l'intensité établie avec l'équation 2.18, on obtient :

$$C(x,y) = \left[A_0.O^*_{z_r}(x,y) + A^*_0.O_{z_r}(x,y)\right] * \left[A_0.O^*_{z_r}(-x,-y) + A^*_0.O_{z_r}(-x,-y)\right]^* \quad (6.2)$$

Ce qui revient à écrire, en utilisant le fait que les fonctions sont paires :

$$C(x,y) = \left[A_0.O^*_{z_r}(x,y) + A^*_0.O_{z_r}(x,y)\right] * \left[A_0.O^*_{z_r}(x,y) + A^*_0.O_{z_r}(x,y)\right]^* \quad (6.3)$$

En normalisant par $A_0$, cette équation devient :

$$C(x,y) = \left[\Re\left(O_{z_r}(x,y)\right)\right] * \left[\Re\left(O_{z_r}(x,y)\right)\right] \quad (6.4)$$

Soit :

$$C(x,y) = \left[A(u,v) * \Re\left(h_{z_r}(x,y)\right)\right] * \left[A(u,v) * \Re\left(h_{z_r}(x,y)\right)\right] \quad (6.5)$$

Qui s'écrit :

$$C(x,y) = \left[A(u,v) * A(u,v)\right] * \left[\Re\left(h_{z_r}(x,y)\right) * \Re\left(h_{z_r}(x,y)\right)\right] \quad (6.6)$$

or, d'après Fournier[100] :

$$\left[\Re\left(h_{z_r}(x,y)\right) * \Re\left(h_{z_r}(x,y)\right)\right] = {}^1\!/_2\left[\delta + \Re\left(h_{2z_r}(x,y)\right)\right] \quad (6.7)$$

avec $\delta$ la distribution de *Dirac*.

Ceci signifie que $C(x,y)$, la fonction d'autocorrélation, contient un terme directement proportionnel au produit de corrélation du champ objet, ainsi qu'un terme proportionnel au produit de corrélation du champ objet convolué avec la partie réelle du propagateur de *Fresnel* à la distance $2z_r$. Ce deuxième terme peut-être négligé pour les conditions opératoires de Denis *et al.*.

Pour plusieurs gouttes, on obtient l'autocorrélation d'un disque qui aurait le diamètre moyen des gouttes[159]. La figure 6.9 illustre un calcul de $C(x,y)$ pour un hologramme numérique réalisé à partir de 100 gouttes simulées de 30 pixels de rayon. L'autocorrélation de l'hologramme est représentée ici comme une surface afin de mettre en évidence le pic central, correspondant au produit de corrélation du champ objet et dont la forme est porteuse de l'information sur la taille moyenne. Sur cette figure, on peut observer aussi des pics de plus petite intensité qui correspondent aux inter-corrélations des gouttes.

Pour déterminer le rayon moyen, on utilise une coupe du pic central. Pour un disque (cas du modèle disque opaque), ce profil s'écrit en fonction du rayon $R$ :

$$C_R(x) = 2R^2\left[\arccos\left(\frac{x}{2R}\right) - \frac{x\sqrt{1-\frac{x^2}{4R^2}}}{2R}\right] \quad (6.8)$$

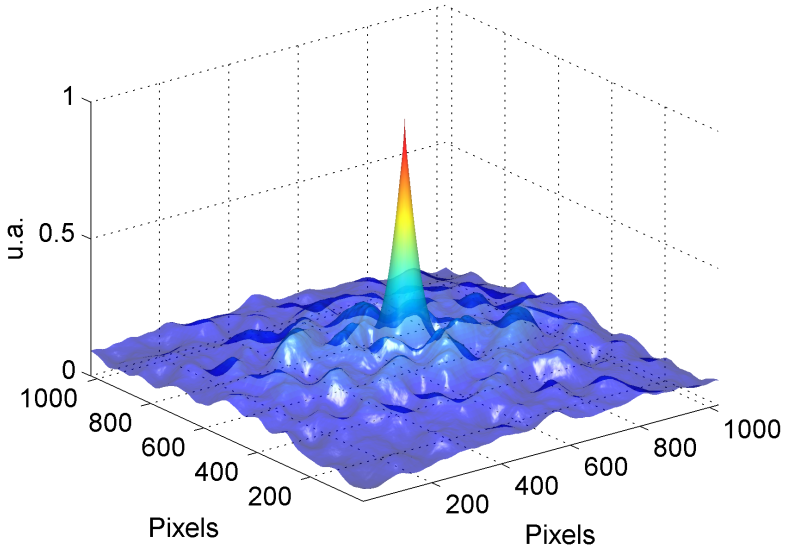



Figure 6.9 – Fonction d'autocorrélation normalisée calculée sur hologramme numérique de 100 gouttes de 30 pixels de rayon ($\approx 1,02$ mm de diamètre)

avec $x$ la distance de corrélation. La tangente à l'origine de cette fonction coupe l'axe des abscisses à $\frac{\pi d}{4}$ et permet d'évaluer le diamètre moyen.

Dans le cas du modèle mixte, l'autocorrélation n'est plus celle d'un simple disque. Il faut calculer l'autocorrélation de la fonction décrite par l'équation 3.3. Pour l'évaluer, nous avons retenu une approche numérique. Elle permet de déterminer $\kappa$, un facteur correctif à appliquer pour trouver la racine de la tangente correspondant au diamètre. Ce facteur $\kappa$ est le rapport entre le diamètre calculé par autocorrélation du modèle disque opaque et le diamètre calculé par autocorrélation du modèle mixte (figure 6.10).

Nous avons évalué ce facteur $\kappa$ en fonction de $d$, pour des gouttes de diamètres compris entre 0,07 mm et 3,0 mm. L'expression empirique déduite est la suivante :

$$\kappa = 1 - \frac{a}{1 + {}^{b}\!/_{d}} \tag{6.9}$$

avec $a = 0,12$ et $b = 10$. Elle permet de remonter au diamètre réel à partir de l'intersection avec l'axe des abscisses en écrivant :

$$d = \frac{4x_0 + \sqrt{b^2\pi^2 + 16x_0^2 + 8\pi b x_0 - 16\pi a b x_0} - \pi b}{2\pi\,(1-a)} \tag{6.10}$$

En réalité, comme l'illustre la figure 6.11, la position des gouttes par rapport au capteur a une influence sur le calcul d'autocorrélation, indépendamment du modèle, qu'il soit mixte

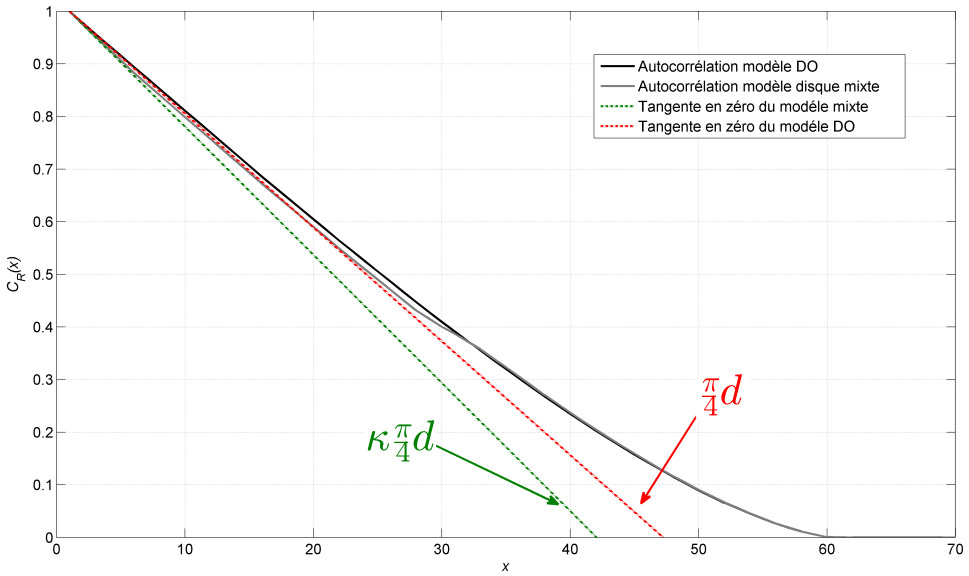



Figure 6.10 – Profil des fonctions d'autocorrélation normalisées, calculées avec le modèle disque opaque et avec le modèle mixte, pour une goutte de 60 pixels de diamètre

ou de type disque opaque. Le terme $\Re\left(h_{2z_r}(x,y)\right)$ de l'équation 6.7 module le pic central. Pour notre domaine de simulation, courtes distances et grosses particules diffractantes, cet effet est plus important que pour les applications classiques de la littérature[159]. Répercutée sur la pente de la tangente à l'origine, cette modulation peut se traduire par un écart d'un facteur 2 sur l'évaluation du diamètre moyen.

Afin de lisser cet effet, nous calculons la pente de la tangente à partir des dix premiers points. Ceci impose un diamètre moyen minimal de 170 µm. Cette première approche permet de compenser partiellement l'influence de la propagation. Le nombre de points retenu ici est arbitraire et il convient à notre domaine de simulation. Dans la poursuite de ces travaux, il serait intéressant d'approfondir ces aspects pour proposer une correction plus générale.

Au premier ordre, trois paramètres sont susceptibles d'influencer les dimensions et la forme de ce pic central : le rayon moyen des gouttes, la variance de la distribution et le nombre de gouttes. Nous avons vérifié que la moyenne calculée ne dépend pas de la variance de la distribution, jusqu'à des écarts-types de 15%.

Pour évaluer l'influence respective du diamètre et du nombre de gouttes, il est possible de conduire une étude paramétrique sur la base de simulations numériques. C'est ce qui est présenté ci-après. Chaque courbe est le résultat moyen de dix simulations.

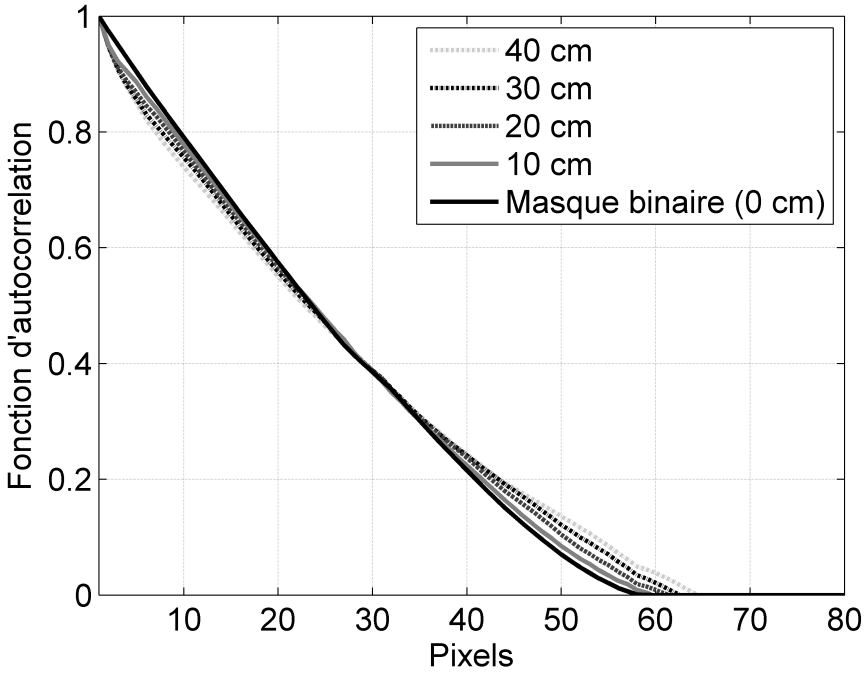



Figure 6.11 – Profil des fonctions d'autocorrélation normalisées en fonction de la distance de propagation, pour une goutte de 60 pixels de diamètre

**Influence du diamètre moyen :** L'évolution attendue en fonction du diamètre moyen des gouttes est un élargissement. C'est lui qui doit permettre de remonter au diamètre moyen de la population. Cet élargissement est effectivement constaté sur les simulations, comme le montre la figure 6.12.

**Influence du nombre de gouttes :** Un faible nombre de gouttes va conduire à un ensemble de figures de diffraction isolées. Dans ce cas, la fonction d'autocorrélation permet d'obtenir une valeur correcte du diamètre moyen. Par contre, à partir d'un nombre critique (environ 150 gouttes pour des gouttes de 300 µm de diamètre), les superpositions se multiplient et la contribution des amas sur le calcul de la moyenne devient significative. Le rayon moyen calculé est alors surestimé. Ce nombre critique est fortement dépendant de la taille moyenne des gouttes. A titre d'exemple, pour des gouttes de 0,98 mm de diamètre, $d_{10}$ typique des dispositifs d'extraction liquide-liquide, ce nombre critique chute à 100.

Au final, en raison des corrections à apporter, cette façon de traiter les hologrammes est peu adaptée à notre configuration. Elle peut être utilisée pour caractériser le diamètre moyen des émulsions si les gouttes sont de petite taille ($<$ 500 µm). Dans ce cas, elle permet de

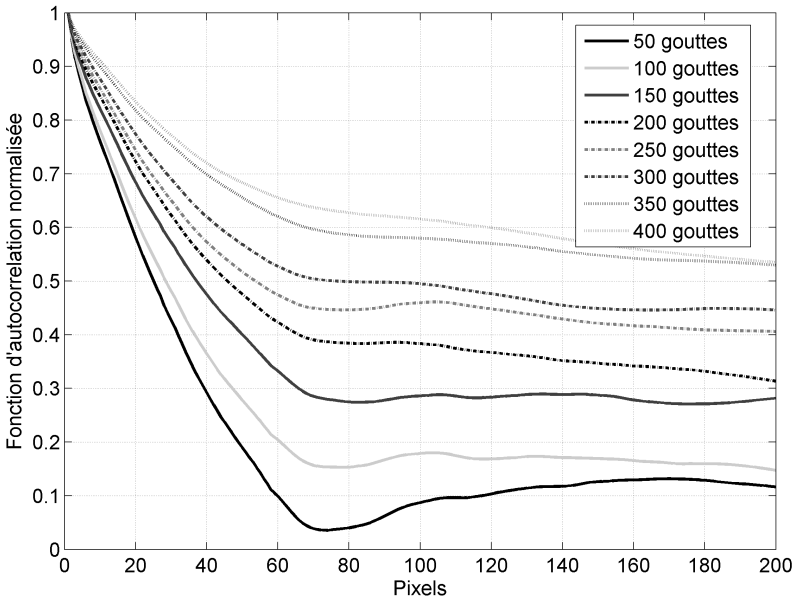



Figure 6.12 – Influence du nombre de gouttes dans l'hologramme sur la fonction d'autocorrélation - Le rayon est de 29 pixels et la dispersion de la population est nulle

mesurer directement les caractéristiques moyennes, pour un nombre de gouttes un peu plus important qu'avec la méthode de traitement individuel. Les simulations numériques nous montrent qu'avec ce type de traitement, le diamètre moyen est évalué au mieux à 15 % près.

Nous avons appliqué ce traitement à une acquisition (hologramme réalisé sur 14 gouttes). Le diamètre moyen calculé par autocorrélation est de 0,58 mm pour un diamètre moyen de 0,68 mm mesuré sur la voie ombroscopique.

Par extension, l'intercorrélation de deux hologrammes séparés d'un intervalle de temps $\delta t$, permet d'évaluer deux composantes de la vitesse moyenne d'un groupe de gouttes. On applique dans ce cas aux deux acquisitions le traitement classique des images de PIV. La position du maximum du pic de corrélation par rapport au centre renseigne alors sur la direction du vecteur vitesse. La distance entre ce maximum et le centre correspond à la norme de la vitesse. La figure 6.14 illustre ce traitement, sur l'acquisition décrite ci-dessus. L'intervalle de temps entre les deux hologrammes, $\delta t$, est de 50 ms.

Pour cette séquence, la vitesse moyenne mesurée par corrélation est de 3,4 cm.s$^{-1}$. Elle est en accord avec la moyenne des vitesses mesurée sur la voie ombroscopique qui est de 3,3 cm.s$^{-1}$.

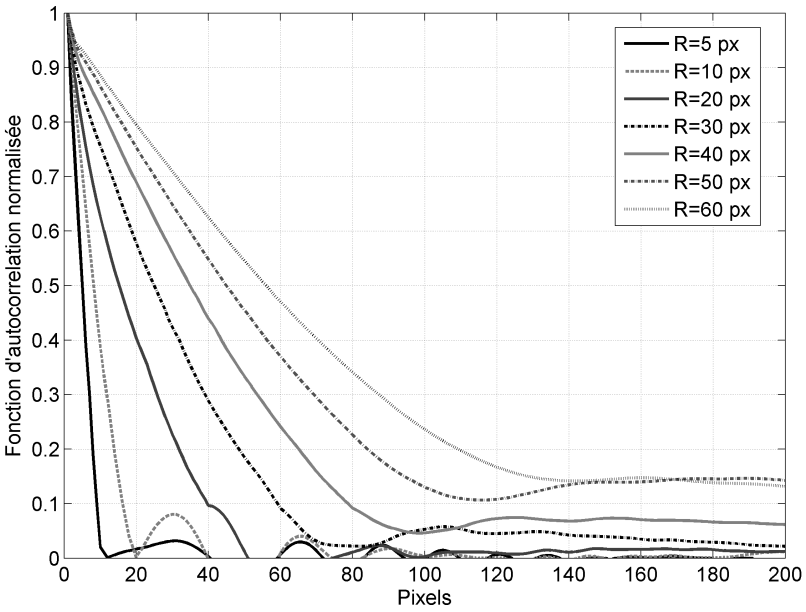



Figure 6.13 – Influence du rayon moyen sur la fonction d'autocorrélation pour des gouttes de 5 à 60 pixels de rayon

## 6.4 Aspects optiques

Cela a été dit, la géométrie type des colonnes pulsées est cylindrique. Ceci permet, entre autres, d'obtenir des écoulements de symétrie axiale facile à étudier sur le plan hydrodynamique. Du point de vue optique, cette géométrie induit un fort astigmatisme. Son influence sur la génération de l'hologramme est double : avant l'interaction avec la goutte, il déforme le front d'onde ; après interaction, il modifie la figure de diffraction. La figure 6.15 illustre cette déformation pour une goutte de TPH de 1,0 mm de diamètre, en ascension dans de l'eau statique.

Pour s'affranchir de ces deux effets, on peut envisager trois méthodes de correction, en complément de la double enveloppe :

- l'insertion d'une paire de lentilles cylindriques ;
- l'ajustement de l'indice de la phase continue avec celui du verre de la colonne ;
- la prise en compte numérique de la déformation dans le traitement des hologrammes.

Ces méthodes sont abordées dans les paragraphes suivants.

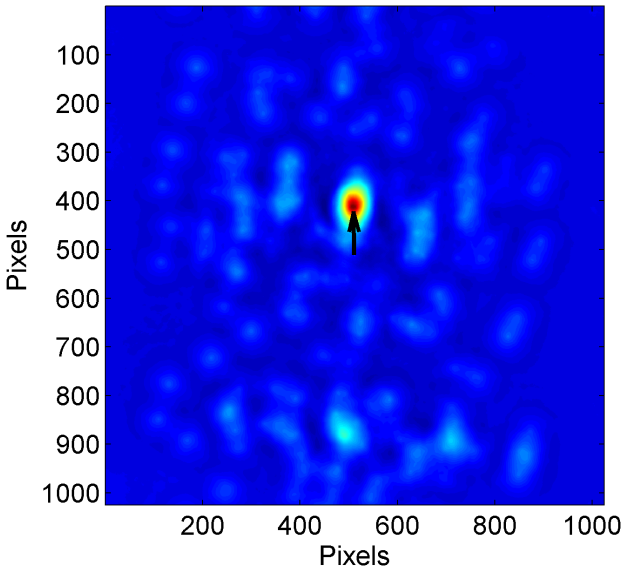



Figure 6.14 – Calcul d'intercorrélation réalisé entre deux hologrammes séparés par 50 ms - La flèche représente la vitesse moyenne du groupe de gouttes

### 6.4.1 Correction optique

Sur la figure 6.16 est représenté le tracé de rayons dans le dispositif étalon après mise en place du fût de la colonne. On constate que les rayons divergent. Un calcul permet d'établir que le système a une focale équivalente de -118 mm sur l'axe $x$.

Comme attendu, la double enveloppe permet de minimiser cet effet. En sa présence, les premières et dernières réfractions sur le dioptre cylindrique, s'effectuent avec un saut d'indice moins important, de $9 \times 10^{-2}$ (TPH $\Rightarrow$ BK7) au lieu de 1,52 (air $\Rightarrow$ BK7), ce qui compense en partie l'effet du cylindre. Sans cette double enveloppe, le système est convergent avec une focale équivalente de 96 mm.

L'insertion d'une paire de lentilles permet de finaliser cette correction comme le montre la figure 6.17. Sur cette illustration, les lentilles ont été dimensionnées en minimisant la focale du système résultant, avec une contrainte de symétrie (les deux lentilles sont identiques).

Ceci démontre qu'il est possible d'aborder cet astigmatisme avec un système de compensation optique. Une telle compensation n'est efficace que dans la partie centrale du champ. En bord de champ, les aberrations sphériques deviennent rapidement importantes ce qui limite son intérêt.

Évidemment, chaque jeu de lentilles compensatrices est exclusivement adapté à une colonne et à une phase continue d'indice donné. Autrement dit, ce type de correcteur devra être

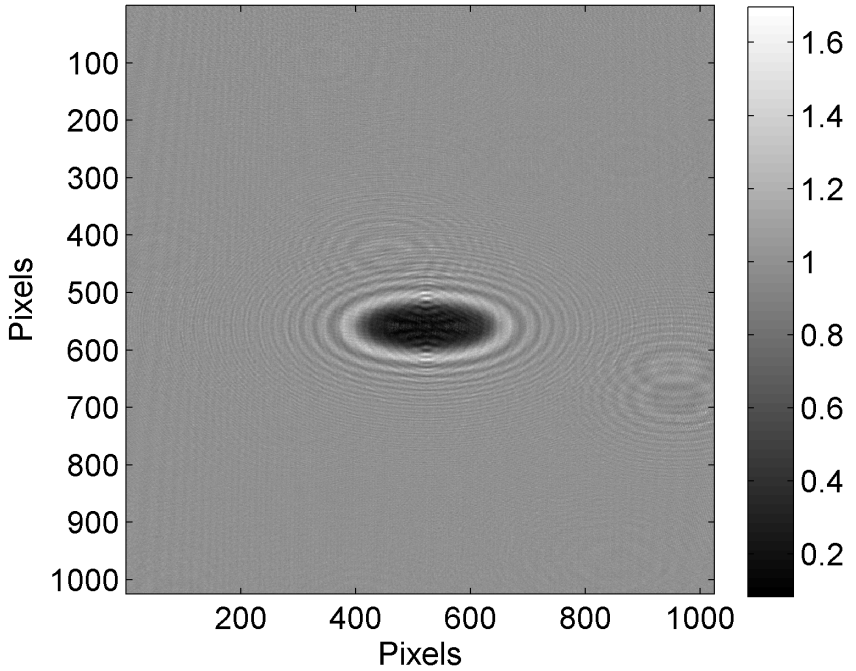



Figure 6.15 – Figure de diffraction enregistrée pour une goutte de 1,0 mm de diamètre sur le dispositif de référence en présence du fût de la colonne

différent pour chaque installation expérimentale. Enfin, la mise en œuvre d'un tel système de compensation est délicate, car elle nécessite un positionnement mécanique précis. Ce dernier aspect rend complexe la mise en place de ce type de correction sur la majorité des dispositifs d'extraction liquide-liquide.

### 6.4.2 Adaptation de l'indice de la phase continue

Une deuxième voie possible pour s'affranchir de l'effet de dioptre est d'adapter l'indice de la phase continue avec celui du verre de la colonne (1,5186 pour le fût de notre dispositif expérimental en BK7). Ce type de correction ne s'applique pas à l'étude d'un système réel puisqu'elle impose un changement de fluide.

Dans ce but, certains sels solubles dans l'eau permettent d'obtenir des liquides avec un indice de réfraction proche du verre. Les plus utilisés sont l'iodure de zinc ($ZnI_2$), l'iodure de sodium (NaI) et le thiocyanate de potassium (KSCN). Par exemple, le KSCN permet, en fonction de sa concentration dans l'eau, de couvrir une gamme d'indices compris entre 1,33 et 1,49. Il permet une bonne adaptation avec l'indice de la silice (1,48). Le tableau 6.1 présente les caractéristiques des principaux sels permettant de réaliser ce type d'ajustement.

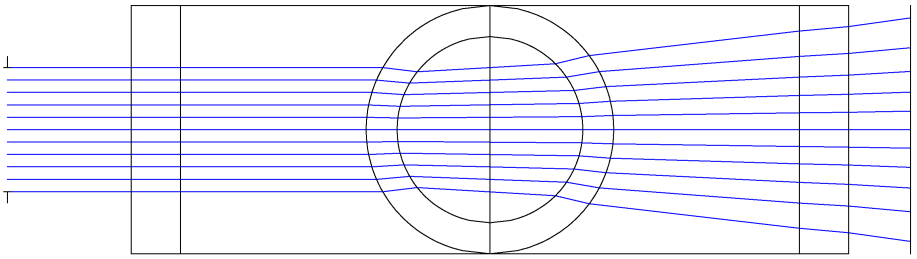


Figure 6.16 – Tracé de rayons avec ZEMAX™ pour la configuration sans ménisques compensateurs

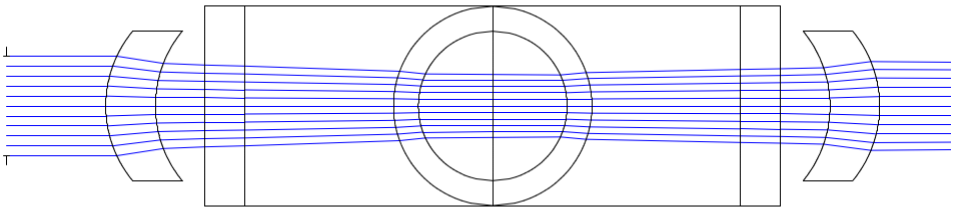


Figure 6.17 – Tracé de rayons avec ZEMAX™ pour la configuration avec ménisques compensateurs

Pour obtenir une précision de 1 mm sur la position de gouttes, il est nécessaire d'avoir un front d'onde ayant un rayon de courbure supérieur à 100 m (cf. paragraphe 5.2.2). La précision sur l'indice permettant d'obtenir un front d'onde de cette qualité est de $10^{-3}$ [viii]. Il s'agit d'un ajustement très fin. A titre d'exemple, pour obtenir une telle précision sur l'indice avec du KSCN il est nécessaire de maîtriser la concentration massique avec une précision de 0,25 % autour d'une valeur moyenne de 60 %. De plus, à ces niveaux de précision l'influence de la température doit être prise en compte et il devient nécessaire de thermostater les dispositifs et les fluides.

A notre connaissance, le seul sel permettant d'atteindre aisément l'indice du BK7 est l'iodure de zinc. Il présente le défaut d'être extrêmement photosensible[160]. Cette photosensibilité se traduit par une opacification, le mélange se teintant en orange, y compris avec des

viii. Évaluation réalisée numériquement avec le modèle ZEMAX™.

| Solution | Gamme d'indice de réfraction |
|---|---|
| Iodure de zinc | 1,33 -1,62 |
| Iodure de sodium | 1,33 - 1,50 |
| Thiocyanate de potassium | 1,33 - 1,49 |
| Thiocyanate d'ammonium | 1,33 - 1,50 |
| Thiocyanate de sodium | 1,33 - 1,48 |

Tableau 6.1 – Indice de réfraction à 20 °C des principales solutions salines utilisées pour réaliser un ajustement d'indice[2]

sources de lumière artificielles comme les lasers. Une autre solution serait d'utiliser de la silice pour le fût, dans ce cas l'ajustement devient possible avec le KSCN qui est un produit plus stable. Dans tous les cas comme pour la mise en place de lentilles compensatrices, la difficulté à maintenir l'indice de réfraction à une précision de $10^{-3}$ grève considérablement l'intérêt de cette approche.

### 6.4.3 Prise en compte numérique de la géométrie cylindrique

Il est aussi envisageable de prendre en compte l'astigmatisme par calcul. Avec les outils dont nous disposons, on peut exploiter la séparabilité des variables d'espace en $x$ et $y$ à chaque étape de la création de l'hologramme. En repartant de l'hologramme illustré en figure 6.15, il est possible d'extraire le profil suivant l'axe $y$ passant par le centre de la goutte(cf. figure 6.19). Sur ce profil, l'information n'a pas été modifiée par le système optique et la méthode de focalisation décrite aux chapitres 3 et 4 est applicable.

Ainsi, en calculant l'indicateur $VAR(z)$ sur ce profil et en traçant sa variation en fonction de la distance de restitution, on obtient la courbe de la figure 6.19.

Il apparaît clairement que l'indicateur passe par un minimum caractéristique de la focalisation. Le niveau du rapport signal sur bruit est équivalent à celui obtenu à partir de l'ensemble de la figure de diffraction.

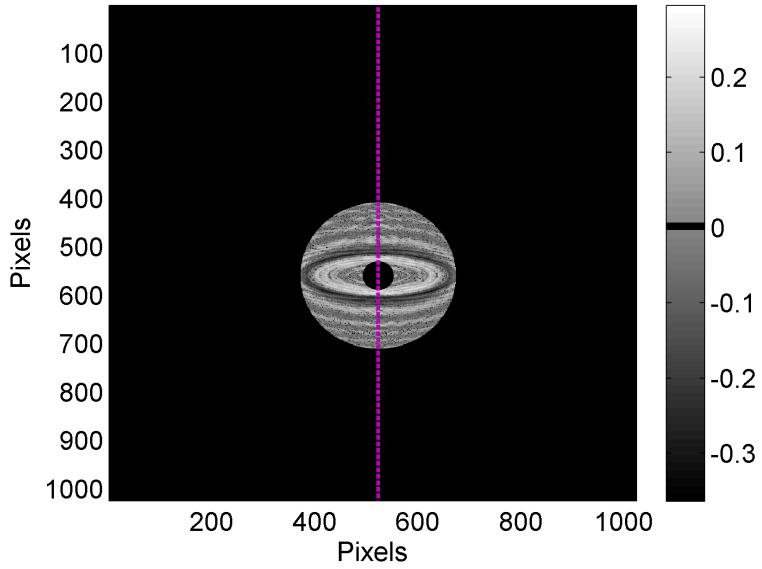



Figure 6.18 – Traitement d'un hologramme astigmate - Les zones noires, externe et centrale, correspondent au masque binaire. L'indicateur est calculé sur le profil marqué en couleur

Sur cette illustration la position restituée dans le vide pour le centre de la goutte est de 37,3 cm. Après correction des milieux traversés, le centre de la goutte est positionné à 38,7 cm ce qui est cohérent avec la configuration de mesure.

Les hologrammes exploités ici sont favorables à ce type de traitement puisque la goutte passe au centre de la colonne. Des gouttes plus excentrées présenteraient des formes ellipsoïdales plus étalées sur le grand axe donc plus difficiles à traiter, qui, de plus, vont favoriser la formation d'amas de figures de diffraction. Néanmoins, comme cette approche présente l'avantage d'utiliser les outils développés pour ce travail, elle mérite d'être approfondie.

Pour exploiter l'information suivant l'axe $x$, il faut une approche en deux dimensions. Dans ce cas, le traitement de l'axe horizontal impose de tenir compte des deux déformations, avant et après interaction avec la goutte. Si l'on s'en tient au centre du champ, la déformation de l'onde après interaction peut être prise en compte simplement en considérant les images des gouttes dans l'espace objet du système optique. On peut alors propager l'acquisition jusqu'au plan du dioptre, puis appliquer le terme de phase de la lentille cylindrique [ix] et terminer la propagation jusqu'au plan objet. Cette méthode suppose de connaître parfaitement la focale des lentilles cylindriques. Elle implique aussi un échantillonnage dans le respect des conditions de *Shannon* de la phase de la lentille en bord de champ qui va

ix. Considérée comme une lentille mince.

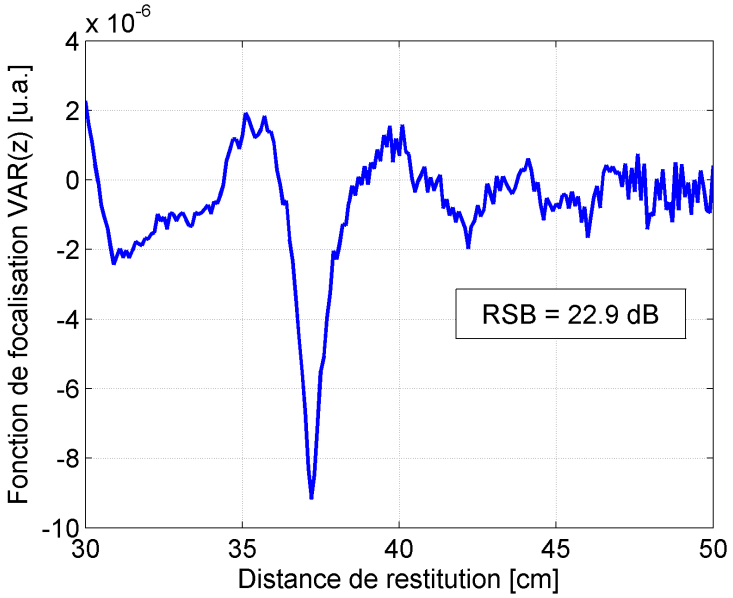



Figure 6.19 – Évolution de $VAR(z)$ en fonction de la distance de propagation pour un hologramme astigmate - La fonction de mérite est calculée sur le profil suivant l'axe $y$ passant par le centre de la goutte

limiter les focales tolérables.

La prise en compte de la déformation du champ incident est, quant à elle, facilement réalisable dans des conditions de diffraction à grande distance[161]. Il suffit d'introduire un grandissement holographique qui est le rapport $K = \dfrac{z_s}{z_s - z_e}$, où $z_s$ est la distance entre la source et le capteur et $z_e$ la distance entre l'objet et le capteur. Dans nos conditions opératoires ($N_f \approx 3$), la relation proposée par Allano *et al.* n'est pas applicable. C'est un aspect qui reste à étudier dans le cadre de cette approche bidimensionnelle.

Dans ce domaine, le traitement numérique le plus adapté repose sur l'utilisation de la transformée de Fourier fractionnaire[104]. Cet opérateur mathématique restitue l'objet en une étape à partir d'hologrammes astigmates. De plus, il permet de s'affranchir des limitations associées à l'échantillonnage des termes de phase. Cette approche est récente et les outils numériques associés sont peu développés. Il s'agit très certainement d'une méthode prometteuse pour le traitement des hologrammes réalisées sur des émulsions en colonne pulsée.

# Conclusion

Ce travail de thèse a porté sur la caractérisation des gouttes au sein d'un écoulement liquide-liquide par holographie numérique en ligne. Au terme de ce document nous avons vu qu'il est possible d'utiliser l'holographie numérique en ligne comme une méthode robuste et automatique de caractérisation de la phase dispersée d'une émulsion.

Il s'agit d'un travail dans le domaine de l'instrumentation, mais en lien étroit avec le génie des procédés et la mécanique des fluides, disciplines pour lesquelles cette étude a été conduite. Pour conclure ce mémoire, il est donc intéressant de dresser un bilan des contributions apportées dans ces deux domaines.

**Du point de vue de l'holographie numérique en ligne :** Concernant cet aspect, il est possible de synthétiser ce travail en quatre contributions.

**Contribution n°1 :** Sur le plan de l'holographie numérique de particules pour la caractérisation d'un écoulement, la première contribution de ce travail est l'exploration d'un nouveau domaine de diffraction : celui des champs proches. Les configurations classiques dans lesquelles l'holographie est utilisée pour fournir le diagnostic 3D d'un nuage de gouttes correspondent à des nombres de *Fresnel* inférieurs à $10^{-2}$. Pour cette étude ce nombre est supérieur ou égal à 1. Une comparaison avec les applications classiques de la littérature montre que ceci est à l'origine de plusieurs différences. La nécessité de travailler dans ces domaines de diffraction a permis, après une étude détaillée de la littérature, de dégager une méthode de focalisation adaptée et automatisée, à travers le calcul d'un indicateur fiable.

**Contribution n°2 :** En holographie numérique, le traitement repose, partiellement ou totalement, sur la propagation du champ en utilisant un modèle de transmission. Pour la plupart des applications, ce modèle est celui du disque opaque. Au cours de cette étude, nous avons montré que ce modèle ne permet pas de reproduire fidèlement la diffraction sur des gouttes transparentes. Pour ces dernières, il faut prendre en compte la réfraction. Ce travail a donc été l'occasion d'introduire un nouveau modèle de transmission, qualifié de modèle mixte, qui complète le modèle disque opaque par une lentille centrale. Son domaine d'utilisation a été borné et nous savons qu'il doit être utilisé pour des objets transparents, d'indice relatif 1,08, quand $N_f \geqslant 3 \times 10^{-2}$. Même s'il s'agit d'un modèle simplifié, les comparaisons avec des simulations numériques basées sur la théorie de *Lorenz Mie* généralisée, théorie qui décrit rigoureusement l'interaction entre un faisceau laser et une particule sphérique, ont démontré sa pertinence. Enfin, ce modèle est à l'origine du traitement complémentaire des hologrammes, en permettant les deux étapes suivantes :
– la vérification de la qualité des restitutions ;

– leur optimisation via la minimisation d'une fonction de mérite (norme euclidienne des écarts entre les simulations et les acquisitions) par une méthode du simplexe.

**Contribution n°3 :** En ce qui concerne la focalisation des hologrammes ces travaux ont permis de valider une sensibilité de positionnement des objets millimétriques intéressante sur l'ensemble de la profondeur de champ. Sur le plan expérimental, l'objectif initial, un positionnement à $\pm$ 1 mm a été atteint. Les résultats sur les simulations numériques laissent penser qu'il existe encore une marge de progression permettant d'envisager un positionnement submillimétrique.

**Contribution n°4 :** Le travail sur des gouttes millimétriques a imposé un traitement des hologrammes par partie. Cette contrainte a été à l'origine du développement d'un traitement automatique des hologrammes, et, notamment d'une méthode d'extraction de l'information via la détection de formes dans une image. L'algorithme appliqué ici au traitement des hologrammes est robuste. Il sera facilement transférable à d'autres problématiques d'imagerie et répondra aux exigences du traitement des hologrammes astigmates.

**Du point de vue du procédé :** Sur le plan du procédé, ces travaux sont une première étape vers la mise au point d'une méthode d'instrumentation applicable à un suivi individuel du comportement des gouttes dans les dispositifs d'extraction liquide-liquide.

Ils ont démontré que pour ce type de caractérisation, l'holographie numérique en ligne présente de nombreux avantages, et, en particulier :
– d'être une technique non intrusive ne nécessitant qu'un seul accès optique ;
– de permettre simultanément une mesure tridimensionnelle de la position et une mesure des trois composantes de la vitesse ;
– d'être, grâce au montage en ligne, robuste sur le plan optique, donc peu sensible aux vibrations qui sont fréquentes sur les appareils d'extraction liquide-liquide ;
– d'être simple à mettre en place et d'exploiter du matériel classique de laboratoire (un laser de faible puissance et une caméra sans optique).

De part son principe l'holographie numérique est une technique complète pour la caractérisation des gouttes d'émulsion, puisqu'elle permet d'accéder à l'ensemble de grandeurs d'intérêt que sont : la vitesse, le diamètre et la trajectoire. Sur le plan du nombre d'individus mesurables simultanément, la densité de gouttes atteinte dans ce travail est proche de la limite physique comme le confirme le critère de Royer. Il s'agit donc d'une technique dédiée à un suivi individuel des gouttes qui s'accorde bien avec l'approche Lagrangienne de la mécanique des fluides.

**Quelques perspectives...** Ces travaux ont été réalisés dans des conditions favorables, c'est-à-dire sur une maquette dédiée, en géométrie parallélépipédique et avec un nombre de gouttes limité. La prochaine étape est le transfert de la technique à des maquettes réellement exploitées pour la recherche et le développement en génie des procédés tout en essayant d'augmenter le nombre de gouttes caractérisées.

Pour ce faire, deux verrous essentiels sont à lever :

- le premier concerne la prise en compte de la géométrie cylindrique des colonnes. Cela a été abordé à la fin du chapitre 6, les parois cylindriques de la colonne induisent un astigmatisme important, ce qui impose la mise en place d'un traitement numérique adapté aux informations collectées. Dans ce domaine, nous avons vu que plusieurs méthodes étaient envisageables, il semble toutefois que la transformée de Fourier fractionnaire soit la piste la plus prometteuse ;
- le deuxième verrou concerne la concentration des émulsions dans les colonnes d'extraction. Classiquement, les colonnes de laboratoire fonctionnent avec des taux de rétention compris entre 5% et 10%. Aujourd'hui, avec ce travail, la faisabilité de la caractérisation par holographie numérique est acquise pour des faibles taux de rétention ($< 1\%$). Il reste donc à gagner un facteur compris entre dix et vingt pour arriver au niveau type de rétention dans les colonnes. Pour progresser vers ce but, plusieurs voies sont envisageables : en traitement numérique ou via le montage expérimental.

  Sur le plan expérimental, on pourra explorer :
  - le couplage avec des techniques alternatives qui exploitent des angles d'observation différents, telle que l'imagerie laser en défaut de mise au point ;
  - l'utilisation d'un système de compression optique, basé sur un jeu de lentilles cylindriques, puisque l'exploitation en une dimension des hologrammes semble possible pour réaliser la focalisation.

  Sur le plan numérique il sera intéressant d'approfondir la méthode d'optimisation, en retranchant à l'acquisition la contribution de chaque goutte correctement restituée, et ainsi améliorer le rapport signal sur bruit des résidus ce qui devrait permettre d'augmenter le nombre d'individus correctement positionnés.

# Bibliographie


[1] R. Clift, J.R. Grace, and M.E. Weber. *Bubbles, Drops, And Particles.* Academic Press, New York, San Francisco, London, 1978.

[2] R. Budwig. Refractive index matching methods for liquid flow investigations. *Experiments in Fluids*, 17 :350–355, 1994.

[3] F.R.A. Onofri, M.A. Krzysiek, S. Barbosa, V. Messager, K.F. Ren, and J. Mroczka. Near-critical-angle scattering for the characterization of clouds of bubbles : particular effects. *Appl. Opt.*, 50(30) :5759–5769, Oct 2011.

[4] N. Damaschke, H. Nobach, T.I. Nonn, N. Semidetnov, and C . Tropea. Multidimensional particle sizing techniques. *Experiments in Fluids*, 39 :336–350, 2005.

[5] J.T. Long. *Engineering for nuclear fuel reprocessing.* Gordon and Breach science Publishers, 150 Fith Avenue, New York, N.Y. 10011, 1967.

[6] P. Michel. Production de concentrés d'uranium naturel. Technical report, Techniques de l'ingénieur, traité Génie nucléaire, 1997.

[7] G. Cote. Extraction liquide-liquide - présentation générale. Technical report, Techniques de l'ingénieur, traité Génie des procédés, 1998.

[8] M. Bourgeois. Retraitement du combustible - principales opérations. Technical report, Techniques de l'ingénieur, traité Génie nucléaire, 2000.

[9] H. Bracou. *Etude hydrodynamique d'une colonne d'extraction, influence de la mouillabilité.* PhD thesis, INP Toulouse, 1995.

[10] S. Hock-Kuntzburger. *Etude du transfert de matière en colonne pulsée à l'aide d'un systéme de mesure de taille et de concentration en soluté des gouttes.* PhD thesis, INP Toulouse, 1994.

[11] F.A. Hamad and S. He. Evaluation of hot-film, dual optical and pitot tube probes for liquid-liquid two-phase flow measurements. *Flow Measurement and Instrumentation*, 21(3) :302–311, 2010.

[12] F.A. Hamad, F. Imberton, and H.H. Bruun. An optical probe for measurements in liquid - liquid two-phase flow. *Meas. Sci. Technol.*, 8(10) :1122, 1997.

[13] A. Khalil, F. Puel, Y. Chevalier, J.M. Galvan, A. Rivoire, and J.P. Klein. Study of droplet size distribution during an emulsification process using in situ video probe coupled with an automatic image analysis. *Chemical Engineering Journal*, 165(3) : 946–957, 2010.

[14] T. Randriamanantena. *Caractérisation et modélisation du comportement de la phase dispersée dans les colonnes pulsées.* PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie (Paris), 2011.

[15] P. Combette. *Méthode de caractérisation d'émulsions diphasiques par ultrasons haute-fréquence en faisceau fortement focalisé.* PhD thesis, Université Montpellier II, 2000.

[16] E. Fukushima. Nuclear magnetic resonance as a tool to study flow. *Annu. Rev. Fluid Mech.*, 31 :95–123, 1999.

[17] G.T. Bolton, W.J. Korchinsky, and R.C. Waterfall. Imaging immiscible liquid-liquid systems by capacitance tomography. *Chemical Engineering Research and Design*, 77 (8) :699–708, 1999.

[18] F. Onofri. Granulométrie optique en mécanique des fluides - support de cours de la 8$^{e}$ école d'automne de l'association française de velocimetrie laser, 2011.

[19] F. Durst and M. Zare. Laser doppler measurements in two-phase flows. In *LDA - Symposium 1975 - Accuracy of Flow Measurements by Laser Doppler Methods*, 1975.

[20] D.L. Black, M.Q. McQuay, and M.P. Bonin. Laser-based techniques for particle-size measurement : A review of sizing methods and their industrial applications. *Progress in energy and combustion science*, 22 :267–306, 1996.

[21] F. Durst, G. Brenn, and T.H. Xu. A review of the development and characteristics of planar phase-doppler anemometry. *Measurement Science & Technology*, 8(11) : 1203–1221, Nov 1997.

[22] F. Onofri. *Prise en compte de la dimensions finie des faisceaux d'éclairage en granulométrie optique : anémométrie phase Doppler.* PhD thesis, Universtié de Rouen, 1995.

[23] C. Hespel. *Extension de l'anémométrie phase doppler à la mesure d'indice de réfraction et développement de la velocimétrie laser par corrélation.* PhD thesis, Université de Rouen, 2007.

[24] C. Tropea, T.H. Xu, F. Onofri, G. Grehan, P. Haugen, and M. Stieglmeier. Dual-mode phase-doppler anemometer. *Particle & Particle systems characterization*, 13 (2) :165–170, Apr 1996.

[25] H.H. Qiu, W. Jia, C.T. Hsu, and M. Sommerfeld. High accuracy optical particle sizing in phase-doppler anemometry. *Measurement science & technology*, 11(2) :142–151, Feb 2000.

[26] C.J. Bates and R. Ayob. Annular 2-phase flow measurements using phase doppler anemometry with scattering angles of 30-degrees and 70-degrees. *Flow Measurement and Instrumentation*, 6(1) :21–28, Jan 1995.

[27] M. Schafer, P. Wachter, and F. Durst. Experimental investigation of local bubble size distributions in stirred vessels using phase doppler anemometry. In *10$^{th}$ European Conference on Mixing*, pages 205–212. Elsevier Science BV, 2000.

[28] G. Brenn, H. Braeske, and F. Durst. Investigation of the unsteady two-phase flow with small bubbles in a model bubble column using phase-doppler anemometry. *Chemical Engineering Science*, 57(24) :5143–5159, Dec 2002.

[29] J.S. Kim and J.S. Kim. A characterization of the spray evolution by dual-mode phase doppler anemometry in an injector of liquid-propellant thruster. *Journal of Mechanical Science and Technology*, 23(6) :1637–1649, Jun 2009.

[30] M. Laakkonen, P. Moilanen, T. Miettinen, K. Saari, M. Honkanen, P. Saarenrinne, and J. Aittamaa. Local bubble size distributions in agitated vessel - comparison of three experimental techniques. *Chemical engineering research & design*, 83(A1) : 50–58, Jan 2005.

[31] G. Borda, J. Duhamet, F. Gandi, and J.-Y. Lanoë. Method and device for precipating a solute, 2008.

[32] A. Naqwi, F. Durst, and X.Z. Liu. Extentended phase-doppler system for characterization of multiphase flows. *Particle & Particle systems characterization*, 8(1) :16–22, Mar 1991.

[33] M. Ziema, A. Melling, G. Brenn, and F. Durst. High-accuracy particle recognition using an extended phase-doppler anemometer. *Experiments in fluids*, 30(4) :426–433, Apr 2001.

[34] H. Lohner, K. Bauckhage, and E.H. Schombacher. Characterization of droplets in liquid-liquid extraction by laser-optical measurement techniques. *Chemical Engineering & Technology*, 21(4) :337, Apr 1998.

[35] R. Kapulla and S.B. Najera. Operation conditions of a phase doppler anemometer : droplet size measurements with laser beam power, photomultiplier voltage, signal gain and signal-to-noisle ratio as parameters. *Measurement Science & Technology*, 17(1) :221–227, Jan 2006.

[36] M.R. Vetrano, van J.P.A.J. Beeck, and M.L. Riethmuller. Global rainbow thermometry : improvements in the data inversion algorithm and validation technique in liquid-liquid suspension. *App. Optics*, 43(18) :3600–3607, Jun 2004.

[37] F. Onofri. Critical angle refractometry for simultaneous measurement of particles in flow : Size and relative refractive index. *Particle & particle systems characterization*, 16(3) :119–127, Aug 1999.

[38] J.P.A.J. van Beeck and M.L. Riethmuller. Rainbow phenomena applied to the measurement of droplet size and velocity and to the detection of nonsphericity. *Appl. Opt.*, 35(13) :2259–2266, May 1996.

[39] X. Han, K.F. Ren, L. Mees, G. Gouesbet, and G. Grehan. Surface waves/geometrical rays interferences : numerical and experimental behaviour at rainbow angles. *Optics Communications*, 195(1-4) :49–54, Aug 2001.

[40] S. Saengkaew, T. Charinpanitkul, H. Vanisri, W. Tanthapanichakoon, L. Méès, G. Gouesbet, and G. Grehan. Rainbow refractrometry : On the validity domain of airy's and nussenzveig's theories. *Optics Communication*, 259(1) :7–13, Mar 2006.

[41] J. Hom and N. Chigier. Rainbow refractometry : Simultaneous measurement of temperature, refractive index, and size of droplets. *Appl. Opt.*, 41(10) :1899–1907, Apr 2002.

[42] P Lemaitre, E Porcheron, G Grehan, and L Bouilloux. Development of a global rainbow refractometry technique to measure the temperature of spray droplets in a large containment vessel. *Measurement Science and Technology*, 17(6) :1299, 2006.

[43] P. Lemaitre and E. Porcheron. Analysis of heat and mass transfers in two-phase flow by coupling optical diagnostic techniques. *Experiments in Fluids*, 45 :187–201, 2008.

[44] N. Roth, K. Anders, and A. Frohn. Simultaneous measurement of temperature and size of droplets in the micrometer range. *J. Laser Appl.*, 2 :37–42, 1990.

[45] J.P. Tagutchou, S. Saengkaew, L. Estel, and G. Grehan. Rainbow refractometry to charaterize heat and mass transfert in a $co_2$ process. In *GPE - 3$^{rd}$ International congress on green process engineering*, 2011.

[46] J. Wilms and B. Weigand. Composition measurements of binary mixture droplets by rainbow refractometry. *Appl. Opt.*, 46(11) :2109–2118, Apr 2007.

[47] A. Lecuona, P.A. Sosa, P.A. Rodriguez, and R.I. Zequeira. Volumetric characterization of dispersed two-phase flows by digital image analysis. *Measurement Science & Technology*, 11(8) :1152–1161, Aug 2000.

[48] N. Fdida. *Développement d'un système de granulométrie par imagerie : Application aux sprays larges et hétérogènes.* PhD thesis, Université de Rouen, 2008.

[49] H.G. Maas, A. Gruen, and D. Papantoniou. Particle tracking velocimetry in 3-dimensional flows .1. photogrammetric determination of particle coordinates. *Experiments In Fluids*, 15(2) :133–146, Jul 1993.

[50] N.A. Malik, T. Dracos, and D.A. Papantoniou. Particle tracking velocimetry in 3-dimensional flows . 2. particle tracking. *Experiments In Fluids*, 15(4-5) :279–294, 1993.

[51] M. Stellmacher and K. Obermayer. A new particle tracking algorithm based on deterministic annealing and alternative distance measures. *Experiments in Fluids*, 28(6) :506–518, Jun 2000.

[52] A.V. Mikheev and V.M. Zubtsov. Enhanced particle-tracking velocimetry (eptv) with a combined two-component pair-matching algorithm. *Meas. Sci. Technol.*, 19 (8) :085401(16pp), 2008.

[53] M. Kreizer, D. Ratner, and A. Liberzon. Real-time image processing for particle tracking velocimetry. *Experiments in Fluids*, 48(1) :105–110, Jan 2010.

[54] K.J. Hay, Z.C. Liu, and T.J. Hanratty. A backlighted imaging technique for particle size measurements in two-phase flows. *Experiments in fluids*, 25(3) :226–232, Aug 1998.

[55] D. Broder and M. Sommerfeld. Combined piv/ptv-measurements for the analysis of bubble interactions and coalescence in a turbulent flow. *Canadian journal of chemical engineering*, 81(3-4) :756–763, Jun-Aug 2003.

[56] A.L. Tassin and D.E. Nikitopoulos. Non-intrusive measurements of bubble size and velocity. *Experiments in fluids*, 19(2) :121–132, Jun 1995.

[57] C. Lee, C.H. Wu, and J.A. Hoopes. Simultaneous particle size and concentration measurements using a back-lighted particle imaging system. *Flow Measurement and Instrumentation*, 20(4-5) :189–199, 2009.

[58] M.J. Sathe, I.H. Thaker, T.E. Strand, and J.B. Joshi. Advanced piv/lif and shadowgraphy system to visualize flow structure in two-phase bubbly flows. *Chem Eng Sci*, 65(8) :2431–2442, Apr 2010.

[59] A. Fujiwara, Y. Danmoto, K. Hishida, and M. Maeda. Bubble deformation and flow structure measured by double shadow images and piv/lif. *Experiments in fluids*, 36 (1) :57–165, Jan 2004.

[60] M. Mickler, S. Didas, and H.J. Bart. Determination of drop sizes in extraction columns by automated optical image analysis. In *19$^{th}$ International Solvent Extraction Conference*, Oct 2011.

[61] G. G. Guilbault, L. J. Blum, R. F. Chen, P. R. Coulet, P. M. Froehlich, R. J. Hurtubise, J. H. T. Luong, V. N. Mallet, A. Mulchandani, and E. L. Wehry. *Practical fluorescence*. Marcel Dekker, seconde edition, 1990.

[62] C.V. Bindhu, S.S. Harilal, V.P.N. Nampoori, and C.P.G. Vallabhan. Solvent effect on absolute fluorescence quantum yield of rhodamine 6g determined using transient thermal lens technique. *Modern Physics Letters B*, 13(16) :563–576, Jul 1999.

[63] J. Hung, J. Castillo, and A.M. Olaizola. Fluorescence spectra of rhodamine 6g for high fluence excitation laser radiation. *Journal of Luminescence*, 101(4) :263–268, Apr 2003.

[64] F. Augier. *Structure locale du champ hydrodynamique dans les écoulements dispersés liquide-liquide concentrés*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2001.

[65] N. Ninomiya and Y. Takanashi. Measurement about the interaction between two falling droplets. *Journal of Physics : Conference Series*, 147(1) :012051, 2009.

[66] G.F. Hewitt, L. Lan, O.K. Matar, and C.J. Lawrence. Laser-induced fluorescence (lif) studies of liquid-liquid flows. part i : Flow structures and phase inversion. *Chemical Engineering Science*, 61(12) :4007–4021, Jun 2006.

[67] G.F. Hewitt, L. Lan, and O.K. Matar. Laser-induced fluorescence (lif) studies of liquid-liquid flows. part ii : Flow pattern transitions at low liquid velocities in downwards flow. *Chemical Engineering Science*, 61(12) :4022–4026, Jun 2006.

[68] S. Deusch and T. Dracos. Time resolved 3d passive scalar concentration-field imaging by laser induced fluorescence (lif) in moving liquids. *Measurement Science & Technology*, 12(2) :188–200, Feb 2001.

[69] G.J. Merkel, P. Rys, F.S. Rys, and T.A. Dracos. Concentration and velocity field measurements in turbulent flows using laser-induced fluorescence tomography (lift). *Appplied Scientific Research*, 56(2-3) :181–190, 1996.

[70] X. Tian and P.J.W. Roberts. A 3d lif system for turbulent buoyant jet flows. *Experiments in Fluids*, 35(6) :636–647, Dec 2003.

[71] I. Vancruyningen, A. Lozano, and R.K. Hanson. Quantitative imaging of concentration by planar laser-induced fluorescence. *Experiments in Fluids*, 10(1) :41–49, 1990.

[72] A.W. Fitch and X. Ni. On the determination of axial dispersion coefficient in a batch oscillatory baffled column using laser induced fluorescence. *Chemical Engineering Journal*, 92(1-3) :243–253, 2003.

[73] N. Ishikawa., K. Niimura, and K. Tsujimura. Droplet size measurements in a diesel fuel spray using a planer laser induced fluorescence method. *International Journal of Fluid Mechanics Research*, 24(4-6) :841–50, 1997 1997.

[74] S. Park, H. Cho, I. Yoon, and K. Min. Measurement of droplet size distribution of gasoline direct injection spray by droplet generator and planar image technique. *Measurement Science & Technology*, 13(6) :859–864, Jun 2002.

[75] V. Ferrand, R. Bazile, and J. Borée. Measurements of concentration per size class in a dense polydispersed jet using planar laser-induced fluorescence and phase doppler techniques. *Experiments in Fluids*, 31 :597–607, 2001.

[76] V. Ferrand, R. Bazile, J. Borée, and G. Charnay. Gas-droplet turbulent velocity correlations and two-phase interaction in an axisymmetric jet laden with partly responsive droplets. *International Journal of Multiphase Flow*, 29(2) :195–217, 2003.

[77] G. Charalampous and Y. Hardalupas. Estimation of the droplet size spread with the laser induced fluorescence/mie technique. *Opt. Lett.*, 37(11) :2040–2042, Jun 2012.

[78] H.C. van de Hulst and R.T. Wang. Glare points. *Appl. Opt.*, 30(33) :4755–4763, Nov 1991.

[79] S.M. Lin, D.R. Waterman, and A.H. Lettington. Measurement of droplet velocity, size and refractive index using the pulse displacement technique. *Measurement Science and Technology*, 11(6) :L1, 2000.

[80] R. Ragucci, A. Cavaliere, and P. Massoli. Drop sizing by laser light scattring exploiting intensity angular oscillation in the mie regime. *Particle & Particle Systems Characterization*, 7(1-4) :221–225, 1990.

[81] A.R. Glover, S.M. Skippon, and R.D. Boyle. Interferometric laser imaging for droplet sizing : a method for droplet-size measurement in sparse spray systems. *Appl. Opt.*, 34(36) :8409–8421, Dec 1995.

[82] T. Kawaguchi, Y. Akasaka, and M. Maeda. Size measurements of droplets and bubbles by advanced interferometric laser imaging technique. *Measurement Science and Technology*, 13(3) :308, 2002.

[83] M. Maeda, Y. Akasaka, and T. Kawaguchi. Improvements of the interferometric technique for simultaneous measurement of droplet size and velocity vector field and its application to a transient spray. *Experiments in Fluids*, 33 :125–134, 2002.

[84] N. Damaschke, H. Nobach, and C. Tropea. Optical limits of particle concentration for multi-dimensional particle sizing techniques in fluid mechanics. *Experiments in Fluids*, 32 :143–152, 2002.

[85] S. Dehaeck, J.P.A.J. van Beeck, and M.L. Riethmuller. Extended glare point velocimetry and sizing for bubbly flows. *Experiments in Fluids*, 39 :407–419, 2005.

[86] Y. Hardalupas, S. Srikrishna, A.M.K.P. Taylor, and K. Zarogoulidis. Simultaneous planar measurement of droplet velocity and size with gas phase velocities in a spray by combined ilids and piv techniques. *Experiments in Fluids*, 49 :417–434, 2010.

[87] A. Quérel, P. Lemaitre, M. Brunel, E. Porcheron, and G. Gréhan. Real-time global interferometric laser imaging for the droplet sizing (ilids) algorithm for airborne research. *Meas. Sci. Technol.*, 21(1) :015306, 2010.

[88] B.E.A. Saleh and M.C. Teich. *Fundamentals of photonics.* Wiley Interscience, New York, San Francisco, London : John Wiley & Sons Inc., 1991.

[89] H. Shen, S. Coëmellec, G. Gréhan, and M. Brunel. Interferometric laser imaging for droplet sizing revisited : elaboration of transfer matrix models for the description of complete systems. *Appl. Opt.*, 51(22) :5357–5368, Aug 2012.

[90] A. Klietz and D. Boulaud. Granulométrie des particules en mouvement et des aérosols. Technical report, Techniques de l'ingénieur, traité Mesures et contrôle, 1995.

[91] J.P. Schon, T. Fournel, and C. Fournier. Mesures de caractéristiques d'écoulement par imagerie numérique. Technical Report 10, Techniques de l'ingénieur, traité Mesures-Analyses, Sep 2007.

[92] P. Smigielski. Holographie optique, interférométrie holographique. Technical Report 10, Techniques de l'ingénieur, traité Mesures-Analyses, Mar 2001.

[93] J.W. Goodman and R.W. Lawrence. Digital image formation from electronically detected holograms. *Applied Physics Letters*, 11(3) :77–79, 1967.

[94] M.A. Kronrod, N.S. Merzlyakov, and L.P. Yaroslavsky. Reconstruction of a hologram with a computer. *Soviet Physics-Technical Physics*, 17 :419–420, 1972.

[95] U. Schnars and W. Jüptner. Direct recording of holograms by a ccd target and numerical reconstruction. *Appl. Opt.*, 33(2) :179–181, Jan 1994.

[96] J. Katz and J. Sheng. Applications of holography in fluid mechanics and particle dynamics. *Annu. Rev. Fluid Mech.*, 42 :531–555, 2010.

[97] P. Rastogi and A. Sharma. Systematic approach to image formation in digital holography. *Opt. Eng.*, 42 :1208–1214, 2003.

[98] M. Malek, D. Allano, B. Lecordier, F. Corbin, G. Godard, and D. Lebrun. Holographie numérique dans l'axe en éclairage divergent : application à la mesure tridimensionnelle de vitesse. In *Actes du Congrés Francophone de Techniques Laser 2010*, 2010.

[99] D. Chareyron. *Développement de méthodes instrumentales en vue de l'étude Lagrangienne de l'évaporation dans une turbulence homogène isotrope.* PhD thesis, Ecole centrale de Lyon, 2009.

[100] C. Fournier. *Holographie numérique pour la vélocimétrie par images de particules : extraction des 3 composants du champ de vitesse dans un volume.* PhD thesis, Université Jean Monnet de Saint-Etienne, 2003.

[101] David Voelz. *Computational Fourier Optics.* SPIE Press, 2011.

[102] T.M. Kreis, M. Adams, and W.P.O. Juptner. Methods of digital holography : A comparison. In *Optical Inspection and Micromeasurements II*, 1997.

[103] C. Buraga-Lefebvre, S. Coëtmellec, D. Lebrun, and C. Ozkül. Application of wavelet transform to hologram analysis : three-dimensional location of particles. *Optics and Laser Technology*, 33 :409–421, 2000.

[104] S. Coëtmellec. *Application de la Transformation de Fourier Fractionnaire à la restitution numérique des hologrammes de particules.* PhD thesis, Université de Rouen, 2002.

[105] M. Liebling. *On Fresnelets, interference fringes, and digital holography.* PhD thesis, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, 2004.

[106] L. Denis. *Traitement et analyse quantitative d'hologrammes numériques.* PhD thesis, Université Jean Monnet de Saint-Etienne, 2006.

[107] L. Denis, D. Lorenz., E. Thiebaut, C. Fournier., and D. Trede. In-line hologram reconstruction with sparsity constraints. *Opt. Lett.*, 34 :3475–3477, 2009.

[108] Emmett N. Leith and Juris Upatnieks. Reconstructed wavefronts and communication theory. *J. Opt. Soc. Am.*, 52(10) :1123–1128, Oct 1962.

[109] H. Royer. Application of high-speed microholography - metrology of fogs. *Nouvelle Revue d'Optique*, 5 :87–93, 1974.

[110] R. van Hout and J. Katz. A method for measuring the density of irregularly shaped biological aerosols such as pollen. *J. Aerosol Sci.*, 35(11) :369–1384, Nov 2004.

[111] E. Malkiel, J. Sheng, J. Katz, and J.R. Strickler. The three-dimensional flow field generated by a feeding calanoid copepod measured using digital holography. *J. Exp. Biol.*, 206(20) :3657–3666, 2003.

[112] E. Malkiel, J.N. Abras, and J. Katz. Automated scanning and measurements of particle distributions within a holographic reconstructed volume. *Meas. Sci. Technol.*, 15(4) :601, 2004.

[113] Y.S. Choi and S.J. Lee. Three-dimensional volumetric measurement of red blood cell motion using digital holographic microscopy. *Appl. Opt.*, 48(16) :2983–2990, 2009.

[114] P. Langehanenberg, G. von Bally, and B. Kemper. Autofocusing in digital holographic microscopy. *3D Research*, 2 :1–11, 2011.

[115] F. Dubois, C. Schockaert, N. Callens, and C. Yourassowsky. Focus plane detection criteria in digital holography microscopy by amplitude analysis. *Opt. Express*, 14 (13) :5895–5908, Jun 2006.

[116] Y.S. Choi, K.W. Seo, M.H. Sohn, and S.J. Lee. Advances in digital holographic micro-ptv for analyzing microscale flows. *Optics and Lasers in Engineering*, 50(1) : 39 – 45, 2012.

[117] G. Pan and H. Meng. Digital in-line holographic piv for 3d particulate flow diagnostics. In *Fourth International Symposium on Particle Image Velocimetry (PIV)*, page Paper 1008. Institute of Aerodynamics and Flow Technology, 2001.

[118] K.D. Hinsch. Holographic particle image velocimetry. *Meas. Sci. Technol.*, 13(7) : R61–R72, Jul 2002. 4th International Symposium on Particle Image Velocimetry, Göttingen, Germany.

[119] M. Malek, D. Allano, S. Coëtmellec, S. Özkul, and D. Lebrun. Digital in-line holography for three-dimensional, two-components particle tracking velocimetry. *Meas. Sci. Technol.*, 15 :699, 2004.

[120] D. Lebrun, D. Allano, L. Méès, F. Walle, F. Corbin, R. Boucheron, and D. Fréchou. Size measurement of bubbles in a cavitation tunnel by digital in-line holography. *App. Optics*, 50(34) :H1–H9, 2011.

[121] N. Salah, G. Godard, D. Lebrun, P. Paranthoën, D. Allano, and S. Coëtmellec. Application of multiple exposure digital in-line holography to particle tracking in a bénard-von kármán vortex flow. *Meas. Sci. Technol.*, 19(7) :074001, 2008.

[122] L. Tian, N. Loomis, J. A. Domínguez-Caballero, and G. Barbastathis. Quantitative measurement of size and three-dimensional position of fast-moving bubbles in air-water mixture flows using digital holography. *Appl. Opt.*, 49(9) :1549–1554, Mar 2010.

[123] G. Gouesbet, B. Maheu, and G. Gréhan. Light scattering from a sphere arbitrarily located in a gaussian beam, using a bromwich formulation. *J. Opt. Soc. Am. A*, 5 (9) :1427–1443, Sep 1988.

[124] W.D. Yang, A.B. Kostinski, and R.A. Shaw. Phase signature for particle detection with digital in-line holography. *Optics Letters*, 31 :1399–1401, 2006.

[125] X. Wu, S. Meunier-Guttin-Cluzel, Y. Wu, S. Saengkaew, D. Lebrun, M. Brunel, L. Chen, S. Coëtmellec, K. Cen, and G. Grehan. Holography and micro-holography of particle fields : A numerical standard. *Optics Communications*, 285 :3013–3020, 2012.

[126] M.H. Georg and R.Q. Marvin. Optical constants of water in the 200-nm to 200-µm wavelength region. *Appl. Opt.*, 12(3) :555–563, Mar 1973.

[127] G. Gouesbet and G. Gréhan. Diffusion des faisceaux lasers par des particules. Technical report, Techniques de l'ingénieur, traité d'Optique Physique, 1998.

[128] S. Murata and N. Yasuda. Potential of digital holography in particle measurement. *Optics and Laser Technology*, 32 :567–574, 2000.

[129] F. Slimani, G. Grehan, G. Gouesbet, and D. Allano. Near-field lorenz-mie theory and its application to microholography. *Appl. Opt.*, 23(22) :4140–4148, Nov 1984.

[130] J. Seneschal, C. Fournier, C. Barat, and T. Fournel. Segmentation 3d d'hologrammes numériques de particules par palpage morphologique : application à l'analyse d'un jet diesel haute-pression. In *Actes du 19$^{ime}$ colloque GRETSI sur le traitement du signal et des images*, 2003.

[131] M. Liebling and M. Unser. Autofocus for digital fresnel holograms by use of a fresnelet-sparsity criterion. *Journal of The Optical Society Of America A-Optics Image Science and Vision*, 21 :2424–2430, 2004.

[132] F. Soulez, L. Denis, C. Fournier, E. Thiebaut, and C. Goepfert. Inverse-problem approach for particle digital holography : accurate location based on local optimization. *Journal of The Optical Society Of America A-Optics Image Science and Vision*, 24 : 1164–1171, 2007.

[133] G. Pan and H. Meng. Digital holography of particle fields : reconstruction by use of complex amplitude. *Appl. Opt.*, 42 :827–833, 2003.

[134] J.P. Fugal, T.J. Schulz, and R.A. Shaw. Practical methods for automated reconstruction and characterization of particles in digital in-line holograms. *Measurement Science & Technology*, 20, 2009.

[135] Y. Yang, B.S. Kang, and Y.J. Choo. Application of the correlation coefficient method for determination of the focal plane to digital particle holography. *Appl. Opt.*, 47(6) : 817–824, Feb 2008.

[136] P.H.C. Eilers. A perfect smoother. *Analytical Chemistry*, 75(14) :3631–3636, 2003.

[137] J. Peng, S. Peng, A. Jiang, J. Wei, C. Li, and J. Tan. Asymmetric least squares for multiple spectra baseline correction. *Anal. Chim. Acta*, 683(1) :63–68, 2010.

[138] R.O. Duda and P.E.Hart. Use of the hough transformation to detect lines and curves in pictures. *Commun. ACM*, 15(1) :11–15, Jan 1972.

[139] J. Wu, J. Li, C. Xiao, F. Tan, and C. Gu. Real-time robust algorithm for circle object detection. In *Proceedings of 9$^{th}$ International Conference for Young Computer Scientists, Vols 1-5*, pages 1722–1727. IEEE Computer Society, 2008.

[140] Y.C. Cheng and S.C. Lee. A new method for quadratic curve detection using k-ransac with acceleration techniques. *Pattern Recognition*, 28(5) :663 – 682, 1995.

[141] R.N. Dave. Generalized fuzzy c-shells clustering and detection of circular and elliptical boundaries. *Pattern Recognition*, 25(7) :713–721, 1992.

[142] D.G. Lowe. Distinctive image features from scale-invariant keypoints. *Int. J. Comput. Vision*, 60(2) :91–110, Nov 2004.

[143] M. Mignotte. Cours de traitement d'image, 2012. URL `http://www.iro.umontreal.ca/~mignotte/ift6150`.

[144] O. Nobuyuki. A threshold selection method from gray-level histograms. *Systems, Man and Cybernetics, IEEE Transactions on*, 9(1) :62–66, Jan 1979. ISSN 0018-9472.

[145] Pierre Soille. *Morphological Image Analysis : Principles and Applications*. Springer-Verlag New York, Inc., Secaucus, NJ, USA, 2 edition, 2003.

[146] G. Borgefors. Distance transformations in digital images. *Comput. Vision Graph. Image Process.*, 34(3) :344–371, Jun 1986.

[147] R. Fabbri, L. da F. Costa, J.C. Torelli, and O.M. Bruno. 2d euclidean distance transform algorithms : A comparative survey. *ACM Computing Surveys*, 40(1) :1–44, 2008.

[148] S. Beucher and F. Meyer. The morphological approach to segmentation : the watershed transformation. *Opt. Eng.*, 34 :433–481, 1993.

[149] M.R. Teague. Image analysis via the general theory of moments∗. *J. Opt. Soc. Am.*, 70(8) :920–930, Aug 1980.

[150] Robert M. Haralick and Linda G. Shapiro. *Computer and Robot Vision - Vol. 2.* Addison-Wesley Longman Publishing Co., Inc., Boston, MA, USA, 1st edition, 1992.

[151] J.C. Lagarias, J. A. Reeds, M.H. Wright, and P.E. Wright. Convergence properties of the nelder-mead simplex method in low dimensions. *SIAM Journal of Optimization*, 9 :112–147, 1998.

[152] R.P. Brent. *Algorithms for Minimization without Derivatives.* Prentice-Hall, 1973. Chapter 4.

[153] G.E. Forsythe, M.A. Malcolm, and C.B. Moler. *Computer Methods for Mathematical Computations.* Prentice-Hall, 1976.

[154] John C. Russ. *The Image Processing Handbook, Sixth Edition.* CRC press, 2011.

[155] K. Chehdi and M. Sabri. A new approach to identify the nature of the noise affecting an image. In *IEEE International Conference on Acoustics, Speech, and Signal Processing, 1992.*, volume 3, pages 285 –288, Mar 1992.

[156] L. Beaurepaire, K. Chehdi, and B. Vozel. Identification of the nature of noise and estimation of its statistical parameters by analysis of local histograms. In *IEEE International Conference on Acoustics, Speech, and Signal Processing*, volume 4, pages 2805 –2808, Apr 1997.

[157] F. Lamadie, L. Bruel, and M. Himbert. Digital holographic measurement of liquid-liquid two-phase flows. *Optics and Lasers in Engineering*, 50(12) :1716–1725, 2012.

[158] M. Mickler, B. Boecker, and H.J. Bart. Drop swarm analysis in dispersions with incident-light and transmitted-light illumination. *Flow Measurement and Instrumentation*, (0), 2013.

[159] L. Denis, C. Fournier, T. Fournel, C. Ducottet, and D. Jeulin. Direct extraction of the mean particle size from a digital hologram. *Appl. Opt.*, 45(5) :944–952, Feb 2006.

[160] P. Scholz, I. Reuter, and D. Heitmann. Piv measurements of the flow through an intake port using refractive index matching. In *Proceedings of16$^{th}$ Int. Symp. on Applications of Laser Techniques to Fluid Mechanics*, Lisbon, Portugal, Jul 2012.

[161] D. Allano, M. Malek, F. Walle, F. Corbin, G. Godard, S. Coëmellec, B. Lecordier, J.M. Foucaut, and D. Lebrun. Three-dimensional velocity near-wall measurements by digital in-line holography : calibration and results. *Appl. Opt.*, 52(1) :A9–A17, Jan 2013.

[162] P.V.C. Hough. Method and means for recognizing complex patterns, 1962.

[163] M.V.R.K. Murty. The use of a single plane parallel plate as a lateral shearing interferometer with a visible gas laser source. *Appl. Opt.*, 3(4) :531–534, Apr 1964.

[164] M.E. Riley and M.A. Gusinow. Laser beam divergence utilizing a lateral shearing interferometer. *Appl. Opt.*, 16(10) :2753–2756, Oct 1977.

# Annexes

# Annexe A

# Principe de l'algorithme de Hough et traitement des images ombroscopiques

La transformée de Hough (TH) a été développé par Paul Hough en 1962[162], et a été brevetée par IBM. Dans les dernières décennies, la transformée de Hough est devenu un outil standard dans le domaine de la vision artificielle, suite à sa généralisation par Richard Duda et Peter Hart[138]. De façon traditionnelle, elle permet la détection de droites, de cercles ou d'ellipses. Elle peut aussi être étendue à la recherche d'objets plus complexes. Un de ses intérêts majeurs est de présenter une bonne robustesse vis à vis des discontinuités et des éléments manquants d'une structure, ce qui en fait une méthode très utilisée pour la détection en présence de bruit. Le principe général de la transformée de Hough est d'établir une projection entre l'espace de l'image et un espace de paramètres représentatifs de la forme recherchée. Préalablement, l'image est simplifiée par détection de contours via un filtre classique (Sobel, Prewit, Canny,...), qui permet d'obtenir une image binaire contenant les principaux contours (figure A.2).

Cette annexe présente la détection de deux types de formes dans les images : des lignes et des cercles. Comme la méthode a été exploitée pour traiter automatiquement les images ombroscopiques, les exemples choisis s'appuient sur des images prises sur le dispositif de référence. Une image typique est présenté figure A.1.

Le traitement de ce type d'image repose sur les étapes suivantes :

1. détection par TH des bords de la fenêtre de visualisation (pointillés rouges sur la figure A.1) ;
2. calcul de la position (pointillés verts sur la figure A.1), en pixels, du milieu de la colonne, à partir des deux bordures détectées ;

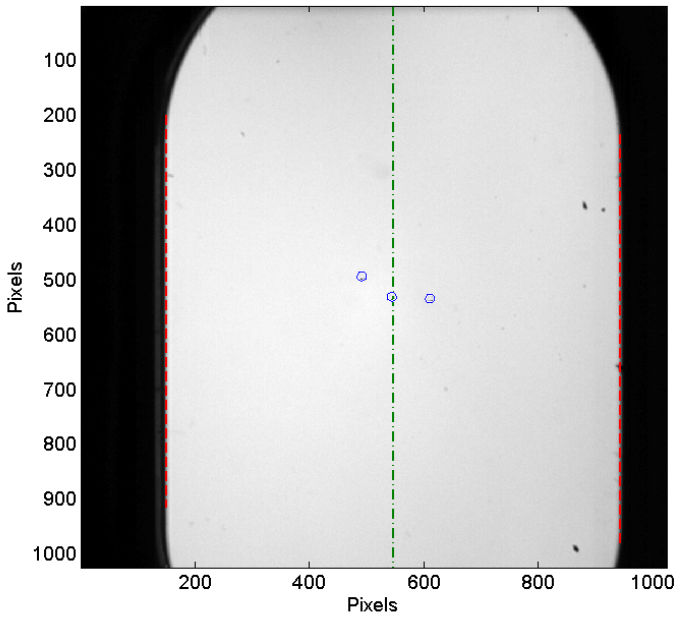



Figure A.1 – Illustration du traitement des images ombroscopiques

3. détection des gouttes, coordonnées du centre et rayon, par TH (cercles bleus sur la figure A.1) ;
4. calcul de la position relative, en pixels, du centre des gouttes par rapport au milieu de la colonne ;
5. calcul du facteur d'étalonnage pixels/mm et de la position du plan du milieu sur l'axe z (distance séparant le plan capteur du milieu de la colonne) ;
6. calcul de la position du centre des gouttes et de leur diamètre en mm.

Dans cette méthode de traitement, la TH est utilisée deux fois. Une fois pour détecter les lignes et une fois pour détecter les cercles. Les deux paragraphes suivants décrivent l'application de la TH à la détection de ces éléments géométriques dans une image.

### Détection de lignes par transformée de Hough

Le détection de droite par transformée de Hough exploite les coordonnées polaires. L'équation polaire d'une droite D du plan est $\rho = x\cos(\theta) + y\sin(\theta)$, si $\theta$ est l'angle par rapport à l'axe des abscisses et $\rho$ la distance entre le point considéré et l'origine du repère cartésien. Dans le plan ($\rho$, $\theta$), chaque point du plan image est représentée par une sinusoïde. Ce plan

est parfois nommé espace de Hough (ou des paramètres) et l'opération qui consiste à passer dans ce plan, transformée de Hough.

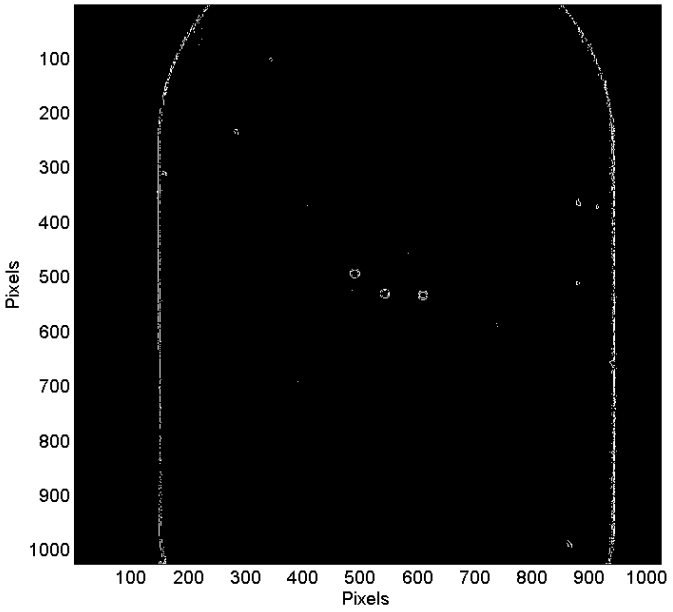



Figure A.2 – Image des contours

L'intérêt de cet espace de représentation réside dans la détection d'alignement. En effet, une droite passant par $n$ points dans l'espace image va correspondre, dans l'espace de Hough, au point d'intersection des $n$ sinusoïdes représentant ces points. La détection de ces points d'intersection permet donc de remonter aux paramètres ($\rho$, $\theta$) caractéristiques de la droite.

L'algorithme de Hough utilise une matrice accumulatrice qui représente le plan ($\rho$, $\theta$), de dimensions $(p, q)$ où $p$ est le nombre de valeurs de $\rho$ possibles et $q$ le nombre de valeurs de $\theta$. Pour chaque point $(x, y)$ de l'image binaire traitée, chaque droite ($\rho$, $\theta$) passant par ce point ajoute une unité dans l'élément correspondant de la matrice. A la fin de l'accumulation, les points de la matrice dont la valeur est la plus élevée correspondent à un grand nombre de points alignés sur l'image. Ces droites sont sélectionnées à partir d'un seuil ajustable, ce qui constitue l'étape la plus délicate de la méthode. L'utilisation des coordonnées polaires permet de contourner le problème des lignes verticales qui existe avec l'utilisation d'un espace paramétrique $(a, b)$ reposant sur l'équation cartésienne de la droite, $y = ax + b$.

L'algorithme de ce traitement est décrit ci-après.

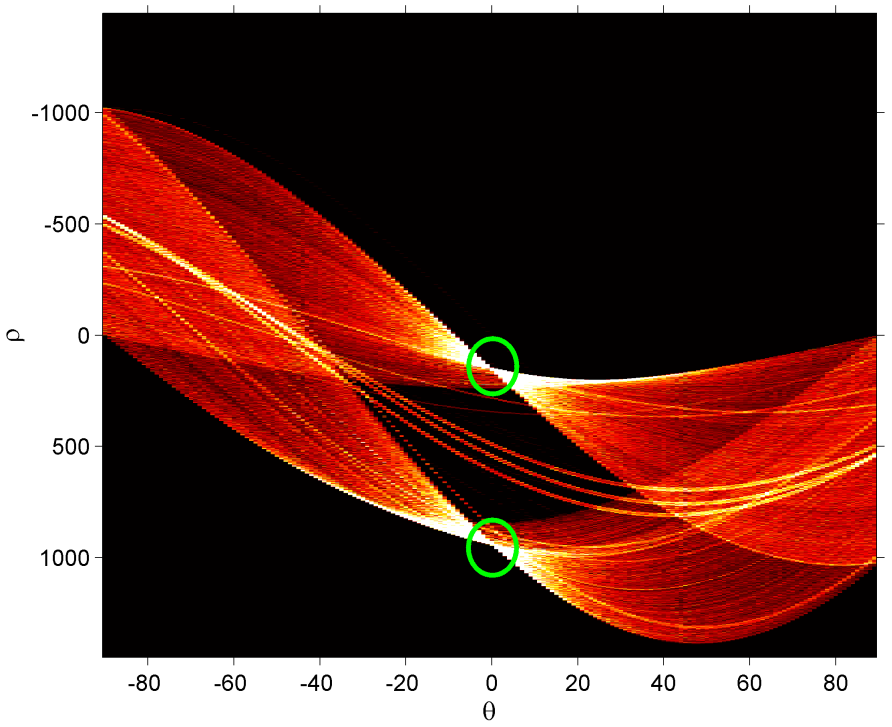



Figure A.3 – Transformée de Hough de l'image de contours A.2, les cercles verts entourent les maxima de la matrice

**Algorithme A.1:** Détection de droites dans une image de contour par transformée de Hough

**Données** : Matrice image des contours $I$, seuil $s$
**Résultat** : Matrice des couples $C(u, v)$ décrivant les droites

```
A(dim(ρ), dim(θ)) = 0 ;
pour chaque I(x, y) ∈ I faire
    si I(x, y) = 1 alors
        pour chaque θ ∈ [−π/2 π/2] faire
            ρ = x cos(θ) + y cos(θ)
            A(round(ρ), round(θ)) = A(round(ρ), round(θ)) + 1
        finprch
    finsi
    C(u, v) = [A(ρ, θ) > s]
finprch
```

La syntaxe utilisée est celle du logiciel MATLAB™.

### Détection de cercles par transformée de Hough

La détection des cercles est analogue. L'équation paramétrique d'un cercle peut s'écrire $(x-a)^2+(y-b)^2=r^2$, il faut donc déterminer trois paramètres $a, b, r$. Dans ce cas, à chaque point $(x, y)$ de l'image correspond une surface dans l'espace $(a, b, r)$.

Pour ce faire, un accumulateur à trois dimensions, $A(a, b, r)$, est initialisé. Pour un point quelconque du contour $(x, y)$, tous les points de cet accumulateur, qui satisfont l'équation du cercle : $(x-a)^2+(y-b)^2=r^2$, sont incrémentés.

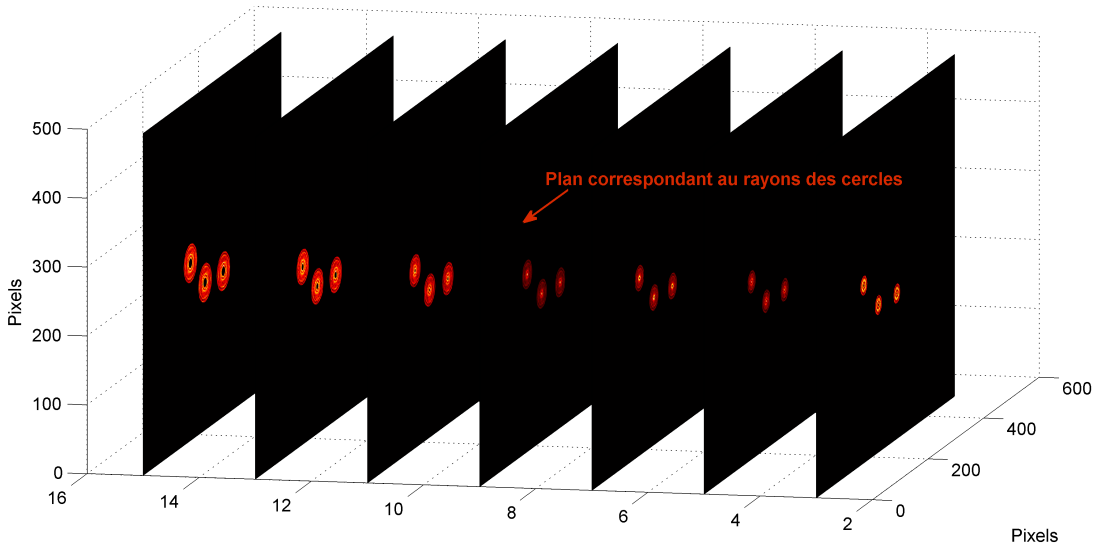



Figure A.4 – Coupes d'un accumulateur en trois dimensions pour la recherche de cercles dans l'image de contours A.2

Pour finir, les maxima de $A$ sont sélectionnés. Les coordonnées $(a, b)$ correspondent aux coordonnées du centre du cercle et la troisième dimension $r$ au rayon. La plage de rayon doit être limitée à un intervalle borné $[r_{min}\, r_{max}]$. Plus cet intervalle est grand, plus le temps de traitement est important.

L'algorithme de ce traitement est le suivant :

**Algorithme A.2:** Détection de cercles dans une image de contour par transformée de Hough

**Données** : Matrice image des contours $I$, seuil $s$, intervalle des rayons $[r_{min}\ r_{max}]$
**Résultat** : Matrice $C(x, y, r)$ décrivant les cercles

```
A(dim(a), dim(b), dim(r)) = 0 ;
pour chaque r ∈ [r_min r_max] faire
    pour chaque I(x, y) ∈ I faire
        si I(x, y) = 1 alors
            A(a, b, r) = A(a, b, r) + 1
        finsi
    finprch
finprch
C(x, y, r) = [A(a, b, r) > s]
```

Par extension d'autres formes géométriques, comme les ellipses, peuvent être détectées avec cette méthode. La dimension de l'accumulateur croit comme le nombre de paramètres nécessaires à la description de la forme (5 pour un ellipse).

# Annexe B

# Principaux Algorithmes

**Algorithme B.1:** Détection des figures de diffraction dans un hologramme

**Données** : Matrice Hologramme H
**Résultat** : Matrice M[3, $n$] des rayons et coordonnées des centres

```
// Traitement de l'hologramme
I=mat2gray(H);
BW =  im2bw(I, graythresh(I));
se = strel('disk', 5);
BW1 = imopen(BW, se);
BW2 = imfill(BW1, 'holes');
marker = imextendedmax(I, 0,2×max(I( :)));
D1= -bwdist( BW2, 'euclidean');
D=imimposemin(D1,marker) ; D( BW2) = -Inf;
L = watershed(D);
stat=regionprops(L,'Centroid','MinorAxisLength','MajorAxisLength','EulerNumber');

// Création de la structure gouttes
si length(stat)<=1 alors
    M[1,n]=M[2,n]=M[3,n]=0;
sinon
    n=1;
    pour ii = 1 : length(stat) faire
        si stat(ii).EulerNumber==1 alors
            M[1,n]=(stat(ii).MinorAxisLength + stat(ii).MajorAxisLength)/4;
            M[2,n]=stat(ii).Centroid(1,1);
            M[3,n]=stat(ii).Centroid(1,2);
            n=n+1;
        finsi
    finpour
finsi
```

**Algorithme B.2:** Mesure du rayon des gouttes

**Données** : Matrice Hologramme H, $z_r$ position suivant l'axe z, masque binaire des gouttes

**Résultat** : Rayons des gouttes

```
F = propage2D(H,propagateur distance z_r);
pour kk = 1 : ngoutte faire
    I=imcrop(abs(F),[zone de focalisation, 2 fois r_eq masque binaire]);
    BW = im2bw(I,graythresh(I));
    se = strel('disk',5);
    BW2 = imopen(BW,se);
    BW3 = imfill(BW2,'holes');
    // Transformée de Hough
    [centres, rayon] = TH(BW3,[r_min=10 r_max=120]);
finpour
```

**Algorithme B.3:** Vérification de la restitution

**Données** : Acquistion, Simulation, masque binaire des gouttes, structure gouttes, seuil

**Résultat** : gouttes marquées

```
// initialisation
ngoutte=size(goutte,2);
nx = size(Acquisition,1) ; ny = nx;
// Détection des gouttes mal restituées
pour kk=1 :ngoutte faire
    masques=zeros(size(Acquisition));
    pour nn=1 :length(masque(kk).positionx) faire
        masques(masque(kk).positiony(nn), masque(kk).positionx(nn))=1;
    goutte(kk).CC=corr2([Acquisition × masques],[Simulation × masques]);
    si goutte(kk).CC)<seuil alors
        goutte(kk).mark=1;
    sinon
        goutte(kk).mark=0;
```

**Algorithme B.4:** Détection des gouttes ratées

**Données** : Acquistion, Simulation, masque binaire des gouttes, structure gouttes
**Résultat** : gouttes non détectées, masque gouttes non détectées

```
// initialisation
ngoutte=size(goutte,2);
// Création du masque
masques=zeros(size(Acquisition));
pour kk=1 :ngoutte faire
    pour nn=1 :length(masque(kk).positionx faire
        masques(mask(kk).positiony(nn), mask(kk).positionx(nn))=1
masques= masques;
// Création de la carte des gouttes non détectées
extraction1=Acquistion × masques ; extraction2=Simulation × masques;
delta=extraction_1-extraction_2;
SQR=mat2gray(delta^2/extraction_2^2);
SQR(SQR<0.2)=0;
// seuil arbitraire basé sur le REX
BW=im2bw(SQR, graythresh(SQR));
BW=imfill(BW, 'holes');
se = strel('disk', 10) ; BW = imopen(BW, se);
BW = imclearborder(BW);
// Recherche des gouttes non détectées
stat=regionprops(BW, 'Centroid');
si isempty(stat))<seuil alors
    Fin;
sinon
    pour ii=1 :length(stat) faire
        centre(ii,1)=stat(ii).Centroid(1,1);
        centre(ii,2)=stat(ii).Centroid(1,2);
ngouttes-ratées=size(centre,1);
// Création des gouttes non détectées
pour tt=1 :ngouttes-ratées faire
    Création gouttes(tt);
    goutte(tt).positionz=z moyen;
    goutte(tt).rayon=round(rayon moyen);
    Création masque gouttes(tt);
```

**Algorithme B.5:** Optimisation

**Données** : Structure gouttes-resituees
**Résultat** : Structure gouttes-resituees optimisée

```
// gouttes-resituees et numgout sont des variables globales
for iii=1 :size(gouttes-restituees) do
    // Optimisation suivant x et y
    if gouttes-restituees(iii).mark==1 then
        numgout=gouttes-restituees(iii).index;
        v=[gouttes-restituees(numgout).rayon
        gouttes-restituees(numgout).positionz...
        ...gouttes-restituees(numgout).centrex gouttes-restituees(numgout).centrey];
        x = fminsearch(@optimizexy,v);
    end
end
pour iii=1 :size(gouttes-restituees) faire
    // Optimisation suivant r
    si gouttes-restituees(iii).mark==1 alors
        numgout=gouttes-restituees(iii).index;
        r_i=gouttes-restituees(iii).rayon;
        r_min=r_i-10;
        r_max=r_i+10;
        x = fminbnd(@optimizer,r_min,r_max);
    finsi
    // Optimisation suivant d
    si gouttes-restituees(iii).mark==1 alors
        numgout=gouttes-restituees(iii).index;
        z_i=gouttes-restituees(iii).positionz;
        z_min=z_i-0.05;
        z_max=z_i+0.05;
        x = fminbnd(@optimizer,z_min,z_max);
    finsi
finpour
```

**Algorithme B.6:** Exemple de fonction d'optimisation - Cas du rayon

**Données** : rayon, variables globales : gouttes-restituees FAI (faisceau) holo (hologramme) distance masque numgout (nombre de gouttes)

**Résultat** : Norme des résidus

```
gouttes-restituees (numgout).rayon=y;
masques=zeros(size(holo.D2.champ));
pour nn=1 :length(masque(numgout).positionx) faire
    masques(masque(numgout).positiony(nn), masque(numgout).positionx(nn))=1;
finpour
[holo-reconstruit] = generate-holo(distance,gouttes-restituees ,FAI);
residus=(holo.D2.champ-holo-reconstruit.D2.champ)×masques;
residu=norm(residus( :),2);
```

**Remarque :** La syntaxe utilisée est celle du logiciel MATLAB™.

# Annexe C

# Caractéristiques d'une population de gouttes

### Distribution de taille

En général, une population de gouttes est caractérisée par sa distribution en taille. Cette distribution donne la probabilité de présence d'une goutte dans un volume de mesure, par classe diamètre. Elle est souvent présentée de deux façons :

- en fonction des effectifs dans chaque classe. Normalisée par le nombre de gouttes, cette distribution indique la probabilité de rencontrer des gouttes d'un certain diamètre ;
- en fonction du volume dans chaque classe. Cette distribution indique alors la fraction de volume des gouttes d'une classe de diamètre.

La figure C.1 représente un mesure expérimentale de la granulométrie d'une population de gouttes.

### Diamètres représentatifs

A une population de gouttes, on associe un certain nombre de diamètres représentatifs. Ils sont établis à partir de la description statistique de la population. Le nombre de gouttes dont le diamètre est compris entre les longueurs $L$ et $L + dL$ s'écrit :

$$N_{(L,\, L+dL)} = V \int_{L}^{L+dL} \Psi(L) dL \tag{C.1}$$

avec $V$ le volume total observé. L'intégrale de cette fonction $\Psi$ sur tout l'espace et sur toutes les valeurs possibles donne, $N$, le nombre total de gouttes. Elle se mesure en particules $\cdot$ m$^{-4}$ et peut s'évaluer à partir d'un histogramme expérimental.

Comme à toute distribution statistique, on associe à $\Psi$ des moments de différents ordres. L'expression du moment d'ordre $q$ est la suivante :

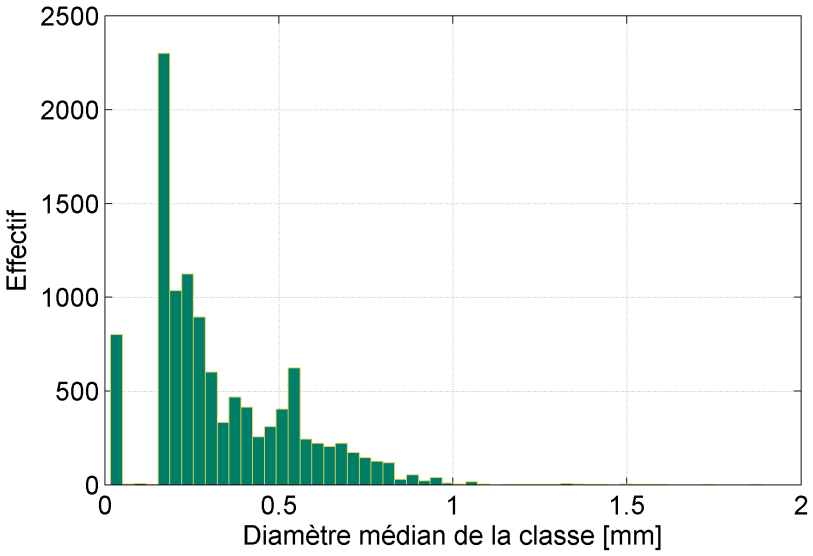



Figure C.1 – Histogramme en diamètre d'une population de gouttes

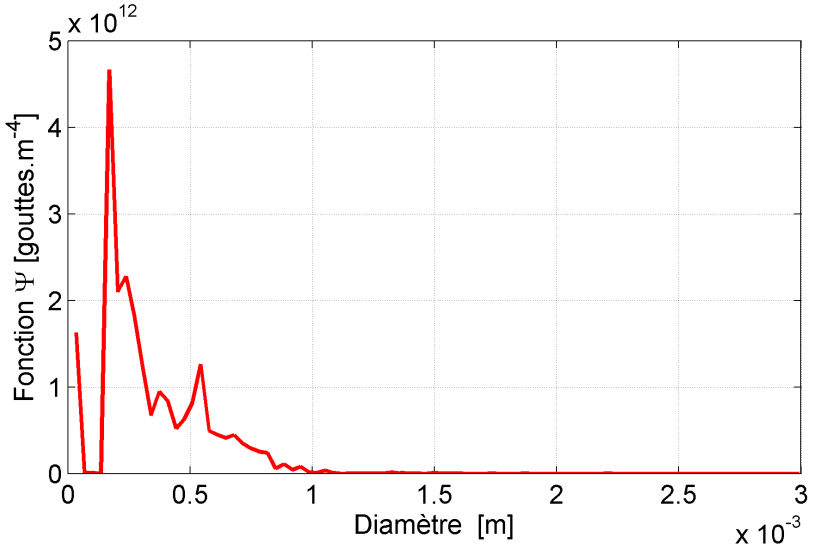



Figure C.2 – Fonction $\Psi$ correspondante à la distribution granulométrique de la figure C.1

$$m_q = \int_0^{+\infty} L^q \Psi(L) dL \tag{C.2}$$

Les rapports de ces moments d'ordres différents définissent plusieurs diamètres moyens ayant une signification physique différente. Les plus couramment utilisés pour l'extraction liquide-liquide sont :

- $d_{10} = {}^{m_1}/_{m_0}$ qui est le diamètre arithmétique ou diamètre moyen en nombre. C'est la moyenne des diamètres ;
- $d_{32} = {}^{m_3}/_{m_2}$ qui est le diamètre de Sauter. C'est le diamètre qui caractérise le rapport entre les effets de volume et les effets de surface.
- $d_{43} = {}^{m_4}/_{m_3}$ qui est le diamètre moyen en masse ou volume. Il caractérise les phénomènes de transport de masse.

Pour les dispositifs d'extraction liquide-liquide, le diamètre de Sauter est particulièrement intéressant car il est proportionnel à la surface d'échange entre les deux fluides. Plus il est petit, plus l'interface entre les deux liquides est grande pour un volume de phase dispersée donné.

# Annexe D

# Diagramme de forme des gouttes

Le diagramme de forme de *Clift*, *Grace* et *Weber* [1] permet, sur la base du calcul de trois nombre adimensionnels (nombre de *Reynolds*, nombre de *Eötvös*, nombre de *Morton*), un classement de la forme des bulles et gouttes en mouvement dans un fluide statique. Ces trois nombres sont définis de la façon suivante :

- le nombre de *Reynolds*, $Re = \frac{\rho_c U d}{\mu_c}$ ;
- le nombre de *Eötvös*, $Eo = \frac{\Delta\rho g d^2}{\sigma}$ ;
- le nombre de *Morton*, $M = \frac{\Delta\rho g \mu_c^4}{\rho_c^2 \sigma^3}$.

avec $\rho$ la masse volumique en kg.m$^{-3}$, $\mu$ la viscosité dynamique en Pa.s, $g$ l'accélération de la pesanteur en m$^2$.s$^{-1}$, $U$ la vitesse de la goutte en m.s$^{-1}$, $d$ le diamètre de la goutte en m, et $\sigma$ la tension interfaciale N.m$^{-1}$. Dans ces expressions l'indice $d$ se rapporte à la phase dispersée et l'indice $c$ à la phase continue.

Le calcul de ces trois nombres pour notre configuration, nos fluides et notre gamme de diamètre de gouttes donne les résultats présentés dans le tableau D.1. Dans ces limites,

| Diamètre (mm) | *Reynolds* | *Eötvös* | *Morton* |
|---|---|---|---|
| 0,7 - 2.5 | 20,5 - 279,6 | 0,03 - 0,37 | $2{,}9 \times 10^{-11}$ |

Tableau D.1 – Vitesse d'ascension de gouttes sphériques de TPH dans de l'eau statique

l'hypothèse de sphéricité pour la forme des gouttes est tout à fait justifiée comme l'illustre la figure D.1.

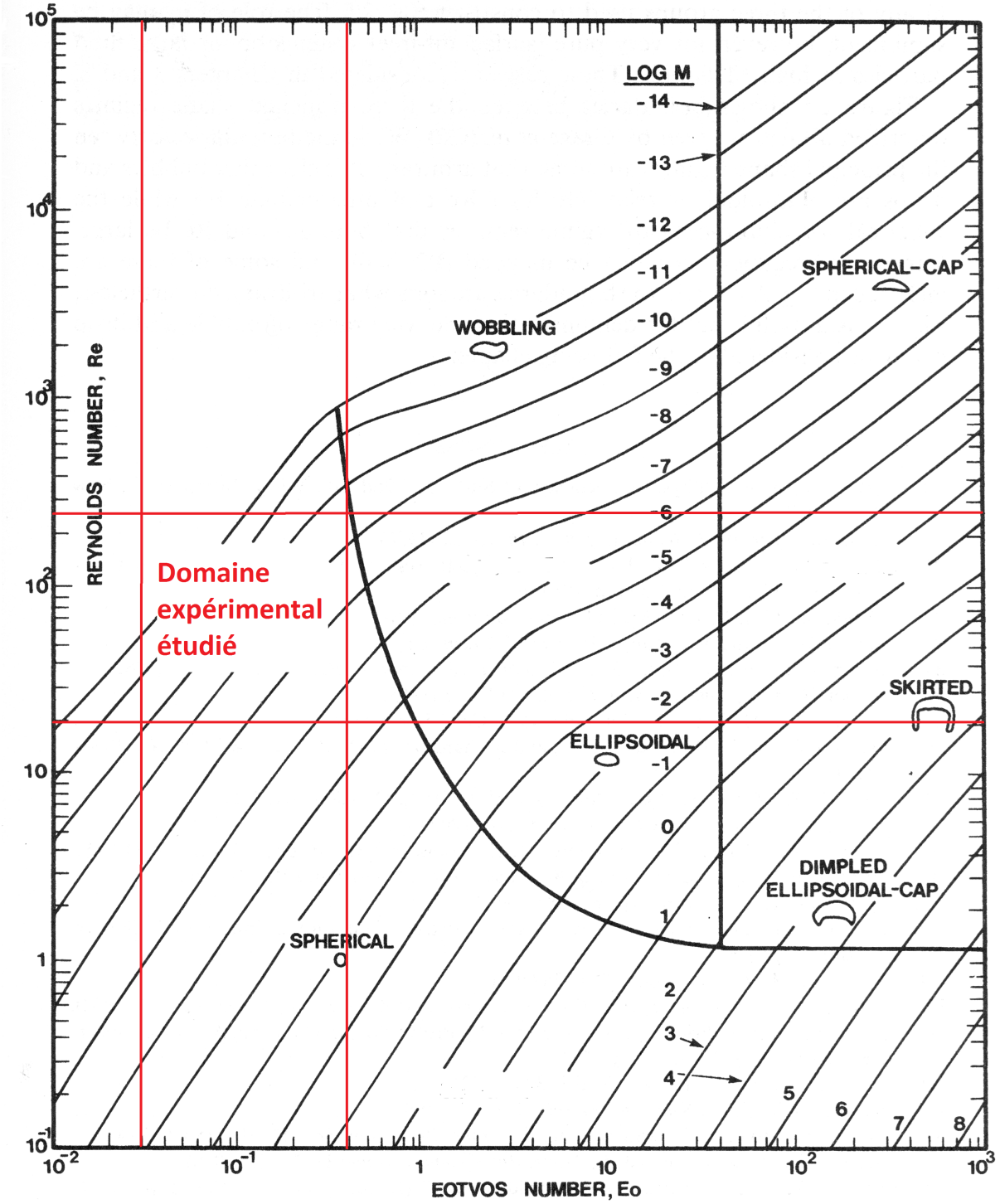



Figure D.1 – Limites du domaine d'étude sur le diagramme de forme de *Clift*, *Grace* et *Weber*

# Annexe E

# Principe de lame de shearing

### Principe de la lame

Ce dispositif est un senseur qui permet de mesurer la déformation du front d'onde[163],[164]. C'est un interféromètre à décalage et à deux ondes. Il est simple à mettre en œuvre et est très utilisé pour la collimation des faisceaux lasers. Il est à faces planes prismatiques et ne possède généralement pas de traitements optiques particuliers.

Son principe est illustré en figure E.1. L'interférogramme est obtenu par interférence entre deux parties de la phase du faisceau, la première réfléchie par la face avant de la lame, la seconde par la face arrière.

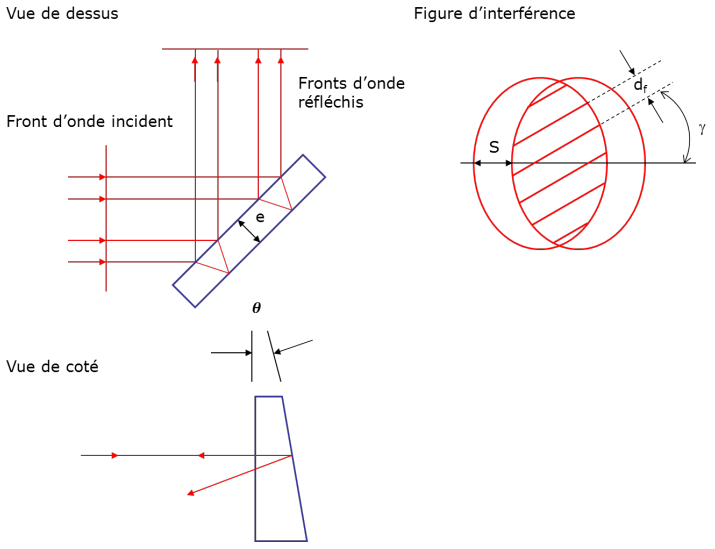



Figure E.1 – Principe de la lame de shearing

Sur l'interférogramme un certain nombre de grandeurs caractéristiques sont mesurées ; le

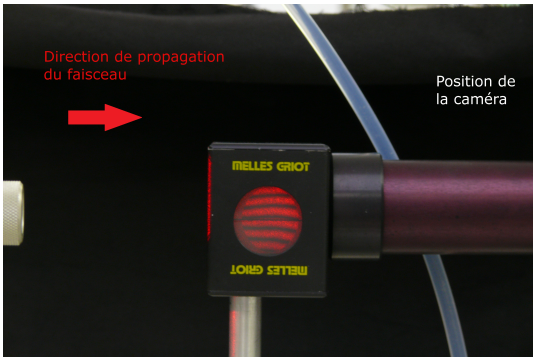
rayon de courbure de l'onde se calcule, en fonction de ces dernières, à l'aide de la relation ci-après :

$$R = \frac{Sd_f}{\lambda \sin(\gamma)} \tag{E.1}$$

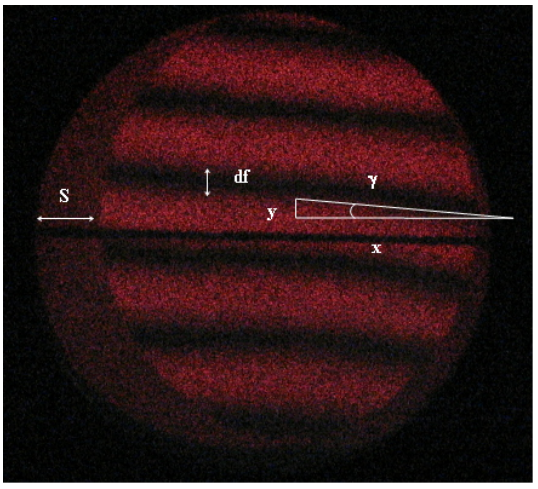
Le sens d'inclinaison franges d'interférence permet de conclure sur la convergence de l'onde. Pour notre lame, une inclinaison dans le sens horaire correspond à une onde convergente, une inclinaison dans le sens anti-horaire à une onde divergente.

La limite majeure du dispositif est liée à l'épaisseur de la lame qui fixe la longueur de cohérence de la source à $l_c > 2e$.

Dans notre cas, la lame intercepte le faisceau au niveau de la caméra (figure E.2a). Pour calculer le rayon de courbure de l'onde on relève sur l'interférogramme les grandeurs caractéristiques par traitement d'image (figure E.2b).




(a) Photographie de la lame de shearing placée au niveau du capteur




(b) Mesures des grandeurs caractéristiques sur l'interférogramme

Figure E.2 – Mesure de la courbure du front d'onde avec une lame de shearing

A titre d'illustration, à partir de l'interférogramme présenté en figure E.2b, on obtient les grandeurs suivantes :

| Grandeur | Pixels | Mètres |
|---|---|---|
| $S$ | 55 | $3{,}6 \times 10^{-3}$ |
| $d_f$ | 15 | $9{,}9 \times 10^{-4}$ |
| $x$ | 300 | $2{,}0 \times 10^{-2}$ |
| $y$ | 25 | $1{,}7 \times 10^{-3}$ |

Ce qui correspond à un rayon de courbure $R$ d'environ 68,7 m pour l'onde (laser HeNe à 632,8 nm). Le sens d'inclinaison des interférences indique que l'onde est convergente.

# Glossaire

Abréviations

| | |
|---|---|
| CC | Coefficient de Correlation |
| CCD | Charge Coupled Device |
| CMOS | Complementary Metal Oxide Semiconductor |
| CNAM | Conservatoire National des Arts et Métiers |
| DO | Densité d'ombre |
| FAC | Fonctionnement en phase Aqueuse Continue |
| FOC | Fonctionnement en phase Organique Continue |
| FTF | Fonction de Transfert de *Fresnel* |
| KSCN | Thiocyanate de potassium |
| HN | Holographie Numérique |
| ILIDS | Interferometric Laser Imaging Droplet Sizing |
| LIF | Laser induce Fluorescence |
| LMH | Largeur à Mi-Hauteur |
| NA | Ouverture angulaire |
| PDA | Phase Doppler Anemometry |
| PIV | Particle Image Velocimetry |
| PLIF | Planar Laser induce Fluorescence |
| PTV | Particle Tracking Velocimetry |
| RAG | Réfractometrie Arc-en-ciel Globale |
| RAS | Réfractometrie Arc-en-ciel Standard |
| RSB | Rapport Signal sur Bruit |
| SCMOS | Scientific Complementary Metal Oxide Semiconductor |
| TBP | TriButyl-Phosphate |
| TF | Transformée de *Fourier* |
| TFR | Transformée de *Fourier* rapide |
| TH | Transformée de Hough |
| TLMG | Théorie de *Lorentz-Mie* généralisée |
| TPH | TétraPropylène Hydrogéné |

Principales notations

| | |
|---|---|
| $a$ | Aire interfaciale ($m^2.m^{-3}$) |
| $A = \pi d^2/4$ | Surface projetée d'une goutte ($m^2$) |
| $A(u,v)$ | Amplitude du champ dans le plan source $(u,v)$ (V. $m^{-1}$) |
| $A_{z_r}(x,y)$ | Amplitude du champ propagé à la distance $z_r$ (V. $m^{-1}$) |
| $A_0$ | Amplitude de l'onde de référence (V. $m^{-1}$) |
| $C_D$ | Coefficient de trainée |
| $C(x,y)$ | Fonction d'autocorrélation |
| $d$ | Diamètre des gouttes (m) |
| $d_{10}$ | Diamètre moyen en nombre (m) |
| $d_{32}$ | Diamètre de Sauter (m) |
| $d_{43}$ | Diamètre moyen en masse (m) |
| $\Delta x$ | Pas d'échantillonnage |
| $f$ | Focale d'une lentille (m) |
| $F$ | Fréquence des impulsions (Hz) |
| $h_{z_r}(x,y)$ | Réponse impulsionnelle du propagateur de *Fresnel* |
| $H_{z_r(f_X,f_Y)}$ | Fonction de transfert du propagateur de *Fresnel* |
| $I(x,y)$ | Intensité enregistrée par le capteur ($W/m^2$) |
| $k = 2\pi/\lambda$ | Nombre d'onde (chapitre 2) |
| $L$ | Largeur du capteur |
| $n$ | Indice de réfraction |
| $n_p$ | Nombre de plans restitués |
| $O_{z_r}(x,y)$ | Amplitude de l'onde diffractée par la goutte (V. $m^{-1}$) |
| $Q$ | Débit de phase dispersée ($m^3.s^{-1}$) |
| $R(x,y)$ | Matrice des résidus |
| $Re_p$ | Nombre *Reynolds* particulaire |
| $r$, $R$ | Rayons de la goutte (m ou px) |
| $U_t$ | Vitesse terminale ($cm.s^{-1}$) |
| $r_{eq}$ | Rayon de l'ombre géométrique de la goutte (px) |
| $t(u,v)$ | Fonction transmission de l'objet diffractant |
| $u$, $v$ | Coordonnées dans le plan objet |
| $V$ | Volume d'une goutte ($m^3$) |
| $x$, $y$ | Coordonnées dans le plan d'enregistrement |
| $z$, $z_{min}$, $z_{max}$, $z_r$ | Distances suivant l'axe optique (m) |

Symboles

| | |
|---|---|
| $\mathcal{F}$ | Transformée de *Fourier* |
| $\Im$ | Partie imaginaire d'un nombre complexe |
| $\mathcal{N}_{\mathcal{E}}$ | Nombre d'*Euler* |
| $\Re$ | Partie réelle d'un nombre complexe |

Lettres grecques

| | |
|---|---|
| $\xi$, $\eta$ | Coordonnées dans le plan de restitution |
| $\alpha = {}^{2\pi r}/_{\lambda}$ | Paramètre de taille |
| $\beta$ | Taux de rétention |
| $\lambda$ | Longueur d'onde (m) |
| $\phi$ | Diamètre du fût de la colonne (m) |
| $\rho$ | Masse volumique (g.cm$^{-3}$) |

le cnam

Fabrice Lamadie

# Mesure d'un écoulement diphasique liquide/liquide par holographie numérique en ligne

## Application à la caractérisation des émulsions en colonne pulsée

le cnam

**Résumé :**
De nombreux procédés industriels (l'extraction liquide-liquide, des procédés pétroliers, etc...) mettent en œuvre des émulsions. Pour ces applications, la connaissance des caractéristiques fondamentales de ces émulsions (concentration, granulométrie, etc..) est importante depuis la R&D jusqu'au pilotage du procédé. Plusieurs techniques sont capables de mesurer ces paramètres. L'une d'entre elles, l'holographie numérique en ligne, permet le positionnement en 3D d'un flot de particules à partir d'une seule caméra. Elle est aujourd'hui utilisée dans un large spectre d'applications. Dans ce mémoire, nous présentons la caractérisation de la phase dispersée d'une émulsion par holographie numérique avec un montage en ligne. L'originalité de l'approche repose sur une utilisation directe comme particules diffractantes des gouttes millimétriques de phase dispersée rencontrées en extraction liquide-liquide. Elle a nécessité le développement d'une méthode de traitement des hologrammes et de nouveaux modèles numériques permettant de simuler la diffraction sur des gouttes transparentes. Avec cette méthode, des expérimentations ont été réalisées sur un dispositif produisant des gouttes de vitesse et diamètre connus. Elles ont permis de valider la pertinence de l'holographie pour la caractérisation des émulsions.

**Mots clés :**
Holographie numérique en ligne, Gouttes, Caractérisation des émulsions, Extraction liquide-liquide

**Abstract :**
Many industrial processes implement emulsions (liquid-liquid extraction, petroleum processes, etc...). For these applications, it's important, for R&D as well as for process control, to determine the fundamental characteristics of the emulsion (concentration, particle size, etc...). Numerous imaging techniques can be used to measure these parameters. One of them, digital holography, is well-known for allowing complete reconstruction of information about a 3D Flow in a single shot. It has been used in a broad spectrum of applications. This PhD memory presents a direct application of digital in line holography to liquid droplets dispersed in a continuous liquid phase. A specific feature of this work is that millimeter-size emulsion droplets are used directly as diffracting particles. It has required the development of a holograms focusing method and of new model, allowing to simulate diffraction by transparent drops. With this approach, experiments were performed on an apparatus that produces drops of known diameter and velocity. The results have validated the relevance of holography for the characterization of emulsions.

**Keywords :**
In line digital holography, Drops, Characterization of emulsions, Liquid-liquid extraction