



HAL
open science

Caractérisation d'un écoulement diphasique dans un airlift sous dépression. Application pour l'extraction des matières solides en suspension

Allatchi Hassen Barkai

► To cite this version:

Allatchi Hassen Barkai. Caractérisation d'un écoulement diphasique dans un airlift sous dépression. Application pour l'extraction des matières solides en suspension. Mécanique des fluides [physics.class-ph]. Université de Lyon, 2020. Français. NNT : 2020LYSEI038 . tel-03102943

HAL Id: tel-03102943

<https://theses.hal.science/tel-03102943>

Submitted on 7 Jan 2021

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.



N° d'ordre NNT : 2020LYSEI038

THESE de DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE LYON
opérée au sein de
L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon

Ecole Doctorale N° 162
MEGA – Mécanique Energétique Génie Civil et Acoustique

Spécialité : Mécanique des Fluides

Soutenue publiquement le 09/06/2020, par :
HASSAN BARKAI ALLATCHI

**Caractérisation d'un écoulement diphasique
dans un airlift sous dépression. Application
pour l'extraction des matières solides en
suspension**

Devant le jury composé de :

Steyer, Jean-Philippe			Président
Boiron, Olivier	Professeur	École Centrale Marseille	Rapporteur
Steyer, Jean-Philippe	Directeur de Recherche	INRA	Rapporteur
Fleury, Gatien	Docteur	CEA	Examineur
Plais, Cécile	Docteur	IFP Énergies nouvelles	Examinatrice
Champagne, Jean-Yves	Professeur	INSA Lyon	Directeur de thèse
El hajem, Mahmoud	MC HDR	INSA Lyon	Co-directeur de thèse
Barrut, Bertrand	Docteur	Coldep	Invité

Département FEDORA – INSA Lyon - Ecoles Doctorales – Quinquennal 2016-2020

SIGLE	ECOLE DOCTORALE	NOM ET COORDONNEES DU RESPONSABLE
CHIMIE	CHIMIE DE LYON http://www.edchimie-lyon.fr Sec. : Renée EL MELHEM Bât. Blaise PASCAL, 3e étage secretariat@edchimie-lyon.fr INSA : R. GOURDON	M. Stéphane DANIELE Institut de recherches sur la catalyse et l'environnement de Lyon IRCELYON-UMR 5256 Équipe CDFA 2 Avenue Albert EINSTEIN 69 626 Villeurbanne CEDEX directeur@edchimie-lyon.fr
E.E.A.	ÉLECTRONIQUE, ÉLECTROTECHNIQUE, AUTOMATIQUE http://edeea.ec-lyon.fr Sec. : M.C. HAVGOUDOUKIAN ecole-doctorale.eea@ec-lyon.fr	M. Gérard SCORLETTI École Centrale de Lyon 36 Avenue Guy DE COLLONGUE 69 134 Écully Tél : 04.72.18.60.97 Fax 04.78.43.37.17 gerard.scorletti@ec-lyon.fr
E2M2	ÉVOLUTION, ÉCOSYSTÈME, MICROBIOLOGIE, MODÉLISATION http://e2m2.universite-lyon.fr Sec. : Sylvie ROBERJOT Bât. Atrium, UCB Lyon 1 Tél : 04.72.44.83.62 INSA : H. CHARLES secretariat.e2m2@univ-lyon1.fr	M. Philippe NORMAND UMR 5557 Lab. d'Ecologie Microbienne Université Claude Bernard Lyon 1 Bâtiment Mendel 43, boulevard du 11 Novembre 1918 69 622 Villeurbanne CEDEX philippe.normand@univ-lyon1.fr
EDISS	INTERDISCIPLINAIRE SCIENCES-SANTÉ http://www.ediss-lyon.fr Sec. : Sylvie ROBERJOT Bât. Atrium, UCB Lyon 1 Tél : 04.72.44.83.62 INSA : M. LAGARDE secretariat.ediss@univ-lyon1.fr	Mme Emmanuelle CANET-SOULAS INSERM U1060, CarMeN lab, Univ. Lyon 1 Bâtiment IMBL 11 Avenue Jean CAPELLE INSA de Lyon 69 621 Villeurbanne Tél : 04.72.68.49.09 Fax : 04.72.68.49.16 emmanuelle.canet@univ-lyon1.fr
INFOMATHS	INFORMATIQUE ET MATHÉMATIQUES http://edinfomaths.universite-lyon.fr Sec. : Renée EL MELHEM Bât. Blaise PASCAL, 3e étage Tél : 04.72.43.80.46 Fax : 04.72.43.16.87 infomaths@univ-lyon1.fr	M. Luca ZAMBONI Bât. Braconnier 43 Boulevard du 11 novembre 1918 69 622 Villeurbanne CEDEX Tél : 04.26.23.45.52 zamboni@maths.univ-lyon1.fr
Matériaux	MATÉRIAUX DE LYON http://ed34.universite-lyon.fr Sec. : Marion COMBE Tél : 04.72.43.71.70 Fax : 04.72.43.87.12 Bât. Direction ed.materiaux@insa-lyon.fr	M. Jean-Yves BUFFIÈRE INSA de Lyon MATEIS - Bât. Saint-Exupéry 7 Avenue Jean CAPELLE 69 621 Villeurbanne CEDEX Tél : 04.72.43.71.70 Fax : 04.72.43.85.28 jean-yves.buffiere@insa-lyon.fr
MEGA	MÉCANIQUE, ÉNERGÉTIQUE, GÉNIE CIVIL, ACOUSTIQUE http://edmega.universite-lyon.fr Sec. : Marion COMBE Tél : 04.72.43.71.70 Fax : 04.72.43.87.12 Bât. Direction mega@insa-lyon.fr	M. Jocelyn BONJOUR INSA de Lyon Laboratoire CETHIL Bâtiment Sadi-Carnot 9, rue de la Physique 69 621 Villeurbanne CEDEX jocelyn.bonjour@insa-lyon.fr
ScSo	ScSo* http://ed483.univ-lyon2.fr Sec. : Viviane POLSINELLI Brigitte DUBOIS INSA : J.Y. TOUSSAINT Tél : 04.78.69.72.76 viviane.polsinelli@univ-lyon2.fr	M. Christian MONTES Université Lyon 2 86 Rue Pasteur 69 365 Lyon CEDEX 07 christian.montes@univ-lyon2.fr

Résumé

Les colonnes à bulles sont des contacteurs gaz-liquide très répandus en milieu industriel, notamment dans des applications de procédés chimiques, biologiques et minéralogiques. Dans la gamme de colonne à bulles disponible, l'airlift sous dépression est une innovation française présentant des caractéristiques très intéressantes pour le pompage hydraulique, le transfert de masse et la séparation des matières en suspension.

Ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre du développement de cet airlift amélioré, très utilisés dans le milieu industriel. L'objectif de la thèse est la caractérisation hydrodynamique de la colonne airlift sous dépression et l'analyse de ses capacités à assurer la fonction de séparation solide-liquide pour des particules en suspension. Le travail est exclusivement expérimental et le dispositif expérimental est constitué d'une colonne à bulles verticale transparente en plexiglass soumise à une dépression en tête et connectée à un bassin de recirculation hydraulique.

L'analyse hydrodynamique a été réalisée à l'aide de capteur de pression différentielle pour l'étude globale et à l'aide d'une double sonde optique pour une caractérisation locale. Les résultats obtenus ont permis d'étudier le régime d'écoulement pour les principaux paramètres : le taux de vide, la vitesse d'ascension et le diamètre des bulles. La Vélocimétrie par Images des Particules a été appliquée pour visualiser et analyser les structures d'écoulement dans le bassin de recirculation. Les capacités extractives de la colonne ont été étudiées en eau douce avec ajout de produits tensioactifs. La caséine soluble et le Methyl Iso Butyl Carbinol (MIBC) sont les deux tensioactifs qui ont donné les meilleurs résultats en termes de séparation solide-liquide des matières en suspension.

Ce travail a contribué à la compréhension de l'hydrodynamique des airlift sous dépression et a permis de mettre en évidence les potentialités de cette colonne dans le processus de séparation solide-liquide. Le travail ouvre aussi la voie à la modélisation numérique de l'hydrodynamique de la colonne en s'appuyant sur les résultats expérimentaux.

Abstract

Bubble columns are gas-liquid contactors widely used in industry, especially in chemical, biological and mineralogical process applications. In the range of bubble columns available, the vacuum airlift is a French innovation with very interesting characteristics for hydraulic pumping, mass transfer and suspended matter separation.

This thesis work is part of the development of this improved airlift, which is widely used in the industrial environment. The objective of the thesis is the hydrodynamic characterization of the airlift column under vacuum and analysis of its capacities to ensure the solid-liquid separation function. This work is exclusively experimental and the experimental setup is a vertical bubble column in plexiglass under vacuum and connected to a recirculation basin.

The hydrodynamic analysis was carried out using a differential pressure sensor for the global study and using a double optical probe for local characterization. Results obtained made it possible to study flow regime. The main parameters obtained are the void fraction, superficial velocity and bubbles diameter. Particle Image Velocimetry is applied to visualize and analyze the flow structures in the recirculation basin. The extracting capacities of the column were studied in tap water with the addition of surfactants. Soluble casein and Methyl Iso Butyl Carbinol (MIBC) are the two surfactants that have given the best results in terms of solid-liquid separation of suspended matter.

This work contributed to the understanding hydrodynamics for vacuum airlift column and helped to highlight the potential of this column in the solid-liquid separation process. This work also opens the way to numerical modelling of airlift column hydrodynamics from experimental results.

Remerciements

Je voudrais à travers ce manuscrit adresser mes remerciements les plus sincères à l'endroit de toutes les personnes et institutions qui m'ont apporté leur aide et soutiens pour l'élaboration de cette thèse.

Je tiens à remercier sincèrement Jean-Yves CHAMPAGNE, mon Directeur de thèse, qui a cru en moi en acceptant de diriger cette thèse et en m'offrant cette opportunité merveilleuse d'entamer une formation doctorale au sein de son équipe.

Je remercie vivement Mahmoud EL HAJEM, mon Co-directeur de thèse, d'avoir accepté d'assurer l'encadrement de cette thèse. C'est grâce à sa disponibilité et ses conseils multiples que cette thèse a été achevée.

Je tiens également à remercier les rapporteurs de cette thèse pour avoir accepté de l'examiner et apporter un regard critique en vue de son amélioration.

Enfin, j'adresse mes vifs remerciements à toute l'équipe du Laboratoire de Mécanique de Fluides et d'Acoustique (LMFA) de l'INSA de Lyon pour l'accueil et la convivialité dans laquelle j'ai passé mes années de thèse.

Structure du document

Résumé	iii
Abstract	v
Remerciements	vii
Liste des Figures	xiii
Liste des tableaux	xvii
Notations	1
Dédicace	3
Introduction et problématique	5
1 État de l'art	9
1.1 Écoulements gaz-liquide en colonne à bulles	10
1.1.1 La bulle unique	10
1.1.2 Régimes d'écoulements	15
1.1.3 Configuration d'écoulements	17
1.1.4 Cartes d'écoulements gaz-liquide	19
1.1.5 Coalescence des bulles	22
1.1.6 Caractérisation des écoulements en colonne à bulles	24
1.2 Séparation solide-liquide des particules en suspension	31
1.2.1 Séparation par flottation par air	31
1.2.2 Séparation solide-liquide en colonne à bulles	33
1.3 Conclusion	35
2 Airlift sous dépression et instrumentation	37
2.1 Introduction	38
2.2 Principe de fonctionnement de la colonne à bulles sous dépression	38

2.3	Dispositif expérimental	39
2.3.1	Éléments constitutifs du banc d'essais	42
2.4	Instrumentation pour la caractérisation globale	44
2.4.1	Débitmètre à ultrason	44
2.4.2	Régulateur de débitmètre massique	45
2.4.3	Capteurs de pression différentielle	46
2.5	Instrumentation pour la caractérisation locale	47
2.5.1	Bi-sonde optique	47
2.5.2	Vélocimétrie par image de particules	57
2.6	Transfert de masse par désorption du CO_2	62
2.6.1	Méthodologie d'évaluation du transfert de masse	62
2.7	Séparation solide-liquide en airlift sous dépression	62
2.7.1	Montage expérimental	62
2.8	Conclusion	63
3	Étude de l'hydrodynamique des phases liquide et dispersée	65
3.1	Introduction	66
3.2	Évolution du taux de vide global	70
3.3	Étude hydrodynamique de la phase liquide	72
3.3.1	Variation du débit de la phase continue	72
3.3.2	Évolution de la vitesse superficielle de la phase continue	75
3.4	Étude hydrodynamique de la phase dispersée	77
3.4.1	Vitesse superficielle d'ascension des bulles	77
3.5	Caractérisation locale de la phase dispersée	82
3.5.1	Taux de vide local	82
3.5.2	Diamètre local moyen des bulles	90
3.5.3	Vitesse locale d'ascension des bulles	97
3.6	Étude de la fonction de désorption du CO_2	104
3.7	Conclusion	106
4	Clarification des eaux par airlift	109
4.1	Introduction	110
4.2	Analyse et choix des substances tensioactives	111
4.2.1	Étude qualitative des tensioactifs sélectionnés	116
4.2.2	Étude du fonctionnement de la colonne à bulles en présence de tensioactifs	117
4.3	Étude de l'impact des facteurs influents sur les performances d'extraction de la colonne	120

4.3.1	Séparation solide-liquide en présence de la caséine	120
4.3.2	Séparation solide-liquide avec de la caséine + MIBC	125
4.4	Analyse des structures d'écoulements du raceway	127
4.4.1	Protocole expérimental	128
4.4.2	Résultats des mesures PIV	128
4.5	Conclusion	138
Conclusions Générales		139
Perspectives		143
Bibliographie		145
ANNEXE 1		161
ANNEXE 2		181
ANNEXE 3		193

Liste des Figures

1	Installation de colonnes à bulles sous dépression à Palavas-Les-Flots	6
1.1	forme de bulles obtenue par la méthode Level-Set [Smolianski et al., 2003]	10
1.2	Vitesse terminale d'une bulle en fonction de son diamètre en milieu contaminé .	14
1.3	Carte de régime d'écoulement [Deckwer and Field, 1992]	16
1.4	Configurations des écoulements diphasiques verticaux [Taitel et al., 1980]	17
1.5	Carte d'écoulement de Hewitt et Roberts pour un écoulement ascendant	19
1.6	Carte des régimes d'écoulements diphasique gaz-liquide [Taitel et al., 1980] . . .	20
1.7	Configuration de coalescence de bulles [Mishima and Ishii, 1984]	23
1.8	Signaux provenant d'une bi-sonde à fibre optique et images prises par une caméra à haute vitesse synchronisée [Aliyu et al., 2017]	25
1.9	Coupe schématique d'une sonde optique [Danel, 1978]	26
1.10	Principe de réfraction et de réflexion du signal d'une sonde optique [Danel, 1978]	26
1.11	sonde monofibre optique [Mizushima et al., 2013]	29
1.12	Efficacité des tensioactifs dans le processus de séparation solide-liquide à l'airlift [Suzuki and Maruyama, 2002]	34
2.1	Principe de l'airlift sous dépression	38
2.2	Schéma du dispositif expérimental	40
2.3	Colonne à dépression du LMFA	41
2.4	photographie du raceway	43
2.5	Prise de pression	44
2.6	Montage des transducteurs pour une mesure en W	45
2.7	Régulateur de débit massique [Brooks Instrument]	46
2.8	Signal optique d'une sonde optique	47
2.9	Formation du signal brut	48
2.10	Mise en forme par seuillage du signal brut	49
2.11	Transformation du signal brut en signal numérique (TTL)	49
2.12	Fonction indicatrice de phase typique	51
2.13	bi-sonde optique [Chaumat et al., 2005]	51
2.14	Signaux typiques d'une bi-sonde	53
2.15	Chaine d'acquisition de la bi-sonde du LMFA	54
2.16	Optrodes de la bi-sonde optique	55
2.17	Convergence de la vitesse moyenne des bulles ($Vb1 = 10 \text{ l.mn}^{-1}$; $Vb2 = 20 \text{ l.mn}^{-1}$; $Vb3 = 30 \text{ l.mn}^{-1}$; $Vb4 = 35 \text{ l.mn}^{-1}$)	56

2.18	Convergence du diamètre moyen des bulles ($Db1 = 10 \text{ l.mn}^{-1}$; $Db2 = 20 \text{ l.mn}^{-1}$; $Db3 = 30 \text{ l.mn}^{-1}$; $Db4 = 35 \text{ l.mn}^{-1}$)	57
2.19	Convergence du taux de vide ($Q1 = 10 \text{ l.mn}^{-1}$; $Q2 = 20 \text{ l.mn}^{-1}$; $Q3 = 30 \text{ l.mn}^{-1}$; $Q4 = 35 \text{ l.mn}^{-1}$)	57
2.20	Principe de mesure PIV	58
2.21	Système optique de mesure PIV du bassin de recirculation de l'airlift	59
2.22	Mire placé dans le raceway	59
3.1	1- Bulles indépendantes (bubbly), 2- Bulles agglomérées, 3-Pulsatile (churn), 4- Poches gaz bouchons-liquides (slug) [Bouaifi et al., 2001]	66
3.2	Morphologie de l'écoulement d'une colonne à bulle verticale [Peng and Di, 1994]	67
3.3	Taux de vide global en fonction du débit volumique de l'air	71
3.4	Évolution du débit liquide en fonction du débit d'air	73
3.5	Formation du contre airlift pour $Q_{air} > 30 \text{ l.mn}^{-1}$	74
3.6	Effet du bridage du débit liquide sur le régime de pompage	74
3.7	Vitesse liquide théorique (U_L) et réelle (W_L) en fonction du taux de vide	76
3.8	Vitesse réelle de la phase gazeuse en fonction de la vitesse superficielle d'ascension	78
3.9	Vitesse réelle de la phase liquide en fonction de la vitesse globale	79
3.10	Illustration du régime d'écoulement sur la carte de Taitel	80
3.11	Vitesse de glissement en fonction de la vitesse superficielle d'ascension	81
3.12	Lignes de sondage par la bi-sonde optique	82
3.13	Taux de vide local et global en fonction de la vitesse superficielle d'ascension ($h = 2 \text{ m}$)	83
3.14	Taux de vide local en fonction de la vitesse superficielle d'ascension	85
3.15	Taux de vide local en eau douce à 1 m de hauteur	86
3.16	Taux de vide local en eau douce à 2 m de hauteur	87
3.17	Taux de vide local en eau déminéralisée à 1 m de hauteur	88
3.18	Taux de vide local en eau déminéralisée à 2 m de hauteur	89
3.20	Diamètre des bulles [mm], Hauteur 2 m, eau douce	92
3.19	Diamètre des bulles [mm], Hauteur 1 m, eau douce	93
3.21	Diamètre des bulles [mm], Hauteur 1 m, eau déminéralisée	94
3.22	Diamètre des bulles [mm], Hauteur 2 m, eau déminéralisée	95
3.23	Diagramme de Grace pour les formes de bulle [Grace, 1976]	96
3.24	Morphologie des bulles pour différents Eotvös [Ziegenhein, 2016]	96
3.25	Vitesses locales des bulles en fonction de la vitesse superficielle U_g	98
3.26	Vitesse locale des bulles en eau douce à 1 m de hauteur	99
3.27	Vitesse locale des bulles en eau douce à 2 m de hauteur	100
3.28	Vitesse locale des bulles en eau déminéralisée à 1 m de hauteur	101
3.29	Vitesse locale des bulles en eau déminéralisée à 2 m de hauteur	102
3.30	Modèles de glissement de Wallis et de Zuber-Findlay [Herve, 2009]	103
3.31	Vitesses terminale de bulles dans l'eau à 20°C [Clift et al., 1978]	103
3.32	Vitesses locales des bulles (U) et vitesse réelle globale (W_G) en fonction de la vitesse globale (U_g)	104

3.33	Désorption du CO_2 par air lift pour différents débits d'air	105
3.34	Coefficients de transfert de masse KLa en fonction du débit d'air	106
4.1	Morphologie des bulles de gaz dans une mousse [Bouquelet, 2016]	112
4.2	Tween-20	113
4.3	Propriété d'un tensioactif en fonction de sa HLB	114
4.4	Methyl-Iso-Butyl-Carbinol(MIBC)	114
4.5	Colonne en fonctionnement	117
4.6	Effet de la dose initiale d'argile	121
4.7	Extraction des particules d'argiles en suspension avec de la caséine à $0,014 g.l^{-1}$	122
4.8	Extraction des particules d'argiles en suspension avec de la caséine à $0,019 g.l^{-1}$	123
4.9	Effet du débit d'air au bout de 30 minutes d'extraction pour une concentration initiale d'argile de $0,112 g.l^{-1}$ et pour différentes concentrations de caséine	123
4.10	Effet de la dose de la caséine sur la séparation solide-liquide avec $Q_{air} = 15 l.mn^{-1}$	124
4.11	Efficacité de séparation continue des particules d'argiles avec de la caséine	125
4.12	Extraction des MES avec de la caséine ($0,014 g.l^{-1}$) et du MIBC	126
4.13	Efficacité de séparation du MIBC des particules d'argiles avec $0,014 g.l^{-1}$ de caséine	126
4.14	Coupes schématique du raceway	127
4.15	Montage du système PIV	127
4.16	Champs des vitesses dans le raceway pour une vitesse superficielle $U_g = 0,36 m.s^{-1}$ et un plan P0 près du fond	129
4.17	Profils transversaux des vitesses liquide	130
4.18	Dépôt de particules solides le long du cloison interne du raceway	131
4.19	Champs de vitesse dans le raceway pour une vitesse superficielle de gaz $U_g = 0,09 m.s^{-1}$ suivants trois plans horizontaux	132
4.20	Profils transversaux pour une vitesse superficielle de gaz $U_g = 0,09 m.s^{-1}$	133
4.21	Champs de vitesse dans le raceway pour une vitesse superficielle de gaz $U_g = 0,22 m.s^{-1}$ suivants trois plans horizontaux	134
4.22	Profils transversaux pour une vitesse superficielle de gaz $U_g = 0,22 m.s^{-1}$	135
4.23	Champs de vitesse dans le raceway pour une vitesse superficielle de gaz $U_g = 0,36 m.s^{-1}$ suivants trois plans horizontaux	136
4.24	Profils transversaux pour une vitesse superficielle de gaz $U_g = 0,36 m.s^{-1}$	137

Liste des tableaux

2.1 Paramètres hydrodynamiques des conditions de mesure des convergences	56
4.1 Propriétés des substances tensioactives étudiées	115
4.2 Tensions superficielles mesurées	115
4.3 Propriétés et effets des substances tensioactives étudiées	119

Notations

Symbole	Unité	Définition
CMC	-	Concentration Micellaire Critique
CO ₂	-	Dioxyde de Carbone
Coldep	-	Colonne à dépression
FIP	-	Fonction Indicatrice de Phase
g	$m^2.s^{-1}$	accélération de la gravité
HLB	-	Hydrophilic Lipophilie Balance
LDA	-	Anémometrie Laser à effet Doppler
MES	-	Matière En Suspension
MIBC	-	Methyl Iso Butyl Carbinol
NTU	NTU	Unité Néphelométrique de Turbidité
PDF	-	Fonction de Densité de Probabilité
PIV	-	Vélocimétrie par Image des Particules
PSD	-	Densité Spectral
R	-	Constante du gaz $R = \frac{r}{M}$
r	-	Constante universelles des gaz
U_g	$m.s^{-1}$	Vitesse superficielle du gaz
U_L	$m.s^{-1}$	Vitesse du liquide
α	%	Taux de vide
α_{glob}	%	Taux de vide global
α_t	%	Taux de vide de transition
δ_t	-	Période d'échantillonnage
λ	mm	Longueur d'onde
μ_l	$Pa.s$	Viscosité dynamique
σ	$N.m^{-1}$	Tension superficielle
ρ_G	$kg.m^{-3}$	Masse volumique du gaz
ρ_L	$kg.m^{-3}$	Masse volumique du liquide
C_D	-	Coefficient de trainé
Eo	-	Nombre d'Eotvos $E_O = \frac{gd_b^2 \Delta\rho}{\sigma}$
Mo	-	Nombre de Morton $Mo = \frac{g\mu_b^4 \Delta\rho}{\rho^3 \rho_l^2}$
M	-	Nombre de Weber modifié
Re	-	nombre de Reynolds $Re = \frac{\rho_l d_b V}{\mu}$

Dédicace

A

Mes parents Barkai Allatchi Chèle et Dowdo Hamita Allabodou

Ma famille, mes parents et amis qui m'ont toujours soutenu dans cette aventure

HASSAN BARKAI Allatchi - Thèse de l'INSA de Lyon 2020

Introduction et problématique

Les colonnes à bulles sont des contacteurs gaz-liquide très répandus en milieu industriel, notamment dans des applications de procédés chimiques, biologiques et minéralogiques. Elles sont l'objet de plusieurs études scientifiques en vue de la compréhension de leur hydrodynamique [Besagni et al., 2016, Simonnet, 2005, Raimundo, 2015] ainsi que de leur capacité à assurer la fonction de séparation solide-liquide [Barrut, 2011, Suzuki Yoshihiro and Terutoyo, 2008]. Ces études ont permis, en plus de la compréhension du fonctionnement hydrodynamique des colonnes à bulles, de les utiliser pour des nouvelles applications industrielles. C'est ainsi qu'une équipe de chercheur de l'Institut National des Sciences Appliquées (INSA) de Lyon et de l'Institut Français de Recherche pour l'Exploitation de la Mer (IFREMER) ont réussi à mettre au point, au Laboratoire de Mécanique des Fluides et d'Acoustique (LMFA) de l'INSA de Lyon, un air-lift fonctionnant sous vide. Cette innovation technologique a été l'objet d'un brevet en 2007.

Cette colonne sous dépression est utilisée en milieu industriel dans des secteurs tels que la bio-remédiation du CO_2 à travers une culture de micro algues, la purification des eaux issus de l'élevage aquacole et la pré-filtration des eaux dans le processus de filtration membranaire. L'image de la figure 1 ci dessous illustre une installation de colonne air-lift sous dépression sur un site de l'IFREMER à Palavas-les-Flots en France.

Bertrand Barrut [Barrut, 2011] au cours de sa thèse a mené une étude d'optimisation du fonctionnement de la colonne sous dépression. Les travaux réalisés ont permis de faire une caractérisation globale de l'air-lift et de mettre en évidence que la colonne à dépression est un dispositif multifonctionnel qui combine trois fonctions principales : la fonction de pompage hydraulique, la fonction de séparation solide-liquide par moussage-écumage et la fonction de transfert de masse.

B. Barrut [Barrut, 2011] a tenté une extraction solide-liquide en eau douce mais il n'a pas pu obtenir des résultats satisfaisants.

Aussi, l'étude hydrodynamique effectué par B. Barrut sur la colonne à bulles sous dépression est une étude globale qui ne fournit que très peu d'informations sur l'hydrodynamique locale et encore moins sur la granulométrie de l'écoulement de la phase dispersée.



FIGURE 1 – Installation de colonnes à bulles sous dépression à Palavas-Les-Flots

Ainsi, malgré les études déjà réalisées, les connaissances scientifiques sur cette colonne à bulles sous dépression restent encore insuffisantes pour une meilleure compréhension de son fonctionnement hydrodynamique et de sa performance dans le processus de séparation solide-liquide. C'est dans une perspective de contribuer au développement et à l'optimisation des colonnes à bulles que s'inscrit la présente thèse menée au sein du Laboratoire de Mécanique des Fluides et d'Acoustique de l'INSA de Lyon. La thèse est menée suivant trois axes principaux :

1. la caractérisation expérimentale de l'hydrodynamique de l'écoulement diphasique de la colonne air-lift sous dépression. La caractérisation hydrodynamique de l'étude des mouvements des bulles est faite par mesures locale et globale ;
2. l'étude expérimentale des capacités de séparation solide-liquide de la colonne sous dépression en eau douce par moussage-écumage à l'aide de substances tensioactives ;
3. l'analyse des structures de l'écoulement dans le bassin de recirculation connecté à l'air-lift par la technique de Vélocimétrie par Image des Particules (PIV).

Ce travail de thèse a donc pour objectif de contribuer expérimentalement à la discussion en cours sur la compréhension des écoulements gaz-liquide en colonne à bulles. Elle a aussi comme

objectif, l'étude des capacités extractives solide-liquide de la colonne air-lift sous dépression en eau douce.

L'étude bibliographique réalisée et présentée au chapitre 1 de cette thèse, montre que malgré la densité des études déjà réalisées sur les colonnes à bulles, les connaissances restent toujours insuffisantes en ce qui concerne la colonne à bulles soumise à une dépression en tête de colonne et fonctionnant en circuit fermé. La séparation solide-liquide en eau douce est en outre peu étudiée. Barrut [Barrut, 2011] dans sa thèse a soulevé l'incapacité de la colonne à bulles sous dépression à assurer la fonction de séparation solide-liquide en eau douce.

Pour lever ce verrou, les études réalisées par Suzuki et al. [Suzuki Yoshihiro and Terutoyo, 2008] sur une colonne à bulles classique ont révélé l'importance de l'utilisation des tensioactifs afin de pouvoir assurer une séparation solide-liquide en eau douce. Parmi les substances tensioactives utilisées, la caséine semble donner de très bons résultats.

Aussi, une étude hydrodynamique est nécessaire si l'on souhaite par la suite améliorer les performances des colonnes à bulles pour assurer la fonction de séparation solide-liquide en eau douce ou en eau de mer. Ce travail permettra aussi de mieux comprendre les performances hydrodynamiques de la colonne à bulles sous dépression en fonction de différents paramètres : débit des deux phases (gaz et liquide) ; présence ou non dans l'eau des impuretés qui peuvent influencer le comportement de l'écoulement.

L'originalité de cette thèse réside dans le fait qu'elle cherche à apporter des réponses à deux problèmes non traité jusqu'à là sur ces dispositifs et à préciser les structures d'écoulement observées dans le bassin de récirculation connecté à la colonne et permettant un fonctionnement en circuit fermé.

En somme, au cours des prochains chapitres nous allons tenté de répondre à trois principales questions :

1. quelle est l'hydrodynamique locale des écoulements d'un airlift sous dépression ?
2. quelles sont les structures d'écoulements au sein du bassin de récirculation de la colonne à bulles ?
3. quelles sont les capacités de cette colonne à assurer la fonction de séparation solide-liquide en eau douce ?

Pour ce faire, le ce manuscrit est structuré en quatre chapitres :

Le premier chapitre présente une synthèse bibliographique sur l'hydrodynamique des écoulements gaz-liquide en colonne à bulles et sur la séparation solide-liquide par air-lift. Dans la partie bibliographique sur la séparation solide-liquide, l'accent a été mis sur l'extraction des matières en suspension en eau douce par moussage-écumage en colonne à bulles.

Le chapitre 2 est dédié à la présentation du dispositif expérimental, de l'instrumentation diphasique et des principaux paramètres qui sont l'objet de cette thèse. Le dispositif expérimental est une colonne airlift sous dépression transparente, en plexiglas. Les caractéristiques géométriques et le fonctionnement de cette colonne ainsi qu'une description de la méthodologie expérimentale sont présentés plus en détail dans ce chapitre.

Le chapitre 3 se focalise sur l'étude hydrodynamique des écoulements gaz-liquide au sein de la colonne airlift sous dépression. L'instrumentation diphasique utilisée est constituée d'une bi-sonde optique et de capteurs de pression différentielle dont le principe de fonctionnement est présenté au chapitre 2. Le protocole expérimental et les principaux résultats obtenus au cours de cette étude hydrodynamique sont également présentés dans ce chapitre. Ce chapitre s'achève par une analyse des capacités de transfert de masse de l'airlift à travers des essais de désorption du CO_2 .

Le chapitre 4 présente une étude de séparation solide-liquide en eau douce par colonne airlift sous dépression. Ce chapitre présente en substance une étude préliminaire sur des tensioactifs, le protocole expérimental pour l'extraction solide-liquide et les principaux résultats suivant différentes conditions opératoires pour une séparation solide-liquide en colonne à bulles. Après la présentation des résultats des capacités extractives de l'airlift, le chapitre se termine par une présentation des résultats d'une étude préliminaire des structures d'écoulement du bassin de recirculation de l'airlift par la technique de Vélocimétrie par Image des Particules (PIV).

Enfin cette thèse s'achève par des conclusions qui présentent les synthèses des principaux résultats obtenus. Les conclusions sont suivies par les perspectives envisageables de cette thèse.

État de l'art

Sommaire du chapitre

1.1	Écoulements gaz-liquide en colonne à bulles	10
1.1.1	La bulle unique	10
1.1.2	Régimes d'écoulements	15
1.1.3	Configuration d'écoulements	17
1.1.4	Cartes d'écoulements gaz-liquide	19
1.1.5	Coalescence des bulles	22
1.1.6	Caractérisation des écoulements en colonne à bulles	24
1.2	Séparation solide-liquide des particules en suspension	31
1.2.1	Séparation par flottation par air	31
1.2.2	Séparation solide-liquide en colonne à bulles	33
1.3	Conclusion	35

1.1 Écoulements gaz-liquide en colonne à bulles

Dans ce chapitre, avant de présenter l'écoulement en colonne airlift, il est important de revenir sur quelques aspects liés aux écoulements gaz-liquide.

1.1.1 La bulle unique

1.1.1.1 Formes et trajectoires

La forme de la bulle unique dans un milieu infini est une fonction du nombre de Reynolds et du nombre de Weber (figure 1.1).

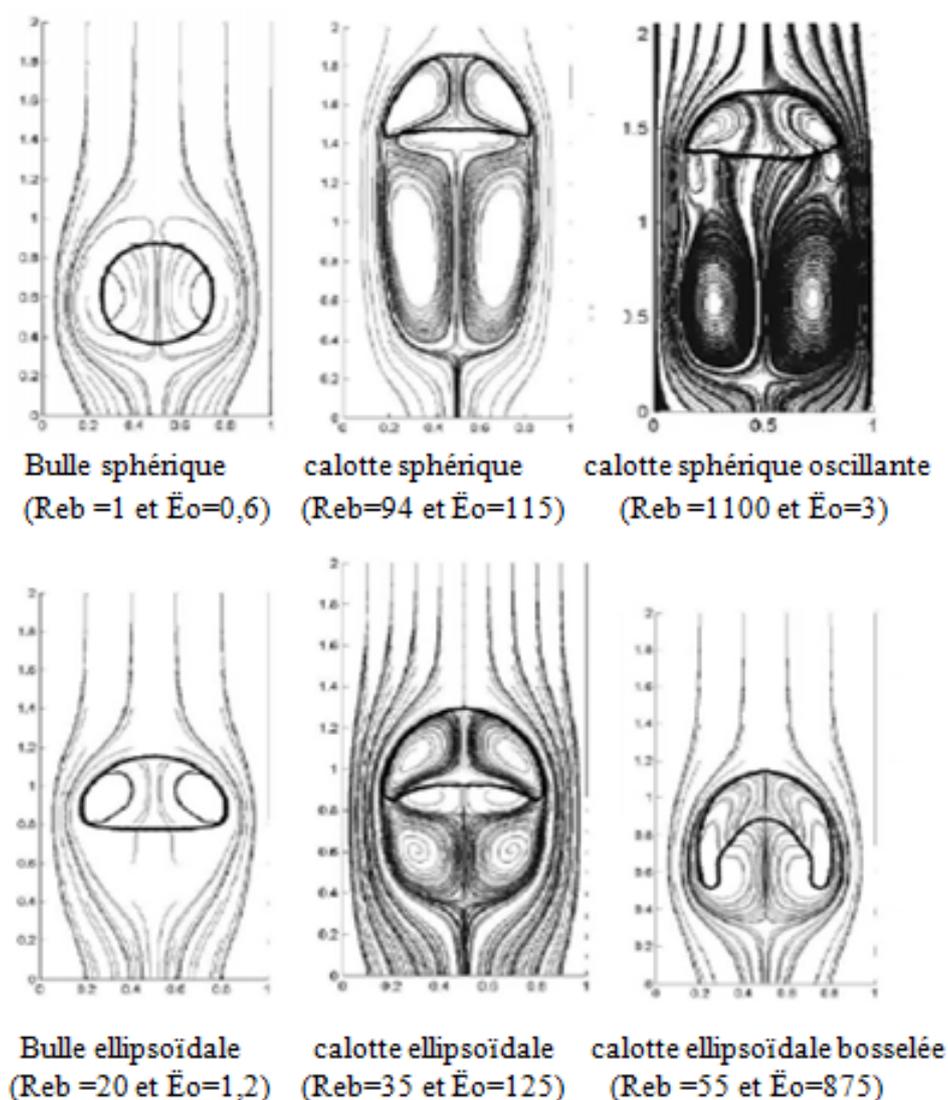


FIGURE 1.1 – forme de bulles obtenue par la méthode Level-Set [Smolianski et al., 2003]

Par ailleurs, suivant le nombre adimensionnel de Weber, la forme de la bulle est dite stable pour un Weber faible et elle est oscillante pour un nombre de Weber supérieur à sa valeur critique. La valeur critique du nombre de Weber est déterminée à partir de la corrélation de Tsuge et Hibino [Tsuge and Hibino, 1977] :

$$We_{crit} = 10,64Mo^{0,0554} \quad (1.1)$$

Où Mo est le nombre de Morton défini par l'expression :

$$Mo = \frac{g\mu_b^4\Delta\rho}{\rho^3\rho_l^2} \quad (1.2)$$

Les régimes d'écoulements sont observés en fonction du nom de Reynolds (R_{eb}) des bulles défini par l'expression suivante :

$$R_{eb} = \frac{2R|U_l - U_b|}{\nu_l} \quad (1.3)$$

Où :

- R est le rayon de la bulle ;
- U_b la vitesse de son centre de gravité ;
- U_l la vitesse du fluide au niveau du centre de gravité de la bulle ;
- ν_l la viscosité cinématique du liquide.

a) Régime de Stokes :

Le régime de Stokes est obtenu pour $R_{eb} \ll 1$. Les bulles ont alors une forme sphérique, on parle aussi de régime sphérique. Dans ce domaine, ce sont les forces de viscosité et de tension de surface qui sont dominantes. Le mouvement de la bulle dans ce régime est stationnaire et purement vertical.

b) Régime sphérique inertiel :

Dans le régime sphérique inertiel, obtenu pour $1 < R_{eb} < 600$, les bulles sont encore sphériques, mais les forces de tension superficielle et celles d'inertie sont prépondérantes devant les forces de viscosité. Le mouvement de la bulle dans ce domaine reste rectiligne.

c) Régime ellipsoïdal :

Pour $R_{eb} > 600$, la bulle prend une forme d'ellipsoïde, d'abord stable puis oscillante lorsque la bulle grossit. La trajectoire de la bulle résulte d'une compétition entre les forces de tension superficielle et les forces d'inertie [Saffman, 1956].

d) Régime des calottes sphériques et des bulles déformées :

Enfin, pour $R_{eb} > 1360$, les forces de tension superficielle deviennent négligeables et ce sont les

forces d'inertie et de poussée qui déterminent le mouvement.

Dans ce cas, la bulle atteint une forme de calotte sphérique et lorsque le diamètre devient encore plus important, elle peut ne plus avoir de forme bien précise (bulle dite déformée). Les calottes sphériques ont une trajectoire verticale, alors que les bulles déformées ont un mouvement en zigzag.

1.1.1.2 Sillage d'une bulle

Le sillage d'une bulle est défini comme étant le champ d'écoulement liquide situé directement à l'arrière de la bulle. Le sillage varie avec le diamètre de la bulle de telle sorte que lorsque le diamètre augmente, la longueur du sillage aussi augmente [Brussieux, 2011]. Vries [de Vries, 2002] a mené une étude qui a permis de déterminer avec précision les formes du sillage des bulles uniques ellipsoïdales. Lorsque la bulle est ellipsoïdale et que son mouvement est en zigzag, le sillage se compose de deux filets qui peuvent interagir loin derrière la bulle. Ces deux filets peuvent cependant se confondre et ne former qu'un seul filet lorsque la bulle passe dans le plan médian de sa trajectoire.

Ensuite, lorsque la trajectoire de la bulle devient hélicoïdale, le sillage reste toujours composé de deux filets, qui peuvent être instables dans la région située près de la bulle, si elle a un important rapport de forme. La forme de la bulle est stable, mais son orientation change lors de l'ascension, afin que le petit axe soit aligné avec sa trajectoire. Enfin, pour les calottes sphériques, Komasa et al. [Komasawa et al., 1980] ont observé trois domaines de sillage selon la valeur du Reynolds. Pour un nombre de Reynolds $R_{eb} < 90$, le sillage est laminaire et est constitué de vortex toroïdaux symétriques ; pour $90 < R_{eb} < 500$, le vortex perd sa stabilité avec l'apparition d'une dissymétrie et enfin pour un $R_{eb} > 500$, le sillage devient turbulent [Simonnet, 2005].

1.1.1.3 Bilan des forces sur une bulle en déplacement à vitesse constante

Une bulle ascendante dans un écoulement cisailé est soumise aux forces statiques et aux forces hydrodynamiques. Le bilan de force agissant sur cette bulle s'écrit :

$$\vec{F}_B + \vec{F}_I + \vec{F}_D + \vec{F}_L = \vec{0} \quad (1.4)$$

Où :

- F_B est la force d'Archimède ;
- F_I est la force d'inertie ;
- F_D est la force de traînée ;
- F_L est la force de portance.

Les deux premiers termes correspondent aux forces statiques et les deux derniers aux forces hydrodynamiques dues à la montée de la bulle et au mouvement du fluide. Par ailleurs, le nombre de Reynolds de bulle permet de caractériser le régime hydrodynamique autour de la bulle et d'exprimer les forces hydrodynamiques de traînée et de portance.

1.1.1.4 Vitesse terminale d'une bulle

La vitesse terminale V_∞ d'une bulle dépend du régime dans lequel elle se trouve, c'est-à-dire de sa taille. Nous allons présenter dans cette section une revue des principales corrélations qui donnent une estimation de la vitesse terminale d'une bulle unique d'air dans de l'eau pure :

- **Bulles sphériques :**

En régime de Stokes ($Re_b \ll 1$), pour des bulles avec une interface déformable, la vitesse terminale est donnée par :

$$V_\infty = \frac{g\rho_l}{12\mu_l}d_b^2 \quad (1.5)$$

avec ρ_l la masse volumique du liquide et μ_l la viscosité dynamique.

- **Bulles sphériques avec inertie :**

Les bulles peuvent rester sphériques, au-delà d'un nombre de Reynolds de l'ordre de l'unité. Dans le domaine où $Re_b \leq 600$. et la vitesse terminale ascensionnelle vaut :

$$V_\infty = \frac{0,138\rho_l^{0,64}g^{0,82}}{\mu_l^{0,64}}d_b^{1,46} \quad (1.6)$$

- **Bulles ellipsoïdales :**

Lorsque la bulle devient ellipsoïdale, sa trajectoire peut commencer à devenir hélicoïdale ou zigzagante et la vitesse de bulle vaut alors :

$$V_\infty = 1,91\rho_l^{-1/2}\sigma^{1/2}d_b^{-1/2} \quad (1.7)$$

où σ est la tension superficielle.

- **Bulles déformées – Calottes sphériques :**

Dans le cas des grosses bulles, la vitesse de bulle vaut :

$$V_\infty = 0,715g^{1/2}d_b^{1/2} \quad (1.8)$$

Afin d'éviter ces nombreuses expressions et dans un souci de simplification, Jamialahmadi et al. [Jamialahmadi et al., 1994] proposent à partir des travaux expérimentaux une corrélation unique pour la détermination de la vitesse terminale :

$$V_\infty = \frac{V_{b1}V_{b2}}{\sqrt{V_{b1}^2 + V_{b2}^2}} \quad (1.9)$$

$$V_{b1} = \frac{1}{18} \frac{\Delta\rho}{\mu_l} g d_b^2 \frac{3\mu_l + 3\mu_g}{3\mu_g + 2\mu_l} \quad (1.10)$$

où ρ_g la masse volumique du gaz et μ_g la viscosité dynamique.

$$V_{b2} = \sqrt{\frac{2\sigma}{d_b(\rho_l + \rho_g)} + \frac{2d_b}{2}} \quad (1.11)$$

Cette corrélation est valable dans tous les régimes que rencontre la bulle quand sa taille augmente. Avec la tension superficielle (σ) qui apparait dans le calcul de V_∞ , elle est applicable pour des phases continues de différentes tensions superficielles. La corrélation est aussi valide pour de l'eau pure que pour de l'eau pure avec ajout de butanol, de méthanol et d'éthanol [Jamialahmadi and Müller-Steinhagen, 1992].

Le domaine de validité de cette corrélation correspond à :

- masse volumique du liquide : $\rho_l = 720 - 1040 \text{ kg.m}^{-3}$
- viscosité du liquide : $\mu_l = 2,33.10^{-4} - 5,9.10^{-2} \text{ Pa.s}$
- tension superficielle : $\sigma = 72,5 - 22 \text{ mN.m}^{-1}$

L'ajout de substances tensioactives dans la phase liquide diminue la tension de surface du mélange diphasique et modifie par voie de conséquence le comportement de la bulle (figure 1.2). Les tensioactifs inhibent la coalescence entre les bulles et induisent la formation et le maintien de bulles plus petites.

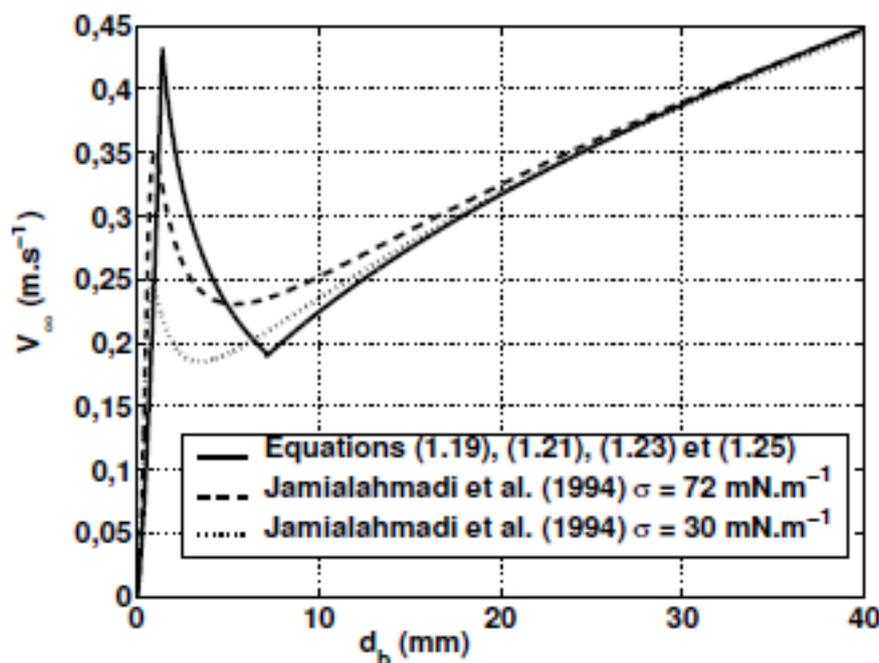


FIGURE 1.2 – Vitesse terminale d'une bulle en fonction de son diamètre en milieu contaminé

Tomiyama et al. [Tomiyama et al., 2002] ont mené une étude sur l'évolution de la vitesse terminale d'une bulle unique en fonction de sa taille et en présence de tensioactifs. Cette étude a permis d'identifier trois régimes qui correspondent à trois classe de taille de bulles :

- pour les petites bulles sphériques, le régime est dominé par les forces visqueuses. Dans ce domaine, les tensioactifs glissent autour de la bulle jusqu'au point de stagnation arrière de la bulle, donnant naissance à un gradient de concentration autour de la bulle. Ce phénomène, connu sous le nom d'effet Marangoni, ralentit le mouvement de l'arrière de la bulle et induit donc une augmentation de la trainée et par conséquent une vitesse limite plus faible que dans un milieu pur [Magnaudet, 1997] ;
- pour les bulles de taille intermédiaire (ellipsoïdes et bulles déformées), le régime est dominé par les forces de tension superficielle. Ces forces diminuent les oscillations de forme de la bulle ce qui conduit à un rapport de forme de la bulle ($E = d_{ver}/d_{hor}$) plus grand et une vitesse de bulle plus petite qu'en milieu pur ;
- enfin, pour les plus grosses bulles (calottes sphériques), le régime est dominé par les forces d'inertie. Dans ce domaine, les forces de tension superficielle n'ont plus un rôle prépondérant, par rapport aux forces d'inertie, sur le mouvement et la forme de la bulle. Ainsi, la vitesse relative en milieu contaminé devient la même que celle en milieu pur.

1.1.2 Régimes d'écoulements

La détermination des régimes d'écoulement au sein des réacteurs gaz-liquide est cruciale pour comprendre leur fonctionnement et optimiser leur application industrielle. Depuis plusieurs décennies, divers chercheurs ont étudié l'hydrodynamique des écoulements diphasiques en colonnes à bulles. Les travaux de Shah et al. [Shah et al., 1982] ont mis en évidence différents régimes d'écoulement dans les colonnes à bulles. Chen et al. [Chen et al., 1994a] proposent une carte représentant des structures d'écoulements en colonne à bulles pour les trois régimes d'écoulements décrit précédemment (figure 1.3).

Deckwer et Field [Deckwer and Field, 1992] proposent une détermination de la transition entre les régimes d'écoulement en colonnes à bulles à partir des changements de pente de la courbe d'évolution du taux de vide (α) avec la vitesse superficielle (U_g) de gaz (figure 1.3).

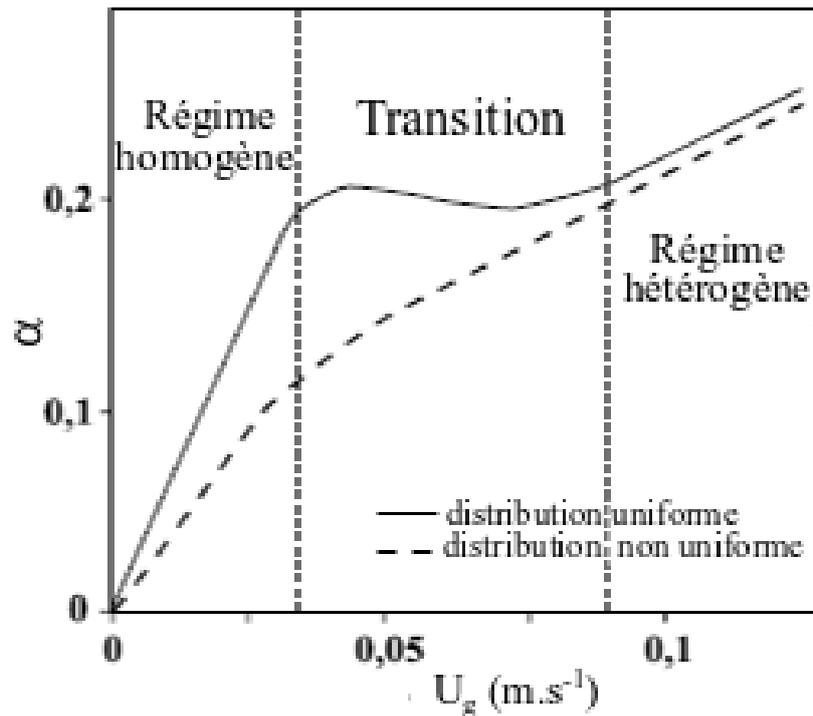


FIGURE 1.3 – Carte de régime d'écoulement [Deckwer and Field, 1992]

a) **Le régime homogène** :

Le régime d'écoulement homogène est caractérisé par une distribution uniforme des bulles qui montent verticalement dans la colonne, sans interagir entre elles avec une faible dispersion axiale. Le taux de vide augmente linéairement avec le débit d'air injecté [Zahradnik et al., 1997]. En régime homogène la coalescence des bulles est négligeable.

b) **La transition** :

Le régime de transition apparaît lorsque la vitesse superficielle du gaz augmente. En régime de transition, les bulles coalescent rapidement et forment des clusters au centre de la colonne. Le taux de vide global cesse d'augmenter avec la vitesse superficielle de bulles. Zahradnik et al. [Zahradnik et al., 1997, Thorat and Joshi, 2004] avaient mené des études sur le régime de transition et avaient mis en évidence les paramètres qui influencent l'apparition de ce régime.

c) **Le régime hétérogène** :

Le régime hétérogène se caractérise par un taux de vide global qui augmente faiblement avec la vitesse superficielle des bulles, par une large distribution de tailles de bulles et par l'existence d'un profil parabolique du taux de vide. Lorsque la distribution des bulles dans la colonne est uniforme, le régime hétérogène s'établit à des fortes vitesses superficielles de bulles. Par contre, si la distribution de bulles est non uniforme, quelque soit la vitesse superficielle de bulles, l'on obtient un régime d'écoulement hétérogène [Zahradnik et al., 1997, Dhotre et al., 2004].

1.1.3 Configuration d'écoulements

La configuration des écoulements gaz-liquide en colonne à bulles est rapportée dans plusieurs études dont celle de Baker [Baker, 1954], Hewitt [Hewitt and Roberts, 1969], Taitel [Taitel and Dukler, 1976], Mcquillan [McQuillan and Whalley, 1985] et Collier [Collier and Thome, 1994]. Ces études ont révélé l'existence d'une interface entre les phases (gaz et liquide) très sensibles au changement des paramètres hydrodynamiques, physiques ou géométriques de l'écoulement. L'instabilité de cette interface induit l'observation de différentes configurations d'écoulement et le paramètre le plus usuel pour le changement du régime d'écoulement est le débit volumétrique.

A cet effet, les travaux de Hewitt [Hewitt and Hall-Taylor, 1970] ainsi que ceux de Taitel [Taitel et al., 1980] ont permis l'identification de quatre structures d'écoulement dans le cas des écoulements gaz-liquide ascendant dans des conduits verticaux (figure 1.4).

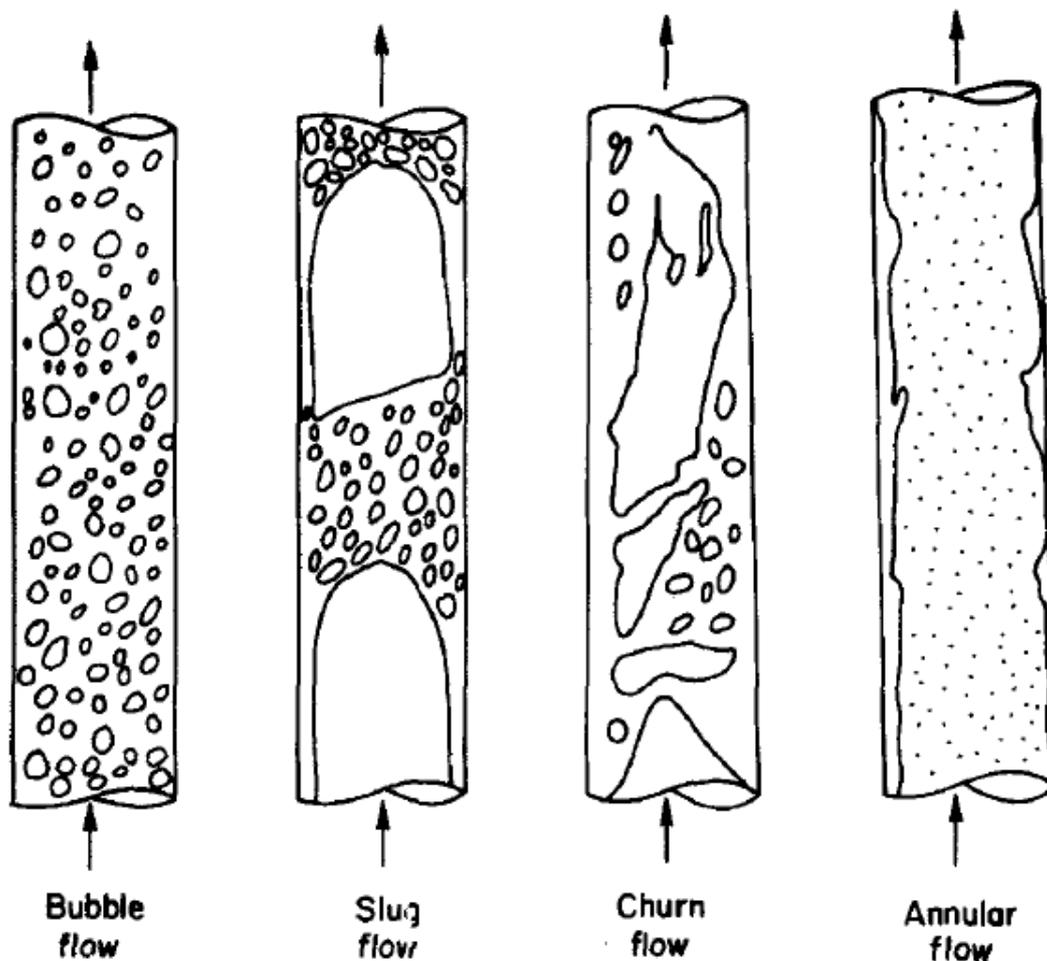


FIGURE 1.4 – Configurations des écoulements diphasiques verticaux [Taitel et al., 1980]

a) L'écoulement à bulles :

L'écoulement à bulles apparaît à de faible débit d'air mélangé au liquide. La phase gazeuse est distribuée de manière uniforme sous forme de petites bulles discrètes dans la phase liquide continue. Dans ce régime, lorsque l'on augmente le débit d'air, les bulles se fractionnent en fines bulles sous l'effet des forces de turbulence et deviennent plus stables. Le régime devient un régime à bulles denses avec une absence du phénomène de coalescence de bulles.

b) L'écoulement à poches :

L'écoulement à poches survient lorsque l'on augmente le taux de vide dans l'écoulement à bulles. A de forts débits d'air, les bulles coalescent rapidement et forment de grosses poches cylindriques de sections voisines de celle de la conduite dont les extrémités supérieures ont une forme de calotte sphérique. Ces poches d'air dites « Bulles de Taylor » sont séparées les unes des autres par des ponts liquides. Les bulles de Taylor sont séparées de la paroi de la colonne par un film liquide s'écoulant dans le sens contraire de celui du mélange diphasique [Taitel et al., 1980].

c) L'écoulement à poches disloquées :

L'écoulement à poches disloquées est une conséquence de la continuité du régime à poche avec augmentation progressive du débit d'air injecté. Les bulles de Taylor deviennent étroites et se déforment très aléatoirement dans un mouvement oscillant du mélange diphasique. Le régime d'écoulement devient chaotique et totalement imprévisible.

d) L'écoulement annulaire :

Il s'agit là d'un régime d'écoulement caractérisé par la formation d'une phase continue gazeuse au cœur de la colonne. En effet, au delà du régime chaotique décrit précédemment, lorsque l'on augmente considérablement le débit d'air dans la colonne, il se crée une continuité de la phase gazeuse au cœur de la colonne engendrant une séparation entre les deux phases. Le liquide reste confiné sur les parois de la colonne et forme un anneau ondulé par la turbulence. Le liquide se retrouve aussi sous forme de gouttelettes entraînées au cœur gazeux.

Le caractère non stationnaire de la configuration des régimes d'écoulement diphasique a été mis en évidence dans plusieurs études qui suggèrent pour certaines d'utiliser la fonction de densité de probabilité (PDF) et la densité spectrale (PSD) des fluctuations du taux de vide ou des fluctuations de pression [Jones and Zuber, 1975, Merilo et al., 1977, Das and Pattanayak, 1994, Cheng et al., 1998, Tutu, 1982].

Azzopardi et al. [Azzopardi and Baker, 2003] ont menés une étude exhaustive, à partir des données de plusieurs études, sur les propriétés fluctuantes des écoulements diphasiques en conduite. Ils proposent un graphique qui permet de corréler les propriétés fluctuantes des écoulements diphasiques pour toutes les configurations d'écoulement [Azzopardi and Baker, 2003].

1.1.4 Cartes d'écoulements gaz-liquide

La carte d'écoulement est une représentation graphique des domaines d'existence des configurations d'écoulement. Baker [Baker, 1954] est le premier à proposer une carte pour les écoulements diphasiques. Les cartes émises par la suite n'ont pas les mêmes coordonnées de représentation et cela s'explique du fait que les cartes sont représentées en fonction de divers paramètres (vitesse, température, viscosités, tension de surface, géométrie de la colonne, etc.) qui conditionnent la transition des régimes d'écoulement. Cependant, les vitesses superficielles du gaz et du liquide sont fréquemment utilisées.

Les résultats expérimentaux sur les différentes configurations et les transitions sont bien représentés sur une carte d'écoulement dans un choix de coordonnées, lié à l'application comme le flux massique et le titre massique ou plus lié à des modélisations comme les vitesses superficielles de liquide et de gaz.

1.1.4.1 La carte d'écoulement de Hewitt et Roberts

La carte d'écoulement élaborée par Hewitt et Robertson [Hewitt and Roberts, 1969] illustre un écoulement gaz-liquide vertical ascendant (figure 1.5). Les configurations d'écoulement sont obtenues par reconnaissance visuelles et par corrélation des variables de l'écoulement diphasique. Cette carte utilise un système de coordonnées logarithmique constitué des pressions dynamiques du liquide et du gaz [Béguin, 2010].

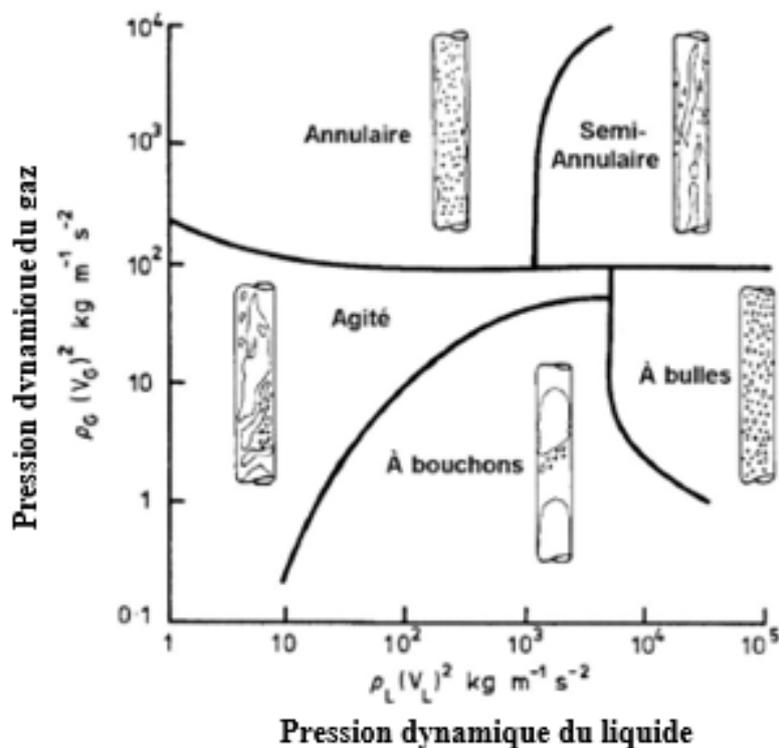


FIGURE 1.5 – Carte d'écoulement de Hewitt et Roberts pour un écoulement ascendant

1.1.4.2 La carte d'écoulements de Taitel et Dukler

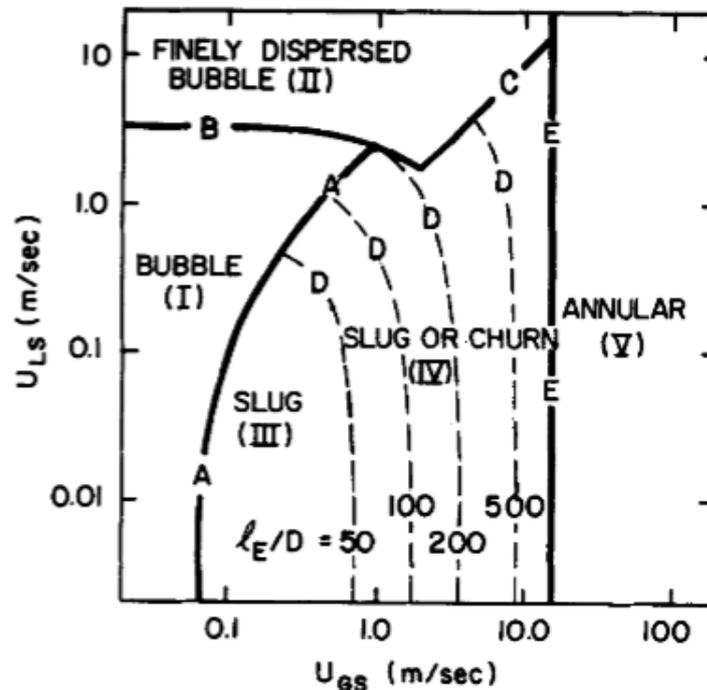


FIGURE 1.6 – Carte des régimes d'écoulements diphasique gaz-liquide [Taitel et al., 1980]

La carte de Taitel et Dukler (figure 1.6) représente un écoulement ascendant dans une conduite de diamètre intérieur $D = 50 \text{ mm}$. Cette carte est une alternative aux méthodes expérimentales. Les coordonnées sur cette carte sont uniquement représentées par des vitesses superficielles.

Taitel et Dukler ont proposé des mécanismes pour lesquels les transitions entre les diverses configurations d'écoulement peuvent avoir lieu et les ont modélisés par une série d'équations qui permettent de calculer les frontières entre les différents régimes en connaissant le diamètre du tube et les propriétés physiques des deux phases [Augyroun, 1998].

Les transitions entre les principaux régimes d'écoulements sont : la transition bulles – poches notée *A* ; la transition poche - poches disloquées notée *D* et la transition poches disloquées – annulaire notée *E*.

a) La transition bulles-poches (A) :

Pour de très faibles taux de vide, la phase gazeuse s'organise en une dispersion de bulles de très petits diamètres qui se comportent comme des sphères rigides et qui ont un mouvement vertical quasi rectiligne. L'augmentation du taux de vide provoque un accroissement du diamètre des bulles et au-delà d'un diamètre critique, les bulles commencent à se déformer et à avoir un

mouvement en zig-zag. Ce dernier favorisent les collisions entre bulles qui coalescent et forment des bulles plus grosses. La densité de bulles dans l'écoulement croit avec le taux de vide. Si cette densité devient telle que les bulles ont des temps de collisions assez longs, alors on est en phase de transition bulles-poches.

Les études menées par Griffith et Snyder [Griffith and Snyder, 1964] ainsi que celles de Radovcich et Moissis [Radovcich, 1962] suggèrent une valeur de taux de vide correspondant à la transition de l'ordre de 25% à 30%. Expérimentalement l'écoulement à bulles est exceptionnellement observé pour un taux de vide $\alpha > 35\%$ et la coalescence est rarement observée pour un taux de vide $\alpha < 20\%$.

Ce mécanisme est seulement valable pour des faibles débits de liquide où les forces turbulentes dispersives ne sont pas prédominantes. Cette transition a été tracée en fonction des vitesses superficielles de liquide (U_{LS}) et de gaz (U_{GS}) (figure 1.6).

$$U_{LS} = \frac{1 - \alpha}{\alpha} U_{GS} - (1 - \alpha)^{\frac{3}{2}} U_{0\infty} \quad (1.12)$$

avec $\alpha = 25\%$

$$U_{0\infty} = 1,53 \left(\frac{g(\rho_L - \rho_G)\sigma}{\rho_L^2} \right)^{1/4} \quad (1.13)$$

Si la bulle d'air monte à une vitesse U_G , cette vitesse est liée à la vitesse superficielle du gaz U_{GS} par :

$$U_G = \frac{U_{GS}}{\alpha} \quad (1.14)$$

où α est le taux de vide.

De même, la vitesse moyenne du fluide est donnée en fonction de la vitesse superficielle liquide U_{LS} par :

$$U_L = \frac{U_{LS}}{1 - \alpha} \quad (1.15)$$

Avec U_0 vitesse de montée des bulles d'air par rapport à la vitesse moyenne du liquide, les équations (1.2) et (1.3) donnent :

$$U_{LS} = U_{GS} \frac{1 - \alpha}{\alpha} - (1 - \alpha) U_0 \quad (1.16)$$

Harmathy [Harmathy, 1960] a montré que la vitesse d'ascension de bulles relativement grandes est insensible à la taille de la bulle et est donnée par la relation :

$$U_0 = 1,53 \left[\frac{g(\rho_L - \rho_G)\sigma}{\rho_L^2} \right]^{1/4} \quad (1.17)$$

En substituant l'équation (1.4) à (1.5), et en considérant que la transition se produit lorsque $\alpha = \alpha_t = 25\%$:

$$U_{LS} = 3U_{GS} - 1,53 \left[\frac{g(\rho_L - \rho_G)\sigma}{\rho_L^2} \right]^{1/4} \quad (1.18)$$

b) La transition poches-poches disloquées (D) :

L'écoulement à poches disloquées est caractérisé par un mouvement oscillatoire de la phase liquide. Le passage d'un écoulement à poches à un écoulement à poches disloquées est observé dès lors que les ponts de liquides entre bulles de Taylor deviennent instables. D'après les observations de Taitel et Dukler, l'écoulement à poches disloquées est un phénomène d'entrée précédant la formation de poches dans la canalisation. Cette longueur d'entrée ou longueur de stabilisation où sont observées les poches disloquées dépend du débit de l'écoulement et du diamètre du tube [Augyron, 1998].

Taitel et Dukler, en se basant sur l'expression de la vitesse de montée d'une bulle de Taylor [Collins et al., 1978], proposent une équation afin d'évaluer la longueur nécessaire au développement de l'écoulement à poches.

$$\frac{l_E}{D} = 40,6 \left(\frac{U_M}{\sqrt{gD}} + 0,22 \right) \quad (1.19)$$

c) La transition poches disloquées-annulaire (E) :

Pour des taux de vide élevés, l'écoulement devient annulaire. Le film liquide monte adjacent à la paroi et l'écoulement gazeux circule au centre du tube en entraînant des gouttelettes de liquide. La phase liquide a un mouvement ascendant à cause, à la fois, du cisaillement interfacial au niveau du film, de la traînée développée sur les ondes et de la traînée sur les gouttelettes. Les travaux réalisés par Turner et al. [Turner et al., 1969] permettent de suggérer que l'écoulement annulaire ne peut exister qu'à partir d'une vitesse de gaz minimale donnée par l'expression suivante :

$$U_g = \left[\frac{4.K}{3.C_D} \right]^{0,25} \cdot \left[\frac{\sigma.g.(\rho_l - \rho_g)}{\rho_g^2} \right]^{0,25} \quad (1.20)$$

Augyron [Augyron, 1998] en se basant sur une étude de Turner et al. [Turner et al., 1969], observa que la transition poches disloquées – annulaire est indépendante de l'écoulement liquide et du diamètre de la colonne. Il suggéra que la vitesse réelle de gaz est assimilable à la vitesse superficielle du fait de la faiblesse du film dans l'écoulement annulaire et proposa une limite à la dernière transition :

$$\frac{J\rho_G^{1/2}}{[\sigma g(\rho_L - \rho_G)]^{1/2}} = 3,1 \quad (1.21)$$

1.1.5 Coalescence des bulles

La coalescence des bulles est un phénomène physique caractérisé par une première phase où les particules entrent en collision et dans une seconde phase, elles restent en contact durant un temps suffisant pour que le processus de fusion ait lieu [Das et al., 1987]. La coalescence se

réalise lorsque la vitesse des bulles devient assez grande pour atteindre une valeur de taux de vide approximative de 30%. Cette valeur est obtenue à partir d'une considération géométrique assez simple. On considère qu'il existe une sphère d'influence autour de chaque bulle (figure 1.7). Bien que ces sphères d'influence puissent se chevaucher dans certains cas, la somme de tous les volumes sphériques est égale au volume total du mélange. Le nombre de collisions et de coalescence devient très important lorsque la distance entre deux bulles devient inférieure à deux fois le rayon d'une bulle [Mishima and Ishii, 1984].

Dans un écoulement turbulent à bulles, des petites bulles coexistent avec d'autres plus grosses. En effet, les forces de pression dynamique de la turbulence morcellent et dispersent la phase gazeuse en petites bulles [Hinze, 1955]. Les petites bulles ainsi formées, sont déformées par les forts gradients de contrainte de cisaillement et de vitesse, et la production d'énergie de turbulence devient importante. Par ailleurs, l'intensité de la turbulence augmente avec le taux de vide car les gros tourbillons présents dans l'écoulement sont réduites à de plus petites structures sous l'effet de l'agitation des bulles de plus en plus nombreuses [Sato et al., 1995].

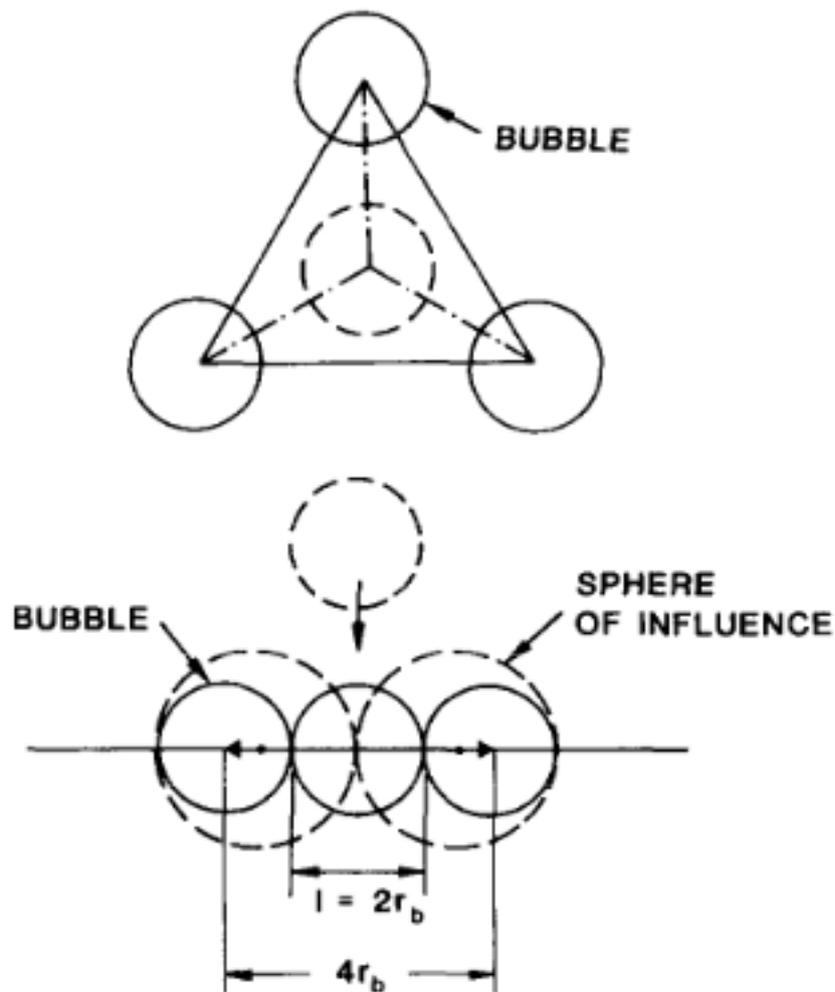


FIGURE 1.7 – Configuration de coalescence de bulles [Mishima and Ishii, 1984]

Lorsque les fluctuations deviennent suffisamment puissantes pour provoquer l'éclatement des bulles, les bulles restent dispersées même pour un taux de vide supérieur à 30%. Tout se passe comme si le mouvement des bulles n'est plus affecté par les autres bulles [Michiyoshi and Serizawa, 1986].

1.1.6 Caractérisation des écoulements en colonne à bulles

Les écoulements diphasiques gaz-liquide sont le siège des phénomènes de transfert et d'échange de masse et de chaleur. Malgré la complexité du problème des systèmes diphasiques, dû surtout à la présence d'une interface gaz-liquide et au confinement de l'écoulement, ces écoulements ont fait l'objet de plusieurs études [Neal and Bankoff, 1963, Delhaye, 1969, Jones and Delhaye, 1976, Matsui, 1986, Barrut et al., 2012b]. A cet effet, suivant la configuration des écoulements et les outils disponibles, plusieurs techniques sont utilisées pour la caractérisation de ces écoulements.

a) Les méthodes par imagerie :

Les méthodes par imagerie se déclinent en méthode de PIV (Vélocimétrie par Image de Particules); de traitement d'images et de tubes transparents avec mesure par caméra classique ou ultra rapide. Lorsque la densité de bulles est élevée des phénomènes optiques parasites interviennent et on doit recourir à l'imagerie par rayons X utilisés également pour des canaux non transparents.

b) Les méthodes de reconnaissance locale :

Les méthodes de caractérisation locale font recours à l'utilisation des sondes. En effet, la sonde est introduite dans l'écoulement pour faire une mesure en un point donné. La sonde doit être sensible au milieu qui l'entoure. Elle fait appel aux variations d'une propriété physique du milieu. Ces méthodes utilisent soit une sonde optique pour faire appel à la variation de l'indice de réfraction, soit une sonde résistive pour observer la variation de résistivité.

Parmi les méthodes locales, on peut également citer la méthode du tube de Pitot, l'anémométrie à fil chaud et la méthode des mesures par anémométrie laser à effet Doppler qui a la particularité d'être non intrusive et de mesurer chaque phase séparément. La sensibilité de l'anémométrie à fil chaud permet aussi bien la mesure des vitesses que la mesure du taux de vide. L'anémomètre donne un signal caractéristique de chaque configuration, éventuellement un peu « déformé » par les interactions entre la sonde et les interfaces gaz-liquide.

Dans le cas d'un mélange à deux composants, Delhaye [Delhaye, 1969] a utilisé la fonction de densité de probabilité afin de pouvoir séparer le signal issu du liquide et celui issu du gaz et calculer ainsi le taux de vide local, la vitesse moyenne du liquide et l'intensité turbulente du liquide [Delhaye et al., 1981].

c) Les sondes optiques :

Les sondes optiques utilisent la variation de l'indice de réfraction du milieu lors du changement de phase. Il s'agit d'un principe utilisé depuis longtemps pour la détection des niveaux et qui a donné lieu à plusieurs réalisations. Pour un indice donné de l'extrémité de la sonde de l'ordre de 1,5 on passe, pour un angle d'incidence de l'ordre de 45° , progressivement d'une transmission presque totale à une réflexion totale lorsque l'indice diminue en passant de celui du liquide à celui du gaz (figure 1.10). [Danel, 1978].

Pour la détection du taux de vide, les sondes optiques sont très prisées du fait de leur grande facilité d'utilisation et la qualité des mesures obtenues [Cartellier and Barrau, 1998, Rojas and Loewen, 2007, Yamada and Saito, 2012, Pjontek et al., 2014, Raimundo, 2015, Besagni et al., 2016, Aliyu et al., 2017, Wang et al., 2017]. Elles ont l'avantages d'avoir une réponse rapide, une très bonne résolution spatiale et un domaine d'application dans une large gamme de pression et de températures [Peytraud, 1995].

Aliyu et al. [Aliyu et al., 2017] ont développé un système de sonde à double fibre optique pour la mesure des caractéristiques hydrodynamiques d'un écoulement gaz-liquide. Les valeurs de vitesse de bulles et de taille de bulles mesurées par la sonde optique sont en bonne adéquation avec celles estimées en utilisant une méthode photographique à l'aide d'un système de caméra rapide. Les taux de vide obtenu avec les sondes optiques montrent également une bonne concordance avec la fraction d'air aspiré dans le mélange diphasique.

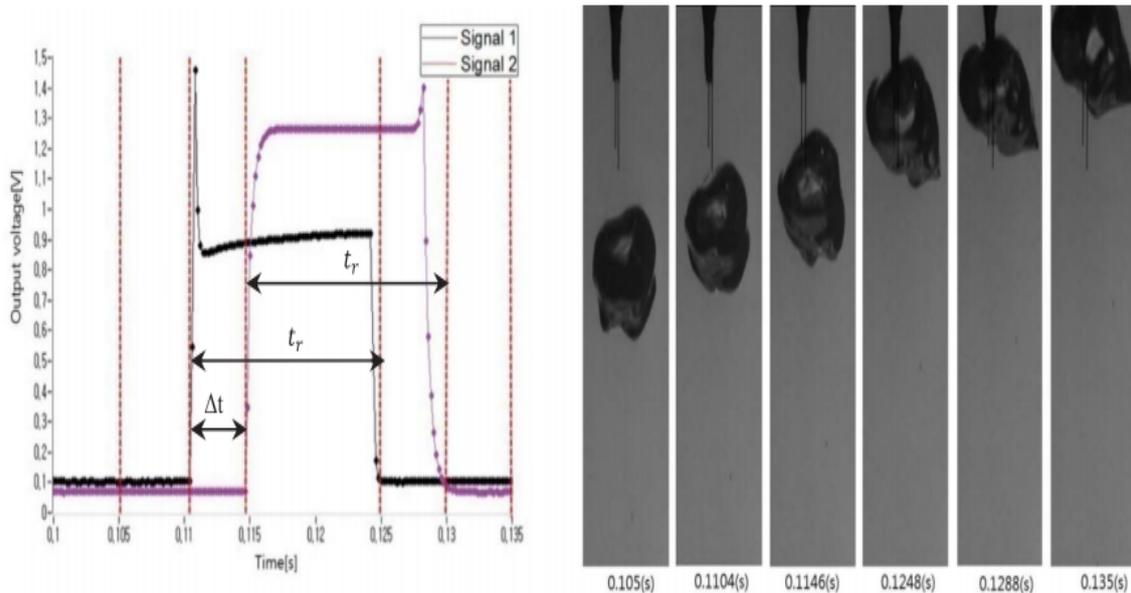


FIGURE 1.8 – Signaux provenant d'une bi-sonde à fibre optique et images prises par une caméra à haute vitesse synchronisée [Aliyu et al., 2017]

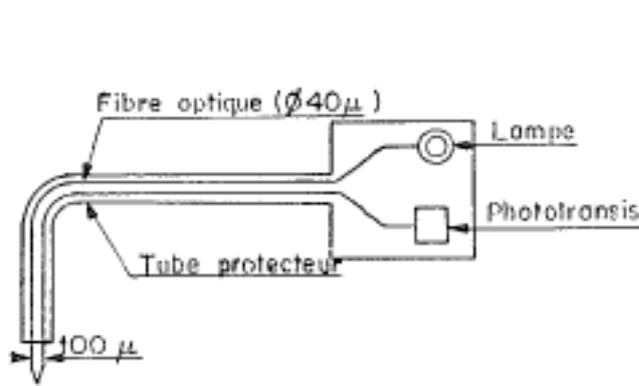


FIGURE 1.9 – Coupe schématique d'une sonde optique [Danel, 1978]

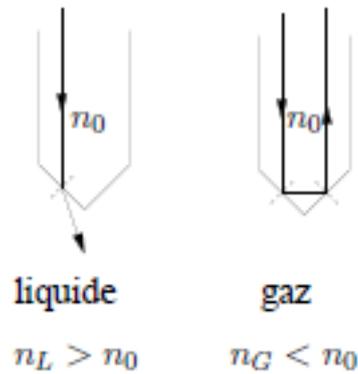


FIGURE 1.10 – Principe de réfraction et de réflexion du signal d'une sonde optique [Danel, 1978]

Les sondes optiques sont souvent utilisées pour effectuer des mesures de taux de vide, de vitesse de bulle et de tailles de bulles [Serdula and Loewen, 1998, Pjontek et al., 2014]. Elles sont capables d'effectuer des mesures précises et simultanées du taux de vide et des tailles de bulles [Rojas and Loewen, 2007]. Elles sont mieux adaptées à la quantification de grosses bulles plutôt que les bulles finement dispersées [Cartellier, 1990]. Des mesures locales pour des bulles de tailles 2,15mm et 4,5mm révèlent que les sondes optiques sous-estiment le taux de vide d'environ 6% à 14% et les vitesses sont déterminées avec une incertitude de 5% pour des bulles se déplaçant jusqu'à 38 $cm.s^{-1}$ [Kiambi et al., 2003].

Les sondes optiques présentent l'avantage d'avoir une sensibilité élevée et d'être peu intrusives grâce à leur taille micrométrique. Elles peuvent être utilisées lorsque d'autres instruments sont difficiles à déployer ou ne donnent pas les résolutions temporelles élevées. C'est la technique qui a été retenue dans le cadre de cette étude. Le dispositif utilisé ainsi que le détail de fonctionnement seront décrit plus en détail au chapitre 2.

1.1.6.1 Détermination du Taux de vide

Diverses techniques basées sur la résistivité, la conductivité, les sondes à fibre optiques, la densitométrie, l'anémométrie, l'anémométrie laser-Doppler, la vélocimétrie par image de particules, etc., ont été utilisées pour des mesures de taux de vide local.

a) Taux de vide global :

Le taux de vide global d'un mélange diphasique est souvent déterminé par des méthodes expérimentales non intrusives. Ce taux de vide est obtenu par observation des hauteurs du liquide dans la colonne ou par des mesures de pression différentielle.

La mesure de la hauteur du liquide dans le système diphasique permet d'avoir une valeur

moyenne du taux de vide global [Forret et al., 2006] à partir de la relation :

$$\alpha_G = 1 - \frac{H_O}{H_D} \quad (1.22)$$

Où :

- α_G représente le taux de vide global ;
- H_O est la hauteur non aérée du liquide ;
- H_D est la hauteur du mélange diphasique ou hauteur du liquide aérée.

La technique de détermination du taux de vide par mesure de pression consiste à faire une mesure de la variation de pression statique du mélange diphasique en supposant qu'il n'y a pas de gradient de pression radial dans la colonne [De Swart et al., 1996]. Ce taux de vide est obtenu par l'expression suivante :

$$\alpha_G = \frac{\left(\frac{\Delta P}{\Delta h}\right)}{g(\rho_l - \rho_g)} \quad (1.23)$$

Où :

- ΔP représente la différence de pression entre deux sections de la colonne ;
- Δh représente la différence de hauteur entre les sections où les capteurs de pressions sont placés ;
- g est l'accélération de la gravité ;
- ρ_l est la masse volumique de la phase liquide ;
- ρ_g est la masse volumique de la phase gazeuse.

b) Taux de vide local :

Le taux de vide local peut être déterminé par deux type de méthodes : les méthodes intrusives et les méthodes non intrusives. Les méthodes non intrusives utilisent des moyens de mesures situés en dehors de l'écoulement comme la tomographie à rayons X, la tomographie à rayon gamma (γ), la tomographie par résistivité électrique et les techniques photographiques. Ces techniques donnent accès au taux de vide moyen dans une section de conduite. Même si elles ne présentent pas de limites en ce qui concerne la plage de variations du taux de vide, le recours aux méthodes basées sur les rayons X ou γ est restreint à cause des mesures de sécurité nécessaires liées à l'usage de rayonnement ionisant.

La tomographie électrique est basée sur la mesure de l'impédance du milieu diphasique. Elle permet d'imager la distribution des phases à un instant donné à partir de mesures instantanées de courant correspondant à l'application d'un potentiel sur des électrodes fixées à

la paroi du dispositif contenant l'écoulement diphasique [Peytraud, 1995, Jones et al., 1993]. Cette technique se base sur le fait que la différence de potentiel mesurée entre deux électrodes est fonction de la conductivité du milieu qui les sépare et n'est donc applicable que lorsque le milieu analysé est globalement conducteur [Fransolet et al., 2001].

Les méthodes intrusives utilisent des sondes placées dans l'écoulement. Ces sondes sont résistives ou optiques. Les sondes résistives permettent de mesurer le taux de vide local grâce à la variation de la conductance du fluide lorsqu'une phase présente une conductivité électrique significativement différente de l'autre. Le taux de vide local est obtenu par moyenne temporelle. Cette méthode nécessite que les deux phases soient de conductivité électrique distincte et que la phase continue soit conductrice [Peytraud, 1995]. Cependant, la formation d'un film liquide sur la partie sensible de la sonde lors du passage vers la phase gazeuse retarde la détection du changement de phase et nécessite un étalonnage fastidieux.

Les sondes optiques sont des dispositifs de détection de phases qui ont été développés depuis plusieurs décennies [Miller and Mitchie, 1969, Hinata, 1972, Galaup and Delhaye, 1976, Cartellier, 1990]. Elles permettent une mesure locale du taux de vide et déterminent comme dans le cas de la sonde résistive une valeur correspondant à une moyenne temporelle [Peytraud, 1995].

Pour pallier aux défauts des sondes optiques en ce qui concerne la détection de présence des phases et pour pouvoir détecter de façon plus précise le passage des interfaces, des sondes plus performantes avec des pointes miniaturisées sont développées [Danel and Delhaye, 1971].

1.1.6.2 Détermination de la vitesse d'ascension des bulles

La vitesse superficielle d'ascension des bulles au sein d'une colonne à bulles est souvent déterminée par mesure locale à la sonde optique ou par imagerie. En effet, une sonde optique mono-fibre permet avec une seule détection d'obtenir le temps de gaz, la vitesse des bulles et la corde percée (diamètre détecté par la bulle). Lorsque la pointe de la sonde perce la bulle, le signal revient au niveau du liquide et le temps total (t_g) passé par la sonde à l'intérieur de la bulle peut être déterminé. La corde percée est obtenue en faisant le produit de la vitesse de la bulle v_b et du temps gazeux t_g [Cartellier and Barrau, 1998].

Dans une colonne à bulles fonctionnant en régime hétérogène, les bulles auront un mouvement chaotique et on s'attend à ce qu'elles présentent une vitesse transversale significative. Dans ce cas, si une bulle approche la sonde avec un certain angle par rapport à l'axe de la sonde, la vitesse mesurée ne sera pas physiquement liée à la vitesse axiale de la bulle. Cependant, elle sera interprétée comme si elle l'était, conduisant ainsi à une surestimation de la vitesse moyenne de la bulle. Pour une bulle ellipsoïdale cette surestimation peut dépasser les 50% quand elle arrive avec un angle de 30° et peut dépasser 300% pour une bulle avec un angle de 60° [Xue et al., 2003]. Ces observations ont été vérifiées expérimentalement par Chaumat et al. [Chaumat et al., 2005] par la comparaison des mesures de vitesse des bulles obtenues par une bi-sonde optique et par une technique de visualisation. La bi-sonde a relevé une vitesse moyenne des bulles plus élevée que la vitesse déduite à partir du débit, atteignant un écart de 32%.

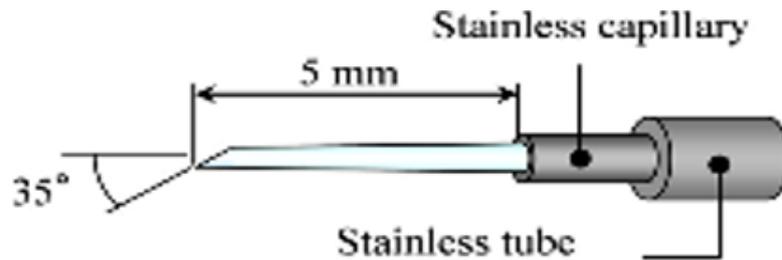


FIGURE 1.11 – sonde monofibre optique [Mizushima et al., 2013]

Une optimisation de la fenêtre temporelle, où la deuxième impulsion est recherchée, a été proposée par Kamp et al. [Kamp et al., 1995]. Elle est utilisée avec succès pour minimiser l'écart entre les vitesses moyennes des bulles. Cependant, cette procédure est effectuée en comparant deux distributions de vitesses de bulles provenant de différentes sources. Ce qui signifie qu'elle ne peut pas être effectuée a priori et nécessite une seconde méthode pour mesurer la vitesse de bulle. Dans un système cyclohexane/azote, 15% des cordes (diamètre de bulles) détectées sont plus grandes que le plus grand diamètre détecté par l'analyse d'image. Cette déviation peut provenir soit d'une bulle qui a ralenti pendant le perçage, soit d'un perçage effectué dans une direction non verticale [Chaumat et al., 2005].

Les erreurs de mesure des sondes optiques sont le plus souvent causées par les effets suivants :

1. l'effet aveuglant : la sonde ne détecte que la surface déformée de la bulle. Dans ce cas, la corde détectée sera plus petite que la réelle ;
2. l'effet de dérive : la trajectoire de la bulle est modifiée, ce qui conduit à une plus petite corde ou à aucune détection de corde ;
3. l'effet rampant : la bulle est ralentie et/ou déformée lors de l'interaction avec la sonde.

Une étude sur les mécanismes contribuant aux erreurs sur les mesures des sondes optiques a mis en évidence qu'un nombre de Weber modifié caractérise la capacité de la bulle à surmonter les forces liées à la tension de surface due à la pointe de la sonde. Dans le cas d'un nombre de Weber supérieur à 50, l'erreur sur le taux de vide et la corde maximale devrait être inférieure à 10% [Vejražka et al., 2010].

1.1.6.3 Détermination du diamètre de bulles

a) Détermination du diamètre par imagerie :

Ces techniques ont fait l'objet de plusieurs investigations. Les premières techniques pour obtenir des informations sur les bulles à partir d'une image numérique consistaient à déterminer manuellement le contour des bulles focalisées, puis à utiliser un code pour analyser ces contours [Winkel et al., 2004]. Cette technique ne nécessite pas le développement d'un algorithme de traitement

d'image mais elle est chronophage et introduit également de l'incertitude du fait de la subjectivité de la méthode [Besagni et al., 2016].

Avec la méthode photographique, pour un même ensemble d'images et avec des utilisateurs différents, le diamètre moyen des bulles peut varier de $\pm 5\%$ et l'écart type du diamètre des bulles peut varier de $\pm 3\%$ [Xu and Shepard, 2014].

Cependant, ces techniques restent encore limitées et ne peuvent caractériser les écoulements à taux de vide élevé et d'écoulements fortement instationnaires [Karn et al., 2015]. De plus, à faible taux de vide, il a été aussi constaté l'existence des problèmes associés au chevauchement [Rodríguez-Rodríguez et al., 2003]. Diverses études ont abordé ce problème et ont proposé différentes méthodes pour résoudre le problème de bulles qui se chevauchent [Lau et al., 2013] mais aucun accord n'a été trouvé, et certaines approches peuvent entraîner une réduction significative de la taille de l'échantillon de bulles et une sous-estimation du diamètre de la bulle. Par ailleurs, cette technique nécessite une colonne à paroi transparente et dépend de la pénétration de la lumière dans l'écoulement. Avec l'augmentation du débit d'air, la vitesse de la bulle va augmenter, ce qui signifie qu'une fréquence d'acquisition plus élevée sera nécessaire et une intensité lumineuse plus élevée. Autre conséquence, le taux de vide augmentera et l'obstruction du trajet lumineux devient plus importante. Le même problème peut être attendu lorsque le diamètre de la colonne est augmenté. Afin d'éviter le problème d'obstruction lumineuse, une solution a été trouvée en réalisant une technique d'imagerie in situ à travers un endoscope [Maaß et al., 2011].

b) Détermination du diamètre par sonde optique :

Les sondes optiques permettent d'obtenir par mesure directe et à travers le perçage de la bulle par leurs pointes, une taille caractéristique correspondant à une distribution de longueur de la corde (CLD). La corde est la taille de la bulle détectée par la sonde optique. La distribution de longueur de corde est obtenue à partir des valeurs de vitesse de bulles mesurées par la sonde et du temps de détection de chaque bulle. Cette corde représente le chemin de la sonde à travers la bulle. Elle varie en fonction du diamètre, de la forme et de la trajectoire de la bulle. D'où la nécessité de faire une transformation de cette distribution de longueur de corde (CLD) en une distribution de taille de bulles (BSD).

A cet effet, plusieurs méthodes sont proposées pour établir la relation entre ces deux distributions (CLD et BSD). Clark et Turton [Clark and Turton, 1988] ont proposé une méthode inverse numérique pour trouver la distribution du diamètre de la bulle à partir de la distribution de la corde mesurée. Liu et Clark [Liu and Clark, 1995] ont établi une transformation analytique par ajustement non linéaire de la CLD obtenue. Ils ont en effet déduit les relations quantitatives de la moyenne et des valeurs d'écart-type pour les cordes et les diamètres de bulles ellipsoïdales, la taille de la bulle est estimée en l'assimilant à la longueur de l'axe horizontal de l'ellipsoïde. Rudisuli et al. [Rüdisüli et al., 2012] ont proposé une méthode de Monte Carlo simulant le processus d'échantillonnage des bulles.

Hoang et al. [Hoang et al., 2015] ont présenté une nouvelle méthode pour relier la distribution de longueur de corde (CLD) à la distribution de taille de bulle (BSD) : le CLD a d'abord été décomposé en plusieurs groupes simples, puis chaque groupe a été traduit en BSD par une transformation analytique développée, et finalement le BSD entier a été construit à partir des BSD pour tous les groupes. Par rapport à Liu et Clark [Liu and Clark, 1995], l'amélioration réside dans un facteur de forme de bulle pour chaque groupe de BSD au lieu du rapport d'aspect fixe pour l'ensemble des BSD.

Plus récemment, Guan et Yang [Guan and Yang, 2017], ont utilisé une corrélation expérimentale pour supprimer l'hypothèse de rapport d'aspect de bulle fixe et pour considérer la variation de rapport d'aspect de bulle avec la taille de bulle en dérivant l'équivalent en volume BSD.

Cartellier [Cartellier, 1999] a développé une procédure analytique pour reconstruire la distribution des tailles de bulles à partir de la distribution des cordes détectées, en supposant une forme sphérique et un chemin d'écoulement ascendant. Cette procédure prend en compte deux cas différents, celui où il y a corrélation entre la corde et la vitesse et celui où il y en a pas. Si aucune corrélation entre la vitesse et la corde n'a été détectée dans les mesures, la distribution de corde détectée peut être directement utilisée pour la reconstruction de la distribution des diamètres de bulles. La procédure est basée sur le fait que, dans la distribution de la corde générée par une seule bulle sphérique, la plus grande corde correspond au diamètre de la bulle dans une population polydispersée, la corde la plus grande détectée est le diamètre de la plus grande bulle. La fréquence de détection de cette corde indique le nombre de bulles qui ont été détectées ayant cette taille [Raimundo, 2015].

Par ailleurs, d'autres auteurs ont fait des propositions de corrélation entre la forme et la taille de bulle pour déterminer la distribution de taille de bulles (BSD). Ces corrélations sont basées sur le nombre d'Eötvös, Eo [Okawa et al., 2003]; le nombre de Weber, We [Taylor and Acrivos, 1964, Wellek et al., 1966] et le nombre de Tadaki [Tadaki, 1961, Clift et al., 1978]. Dans certains cas deux nombres addimensionnels sont combinés. C'est le cas de Bozzano et Dente [Bozzano and Dente, 2001] qui ont utilisé les nombres de Morton (Mo) et d'Eötvös (Eo) ainsi que Aoyama et al. [Aoyama et al., 2016] qui ont utilisé les nombres de Reynolds (Re) et d'Eötvös (Eo). En outre, Besagni et Inzoli [Besagni and Inzoli, 2016a] ont analysé les tailles et les formes des bulles dans une colonne à bulles et ont proposé une corrélation pour le rapport d'aspect valable pour les écoulements à bulles denses.

1.2 Séparation solide-liquide des particules en suspension

1.2.1 Séparation par flottation par air

L'extraction des particules solides en suspension est un sujet qui est au cœur de plusieurs études ayant permis le développement divers techniques de traitement. Globalement ces tech-

niques sont classifiées en méthodes mécanique et gravitationnelle dont l'efficacité est affectée par la taille des particules à séparer. Pour les particules à haute densité et de grande taille, la méthode de sédimentation par gravité, dite aussi méthode de décantation, est le plus souvent utilisée pour sa simplicité et son efficacité énergétique [Amaro et al., 2011, Chen et al., 2011]. Pour les particules de faible taille ou de faible densité et ne pouvant pas être efficacement séparées par décantation, l'ultrafiltration et la filtration à sable sont souvent utilisées. Les filtres à sable, fréquemment utilisés génèrent trop de pertes de charge et nécessite une maintenance fréquente [Summerfelt, 2006].

Pour la séparation des particules en suspension, des expériences faites sur la flottation par air ont été concluantes et des résultats intéressants ont été obtenus. Pour les particules colloïdales et les substances ioniques, la flottation par air dissout est utilisée. Cette technique permet l'élimination des ions de métaux lourds [Kim and Zeitlin, 1971, Huang et al., 1995], de l'arsenic [Heinen de Carlo and Thomas, 1985, Peng and Di, 1994, Beheir and Aziz, 1996], et de colorant [Hornig and Huang, 1993]. La technique de séparation par flottation est également utilisée dans les processus de recolte de microalgue [Besson, 2013]. Les particules en suspensions sont extraites par une technique de flottation par air dispersé développée et largement décrite par plusieurs études [Timmons, 1994, Summerfelt, 1999, Brambilla et al., 2008]. C'est une technique rentable, facile d'utilisation [Blancheton et al., 2007, d'orbcastel et al., 2009] et qui permet surtout de réduire la turbidité et donc permet de réduire le recours à l'irradiation UV pour la désinfection des eaux [Suzuki Yoshihiro and Terutoyo, 2008].

Dans le cadre de l'extraction des protéines par moussage-écumage, la technique s'est avérée simple et économique [Prokop and Tanner, 1993]. Cela se justifie par l'utilisation de petites quantités de substance tensioactives et l'absence de besoin d'énergie thermique [Wong et al., 2001]. La flottation par air dispersé augmente également l'aération du milieu liquide et la désaturation des gaz dissouts [Barrut et al., 2012a].

Le principe de séparation solide-liquide par moussage-écumage ou par fractionnement de mousse a fait l'objet de plusieurs études depuis près d'un siècle. Les premières études ont porté sur la concentration de certaines protéines dans la mousse à travers un mécanisme de barbotage d'air. Il s'agit là des premières expériences d'extraction des protéines dissoutes à l'aide de contacteur gaz-liquide [Schütz, 1937, London et al., 1954, Schnepf and Gaden, 1959].

Les protéines migrent vers la surface de l'eau et se concentrent tout en réduisant la tension de surface du milieu. Leur solubilité est un paramètre déterminant à la formation de mousse [Frénot and Vierling, 2001, Lalchev and Exerowa, 1981, Lemlich, 1968]. La forte nature amphipathique des protéines et des enzymes, résultant de leur mélange de groupes polaires et non polaires, provoque leur adsorption préférentielle sur une interface gaz-liquide [Uraizee and Narsimhan, 1990].

L'analyse des mousses formées dans les eaux polluées de pisciculture a permis de constater que des produits biologiques protéiniques présents dans ces eaux jouent un rôle de premier plan dans la concentration des particules solides en suspension [Maruyama et al., 1991, Chen et al., 1993, Suzuki and Maruyama, 2000]. Les protéines ont à la fois des pôles hydrophiles et hydrophobes de divers types. Les particules solides en suspensions étant hydrophiles, il est admis que les tensioactifs protéiniques ainsi que les polysaccharides qui sont à l'origine de la formation de mousse, transforment l'interface hydrophile de ces particules en interface hydrophobe. Cette transformation d'interface fait que les particules à interface hydrophobe s'adsorbent à l'interface des bulles d'air et permettent donc leur séparation par moussage [Bhattacharjee et al., 1997, Suzuki and Maruyama, 2002, Suzuki Yoshihiro and Terutoyo, 2008].

Cependant, dans le passé, bien que le procédé de flottation par air dispersé ait utilisé divers tensioactifs pour la séparation des minéraux, de grandes quantités d'agent tensioactif étaient nécessaires et les conditions variaient considérablement selon le type de particule en suspension utilisé [Grieves and Schwartz, 1966, Crandall and Grieves, 1968].

Il ressort que la coagulation et la séparation de la mousse par flottation est une technique qui a le potentiel d'être un procédé de traitement rapide pour l'élimination des solides en suspension à condition de pouvoir modifier l'interface hydrophile des floes formés par une interface hydrophobe. Ce besoin est crucial dans le cas de la séparation en eau douce que nous allons étudier au cours de ce travail.

1.2.2 Séparation solide-liquide en colonne à bulles

La séparation solide-liquide par moussage-écumage en colonne à bulles est une technique classée comme une flottation par air dispersée et présente plusieurs avantages dont la rapidité du processus de séparation et la facilité de la maintenance des équipements. Elle a été et continue d'être l'objet de plusieurs études dans divers secteurs d'activités industrielles. Cette technique est appliquée avec succès dans des processus de traitement des eaux d'élevage de poisson [Chen et al., 1994b, Muniain-Mujika et al., 2002, Suantika et al., 2003, Barrut et al., 2013]; d'extraction des bactéries et virus [Timmons, 1994, Suantika et al., 2001, Suzuki Yoshihiro and Terutoyo, 2008, Brambilla et al., 2008, Park et al., 2011]; d'extraction des micro algues et des parasites [French et al., 2000, Teixeira and Rosa, 2006, Teixeira et al., 2010]; d'extraction de la protéine dissoute [Bhattacharjee et al., 1997] et de prétraitement pour des procédés de filtration par membrane [Suzuki and Maruyama, 2002].

Les paramètres qui affectent le processus d'extraction solide-liquide par colonne à bulles sont les caractéristiques géométriques de la colonne à bulles, la taille des bulles, le débit d'air injecté et les propriétés physico-chimiques de la solution (tension superficielle, typologie, pH, force ionique, concentration et température) [Rubin and Gaden, 1962, Uraizee and Narsimhan, 1990, Banerjee et al., 1993, Brown et al., 1999].

Le fractionnement de la mousse nécessite que toutes les molécules d'intérêt aient une activité

de surface pour former une mousse stable [Lockwood et al., 1997].

La taille de la bulle est une variable clé de la prédiction de la capacité de séparation solide-liquide dans un processus de moussage-écumage. Elle se trouve aussi être affectée par les propriétés physico-chimiques du mélange diphasique (viscosité, tension de surface) et certains paramètres opérationnels (vitesse superficielle des bulles et taille des pores du diffuseur à bulles) [Du et al., 2001, Du et al., 2002].

La taille de bulles dans la section liquide d'un airlift dépend principalement de la taille des pores du diffuseur. La meilleure efficacité d'extraction des particules en suspension est obtenue lorsque l'on augmente la surface d'échange et que l'on a un débit d'injection d'air important [Aksay and Mazza, 2007, Wong et al., 2001].

Parmi les tensioactifs utilisés pour assurer la séparation solide-liquide par airlift, la caséine présente une grande capacité d'élimination des particules en suspension. Elle rend les particules solides hydrophobes et donne de meilleurs résultats en eau saline [Suzuki and Maruyama, 2002]. Dans un processus de traitement des eaux usées par airlift, l'efficacité obtenue avec la caséine est supérieure à 90% (figure 1.12).

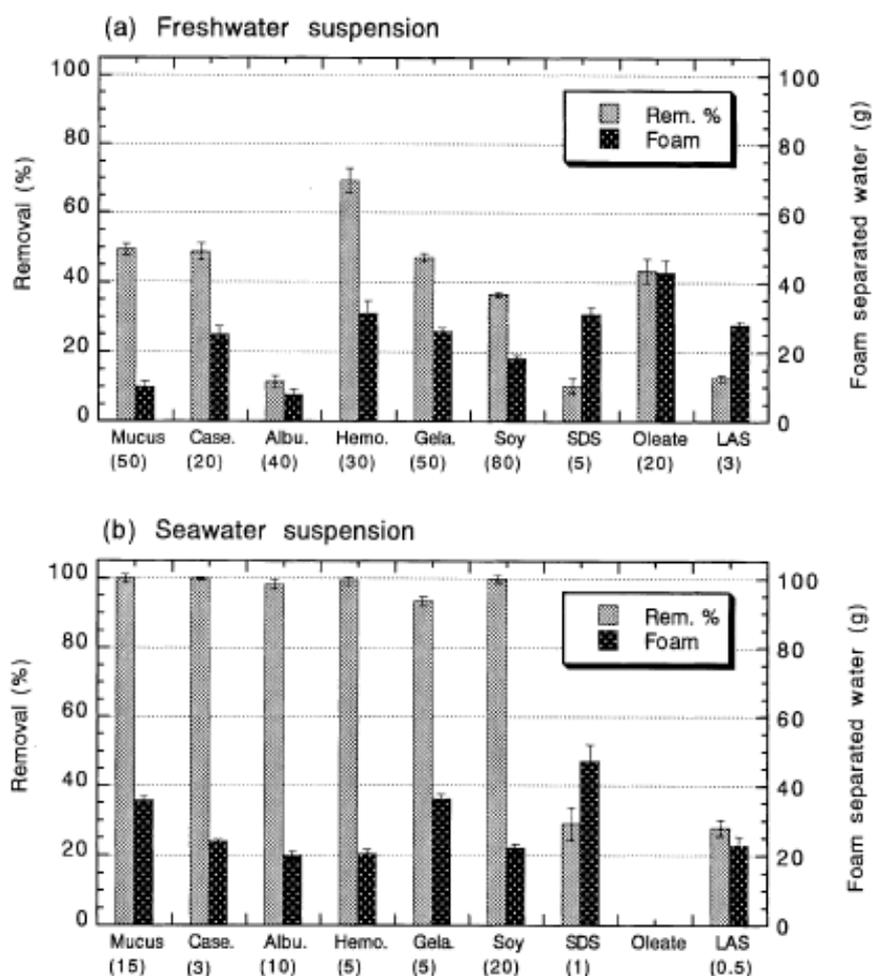


FIGURE 1.12 – Efficacité des tensioactifs dans le processus de séparation solide-liquide à l'airlift [Suzuki and Maruyama, 2002]

Les résultats obtenus par les études réalisées en colonne à bulles sur la clarification des eaux [Suzuki Yoshihiro and Terutoyo, 2008, Suzuki and Maruyama, 2002, Barrut et al., 2013] montrent que la flottation par air dispersée est une technique efficace pour la séparation solide-liquide car cette méthode de séparation peut éliminer efficacement les particules en suspension dans un laps de temps court. Une réduction drastique de la charge et une simplification de la maintenance du système d'airlift sont les avantages de cette méthode. Aussi, la caséine de lait est un tensioactif non toxique, largement utilisé comme additif alimentaire, peu coûteux et est facilement disponible en grandes quantités. Ces travaux ont conduit au développement des colonnes airlift équipés d'unité de séparation de mousse [Maruyama et al., 1999, Suzuki et al., 2003].

Ainsi, au sein du Laboratoire de Mécanique des Fluides et d'Acoustique de l'INSA de Lyon, une colonne airlift travaillant sous dépression a été développée pour une application dans plusieurs processus dont celui de la séparation de phase en mélange multiphasique. L'étude présentée dans cette thèse vise à explorer et analyser l'efficacité de cette colonne airlift sous dépression à assurer la fonction de purification des eaux douces à l'aide des substances tensio-actives.

1.3 Conclusion

L'état de l'art présenté dans ce chapitre a permis de faire une analyse bibliographique des écoulements gaz-liquide dans les colonnes à bulles verticales. Cette analyse a mis en évidence la nécessité de mener une étude expérimentale en vue de caractériser les écoulements au sein des colonnes à bulles couplées à un vide partiel et qui sont aujourd'hui très utilisés dans les secteurs des industries agroalimentaires et de l'énergie pétrolières entre autre. A ce stade, aucune étude caractéristique locale n'existe sur ce type de colonne.

En ce qui concerne la séparation solide-liquide par airlift, les travaux déjà réalisés ont montré les potentialités de ce dispositif à assurer la fonction de clarification des eaux à travers l'extraction des particules en suspension. Il est apparu pertinent d'explorer les capacités extractives de l'airlift sous dépression en eau de consommation standard.

Au chapitre 2 qui suit, seront décrits dans un premier temps la colonne airlift sous dépression qui constitue le dispositif expérimental de cette thèse puis dans un deuxième temps l'instrumentation expérimentale nécessaire à l'étude caractéristique d'un airlift sous dépression.

Airlift sous dépression et instrumentation

Sommaire du chapitre

2.1	Introduction	38
2.2	Principe de fonctionnement de la colonne à bulles sous dépression	38
2.3	Dispositif expérimental	39
2.3.1	Éléments constitutifs du banc d'essais	42
2.4	Instrumentation pour la caractérisation globale	44
2.4.1	Débitmètre à ultrason	44
2.4.2	Régulateur de débitmètre massique	45
2.4.3	Capteurs de pression différentielle	46
2.5	Instrumentation pour la caractérisation locale	47
2.5.1	Bi-sonde optique	47
2.5.2	Vélocimétrie par image de particules	57
2.6	Transfert de masse par désorption du CO_2	62
2.6.1	Méthodologie d'évaluation du transfert de masse	62
2.7	Séparation solide-liquide en airlift sous dépression	62
2.7.1	Montage expérimental	62
2.8	Conclusion	63

2.1 Introduction

la colonne airlift sous dépression ainsi que l'ensemble de l'instrumentation expérimentale utilisé au cours de ce travail sont présentés plus en détail dans ce chapitre. Le dispositif est équipé d'instruments qui permettent la caractérisation hydrodynamique des écoulements diphasiques. Cette instrumentation permet aussi d'effectuer une analyse expérimentale des capacités de cet airlift à assurer les fonctions de transfert de masse par désorption du CO_2 d'une part et de séparation solide-liquide en eau douce d'autre part.

2.2 Principe de fonctionnement de la colonne à bulles sous dépression

La colonne à dépression est un airlift amélioré, breveté par l'Institut Français de Recherche pour l'Exploitation de la Mer et le Laboratoire de Mécanique des Fluides et d'Acoustique de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon [Rene et al., 2007].

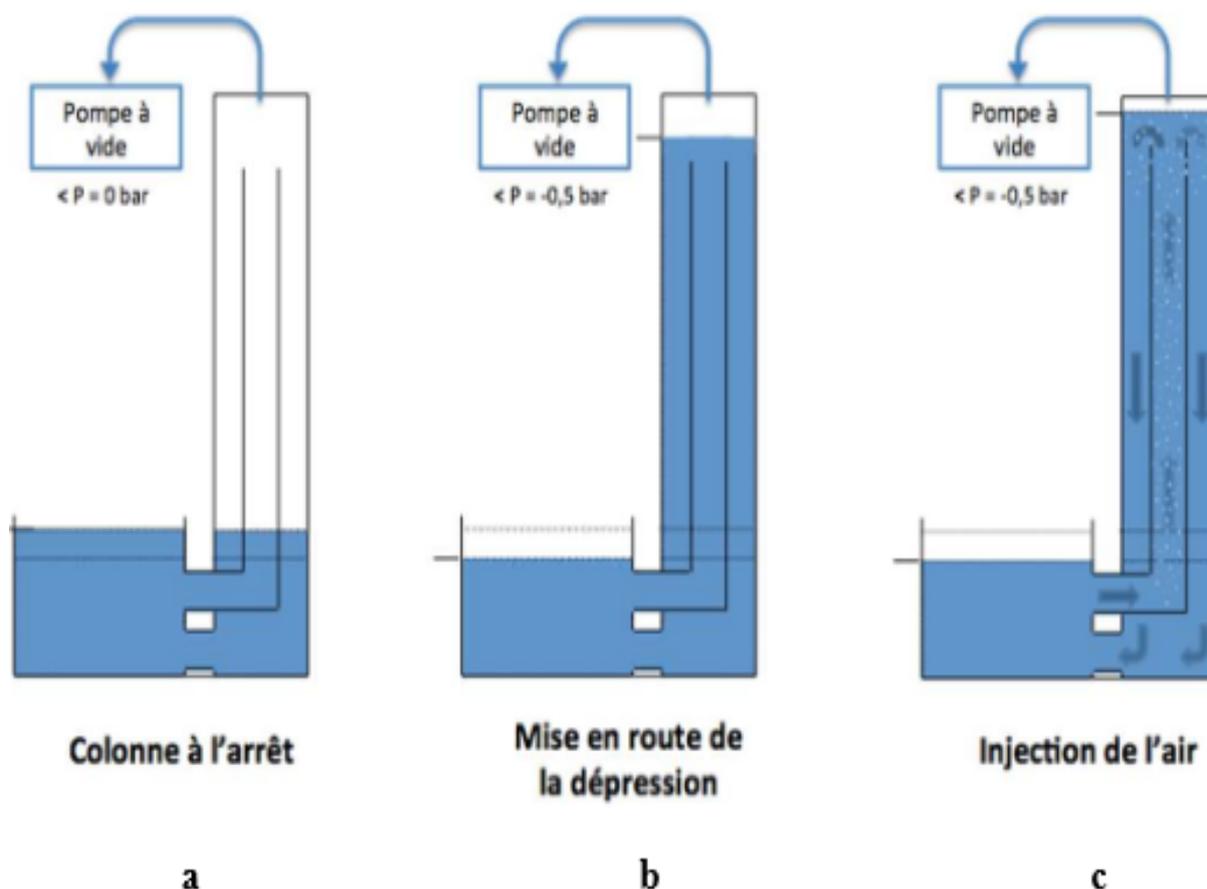


FIGURE 2.1 – Principe de l'airlift sous dépression

La particularité de ce système réside dans son fonctionnement sous vide. Cette solution est plus simple à mettre en place et demande moins d'énergie que celle où la différence de niveau d'eau est établie à l'aide d'une surpression dans la cuve.

Le principe de fonctionnement de cette colonne est illustré sur la figure 2.1. La mise en fonctionnement de la pompe à vide crée une dépression à l'intérieur de la colonne, constituée de deux tubes concentriques reliés à un réservoir et le niveau liquide s'élève dans la colonne 2.1b.

Lorsqu'il atteint le sommet en forme de cône, le système d'injection de gaz est mis en route : les bulles de gaz générées par des diffuseurs s'élèvent dans le tube central (intérieur) de la colonne, entraînant avec elles le liquide créant ainsi une circulation entre la colonne et le réservoir d'alimentation.

Une fois au sommet de la colonne, le gaz s'échappe par le haut tandis que le liquide redescend par le tube extérieur pour retourner dans le réservoir (figure 2.1c).

2.3 Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental étudié est constitué de la colonne airlift, d'une pompe à vide, d'un système d'injection de bulles d'air, d'un bac de récolte et d'une instrumentation pour caractériser le comportement hydrodynamique. Cette installation est schématisée sur la figure 2.2.

La colonne est de section circulaire composée de deux tubes concentriques de diamètre 150 mm (tube externe) et 80 mm (tube interne). La hauteur de la colonne est de 3 mètres. Elle est connectée à un bassin de recirculation (en PVC transparent) par deux conduits en PVC de 50 mm de diamètre branchés, l'un au tube interne et l'autre au tube externe de l'airlift (pour le retour vers le bassin). Cela permet à la colonne de fonctionner en circuit fermé. Le système utilise une pompe à vide pour créer une différence de niveau d'eau entre le bassin et la colonne, ce qui permet d'assurer la recirculation hydraulique. La figure 2.3 est une photographie du dispositif expérimental utilisé.

Pour la caractérisation de la phase dispersée de l'écoulement, une instrumentation diphasique composée d'une bi-sonde optique et des capteurs de pression différentielle est utilisée. Pour la caractérisation de la phase liquide, un débitmètre par ultra-son est utilisé.

La vélocimétrie par image de particules est appliquée pour visualiser et caractériser les structures d'écoulements dans le bassin de recirculation. Une description plus détaillée de l'ensemble de cette instrumentation est présenté dans les prochaines parties de ce manuscrit.

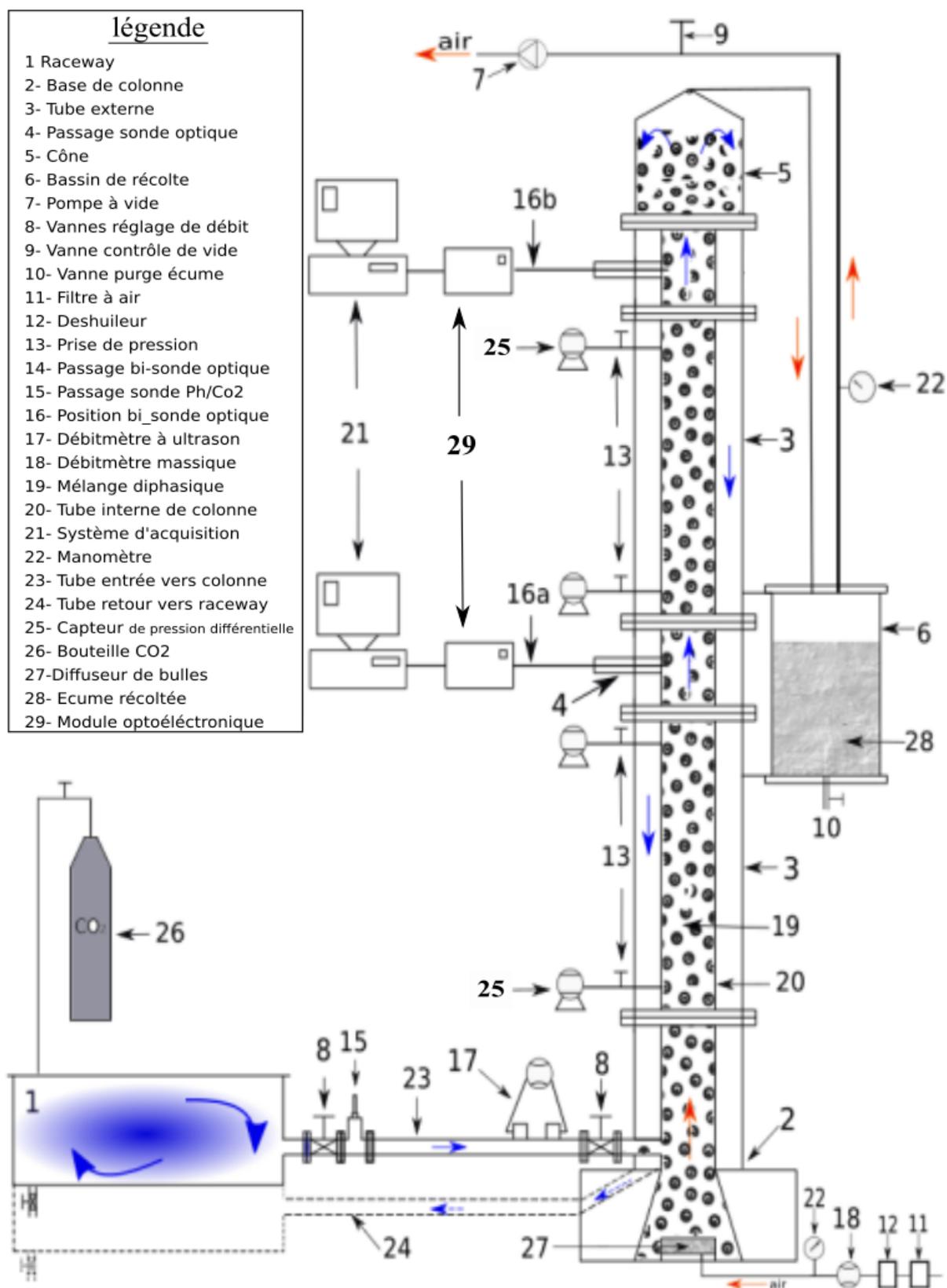


FIGURE 2.2 – Schéma du dispositif expérimental

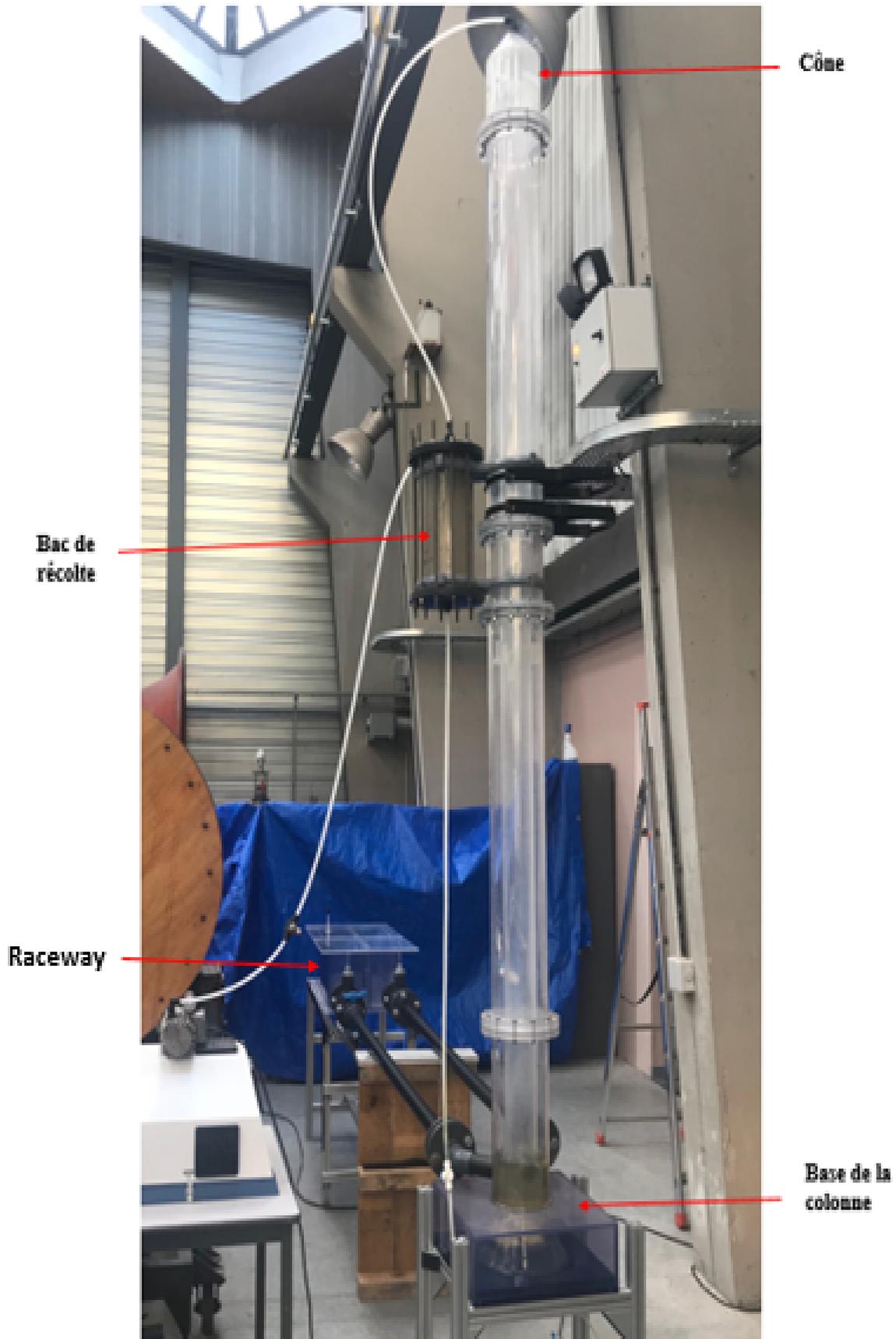


FIGURE 2.3 – Colonne à dépression du LMFA

2.3.1 Éléments constitutifs du banc d'essais

La colonne est constituée de différents tronçons qui permettent d'ajuster la hauteur de la colonne. En haut de colonne, quelque soit la hauteur du tube interne, le niveau du liquide est maintenu, par la dépression, à $0,2\text{ m}$ au-dessus du tube interne, de façon à limiter les instabilités de l'écoulement lors du débordement du liquide vers le tube externe.

Le sommet de la colonne est fermé hermétiquement et est raccordé à une pompe à vide qui assure une dépression en tête de colonne (figure 2.2) par l'intermédiaire d'un bac de récolte qui joue le rôle d'un réservoir tampon (6). C'est cette dépression qui entraîne la montée du liquide dans la colonne centrale. L'ensemble du circuit est constitué de :

- un bassin de recirculation sous forme de raceway pour séparer les écoulements liquides entrant et sortant de la colonne. Le raceway est raccordé à la base de la colonne par deux tubes en PVC : un tube d'entrée (23) connecté au tube interne de la colonne et un tube de retour (24) connecté à la partie inférieure du tube externe de la colonne ;
- une base de colonne (2) de section carrée, intègre le système d'injection d'air constitué de deux diffuseurs microbulles en céramique poreuse qui diffusent uniquement dans le tube interne ;
- deux tronçons identiques constitués chacun de tube concentriques (3) ;
- un tronçon (4) de colonne équipé d'une prise pour le passage de la bi-sonde optique utilisée pour la mesure du taux de vide et la granulométrie des bulles qui sera décrite dans le chapitre 4 ;
- une tête de colonne (5) en forme de cône connecté à un bac de récolte (28) en plexiglas pour récupérer l'écume riche en matières en suspension dans le liquide (dans le cadre de la séparation solide-liquide) ;
- une pompe à vide Bush, modèle Seco SV 1005D, connectée à la colonne à travers le bac de récolte. Il s'agit d'une pompe à palettes sèches, adaptée aux conditions d'application de la colonne et assurant un niveau de vide constamment élevé dans des conditions d'utilisation en continu ;
- un manomètre pour la mesure de la dépression (22) ;
- deux vannes de régulation du débit liquide ;
- une vanne de contrôle de vide ;
- une vanne de purge du bac de récolte ;
- un filtre dessiccateur (déshuileur) de l'air comprimé ;
- un régulateur de pression (12) à l'entrée du débitmètre massique ;
- un manomètre pour la mesure de la pression du gaz en entrée de la colonne (30) ;
- quatre prises de pression raccordées au tube interne de la colonne ;

- un accès au tube interne pour effectuer les mesures à la bi-sonde. Le dispositif d'insertion et de déplacement de la bi-sonde optique est monté sur un tronçon indépendant qui peut être fixé à différentes hauteurs de la colonne, ce qui permet de remonter à la distribution radiale du taux de vide, de la vitesse et de la taille des bulles à différentes hauteurs ;
- un accès pour les sondes sonde CO_2 et de pH, sur chaque tube reliant la colonne au bassin de recirculation (figure 2.4) ;
- un régulateur de pression (29) d'air amont du débitmètre massique.

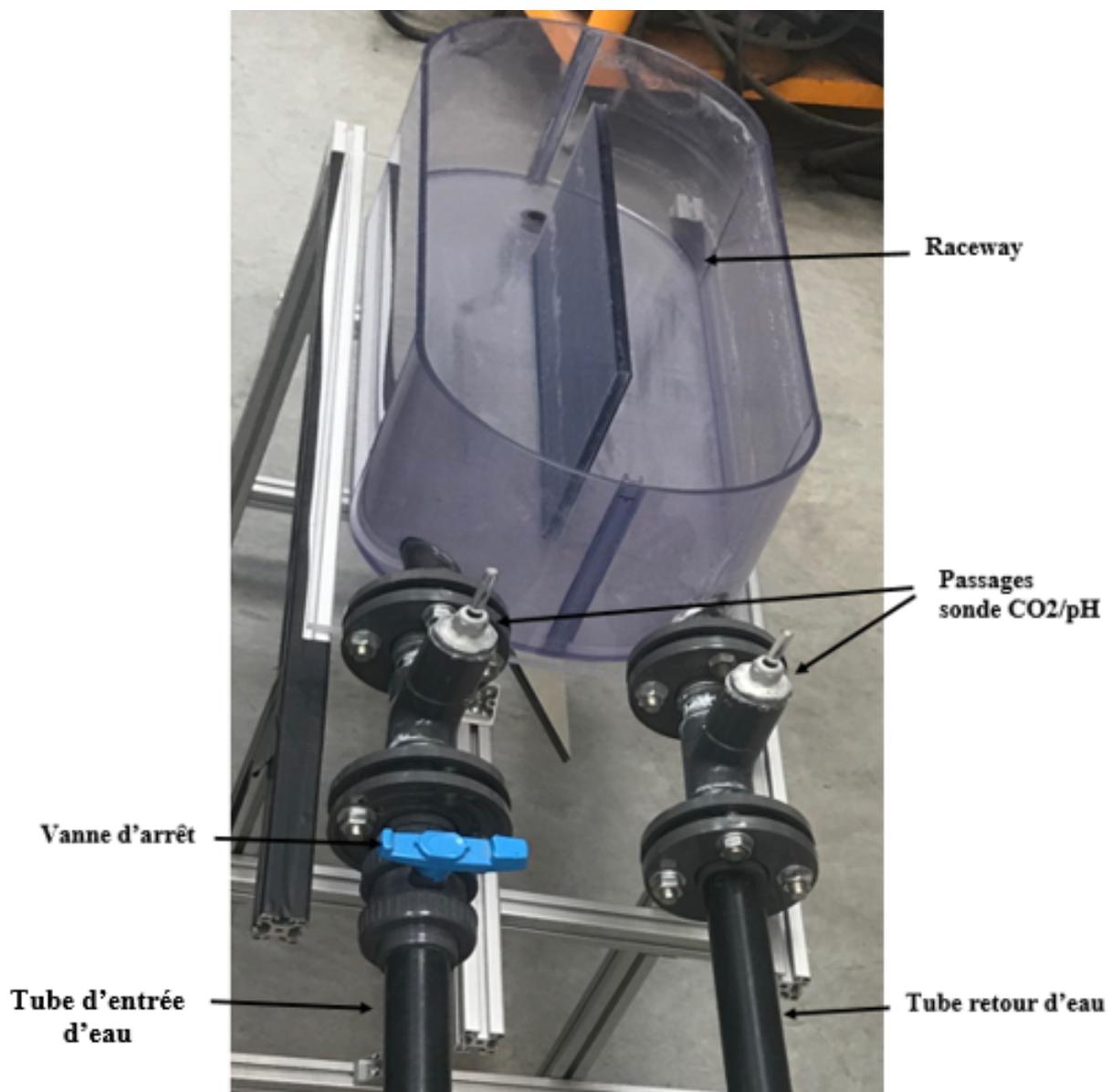


FIGURE 2.4 – photographie du raceway



FIGURE 2.5 – Prise de pression

2.4 Instrumentation pour la caractérisation globale

L'instrumentation pour la caractérisation globale de l'hydrodynamique de la colonne airlift sous dépression se compose d'un débitmètre à ultrason, d'un débitmètre massique et de capteurs de pression différentielles.

2.4.1 Débitmètre à ultrason

L'évaluation de la fonction de pompage de la colonne est réalisée par l'analyse du débit liquide mesuré à l'aide d'un débitmètre à ultrason de marque PCE-TDS 100HS (17). Il est monté sur les conduites, de diamètre 50 mm , connectant le raceway à la base de la colonne (figure 2.2). Il permet une mesure instantanée du débit et de la vitesse de l'écoulement de la phase continue. Ce débitmètre utilise le principe du temps de transit accessible au moyen de deux sondes externes.

Le principe de la méthode de mesure repose sur la mesure sur deux cordes. Deux capteurs émettent et reçoivent des impulsions ultrasonores à travers l'écoulement (figure 2.6). Le temps de transit de l'onde sera différent selon qu'elle est dans le sens de l'écoulement ou dans le sens opposé. La différence entre les durées de transit dans le sens de l'écoulement et à contrecourant dépend directement de la vitesse de l'écoulement (eq.2.1). La précision de mesure est de $\pm 1,5\%$.

Afin d'éviter les effets de bord et une mesure de débit non affectée par un écoulement non établi, les capteurs du débitmètre doivent être placés à une distance au moins égale à $10D$ et $5D$ respectivement pour la première et la deuxième sondes, de n'importe quelle perturbation qui peut influencer l'écoulement.

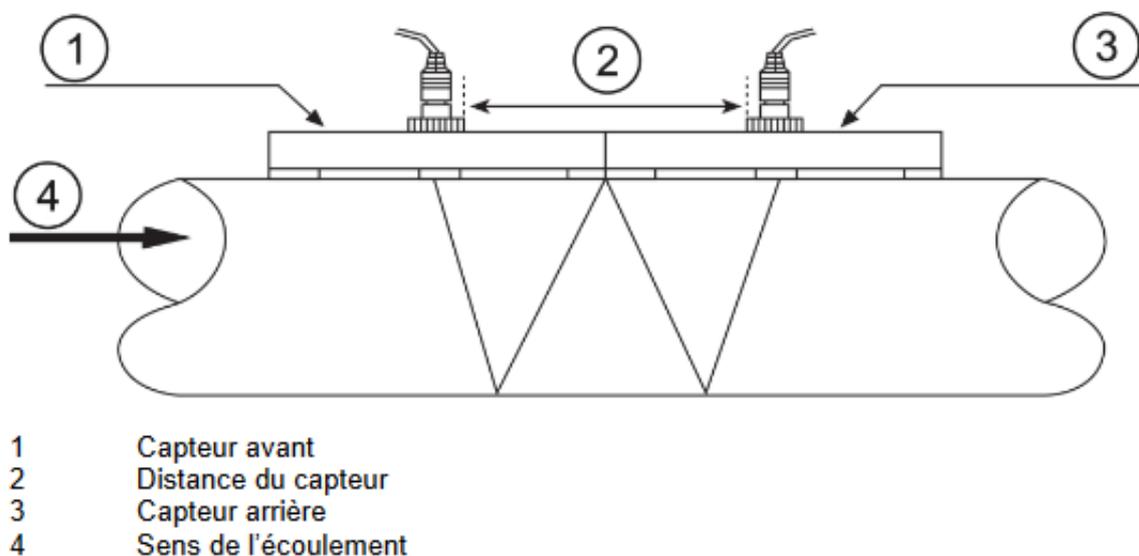


FIGURE 2.6 – Montage des transducteurs pour une mesure en W

Le montage des transducteurs impose aussi le choix d'une méthode de mesure/montage qui varie selon les caractéristiques de la conduite. Dans cette étude nous avons adopté la méthode "W" dont le montage est présenté sur la figure 2.6.

La vitesse liquide est donnée par la formule suivante :

$$v = \frac{T_2 - T_1}{T_1 \times T_2} - \frac{L}{2\cos\alpha} \quad (2.1)$$

2.4.2 Régulateur de débitmètre massique

Un débitmètre massique de marque BROOKS Instrument (figure 2.7) (18) est utilisé pour contrôler le débit d'air. Ce débitmètre assure en même temps une fonction de régulation du débit d'air à l'entrée de la colonne. Sa plage de mesure varie de 0,003 à 200 $nl.mn^{-1}$ avec une précision de $\pm 0,5\%$.

La mesure directe du débitmètre massique présente l'avantage d'être insensible aux variations de pression et de température du gaz. Le débitmètre massique délivre un signal en fonction de la chaleur spécifique du gaz et de la différence de température mesurée dans le capteur. Il est relié à un boîtier de commande (série 0251) qui permet de visualiser les paramètres de l'écoulement et d'assurer le contrôle des commandes.



FIGURE 2.7 – Régulateur de débit massique [Brooks Instrument]

Le régulateur de débit massique présenté ci-dessus mesure le débit d'air en normaux litres par minute noté $nl.mn^{-1}$. Toutefois dans la suite de ce manuscrit les débits de gaz sont exprimés en litre par minute noté $l.mn^{-1}$.

2.4.3 Capteurs de pression différentielle

Les capteurs de pression différentielle donnent accès au taux de vide global. Deux capteurs Rosemount 3051(25) sont utilisés, ils sont branchés aux prises de pression du tube interne de la colonne.

Les capteurs de pression permettent de déterminer une différence de pression ΔP entre deux sections de la colonne distantes d'une différence d'altitude "h" l'une de l'autre. En admettant que les pertes de charges liées à l'écoulement sont négligeables, la différence de pression ΔP est donnée par :

$$\Delta P = \rho_m g h = (\alpha_G \rho_g + (1 - \alpha_G) \rho_l) g h \quad (2.2)$$

où :

α_G : est le taux de vide global

ρ_m : est la masse volumique du mélange diphasique ($Kg.m^{-3}$)

ρ_l : est la masse volumique du liquide ($Kg.m^{-3}$)

ρ_g : est la masse volumique de l'air ($Kg.m^{-3}$)

$1 - \alpha_G$: est la fraction liquide

h : est la distance verticale entre les points de mesure de ΔP

g : est l'accélération de la pesanteur ($m.s^{-2}$)

ΔP : est la différence de pression en bar

Pour un faible taux de vide et comme ρ_g est très faible par rapport à ρ_l , on peut écrire que :

$$\Delta P = (1 - \alpha_G)\rho_l gh \quad (2.3)$$

donc le taux de vide est déterminé par la relation suivante [Yu et al., 2008, Simonnet, 2005] :

$$\alpha_G = 1 - \frac{\Delta P}{\rho_l gh} \quad (2.4)$$

2.5 Instrumentation pour la caractérisation locale

2.5.1 Bi-sonde optique

La bi-sonde optique est utilisée pour accéder à la distribution locale du taux de vide, de la vitesse d'ascension et de la taille moyenne des bulles.

2.5.1.1 Principe de fonctionnement d'une sonde optique

La discrimination des phases à l'aide d'une sonde optique repose sur la variation discrète de l'indice de réfraction entre les différents constituants de l'écoulement. La zone sensible de la sonde joue le rôle d'un prisme de Descartes, selon l'indice de réfraction du milieu en contact avec le prisme, et selon l'angle d'incidence du rayon lumineux, celui-ci est réfléchi ou diffracté par la paroi. Si la pointe de la sonde est en contact avec un milieu liquide, le rayon est diffracté dans le liquide (figure 2.8.a). Cela s'explique par le fait que l'indice de réfraction de l'eau ($n_{ref} = 1,33$) est supérieur à celui de la sonde optique. Par contre, si la sonde est en présence d'un milieu gazeux, le rayon est réfléchi dans la fibre (figure 2.8.b).

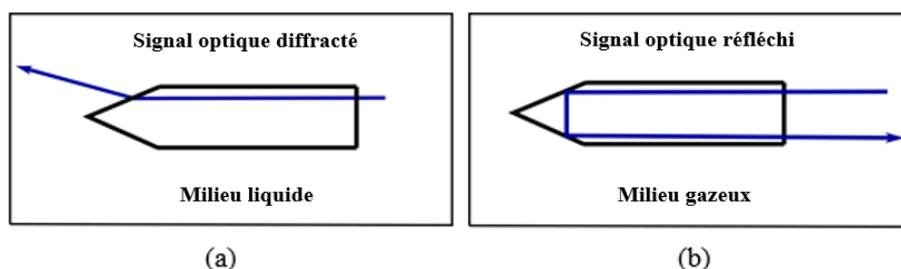


FIGURE 2.8 – Signal optique d'une sonde optique

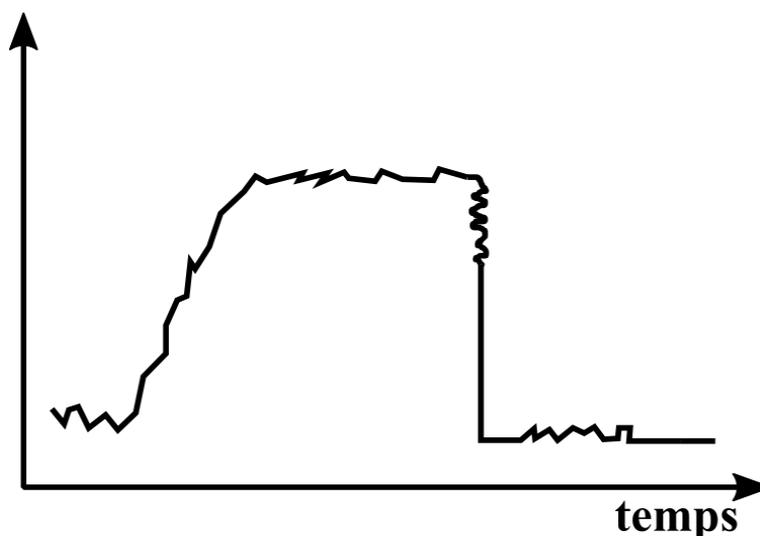


FIGURE 2.9 – Formation du signal brut

La quantité de lumière infrarouge réfléchiée par la paroi de la pointe sensible de la sonde dépend du seul indice de réfraction du milieu extérieur. La transformation du signal optique (quantité de lumière réfléchiée) en signal électrique est effectuée grâce à un élément photosensible. La sonde optique au passage d'une bulle d'air ou en présence d'une phase liquide délivre un signal analogique (signal brut, voir figure 2.9) de niveau variable. L'identification des phases par sonde optique présente vis à vis des techniques concurrentes (discutées brièvement au §1.1.6) des avantages qui en font l'outil privilégié des études portant sur l'analyse structurale des écoulements. En effet, utilisant la lumière, les temps de réponse des sondes optiques sont courts et négligeables devant ceux des sondes exploitant les propriétés électriques des matériaux (sondes résistives et capacitives). Aussi les dimensions réduites, de l'ordre de quelques microns, des zones sensibles rapprochent les sondes optiques de l'indicateur de phase parfait. Les sondes optiques donnent aussi la possibilité de faire des mesures dans des écoulements diphasiques à fort taux de vide, ce qui n'est pas possible avec les techniques d'imageries qui se trouvent confronter au phénomène d'opacité dû aux forts taux de vide.

De plus, comme on le verra par la suite, l'utilisation d'une double sonde optique va permettre de déterminer non seulement le taux de vide, mais aussi la vitesse et le diamètre des bulles de la phase dispersée. L'acquisition et le traitement des signaux de la sonde détailleront ces calculs dans les paragraphes suivants.

2.5.1.2 Mise en forme et transformation du signal brut

Lorsque l'extrémité de la sonde optique perce des bulles, un signal brut composé de plusieurs créneaux se forme. Chaque créneau représente une phase du mélange diphasique (air ou eau). Pour acquérir le signal brut, une mise en forme du signal est nécessaire. Dans la chaîne d'acquisition, cette fonction est remplie par le module optoélectronique d'amplification.

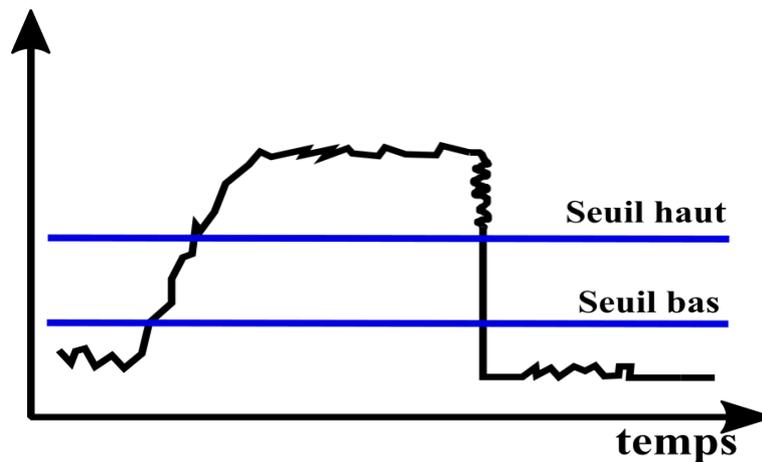


FIGURE 2.10 – Mise en forme par seuillage du signal brut

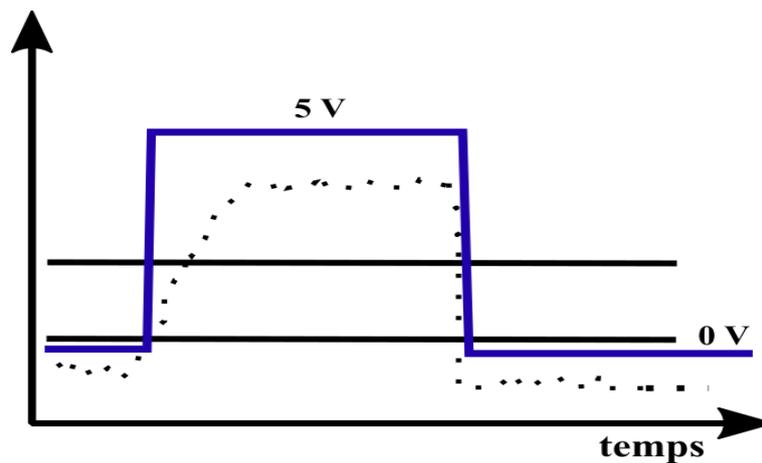


FIGURE 2.11 – Transformation du signal brut en signal numérique (TTL)

Celui-ci transforme, par une méthode de seuillage, le signal brut, obtenu par transformation optoélectronique puis amplification, en signal TTL (voir figure 2.10). Les niveaux de seuils sont choisis de tel sorte que le signal mis en forme soit aussi représentatif que possible du signal brut. Afin d'obtenir un bon réglage le seuil bas est placé à un niveau très légèrement supérieur aux crêtes enregistrées sur le niveau bas du signal brut (niveau liquide), et le seuil haut aussi près que possible du seuil bas (voir figure 2.10).

Ainsi le signal brut est transformé en signal numérique sous forme de créneau d'amplitude « +5 V » en présence de l'air (phase gazeuse) et « 0 V » en présence de l'eau (phase liquide) (figure 2.11). Le signal numérique (TTL) ainsi obtenu est enregistré par la carte d'acquisition puis transféré vers l'ordinateur pour être traité par le logiciel VIN 2.0.

2.5.1.3 Paramètres hydrodynamiques locaux obtenus par bi-sonde optique

Trois paramètres caractéristiques de la phase dispersée de l'écoulement sont déterminés grâce à la bi-sonde optique : le taux de vide, la vitesse d'ascension et le diamètre moyen des bulles. Ces paramètres sont des moyennes statistiques issues des mesures locales. Cette moyenne est issue du nombre total de bulles détecté par la bi-sonde optique. Ce nombre de bulles représente la taille de l'échantillon représentatif de notre étude et sera déterminé dans une étude préliminaire de convergence des mesures par la bi-sonde optique.

a) Taux de vide :

Le taux de vide est directement obtenu en ramenant le temps total de présence de la phase gazeuse au temps complet d'observation. La figure 2.12 représente une fonction indicatrice de phase : chaque créneau correspond au passage de gaz sur la pointe sensible de la sonde optique. Le taux de vide au point de mesure est obtenu par la relation suivante :

$$\alpha = \frac{\sum \tau_i}{T} \quad (2.5)$$

avec :

- T : le temps complet d'observation
- $\sum \tau_i$: le temps total de présence de la phase gaz au contact de la sonde optique

Il faut noter que cette grandeur est une moyenne temporelle, il conviendra donc de s'assurer que, durant la mesure, les conditions d'écoulement sont stables. L'évolution du taux de vide en fonction du temps pendant la période de mesure fournit à posteriori une information sur la stabilité des conditions d'écoulement. L'association de deux sondes séparées d'une distance connue pourra être exploitée pour accéder à des informations supplémentaires de l'écoulement.

Dans le cas d'une bi-sonde optique, les deux optrodes ne détecteront pas le même nombre de bulles du fait que certaines bulles percées par le premier optrode (pointe basse) sont déviées et ne sont pas détectées par le deuxième optrode (pointe haute). De ce fait, un taux de vide pour chaque optrode (pointe ou voie) est obtenu. Le taux de vide obtenu par l'optrode bas est retenu dans le cadre de nos travaux. Le traitement permet d'afficher le taux de vide pour chacune des deux voies (figure 2.14).

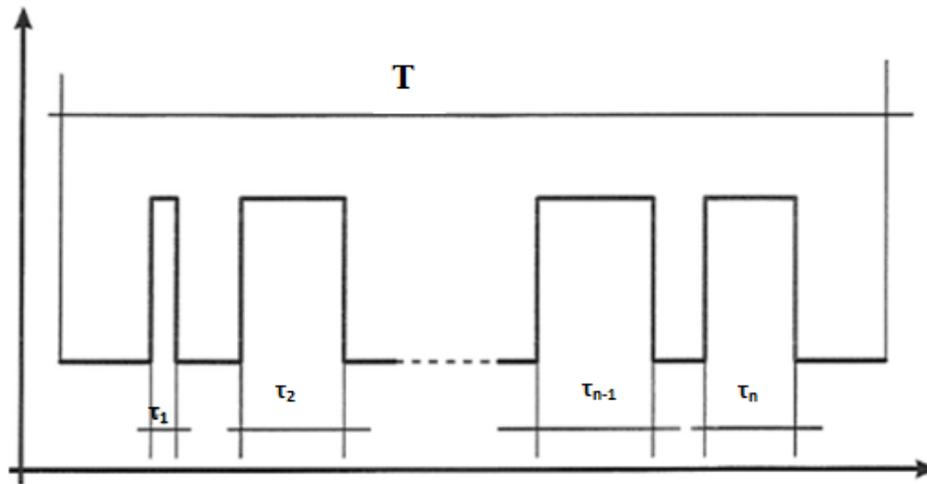


FIGURE 2.12 – Fonction indicatrice de phase typique

b) Vitesse d'interface :

L'usage d'une sonde mono fibre ne permet pas de remonter à la vitesse d'ascension des bulles. La vitesse superficielle d'ascension des bulles est souvent mesurée par une bi-sonde optique. La bi-sonde est caractérisée par deux fibres optiques espacées d'une faible distance d'élévation d'environ 2 mm (figure 2.13) dans le sens de l'écoulement macroscopique [Colombet, 2012].

La bi-sonde est caractérisée par la génération de deux signaux indépendants qui seront convertis en une fonction de détection de phase lors du processus de post-traitement (figure 2.14). Le calcul de la vitesse est fait par l'association des deux signaux. Dans le cas d'une seule bulle en contact avec la sonde, la bulle sera percée par les deux pointes de la bi-sonde pour générer une impulsion sur chaque signal. Le principe de calcul de la vitesse d'ascension est assez simple : la distance séparant les pointes de la bi-sonde étant connue, une mesure du temps mis par l'interface de la bulle pour passer de l'une à l'autre pointe conduit à l'estimation de la vitesse superficielle d'ascension.



FIGURE 2.13 – bi-sonde optique [Chaumat et al., 2005]

La vitesse de la bulle est obtenue par la relation suivante :

$$v = \frac{d}{\tau} \quad (2.6)$$

Avec :

- v : la vitesse moyenne d'ascension des bulles ;
- d : la distance entre les pointes de la bi-sonde (2 mm) ;
- τ : le temps de décalage entre les signaux des deux optrodes (pointes) obtenu par intercorrélation.

Cependant, la validité de ce calcul est soumise à la vérification de nombreuses hypothèses :

- direction d'écoulement des interfaces connue ;
- orthogonalité de la direction définie par les pointes sensibles et du plan tangent à l'interface aux points de contact ;
- frottement sondes interfaces négligeable ;
- déformation nulle au contact ; etc.

L'association des signaux est une étape cruciale pour la détermination de la vitesse d'une bulle. Il est nécessaire de s'assurer que les signaux associés sont générés par la même bulle. Cela signifie qu'une fenêtre temporelle doit être définie de manière à s'assurer que la seconde impulsion est suffisamment éloignée de la première impulsion pour être sûre que la bulle a atteint la seconde pointe. Cette fenêtre devrait être suffisamment étroite pour exclure la détection d'une seconde bulle [Chaumat et al., 2005]. Les sources d'incertitudes étant nombreuses, fournir une mesure de vitesse interface par interface n'est pas réaliste. Aussi le traitement des signaux, constitués de créneaux représentant des durées de contact des bulles avec les pointes, est fondé sur l'utilisation de grandeurs statistiques. Deux types de traitements peuvent être mis en œuvre sur les données :

- une construction d'un histogramme des temps de transit minimum,
- une estimation du temps de vol le plus probable par calcul de la fonction d'intercorrélation des signaux de la bi-sonde.

Dans le cadre de notre étude, nous avons mis en œuvre un traitement par estimation du temps de vol le plus probable par calcul de la fonction d'inter-corrélation des signaux des optrodes. La bi-sonde fournit deux fonctions indicatrices de phases (figure 2.14). Sur chaque signal se trouvent, d'une part, des signaux associés à des interfaces ayant interféré avec les deux pointes sensibles, et d'autre part des signaux qui correspondent aux contacts d'interfaces qui n'ont pas interféré avec l'autre sonde.

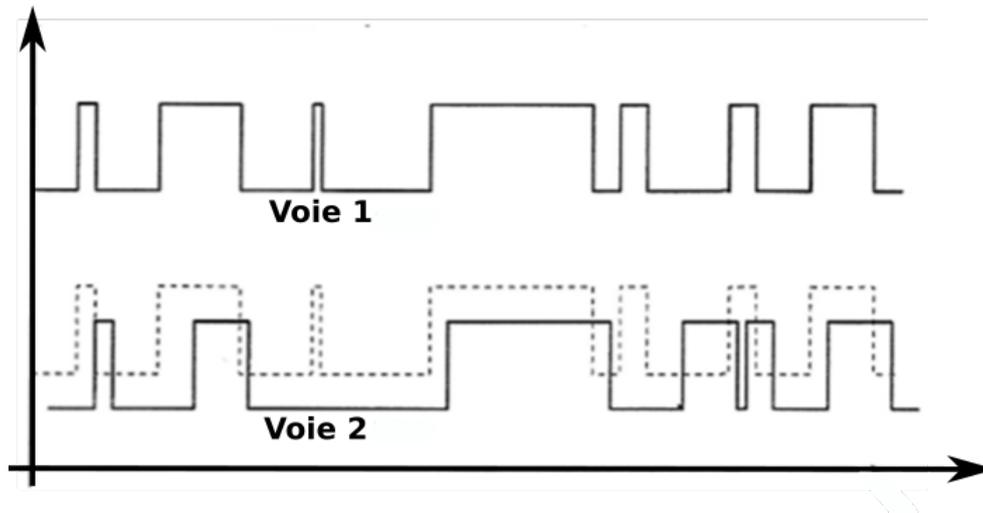


FIGURE 2.14 – Signaux typiques d'une bi-sonde

c) Diamètre de bulles :

Le traitement des données délivrées par la bi-sonde optique permet d'obtenir un diamètre moyen des bulles sur un nombre de bulles détectées par l'une des optrodes préalablement défini par l'utilisateur. Le nombre de bulles étudiées correspond à l'ensemble des entités entrant en interférence avec la sonde au cours de l'observation. Lorsque la vitesse d'évolution des bulles est connue, le temps de contact peut être directement relié à une longueur. Le résultat obtenu est un histogramme représentant la proportion des particules en fonction de leur diamètre. Ce résultat représente, non seulement la distribution en taille des bulles interférant avec la sonde, mais encore, pour chaque classe de diamètre, la proportion prise par les particules de ce diamètre dans l'aire interfaciale totale.

La méthode de traitement est fondée sur trois hypothèses :

- les particules sont de forme sphérique ;
- les particules sont réparties de manière homogène dans l'espace étudié ;
- l'écoulement des particules est unidirectionnel.

Une estimation de la concentration d'aire interfaciale est réalisée selon la formule suivante :

$$\gamma = \frac{4f}{V_b} \quad (2.7)$$

où :

- γ : concentration d'aire interfaciale, (m^{-1}) ;
- f : fréquence d'interférence entre la bi-sonde et les bulles, (s^{-1}) ;
- V_b : la vitesse moyenne d'ascension des bulles, ($m.s^{-1}$).

Le diamètre moyen des bulles (diamètre de Sauter) est déterminé à partir du taux de vide local et de l'aire interfaciale par l'application de la formule :

$$d_{sonde} = \frac{6\alpha}{\gamma} \quad (2.8)$$

où :

- γ : concentration d'aire interfaciale, (m^{-1});
- α : taux de vide local;
- d_{sonde} : diamètre de bulles (m).

2.5.1.4 La chaîne de mesure de la bi-sonde optique

Dans le cadre de cette thèse, la sonde optique utilisée est une bi-sonde (double sonde) optique de la société RBI-Instrument. Cette instrumentation se compose de la bi-sonde optique, d'un module optoélectronique, d'une carte d'acquisition et d'un logiciel VIN 2.0 qui réalise le traitement. La chaîne d'acquisition du système de bi-sonde optique est illustrée sur la figure 2.15.

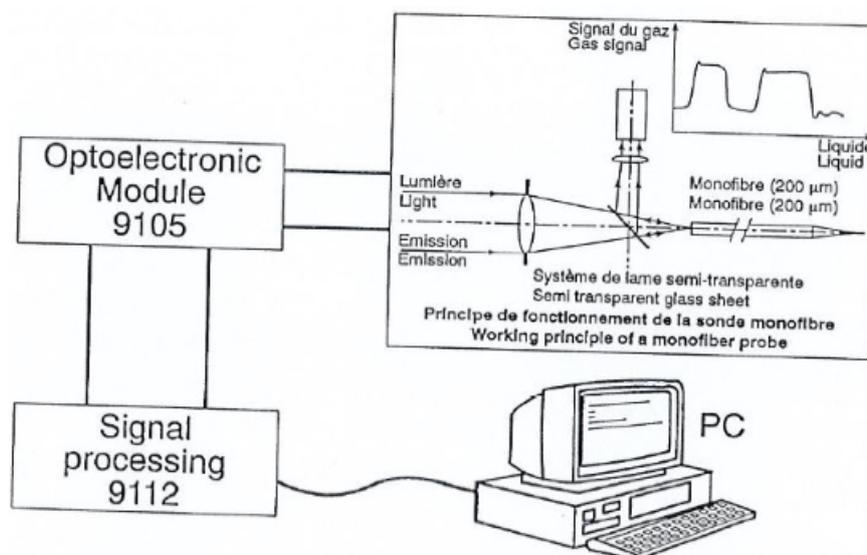


FIGURE 2.15 – Chaîne d'acquisition de la bi-sonde du LMFA

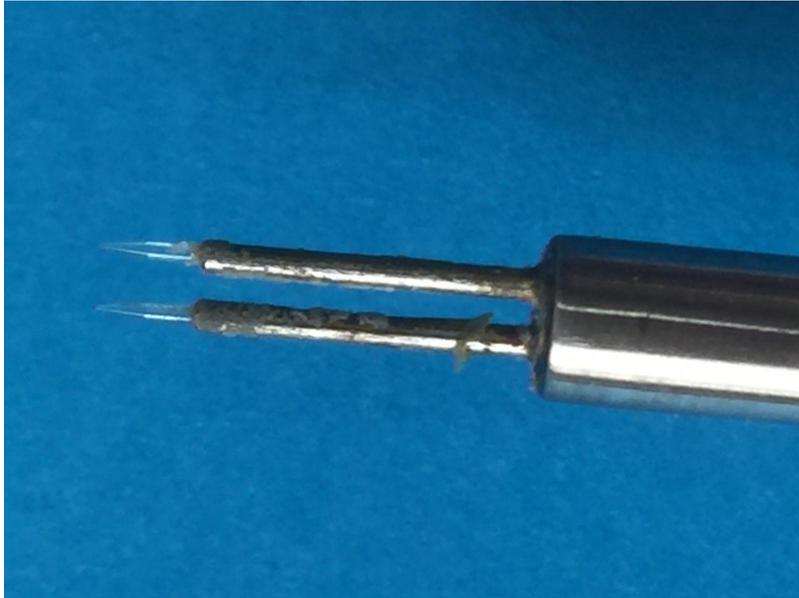


FIGURE 2.16 – Optrodes de la bi-sonde optique

La bi-sonde est équipée de deux fibres optiques standard protégées par un tube en inox. Les pointes des deux fibres (fibres en quartz) sont parallèles et écartées de 2 mm avec un diamètre de $40 \mu m$ (figure 2.16). Le module optoélectronique intègre l'émetteur/récepteur, l'amplificateur et la mise en forme des signaux.

La fréquence d'acquisition dans le cadre de notre étude est fixée à $10 kHz$ afin de garantir la présence de points dans les fronts montant et descendant. La période d'échantillonnage est de $10^{-4} s$. L'acquisition des données est assurée par une carte connectée à un ordinateur. Le traitement des données réalisé par le logiciel VIN 2.0 permet d'extraire les paramètres principaux de l'écoulement dispersée : Taux de vide, vitesse moyenne d'ascension, diamètre de bulles et aire interfaciale.

2.5.1.5 Étude de la convergence statistique des mesures à la sonde optique

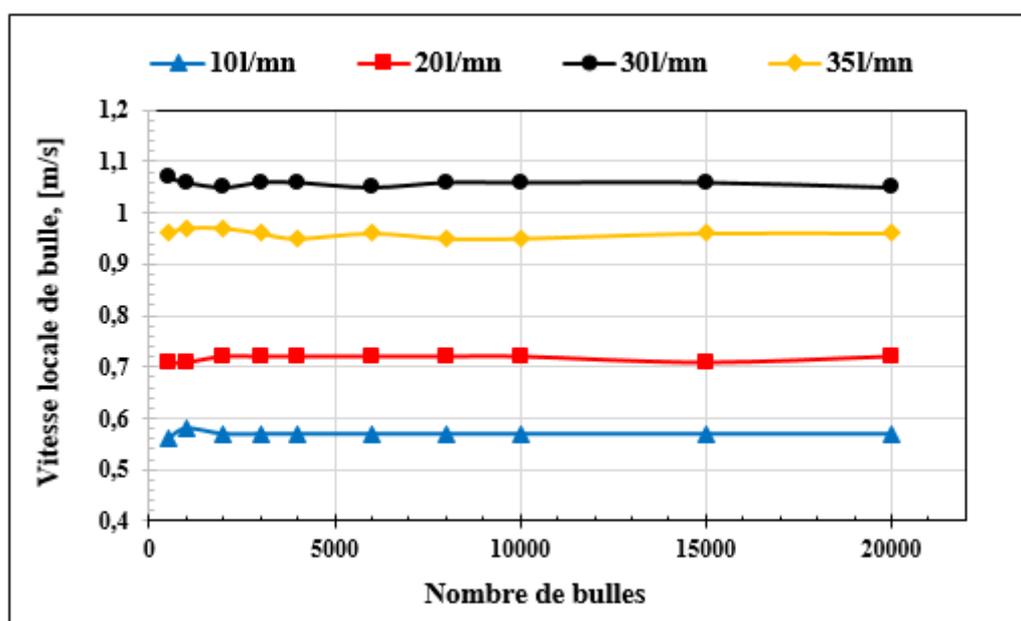
Comme il vient d'être exposé, les informations délivrées par la bi-sonde optique sont issues d'un traitement basé sur des calculs statistiques, il est donc nécessaire de déterminer la taille d'échantillon de bulles optimale pour avoir une bonne convergence statistique des résultats. La convergence des mesures a été observée en fonction du nombre de bulles pour trois paramètres caractéristiques de l'écoulement : le taux de vide α_G , le diamètre des bulles d_b et la vitesse moyenne d'ascension des bulles V_b .

Nous avons effectué plusieurs séries de mesures pour une taille d'échantillon allant de 500 à 20.000 bulles et pour quatre débits d'air différents ($10 l.mn^{-1}$; $20 l.mn^{-1}$; $30 l.mn^{-1}$ et $35 l.mn^{-1}$) (tableau 2.1). Les résultats de cette analyse seront présentés ci-dessous.

Débit d'air ($l.mn^{-1}$)	Débit liquide ($m^3.h^{-1}$)	Pression d'air à l'entrée du diffuseur (bar)	Pression du vide en tête de colonne(bar)
10	2,72	2	- 0,26
20	3,6	2,70	- 0,25
30	4,12	2,70	- 0,25
35	3,87	2,90	- 0,25

TABLE 2.1 – Paramètres hydrodynamiques des conditions de mesure des convergences

Nous rappelons ici que les débit d'air exprimé en litre par minute ($l.mn^{-1}$) dans le tableau ci-dessus et dans tout le manuscrit sont des normaux litres par minute noté $nl.mn^{-1}$.

FIGURE 2.17 – Convergence de la vitesse moyenne des bulles ($Vb1 = 10 l.mn^{-1}$; $Vb2 = 20 l.mn^{-1}$; $Vb3 = 30 l.mn^{-1}$; $Vb4 = 35 l.mn^{-1}$)

Nous observons sur les figures 2.17, 2.18 et 2.19 que la convergence des résultats est obtenue pour une taille d'échantillon de 7.10^3 , 8.10^3 et 10^4 respectivement pour la vitesse d'ascension, le diamètre et le taux de vide.

A l'issu des observations faites sur les convergences des trois paramètres (taux de vide, vitesse et diamètre de bulles), nous avons retenu pour la suite des mesures à effectuer par la bi-sonde optique, un nombre de bulles de 1.10^4 suffisant pour garantir à la fois la convergence des mesures de vitesse, de diamètre de bulles et du taux de vide.

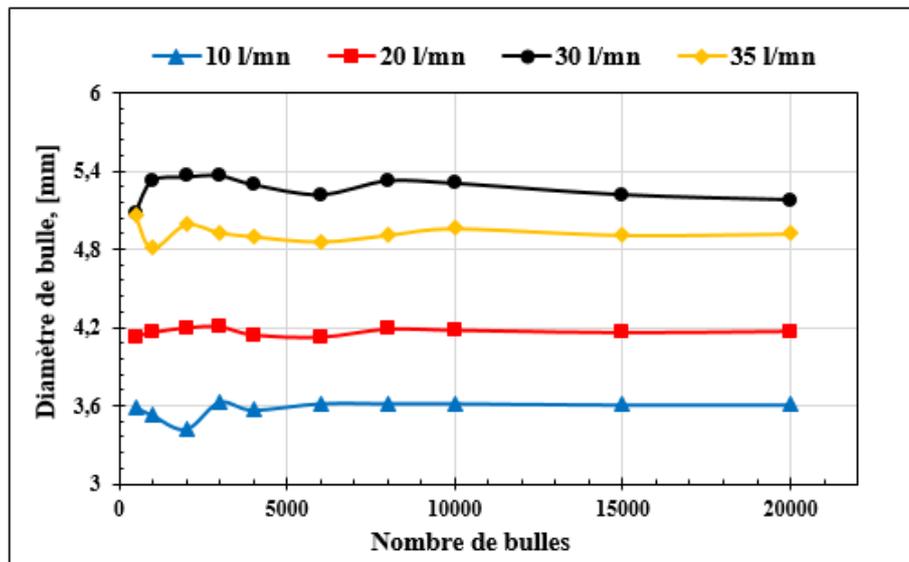


FIGURE 2.18 – Convergence du diamètre moyen des bulles ($Db1 = 10 \text{ l.mn}^{-1}$; $Db2 = 20 \text{ l.mn}^{-1}$; $Db3 = 30 \text{ l.mn}^{-1}$; $Db4 = 35 \text{ l.mn}^{-1}$)

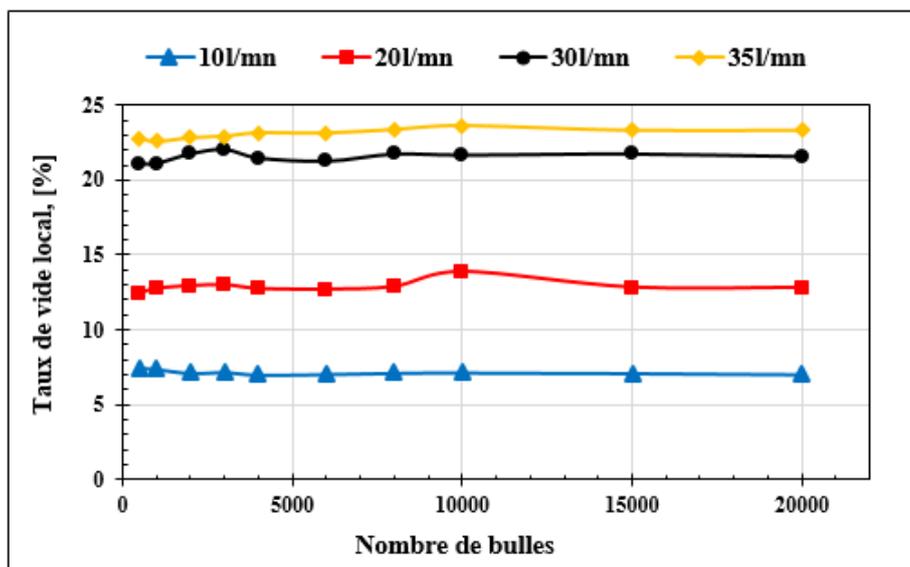


FIGURE 2.19 – Convergence du taux de vide ($Q1 = 10 \text{ l.mn}^{-1}$; $Q2 = 20 \text{ l.mn}^{-1}$; $Q3 = 30 \text{ l.mn}^{-1}$; $Q4 = 35 \text{ l.mn}^{-1}$)

2.5.2 Vélométrie par image de particules

La Vélométrie par Image de Particules est une technique de visualisation optique qui permet d'obtenir le champ de vitesse à partir d'images successives de l'écoulement. La vitesse est calculée à partir de l'intervalle de temps connue entre les deux prise de vue et le déplacement mesuré. C'est une technique optique de suivi dans le temps et dans l'espace des particules solides ensemencés dans un écoulement fluide. Si les particules sont suffisamment petites, de

densité voisine de celle du fluide, et si les accélérations ne sont pas trop grandes, la vélocimétrie par image de particules considère que l'on peut envisager que ces particules suivent bien l'écoulement. Alors, la vitesse des particules devient une estimation précise de la vitesse du fluide. Un plan lumineux est créé pour éclairer ces particules en déplacement et une caméra dont l'axe optique est perpendiculaire à ce plan enregistre successivement deux images de la zone éclairée à deux instants très proches. L'analyse par Vélocimétrie par Image de Particules permet ensuite de traiter ces images numériquement. Cette technique permet de reconstituer un champs de vitesse dans un plan en divisant les images en fenêtres d'interrogations et en déterminant la vitesse des particules situées dans celles-ci. La vitesse est alors déterminée en divisant ce déplacement par l'intervalle de temps entre les deux images.

La chaîne de mesure par vélocimétrie par image de particules PIV se compose :

- d'un laser pulsé Nd Yag, modèle Nano L 120-20 de puissance 125 mJ et de longueur d'onde $\lambda = 532 \text{ nm}$;
- d'un bras optique au bout duquel est montée une lentille cylindrique qui permet d'obtenir la nappe laser ;
- d'une caméra LaVision sCMOS (2560 x 2160 pixels) ;
- d'un miroir incliné à 45° disposé sous le bassin transparent à travers lequel les prises d'images sont effectuées ;
- des particules de polyamide pour faire l'ensemencement de l'écoulement.

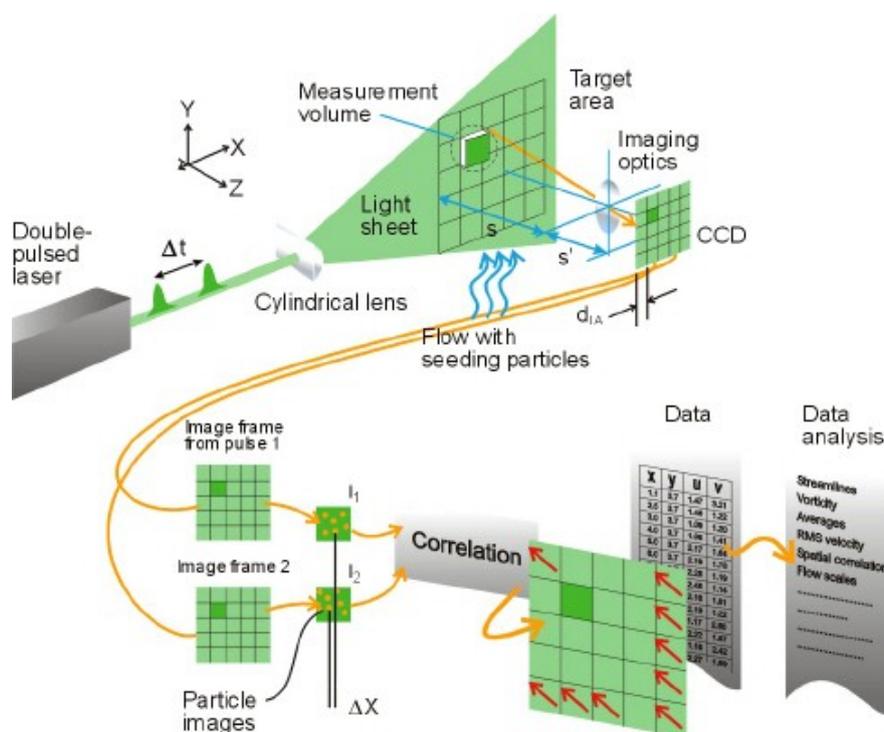


FIGURE 2.20 – Principe de mesure PIV

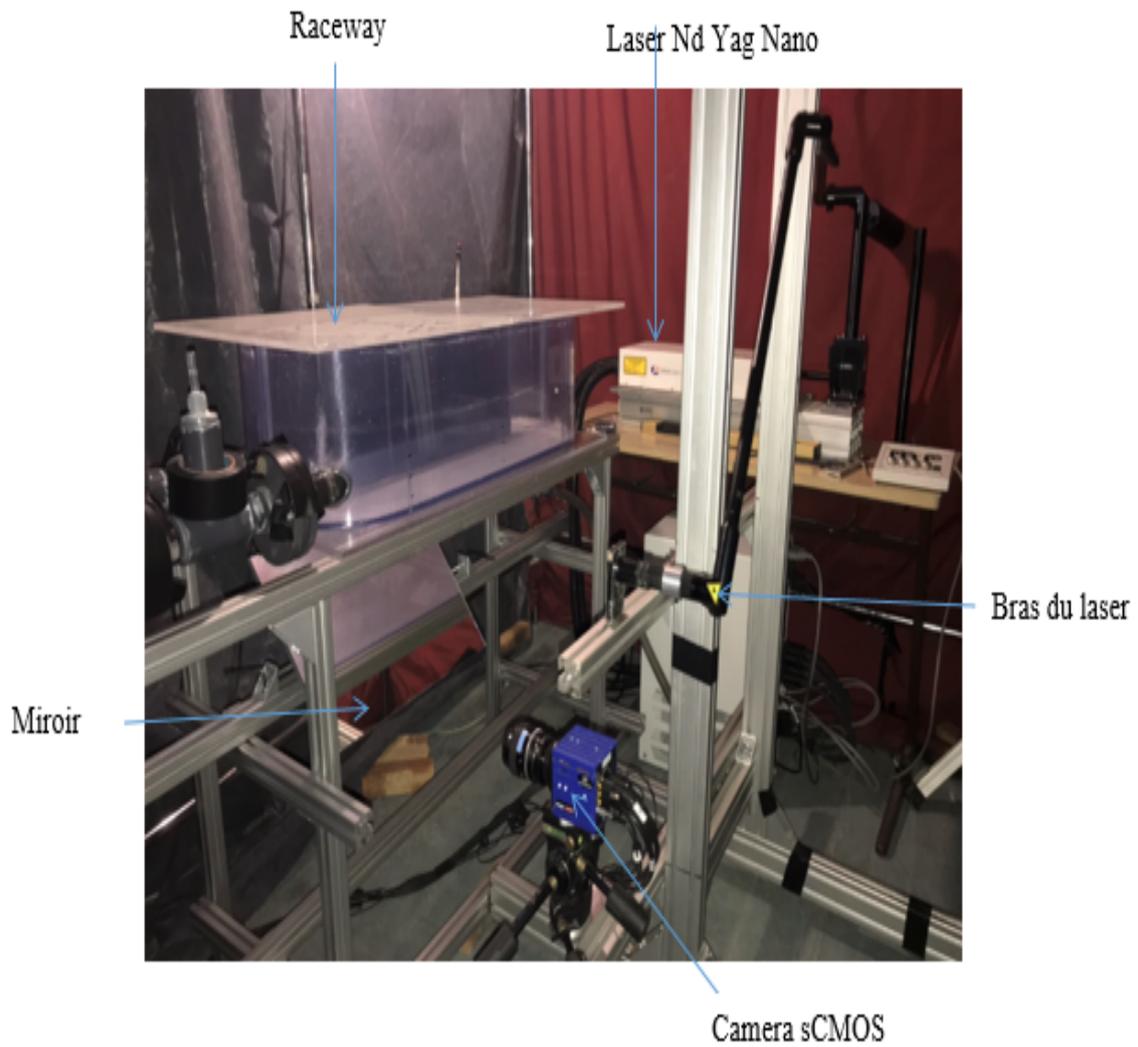


FIGURE 2.21 – Système optique de mesure PIV du bassin de recirculation de l'airlift

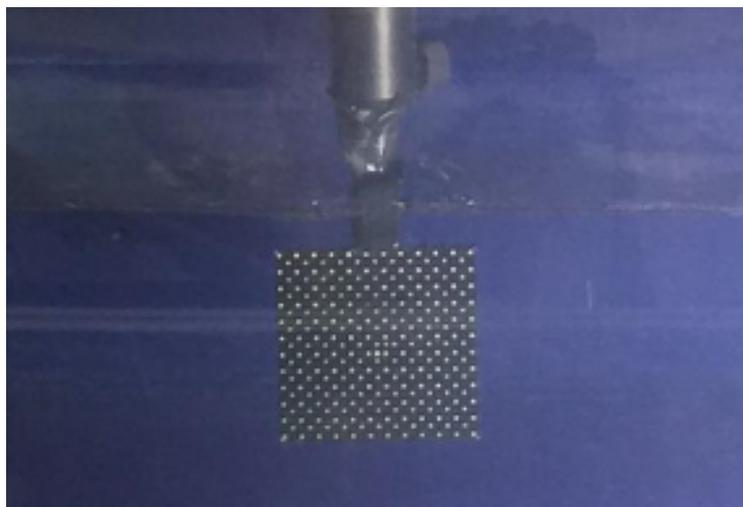


FIGURE 2.22 – Mire placé dans le raceway

Un bras, composé d'un ensemble de miroirs servant à orienter le faisceau laser, permet d'amener le faisceau à l'emplacement voulu. Une première lentille servant à focaliser le faisceau et à diminuer le diamètre, puis une lentille cylindrique permet de générer ainsi une nappe laser. Cette nappe fine permet d'améliorer la résolution spatiale des champs de vitesse.

La nappe laser est réglée de manière à traverser le raceway au niveau des repères indiquant le plan de mesure. Une mise au point de l'optique est réalisée afin d'avoir la nappe la plus fine possible et une intensité importante au centre de la cuve.

Une caméra sCMOS (1566 x 2592 pixels codés sur 16 Bits) permet l'enregistrement des doublets d'images consécutives et de stocker la première image (trame ou frame) en un temps suffisamment court afin de pouvoir enregistrer la seconde. Le « temps mort » entre les deux images est très court et peut être de l'ordre de 100 ns. L'objectif de la caméra est placé perpendiculairement à la nappe lumineuse. En ce qui concerne les réglages de la caméra, une mise à niveau et une vérification de la perpendicularité de l'objectif avec le plan laser sont faits. Une calibration à l'aide d'une mire plongée dans le raceway et placée dans le plan laser est effectuée avant chaque changement de configuration. Cela permet de vérifier le positionnement de la caméra et de trouver la relation entre les coordonnées dans l'image et les coordonnées dans le plan de mesure. Elle permet donc de déterminer le rapport : distance en pixels sur l'image/distance réelle en mètre.

La synchronisation du déclenchement du laser avec la prise d'image se fait par l'intermédiaire d'un Q-Switch piloté lui-même par ordinateur avec le logiciel DaVis 8. Il est ainsi possible de contrôler la fréquence d'acquisition, temps entre chaque doublet d'images et le temps entre les deux images d'un doublet (Δt).

Si la fréquence d'acquisition est trop faible, le déplacement excessif des particules entre deux images requiert une maille de grande taille pour le calcul du champ de vecteur. Par contre si la fréquence est trop importante, le déplacement des particules sera faible et plus difficile à mesurer. Le mouvement d'une particule dans une maille doit être compris entre 1/10 et 1/4 de la maille.

La source laser est constituée de deux tubes qui émettent des pulses alternativement. Le pulse A correspond à la première trame et le pulse B à la deuxième. Les images de particules à des instants successifs sont enregistrées sur deux images successives formant la paire d'images.

Lors d'un test d'acquisition, l'ouverture du diaphragme de l'objectif et l'intensité du laser sont fixées de façon à ne pas saturer le capteur de la caméra. En pratique, l'ouverture est réglée au maximum afin d'avoir une faible profondeur de champ et n'observer que les particules dans la nappe, puis la puissance du laser est ajustée pour ne pas saturer le capteur. Ensuite, lors d'un test d'acquisition en continu, la mise au point de la caméra est faite : les particules éclairées

par le plan laser doivent apparaître nettement sur les images.

2.5.2.1 Choix et densité de particules

Pour une mesure fiable de vélocimétrie par image de particules, les particules doivent avoir une bonne visibilité dans l'écoulement. Cette visibilité dépend du choix des particules et de l'intensité de la nappe laser. Les particules de Polyamide permettent d'avoir une émission satisfaisante. La taille des particules est directement liée à leur vitesse de chute. Nous avons utilisé, dans le cadre de cette thèse, des particules de Polyamide qui font $50 \mu m$ de diamètre.

Après avoir déterminé le type et la taille de particules qui vont servir de traceur, il est primordial de déterminer la concentration optimale de particule pour la mesure PIV. Si cette concentration est trop élevée, les traceurs ne seront plus distingués individuellement, et si elle est trop faible, les traceurs ne seront pas distribués uniformément dans l'image. Le choix de la concentration est donc lié à la taille des traceurs, à la quantité de traceurs introduite dans le dispositif et au nombre de traceurs que l'on veut dans une image. Le nombre de traceurs dépend de l'épaisseur de la nappe et de la taille de l'image.

Pour faire une bonne mesure de vélocimétrie par image de particules, il est recommandé d'avoir un minimum de 10 particules dans chaque fenêtre d'interrogation de l'image PIV. Pour vérifier si la densité est bonne ou non, le logiciel LaVision, nous permet de vérifier le Peak-locking à travers une fonction de probabilité de densité. Cette fonction est vérifiée sur une image PIV et permet d'observer une valeur de Peak-locking suivant chaque composante du vecteur vitesse. Si l'on a une valeur inférieure à 0,01, on considère que la densité des particules est suffisante pour faire une mesure PIV.

2.5.2.2 Traitement des images

Le traitement des images se décompose en quatre étapes : le pré-traitement ; la définition d'un masque ; la définition du paramètre de calcul vitesse et le post-traitement. Le logiciel DaVis 8 est utilisé pour le calcul des vitesses instantanées par inter corrélation. Le traitement des champs de vitesse est ensuite effectué. A partir des images acquises, les opérations de soustraction du fond d'image et d'application d'un masque conduisent à l'augmentation du rapport signal sur bruit et à la détermination des champs de vitesse instantanées de $20 \times 20 \text{ cm}^2$.

Pour cette étude, l'ensemble de l'écoulement est visualisé sur l'image. Ces vecteurs ont été obtenus avec des fenêtres d'interrogation de 12×12 pixels (soit $\approx 1 \text{ mm}^2$) avec un overlap de 50%. L'intervalle de temps entre les deux images est choisi selon la vitesse de l'écoulement afin d'avoir un déplacement moyen des particules approximativement égal à $1/3$ de la fenêtre d'interrogation.

2.6 Transfert de masse par désorption du CO_2

L'évaluation de la fonction transfert de masse de la colonne à dépression est réalisée expérimentalement par le processus de stripage du CO_2 . L'expérience est menée sur le dispositif expérimental décrit précédemment (figure 2.3), en y incorporant les instruments nécessaires à l'injection du CO_2 et à la mesure de sa concentration. Une sonde à CO_2 de marque Metler Toledo modèle Inpro5000 pour une mesure en ligne de la concentration en CO_2 dissout du liquide est utilisée.

2.6.1 Méthodologie d'évaluation du transfert de masse

Les capacités d'échange de matière entre l'eau et l'air au sein de la colonne airlift sont étudiées en suivant au cours du temps, les concentrations en dioxyde de carbone dans le bassin associé à la colonne. Cette opération de désorption ou stripage consiste à extraire progressivement par injection d'air, dans la colonne à bulles, le soluté dissous initialement présent dans l'eau. Pour ce faire, du dioxyde de carbone est injecté dans le raceway à travers un diffuseur à bulles en céramique immergé dans l'eau du raceway sursaturée en CO_2 . En partant d'une concentration initiale en soluté dans le raceway, la colonne sous dépression est mise en route. L'évolution de la concentration en CO_2 dans la phase liquide est mesurée toutes les deux minutes pendant une heure de fonctionnement en boucle de la colonne. La mesure est faite à l'aide d'une sonde CO_2 (Metler Toledo) fixée sur la conduite de retour de la colonne vers le raceway. La désorption du CO_2 est évaluée pour plusieurs configurations de fonctionnement en faisant varier le débit d'air, en bridant le conduit d'entrée du liquide dans la colonne afin d'évaluer l'effet du débit liquide sur la désorption.

Après avoir évalué le stripage du CO_2 , une détermination du coefficient de transfert de masse dans le système global a été faite. En considérant un mélange parfait dans l'ensemble du système fonctionnant en circuit fermé, la valeur de $K_L a$ se déduit à partir d'un bilan instantané sur le système étudié :

$$\frac{dC_L}{dt} = K_L a^* (C_S - C_L) \quad (2.9)$$

2.7 Séparation solide-liquide en airlift sous dépression

2.7.1 Montage expérimental

Le montage expérimental utilisé pour l'analyse des capacités extractive de la colonne à bulles sous dépression est le même que celui présenté précédemment (figure 2.3). La hauteur de colonne est de 3 m et celle-ci est équipée d'un système de récupération sous vide de l'écume, muni d'une vanne permettant de collecter l'ensemble de la phase extraite (figure 2.2). Pour les essais de séparation solide-liquide, des instruments de mesures spécifique à la fonction de séparation sont utilisés :

- un turbidimètre de précision $\pm 0,5$ NTU ;
- un tensiomètre pour déterminer la tension de surface du liquide ;
- un agitateur électrique pour la préparation de la solution de caséine.

L'évolution de la quantité de matières solides en suspension dans la phase liquide est analysée à partir d'une mesure de turbidité de la phase liquide qui circule dans le dispositif expérimental. Un turbidimètre (PCE-TUM 20) a été utilisé pour caractériser l'extraction basée sur une mesure optique lui permettant de lire des valeurs de turbidité allant de 0 jusqu'à 1000 NTU. Le NTU est l'unité de mesure de turbidité néphélométrique. Le calibrage de l'appareil est effectué avec deux solutions standard dont une solution de 0 NTU et une solution de 100 NTU.

Afin de déterminer la relation entre la concentration en $g.l^{-1}$ et la turbidité en NTU, nous avons établis expérimentalement une courbe d'étalonnage qui sera exploitée par la suite pour présenter les résultats du chapitre 4.

2.8 Conclusion

La colonne à bulles présentée dans ce chapitre est le dispositif principal de ce travail de thèse. Cette colonne basée sur le principe de l'airlift est couplée à un vide partiel, ce qui lui confère la capacité à réaliser simultanément trois fonctions : pompage hydraulique, transfert de masse et séparation solide-liquide des matières en suspension dans le mélange diphasique. Ces fonctions ainsi que le régime d'écoulement de l'airlift sont influencées par plusieurs paramètres caractéristiques du fluide et de la colonne : Le débit de la phase liquide, la hauteur de la colonne, la granulométrie des bulles, le taux de vide et la hauteur de refoulement de l'airlift. Dans une perspective d'étudier les principaux paramètres caractéristiques de l'airlift, l'instrumentation expérimentale nécessaire a aussi été présentée dans ce chapitre. Pour la caractérisation hydrodynamique de l'airlift, une méthode de mesure globale et une méthode de mesure locale par bi-sonde optique ont été présentées.

La caractérisation locale permet de déterminer expérimentalement le taux de vide, la vitesse moyenne d'ascension des bulles et le diamètre moyen de bulles. Une analyse des courbes de convergence a montré qu'à partir de 1.10^4 bulles, les résultats restent stables et convergent vers les mêmes valeurs.

A la suite de ce chapitre, le chapitre 3 fera l'objet de la caractérisation hydrodynamique de l'airlift suivi de ses capacités de transfert de masse et au chapitre 4 seront présentés les modes opératoires et les résultats d'une étude de clarification des eaux par airlift à travers l'analyse des capacités extractives de la colonne en eau douce.

Étude de l'hydrodynamique des phases liquide et dispersée

Sommaire du chapitre

3.1	Introduction	66
3.2	Évolution du taux de vide global	70
3.3	Étude hydrodynamique de la phase liquide	72
3.3.1	Variation du débit de la phase continue	72
3.3.2	Évolution de la vitesse superficielle de la phase continue	75
3.4	Étude hydrodynamique de la phase dispersée	77
3.4.1	Vitesse superficielle d'ascension des bulles	77
3.5	Caractérisation locale de la phase dispersée	82
3.5.1	Taux de vide local	82
3.5.2	Diamètre local moyen des bulles	90
3.5.3	Vitesse locale d'ascension des bulles	97
3.6	Étude de la fonction de désorption du CO_2	104
3.7	Conclusion	106

3.1 Introduction

Les écoulements gaz-liquide dans les colonnes à bulles sont intrinsèquement instables. La dynamique de tels écoulements influence les performances de mélange et de transfert de masse. Il est donc important de caractériser la dynamique de l'écoulement gaz-liquide [Singh et al., 2017]. Aussi, une parfaite connaissance de la dynamique de l'écoulement dans la colonne à bulles repose sur celle de la bulle [Besagni et al., 2017].

En effet, la configuration des écoulements multiphasiques dans une conduite verticale peut être caractérisée par l'existence de structures assez stables. Ces structures n'apparaissent que pour un écoulement développé, quatre types de structures sont identifiées pour la phase dispersée (Figure 3.1). Leur présence ou non dépend de la vitesse superficielle du gaz, du diamètre de la colonne et du type de diffuseur de gaz [Bouaifi et al., 2001, Yan et al., 2019]. La connaissance de la taille des bulles et du taux de vide est cruciale pour déterminer l'aire interfaciale gaz-liquide et le transfert de masse [Azzopardi et al., 2011].

Les régimes dépendent des conditions d'opération (pression, température), des propriétés physiques des phases, des débits, de la géométrie et de l'orientation de la conduite. Il est admis que cette organisation ne dépend essentiellement que des vitesses superficielles du gaz et du liquide [Taitel et al., 1980, Chen et al., 1994a]. La transition entre les différents régimes est graduelle et les frontières sont dans une large mesure subjectives. Concernant les colonnes à bulles, quatre états d'écoulement de gaz, sont identifiés en fonction de la vitesse superficielle du gaz, du diamètre de la colonne et du type de diffuseur de gaz [Bouaifi et al., 2001, Yan et al., 2019]. La transition d'un régime à bulles vers le régime à poche passe par un régime intermédiaire où cohabitent des bulles de tailles initiales et des bulles de tailles plus importantes issues de la coalescence de bulles plus fines. D'après Peng [Peng and Di, 1994] et Lucas [Lucas et al., 2005], il s'agit d'un phénomène clé qui apparaît lors de la transition de l'écoulement à bulles vers l'écoulement à poches. Pendant leur ascension, les bulles de grand diamètre suivent une trajectoire hélicoïdale (Figure 3.2).

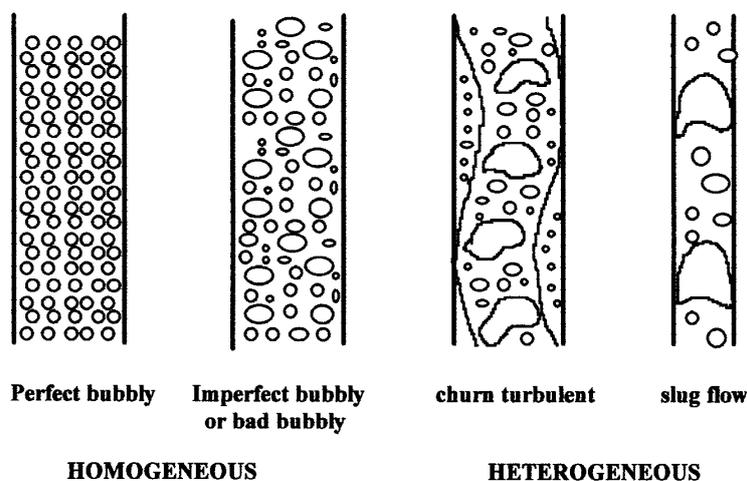


FIGURE 3.1 – 1- Bulles indépendantes (bubbly), 2- Bulles agglomérées, 3-Pulsatile (churn), 4- Poches gaz bouchons-liquides (slug) [Bouaifi et al., 2001]

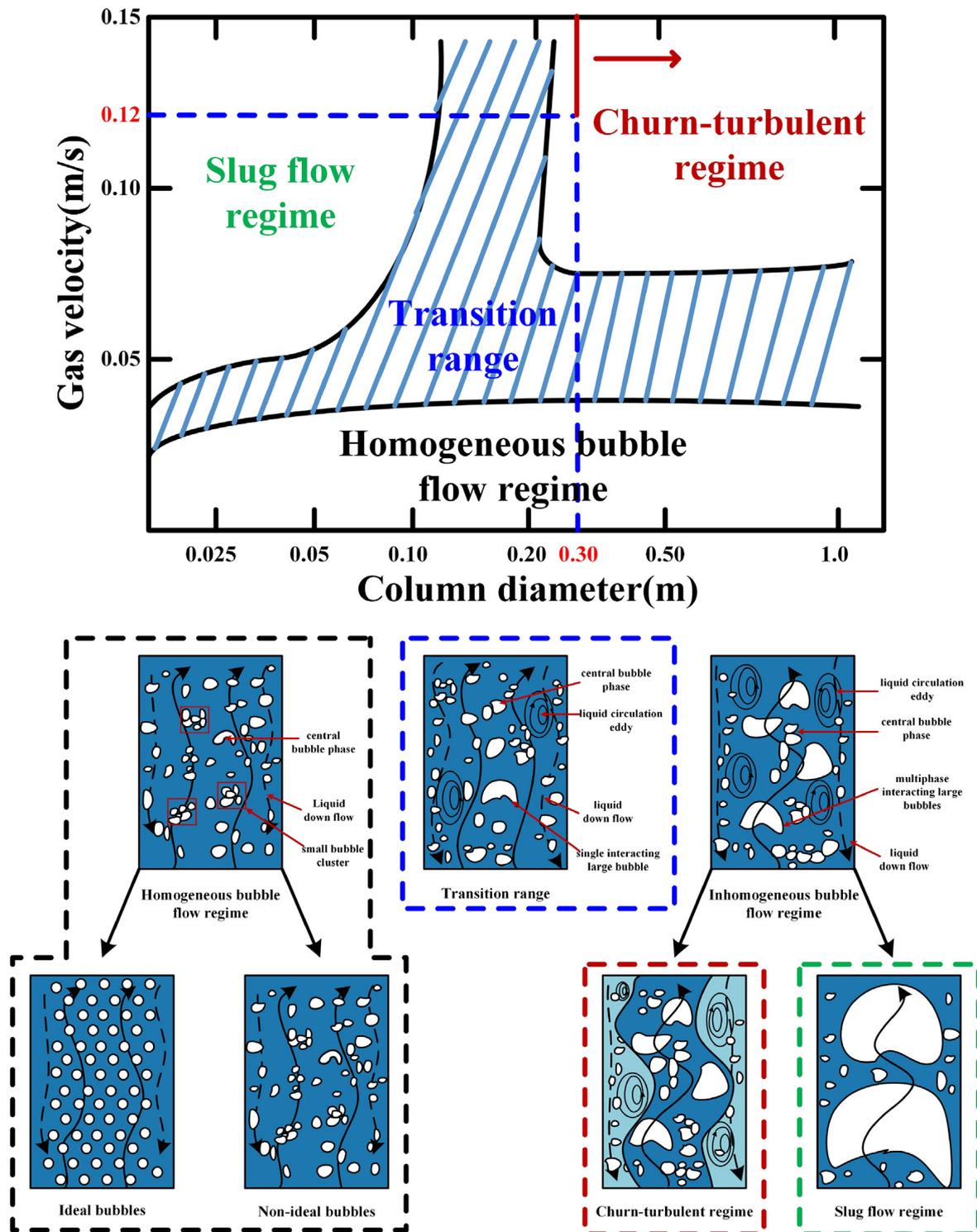


FIGURE 3.2 – Morphologie de l'écoulement d'une colonne à bulle verticale [Peng and Di, 1994]

L'analyse de la granulométrie des bulles dans les colonnes est soit réalisée par des techniques intrusives perturbant l'écoulement ou par des techniques non intrusives. Les techniques non intrusives utilisent soit des sondes tomographiques (tomographie par résistance électrique, tomographie par impédance électrique, etc.) [Young et al., 1991, Adetunji and Rawatlal, 2017]; soit l'analyse des images par PIV [Chaumat et al., 2007, Besbes et al., 2015]; ou la photographie [Giovannettone et al., 2009, Lau et al., 2013].

Les techniques intrusives font recours aux sondes à fibre optique. En termes de résultats, elles fournissent des mesures locales tandis que les techniques non intrusives fournissent une répartition sur une section transversale avec différentes résolutions spatiales et temporelles [Besagni et al., 2017]. Les avantages et les inconvénients des différentes techniques intrusives et non intrusives et leurs applications aux écoulements multiphasiques ont été présentés par plusieurs travaux antérieurs [Chaouki et al., 1997].

La précision des mesures du taux de vide dépend en grande partie de l'interaction bulle-sonde qui peut être caractérisée par des nombres adimensionnels appropriés. Trois paramètres adimensionnels sont nécessaires : deux pour la caractérisation de la bulle montante et un autre pour décrire le diamètre de la sonde. Le premier est le nombre de Weber modifié :

$$M = \frac{\rho D^2 u_b^2}{\sigma D_{op}} \quad (3.1)$$

où D est la taille équivalente au volume de la bulle, D_{op} est le diamètre de la fibre de la sonde, u_b est la vitesse de la bulle avant d'entrer en contact avec la sonde, ρ est la masse volumique du liquide et σ sa tension superficielle. M caractérise la capacité d'une bulle à surmonter les forces de tension superficielle aux quelles elle est soumise lors du contact avec la pointe de la sonde. Il s'agit du rapport entre les quantité de mouvement de la bulle ($\sim \rho D^3 \cdot u_b$) et de la force de tension superficielle de la sonde ($\sim \frac{\sigma D_{op} \cdot D}{u_b}$). Le deuxième nombre sans dimension est le nombre capillaire :

$$Ca = \frac{\mu u_b}{\sigma} \quad (3.2)$$

où μ est la viscosité du liquide. Il décrit l'importance relative des effets visqueux et de la tension superficielle. C'est le facteur déterminant pour le contrôle de l'épaisseur du film déposé sur la pointe de la sonde [Quéré, 1999]. Enfin, le dernier paramètre est le nombre de Weber :

$$We = \frac{\rho D u_b^2}{\sigma} \quad (3.3)$$

Il correspond au rapport des forces d'inertie aux forces de tension superficielle à l'échelle de la taille de la bulle. Dans le cas de petites bulles dans des liquides à faible viscosité, le nombre de Weber We détermine la forme de la bulle. En absence d'impuretés et lorsque la bulle a atteint les conditions terminales, le nombre capillaire (Ca) et le nombre de Weber (We) sont

directement reliés aux nombres de Morton et d'Eötvös [Clift et al., 1978] :

$$Mo = \frac{g\mu^4}{\rho\sigma^3} \quad (3.4)$$

$$Eö = \frac{\rho g D^2}{\sigma} \quad (3.5)$$

Les mesures de vitesse et de diamètre de bulles obtenues par l'utilisation d'une double sonde optique sont en adéquation avec celles estimées en utilisant une méthode par imagerie à l'aide d'un système de caméra rapide [Aliyu et al., 2017]. Les erreurs de mesure par sondes optiques dépendent du nombre modifié de Webber M , lorsque $M > 50$, la bulle n'est pas ralentie par les forces de tension superficielle. Dans ces conditions et d'après Vejrazka et al. [Vejražka et al., 2010] l'erreur de mesure de corde maximale devrait être inférieure à 10%.

C'est donc cette technique qui a été adoptée pour l'analyse de la phase dispersée qui sera présentée dans ce chapitre qui commence par une présentation des résultats de mesure du taux de vide global en fonction du débit d'air injecté. La deuxième partie est consacrée à l'analyse de l'hydrodynamique de l'écoulement à travers des grandeurs globales telles que les vitesses superficielles de la phases liquide et de la phase dispersée. On s'intéressera par la suite à présenter les caractéristiques locales de la phase dispersée obtenues à l'aide de la bi-sonde optique. L'analyse se focalisera sur le taux de vide, la vitesse et la granulométrie des bulles.

3.2 Évolution du taux de vide global

Dans un écoulement diphasique gaz-liquide, les interactions complexes entre les deux phases telles que les collisions et les coalescences entre des bulles adjacentes, les interactions entre les bulles et la paroi solide affectent les caractéristiques locales de l'écoulement, provoquant des fluctuations de la pression statique et de la vitesse, un mouvement fortement turbulent modifie à son tour le transfert de masse entre les deux phases de transfiguration de bulles etc.

L'un des facteurs clés influençant ces variables de débit local est le taux de vide. Des informations précises sur ce paramètre sont absolument nécessaires pour comprendre les phénomènes de transport turbulent du flux de bulles diphasique tels qu'ils existent réellement.

Le taux de vide global (ou rétention gazeuse) α_G est défini comme étant le volume de gaz dispersé rapporté au volume total du mélange diphasique. Il est obtenu à partir de mesures de pression à l'aide des capteurs de pression différentielle équipant la colonne (figure 2.2). Pour en déduire le taux de vide, on peut appliquer la relation de Bernoulli avec les hypothèses suivantes :

- il y a conservation de la vitesse entre les deux sections de mesure ;
- les pertes de charges dans la colonne sont négligeables du fait que la paroi de la colonne est en plexiglas et le diamètre de la colonne est grand.

Dans ces conditions, la différence de pression entre deux sections de la colonne, distantes de h , est donnée par l'expression suivante :

$$\Delta P = \alpha_L \rho_L g h + \alpha_G \rho_G g h \quad (3.6)$$

Avec :

g : accélération de la pesanteur ;

h : distance verticale entre les deux prises de pression ;

ρ_L : masse volumique du liquide à 20 °C ;

ΔP : différence de pression mesurée ;

α_G : taux de vide global (%) ;

α_L : fraction liquide (%).

Compte tenu que la fraction volumique du liquide est définie par $\alpha_L = 1 - \alpha_G$, ΔP s'écrit :

$$\Delta P = (1 - \alpha_G) \rho_L g h + \alpha_G \rho_g g h \quad (3.7)$$

Le terme $\alpha_G \rho_g g h$ est estimé à 3 Pa, soit du même ordre de grandeur que l'incertitude de mesure des capteurs de pression différentielle. On peut donc le négliger dans l'expression de ΔP :

$$\Delta P = \rho_L g h (1 - \alpha_G) \quad (3.8)$$

et en déduire l'expression du taux de vide :

$$\alpha_G = 1 - \frac{\Delta P}{(\rho_L g h)} \quad (3.9)$$

Des mesures de pression ΔP sont effectuées pour toute la plage de débit d'air injecté et le taux de vide est calculé par la relation 3.9, les résultats sont représentés sur la figure 3.3 en fonction du débit volumique de l'air (Q_v). Comme attendu, le taux de vide global augmente linéairement avec le débit d'air injecté. L'intérêt de cette mesure est surtout de pouvoir disposer d'une valeur de référence du taux de vide essentielle pour la détermination des vitesses superficielles des deux phases qui seront présentées dans le paragraphe suivant. Par ailleurs, le taux de vide ainsi mesuré, constitue aussi une base de donnée de référence qui permettra de valider ou non l'usage de la bi-sonde optique pour l'estimation du taux de vide local qui sera présentée par la suite.

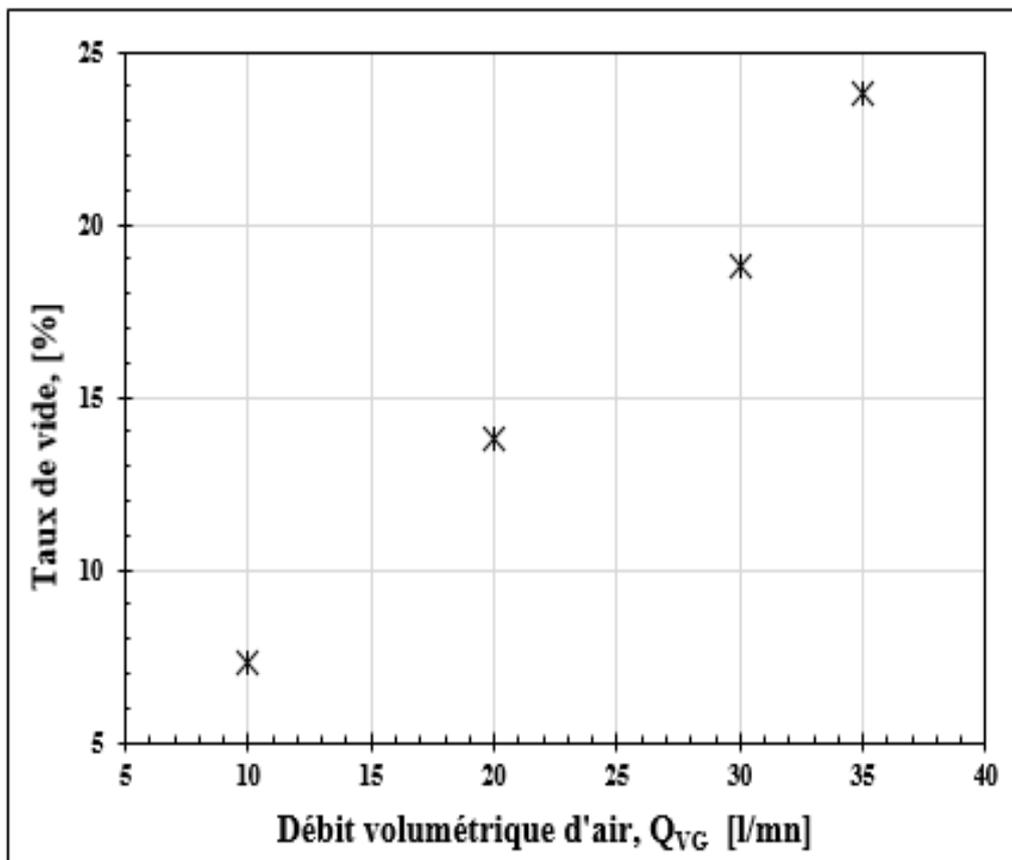


FIGURE 3.3 – Taux de vide global en fonction du débit volumétrique de l'air

3.3 Étude hydrodynamique de la phase liquide

3.3.1 Variation du débit de la phase continue

Comme décrit au chapitre 2, le dispositif étudié fonctionne sur le principe d'un gazosiphon avec une circulation du liquide qui est assurée par injection d'air dans le tube central (figure 2.2). C'est la montée des bulles qui est à l'origine du mouvement de la phase liquide et sa circulation en boucle fermée à travers le tube externe et le bassin de recirculation ou "raceway". L'étude hydrodynamique de colonne sous dépression consiste à analyser sa première fonction qui est celle du pompage et étudier l'influence du débit d'air sur cette capacité de mise en circulation du liquide.

Lors de ces essais, le débit d'air est régulé à l'aide du débitmètre massique, la plage des tests s'étend entre 2 et 40 $l.mn^{-1}$. Le débit d'eau correspondant est mesuré à l'aide du débitmètre à ultrason. Les pressions de fonctionnement ont été enregistrées pour chaque débit d'air testé. Les résultats de ces essais sont montrés par la figure 3.4 qui donnent l'évolution du débit liquide en fonction du débit d'air injecté.

Comme on peut le constater, le débit liquide augmente parallèlement au débit d'air injecté pour une plage de 2 à 30 $l.mn^{-1}$. Au-delà, nous constatons une inversion de la tendance avec une diminution du débit d'eau. Pour la première plage de débit de gaz injecté, on observe qu'au sommet de la colonne (figure 3.5), la séparation des deux phases se fait normalement : la vitesse du liquide à l'entrée du tube concentrique externe reste limitée afin d'assurer l'ascension des bulles qui atteignent la surface libre. Pour un débit de gaz supérieur à 30 $l.mn^{-1}$, on observe un entrainement de bulles d'air par le liquide lors de sa descente dans la conduite externe. Cette observation pourrait s'expliquer par l'accélération du liquide lors de son entrée dans la conduite de descente et l'atteinte d'une vitesse plus importante que la vitesse d'ascension des bulles. En conséquence, ces dernières sont entraînées par la phase liquide en première étape. Dans un deuxième temps, elles vont remonter à contre-courant : c'est le contre airlift qui apparaît dans le tube externe (figure 3.5). Il limite en conséquence le retour du liquide vers le bassin de recirculation. Le fonction de pompage de la colonne atteint un maximum au débit optimal de 30 l/mn .

Selon Castro [Castro and Zielinski, 1980], la nature du régime diphasique joue également un rôle principal dans la limitation du débit liquide généré. La transition d'un régime homogène à bulles vers un régime à poches ou à bouchons (plug/slug flow) ou à un régime agité (churn flow) correspond au débit d'air optimal à ne pas dépasser.

Dans le cas du système actuel, pour limiter l'effet de contre airlift sur le fonctionnement de la colonne, des essais ont été réalisés en contrôlant le débit liquide au moyen de vannes installées sur chaque conduite reliant la colonne au bassin de recirculation. Ces vannes permettent de brider le débit liquide pour un débit d'air fixe.

Les résultats de ces essais sont reportés sur sur la figure 3.6 . En plus du premier régime dont les

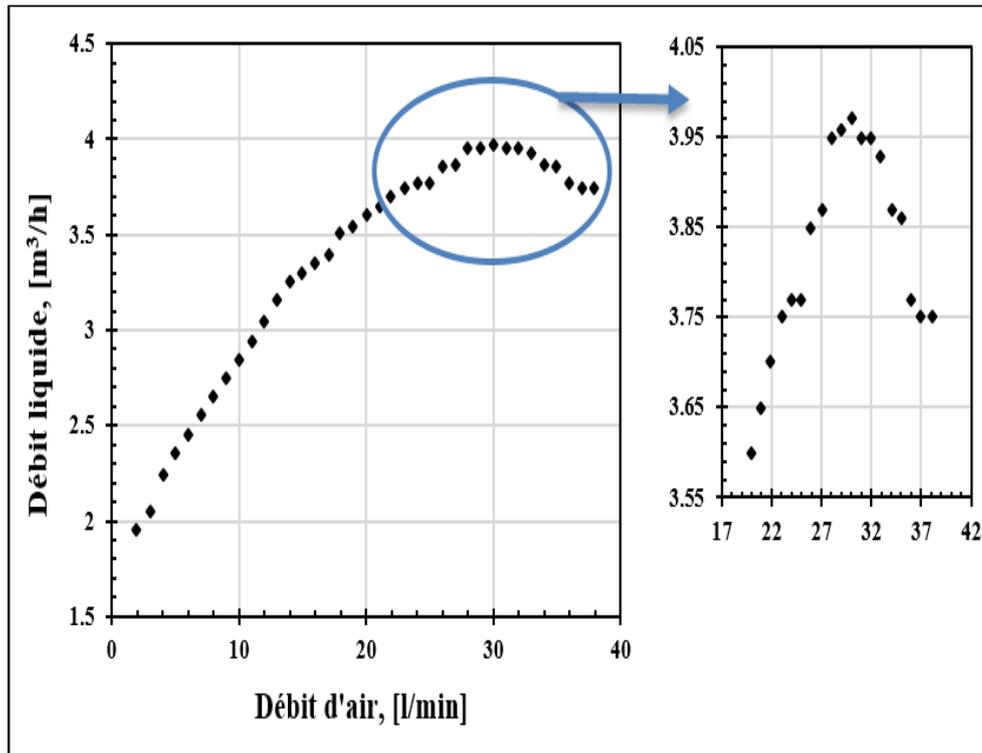


FIGURE 3.4 – Évolution du débit liquide en fonction du débit d'air

résultats viennent d'être exposés et correspondant à une ouverture totale de la vanne (c'est-à-dire $Q_{eau} = 100\%$), deux autres modes de fonctionnement ont été examinés. Ils correspondent à des fermetures partielles des vannes qui limitent le débit d'eau à, respectivement, 80% et 60% du débit initial.

Les deux nouveaux tests révèlent que, pour le fonctionnement bridé, le débit liquide garde le même profil et atteint une valeur asymptotique pour un débit d'air de $40 \text{ l}\cdot\text{mn}^{-1}$ sans observation d'un effet de contre-airlift. Un débit liquide plus faible est à l'origine d'une réduction de la vitesse liquide à l'entrée de la colonne de retour, donc à une absence d'entraînement des bulles observées initialement. Une piste possible pour augmenter le débit liquide tout en évitant le contre-airlift serait d'augmenter par exemple la section de passage, donc le rapport entre le rayon de la conduite externe et la conduite interne.

Les limites dans la fonction de pompage de la colonne sont souvent rattachées, dans la littérature, à la plage de variation de la vitesse superficielle d'ascension des bulles U_g qui sera analysée dans la suite de ce chapitre. Les plages obtenues sont conformes aux valeurs de transition de régime rencontrées dans la littérature. Par ailleurs, nous verrons, au chapitre 4, que même les capacités de séparation solide-liquide vont elles aussi être conditionnées par la vitesse superficielle des bulles.

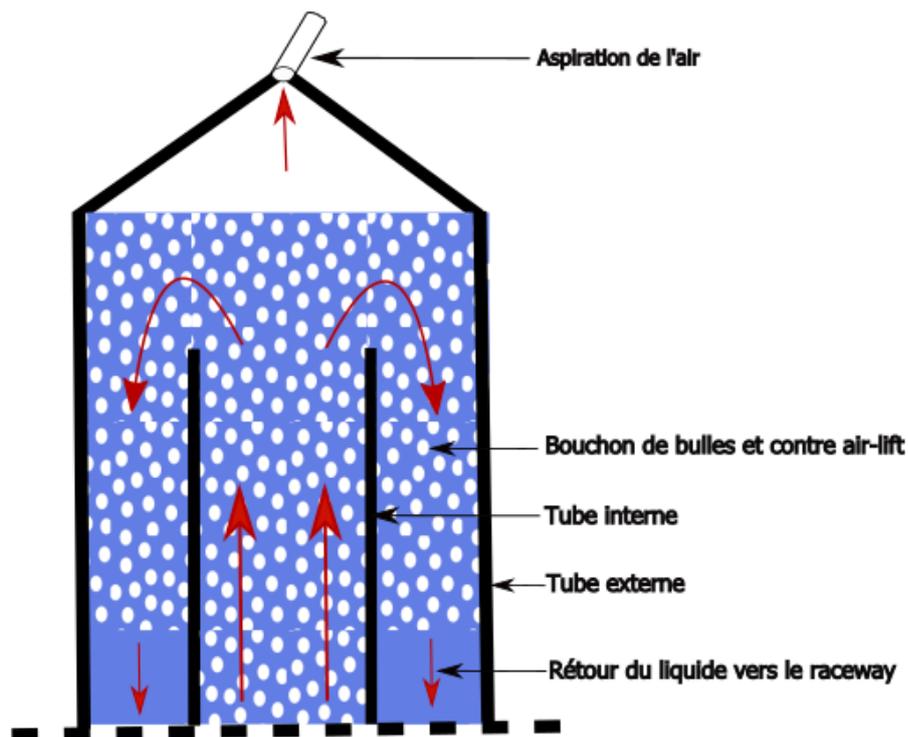


FIGURE 3.5 – Formation du contre airlift pour $Q_{air} > 30 \text{ l.mn}^{-1}$

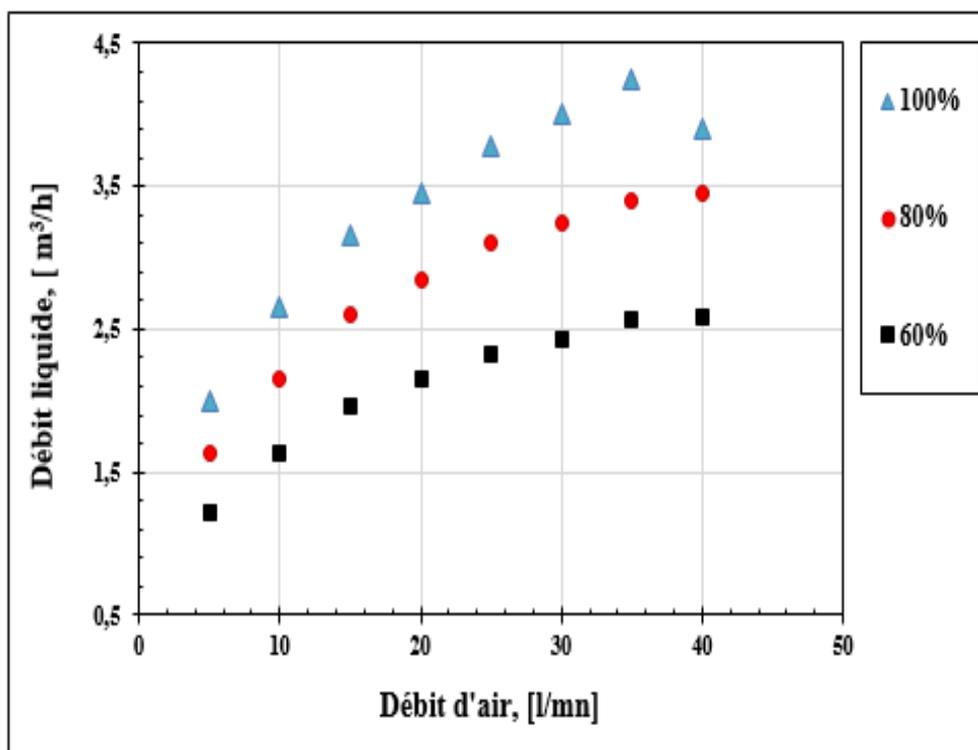


FIGURE 3.6 – Effet du bridage du débit liquide sur le régime de pompe

3.3.2 Évolution de la vitesse superficielle de la phase continue

En écoulement diphasique où s'effectuent des transferts entre les deux fluides, la surface de l'interface est en général peu ou mal connue. De ce fait les vitesses réelles de chacune des phases ne sont pas directement accessibles à partir de la connaissance du débit et de la géométrie. La vitesse superficielle est couramment utilisée, il s'agit d'une vitesse d'écoulement hypothétique calculée comme si la phase ou le fluide donné était le seul à être présent dans une section donnée. La deuxième phase est ignorée. C'est avec cette approche que nous allons nous intéresser ci-dessous à analyser l'évolution de la phase liquide et la phase dispersée.

Pour la phase liquide dont le débit est mesuré à l'aide du débitmètre à ultrason, la vitesse superficielle est donnée par l'expression suivante :

$$U_L = \frac{Q_L}{A_c} \quad (3.10)$$

où :

- U_L : vitesse superficielle [$m.s^{-1}$];
- Q_L : débit liquide mesuré [$m^3.s^{-1}$];
- A_c : section totale du tube interne de la colonne [m^2].

Définie ainsi, la vitesse liquide U_L ne prend pas en compte le mélange diphasique, c'est-à-dire la présence d'une fraction de gaz dans la colonne. Néanmoins une vitesse plus proche de la vitesse réelle du liquide peut être déterminée à partir de la vitesse superficielle U_L , qui tient compte de la présence d'une phase gazeuse dans le mélange :

$$W_L = \frac{U_L}{\alpha_L} \quad (3.11)$$

où :

- W_L : vitesse liquide réelle [$m.s^{-1}$];
- U_L : vitesse liquide [$m.s^{-1}$];
- α_L : fraction volumique du liquide.

La fraction volumique du liquide est donnée par l'expression :

$$\alpha_L = 1 - \alpha_G \quad (3.12)$$

avec α_G le taux de vide.

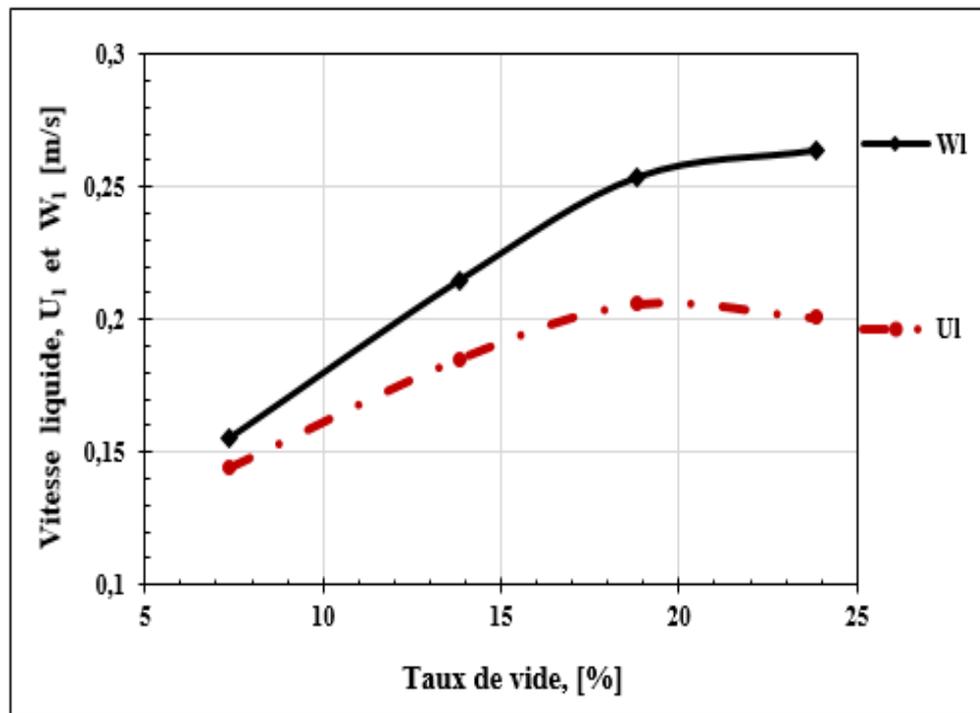


FIGURE 3.7 – Vitesse liquide théorique (U_L) et réelle (W_L) en fonction du taux de vide

Ces vitesses sont calculées pour les conditions expérimentales définies précédemment au paragraphe 3.3.1 et reportées sur la figure 3.7 en fonction du taux de vide déterminé au § 3.2. A l'analyse des évolutions de U_L et W_L , nous remarquons que les deux vitesses augmentent simultanément jusqu'à un taux de vide de 19%. A partir de cette valeur de α_G , U_L atteint un maximum proche de $0,22 \text{ m.s}^{-1}$ et décroît lentement par la suite. Dans les mêmes conditions, W_L continue à augmenter mais plus lentement que pour des valeurs plus faibles du taux de vide. Elle semble se stabiliser autour de $0,26 \text{ m.s}^{-1}$ au delà de $\alpha = 20\%$. Il en résulte que l'écart entre les deux vitesses se creuse pour les taux de vides supérieur à 14%. Pour un taux de vide de 20%, cet écart est de l'ordre de 25%, d'où l'importance de prendre en considération une vitesse liquide qui tient compte de la fraction volumique de l'air.

L'augmentation de la vitesse superficielle de la phase liquide est due à l'effet d'entraînement induit par les bulles en ascension et à une croissance du débit liquide avec le débit du gaz. Au delà d'un taux de vide de 20%, le débit liquide ne varie plus, U_L se stabilise, en revanche comme le taux de vide augmente, la vitesse réelle W_L du liquide poursuit son augmentation en raison d'une section de passage de plus en plus partagée avec la phase dispersée. Cette vitesse reste une grandeur globale, le champ de vitesses locales reste tributaire de la distribution locale de la phase gazeuse qui n'est pas nécessairement homogène comme on va le voir par la suite. Des variations locales de la phase dispersée peuvent être à l'origine d'hétérogénéité importantes dans la phase liquide.

3.4 Étude hydrodynamique de la phase dispersée

Comme pour la phase liquide, une approche simplifiée pour déterminer la vitesse de la phase dispersée consiste à définir la vitesse superficielle du gaz ou la vitesse de glissement des bulles à partir de la mesure du débit et des caractéristiques géométriques de la colonne. C'est cette approche qui sera présentée ci-dessous. Cette approche reste globale et est incapable de donner une idée plus précise sur les caractéristiques locales de la phase dispersée. Pour obtenir des informations plus détaillées sur le comportement des bulles, les résultats de l'exploration de l'écoulement au moyen de la sonde optique seront présentés par la suite.

3.4.1 Vitesse superficielle d'ascension des bulles

La vitesse superficielle des bulles est la vitesse débitante définie par le rapport entre le débit volumique du gaz Q_{vG} et la section transversale de la conduite A_c :

$$U_g = \frac{Q_{vG}}{A_c} \quad (3.13)$$

où :

- A_c : aire de la section totale du tube interne de la colonne, m^2 ;
- Q_{vG} : débit volumique de l'air, $m^3 \cdot s^{-1}$.

Il s'agit donc d'une vitesse globale souvent citée dans la littérature pour la classification des régimes hydrodynamiques des écoulements à bulles. Nous adopterons ici la même démarche, certains résultats seront présentés en fonction de cette vitesse ou du taux de vide.

Afin de déterminer cette vitesse à partir de la mesure du débit massique, le débit volumique du gaz est estimé en fonction des conditions locales de pression et de température dans la colonne :

$$Q_{vG} = \frac{Q_{mG}}{\rho} \quad (3.14)$$

où :

- Q_{mG} [$kg \cdot s^{-1}$] : débit massique mesuré au débitmètre massique ;
- ρ [$kg \cdot m^{-3}$] : masse volumique de l'air à mi-hauteur de la colonne :

$$\rho = \frac{P}{R_s T} \quad (3.15)$$

- P : pression absolue obtenue à 1 m au dessus des diffuseurs d'air (figure 2.2) ;

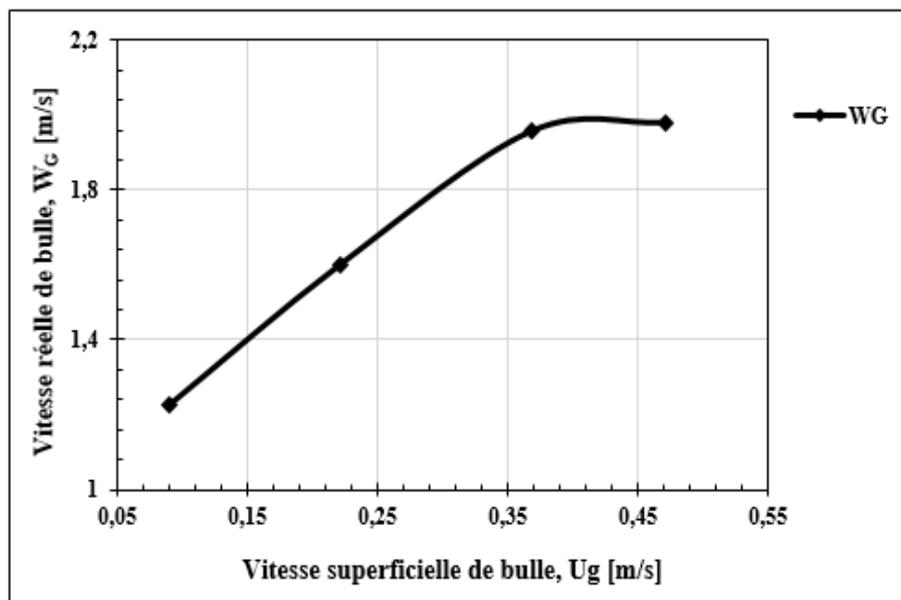


FIGURE 3.8 – Vitesse réelle de la phase gazeuse en fonction de la vitesse superficielle d'ascension

- T : température ;
- $R_s = 287 \text{ J.kg}^{-1}.K^{-1}$: constante du gaz.

A partir de la vitesse superficielle U_g , une vitesse superficielle W_G plus proche de la vitesse réelle des bulles en ascension est définie en tenant compte du taux de vide α_G :

$$W_G = \frac{U_g}{\alpha_G} \quad (3.16)$$

où :

α_G : taux de vide ;

W_G : vitesse réelle d'ascension des bulles, ($m.s^{-1}$) ;

U_g : vitesse superficielle d'ascension des bulles, ($m.s^{-1}$).

Ces essais sont effectués dans les mêmes conditions que dans le § 3.3.1, soit un débit d'air injecté variant entre 2 et 40 $l.mn^{-1}$. L'évolution de la vitesse W_G en fonction de la vitesse superficielle d'ascension U_g montrée en figure 3.8 révèle qu'après une croissance linéaire, W_G atteint le seuil de 2 $m.s^{-1}$ à partir d'une vitesse superficielle U_g de 0,36 $m.s^{-1}$. Ce comportement fait penser à un changement de régime de l'écoulement diphasique à partir de cette vitesse superficielle du gaz. Afin de mieux voir l'impact de cette vitesse sur le comportement du liquide, la vitesse réelle du liquide W_L est également analysée en fonction de la vitesse superficielle U_g et tracée sur la figure 3.9. On constate aussi le même effet de seuil qui apparaît à $U_g = 0,36 \text{ m.s}^{-1}$. Ceci confirme donc que le changement affecte à la fois la phase liquide et la phase dispersée démontrant un changement de régime de l'écoulement diphasique.

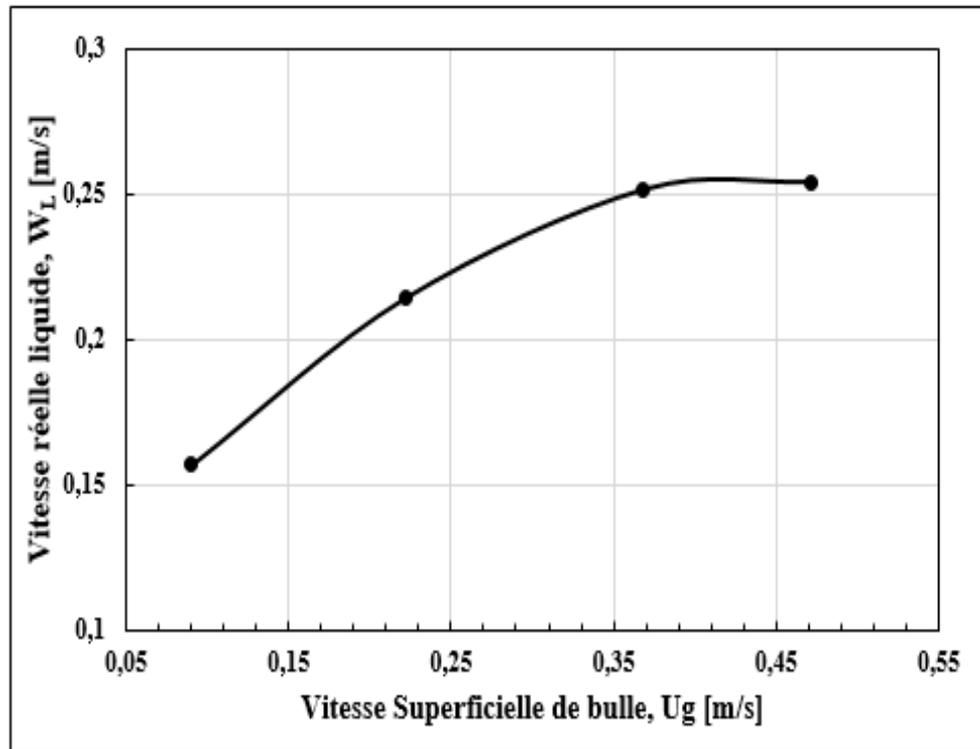


FIGURE 3.9 – Vitesse réelle de la phase liquide en fonction de la vitesse globale

Cette transition d'un régime à un autre peut être mise en évidence en reportant ces données sur la carte de régime d'écoulement de Taitel [Taitel et al., 1980] présentée au chapitre 1, section 1.1.4.2 et illustrée sur la figure 3.10. Sur cette carte, le point orange indique les conditions expérimentales obtenues à l'apparition de la transition pour $U_g = 0,36 \text{ m.s}^{-1}$ et $W_L = 0,26 \text{ m.s}^{-1}$. D'après cette carte, le fonctionnement de la colonne dans ces conditions est situé dans un régime à poches plutôt que dans régime homogène à bulles dispersées. Pour les autres point de fonctionnement U_g inférieures à $0,36 \text{ m.s}^{-1}$ et W_L inférieure à $0,26 \text{ m.s}^{-1}$, le fonctionnement le régime se rapproche d'avantage de la frontière bleue et donc du régime homogène à bulles dispersées. Notons toutefois que les frontières présentées sur cette carte sont très sensibles aux conditions expérimentales et qu'elles peuvent présenter des différences d'un auteur à un autre et que ces conclusions sont valables pour notre dispositif expérimental et leur validité dans d'autres configurations n'est pas assurée.

La transition vers le régime à poches entraîne l'apparition des instabilités pour cette géométrie de colonne. Elle est à l'origine de la diminution de la fonction de pompage et de l'apparition du contre airlift discutée dans la section 3.3.1. De plus ce régime est moins favorable à la fonction d'extraction, nous verrons dans le chapitre suivant que la vitesse $U_g = 0,36 \text{ m.s}^{-1}$ obtenue pour le débit d'air $Q_G = 30 \text{ l.mn}^{-1}$ est aussi la vitesse pour laquelle on a constaté une baisse des capacités d'extraction de la colonne en présence de caséine à $0,014 \text{ g.l}^{-1}$ (figure 4.7).

Les vitesses superficielles des deux phases présentées ci-dessus indiquent la présence permanente d'un glissement entre les bulles qui évoluent à une vitesse plus importante que celle

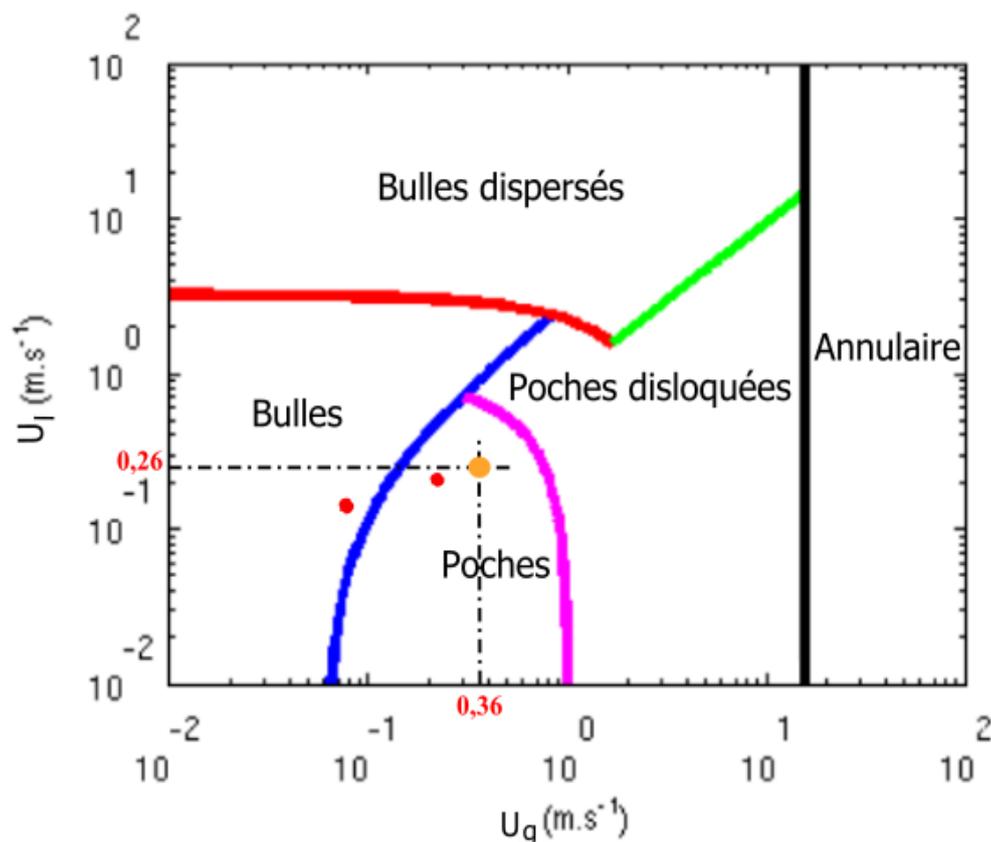


FIGURE 3.10 – Illustration du régime d'écoulement sur la carte de Taitel

du liquide. Ce glissement des bulles par rapport au liquide peut être quantifié en définissant la vitesse de glissement (W_{G-L}) par l'expression :

$$W_{G-L} = W_G - W_L \quad (3.17)$$

Nous constatons sur la figure 3.11 que le glissement enregistre une croissance rapide avec U_g mais atteint une limite pour $U_g = 0,36 \text{ m.s}^{-1}$ à la quelle on observe le changement de régime de l'écoulement. A partir de ce point, la différence de vitesse entre la phase liquide et la phase dispersée resterait constant. Quant à savoir si le glissement est homogène ou non dans une section donnée, seules les mesures locales nous permettrons d'en avoir la répartition.

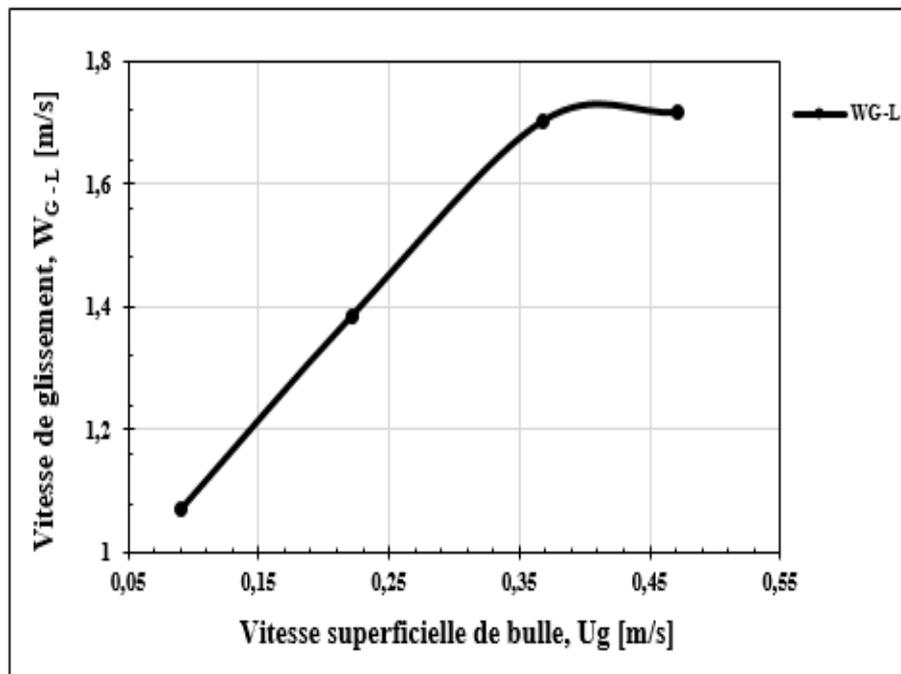


FIGURE 3.11 – Vitesse de glissement en fonction de la vitesse superficielle d'ascension

3.5 Caractérisation locale de la phase dispersée

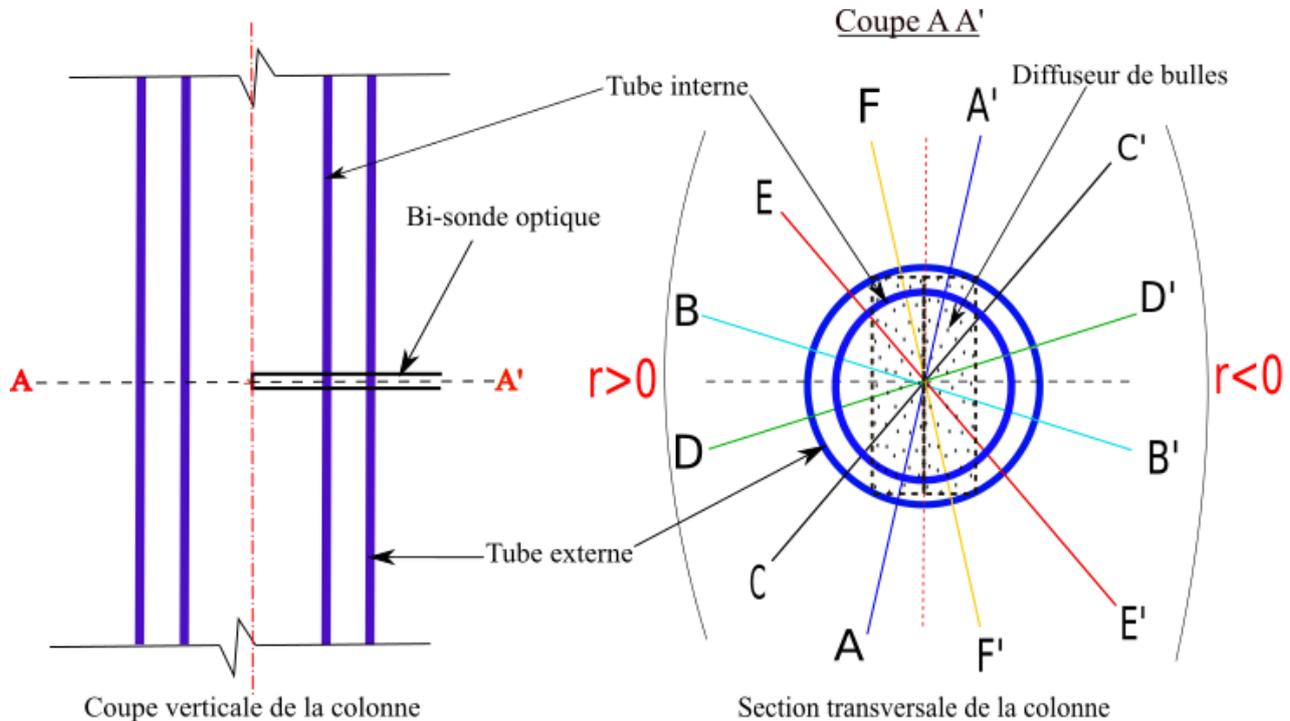


FIGURE 3.12 – Lignes de sondage par la bi-sonde optique

L'exploration de la phase dispersée de l'airlift sous dépression a été menée à l'aide d'une bi-sonde optique dont le principe de fonctionnement détaillé a été décrit au 2.5.1.1. Les mesures ont été réalisées en deux sections transversales de la colonne. Elle sont situées à 1 m et 2 m environ au dessus des diffuseurs d'air (figure 2.2). Pour chaque section, le sondage a été effectué le long de six diamètres montrés sur la figure 3.12.

Les profils radiaux du taux de vide local moyen, de la vitesse et du diamètre des bulles sont enregistrés pour différentes vitesses superficielles de gaz U_G . Les essais sont effectués en présence d'eau douce ou en eau déminéralisée afin d'étudier l'effet de la nature de l'eau sur la nature de l'écoulement.

3.5.1 Taux de vide local

Comme il a été expliqué au § 2.5.1.1, le taux de vide local est déduit de l'une des deux optodes de la bi-sonde optique en distinguant le temps pendant lequel elle reste exposée au gaz de celui où elle se trouve en milieu liquide.

Les profils du taux de vide, pour trois lignes de sondage dans chaque section, sont repré-

sentés sur la figure 3.14 respectivement pour l'eau douce et l'eau déminéralisée. Il en ressort que pour la section 1, le taux de vide local est relativement homogène sauf pour une grande vitesse U_g , donc un grand débit d'air, pour lequel on commence à observer une légère dissymétrie qui semble être légèrement plus marquée pour l'eau déminéralisée. Cette répartition s'étend jusqu'en section 2 avec toutefois une dissymétrie plus marquée pour l'eau déminéralisée à grand débit d'air.

Afin d'avoir une vue globale de la répartition de la phase dispersée dans chaque section, la répartition du taux de vide est présentée sous la forme d'isocontours montrées sur les figures 3.15 ; 3.16 ; 3.17 et 3.18. Sur ces figures, la ligne de sondage AA' est choisie comme origine de la position angulaire indiquée à l'extérieur de la section de mesure. Il faut remarquer ici que les lignes AA' et FF' sont les plus proches du plan vertical médian séparant les deux diffuseurs d'air (voir figure 3.12).

La première constatation concerne la bonne corrélation qui existe entre le taux de vide et le débit d'air avec une augmentation de taux de vide quand le débit Q_{air} d'air injecté augmente. La deuxième observation résulte de la comparaison entre la valeur moyenne du taux de vide, calculée à partir des mesures locales à la sonde, à une hauteur 2 m et celle du taux de vide global présentée au § 3.2. Les résultats, montrés dans la figure 3.13 pour de l'eau douce, révèlent qu'il existe une assez bonne corrélation entre les deux techniques de mesure. La bi-sonde optique donne une précision satisfaisante pour le taux de vide surtout à faible U_g , c'est-à-dire en régime à bulles homogène.

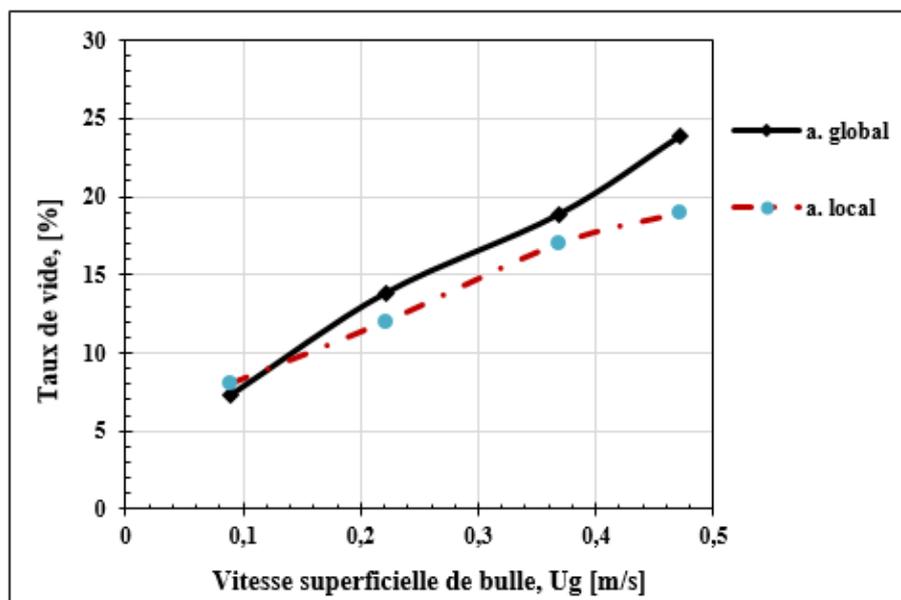


FIGURE 3.13 – Taux de vide local et global en fonction de la vitesse superficielle d'ascension ($h = 2$ m)

À faible U_g , la distribution spatiale du taux de vide est homogène à une hauteur de 1 m indiquant une répartition homogène des bulles à travers la section de mesure (figures 3.15 et 3.17). Le développement de l'écoulement et son homogénéisation s'avèrent très rapides et les effets de l'injection d'air s'atténuent sur une courte distance rendant ainsi l'écoulement par la suite indépendant de la conception des diffuseurs.

Avec l'augmentation du débit, la distribution de la phase dispersée est de plus en plus hétérogène. Le taux de vide est plus important dans un secteur compris entre 0 et 180° où apparaissent des valeurs maximales du taux de vide respectivement pour les secteurs compris entre 0 et 60° ainsi que 120 et 150° à partir de $U_g = 0,37 \text{ m/s}$ à la fois pour l'eau douce et l'eau déminéralisée.

À une hauteur de 2 m (figures 3.16 et 3.18), le taux de vide est globalement plus important à travers l'ensemble de la section quelque soit la nature de l'eau ou le débit d'air. La distribution spatiale révèle, qu'en présence d'eau douce, la phase dispersée est plus homogène. Avec l'eau déminéralisée et plus particulièrement à fort débit, la moitié de la section comprise entre 0 et 180° est toujours plus riche en bulles. Ces valeurs plus importantes que celles de la section 1 pour un même débit massique d'air, pourraient s'expliquer par un volume plus grand occupé par la phase dispersée due à une masse volumique plus faible.

Pour un taux de vide compris entre 5 à 25 %, la pression statique passe de 9300 dans la section 1 à 7300 Pa dans la section 2. Ceci entraîne une réduction de l'ordre de 11 % de la masse volumique. Ce résultat est conformément à ce qui a été signalé par Besagni et al. [Besagni and Inzoli, 2016b] et Wilkinson et al. [Wilkinson et al., 1992] pour des colonnes présentant un rapport de hauteur sur diamètre $H/D > 5$ ce qui est le cas pour la colonne étudiée ici.

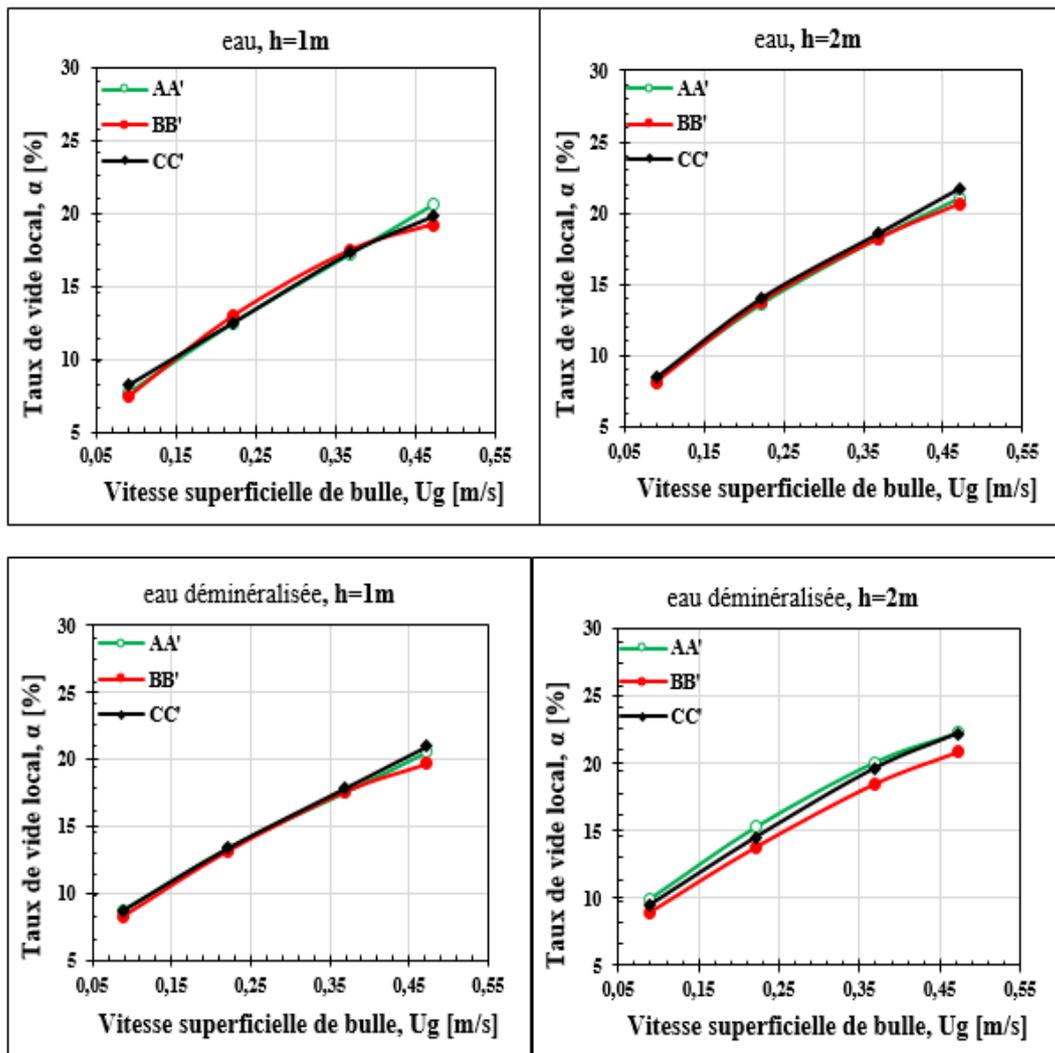


FIGURE 3.14 – Taux de vide local en fonction de la vitesse superficielle d'ascension

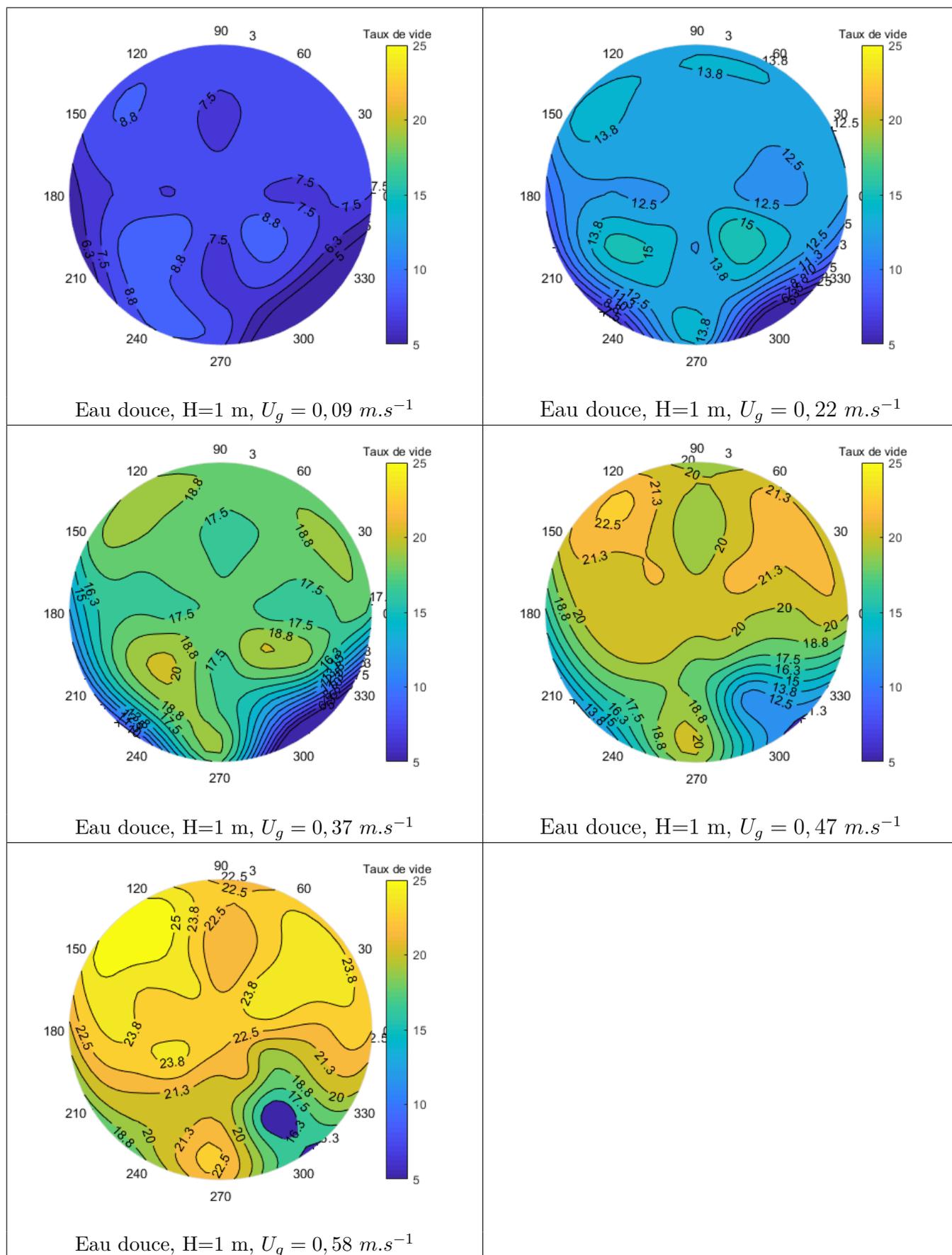


FIGURE 3.15 – Taux de vide local en eau douce à 1 m de hauteur

HASSAN BARKAI Allatchi - Thèse de l'INSA de Lyon 2020

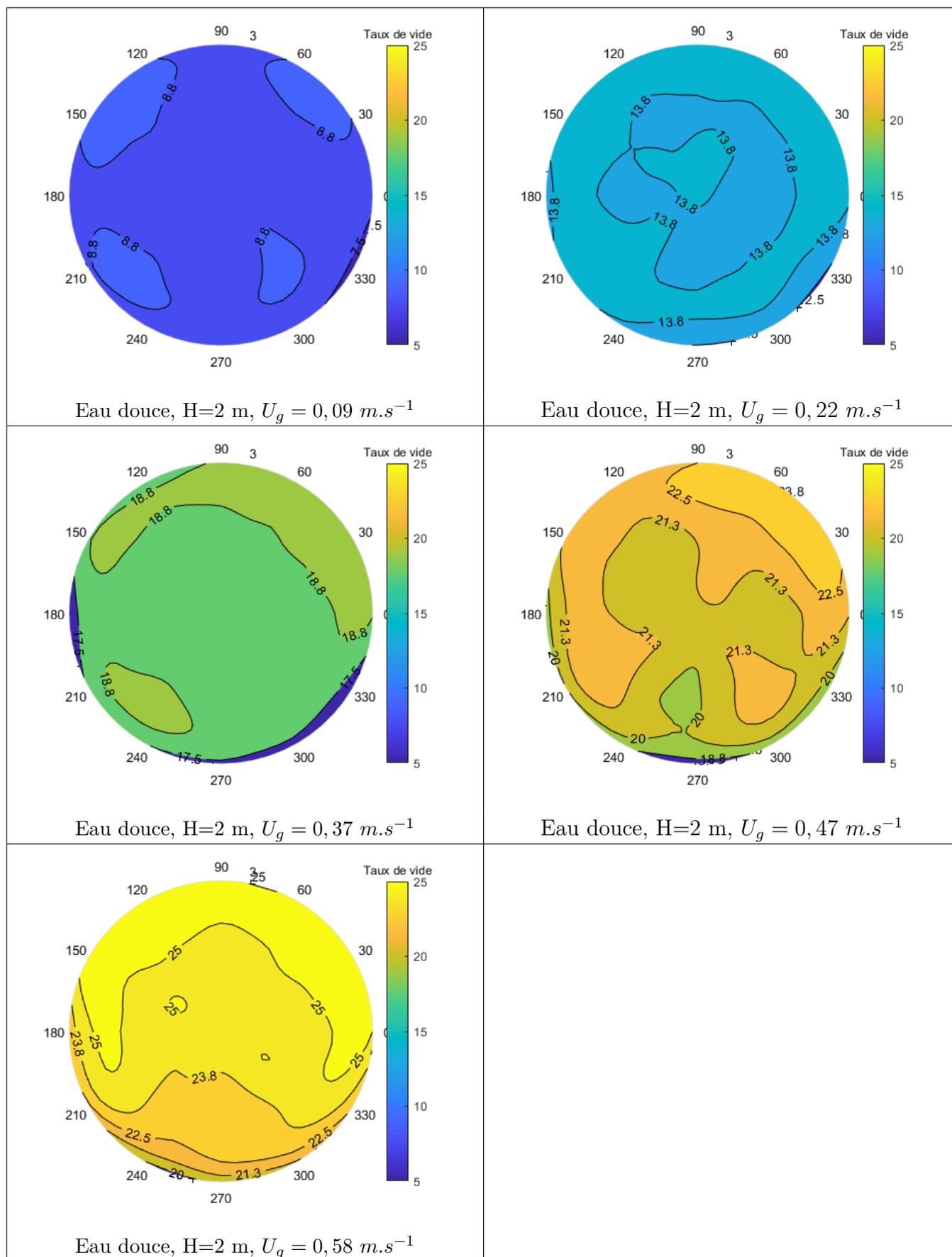


FIGURE 3.16 – Taux de vide local en eau douce à 2 m de hauteur

HASSAN BARKAI Allatchi - Thèse de l'INSA de Lyon 2020

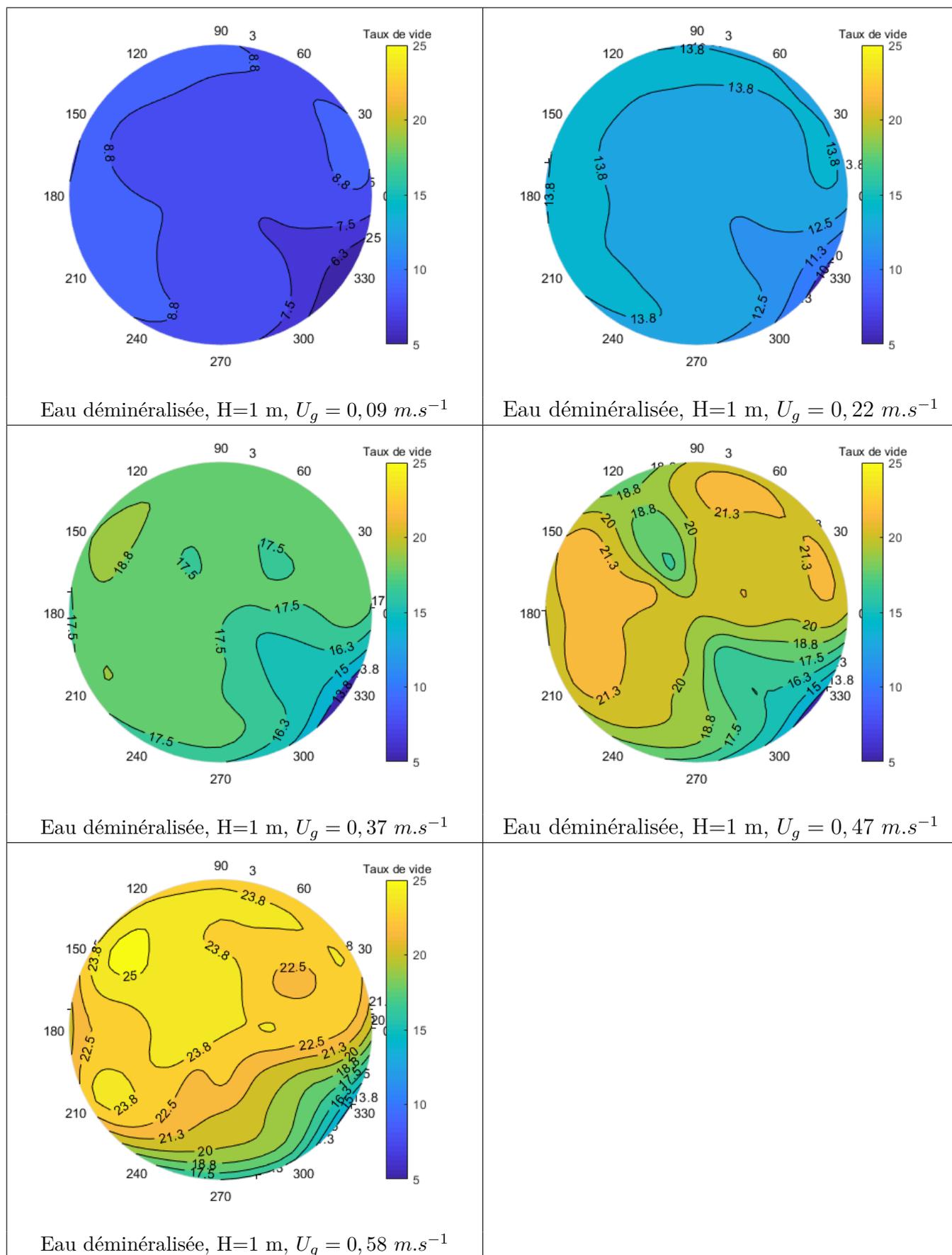


FIGURE 3.17 – Taux de vide local en eau déminéralisée à 1 m de hauteur

HASSAN BARKAI Allatchi - Thèse de l'INSA de Lyon 2020

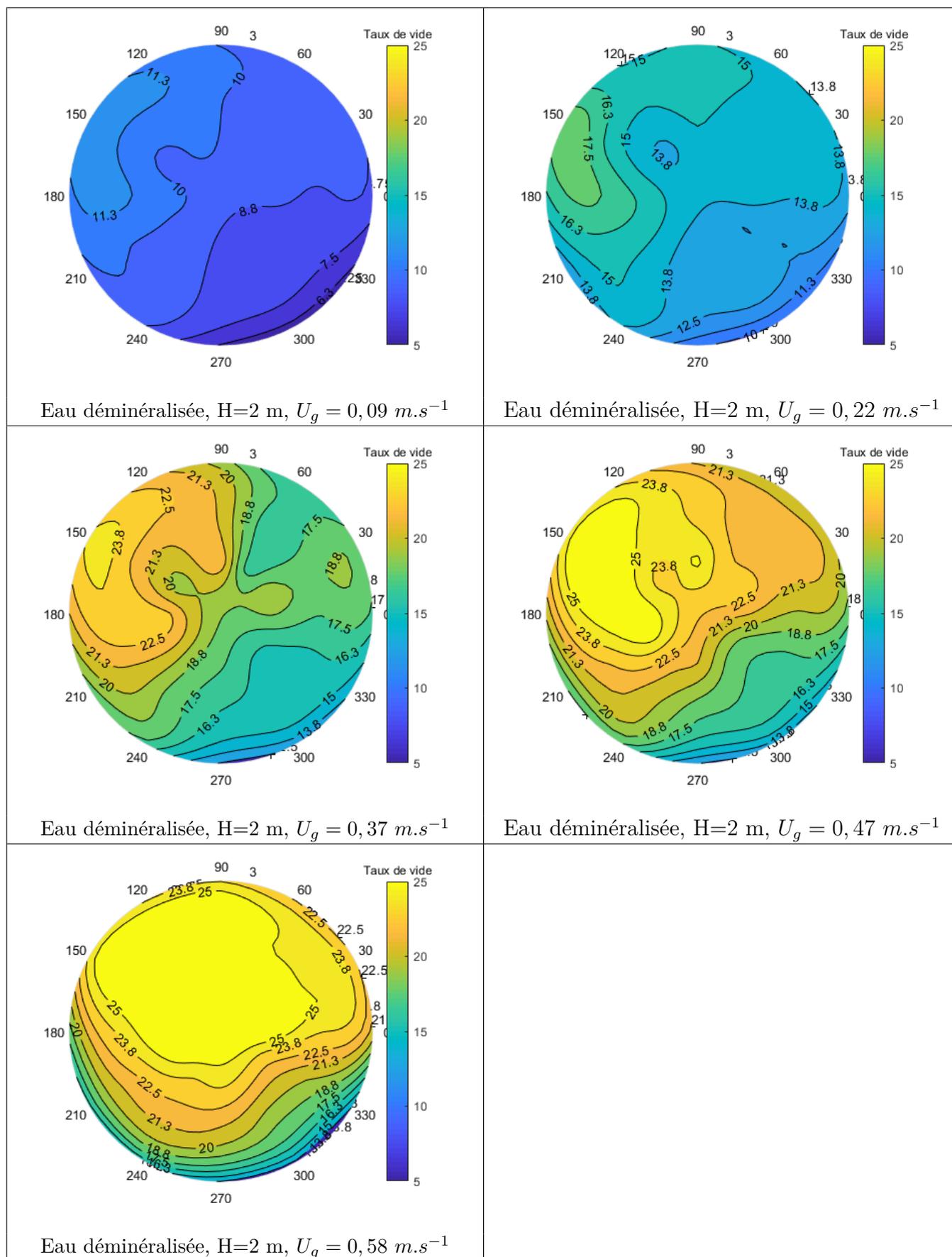


FIGURE 3.18 – Taux de vide local en eau déminéralisée à 2 m de hauteur

HASSAN BARKAI Allatchi - Thèse de l'INSA de Lyon 2020

3.5.2 Diamètre local moyen des bulles

Le diamètre moyen des bulles, déterminé à l'aide de la bi-sonde optique, est montré dans les figures 3.19 ; 3.20 ; 3.21 et 3.22) sous la forme d'isocontours donnant le diamètre en millimètre. Sur l'ensemble des essais, le diamètre des bulles augmente avec la vitesse superficielle du gaz et varie entre 3 et 8 mm.

Aux plus petites vitesses superficielles de gaz, et lorsque le gaz est injecté uniformément dans la colonne, le régime d'écoulement est homogène (figure 3.2). Il est caractérisé par une population uniforme de petites bulles qui montent verticalement dans la colonne, sans interagir entre elles et avec une faible dispersion radiale. Dans ce régime, les phénomènes de coalescence et de rupture sont négligeables et le diamètre dépend essentiellement de la configuration des diffuseurs d'air et des propriétés physico-chimiques de la dispersion [Zahradnik et al., 1997] ; [Simonnet, 2005]. L'homogénéité de la taille des bulles montre aussi qu'à une hauteur de 1 m, la répartition de la phase dispersée est indépendante de l'emplacement radial des diffuseurs d'air. Ces observations sont conformes avec l'hypothèse largement acceptée pour un régime à bulles mono-disperses pour les faibles taux de vide [Lucas et al., 2005, Tomiyama, 1998].

La nature de l'eau semble dans notre cas avoir une incidence sur la taille des bulles qui ne dépasse pas 5 mm pour l'eau douce sauf à très grande vitesse superficielle. Pour l'eau déminéralisée, le diamètre atteint 8 mm pour cette même vitesse. Les diamètres mesurés à 2 m de hauteur en eau déminéralisée sont plus importants que ceux obtenus à 1 m. Cette différence de taille des bulles s'explique par le fait qu'en eau déminéralisée, la coalescence des bulles est plus importante au cours de leur ascension.

La distribution non homogène des diamètres de bulles (figure 3.2) révèlent un écoulement poly-disperse. Les études expérimentales de Tomiyama et al. [Tomiyama, 1998] et Prasser [Ervin and Tryggvason, 1997, Prasser et al., 2000] ainsi que les travaux théoriques d'Ervin [Ervin and Tryggvason, 1997] pour les colonnes à bulles ont montré que l'emplacement radial d'une bulle dépend fortement de son diamètre. Les petites bulles ont tendance à évoluer le long la paroi, tandis que les grosses bulles sont de préférence au centre de la colonne. Ces observations faites pour des écoulements multi-dispersés sont aussi constatées pour l'eau déminéralisée à une hauteur de 2 m (figure 3.22).

On note que pour l'eau douce et pour des débits comparables (figures 3.19 ; 3.20), la répartition spatiale du diamètre évolue très peu entre les deux sections de mesure. Toutefois, on remarque qu'à vitesse superficielle élevée, il existe une symétrie dans la structure de la phase dispersée. Le passage de la première section à la deuxième s'accompagne d'une rotation dans le sens trigonométrique de l'axe de symétrie. Comme il a été dit en introduction de ce chapitre, la transition de l'écoulement à bulles vers l'écoulement à poches fait apparaître des structures hélicoïdales dans l'écoulement (Figure 3.2) observées par Peng [Peng and Di, 1994] et Lucas [Lucas et al., 2005]. Ce sont ces structures qui seraient, dans notre cas, responsables du déplacement

du plan de symétrie d'une section de mesures à une autre.

Afin de mieux comprendre et interpréter ces résultats sachant qu'avec la sonde on assume une forme sphérique des bulles pour en déduire le diamètre moyen, il est possible de regarder l'évolution de la forme des bulles attendue en examinant le nombre d'Eötvös. Comme le débit de gaz augmente, on s'attend à une augmentation du taux de vide, en revanche pour la vitesse terminale des bulles, normalement cette vitesse dépend surtout du diamètre des bulles ou du nombre d'Eötvös (E_o).

Le nombre d'Eötvös est déterminé à partir de la relation suivante :

$$E_o = \frac{\Delta\rho g L_c^2}{\sigma} \quad (3.18)$$

L_c = longueur caractéristique

$$E_o = \frac{\Delta\rho g d^2}{\sigma} \quad (3.19)$$

d = diamètre de bulle

Dans notre cas le diamètre moyen varie entre $3 \text{ mm} < d < 6 \text{ mm}$, donc un nombre d'Eötvös qui oscille entre 1,2 à 4,84.

Le calcul du nombre d'Eötvös permet d'avoir une indication de la morphologie de la bulle tel qu'illustré sur la figure 3.24. Pour des nombres Eötvös faibles ($E_o < 1,4$), la surface de bulle est lisse et la forme est elliptique. Avec un nombre d'Eötvös plus grand ($E_o > 1,4$) croissant, la surface est perturbée et la forme devient plus aléatoire. Ces perturbations morphologiques sont une conséquence des interactions des forces qui agissent sur la bulle ainsi que sur le fluide environnant. Dans le cas présent, il est certain qu'avec ces valeurs d'Eötvös les bulles ne sont pas sphériques mais plutôt ellipsoïdes (figure 3.24). Le diagramme de Grace [Grace, 1976] confirme le fait que l'on soit dans un domaine de bulle elliptique (figure 3.23).

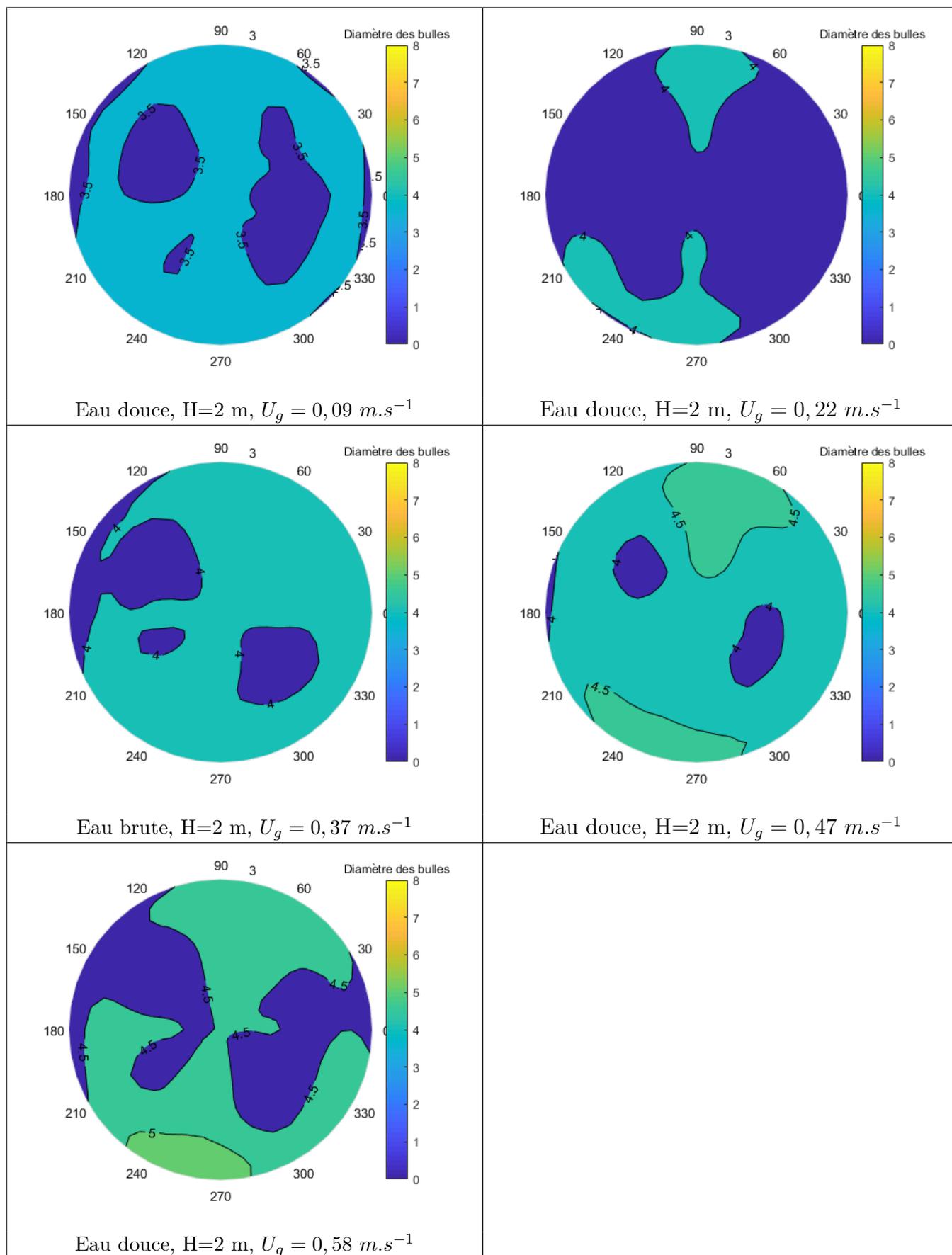


FIGURE 3.20 – Diamètre des bulles [mm], Hauteur 2 m, eau douce

HASSAN BARKAI Allatchi - Thèse de l'INSA de Lyon 2020

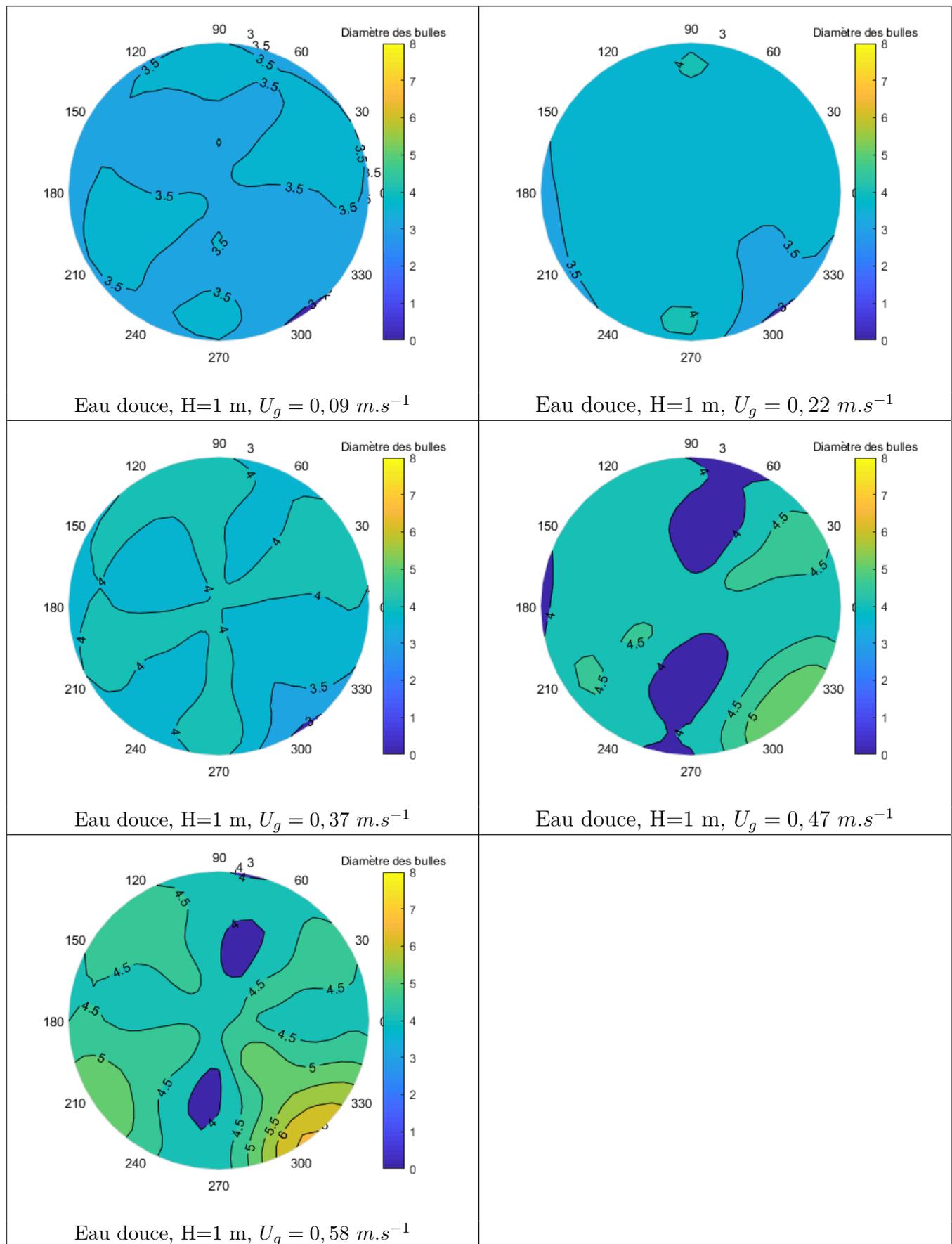


FIGURE 3.19 – Diamètre des bulles [mm], Hauteur 1 m, eau douce

HASSAN BARKAI Allatchi - Thèse de l'INSA de Lyon 2020

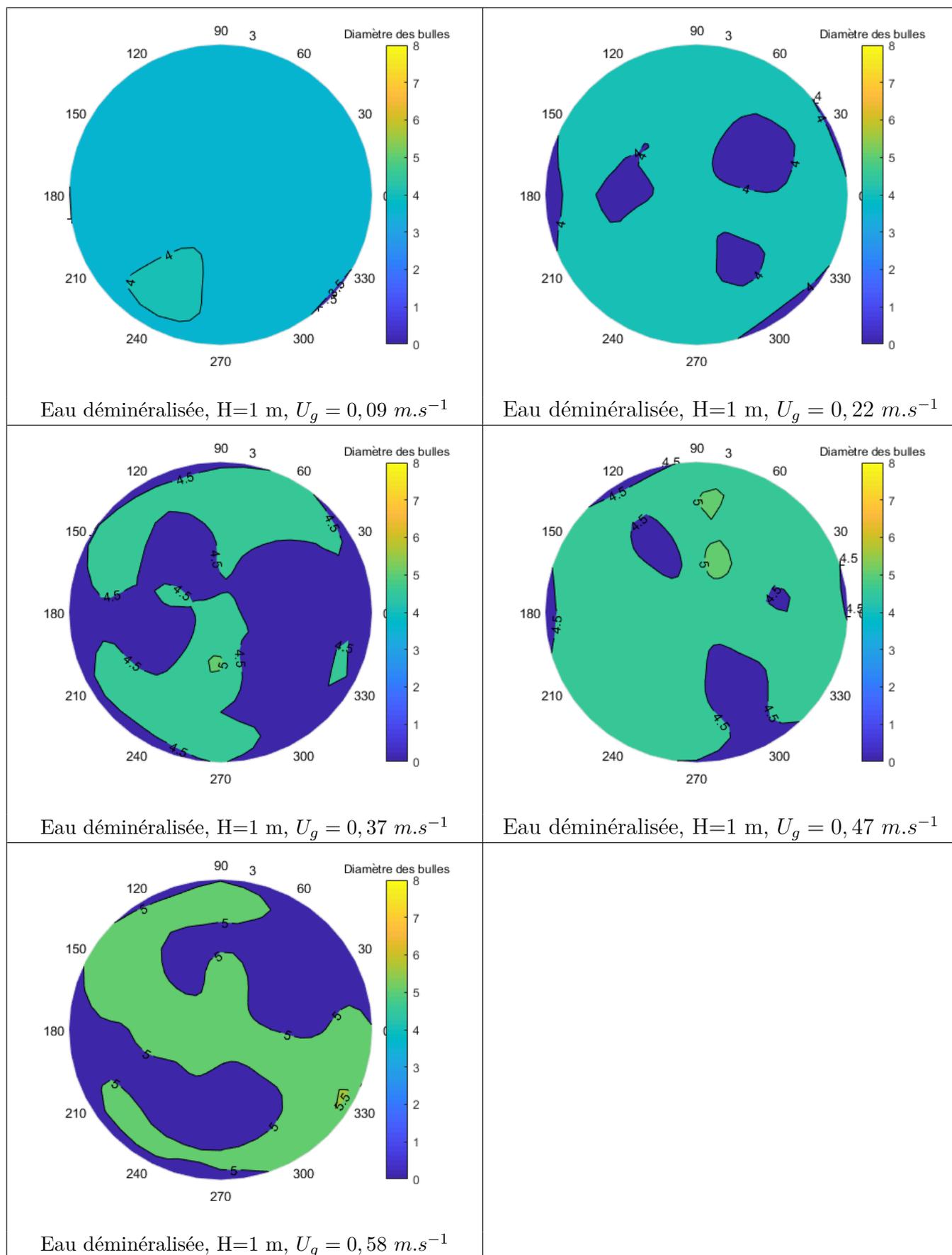


FIGURE 3.21 – Diamètre des bulles [mm], Hauteur 1 m, eau déminéralisée

HASSAN BARKAI Allatchi - Thèse de l'INSA de Lyon 2020

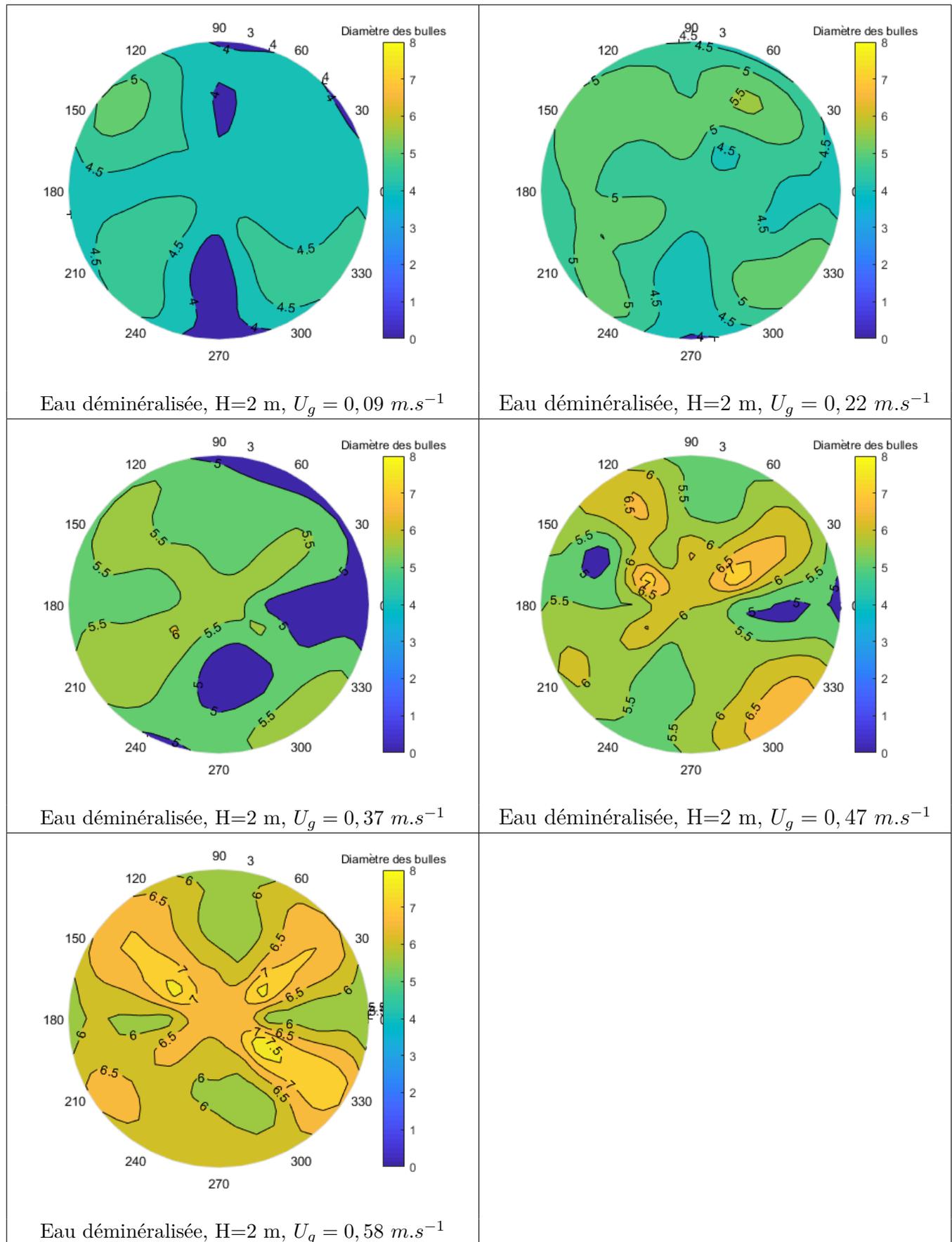


FIGURE 3.22 – Diamètre des bulles [mm], Hauteur 2 m, eau déminéralisée

HASSAN BARKAI Allatchi - Thèse de l'INSA de Lyon 2020

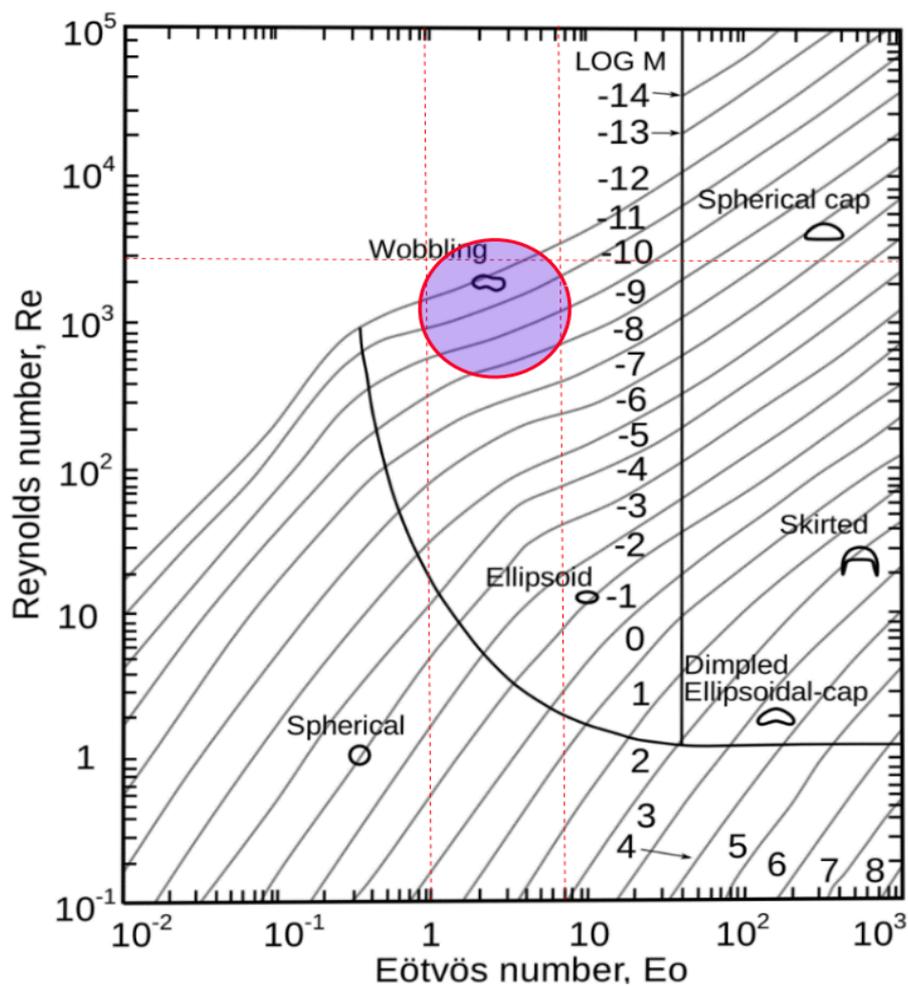


FIGURE 3.23 – Diagramme de Grace pour les formes de bulle [Grace, 1976]

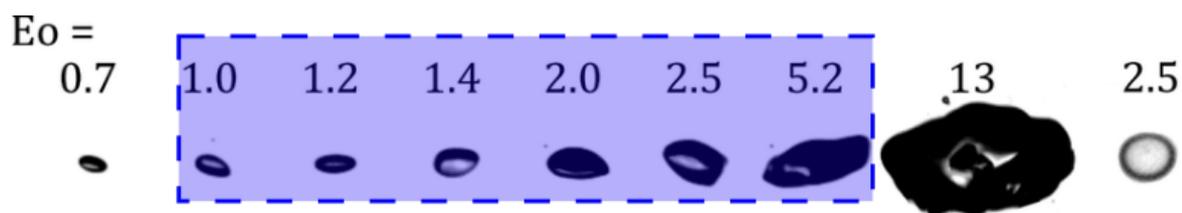


FIGURE 3.24 – Morphologie des bulles pour différents Eotvös [Ziegenhein, 2016]

3.5.3 Vitesse locale d'ascension des bulles

Les résultats des mesures de vitesse d'ascension des bulles sont présentés en fonction de la vitesse superficielle de gaz sur la figure 3.25 pour trois lignes : AA' ; BB' et CC'. Ils montrent un profil radial de vitesse homogène sauf pour la ligne CC' à $h = 1 m$ en présence d'eau douce et $h = 2 m$ en eau déminéralisée.

Pour les vitesses superficielles faibles, le gaz est injecté uniformément dans la colonne, le régime d'écoulement est homogène (figure 3.2) et se caractérise par une population uniforme de petites bulles qui s'élèvent dans la colonne à la même vitesse (figure 3.26 ; 3.27), sans interagir entre elles et à faible dispersion radiale pour l'eau douce en conformité avec les observations de Zahradnik et al. [Zahradník et al., 1997]. Avec l'eau déminéralisée (figures 3.28 ; 3.29), le régime homogène correspond aux résultats obtenus pour U_g inférieure à $0,36 m/s$ pour lesquelles la vitesse du liquide et la fraction gazeuse augmentent linéairement avec le débit de gaz injecté. Pour ces vitesses superficielles, il est possible d'affirmer que la répartition des vitesses est plus proche du modèle de Wallis que celui de Zuber-Findlay (figure 3.30). Ce n'est que pour des valeurs U_g plus importantes (figure 3.29) que l'on commence à observer un écoulement avec des vitesses plus importantes de la phase dispersée qui sont localisées au centre de la colonne. Dans ce régime, des amas de bulles ou de bulles fusionnées forment le flux de bulles central se déplaçant en spirale, entraînant avec elles un mouvement de la phase continue se déplaçant également en spirale dans la zone centrale.

La qualité de l'eau semble avoir un effet significatif sur la vitesse locale d'ascension des bulles qui est plus grande en eau déminéralisée qu'en eau douce (figures 3.26 ; 3.27 ; 3.28 et 3.29). Cette différence est plus prononcée à $2 m$ de hauteur : $U_{GL} = 0,75 m.s^{-1}$ en eau douce et $U_{GL} = 1,16 m.s^{-1}$ en eau déminéralisée, ce qui donne un écart de 46%. Ces résultats sont en concordance avec la littérature où il est couramment admis que la vitesse d'ascension diminue lorsque l'eau est contaminée [Clift et al., 1978], il en est de même pour la coalescence qui dépend également des impuretés présentes dans l'eau. A titre d'exemple on voit sur la figure 3.31 qui représente la vitesse terminale d'une bulle isolée dans une phase liquide au repos pour différents régimes d'écoulement diphasiques [Clift et al., 1978]. Pour des bulles de diamètre moyen entre $4 mm$ et $6 mm$, la vitesse terminale varie entre $0,25 m.s^{-1}$ et $0,18 m.s^{-1}$ respectivement pour de l'eau pure et de l'eau contaminée.

Dans le cas actuel, on retrouve la même tendance : une vitesse d'ascension plus importante avec de l'eau pure (déminéralisée). En revanche les vitesses restent plus importantes que celle d'une bulle isolée. Ce résultat s'explique par le fait que dans le cas d'un système airlift la phase liquide se déplace dans la même direction que l'ascension des bulles contrairement aux données de la figure 3.31 qui correspondent à un liquide au repos. De plus la vitesse d'ascension d'une bulle augmente à cause de l'interaction avec le sillage des bulles qui la précèdent [Krishna et al., 1999].

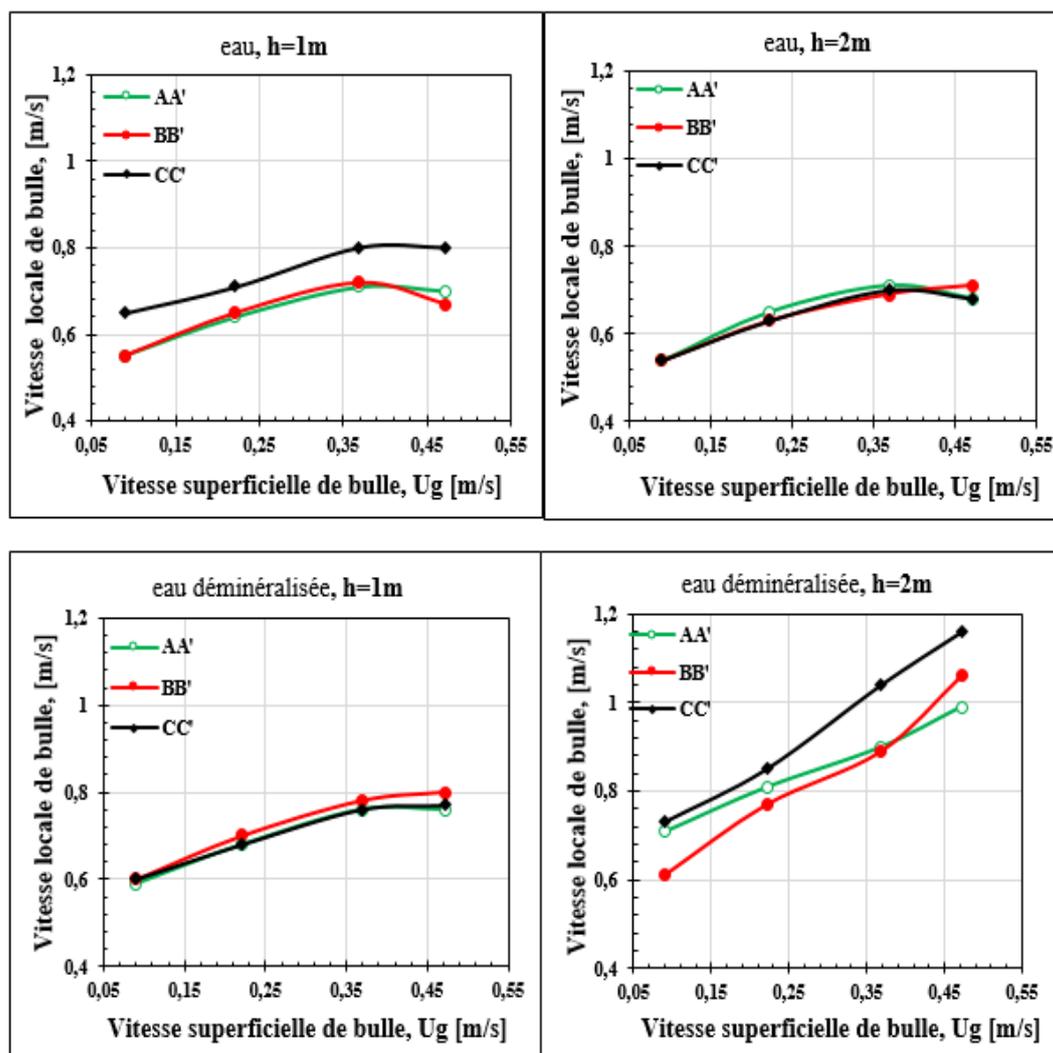


FIGURE 3.25 – Vitesses locales des bulles en fonction de la vitesse superficielle U_g

La vitesse terminale pour une bulle isolée dans un liquide au repos est comprise entre $0,1$ et $0,2 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ [Clift et al., 1978]. Le diagramme de vitesse terminale de bulle, proposé par Clift et al. [Clift et al., 1978], indique que pour les plages de nombre d'EÖTVÖS de 1, 2 à 4, 84, le régime de bulle est ellipsoïde figure 3.31.

Sur la figure 3.32 sont représentées les vitesses superficielles des bulles obtenues par mesure globale et les vitesses d'ascension des bulles obtenues à la bi-sonde optique (U_{GL}). Il ressort un grand écart entre ces deux vitesses.

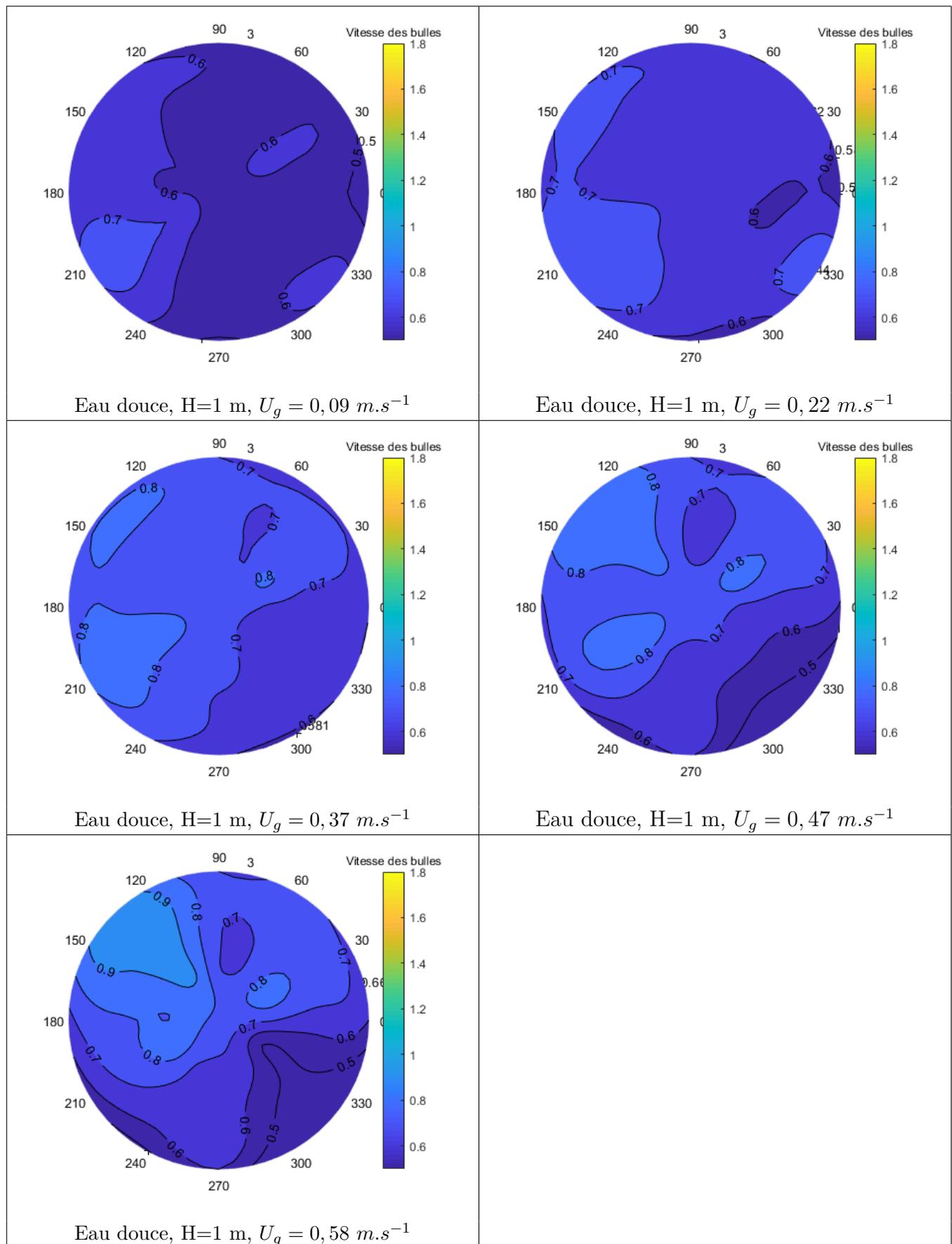


FIGURE 3.26 – Vitesse locale des bulles en eau douce à 1 m de hauteur

HASSAN BARKAI Allatchi - Thèse de l'INSA de Lyon 2020

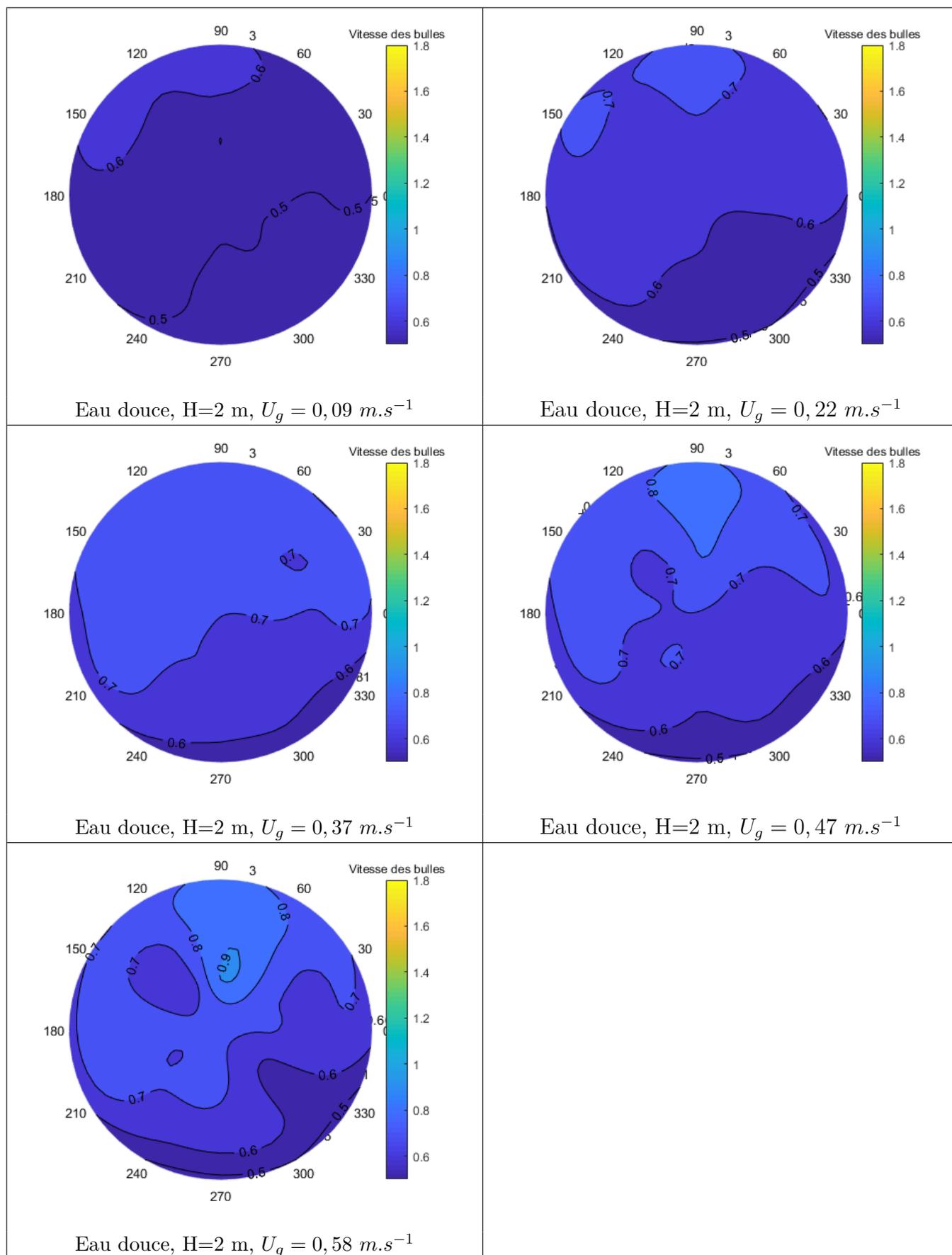


FIGURE 3.27 – Vitesse locale des bulles en eau douce à 2 m de hauteur

HASSAN BARKAI Allatchi - Thèse de l'INSA de Lyon 2020

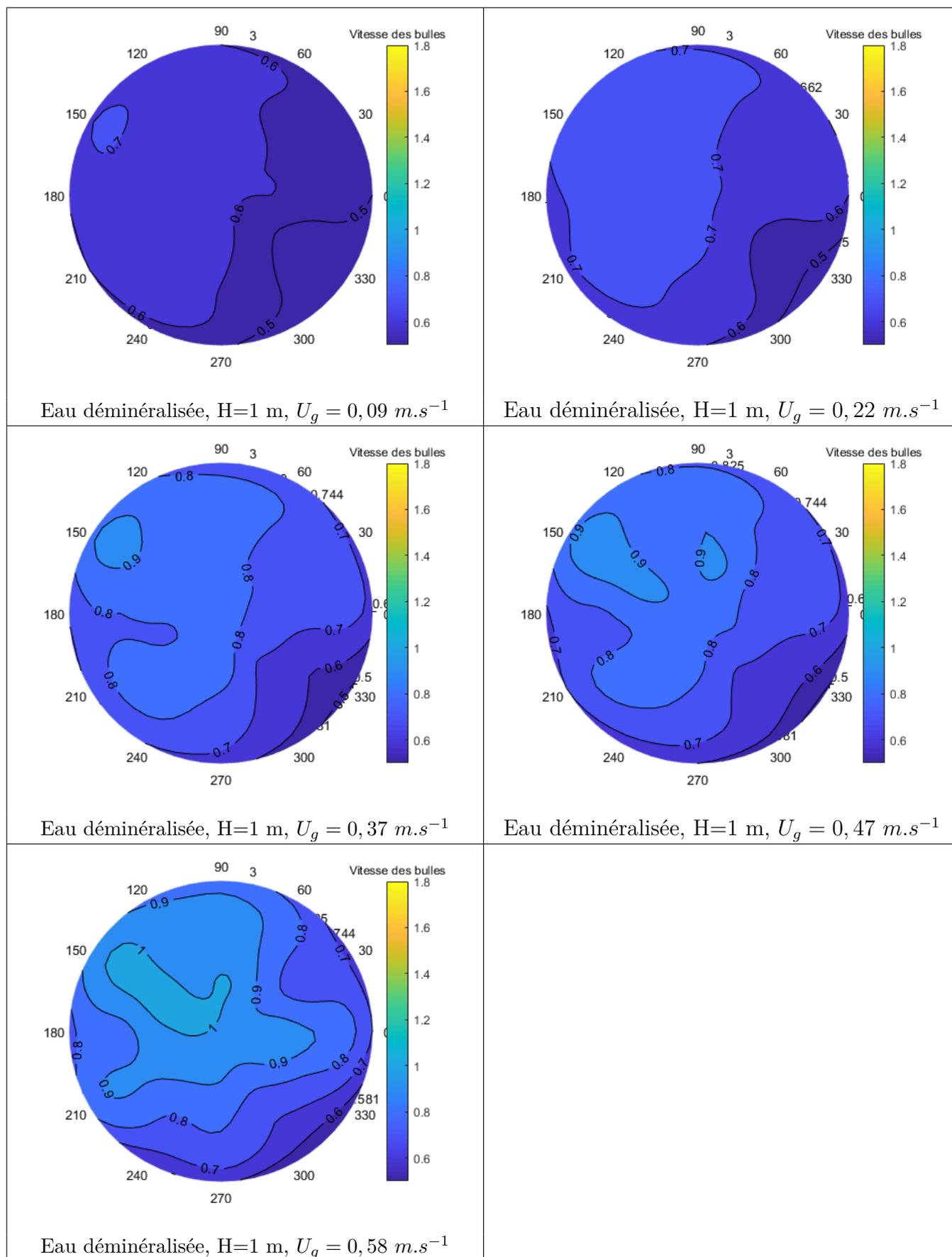


FIGURE 3.28 – Vitesse locale des bulles en eau déminéralisée à 1 m de hauteur

HASSAN BARKAI Allatchi - Thèse de l'INSA de Lyon 2020

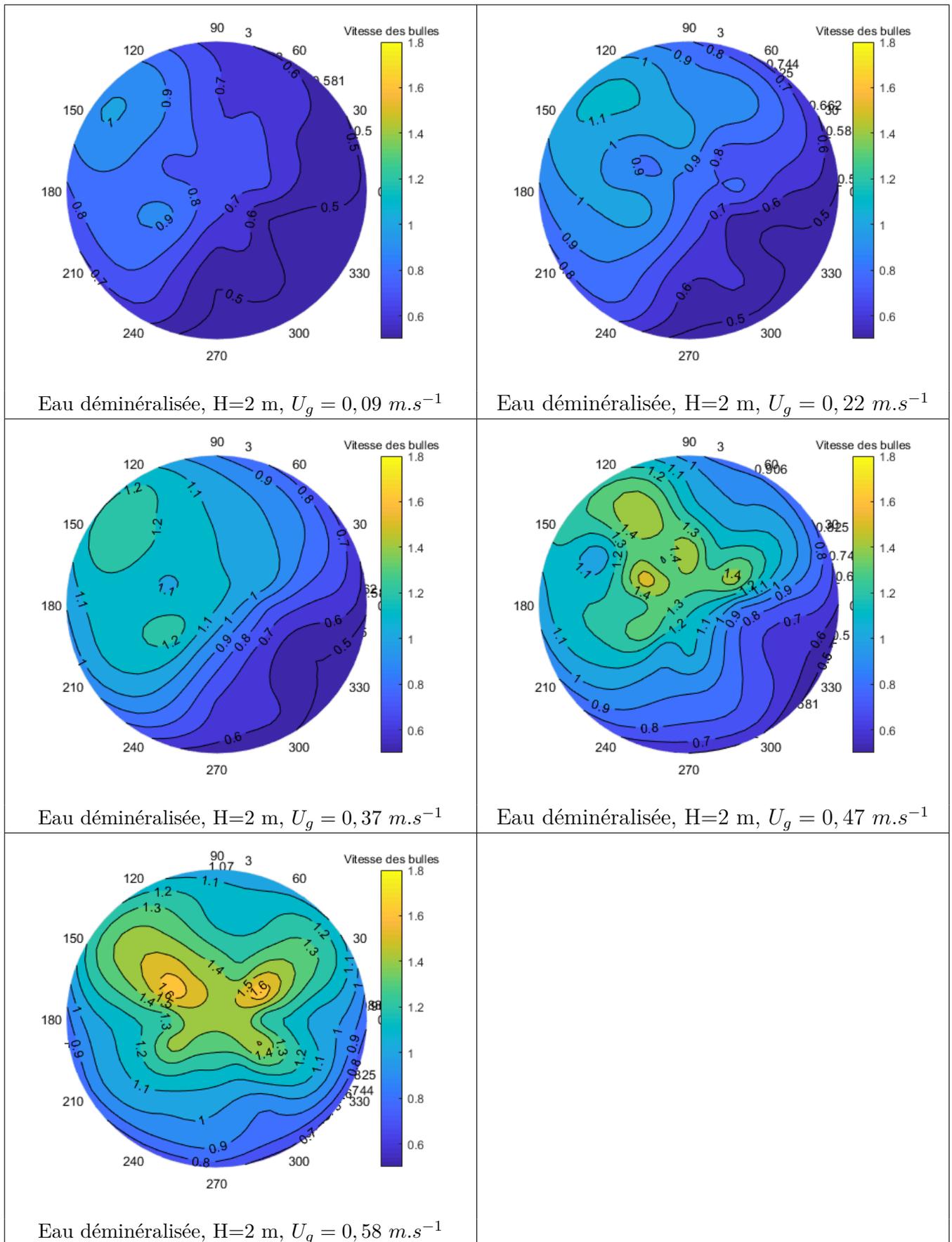


FIGURE 3.29 – Vitesse locale des bulles en eau déminéralisée à 2 m de hauteur

HASSAN BARKAI Allatchi - Thèse de l'INSA de Lyon 2020

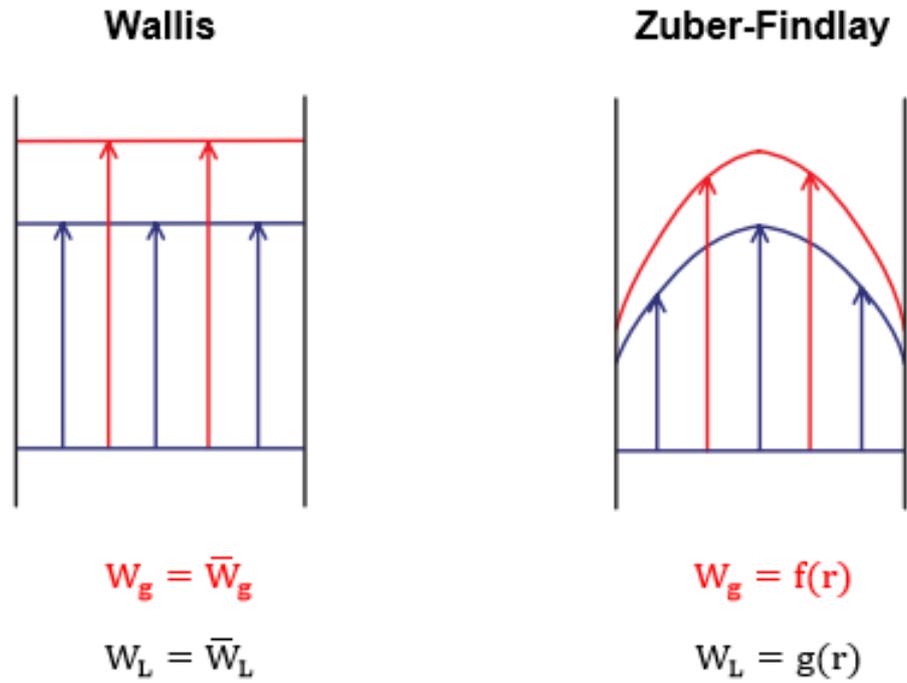


FIGURE 3.30 – Modèles de glissement de Wallis et de Zuber-Findlay [Herve, 2009]

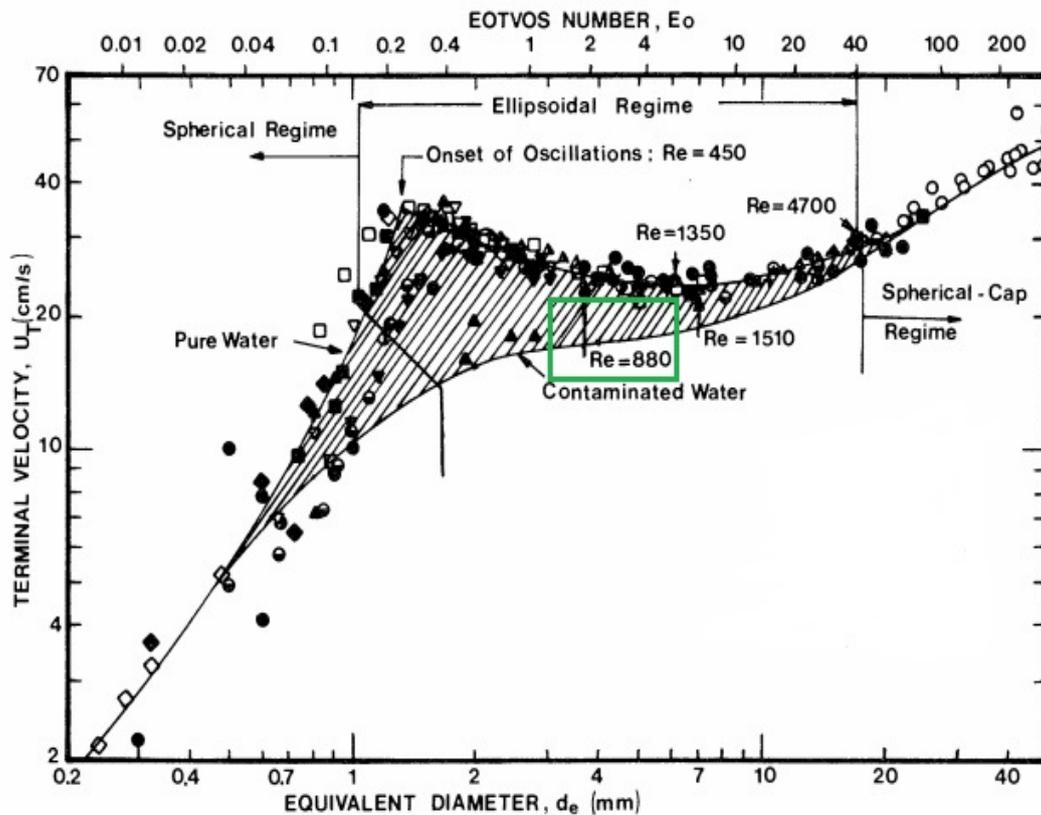


FIGURE 3.31 – Vitesses terminale de bulles dans l'eau à 20°C [Clift et al., 1978]

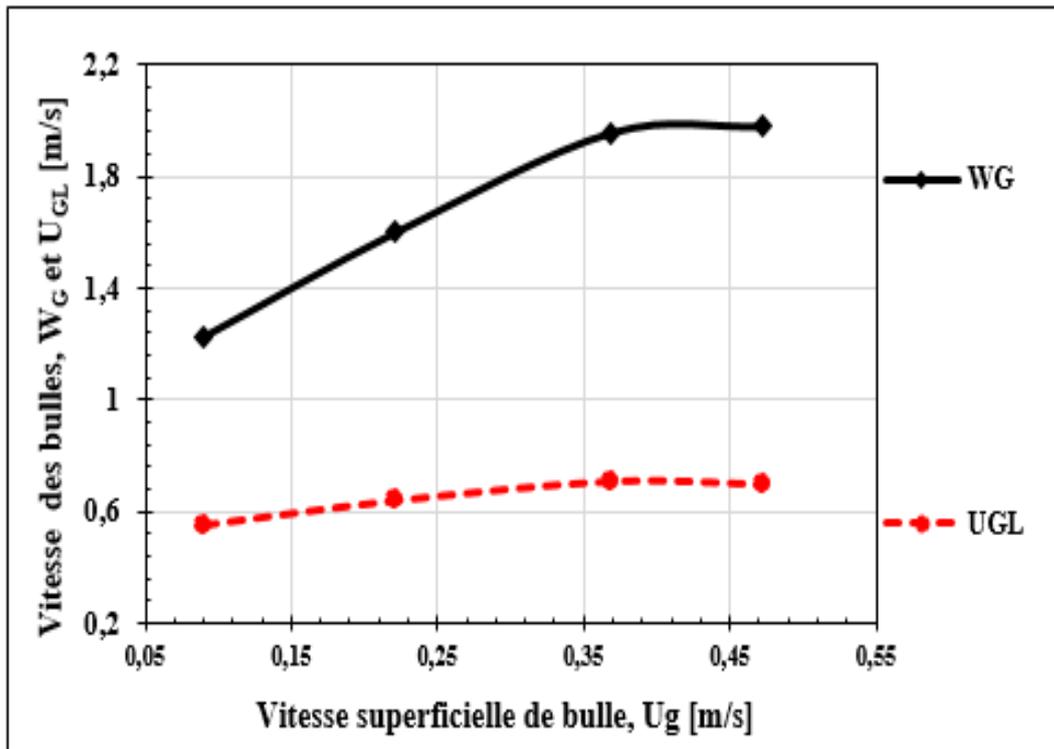


FIGURE 3.32 – Vitesses locales des bulles (U) et vitesse réelle globale (W_G) en fonction de la vitesse globale (U_g)

La bi-sonde optique semble sous-estimer les vitesses d'ascension des bulles d'environ 50%. En effet, la pointe de la sonde accroche la bulle au moment de sa détection et conduit à une surestimation du temps de montée des bulles. L'augmentation du temps de montée des bulles entraîne une sous-estimation de la vitesse d'ascension obtenue par la bi-sonde optique. L'erreur relative rapportée dans la littérature concernant la mesure de la vitesse d'ascension d'une bulle à l'aide d'une bi-sonde optique atteint jusqu'à 45% [Cartellier and Barrau, 1998], voir même 50% [Xue et al., 2003].

3.6 Étude de la fonction de désorption du CO_2

L'analyse des capacités de transfert de masse de la colonne à bulles est effectuée sur le dispositif expérimental présenté au chapitre 2.

Pour mieux comprendre et quantifier les capacités de dégazage du CO_2 de cette colonne, plusieurs débits d'air sont testés expérimentalement dans le but d'observer leur influence sur la désorption et d'identifier le débit optimal pour le dégazage du CO_2 entre 5 et 35 $l.mn^{-1}$ avec un pas de 5 $l.mn^{-1}$ d'air injecté. Les essais sont menés en eau douce à température ambiante dont la concentration initiale en CO_2 est en moyenne de 2,6 $mg.l^{-1}$ (CO_2 dissout).

L'injection du CO_2 est faite dans le bassin de recirculation jusqu'à saturation à l'aide d'un diffuseur en céramique. Dès que la saturation est atteinte (200 ppm), les essais commencent en mettant en marche la colonne et en enregistrant la concentration au moyen d'une sonde Mettler

toutes les minutes. Ces essais ont été menés pour un débit d'air variant entre 5 et 35 $l.mn^{-1}$ pour une eau à $20^\circ C$. Les résultats obtenus sont représentés sur la figure 3.33, il paraît évident de ces essais que le débit d'air injecté joue un rôle primordial durant les 15 ou 20 premières minutes des essais pendant lesquelles la diminution de la concentration du CO_2 est très rapide et dépend fortement du débit d'air injecté entre 5 $l.mn^{-1}$ et 20 $l.mn^{-1}$. Par la suite on constate une faible évolution de la capacité d'extraction à partir de 25 $l.mn^{-1}$. Tout laisse à croire que l'augmentation du débit d'air n'a plus d'influence sur la capacité d'extraction.

Au delà de 20 mn de désorption la concentration atteint un niveau asymptotique de $0.04 g.l^{-1}$ sauf pour le débit de 5 $l.mn^{-1}$ dont les performances indiquent une cinétique d'extraction plus réduite. La désorption du CO_2 par l'airlift est affectée par l'effet de contre airlift remarqué précédemment dans l'étude hydrodynamique de l'airlift sous dépression.

A partir des courbes de désorption du CO_2 de la figure 3.33, les coefficients de transfert de masse, Kla , correspondants sont déterminés. Les coefficients obtenus varient de 0,06 pour le faible débit à 0,14 pour le plus grand débit. Ils sont croissant avec le débit d'air injecté mais toute fois pour les débit d'air 30 $l.mn^{-1}$ et 35 $l.mn^{-1}$ on a pratiquement le même coefficient de transfert (figure 3.34).

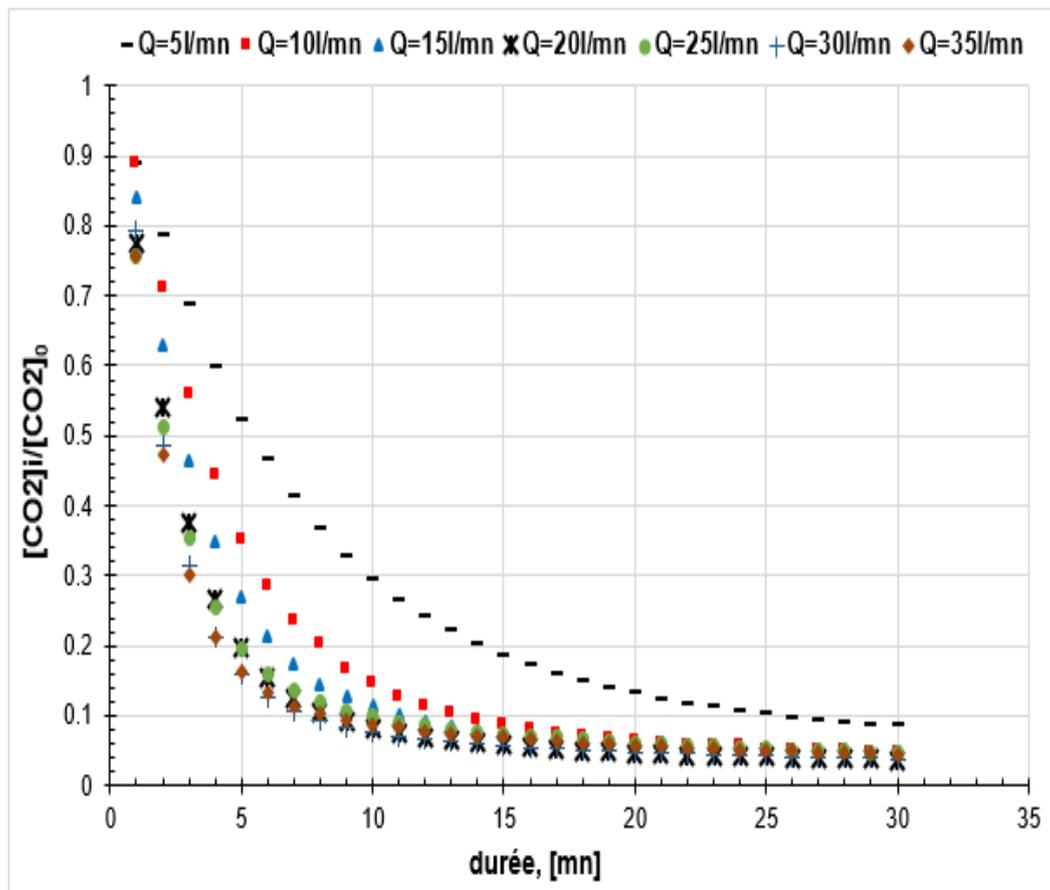


FIGURE 3.33 – Désorption du CO_2 par air lift pour différents débits d'air

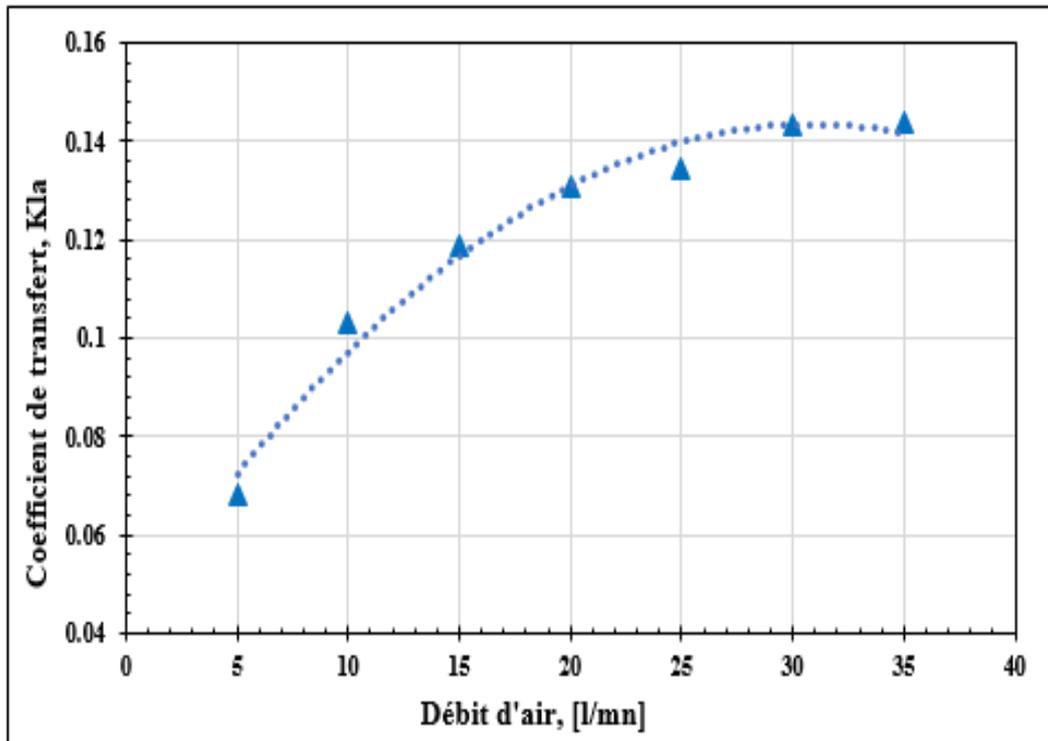


FIGURE 3.34 – Coefficients de transfert de masse KLa en fonction du débit d'air

3.7 Conclusion

L'étude hydrodynamique présentée dans ce chapitre et réalisée sur une colonne à bulles sous dépression avait pour objectif de déterminer expérimentalement les indicateurs de phase : taux de vide, vitesse d'ascension de bulle et diamètre de bulle. Ces paramètres hydrodynamiques sont étudiés à l'aide d'une bi-sonde optique pour la mesure locale et d'un capteur de pression différentielle pour la caractérisation globale du taux de vide. La mesure globale du taux de vide a permis de déterminer la vitesse superficielle du gaz et donc de relier l'hydrodynamique globale du système aux propriétés de l'écoulement local. Les mesures sont effectuées avec de l'eau douce et de l'eau déminéralisée afin d'étudier l'effet de la qualité de l'eau sur les paramètres hydrodynamiques souhaités. L'analyse globale a permis de démontrer qu'au-delà d'une vitesse superficielle de gaz $U_g = 0,36 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$, on observe un régime d'écoulement de transition donnant lieu à un effet de contre-airlift. Cet effet réduit la vitesse d'ascension de la bulle, la vitesse du liquide et, par conséquent, la capacité de pompage de l'airlift est limitée. Un bridage du débit liquide ne semble pas influencer l'apparition du contre-airlift à la même vitesse superficielle limite du gaz et le débit de pompage est toujours le même car la vitesse du liquide est liée, dans cette configuration d'airlift, à la vitesse superficielle du gaz.

L'analyse de la vitesse d'ascension des bulles obtenue avec une bi-sonde optique montre que ces vitesses augmentent avec le taux de vide. La qualité de l'eau semble avoir un effet

significatif sur la vitesse d'ascension des bulles qui est plus importante en eau déminéralisée qu'en eau douce. Il apparaît donc que l'évolution vers une augmentation ou une diminution de la coalescence, donc de la vitesse d'ascension des bulles, dépendra de la nature des impuretés dans l'eau. Il existe également une sous-estimation de la vitesse d'ascension des bulles par la bi-sonde optique d'environ 50 %.

Les résultats de diverses mesures indiquent que la qualité de l'eau ne semble pas avoir d'effet sur le taux de vide comme attendu. Les résultats de mesure effectués selon deux hauteurs de mesure sont très proches et la position de mesure n'influence pas de manière significative le taux de vide. Cependant, dans l'eau déminéralisée, une légère asymétrie est observée, avec un taux de vide légèrement supérieure.

La coalescence semble avoir autant d'impact sur la durée de détection de la bulle que sur la taille de la bulle, ce qui expliquerait la légère augmentation du taux de vide avec l'altitude. Le diamètre des bulles augmente linéairement avec le taux de vide. Il est plus grand en eau déminéralisée qu'en eau douce, ce qui confirme l'influence importante de la qualité de l'eau observée plus tôt avec la vitesse d'ascension des bulles.

En ce qui concerne les résultats de l'analyse de la capacité de désorption du CO_2 de l'airlift sous dépression, il est mis en évidence que la vitesse de la désorption du CO_2 croit avec le débit d'air durant les 15 premières minutes de fonctionnement de la colonne. Les coefficients de transfert de masse obtenus indiquent que la désorption du CO_2 par l'airlift reste également affectée par l'effet de contre airlift qui apparaît pour des débits d'air supérieurs à 30 l.mn^{-1} .

Enfin, ce chapitre de thèse contribue aux discussions existantes sur l'hydrodynamique des colonnes à bulles et constitue, à notre connaissance, la première étude expérimentale sur la caractérisation hydrodynamique d'une colonne à bulles sous dépression. Les résultats obtenus pourraient être utiles pour une étude d'optimisation des différentes fonctions de l'airlift sous dépression, ainsi que pour le pré-dimensionnement des colonnes de beaucoup plus grand diamètre, colonnes actuellement très demandées par l'industrie et commercialisées en diamètre 1000 mm.

L'étude hydrodynamique de la colonne airlift est complétée par la caractérisation des structures d'écoulements au sein du bassin de récirculation connecté à l'airlift. En utilisant la technique de Vélocimétrie par Image des Particules (PIV), les structures des écoulements du raceway sont visualisées et présentées au chapitre 4 de cette thèse.

Clarification des eaux par airlift

Sommaire du chapitre

4.1	Introduction	110
4.2	Analyse et choix des substances tensioactives	111
4.2.1	Étude qualitative des tensioactifs sélectionnés	116
4.2.2	Étude du fonctionnement de la colonne à bulles en présence de tensioactifs	117
4.3	Étude de l'impact des facteurs influents sur les performances d'extraction de la colonne	120
4.3.1	Séparation solide-liquide en présence de la caséine	120
4.3.2	Séparation solide-liquide avec de la caséine + MIBC	125
4.4	Analyse des structures d'écoulements du raceway	127
4.4.1	Protocole expérimental	128
4.4.2	Résultats des mesures PIV	128
4.5	Conclusion	138

4.1 Introduction

La clarification des eaux usées et l'extraction des impuretés dissoutes est un sujet qui a fait l'objet de multiples travaux scientifiques ayant permis la mise au point de nombreux systèmes de traitement. Pour les particules à masse volumique élevée, la technique de sédimentation par gravité est souvent utilisée [Amaro et al., 2011]. En ce qui concerne les particules plus fines ainsi que les impuretés biologiques telles que virus et bactéries, la flottation assistée par l'air diffusé en fines bulles est la technique adaptée pour l'extraction de ces particules en suspension.

La flottation par colonne à bulles est de plus en plus utilisée par le fait de la simplicité de sa mise en œuvre et de son faible coût énergétique [Schütz, 1937, Schnepf and Gaden, 1959, Timmons, 1994, Blancheton et al., 2007, Park et al., 2011]. Lors de la flottation assistée, les particules se fixent à la surface des bulles qui constituent un vecteur de transport grâce à leur mouvement ascensionnel vers la surface libre. Contribuant ainsi à la formation d'une mousse riche en particules à extraire, qui peut être séparée plus facilement. Il s'agit d'un processus de séparation par moussage-écumage par colonne à bulles.

Barrut et al. [Barrut et al., 2013] ont évalué l'efficacité de séparation solide-liquide par un airlift sous dépression. Leurs travaux ont porté sur l'extraction des particules polluantes dans un système recirculé d'aquaculture. Les travaux conduits en présence d'eau de mer ont montré la capacité du dispositif à générer de fines bulles au moyen de diffuseurs en céramique. En plus, la formation de mousse s'accompagne d'un piégeage-extraction des particules solides en suspension.

En eau douce, ce fonctionnement est altéré par l'impossibilité de générer de fines bulles et de mousse dans la colonne. Il est à préciser qu'à ce jour aucune étude de séparation solide-liquide en eau douce n'a été réalisée pour une colonne à bulles sous dépression. De plus, seule l'addition de produits tensioactifs permet d'atteindre une efficacité d'extraction acceptable par moussage-écumage dans les colonnes.

Cette problématique de clarification et/ou purification des eaux douces par airlift a été l'objet de nombreuses études antérieures [Suzuki and Maruyama, 2002, Suzuki Yoshihiro and Terutoyo, 2008, Maruyama et al., 2007] qui ont montré la nécessité d'utiliser des substances tensioactives pour le moussage-écumage dans ces cas.

Les tensioactifs ont alors pour rôle de rendre hydrophobe la surface des particules à séparer, tout en leur conférant une affinité plus grande pour la phase gazeuse que pour la phase liquide.

Dans ce chapitre, il s'agit donc très concrètement d'évaluer expérimentalement les capacités de séparation solide-liquide de particules en suspensions en eau douce de la colonne airlift sous dépression en présence de deux tensioactifs. Il s'agit de la caséine soluble, une molécule extraite du lait, qui a été expérimentée dans le cadre de la séparation solide-liquide par colonne à bulles par Suzuki et Maruyama [Suzuki and Maruyama, 2002] ainsi que par Suzuki Yoshihiro et Terutoyo [Suzuki Yoshihiro and Terutoyo, 2008]. Le second tensioactif utilisé est le

Méthyl-Iso-Butyl-Carbinol(MIBC). Il s'agit d'un alcool principalement utilisé dans la synthèse d'additif pour lubrifiant et comme agent de flottation dans les mines.

Dans les sections suivantes de ce chapitre, nous allons présenter dans un premier temps les résultats d'une étude préliminaire ayant conduit au choix des deux tensioactifs précédemment cités et dans une seconde phase les résultats obtenus lors des essais d'extraction des particules solide en suspension à l'aide de la caséine seule et d'une combinaison caséine-MIBC. Le chapitre se terminera par une analyse des structures d'écoulements dans le bassin de recirculation de l'airlift.

4.2 Analyse et choix des substances tensioactives

En colonne à bulles les substances tensioactives agissent principalement sur la tension superficielle pour réduire la taille des bulles et leur coalescence dans un mélange diphasique air-liquide. La tension superficielle est définie comme un phénomène physicochimique lié aux interactions moléculaires d'un fluide. Elle est mesurée en énergie par unité de surface et elle tire son origine de la force de cohésion entre molécules identiques.

Le mécanisme physique de la tension superficielle est lié aux forces d'attractions de Van Der Waals et de répulsion (électrostatique) au sein d'un fluide. À l'intérieur d'un liquide, toutes les molécules forment des liaisons entre elles, plus elles ont des liaisons plus leur niveau énergétique est faible. Par contre les molécules présentes à l'interface eau-air n'ont pas l'opportunité de faire autant des liaisons car les molécules de la phase liquide n'interagissent pas avec celles de la phase gazeuse du fait qu'elles se trouvent dans un milieu moins dense. Ces molécules en surface vont essayer de réduire leur niveau énergétique en se liant plus fortement aux molécules voisines, en créant ainsi la tension superficielle.

La tension superficielle est à l'origine de la coalescence des bulles de gaz dans un liquide : quand deux bulles se rencontrent, la manière la plus simple de diminuer l'énergie totale est de fusionner, on a ainsi une surface totale plus petite. Une tension superficielle faible réduit la taille des bulles et leur coalescence et augmente le moussage. Les bulles sont moins chargées énergiquement en surface et donc ont moins besoin de descendre leur niveau énergétique en fusionnant avec d'autres. Toutes ces qualités sont très recherchées dans les systèmes airlift car elles contribuent à augmenter l'efficacité du procédé. Pour obtenir ces propriétés en eau douce, l'usage des substances tensioactives semble être une solution adéquate au regard de leurs propriétés et des résultats obtenus dans d'autres études présentées au chapitre 1 de cette thèse. Les propriétés des tensioactifs sur l'écoulement diphasique sont :

- la facilitation de la formation des bulles de petite taille suite à l'abaissement de la tension superficielle ;
- la stabilisation des bulles grâce à la réduction du gradient de pression à l'interface eau-air ;
- la réduction de la coalescence des bulles par la création des répulsions électrostatiques entre bulles.

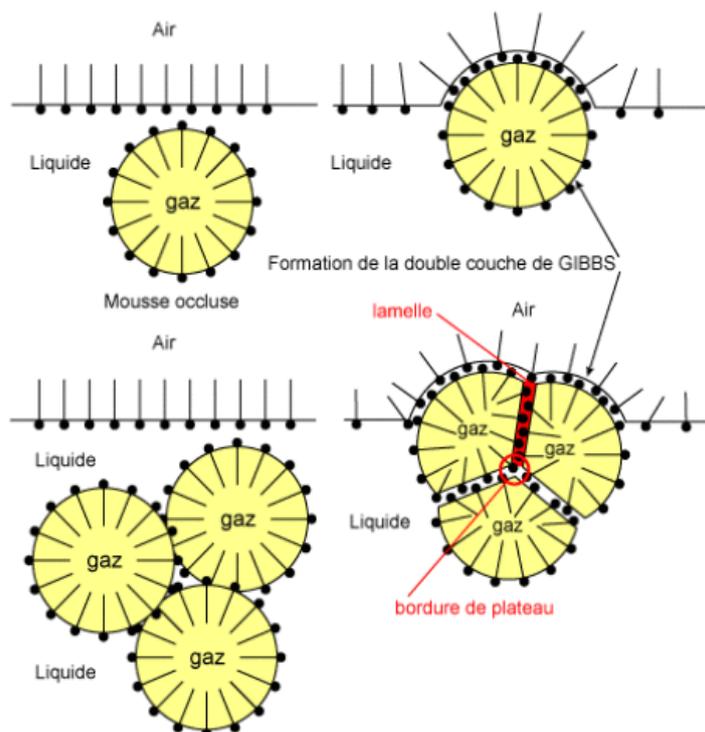


FIGURE 4.1 – Morphologie des bulles de gaz dans une mousse [Bouquelet, 2016]

Un agent émulsifiant agit normalement comme tensioactif et permet la miscibilité de deux liquides dissemblables. Leur action émulsifiante résulte de la présence simultanée dans la molécule de groupes hydrophobes et de groupes hydrophiles. Leurs actions en tant qu'agents émulsifiants et stabilisants des émulsions se traduisent par la diminution de la tension superficielle due à l'adsorption d'émulsifiants et par l'extension de leurs fractions hydrophiles et hydrophobes dans la phase aqueuse.

Cette action est d'autant plus importante que la molécule est linéaire et présente une haute valeur d'adsorption. Une concentration élevée en agent émulsifiant est nécessaire pour former une couche visqueuse qui permet une bonne stabilisation des émulsions, une stabilisation des dispersions par diminution de l'énergie libre totale de surface qui limite la coalescence et une floculation.

Une fois dissoutes dans la phase liquide, les protéines vont venir se regrouper à l'interface gaz-liquide, en formant une maille qui va aider à stabiliser la mousse. De plus, les bulles vont commencer à adopter une forme polyédrique en créant une lamelle plane à l'intersection qui servira de canal de drainage (figure 4.1). Si la lamelle est rompue les bulles vont coalescer et les matières en suspension vont se regrouper à l'interface de la nouvelle bulle formée [Bouquelet, 2016].

L'efficacité d'un émulsifiant est avant tout liée à sa solubilité dans chacune des deux phases. La phase dans laquelle l'émulsifiant sera le plus soluble formera la phase continue de l'émulsion. Un émulsifiant soluble dans l'eau stabilisera une émulsion huile dans l'eau et inversement.

Le principal problème de certains produits tensioactifs est leur caractère polluant pour l'environnement. Une recherche a été menée dans le but de trouver des tensioactifs qui pourraient correspondre au mieux à nos objectifs de clarification des eaux. Cette recherche a abouti à retenir quatre substances tensioactives pour une étude préliminaire : la caséine, le Tween-20, l'Aura-pure et le MIBC.

Ces substances sont retenues du fait de leur faible toxicité, leur disponibilité ainsi que de leur capacité à agir sur la tension superficielle. La toxicité s'exprime en *mg* ou *ml* de produit par kilogramme d'animal. L'aspect de leur coût n'a pas été perdu de vue car l'objectif est de pouvoir assurer le traitement des eaux douces avec un faible budget sans altérer leur qualité. Ces quatre produits sont très différents et donnent des rendements variés.

Les principales caractéristiques physiques des tensioactifs choisis sont résumées dans le tableau 4.1. Elles seront détaillées pour chaque produit retenus ci-après.

- Le Tween 20 :

C'est du Polisorbate 20 (polyoxyéthylène(20) sorbitanmonolaurate). Le Tween-20 est un tensioactif non-ionique utilisé dans l'industrie pharmaceutique et cosmétique. Sa formule chimique est $C_{58}H_{114}O_{26}$, sa structure moléculaire est représentée sur la figure 4.2 ci-dessous. À température ambiante il a l'apparence d'un liquide très visqueux de couleur jaune à jaune vert. Sa masse volumique est de 1093 kg.m^{-3} et sa masse molaire est de $1227,54 \text{ g.mol}^{-1}$. Sa concentration micellaire critique (CMC), concentration à partir de laquelle des micelles vont se former spontanément, est de 60 mg.l^{-1} .

La Balance Hydrophile Lipophile (HLB) du Tween-20 est de 16,7, ce qui indique que le Tween-20 est hydrophile. Cette balance (HLB) est une grandeur caractéristique du tensioactif et mesure la solubilité dans chacune des deux phases ainsi que l'équilibre hydrophile/lipophile 4.3.

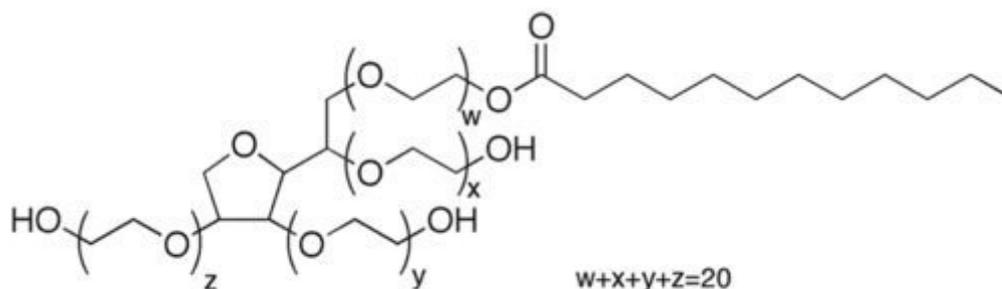


FIGURE 4.2 – Tween-20

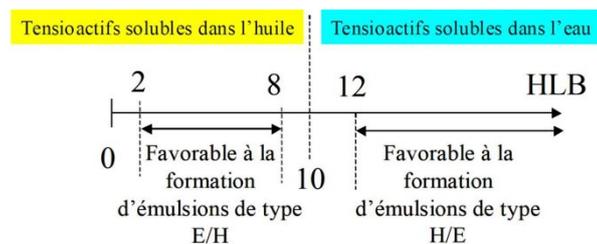


FIGURE 4.3 – Propriété d'un tensioactif en fonction de sa HLB

Le Tween-20 est irritant au contact et sa toxicité est de $36,7 \text{ ml.kg}^{-1}$ pour les rats, en milieu aquatique elle est de 216 mg.l^{-1} pour les poissons [Kukizaki and Baba, 2008].

- La caséine :

Les protéines ont des propriétés fonctionnelles caractéristiques quelle que soit leur origine : végétale (blé, soja) ou animale (lait). Les produits dérivés de la caséine, protéine naturelle extraite du lait, sont utilisés comme émulsifiants et agents moussants dans de nombreux systèmes alimentaires.

Naturellement, la caséine n'est pas soluble dans l'eau mais elle peut l'être à l'aide de l'hydroxide de sodium (NaOH). Afin de limiter la toxicité liée à ce procédé, on peut utiliser de la caséine alimentaire solubilisée, association de caséine alimentaire et de bicarbonate de potassium. Celle-ci a une toxicité très faible soit $1 \times 10^3 \text{ g.kg}^{-1}$ chez les rats [Boyd et al., 1967], ce qui ne présente pas de danger sanitaire en cas d'indigestion par l'homme.

- Le MIBC :

De nom chimique 4-Methyl-2-pentanol (Méthyl Iso Butyl Carbinol), c'est un tensioactif organique anionique très biodégradable, qui se décompose à 94 % en 20 jours à l'air libre. La Concentration Micellaire Critique (CMC) du MIBC est de 280.

Il est utilisé dans la synthèse d'additifs anticorrosifs pour lubrifiants, en peinture ou en chimie fine. Sa formule chimique complète est $C_6H_{14}O$ (figure 4.4) avec une masse molaire de $102,174 \text{ g.mol}^{-1}$, une masse volumique de 802 kg.m^{-3} et une HLB de 6,1. Son apparence à température ambiante est celle d'un liquide peu visqueux miscible dans l'eau, incolore et à forte odeur. Il est irritant pour les voies respiratoires et son niveau de toxicité est de $2,6 \text{ ml.kg}^{-1}$ pour les rats et de 359 mg.l^{-1} pour les poissons [Pérez-Garibay et al., 2012].

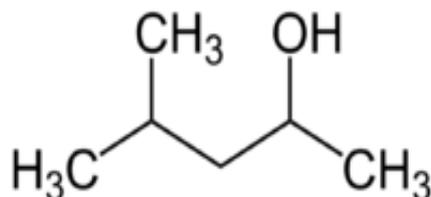


FIGURE 4.4 – Methyl-Iso-Butyl-Carbinol(MIBC)

- L'Aura-Pure :

C'est une substance tensioactive liquide à température ambiante, légèrement visqueuse et d'une couleur orange. Le niveau de toxicité de l'Aura-Pure pour les poissons en milieu aquatique est de 25 mg.l^{-1} . Le produit est biodégradable et sa HLB est de 10 [Timma et al., 2014].

Tensio-actifs	Formule	Masse molaire (g.mol^{-1})	Masse volumique (kg.m^{-3})	Dose de toxicité	Concentration
Aurapure	-	-	-	25 mg.l^{-1}	3 ml.l^{-1}
Caséine	-	-	$1,25 \cdot 10^3$	$1 \cdot 10^6 \text{ mg.kg}^{-1}$	$0,001 \text{ g.l}^{-1}$
MIBC	$\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}$	102,174	$0,802 \cdot 10^3$	$2,6 \text{ ml.kg}^{-1}$	$0,025 \text{ ml.l}^{-1}$
Tween-20	$\text{C}_{58}\text{H}_{114}\text{O}_{26}$	1227,54	$1,093 \cdot 10^3$	$36,7 \text{ ml.kg}^{-1}$	$0,16 \text{ ml.l}^{-1}$

TABLE 4.1 – Propriétés des substances tensioactives étudiées

Afin de quantifier l'action de ces substances sur les propriétés de l'eau, des mesures de tension superficielle de la solution eau plus surfactants ont été réalisées à l'aide d'un tensiomètre Kibron. Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau 4.2.

Solution liquide	Tension superficielle, $\times 10^{-3} \text{ N.m}^{-1}$
Eau	72,20
MIBC+Caséine	63
MIBC	56,20
Caséine	50,40
Tween 20	38,80

TABLE 4.2 – Tensions superficielles mesurées

Les valeurs des tensions superficielles présentées dans le tableau 4.2 rentrent bien dans la plage de tension superficielle ($72,5 - 22 \text{ mN.m}^{-1}$) retenu dans la corrélation de [Jamialahmadi et al., 1994], pour déterminer la vitesse terminale de bulles décrite au chapitre 1, section 1.1.1.4. Par ailleurs, ces résultats montrent également que l'ajout de tensioactifs fait bien baisser la tension superficielle du milieu.

Des essais expérimentaux préliminaires sont réalisés dans le but d'analyser les capacités réelles de la caséine, du MIBC, du Tween-20 et de l'Aura-Pure à produire des fines bulles, réduire la coalescence et générer un moussage.

Par la suite, une étude en colonne airlift sous dépression est menée avec les substances ainsi retenue afin de déterminer leur capacité à assurer la fonction de séparation solide-liquide pour la clarification d'eaux chargées en particules d'argiles.

4.2.1 Étude qualitative des tensioactifs sélectionnés

Il s'agit dans cette étape de vérifier expérimentalement les capacités réelles des tensioactifs (caséine, MIBC, Tween-20 et Aura-Pure) à produire des fines bulles, à mousser et à réduire la coalescence. L'expérience est réalisée en eau douce à température ambiante.

Le dispositif expérimental utilisé est un aquarium en plexiglass transparent de dimensions 40 cm x 20 cm x 25 cm avec un volume de 8 litres. Un diffuseur en céramique est utilisé avec un débit d'air comprimé de 1 l.min^{-1} .

- Aura-Pure à 3 ml.l^{-1} :
Hormis la coloration de l'eau qui dévient blanchâtre avec une odeur remarquable, l'aura-pure n'a aucun effet significatif sur la taille des bulles, ni sur le moussage. L'augmentation de la dose d'Aura-pure n'a non plus pas d'effet sur les paramètres recherchés.
- Le Méthyl-Iso-Butyl-Carbinol (MIBC) à $25 \times 10^{-3} \text{ ml.l}^{-1}$:
Le MIBC se mélange bien avec l'eau, à faible débit d'air il n'y a pas d'effet apparent sur les bulles. À grand débit il apparait un moussage immédiat. La taille des bulles ne varie pas mais la coalescence se réduit significativement. La mousse est très persistante avec une présence des bulles en suspension dans la totalité de l'eau. Si l'arrivée d'air est coupée, en 10 secondes la mousse disparaît complètement. L'augmentation de la dose n'a pas produit d'effet apparent.
- Tween-20 à $0,16 \text{ ml.l}^{-1}$:
Les effets sont les mêmes qu'avec l'introduction du MIBC. Néanmoins le moussage est beaucoup plus abondant. La mousse ne disparaît pas. Après l'arrêt du bullage, la mousse est stable et persiste durant plus d'une heure.
- Caséine à 1 mg.l^{-1} :
Une dilution de la caséine est faite pour une meilleure homogénéisation du produit à l'aide d'un agitateur pendant 15 minutes. La présence de la caséine produit une mousse peu abondante en surface qui disparaît avec l'arrêt du bullage. L'augmentation de la concentration de caséine entraîne un moussage plus abondant. La caséine ne semble pas réduire significativement la taille de bulle à ce stade.

Les résultats de ces tests et surtout ceux obtenus avec l'Aura-Pure ont conduit à ne pas la retenir pour la suite des essais. Les trois autres substances tensioactives (caséine, MIBC et Tween-20) montrent des propriétés encourageante pour une étude élargie en colonne à bulles. Leur addition conduit à une taille de bulles plus faibles et un moussage plus important. Il reste à voir dans quelle mesure leur utilisation va être compatible avec la colonne et quelle sera la dose optimale pour optimiser les capacités de séparation.

4.2.2 Étude du fonctionnement de la colonne à bulles en présence de tensioactifs

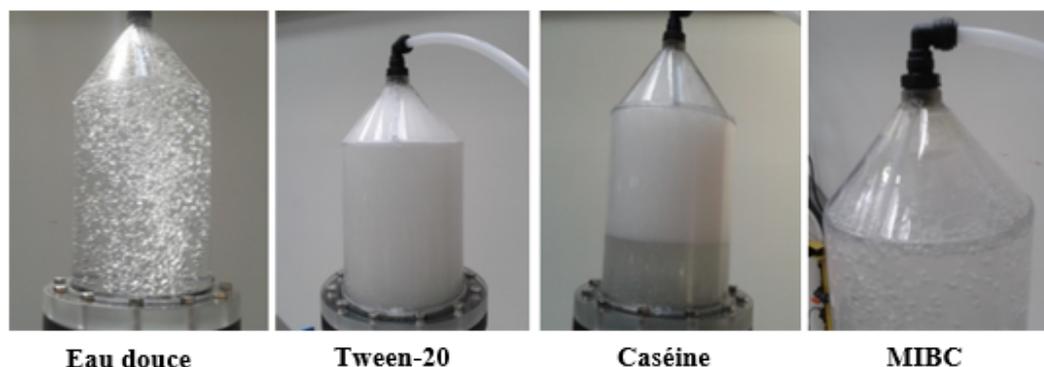


FIGURE 4.5 – Colonne en fonctionnement

Les expériences sont menées sur un airlift sous-dépression présenté sur la figure 4.5. La caséine, le MIBC et le Tween-20 dans le but de déterminer leur performance en condition réelle d'extraction solide-liquide. L'objectif de ces essais est de déterminer la dose adaptée pour une extraction optimale.

4.2.2.1 Protocole d'analyses en colonne à bulles

Les capacités de séparation solide-liquide avec ajout de tensioactifs sont évaluées pour une suspension d'argile verte ultra ventilée minéral sous forme de poudre d'environ 20 microns et de masse volumique assez proche de l'eau. Ces propriétés en font un produit adapté pour les tests de séparations solide-liquide.

Pour cette étape, la concentration initiale et la quantité d'argile à ajouter à l'eau de la colonne sont déterminées par la possibilité d'inspecter visuellement le comportement des bulles dans la colonne. Des tests ont montré qu'au delà de $92,3 \text{ mg.l}^{-1}$ l'observation des bulles devient impossible. La conduite des essais est assurée selon le protocole décrit ci-après :

1. remplissage du raceway avec de l'eau douce et prélèvement d'un premier échantillon pour déterminer la turbidité initiale de l'eau claire ;
2. ajout d'argile pour avoir une concentration de $92,3 \cdot 10^{-3} \text{ mg.l}^{-1}$. L'homogénéisation du mélange est obtenue mécaniquement et par la colonne afin d'assurer une bonne homogénéisation dans l'ensemble des éléments constituant le circuit sans actionner l'airlift ;
3. ajout du tensioactif et homogénéisation avec l'eau du raceway. La caséine, le Tween-20 et le MIBC sont utilisés tour à tour.

La caséine nécessite au préalable une dissolution dans de l'eau chaude à l'aide d'un agitateur magnétique chauffant pour une solution homogène ;

4. mesure de la turbidité de la solution *eau + argile + tensioactif* ;
5. après homogénéisation, l'eau est montée dans la colonne jusqu'au niveau du cône à l'aide de la pompe à vide et il s'en suit le bullage à travers les diffuseurs céramiques placés au fond de l'airlift. Quand la mousse se forme au niveau du cône, l'extraction à travers le bac de récolte peut commencer en ajustant le niveau de dépression dans celui-ci. Les résultats obtenus seront présentés et analysés ci-dessous (figure 4.5). Toutes les 5 minutes, un échantillon du liquide est prélevé à la sortie de la colonne afin de mesurer la turbidité correspondante.

4.2.2.2 Conditions opératoires

Pour mener cette analyse, les conditions opératoires sont :

- volume d'eau : 104 l ;
- masse d'argile en suspension : $92,3 \cdot 10^{-3} \text{ mg.l}^{-1}$;
- débit d'air : 3 l.mn^{-1} ;
- pression d'air entrant : 2 bars ;
- diffuseur : céramique petits pores ;
- concentration du MIBC : $25 \cdot 10^{-3} \text{ ml.l}^{-1}$;
- concentration du Tween-20 : $0,16 \text{ ml.l}^{-1}$;
- concentration de la Caséine : 1 mg.l^{-1} .

Les tensioactifs ne sont pas utilisés simultanément. Les concentrations ci-dessus indiquées sont celles qui sont recommandées dans la littérature. Pour un premier test des tensioactifs en colonne à bulle, un débit d'air faible (3 l.mn^{-1}) est retenu en vue d'éviter d'avoir une mousse trop abondante en présence du Tween-20 qui pourrait affecter le fonctionnement de l'airlift ré-circulé. La présente étude va permettre de déterminer les concentrations optimales pour la séparation solide-liquide en colonne à bulles sous dépression. Après la définition de la gamme opératoire des essais à mener, quatre séries de test sont réalisés : un avec la caséine, un avec le MIBC, un avec le Tween-20 et un dernier avec une combinaison *caséine + MIBC*.

4.2.2.3 Détermination des capacités de séparation en fonction des tensioactifs

Les tests réalisés en colonne à bulles ont permis de mettre en évidence la pertinence de l'utilisation de certains tensioactifs et d'en écarter d'autres qui se sont avérés inefficaces. Les résultats obtenus au cours de cette phase expérimentale par tensioactif sont les suivants :

- Tween 20 : avec ce tensioactif à la dose préconisée on observe une formation de mousse abondante qui bloque la circulation liquide. Ce phénomène persiste même après une réduction importante de la concentration et une réduction du débit d'air. Ces constatations nous ont amené à abandonner les essais avec ce produit.
- MIBC : la dose recommandée est de $25 \cdot 10^{-3} \text{ ml.l}^{-1}$. Comme pour les observations sur les essais préliminaires, la présence de MIBC agit à la fois sur le bullage et sur la capacité de moussage. Le MIBC produit une mousse avec de fines bulles mais une amélioration limitée de l'extraction des particules d'argiles en suspension. L'augmentation de la concentration intensifie le moussage mais n'entraîne aucune amélioration de la capacité d'extraction. La formation de mousse est abondante et entraîne même l'apparition d'un contre airlift qui remet en cause la capacité de pompage et de circulation de la colonne. A cet effet, pour le reste des essais, afin d'éviter cet inconvénient, la dose de MIBC est réduite jusqu'à une valeur en dessous de laquelle ce phénomène disparaît. Les essais suivants sont faits avec $3 \cdot 10^{-3}$ et $5 \cdot 10^{-3} \text{ ml.l}^{-1}$ de MIBC.
- Caséine : avec la dose recommandée dans la littérature les observations montrent que la solution recueillie au sommet de la colonne est faiblement concentrée en matière solide en suspension, ce qui indique une capacité limitée du dispositif à faire de la séparation. Une augmentation de cette dose semble améliorer les capacités extractives à partir d'une dose de $9,6 \text{ mg.l}^{-1}$ de caséine. Celle-ci semble bien assurer la fonction de séparation solide-liquide avec un moussage plus important. Ce phénomène peut s'expliquer par le fait que les protéines viennent créer un réseau à l'interface air-eau et une affinité physicochimique avec l'argile.

Le MIBC et le Tween-20 semblent augmenter la surface d'échange à travers leur capacité à générer des fines bulles sans pour autant pouvoir assurer une bonne extraction des particules en suspension. La caséine par contre arrive à assurer une bonne capacité à faire migrer les particules d'argile vers la mousse même si celle-ci n'est pas fine. Les bulles obtenues avec la caséine sont de grand diamètre et la surface d'échange ne semble pas avoir été considérablement augmentée. Les observations qualitatives sur le fonctionnement de la colonne en eau douce et en présence de tensioactif sont résumées dans le tableau 4.3.

Les trois produits agissent sur deux paramètres différents mais complémentaires, d'où l'idée de les associer afin de combiner leur action respective pour une extraction plus efficace. Le MIBC et le Tween-20 sont des tensioactifs qui agissent sur la taille des bulles et la caséine qui agit comme un agent moussant.

Tensio-actifs	Concentration	Taille des bulles	Moussage	Stabilité de la mousse	extraction
Caséine	$9,6 \text{ mg.l}^{-1}$	=	↗ ↗	↗	↗ ↗ ↗
MIBC	$25 \cdot 10^{-3} \text{ ml.l}^{-1}$	↘ ↘ ↘ ↗	↗ ↗	↘	↗ ↗
Tween-20	$0,16 \text{ ml.l}^{-1}$	=	↗ ↗ ↗ ↗	↗ ↗ ↗ ↗	↗

TABLE 4.3 – Propriétés et effets des substances tensioactives étudiées

Le premier test réalisé a été d'associer la caséine ($9,6 \text{ mg.l}^{-1}$) au MIBC ($3 \cdot 10^{-3} \text{ ml.l}^{-1}$). La première constatation est que cette combinaison a produit un résultat meilleur que celui obtenu avec la caséine seule. Comme il a été envisagé, les effets caractéristiques des deux tensioactifs sont combinés : formation des fines bulles et un moussage fin capable de capter plus efficacement les matières en suspensions. Les mousses sont plus chargées en particule d'argiles. La solution extraite en sommet de colonne a une concentration en particules plus importante. Quant à l'essai avec une association de la caséine ($9,6 \text{ mg.l}^{-1}$) au Tween-20 ($0,16 \text{ ml.l}^{-1}$), les résultats sont meilleurs que ceux obtenus avec le Tween-20 seul mais restent en dessous de ce qui est observé avec la caséine seule. En plus de produire une mousse abondante responsable de la diminution des performances hydrodynamiques de la colonne, la présence du Tween-20 semble diminuer la capacité de la caséine à enrichir la mousse en particules solides.

Le résultat de ces deux tests semble montrer que seule l'association du MIBC avec la caséine conduit à une efficacité améliorée de la colonne à assurer de la séparation solide-liquide en présence d'eau douce. Pour la suite de ce chapitre, une étude plus détaillée de la capacité d'extraction de la colonne airlift sous dépression est réalisée avec la caséine seule et une combinaison *caséine+MIBC*. Il s'agit alors d'étudier l'impact de paramètres tels que la concentration de tensioactifs, concentration initiale en particules solides et débit d'air sur les performances d'extraction.

4.3 Étude de l'impact des facteurs influents sur les performances d'extraction de la colonne

Dans ce qui précède, la capacité d'extraction de la colonne fonctionnant en eau douce est étudiée qualitativement en présence de produits tensioactifs. Il est apparu que parmi les substances choisies initialement, seules la caséine et sa combinaison avec le MIBC pouvaient conduire à une évolution nette de la capacité d'extraction. Il s'agit maintenant de mener une étude exhaustive de l'extraction afin de déterminer les conditions optimales de fonctionnement.

Dans cette étude, la séparation est analysée en fonction de plusieurs paramètres : concentrations en tensioactifs, débit d'air et la teneur initiale en particules en suspension. Dans la première partie, les essais avec la caséine seule sont présentés. En seconde partie, seront présentés les résultats des essais combinant la caséine et le MIBC. Les mesures expérimentales sont à chaque fois répétées dans les mêmes conditions opératoires.

4.3.1 Séparation solide-liquide en présence de la caséine

4.3.1.1 Effet de la concentration initiale d'argile

Une analyse de l'influence de la concentration initiale des particules d'argile dans le liquide à purifier a été faite. Deux séries d'expérience de séparation solide-liquide par l'airlift dans les

mêmes conditions mais avec une turbidité initiale différente sont menées.

La première expérience est réalisée avec une concentration initiale de $0,09 \text{ g.l}^{-1}$ d'argile et la seconde avec un autre mélange eau-argile ayant une concentration de $0,3 \text{ g.l}^{-1}$. Les deux expériences sont menées dans les mêmes conditions soit un débit d'air de 30 l.mn^{-1} , une dose de caséine de $0,014 \text{ g.l}^{-1}$ et une dépression de $-0,24 \text{ bar}$ imposée en tête de colonne. L'extraction est réalisée pendant une heure et les résultats sont présentés sur les courbes de la figure 4.6.

Les résultats montrent que, dans ces conditions opératoires, il faut *22 minutes* d'extraction pour passer d'une concentration d'argile en suspension de $0,3$ à $0,09 \text{ g.l}^{-1}$. A partir de cet instant l'évolution de la concentration d'argile rejoint celle du deuxième essai avec une concentration initiale de $0,09 \text{ g.l}^{-1}$.

Ces résultats semblent indiquer que la concentration de caséine n'est pas modifiée durant la phase initiale de 22 minutes d'extraction. Au delà on retrouve le même comportement que pour le deuxième essai.

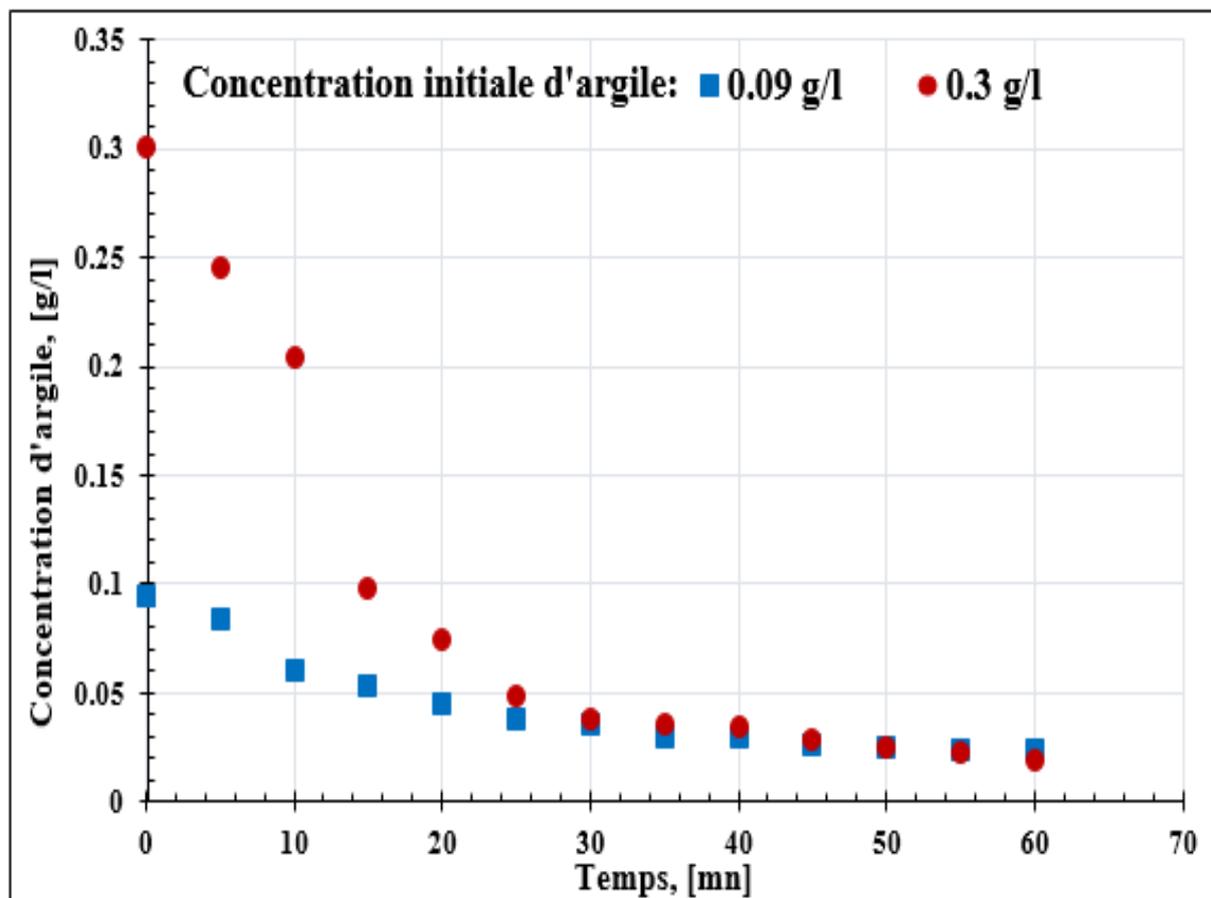


FIGURE 4.6 – Effet de la dose initiale d'argile

4.3.1.2 Effet du débit d'air

L'efficacité de l'extraction des particules d'argiles par l'airlift en présence de la caséine semble varier en fonction du débit d'air. Avec une concentration de $0,014 \text{ g.l}^{-1}$ de caséine, l'efficacité de la séparation solide-liquide pour les débits d'air de 10, 15 et 20 l.mn^{-1} est pratiquement la même. A partir de la 20^{ème} minute d'extraction, l'efficacité devient plus prononcée avec le débit d'air 15 l.mn^{-1} (figure 4.7). Cette tendance est plus marquée pour une concentration de caséine de $0,019 \text{ g.l}^{-1}$, avec un débit de 15 l.mn^{-1} (figure 4.8).

Une analyse fine des résultats sur l'efficacité d'extraction avec $0,014 \text{ g.l}^{-1}$ de caséine, pour 30 minutes d'extraction et avec les trois débits (10, 15 et 20 l.mn^{-1}), permet d'identifier nettement que le débit d'air 15 l.mn^{-1} est le plus efficace pour assurer la fonction de séparation solide-liquide de cette colonne (figure 4.9).

Les essais suivants sont réalisés avec le débit d'air 15 l.mn^{-1} et en faisant d'avantage varier la concentration en caséine : 0,009, 0,014, 0,019 et $0,024 \text{ g.l}^{-1}$.

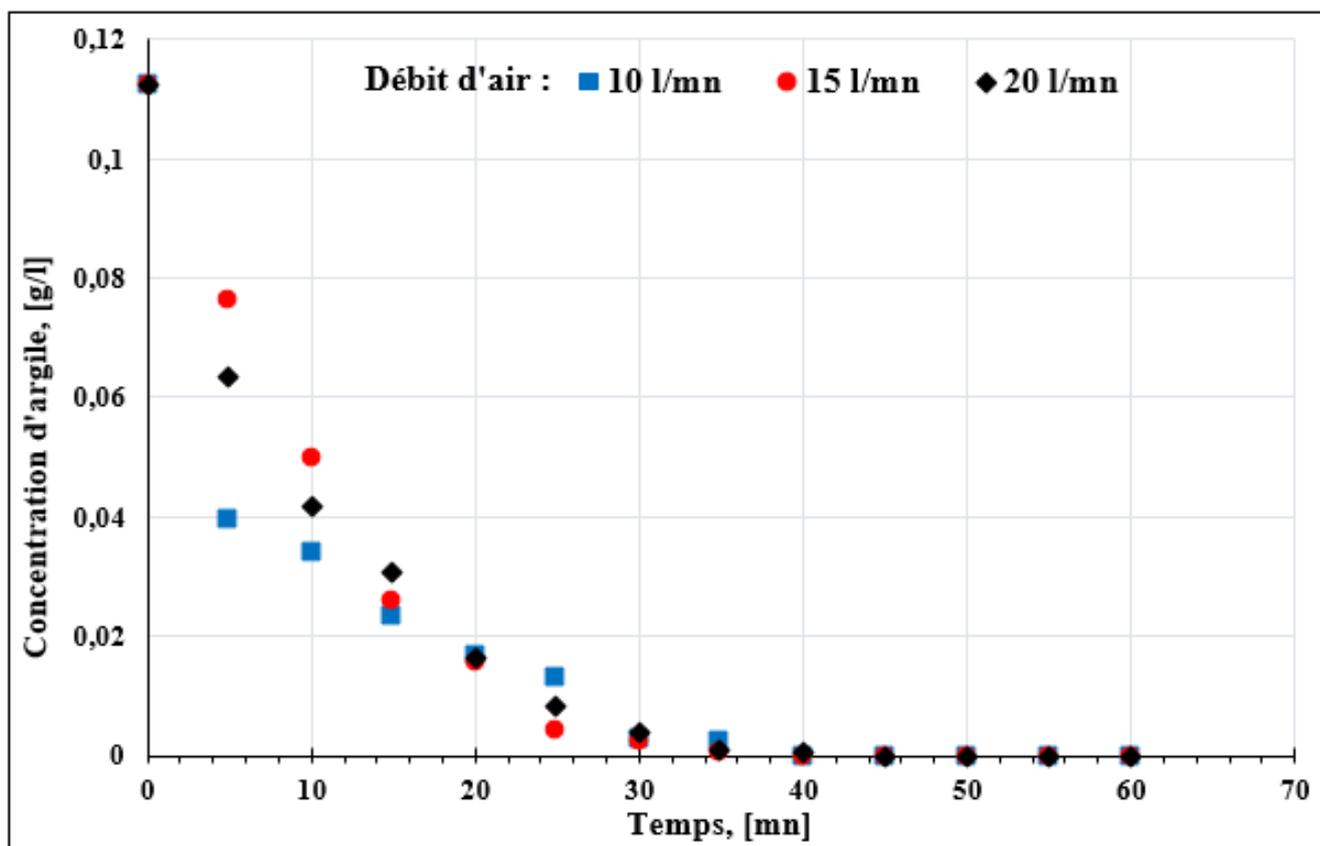


FIGURE 4.7 – Extraction des particules d'argiles en suspension avec de la caséine à $0,014 \text{ g.l}^{-1}$

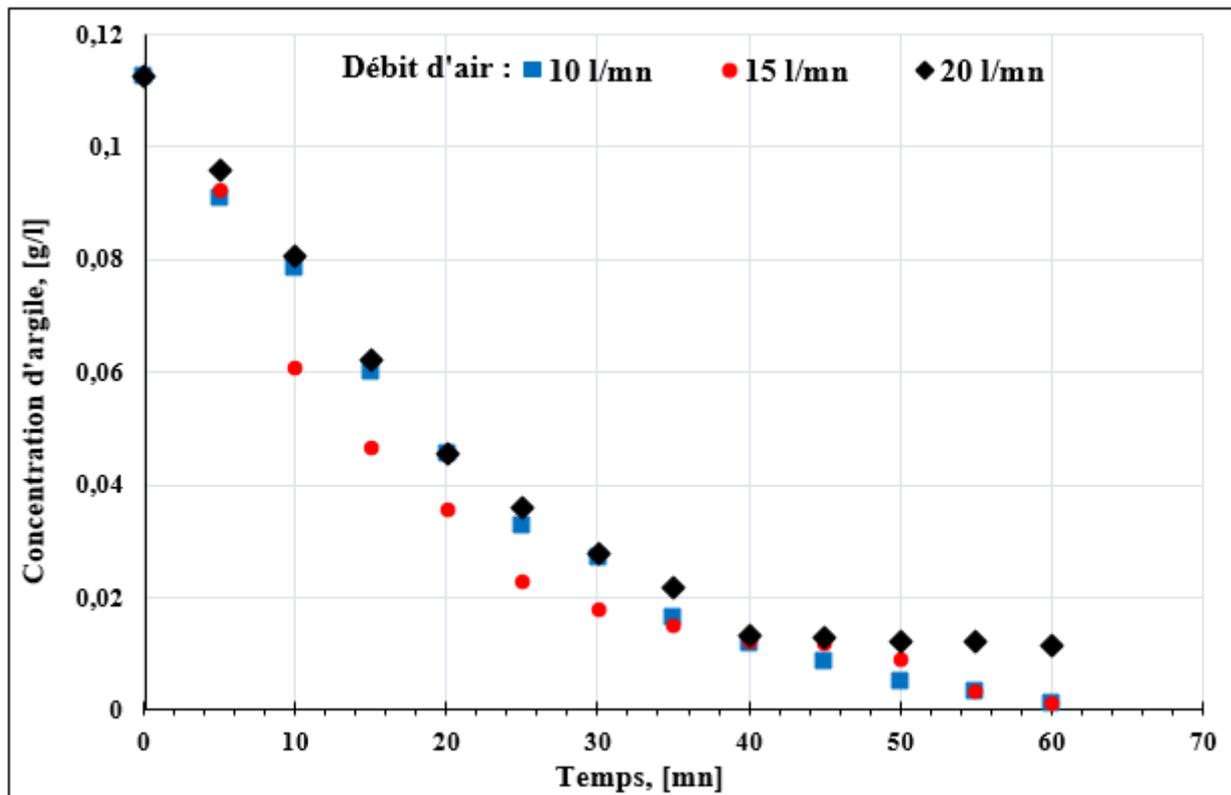


FIGURE 4.8 – Extraction des particules d'argiles en suspension avec de la caséine à $0,019 \text{ g.l}^{-1}$

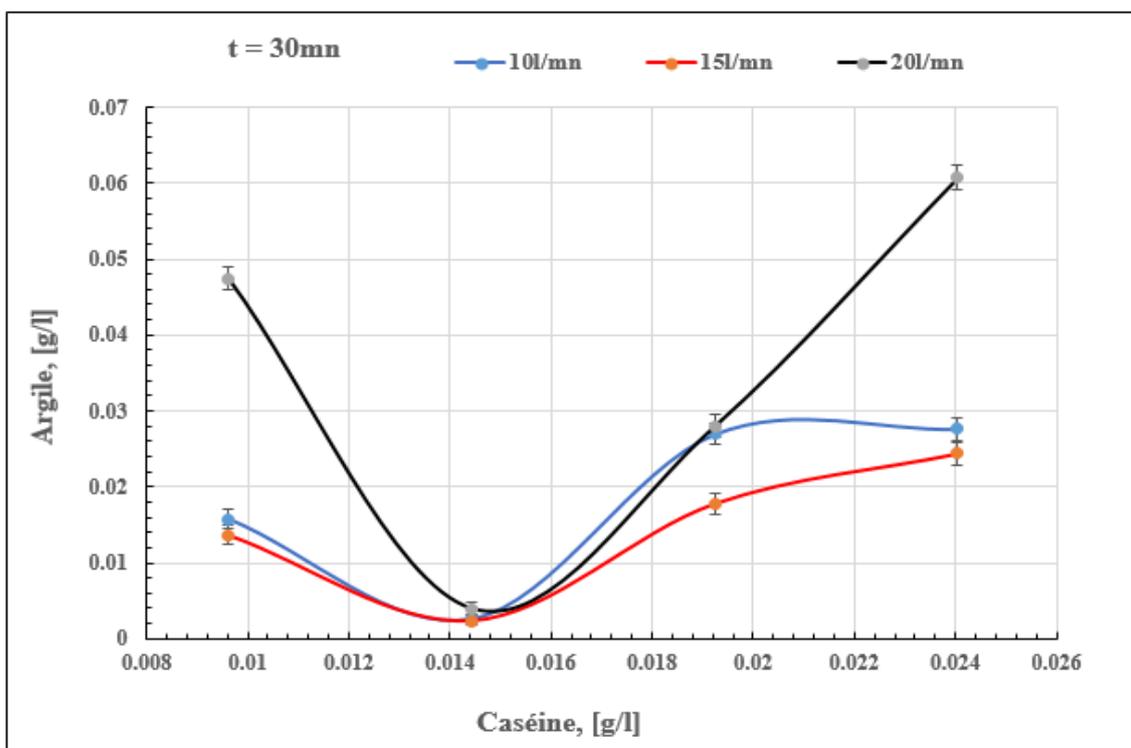


FIGURE 4.9 – Effet du débit d'air au bout de 30 minutes d'extraction pour une concentration initiale d'argile de $0,112 \text{ g.l}^{-1}$ et pour différentes concentrations de caséine

4.3.1.3 Effet de la concentration de caséine

Les résultats précédents indiquent que les performances de séparation solide liquide varient en fonction de la concentration de caséine introduite dans le liquide à traiter. On s'attache à étudier l'évolution de la capacité d'extraction en fonction de la concentration de caséine à débit d'air constant. Les concentrations de caséine retenues sont 0,009 ; 0,014 ; 0,019 et 0,024 $g.l^{-1}$. Le débit d'air est fixé à 15 $l.mn^{-1}$ pour les quatre concentrations de caséine.

Sur la figure 4.10 sont représentées les courbes d'extraction des particules d'argile, en suspension en eau douce, pendant une heure. Les résultats indiquent clairement une meilleure efficacité avec 0,014 $g.l^{-1}$ de caséine. On en déduit qu'une concentration inférieure réduit l'efficacité comme c'est le cas aussi pour une concentration supérieure.

Pour avoir une meilleure idée sur la fraction de particules éliminées, le graphique 4.11 présente le pourcentage de matière solide extraite au bout de 30 minutes : on constate qu'avec 0,014 $g.l^{-1}$ de caséine on arrive à extraire plus de 94 % des particules d'argile en suspension. Viennent après les essais avec 0,009 et 0,019 $g.l^{-1}$. En revanche le test avec 0,024 $g.l^{-1}$ conduit à une extraction plus faible. Ces tests ont permis de remarquer que 0,014 $g.l^{-1}$ est la concentration optimale de caséine pour assurer la fonction de séparation solide-liquide.

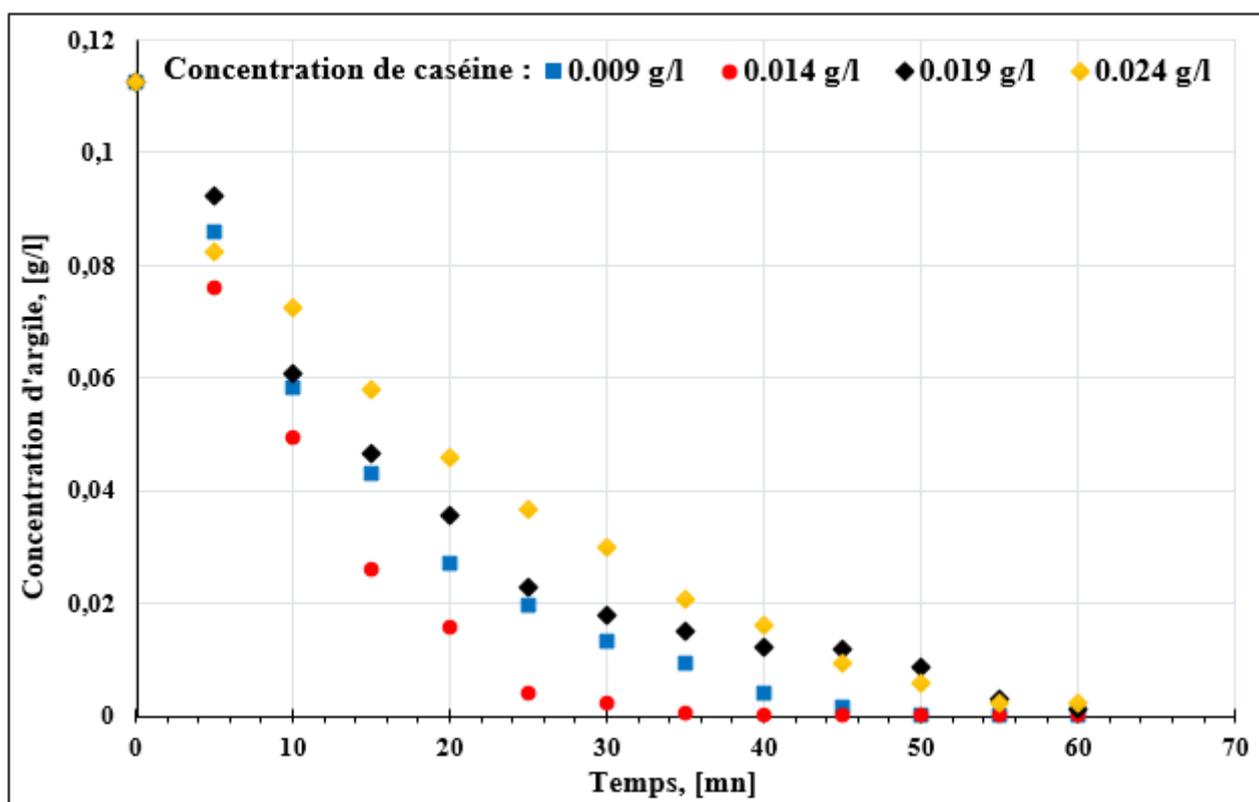


FIGURE 4.10 – Effet de la dose de la caséine sur la séparation solide-liquide avec $Q_{air} = 15 l.mn^{-1}$

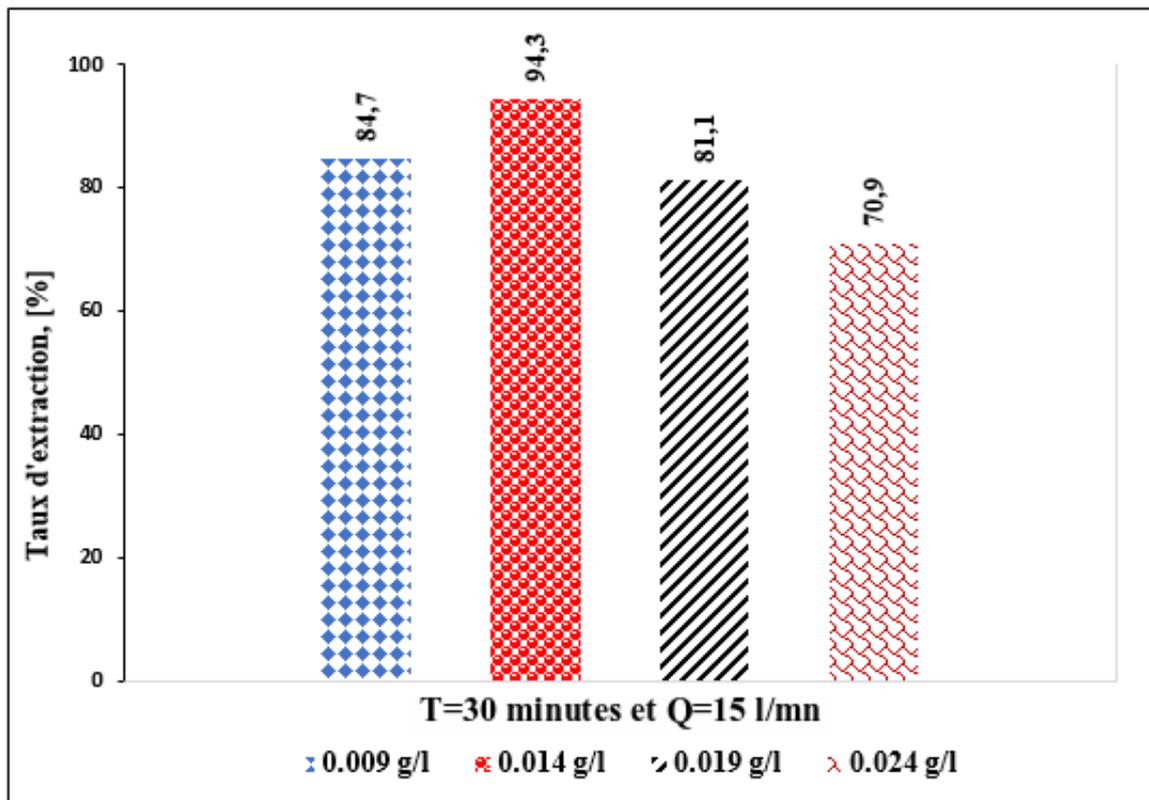


FIGURE 4.11 – Efficacité de séparation continue des particules d'argiles avec de la caséine

4.3.2 Séparation solide-liquide avec de la caséine + MIBC

Comme il a été présenté précédemment, les essais effectués pour l'extraction des particules en suspension avec différentes concentrations de MIBC uniquement n'ont pas été concluants. Le moussage du MIBC ne permettait pas d'obtenir une phase en tête de colonne qui ne corresponde qu'à de la mousse. Il apparaît donc que le MIBC seul n'apporte pas de résultats satisfaisants pour l'extraction. Il agit plus sur la taille de bulles et leur coalescence, d'où l'idée de conjuguer le MIBC à la caséine ($0,014 \text{ g.l}^{-1}$). Les essais sont menés pour deux débits d'air (15 et 20 l.mn^{-1}) et deux concentrations de MIBC : $4,8 \cdot 10^{-3}$ et $2,9 \cdot 10^{-3} \text{ ml.l}^{-1}$.

Nous observons sur la figure 4.12 que pour les quatre combinaisons étudiées, l'efficacité d'extraction dépasse les 97 % des particules enlevées et cela au bout de 30 minutes de fonctionnement de la colonne. Les résultats obtenus sont en deçà de la norme de la potabilité de l'eau fixée à 2 NTU, soit $0,026 \text{ g.l}^{-1}$ par l'organisation mondiale de la santé.

Mieux encore, la figure 4.13 qui représente l'efficacité de séparation de cette combinaison caséine+MIBC sous forme d'histogramme montre qu'avec une concentration de $4,8 \cdot 10^{-3} \text{ ml.l}^{-1}$ de MIBC, on atteint une efficacité de séparation de 99 % en trente minutes d'extraction.

Il ressort de cette partie d'étude expérimentale sur la séparation des particules d'argiles en suspension en eau douce que l'usage combiné du MIBC avec la caséine soluble est très efficace.

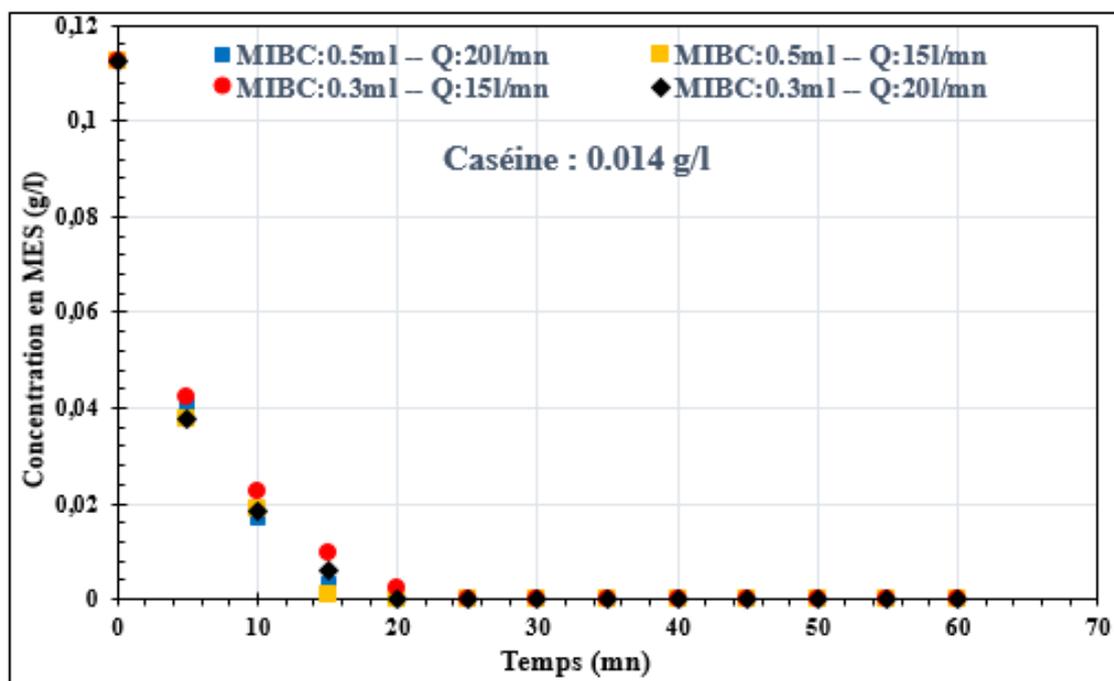


FIGURE 4.12 – Extraction des MES avec de la caséine ($0,014 \text{ g.l}^{-1}$) et du MIBC

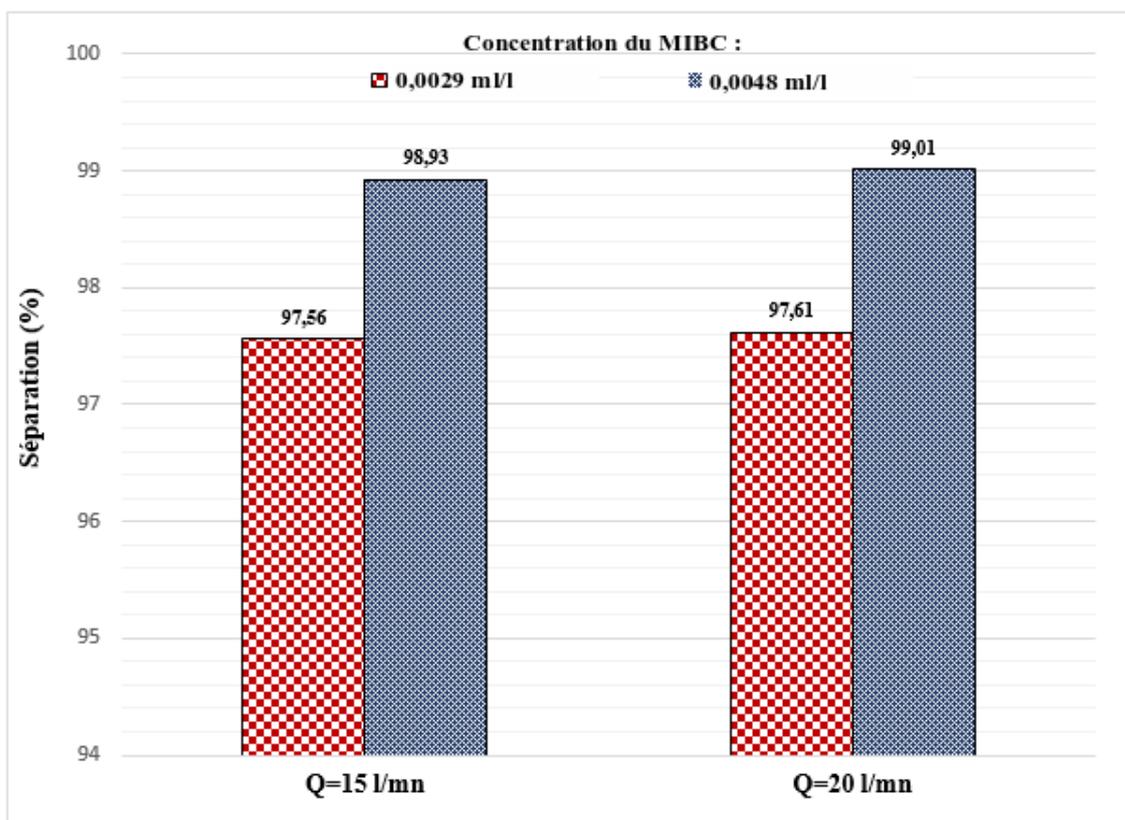


FIGURE 4.13 – Efficacité de séparation du MIBC des particules d'argiles avec $0,014 \text{ g.l}^{-1}$ de caséine

4.4 Analyse des structures d'écoulements du raceway

Le raceway, connecté à l'airlift par deux tuyaux, assure la récirculation hydraulique du fluide. A cet effet, la configuration géométrique du bassin de recirculation a certainement une influence sur les performances de l'airlift en matière de séparation solide-liquide. L'étude des structures d'écoulement au sein du raceway permet de compléter l'étude hydrodynamique réalisée au chapitre 3 de cette thèse et aussi d'optimiser la géométrie du raceway.

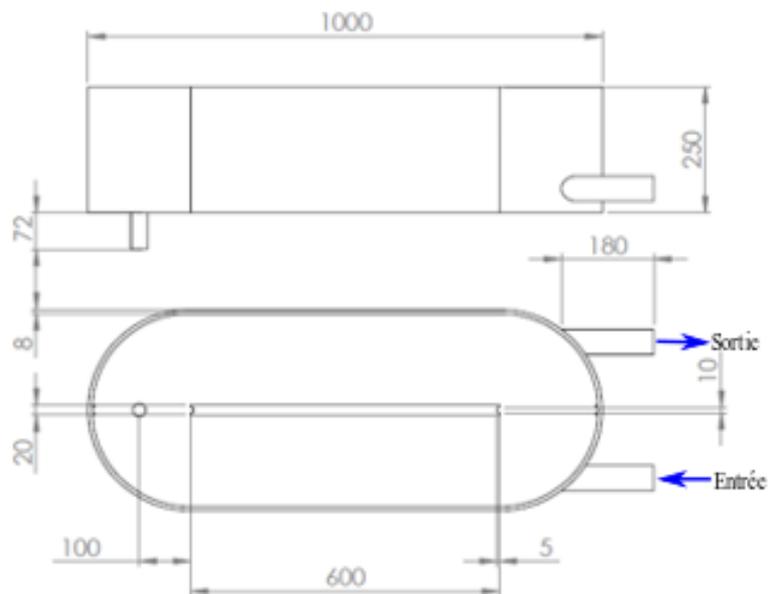


FIGURE 4.14 – Coupes schématique du raceway

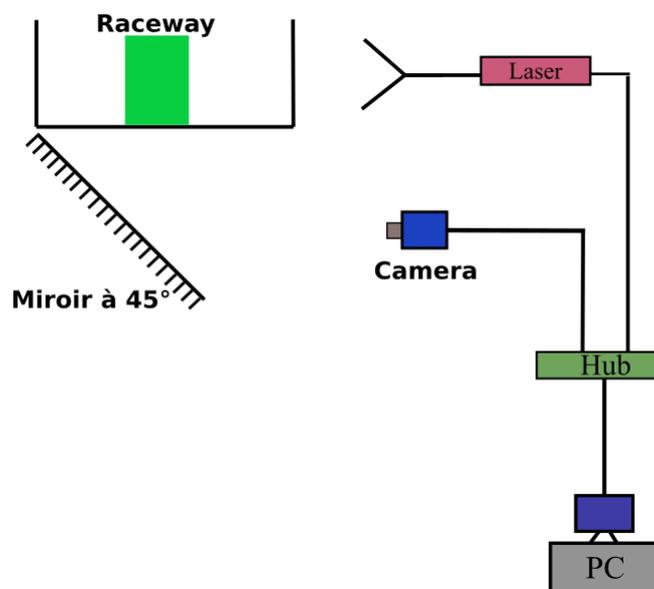


FIGURE 4.15 – Montage du système PIV

Pour visualiser les structures d'écoulement dans le raceway de l'airlift, des vecteurs vitesse du fluide liquide sont mesurés en appliquant la technique de Vélocimétrie par Images de Particules. Il s'agit d'une technique optique non intrusive qui consiste à déterminer la vitesse d'un fluide à partir du déplacement de particules transportées par celui-ci. Contrairement aux techniques de mesure ponctuelles (Anémométrie par Laser Doppler ou les fils chauds), la Vélocimétrie par Image de Particules (PIV) permet d'obtenir un grand champ de vecteurs en deux ou trois dimensions.

4.4.1 Protocole expérimental

Le raceway étudié est en plexiglass transparent avec des dimensions géométriques présentées sur la figure 4.14. Le niveau de liquide dans le raceway est de 12,5 cm lorsque la colonne est en marche. Les mesures sont effectuées en eau douce à température ambiante.

L'analyse des structures d'écoulement du raceway est réalisée par la technique de Vélocimétrie par Image des Particules. Un miroir incliné de 45° est posé sous le raceway afin de permettre une prise des images sans déformation et de sorte que la caméra soit disposée dans le même plan que le faisceau laser. Le montage expérimental de la mesure PIV est illustré sur la figure 4.15.

L'analyse des champs de vitesses dans le bassin de recirculation est étudié pour trois vitesses superficielle du gaz (U_g) : 0,09 m.s⁻¹ ; 0,22 m.s⁻¹ et 0,36 m.s⁻¹. Aussi, en vue également d'observer les effets de la position verticale du fluide sur la structure de l'écoulement, trois plans PIV sont effectués pour chaque débit d'air : un plan P0 situé à 1,5 cm du fond du raceway, un plan P1 situé au milieu et un troisième plan noté P2 qui se situe près de la surface libre et situé à 8 cm du fond du raceway. La caméra ne pouvant pas observer toute la longueur du raceway, cinq (5) sections (22 cm) longitudinale de prise d'image sont définies.

Le raceway dispose d'une paroi longitudinale disposée au centre et qui scinde le raceway en une zone d'entrée et une zone de sortie du fluide. Les mesures PIV sont faites dans les deux zones du raceway distinctement mais dans les mêmes conditions d'écoulement et suivant les mêmes sections et plan de mesure.

Dans une perspective de mieux visualiser les structures des vitesses du liquide dans le raceway, des profils transversaux des vitesses ont été tracés à l'aide du logiciel *Tecplot* 360 par extraction à partir des champs de vitesses obtenus par mesure PIV. Ces profils ont été tracés suivant la largeur du raceway et sur toute la longueur du cloison de séparation.

Pour chaque débit d'air et pour chaque plan, sept profils transversaux de vitesse espacés les uns des autres d'un pas de 100 mm de longueur ont été tracés.

4.4.2 Résultats des mesures PIV

L'étude par Vélocimétrie par Image de Particules a permis d'obtenir des champs du module des vitesses V_x et V_y . L'analyse de ces champs de vitesse fait ressortir des structures

d'écoulement caractérisées par des vitesses trop faibles dans la région proche de la cloison centrale de séparation du raceway. Des faibles structures de recirculation sont constatées dans la même région. Les vitesses maximales se situent dans la zone proche des parois latérales du raceway.

Sur la figure 4.16 il ressort que dans la zone d'entrée du raceway, proche de la paroi latérale, se concentrent les plus fortes vitesses. Les vitesses sont maximales vers la paroi latérale et diminuent progressivement en s'orientant vers la paroi centrale. Cette structure de progression de vitesse est observée quel que soit le débit d'air et le plan de mesure PIV.

Dans les zones de recirculation, les vitesses sont plus importantes qu'ailleurs. Les profils transversaux de vitesse et les champs des vitesses globales indiquent une zone de vitesses liquides très faibles localisée le long de la paroi centrale de cloisonnement. L'épaisseur de cette bande varie suivant qu'il y a recirculation ou non. La bande est plus étroite en cas de recirculation et étendue sans recirculation. Les recirculations se localisent toujours au fond du raceway.

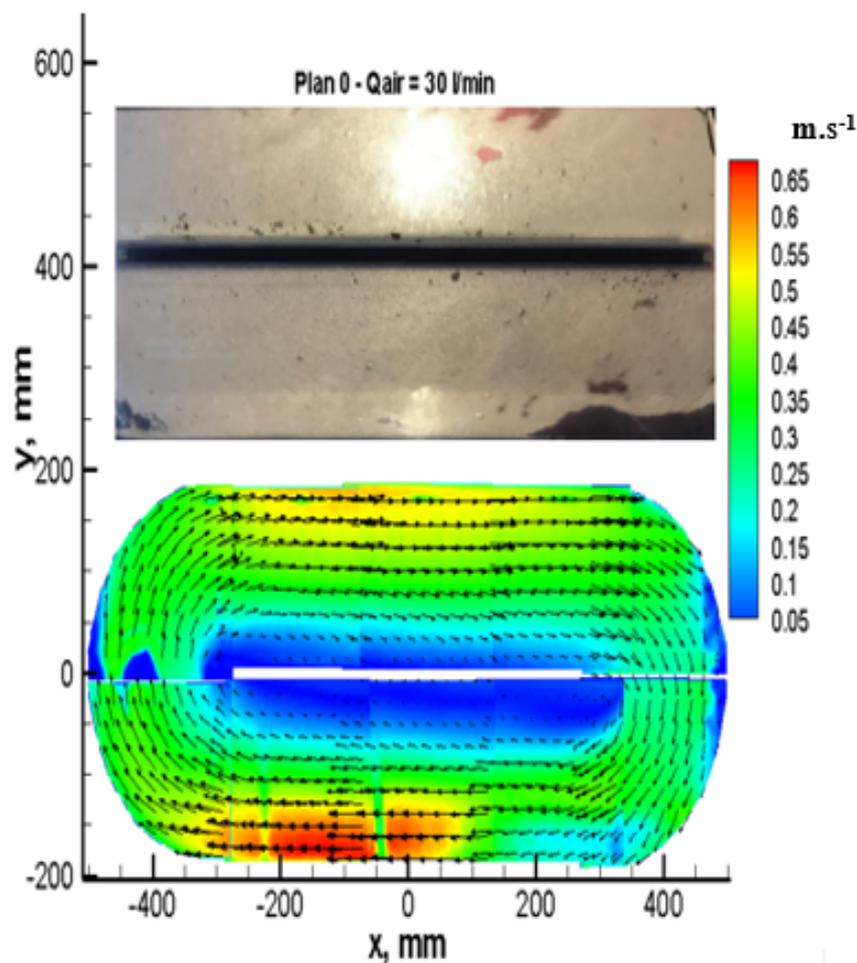


FIGURE 4.16 – Champs des vitesses dans le raceway pour une vitesse superficielle $U_g = 0,36 \text{ m.s}^{-1}$ et un plan P0 près du fond

4.4.2.1 Structures d'écoulement pour $U_g = 0,09 \text{ m.s}^{-1}$

Avec une vitesse superficielle d'air $U_g = 0,09 \text{ m.s}^{-1}$, les vitesses maximales sont atteintes dans la zone centrale proche des parois latérales du raceway. Des structures de recirculation sont observées de part et d'autre de la cloison centrale 4.17. Une photographie du raceway fait ressortir des zones de dépôt des particules solides le long de la paroi centrale (figure 4.18). Les structures des vitesses d'écoulement pour les trois plans de mesure PIV sont représentées sur les figures 4.19 et 4.20. L'analyse de ses résultats indique :

- au niveau du plan P0, proche du fond du raceway, la recirculation se localise dans la région d'entrée du liquide avec une petite bande de zone de faible vitesse ;
- au milieu du raceway, plan P1, la recirculation est presque inexistante ;
- le plan P2, proche de la surface libre, fait ressortir des vitesses plus importantes localisées à l'entrée du raceway.

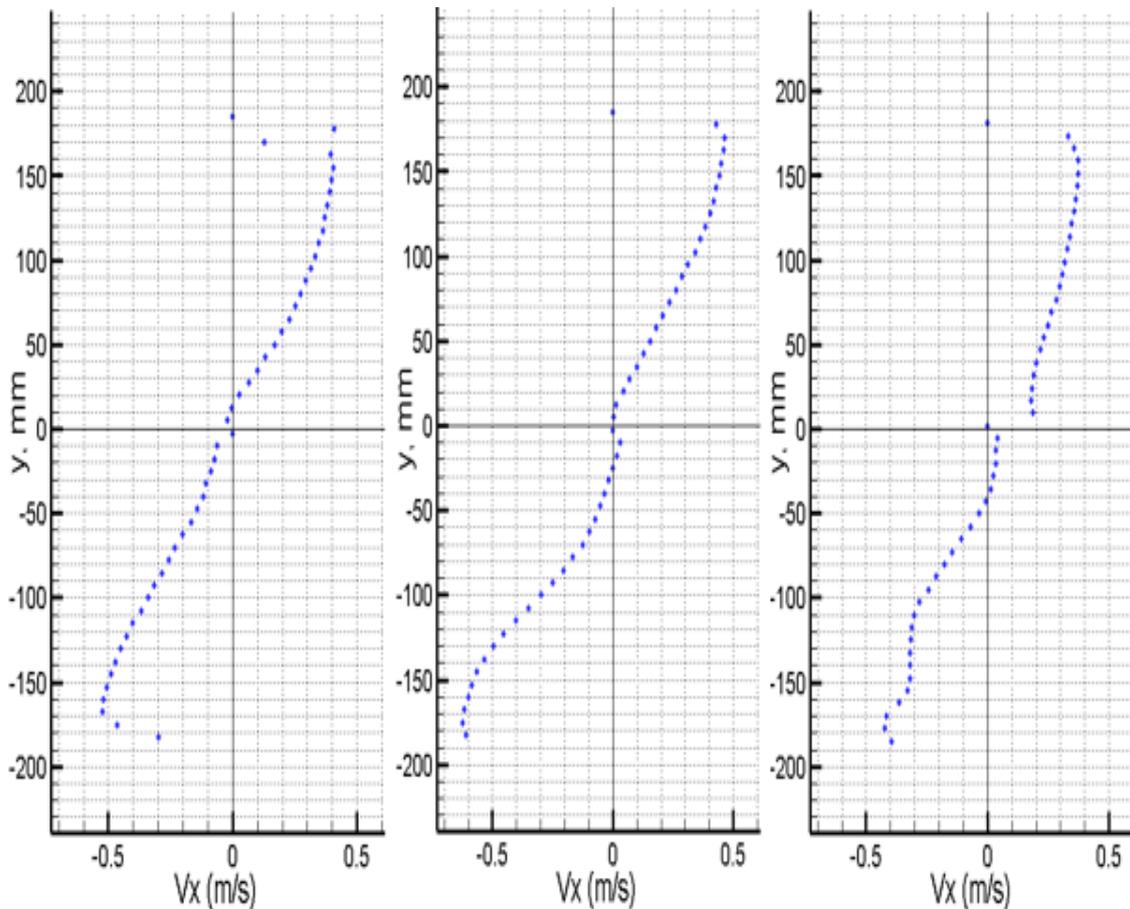


FIGURE 4.17 – Profils transversaux des vitesses liquide

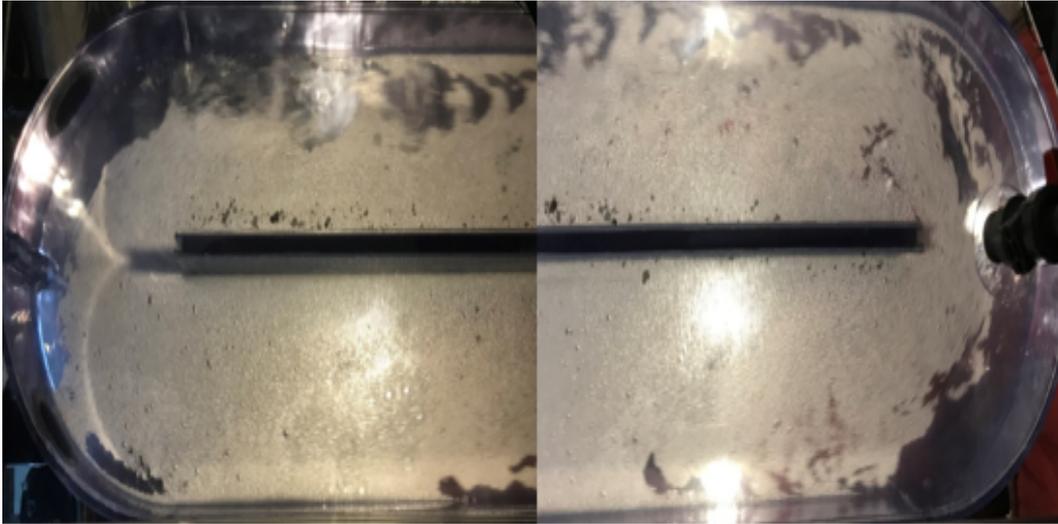


FIGURE 4.18 – Dépôt de particules solides le long du cloison interne du raceway

4.4.2.2 Structures d'écoulement pour $U_g = 0,22 \text{ m.s}^{-1}$

Les structures de recirculation du liquide pour une vitesse superficielle de gaz $U_g = 0,22 \text{ m.s}^{-1}$, varient en fonction du plan de mesure PIV. Les résultats des mesures sont présentés sur les figures 4.21 et 4.22.

L'analyse des résultats des mesures PIV fait ressortir que :

- Sur le plan P0, proche du fond du raceway, la recirculation est plus importante dans la zone d'entrée du liquide vers le raceway ;
- Sur le plan P1, plan médian, on observe que la recirculation est présente dans les deux parties du raceway avec une bande de la région de faible vitesse plus importante ;
- Sur le plan P2, proche de la surface libre, la recirculation est faible.

4.4.2.3 Structures d'écoulement pour $U_g = 0,36 \text{ m.s}^{-1}$

Pour ce débit d'air, les vitesses du liquide sont beaucoup plus importantes que celles des autres débit précédents. La zone de forte vitesse reste toujours celle d'entrée du raceway. Les structures de recirculations varient selon les plans de mesure PIV. Les zones où se situent les structures de recirculations sont plus localisé au fond et proche de la surface libre du raceway (plan P0 et P2) avec des modules de vitesse plus importants.

Sur le plan P1, à mi-hauteur du liquide, la recirculation est moins prononcée et les vitesses sont trop faible de part et d'autre de la paroi centrale. Les structures d'écoulements sont illustré pour ce débit d'air sur les figures 4.23 et 4.24.

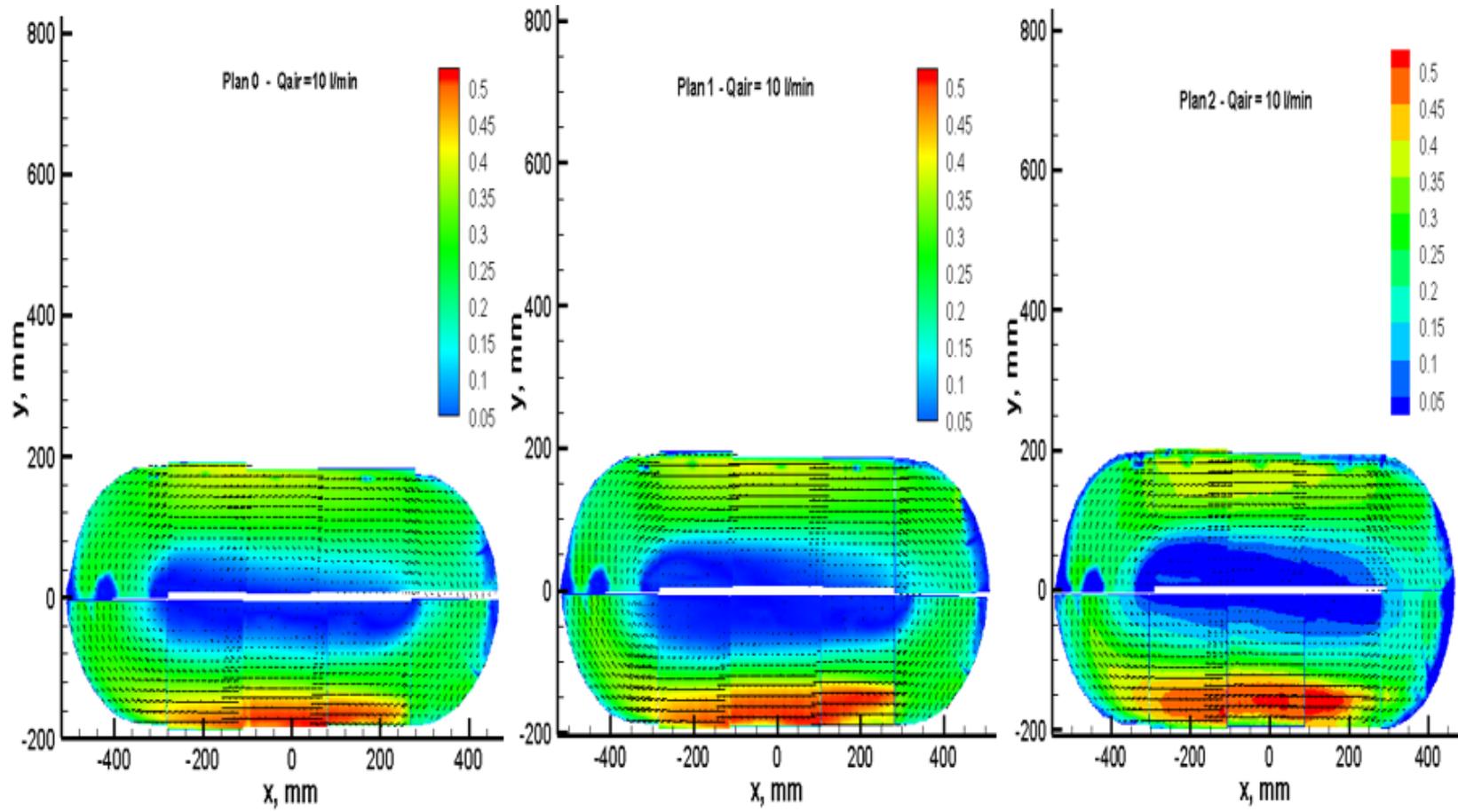
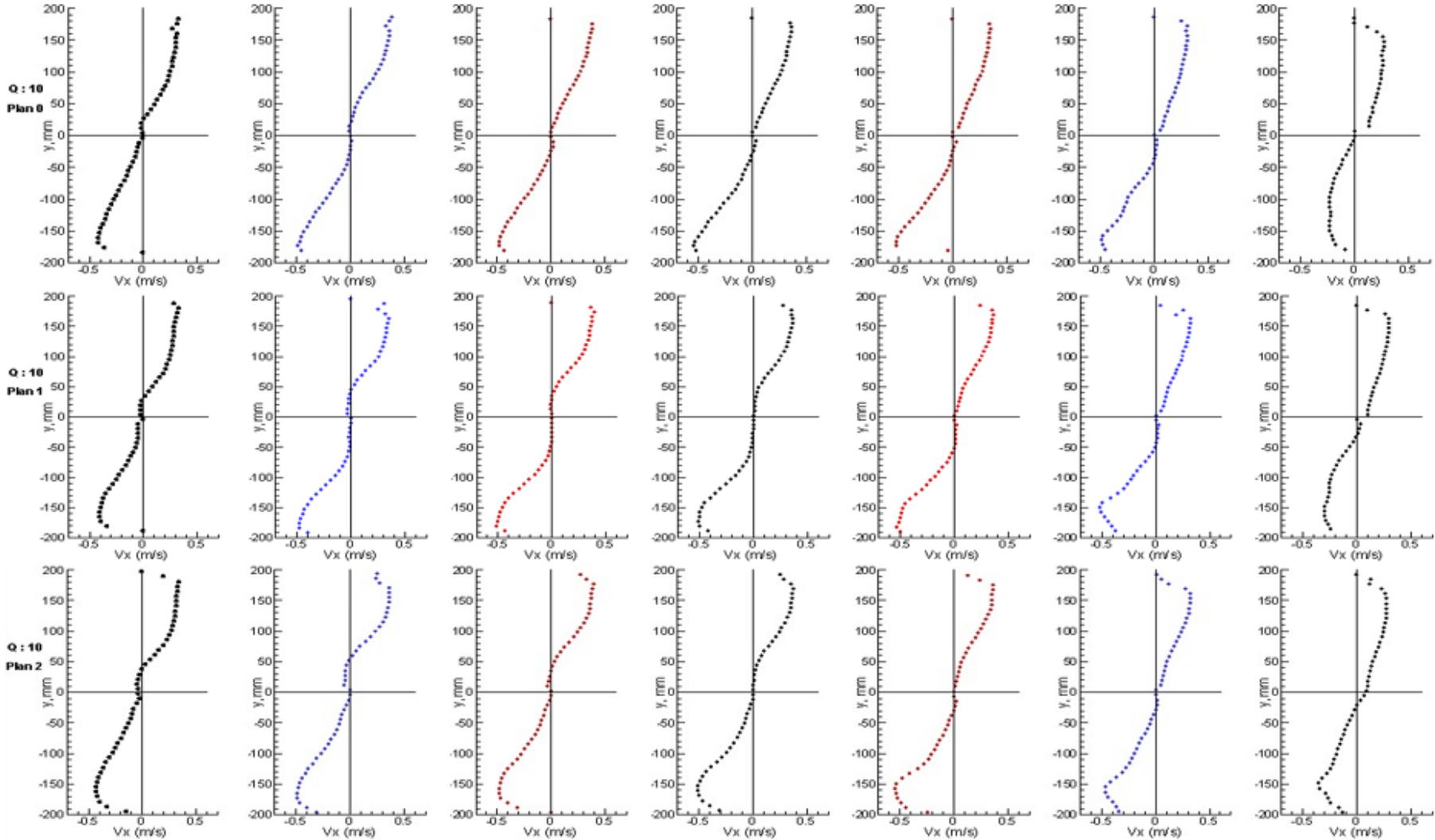


FIGURE 4.19 – Champs de vitesse dans le raceway pour une vitesse superficielle de gaz $U_g = 0,09 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ suivants trois plans horizontaux

FIGURE 4.20 – Profils transversaux pour une vitesse superficielle de gaz $U_g = 0,09 \text{ m.s}^{-1}$

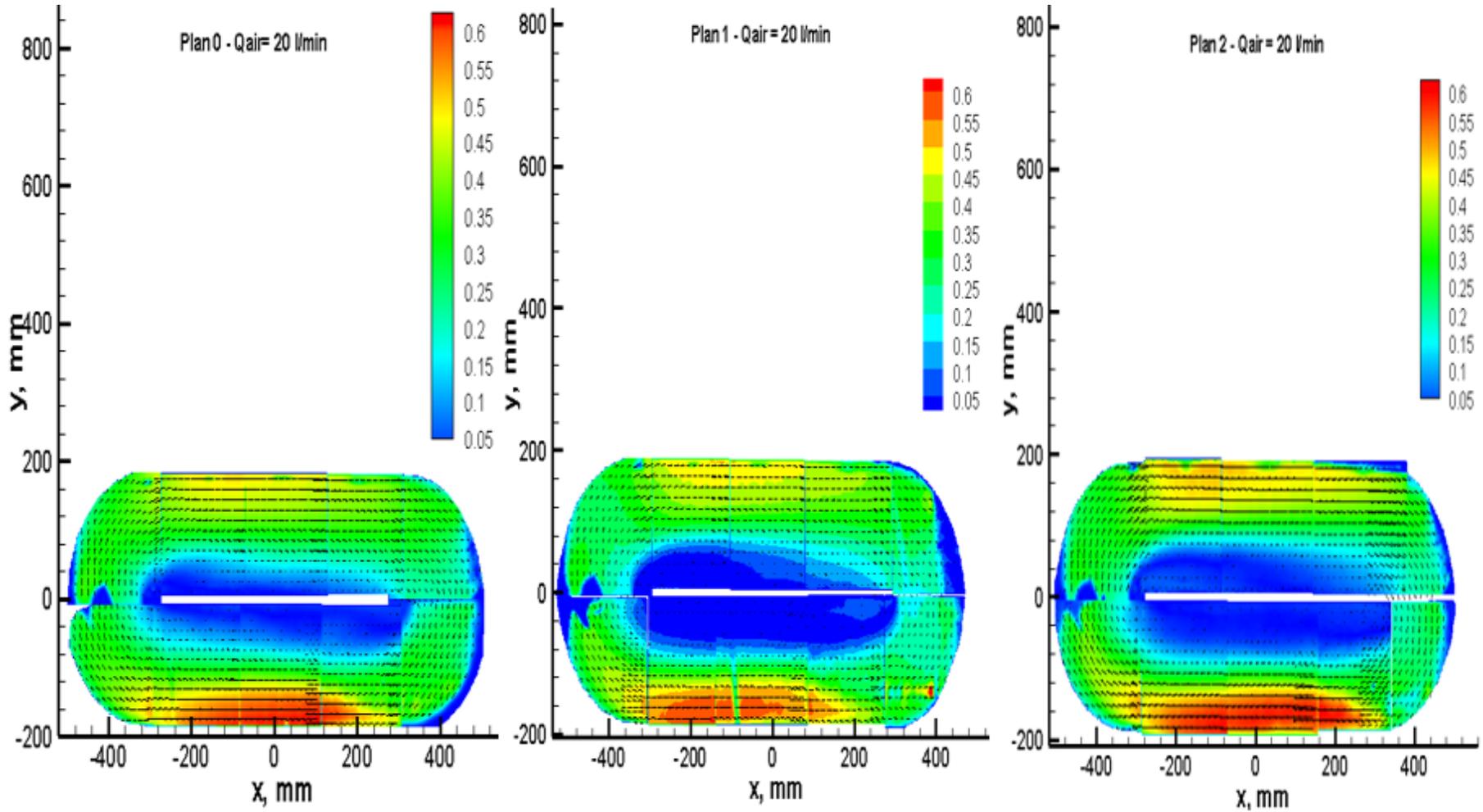
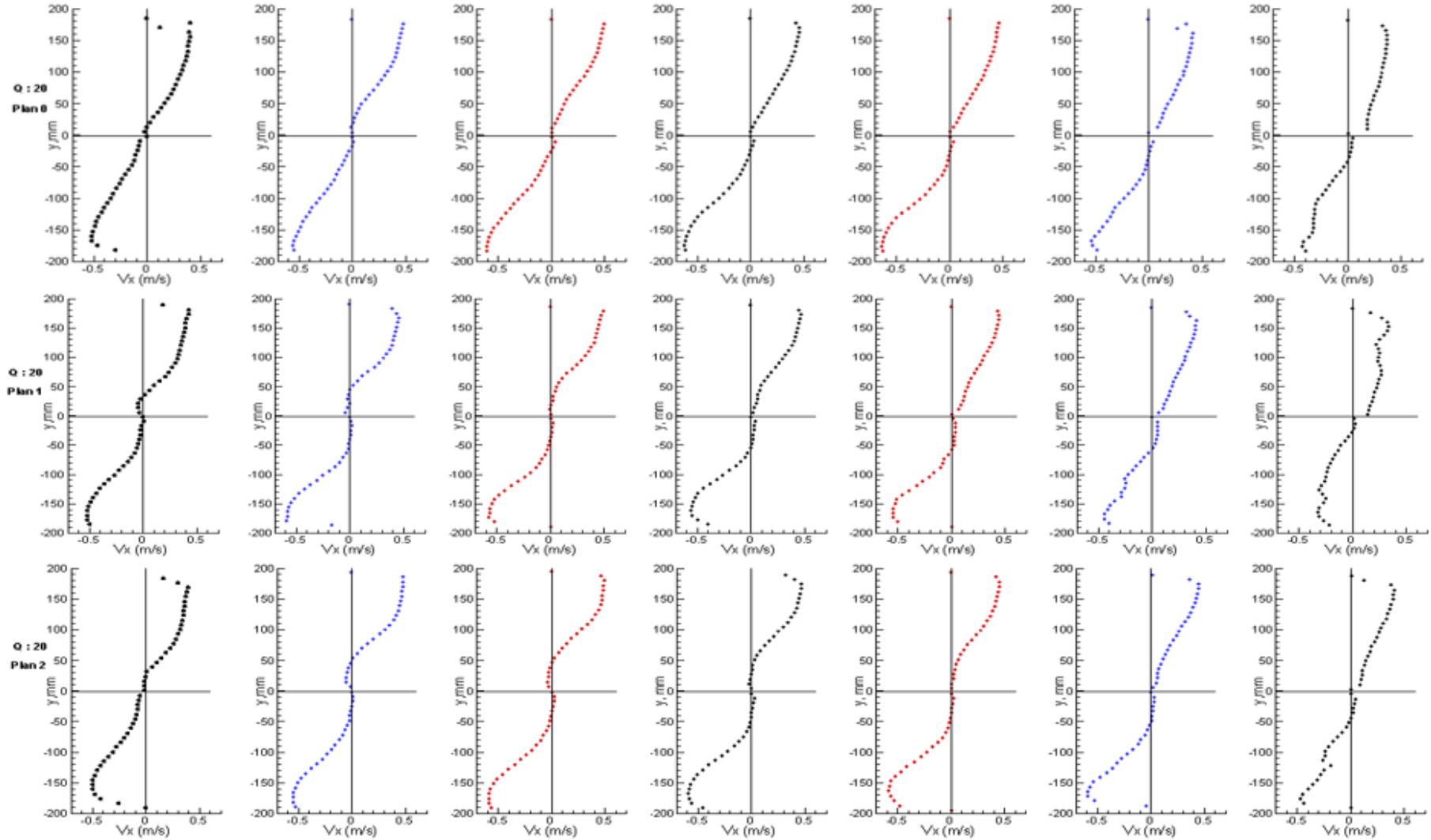


FIGURE 4.21 – Champs de vitesse dans le raceway pour une vitesse superficielle de gaz $U_g = 0,22 \text{ m.s}^{-1}$ suivants trois plans horizontaux

FIGURE 4.22 – Profils transversaux pour une vitesse superficielle de gaz $U_g = 0,22 \text{ m.s}^{-1}$

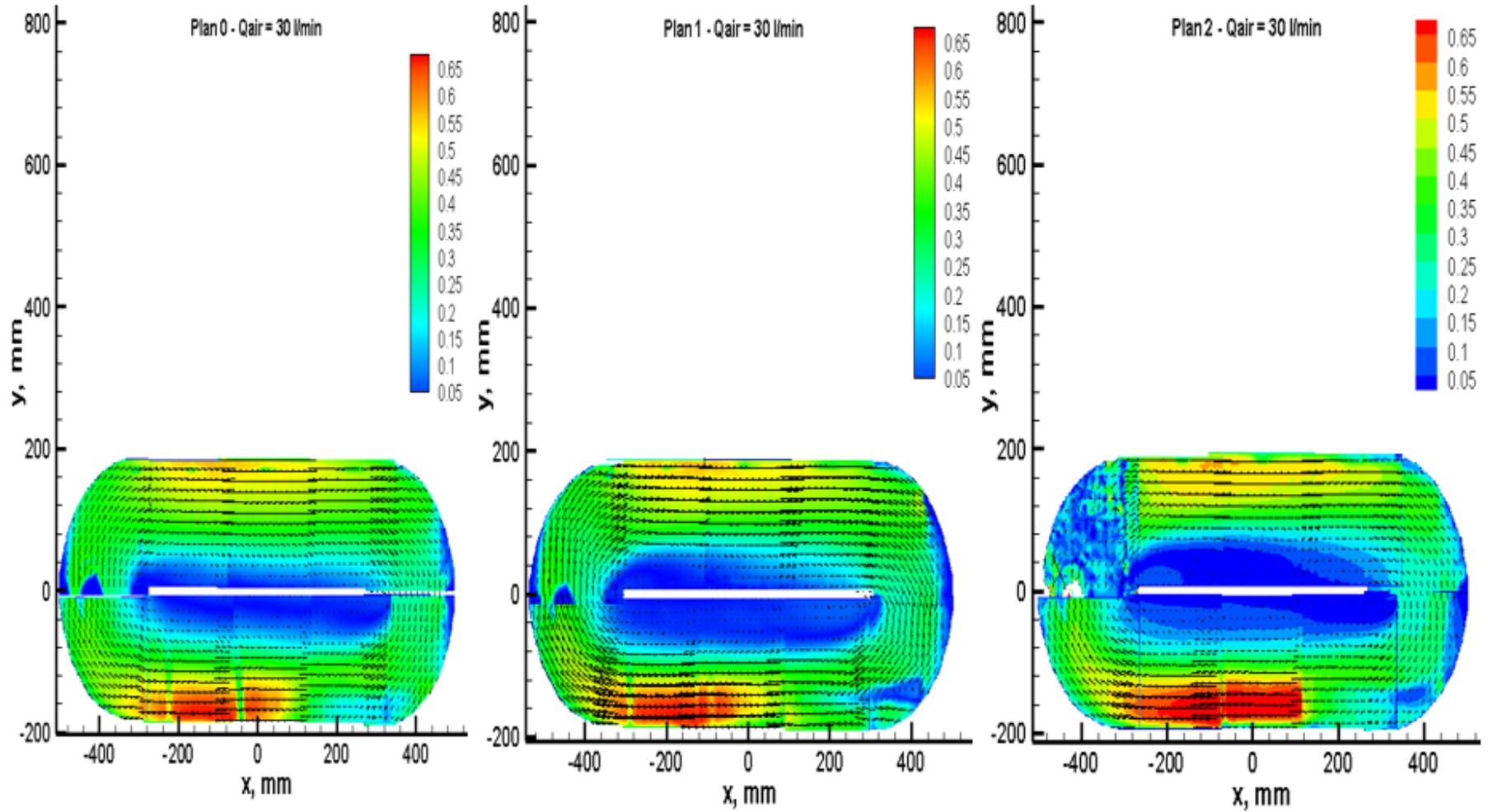
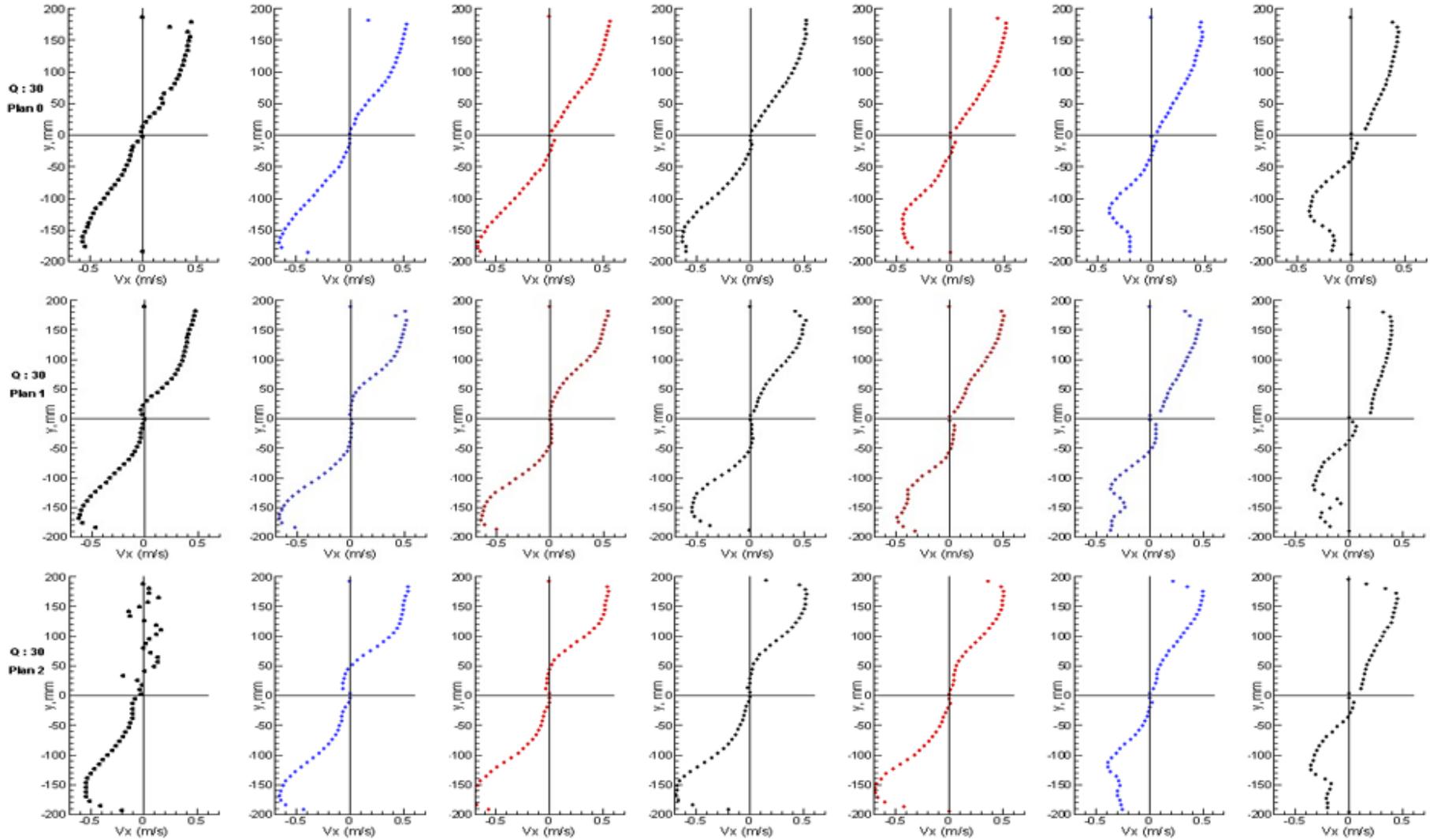


FIGURE 4.23 – Champs de vitesse dans le raceway pour une vitesse superficielle de gaz $U_g = 0,36 \text{ m.s}^{-1}$ suivants trois plans horizontaux

FIGURE 4.24 – Profils transversaux pour une vitesse superficielle de gaz $U_g = 0,36 \text{ m.s}^{-1}$

4.5 Conclusion

Dans ce chapitre, les capacités de séparation de particules d'argiles en suspension en eau douce ont été examinées en présence de quatre types de tensioactifs : la caséine, le MIBC, l'Aurapure et le Tween-20. L'Aurapure et le Tween-20 se sont révélés inefficaces dans cette configuration et ont été exclus des essais. Pour ce qui concerne la caséine et le MIBC, l'étude a montré que leur association permet d'obtenir une efficacité d'extraction meilleure (97 %) que celle des deux produits utilisés séparément. L'amélioration est surtout perceptible sur la rapidité de l'élimination des particules solides en suspension dans l'eau.

La combinaison de la caséine et du MIBC donne des résultats satisfaisants du fait de l'action complémentaire des deux agents : le MIBC intervient comme un tensioactif qui réduit la tension superficielle et contribue à la formation de fines bulles, ce qui augmente nettement à l'augmentation de l'aire interfaciale. Quand à la caséine, malgré le fait que sa présence contribue à réduire la tension superficielle, elle ne semble pas agir sur la taille des bulles, en revanche elle intervient comme agent moussant, ce qui permet de créer et stabiliser une épaisseur de mousse au sommet de la colonne. C'est cette mousse riche en particules amenées par les fines bulles qui va contribuer à de meilleures capacité d'extraction.

Les résultats obtenus démontrent sans ambiguïté l'apport des tensioactifs sur la séparation solide-liquide en eau douce. Il serait opportun de mener une étude complémentaire afin de mieux comprendre l'action des tensioactifs à l'échelle locale et notamment en étudiant la charge de surface des particules (potentiel zêta). Un autre facteur très important qui pourrait influencer aussi la capacité d'extraction est lié à l'hydrodynamique de l'écoulement diphasique air-liquide dans la colonne.

L'étude des structures d'écoulements dans le raceway a permis de mettre en évidence l'existence des zones de recirculation et des régions où les vitesses liquide sont très faibles. Les vitesses du flux liquide sont proportionnelles au débit d'air de l'airlift et celles qui sont plus grandes sont toujours situées proches des parois latérales. Cette analyse montre que la configuration actuelle du raceway semble fonctionner assez bien. Toutefois, pour éliminer les zones de recirculation qui occasionnent un dépôt de particules solides, la géométrie du raceway pourrait être améliorée.

Une étude plus exhaustive sur l'hydrodynamique du bassin de recirculation (raceway) pourrait permettre d'améliorer l'airlift sous dépression en augmentant ses performances de séparations solide-liquide et de transfert de masse.

Conclusions Générales

Le travail présenté dans ce manuscrit de thèse avait pour objectif d'étudier expérimentalement l'hydrodynamique d'un airlift sous dépression et d'analyser par la suite les capacités de cet airlift à assurer la clarification des eaux douces par un processus de moussage-écumage. La recherche bibliographique a mis en évidence l'insuffisance des connaissances sur l'hydrodynamique locale de cet airlift. L'axe de recherche sur l'application de l'airlift à la séparation solide-liquide en eau douce est motivé par la nécessité de poursuivre le travail entamé par Barut Bertrand [Barut, 2011] sur l'exploration des capacités extractives en eau douce qui n'était pas concluante dans sa thèse.

L'étude hydrodynamique a été réalisée par un appareillage expérimental composé de :

- un régulateur de débit massique ;
- un débitmètre par ultrason pour le débit liquide ;
- une bi-sonde optique pour la caractérisation des bulles ;
- Deux capteurs de pression différentiels pour la caractérisation globale de l'écoulement ;
- un turbidimètre pour la mesure de la turbidité de l'eau ;
- Un système de mesure PIV pour la visualisation des structures d'écoulement du raceway.

L'analyse globale de l'hydrodynamique de l'airlift a permis de démontrer qu'au-delà d'une vitesse superficielle de gaz $U_g = 0,36 \text{ m.s}^{-1}$, on observe un régime d'écoulement de transition donnant lieu à un effet de contre-airlift. Cet effet réduit la vitesse d'ascension de la bulle, la vitesse du liquide et, par conséquent, la capacité de pompage de l'airlift est limitée.

L'analyse de la vitesse d'ascension des bulles obtenue avec une bi-sonde optique montre que ces vitesses augmentent avec le taux de vide. La qualité de l'eau ne semble pas avoir un effet significatif sur la vitesse d'ascension des bulles qui est plus importante en eau déminéralisée qu'en eau douce. Il apparaît que l'évolution vers une augmentation ou une diminution de la coalescence, donc de la vitesse d'ascension des bulles, dépendra de la nature des impuretés dans l'eau. Il existe également une sous-estimation de la vitesse d'ascension des bulles par la

bi-sonde optique d'environ 50 %.

Les résultats de diverses mesures indiquent que la qualité de l'eau ne semble pas avoir d'effet sur le taux de vide. Les résultats de mesure effectuées selon deux hauteurs de mesure sont très proches et la position de mesure n'influence pas de manière significative le taux de vide. Cependant, dans l'eau déminéralisée, une légère asymétrie est observée, avec un taux de vide légèrement supérieure.

Le diamètre des bulles augmente linéairement avec le taux de vide. Il est plus grand en eau déminéralisée qu'en eau douce, ce qui confirme l'influence importante de la qualité de l'eau observée plus tôt avec la vitesse d'ascension de bulles.

L'étude des capacités de transfert de masse de l'airlift a mis en évidence que la vitesse de la désorption du CO_2 croit avec le débit d'air durant les 15 premières minutes de fonctionnement de la colonne. Les coefficients de transfert de masse obtenus indiquent que la désorption du CO_2 par l'airlift reste également affectée par l'effet de contre airlift qui apparait pour des vitesses superficielles d'ascension de bulles supérieures à $0,36 \text{ m.s}^{-1}$.

Dans la phase de l'évaluation des capacités extractive de l'airlift, de l'argile ultra ventilée est utilisée pour simuler des matières en suspensions. La caséine soluble et le Méthyl-Iso-Buthyl-Carbinol (MIBC) ont été utilisés pour assurer la séparation solide-liquide par moussage-écumage. l'étude a montré que leur association permet d'obtenir une efficacité d'extraction meilleure (99 %) que celle des deux produits utilisés séparément. L'amélioration est surtout perceptible sur la rapidité de l'élimination des particules solides en suspension dans l'eau.

La combinaison de la caséine et du MIBC donne des résultats satisfaisants du fait de l'action complémentaire des deux agents : le MIBC intervient comme un tensioactif qui réduit la tension superficielle et contribue à la formation de fines bulles, ce qui augmente nettement à l'augmentation de l'aire interfaciale. Quant à la caséine, malgré le fait que sa présence contribue à réduire la tension superficielle, elle ne semble pas agir sur la taille des bulles, en revanche elle intervient comme agent moussant, ce qui permet de créer et stabiliser une épaisseur de mousse au sommet de la colonne.

Les résultats des études de séparation solide-liquide sont sans appels et permettent de conclure que la colonne airlift sous dépression est un dispositif efficace et très promoteur dans le cadre de l'élimination de la turbidité des eaux. En plus, la caséine est un matériau sûr du point de vue toxicité et est largement utilisé comme additif alimentaire. La caséine et le Méthyl-Iso-Buthyl-Carbinol (MIBC) sont peu coûteux et disponibles en grandes quantités. Cette colonne sous vide peut très bien servir dans la chaîne de purification des eaux troubles en milieu rural ou urbain pour la consommation.

L'étude des structures d'écoulements dans le raceway a mis en évidence l'existence des zones de recirculation et des régions où les vitesses liquide sont très faibles. Les vitesses liquides sont proportionnelles au débit d'air de l'airlift et celles qui sont plus grandes sont toujours situées proches des parois latérales. Cette analyse montre que la configuration actuelle du raceway semble fonctionner assez bien. Toutefois, pour éliminer les zones de recirculation qui occasionnent un dépôt de particules solides, la géométrie du raceway pourrait être améliorée. Une étude plus exhaustive sur l'hydrodynamique du bassin de recirculation (raceway) permettrait d'améliorer l'airlift sous dépression en augmentant ses performances de séparations solide-liquide et de transfert de masse.

Cette thèse contribue aux discussions existantes sur l'hydrodynamique des colonnes à bulles et constitue, à notre connaissance, la première étude expérimentale sur la caractérisation hydrodynamique d'une colonne à bulles sous dépression. Les résultats obtenus pourraient être utiles pour une étude d'optimisation des différentes fonctions de l'airlift sous dépression, ainsi que pour le pré-dimensionnement des colonnes de beaucoup plus grand diamètre, colonnes actuellement très demandées par l'industrie et commercialisées en diamètre 1000 mm.

Dans le cadre de la diffusion scientifique de la thèse, deux articles sont publiés. Les articles publiés sont annexés à la fin de la thèse. Les résultats de cette thèse ont également été communiqués dans plusieurs congrès sous forme de communications orales et de posters.

Perspectives

Au cours de cette thèse, la colonne à bulles sous dépression a été étudiée pour d'une part caractériser l'hydrodynamique de ses écoulements et d'autres part, pour analyser ses capacités à assurer la fonction de séparation solide-liquide des particules solides en suspension en eau de robinet. Concernant l'étude hydrodynamique, la technique de bi-sonde optique est utilisée pour analyser l'écoulement à bulles. Cette technique, bien qu'elle soit fiable et utilisée largement dans plusieurs études, présente des incertitudes et non des moindres. Ces incertitudes portent surtout sur la vitesse et la taille de bulles. Il serait donc convenable d'utiliser d'autres méthodes, telles que l'imagerie par caméra rapide adaptée aux conditions de taux de vide élevé de l'airlift sous dépression. Cette nouvelle approche à l'aide de caméra permettrait d'une part d'étudier l'hydrodynamique de l'écoulement à bulles pour le confronter aux résultats déjà obtenus et d'autre part d'analyser plus finement la physique de captation des particules solide en suspension par les bulles au sein de la colonne. Ceci permettra de mieux comprendre et d'expliquer le processus physique de séparation solide-liquide par flottation d'air dispersé.

Les résultats obtenus à la bi-sonde optique pourraient d'ores et déjà être utilisés pour entamer une étude numérique en vue de permettre une modélisation du fonctionnement hydrodynamique de l'airlift sous dépression. Une approche Euler-Euler ou Euler-Lagrangien devrait permettre cette étude numérique.

Concernant l'étude de la séparation solide-liquide, il a été mis en évidence que l'usage des substances tensioactives réduit la taille des bulles ainsi que leur coalescence. Une tentative de mesures des caractéristiques des bulles a été menée sans succès à l'aide de la bi-sonde optique. Cette échec est dû au fait que la bi-sonde optique n'arrive pas à caractériser des bulles qui font moins de 2 *mm* de diamètre. Il serait donc convenable d'étudier à l'aide des caméra rapides, l'influence des substances tensioactives et plus généralement l'influence des caractéristiques physicochimiques du milieu sur l'écoulement de la phase dispersée de l'airlift.

Les capacités de cette colonne à assurer la fonction de séparation solide-liquide étant largement mis en évidence tant en eau de robinet [Hassan Barkai et al., 2019] qu'en eau de mer [Barrut, 2011], il serait bien évidemment opportun d'explorer les capacités de l'airlift sous dépression à assurer une séparation liquide-liquide. Les applications industrielles de ce type de séparation liquide-liquide sont très nombreuses, les techniques actuellement utilisées sont très coûteuses, lourdes et encombrantes (centrifugeuses, chimiques, gravitaire) et portent sur des domaines clefs de l'énergie pétrolière, de l'agroalimentaire, etc.

Bibliographie

- [Adetunji and Rawatlal, 2017] Adetunji, O. and Rawatlal, R. (2017). Estimation of bubble column hydrodynamics : Image-based measurement method. Flow Measurement and Instrumentation, 53 :4–17.
- [Aksay and Mazza, 2007] Aksay, S. and Mazza, G. (2007). Optimization of protein recovery by foam separation using response surface methodology. Journal of Food Engineering, 79(2) :598–606.
- [Aliyu et al., 2017] Aliyu, A. M., Kim, Y. K., Choi, S. H., Ahn, J. H., and Kim, K. C. (2017). Development of a dual optical fiber probe for the hydrodynamic investigation of a horizontal annular drive gas/liquid ejector. Flow Measurement and Instrumentation, 56 :45–55.
- [Amaro et al., 2011] Amaro, H. M., Guedes, A. C., and Malcata, F. X. (2011). Advances and perspectives in using microalgae to produce biodiesel. Applied Energy, 88(10) :3402–3410.
- [Aoyama et al., 2016] Aoyama, S., Hayashi, K., Hosokawa, S., and Tomiyama, A. (2016). Shapes of ellipsoidal bubbles in infinite stagnant liquids. International Journal of Multiphase Flow, 79 :23–30.
- [Augyron, 1998] Augyron, L. (1998). Contribution a l'etude des ecoulements verticaux d'hélium diphasique. PhD thesis, Paris 6.
- [Azzopardi and Baker, 2003] Azzopardi, B. and Baker, G. (2003). Characteristics of periodic structures in gas/liquid two-phase flow. In Proceedings of the UK/Japan Two-Phase Flow Meeting, pages 14–15.
- [Azzopardi et al., 2011] Azzopardi, B., Zhao, D., Yan, Y., Morvan, H., Mudde, R., and Lo, S. (2011). Hydrodynamics of gas-liquid reactors : normal operation and upset conditions. John Wiley & Sons.
- [Baker, 1954] Baker, G. (1954). Simultaneous flow of oil and gas. Oil and Gas, 53 :185–190.
- [Banerjee et al., 1993] Banerjee, R., Agnihotri, R., and Bhattacharyya, B. C. (1993). Purification of alkaline protease of *Rhizopus oryzae* by foam fractionation. Bioprocess Engineering, 9(6) :245–248.

- [Barrut, 2011] Barrut, B. (2011). Etude et optimisation du fonctionnement d'une colonne airlift à dépression : application à l'aquaculture. PhD thesis, Université Montpellier 2.
- [Barrut et al., 2012a] Barrut, B., Blancheton, J.-P., Champagne, J.-Y., and Grasmick, A. (2012a). Mass transfer efficiency of a vacuum airlift—Application to water recycling in aquaculture systems. Aquacultural Engineering, 46 :18–26.
- [Barrut et al., 2012b] Barrut, B., Blancheton, J.-P., Champagne, J.-Y., and Grasmick, A. (2012b). Water delivery capacity of a vacuum airlift—application to water recycling in aquaculture systems. Aquacultural engineering, 48 :31–39.
- [Barrut et al., 2013] Barrut, B., Blancheton, J.-P., Muller-Feuga, A., René, F., Narváez, C., Champagne, J.-Y., and Grasmick, A. (2013). Separation efficiency of a vacuum gas lift for microalgae harvesting. Bioresource Technology, 128 :235–240.
- [Beheir and Aziz, 1996] Beheir, S. and Aziz, M. (1996). Removal of Zn(II) from dilute aqueous solutions and radioactive process wastewater by foam separation. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, 209(1) :75–89.
- [Besagni et al., 2016] Besagni, G., Brazzale, P., Fiocca, A., and Inzoli, F. (2016). Estimation of bubble size distributions and shapes in two-phase bubble column using image analysis and optical probes. Flow Measurement and Instrumentation, 52 :190–207.
- [Besagni and Inzoli, 2016a] Besagni, G. and Inzoli, F. (2016a). Bubble size distributions and shapes in annular gap bubble column. Experimental Thermal and Fluid Science, 74 :27–48.
- [Besagni and Inzoli, 2016b] Besagni, G. and Inzoli, F. (2016b). Influence of internals on counter-current bubble column hydrodynamics : holdup, flow regime transition and local flow properties. Chemical Engineering Science, 145 :162–180.
- [Besagni et al., 2017] Besagni, G., Inzoli, F., De Guido, G., and Pellegrini, L. A. (2017). The dual effect of viscosity on bubble column hydrodynamics. Chemical Engineering Science, 158 :509–538.
- [Besbes et al., 2015] Besbes, S., El Hajem, M., Aissia, H. B., Champagne, J.-Y., and Jay, J. (2015). Piv measurements and eulerian–lagrangian simulations of the unsteady gas–liquid flow in a needle sparger rectangular bubble column. Chemical Engineering Science, 126 :560–572.
- [Besson, 2013] Besson, A. (2013). Etude multi-échelle de la récolte de Dunaliella salina-Développement d'un procédé d'autofloculation-flottation de microalgues. PhD thesis, INSA de Toulouse.
- [Béguin, 2010] Béguin, C. (2010). Modélisation des écoulements diphasiques : amortissement, forces interfaciales et turbulence diphasique. phd, École Polytechnique de Montréal.
- [Bhattacharjee et al., 1997] Bhattacharjee, S., Kumar, R., and Gandhi, K. S. (1997). Prediction of separation factor in foam separation of proteins. Chemical Engineering Science, 52(24) :4625–4636.

-
- [Blancheton et al., 2007] Blancheton, J.-P., Piedrahita, R., Eding, E. H., Lemarie, G., Berghheim, A., Fivelstad, S., and Roque D'Orbcastel, E. (2007). Intensification of landbased aquaculture production in single pass and reuse systems. Aquacultural Engineering and Environment, pages 21–47.
- [Bouaifi et al., 2001] Bouaifi, M., Hebrard, G., Bastoul, D., and Roustan, M. (2001). A comparative study of gas hold-up, bubble size, interfacial area and mass transfer coefficients in stirred gas–liquid reactors and bubble columns. Chemical Engineering and Processing : Process Intensification, 40(2) :97 – 111.
- [Bouquelet, 2016] Bouquelet, S. (2016). Proteine alimentaire.
- [Boyd et al., 1967] Boyd, E. M., Krijnen, C. J., and Peters, J. M. (1967). Lethal Amounts of Casein, Casein Salts and Hydrolyzed Casein Given Orally to Albino Rats. The Journal of Nutrition, 93(4) :429–437.
- [Bozzano and Dente, 2001] Bozzano, G. and Dente, M. (2001). Shape and terminal velocity of single bubble motion : a novel approach. Computers & Chemical Engineering, 25(4) :571–576.
- [Brambilla et al., 2008] Brambilla, F., Antonini, M., Ceccuzzi, P., Terova, G., and Saroglia, M. (2008). Foam fractionation efficiency in particulate matter and heterotrophic bacteria removal from a recirculating seabass (*Dicentrarchus labrax*) system. Aquacultural Engineering, 39(1) :37–42.
- [Brown et al., 1999] Brown, A. K., Kaul, A., and Varley, J. (1999). Continuous foaming for protein recovery : Part I. Recovery of b-casein. Biotechnology and Bioengineering, 62(3) :278–290.
- [Brussieux, 2011] Brussieux, C. (2011). Cellules électrochimiques produisant du gaz : suivi de l'électrolyse par émission acoustique et effets de la mouillabilité des électrodes sur le flux des charges électriques. PhD thesis, Ecole Centrale Paris.
- [Cartellier, 1990] Cartellier, A. (1990). Optical probes for local void fraction measurements : Characterization of performance. Review of Scientific Instruments, 61(2) :874–886.
- [Cartellier, 1999] Cartellier, A. (1999). Post-treatment for phase detection probes in non uniform two-phase flows. International Journal of Multiphase Flow, 25(2) :201–228.
- [Cartellier and Barrau, 1998] Cartellier, A. and Barrau, E. (1998). Monofiber optical probes for gas detection and gas velocity measurements : conical probes. International Journal of Multiphase Flow, 24(8) :1265–1294.
- [Castro and Zielinski, 1980] Castro, W. E. and Zielinski, P. B. (1980). Pumping characteristics of small airlift pumps. Proceedings of the world Mariculture Society, 11(14) :163–174.
- [Chaouki et al., 1997] Chaouki, J., Larachi, F., and Duduković, M. P. (1997). Noninvasive Tomographic and Velocimetric Monitoring of Multiphase Flows. Industrial & Engineering Chemistry Research, 36(11) :4476–4503.

- [Chaumat et al., 2007] Chaumat, H., Billet-Duquenne, A., Augier, F., Mathieu, C., and Delmas, H. (2007). On the reliability of an optical fibre probe in bubble column under industrial relevant operating conditions. Experimental Thermal and Fluid Science, 31(6) :495–504.
- [Chaumat et al., 2005] Chaumat, H., Billet-Duquenne, A. M., Augier, F., Mathieu, C., and Delmas, H. (2005). Application of the double optic probe technique to distorted tumbling bubbles in aqueous or organic liquid. Chemical Engineering Science, 60(22) :6134–6145.
- [Chen et al., 2011] Chen, C.-Y., Yeh, K.-L., Aisyah, R., Lee, D.-J., and Chang, J.-S. (2011). Cultivation, photobioreactor design and harvesting of microalgae for biodiesel production : A critical review. Bioresource Technology, 102(1) :71–81.
- [Chen et al., 1994a] Chen, R. C., Reese, J., and Fan, L.-S. (1994a). Flow structure in a three-dimensional bubble column and three-phase fluidized bed. AIChE Journal, 40(7) :1093–1104.
- [Chen et al., 1993] Chen, S., Timmons, M. B., Bisogni, J., and Aneshansley, D. J. (1993). Suspended-solids removal by foam fractionation. The Progressive Fish-Culturist, 55(2) :69–75.
- [Chen et al., 1994b] Chen, S., Timmons, M. B., Bisogni, J. J., and Aneshansley, D. J. (1994b). Modeling surfactant removal in foam fractionation : I — Theoretical development. Aquacultural Engineering, 13(3) :163–181.
- [Cheng et al., 1998] Cheng, H., Hills, J. H., and Azzopardi, B. J. (1998). A study of the bubble-to-slug transition in vertical gas-liquid flow in columns of different diameter. International Journal of Multiphase Flow, 24(3) :431–452.
- [Clark and Turton, 1988] Clark, N. N. and Turton, R. (1988). Chord length distributions related to bubble size distributions in multiphase flows. International Journal of Multiphase Flow, 14(4) :413–424.
- [Clift et al., 1978] Clift, R., Grace, J. R., and Weber, M. E. (1978). Particles. Courier Corporation, New York, academic edition.
- [Collier and Thome, 1994] Collier, J. G. and Thome, J. R. (1994). Convective Boiling and Condensation. Clarendon Press.
- [Collins et al., 1978] Collins, R., Moraes, F. F. D., Davidson, J. F., and Harrison, D. (1978). The motion of a large gas bubble rising through liquid flowing in a tube. Journal of Fluid Mechanics, 89(3) :497–514.
- [Colombet, 2012] Colombet, D. (2012). Modélisation de réacteurs Gaz-Liquide de type colonne à bulles en conditions industrielles. PhD thesis, Toulouse, INSA.
- [Crandall and Grieves, 1968] Crandall, C. J. and Grieves, R. B. (1968). Foam separation behavior of aqueous suspensions of clays and/or iron. Water Research, 2(12) :817–832.
- [Danel, 1978] Danel, F. (1978). Mesure locale dans les écoulements diphasiques : développements récents des sondes optiques. La Houille Blanche, 5 :351–355.

-
- [Danel and Delhaye, 1971] Danel, F. and Delhaye, J. M. (1971). Sonde optique pour mesure du taux de présence local en écoulement diphasique. Mesure-Regulation-Automatisme, 36 :99–101.
- [Das et al., 1987] Das, P. K., Kumar, R., and Ramkrishna, D. (1987). Coalescence of drops in stirred dispersion. A white noise model for coalescence. Chemical Engineering Science, 42(2) :213–220.
- [Das and Pattanayak, 1994] Das, R. and Pattanayak, S. (1994). Measurement of void fraction in different flow regimes of a vertical gas-liquid flow through narrow tubes. Measurement Science and Technology, 5(12) :1538.
- [De Swart et al., 1996] De Swart, J. W. A., van Vliet, R. E., and Krishna, R. (1996). Size, structure and dynamics of “large” bubbles in a two-dimensional slurry bubble column. Chemical Engineering Science, 51(20) :4619–4629.
- [de Vries, 2002] de Vries, A. W. G. (2002). Path and wake of a rising bubble. Engineering Fluid Dynamics.
- [Deckwer and Field, 1992] Deckwer, W.-D. and Field, R. W. (1992). Bubble column reactors. Wiley New York, 200.
- [Delhaye, 1969] Delhaye, J. (1969). Hot-film anemometry in two-phase flow. In ASME Symposium on Two-phase Flow Instrumentation, pages 58–69. 11th National Heat Transfer Conference.
- [Delhaye et al., 1981] Delhaye, J., Giot, M., and Riethmuller, M. (1981). Thermo-hydraulics of Two-Phase Systems for Industrial Design and Nuclear Engineering. McGraw-Hill, 187.
- [Dhotre et al., 2004] Dhotre, M. T., Ekambara, K., and Joshi, J. B. (2004). CFD simulation of sparger design and height to diameter ratio on gas hold-up profiles in bubble column reactors. Experimental Thermal and Fluid Science, 28(5) :407–421.
- [d’orbcastel et al., 2009] d’orbcastel, E. R., Blancheton, J.-P., and Belaud, A. (2009). Water quality and rainbow trout performance in a Danish Model Farm recirculating system : Comparison with a flow through system. Aquacultural Engineering, 40(3) :135–143.
- [Du et al., 2001] Du, L., Ding, Y., Prokop, A., and Tanner, R. D. (2001). Measurement of bubble size distribution in protein foam fractionation column using capillary probe with photoelectric sensors. Applied Biochemistry and Biotechnology, 91-93(1-9) :387–404.
- [Du et al., 2002] Du, L., Prokop, A., and Tanner, R. D. (2002). Effect of bubble size on foam fractionation of ovalbumin. Applied Biochemistry and Biotechnology, 98-100(1-9) :1075–1091.
- [Ervin and Tryggvason, 1997] Ervin, E. A. and Tryggvason, G. (1997). The Rise of Bubbles in a Vertical Shear Flow. Journal of Fluids Engineering, 119(2) :443–449.
-

- [Forret et al., 2006] Forret, A., Schweitzer, J. M., Gauthier, T., Krishna, R., and Schweich, D. (2006). Scale Up of Slurry Bubble Reactors. Oil & Gas Science and Technology - Revue de l'IFP, 61(3) :443–458.
- [Fransolet et al., 2001] Fransolet, E., Crine, M., L'Homme, G., Marchot, P., and Toye, D. (2001). Imagerie par tomographie électrique résistive de la distribution des phases dans une colonne à bulles. Récents Progrès en Génie des procédés-N° 78-Visualisation-Image-Modélisation-Actes du Congrès VIM2001 (Visualisation-Image-Modélisation), 15-17 mai 2001, Nancy, France, pages 101–107.
- [French et al., 2000] French, K., Guest, R. K., Finch, G. R., and Haas, C. N. (2000). Correlating Cryptosporidium removal using dissolved air flotation in water treatment. Water Research, 34(16) :4116–4119.
- [Frénot and Vierling, 2001] Frénot, M. and Vierling, E. (2001). Biochimie des aliments : diététique du sujet bien portant. Wolters Kluwer France.
- [Galaup and Delhaye, 1976] Galaup, J.-P. and Delhaye, J.-M. (1976). Utilisation de sondes optiques miniatures en écoulement diphasique gaz-liquide. application à la mesure du taux de présence local et de la vitesse locale de la phase gazeuse. La Houille Blanche, 1 :17–30.
- [Giovannettone et al., 2009] Giovannettone, J., Tsai, E., and Gulliver, J. (2009). Gas void ratio and bubble diameter inside a deep airlift reactor. Chemical Engineering Journal, 149(1-3) :301–310.
- [Grace, 1976] Grace, J. (1976). Shapes and velocities of single drops and bubbles moving freely through immiscible liquids. Chem. Eng. Res. Des., 54 :167–173.
- [Grieves and Schwartz, 1966] Grieves, R. B. and Schwartz, S. M. (1966). Continuous Foam Flotation for Water Clarification. Journal (American Water Works Association), 58(9) :1129–1136.
- [Griffith and Snyder, 1964] Griffith, P. and Snyder, G. A. (1964). The bubbly-slug transition in a high velocity two phase flow. Technical Report, Cambridge, Mass. : M.I.T. Division of Sponsored Research, [1964].
- [Guan and Yang, 2017] Guan, X. and Yang, N. (2017). Bubble properties measurement in bubble columns : From homogeneous to heterogeneous regime. Chemical Engineering Research and Design, 127 :103–112.
- [Harmathy, 1960] Harmathy, T. Z. (1960). Velocity of large drops and bubbles in media of infinite or restricted extent. AIChE Journal, 6(2) :281–288.
- [Hassan Barkai et al., 2019] Hassan Barkai, A., El Hajem, M., Bongo, D., and Champagne, J.-Y. (2019). Freshwater purification by vacuum airlift column using methyl isobutyl carbinol and casein. Open Journal of Applied Sciences, 9(04) :230–239.

-
- [Heinen de Carlo and Thomas, 1985] Heinen de Carlo, E. and Thomas, D. M. (1985). Removal of Arsenic from geothermal fluids by adsorptive bubble flotation with colloidal ferric hydroxide. Environmental Science & Technology, 19(6) :538–544.
- [Herve, 2009] Herve, L. (2009). Une introduction aux écoulements diphasiques. Course notes.
- [Hewitt and Hall-Taylor, 1970] Hewitt, G. and Hall-Taylor, N. (1970). Annular two-phase. Pergamon Press, Oxford.
- [Hewitt and Roberts, 1969] Hewitt, G. F. and Roberts, D. (1969). Studies of two-phase flow patterns by simultaneous X-ray and flash photography. ATOMIC ENERGY RESEARCH ESTABLISHMENT HARWELL (UNITED KINGDOM).
- [Hinata, 1972] Hinata, S. (1972). A study on the measurement of the local void fraction by the optical fiber glass probe. Bulletin of J.S. M.E, 15(88) :1228–1235.
- [Hinze, 1955] Hinze, J. O. (1955). Fundamentals of the hydrodynamic mechanism of splitting in dispersion processes. AIChE Journal, 1(3) :289–295.
- [Hoang et al., 2015] Hoang, N. H., Euh, D. J., Yun, B. J., and Song, C. H. (2015). A new method of relating a chord length distribution to a bubble size distribution for vertical bubbly flows. International Journal of Multiphase Flow, 71 :23–31.
- [Horng and Huang, 1993] Horng, J. Y. and Huang, S. D. (1993). Removal of organic dye (direct blue) from synthetic wastewater by adsorptive bubble separation techniques. Environmental Science & Technology, 27(6) :1169–1175.
- [Huang et al., 1995] Huang, S.-D., Ho, H., Li, Y.-M., and Lin, C.-S. (1995). Adsorbing Colloid Flotation of Heavy Metal Ions from Aqueous Solutions at Large Ionic Strength. Environmental Science & Technology, 29(7) :1802–1807.
- [Jamialahmadi et al., 1994] Jamialahmadi, M., Branch, C., and Müller-Steinhagen, H. (1994). Terminal bubble rise velocity in liquids. Elsevier, 72(1) :119–122.
- [Jamialahmadi and Müller-Steinhagen, 1992] Jamialahmadi, M. and Müller-Steinhagen, H. (1992). Effect of alcohol, organic acid and potassium chloride concentration on bubble size, bubble rise velocity and gas hold-up in bubble columns. The Chemical Engineering Journal, 50(1) :47–56.
- [Jones and Delhaye, 1976] Jones, O. C. and Delhaye, J.-M. (1976). Transient and statistical measurement techniques for two-phase flows : A critical review. International Journal of Multiphase Flow, 3(2) :89–116.
- [Jones et al., 1993] Jones, O. C., Lin, J.-T., Ovacik, L., and Shu, H. (1993). Impedance imaging relative to gas-liquid systems. Nuclear Engineering and Design, 141(1) :159–176.
- [Jones and Zuber, 1975] Jones, O. C. and Zuber, N. (1975). The interrelation between void fraction fluctuations and flow patterns in two-phase flow. International Journal of Multiphase Flow, 2(3) :273–306.

- [Kamp et al., 1995] Kamp, A., Colin, C., and Fabre, J. (1995). Techniques de mesure par sonde optique double en écoulement diphasique à bulles. In Colloque de Mécanique des Fluides Expérimentale, Cert Onera, Toulouse, France.
- [Karn et al., 2015] Karn, A., Ellis, C., Arndt, R., and Hong, J. (2015). An integrative image measurement technique for dense bubbly flows with a wide size distribution. Chemical Engineering Science, 122 :240–249.
- [Kiambi et al., 2003] Kiambi, S. L., Duquenne, A.-M., Dupont, J.-B., Colin, C., Risso, F., and Delmas, H. (2003). Measurements of Bubble Characteristics : Comparison Between Double Optical Probe and Imaging. The Canadian Journal of Chemical Engineering, 81(3-4) :764–770.
- [Kim and Zeitlin, 1971] Kim, Y. S. and Zeitlin, H. (1971). Separation of uranium from seawater by adsorbing colloid flotation. Analytical Chemistry, 43(11) :1390–1393.
- [Komasawa et al., 1980] Komasawa, I., Otake, T., and Kamojima, M. (1980). WAKE BEHAVIOR AND ITS EFFECT ON INTERACTION BETWEEN SPHERICAL-CAP BUBBLES. JOURNAL OF CHEMICAL ENGINEERING OF JAPAN, 13(2) :103–109.
- [Krishna et al., 1999] Krishna, R., Urseanu, M., Van Baten, J., and Ellenberger, J. (1999). Rise velocity of a swarm of large gas bubbles in liquids. Chemical Engineering Science, 54(2) :171–183.
- [Kukizaki and Baba, 2008] Kukizaki, M. and Baba, Y. (2008). Effect of surfactant type on microbubble formation behavior using shirasu porous glass (spg) membranes. Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects, 326 :1294–137.
- [Lalchev and Exerowa, 1981] Lalchev, Z. and Exerowa, D. (1981). Concentration of proteins by foaming. Biotechnology and Bioengineering, 23(4) :669–676.
- [Lau et al., 2013] Lau, Y. M., Sujatha, K. T., Gaeini, M., Deen, N. G., and Kuipers, J. A. M. (2013). Experimental study of the bubble size distribution in a pseudo-2d bubble column. Chemical Engineering Science, 98 :203–211.
- [Lemlich, 1968] Lemlich, R. (1968). Adsorptive bubble separation methods—Foam Fractionation and Allied Techniques. Industrial & Engineering Chemistry, 60(10) :16–29.
- [Liu and Clark, 1995] Liu, W. and Clark, N. N. (1995). Relationships between distributions of chord lengths and distributions of bubble sizes including their statistical parameters. International Journal of Multiphase Flow, 21(6) :1073–1089.
- [Lockwood et al., 1997] Lockwood, C. E., Bummer, P. M., and Jay, M. (1997). Purification of Proteins Using Foam Fractionation. Pharmaceutical Research, 14(11) :1511–1515.
- [London et al., 1954] London, M., Cohen, M., and Hudson, P. B. (1954). Some general characteristics of enzyme foam fractionation. Biochimica et Biophysica Acta, 13 :111–120.

-
- [Lucas et al., 2005] Lucas, D., Krepper, E., and Prasser, H.-M. (2005). Development of co-current air–water flow in a vertical pipe. International Journal of Multiphase Flow, 31(12) :1304 – 1328.
- [Maaß et al., 2011] Maaß, S., Wollny, S., Voigt, A., and Kraume, M. (2011). Experimental comparison of measurement techniques for drop size distributions in liquid/liquid dispersions. Experiments in Fluids, 50(2) :259–269.
- [Magnaudet, 1997] Magnaudet, J. J. (1997). The forces acting on bubbles and rigid particles. In ASME Fluids Engineering Division Summer Meeting, FEDSM, volume 97, pages 22–26.
- [Maruyama et al., 2007] Maruyama, H., Seki, H., Suzuki, A., and Inoue, N. (2007). Batch foam separation of a soluble protein. Water Research, 41(3) :710–718.
- [Maruyama et al., 1991] Maruyama, T., Okuzumi, M., and Shimamura, S. (1991). The purification effect of the foam separating system in living fish transportation and preservation. Nippon Suisan Gakkaishi, 57(2) :219–225.
- [Maruyama et al., 1999] Maruyama, T., Suzuki, Y., Sato, D., Kanda, T., and Michishita, T. (1999). Performance of a closed recirculating system by the dispersed air foam-separation and nitrification units for intensive culture of Japanese flounder. Nippon Suisan Gakkaishi, 68(9) :818–825.
- [Matsui, 1986] Matsui, G. (1986). Automatic identification of flow regimes in vertical two-phase flow using differential pressure fluctuations. Nuclear Engineering and Design, 95 :221–231.
- [McQuillan and Whalley, 1985] McQuillan, K. W. and Whalley, P. B. (1985). Flow patterns in vertical two-phase flow. International Journal of Multiphase Flow, 11(2) :161–175.
- [Merilo et al., 1977] Merilo, M., Dechene, R., and Cichowlas, W. (1977). Void fraction measurement with a rotating electric field conductance gauge}, author={. Journal of Heat Transfer, 99(2) :330–332.
- [Michiyoshi and Serizawa, 1986] Michiyoshi, I. and Serizawa, A. (1986). Turbulence in two-phase bubbly flow. Nuclear Engineering and Design, 95 :253–267.
- [Miller and Mitchie, 1969] Miller, N. and Mitchie, R. E. (1969). The development of a universal probe for measurement of local voidage in liquid-gas two-phase flow systems. Two-Phase Flow Instrumentation, pages 82–88.
- [Mishima and Ishii, 1984] Mishima, K. and Ishii, M. (1984). Flow regime transition criteria for upward two-phase flow in vertical tubes. Int.J. Heat Mass Transfer, 27(5) :723–737.
- [Mizushima et al., 2013] Mizushima, Y., Sakamoto, A., and Saito, T. (2013). Measurement technique of bubble velocity and diameter in a bubble column via single-tip optical-fiber probing with judgment of the pierced position and angle. Chemical Engineering Science, 100 :98–104.

- [Muniain-Mujika et al., 2002] Muniain-Mujika, I., Girones, R., Tofiño-Quesada, G., Calvo, M., and Lucena, F. (2002). Depuration dynamics of viruses in shellfish. International Journal of Food Microbiology, 77(1) :125–133.
- [Neal and Bankoff, 1963] Neal, L. G. and Bankoff, S. G. (1963). A high resolution resistivity probe for determination of local void properties in gas-liquid flow. AIChE Journal, 9(4) :490–494.
- [Okawa et al., 2003] Okawa, T., Tanaka, T., Kataoka, I., and Mori, M. (2003). Temperature effect on single bubble rise characteristics in stagnant distilled water. International Journal of Heat and Mass Transfer, 46(5) :903–913.
- [Park et al., 2011] Park, J., Kim, Y., Kim, P.-K., and Daniels, H. V. (2011). Effects of two different ozone doses on seawater recirculating systems for black sea bream *Acanthopagrus schlegeli* (Bleeker) : Removal of solids and bacteria by foam fractionation. Aquacultural Engineering, 44(1) :19–24.
- [Peng and Di, 1994] Peng, F. F. and Di, P. (1994). Removal of Arsenic from Aqueous Solution by Adsorbing Colloid Flotation. Industrial & Engineering Chemistry Research, 33(4) :922–928.
- [Peytraud, 1995] Peytraud, J.-F. (1995). Etude de la tomographie électrique pour la mesure du taux de vide local en écoulements diphasiques. PhD thesis, Grenoble INPG.
- [Pjontek et al., 2014] Pjontek, D., Parisien, V., and Macchi, A. (2014). Bubble characteristics measured using a monofibre optical probe in a bubble column and freeboard region under high gas holdup conditions. Chemical Engineering Science, 111 :153–169.
- [Prasser et al., 2000] Prasser, H.-M., Krepper, E., Lucas, D., Zschau, J., Peters, D., Pietzsch, G., Tau-Bert, W., and Treppe, M. (2000). Fast wire-mesh sensors for gas-liquid flows and decompositions of gas fraction profiles according to bubble size classes.
- [Pérez-Garibay et al., 2012] Pérez-Garibay, R., Martínez-Ramos, E., and Rubio, J. (2012). Gas dispersion measurements in microbubble flotation systems. Minerals Engineering, 26 :34–40.
- [Prokop and Tanner, 1993] Prokop, A. and Tanner, R. D. (1993). Foam Fractionation of Proteins : Potential for Separations from Dilute Starch Suspensions. Starch - Stärke, 45(4) :150–154.
- [Quéré, 1999] Quéré, D. (1999). Fluid coating on a fiber. Annual Review of Fluid Mechanics, 31(1) :347–384.
- [Radovcich, 1962] Radovcich, N. A. (1962). The transition from two phase bubble flow to slug flow. Technical report, Massachusetts Institute of Technology}.
- [Raimundo, 2015] Raimundo, P. M. (2015). Analysis and modelization of local hydrodynamics in bubble columns. phdthesis, Université Grenoble Alpes.

-
- [Rüdisüli et al., 2012] Rüdisüli, M., Schildhauer, T. J., Biollaz, S. M. A., and van Ommen, J. R. (2012). Monte Carlo simulation of the bubble size distribution in a fluidized bed with intrusive probes. International Journal of Multiphase Flow, 44 :1–14.
- [Rene et al., 2007] Rene, F., Lemarie, G., Champagne, J.-Y., and Morel, R. (2007). Procédé et installation de traitement d'un effluent aqueux, en vue d'en extraire au moins un composé gazeux dissous ; application à l'aquaculture en milieu aqueux recirculé.
- [Rodríguez-Rodríguez et al., 2003] Rodríguez-Rodríguez, J., Martínez-Bazán, C., and Montañes, J. L. (2003). A novel particle tracking and break-up detection algorithm : application to the turbulent break-up of bubbles. Measurement Science and Technology, 14(8) :1328.
- [Rojas and Loewen, 2007] Rojas, G. and Loewen, M. R. (2007). Fiber-optic probe measurements of void fraction and bubble size distributions beneath breaking waves. Experiments in Fluids, 43(6) :895–906.
- [Rubin and Gaden, 1962] Rubin, E. and Gaden, E. L. J. (1962). Foam separation. New chemical engineering separation techniques, pages 319–385.
- [Saffman, 1956] Saffman, P. G. (1956). On the rise of small air bubbles in water. Journal of Fluid Mechanics, 1(3) :249–275.
- [Sato et al., 1995] Sato, Y., Hanzawa, A., Hishida, K., and Maeda, M. (1995). Interactions between Particle Wake and Turbulence in a Water Channel Flow (PIV Measurements and Modelling for Turbulence Modification). In Serizawa, A., Fukano, T., and Bataille, J., editors, Multiphase Flow 1995, pages 27–40. Elsevier, Amsterdam. DOI : 10.1016/B978-0-444-81811-9.50007-X.
- [Schnepf and Gaden, 1959] Schnepf, R. W. and Gaden, E. L. (1959). Foam fractionation of proteins : Concentration of aqueous solutions of bovine serum albumin. Journal of Biochemical and Microbiological Technology and Engineering, 1(1) :1–11.
- [Schütz, 1937] Schütz, F. (1937). Adsorption on Foam. Nature, 139(3519) :629.
- [Serdula and Loewen, 1998] Serdula, C. D. and Loewen, M. R. (1998). Experiments investigating the use of fiber-optic probes for measuring bubble-size distributions. IEEE Journal of Oceanic Engineering, 23(4) :385–399.
- [Shah et al., 1982] Shah, Y. T., Kelkar, B. G., Godbole, S. P., and Deckwer, W.-D. (1982). Design parameters estimations for bubble column reactors. AIChE Journal, 28(3) :353–379.
- [Simonnet, 2005] Simonnet, M. (2005). Étude expérimentale du mouvement de bulles en essaim : application à la simulation numérique de colonnes à bulles. PhD thesis, Vandoeuvre-les-Nancy, INPL.
- [Singh et al., 2017] Singh, B. K., Quiyoom, A., and Buwa, V. V. (2017). Dynamics of gas-liquid flow in a cylindrical bubble column : Comparison of electrical resistance tomography and voidage probe measurements. Chemical Engineering Science, 158 :124–139.
-

- [Smolianski et al., 2003] Smolianski, A., Haario, H., and Luukka, P. (2003). Numerical bubble dynamics. In Kraslawski, A. and Turunen, I., editors, Computer Aided Chemical Engineering, volume 14, pages 941–946. Elsevier. DOI : 10.1016/S1570-7946(03)80238-9.
- [Suantika et al., 2001] Suantika, G., Dhert, P., Rombaut, G., Vandenberghe, J., De Wolf, T., and Sorgeloos, P. (2001). The use of ozone in a high density recirculation system for rotifers. Aquaculture, 201(1) :35–49.
- [Suantika et al., 2003] Suantika, G., Dhert, P., Sweetman, E., O'Brien, E., and Sorgeloos, P. (2003). Technical and economical feasibility of a rotifer recirculation system. Aquaculture, 227(1) :173–189.
- [Summerfelt, 1999] Summerfelt, S. (1999). Waste-handling systems. CIGR handbook of agricultural engineering, American Society of Agricultural Engineers, pages 309–350.
- [Summerfelt, 2006] Summerfelt, S. T. (2006). Design and management of conventional fluidized-sand biofilters. Aquacultural Engineering, 34(3) :275–302.
- [Suzuki and Maruyama, 2000] Suzuki, Y. and Maruyama, T. (2000). Removal of suspended Matter from an aqueous solution by foam separation with fish mucus. Japan Society on Water Environment, 23(3) :181–186.
- [Suzuki and Maruyama, 2002] Suzuki, Y. and Maruyama, T. (2002). Removal of suspended solids by coagulation and foam separation using surface-active protein. Water Research, 36(9) :2195–2204.
- [Suzuki et al., 2003] Suzuki, Y., Maruyama, T., Numata, H., Sato, H., and Asakawa, M. (2003). Performance of a closed recirculating system with foam separation, nitrification and denitrification units for intensive culture of eel : towards zero emission. Aquacultural Engineering, 29(3) :165–182.
- [Suzuki Yoshihiro and Terutoyo, 2008] Suzuki Yoshihiro, Hanagasaki Nobuaki, F. T. and Terutoyo, Y. (2008). Removal of bacteria from coastal seawater by foam separation using dispersed bubbles and surface-active substances. Journal of Bioscience and Bioengineering, 105(4) :383–388.
- [Tadaki, 1961] Tadaki, T. (1961). On the shape and velocity of single air bubbles rising in various liquids. Kagaku Kogaku, 25 :254–264.
- [Taitel et al., 1980] Taitel, Y., Bornea, D., and Dukler, A. E. (1980). Modelling flow pattern transitions for steady upward gas-liquid flow in vertical tubes. AIChE Journal, 26(3) :345–354.
- [Taitel and Dukler, 1976] Taitel, Y. and Dukler, A. E. (1976). A model for predicting flow regime transitions in horizontal and near horizontal gas-liquid flow. AIChE Journal, 22(1) :47–55.

-
- [Taylor and Acrivos, 1964] Taylor, T. D. and Acrivos, A. (1964). On the deformation and drag of a falling viscous drop at low Reynolds number. Journal of Fluid Mechanics, 18(3) :466–476.
- [Teixeira and Rosa, 2006] Teixeira, M. R. and Rosa, M. J. (2006). Integration of dissolved gas flotation and nanofiltration for *M. aeruginosa* and associated microcystins removal. Water Research, 40(19) :3612–3620.
- [Teixeira et al., 2010] Teixeira, M. R., Sousa, V., and Rosa, M. J. (2010). Investigating dissolved air flotation performance with cyanobacterial cells and filaments. Water Research, 44(11) :3337–3344.
- [Thorat and Joshi, 2004] Thorat, B. and Joshi, J. (2004). Regime transition in bubble columns : experimental and predictions. Experimental Thermal and Fluid Science, 28(5) :423–430.
- [Timmer et al., 2014] Timmer, L., Sams, K., Valtere, S., Vilgerts, J., and Blumberga, D. (2014). Full factorial design of screening experiments for biosurfactant enhanced remediation of hydrophobic substances in soil. J. Clean Energy Technol, 2(1) :51–56.
- [Timmons, 1994] Timmons, M. (1994). Use of foam fractionation in aquaculture. Aquaculture Water Reuse System : Engineering Design and Management, pages 247–279.
- [Tomiyaama, 1998] Tomiyaama, A. (1998). Struggle with computational bubble dynamics. In •, editor, •. ICMF'98, Third International Conference on Multiphase Flow.
- [Tomiyaama et al., 2002] Tomiyaama, A., Tamai, H., Zun, I., and Hosokawa, S. (2002). Transverse migration of single bubbles in simple shear flows. Chemical Engineering Science, 57(11) :1849–1858.
- [Tsuge and Hibino, 1977] Tsuge, H. and Hibino, S.-I. (1977). THE ONSET CONDITIONS OF OSCILLATORY MOTION OF SINGLE GAS BUBBLES RISING IN VARIOUS LIQUIDS. JOURNAL OF CHEMICAL ENGINEERING OF JAPAN, 10(1) :66–68.
- [Turner et al., 1969] Turner, R. G., Hubbard, M. G., and Dukler, A. E. (1969). Analysis and Prediction of Minimum Flow Rate for the Continuous Removal of Liquids from Gas Wells. Journal of Petroleum Technology, 21(11) :1 475–1 482.
- [Tutu, 1982] Tutu, N. K. (1982). Pressure fluctuations and flow pattern recognition in vertical two phase gas-liquid flows. International Journal of Multiphase Flow, 8(4) :443–447.
- [Uraizee and Narsimhan, 1990] Uraizee, F. and Narsimhan, G. (1990). Foam fractionation of proteins and enzymes. II. Performance and modelling. Enzyme and microbial technology, 12(4) :315–316.
- [Vejražka et al., 2010] Vejražka, J., Večeř, M., Orvalho, S., Sechet, P., Ruzicka, M. C., and Cartellier, A. (2010). Measurement accuracy of a mono-fiber optical probe in a bubbly flow. International Journal of Multiphase Flow, 36(7) :533–548.

- [Wang et al., 2017] Wang, F., Jin, N. D., Wang, D. Y., Han, Y. F., and Liu, D. Y. (2017). Measurement of gas phase characteristics in bubbly oil-gas-water flows using bi-optical fiber and high-resolution conductance probes. Experimental Thermal and Fluid Science, 88 :361–375.
- [Wellek et al., 1966] Wellek, R. M., Agrawal, A. K., and Skelland, A. H. P. (1966). Shape of liquid drops moving in liquid media. AIChE Journal, 12(5) :854–862.
- [Wilkinson et al., 1992] Wilkinson, P. M., Spek, A. P., and van Dierendonck, L. L. (1992). Design parameters estimation for scale-up of high-pressure bubble columns. AIChE Journal, 38(4) :544–554.
- [Winkel et al., 2004] Winkel, E. S., Ceccio, S. L., Dowling, D. R., and Perlin, M. (2004). Bubble-size distributions produced by wall injection of air into flowing freshwater, saltwater and surfactant solutions. Experiments in Fluids, 37(6) :802–810.
- [Wong et al., 2001] Wong, C., Hossain, M. M., and Davies, C. (2001). Performance of a continuous foam separation column as a function of process variables. Bioprocess and Biosystems Engineering, 24(2) :73–81.
- [Xu and Shepard, 2014] Xu, C. and Shepard, T. (2014). Digital image processing algorithm for determination and measurement of in-focus spherical bubbles. In ASME 2014 4th Joint US-European Fluids Engineering Division Summer Meeting collocated with the ASME 2014 12th International Conference on Nanochannels, Microchannels, and Minichannels, pages V01BT22A002–V01BT22A002. American Society of Mechanical Engineers.
- [Xue et al., 2003] Xue, J., Al-Dahhan, M., Dudukovic, M. P., and Mudde, R. F. (2003). Bubble Dynamics Measurements Using Four-Point Optical Probe. The Canadian Journal of Chemical Engineering, 81(3-4) :375–381.
- [Yamada and Saito, 2012] Yamada, M. and Saito, T. (2012). A newly developed photoelectric optical fiber probe for simultaneous measurements of a CO₂ bubble chord length, velocity, and void fraction and the local CO₂ concentration in the surrounding liquid. Flow Measurement and Instrumentation, 27 :8–19.
- [Yan et al., 2019] Yan, P., Jin, H., He, G., Guo, X., Ma, L., Yang, S., and Zhang, R. (2019). Cfd simulation of hydrodynamics in a high-pressure bubble column using three optimized drag models of bubble swarm. Chemical Engineering Science, 199 :137 – 155.
- [Young et al., 1991] Young, M. A., Carbonell, R. G., and Ollis, D. F. (1991). Airlift bioreactors : Analysis of local two-phase hydrodynamics. AIChE journal, 37(3) :403–428.
- [Yu et al., 2008] Yu, W., Wang, T., Liu, M., and Wang, Z. (2008). Bubble circulation regimes in a multi-stage internal-loop airlift reactor. Chemical Engineering Journal, 142(3) :301–308.
- [Zahradnik et al., 1997] Zahradnik, J., Fialova, M., Ruzicka, M., Drahos, J., Kastanek, F., and Thomas, N. H. (1997). Duality of the gas-liquid flow regimes in bubble column reactors. Chemical Engineering Science, 52(21) :3811–3826.

-
- [Zahradník et al., 1997] Zahradník, J., Fialová, M., Ružička, M., Drahoš, J., Kasťánek, F., and Thomas, N. (1997). Duality of the gas-liquid flow regimes in bubble column reactors. Chemical Engineering Science, 52(21) :3811 – 3826.
- [Ziegenhein, 2016] Ziegenhein, T. (2016). Fluid dynamics of bubbly flows. PhD thesis, Technische Universität Berlin.

ANNEXE 1

Article

Experimental Study of a Gas–Liquid Flow in Vacuum Air-Lift Column Using an Optical Bi-Probe

Allatchi Hassan Barkai ^{*,†} , Mahmoud El Hajem [†], Tom Lacassagne [†] 
and Jean-Yves Champagne [†]

Laboratory of Fluid Mechanics and Acoustics (LMFA), National Institute of Applied Science (INSA), Lyon, 20 Av. A. Einstein, 69621 Villeurbanne CEDEX, France; mahmoud.elhajem@insa-lyon.fr (M.E.H.); tom.lacassagne@insa-lyon.fr (T.L.); jean-yves.champagne@insa-lyon.fr (J.-Y.C.)

* Correspondence: allatchi.hassan-barkai@insa-lyon.fr

† Current address: 20 Avenue Albert Einstein, 69621 Villeurbanne, France.

Received: 24 February 2019; Accepted: 10 April 2019; Published: 23 April 2019



Abstract: The vacuum airlift column process was patented in 2007 and is under development. The experimental study of its hydrodynamics is one of the axes explored to optimize its design and operation. The object of the study presented in this paper is to determine the functions of phase indicator (gas holdup, superficial gas velocity and bubble size) of the gas–liquid flow. The experimental analysis is carried out using a two-phase instrumentation consisting of an optical fiber bi-probe. The use of experimental techniques has made it possible to better understand the hydrodynamics of a two-phase flow. The optical bi-probe placed between two column flanges made it possible to have a complete mapping of the flow of the dispersed phase. The use of a mass flow meter and an ultrasonic flowmeter, in different flow configurations, provided data on the column operation.

Keywords: vacuum airlift; bubble column; optical bi-probe; gas holdup; bubble size; velocity

1. Introduction

Bubble columns are industrial (process) devices that provide a mixture of a bubbly gas phase and a liquid phase. For some decades, studies carried out on this device contributed to the understanding of their hydrodynamics [1]. An air-lift column is a bubble column in which a partition has been introduced to channel the flow of the liquid and gaseous phases between several compartments of the column. The injection of air made into one of the compartments makes it possible to modify the apparent density and expansion of the two-phase fluid, causing the circulation of the initially immobile liquid phase [2]. Air-lift columns have been the subject of several studies in the mining and oil industry [3]; in aquaculture [2] as well as in chemical and biochemical processes [3]. The air-lift vacuum column that is the subject of this study is based on the principle of air-lift and flotation, under vacuum. The technology has been patented by the French Research Institute for the Exploitation of the Sea (IFREMER) and the National Institute of Applied Science (INSA) Lyon [4]. The column combines in its operation the functions of hydraulic pumping, solute transfer and particulate phase separation and minimizing energy costs [2]. The gas–liquid flows in these columns are intrinsically unstable and the dynamics of such flows influence the mixing and mass transfer performance of the bubble columns. It is therefore important to characterize the dynamics of the gas–liquid flow [5]. Moreover, the complete knowledge of the overall dynamics of the fluids in the bubble column rests on that of the bubbles [6]. Knowledge of bubble size distribution and gas holdup is crucial for determining interfacial gas–liquid mass transfer [7]. The analysis of the particle size of the bubbles in the columns can be either performed by intrusive techniques, disturbing the flow or by non-intrusive techniques. Non-intrusive techniques use either tomographic probes [8,9], or image analysis by particle image velocimetry (PIV)

[3,10–12], intrusive techniques rely on the usage of probes like fiber-optic probes, etc. [3]. In terms of results, intrusive techniques provide local measurements, while non-intrusive techniques provide a cross-sectional distribution with different spatial and temporal resolutions [6]. The advantages and disadvantages of different intrusive and non-intrusive techniques and their applications to multiphase flows have been presented by several previous works [13]. Optical probes are phase detection devices that have been developed for several decades [14–18]. The optical probe uses the variation of the refractive index of the medium which characterizes the phase change. This is a principle that has been used for a long time for level detection and has resulted in several achievements. Optical probes are intrusive devices used very widely because of their great ease of use and the quality of the measurements obtained [19–25]. They have several advantages including a very fast response (less than 1 μs for a single fiber probe), a very good spatial resolution (less than 10 μm for a single fiber probe) and their use in a wide range of pressure and temperature [26]. Among the authors who have carried out work with the optical probe, Cartellier [14] has characterized the performance of single-fiber optical probes for measuring gas holdup. Serdula and Loewen [27] conducted a series of experiments to evaluate the feasibility of using a single-fiber optical probe to measure the gas holdup. They found that these probes could be used to perform measurements of gas holdup, bubble size and velocity. Kiambi et al. [28] evaluated the accuracy of an optical bi-probe technique to perform two-phase local flow measurements for 2.15 and 4.5 mm size bubbles. Comparing this technique with imaging, they concluded that optical probes underestimate the gas holdup from about 6% to 14%. They also reported errors of less than 5% for gas velocity up to 38 $\text{cm}\cdot\text{s}^{-1}$. Rojas and Loewen [20] demonstrated that single-fiber optical probes are capable of accurate and simultaneous measurements of gas holdup and bubble sizes under breaking waves. Vejrazka et al. [29] studied the mechanisms contributing to errors in optical probe measurements. Measurement errors have been reported based on a modified Weber number (M), which is the holdup of the bubble moment to the pulse of the surface tension of the probe, and characterizes the ability of the bubble to overcome the surface tension. It is reported that, in the case of M greater than 50, the gas holdup and the maximum chord measurement error should be less than 10%. Mizushima and Saito [30] developed a 35° angle single-fiber optical probe that generated a pre-signal when the bubble is pierced in the center, allowing differentiation between bubble detection and diameter measurement. Pjontek et al. [22] used a single-fiber optical probe to measure local bubble characteristics in a 101.6 mm diameter column operating at pressures up to 9 MPa. Aliyu et al. [25] have developed a dual optical fiber probe system for measuring the hydrodynamic characteristics of a gas–liquid flow. The gas velocity and bubble size values measured by the fiber optic probe are in line with those estimated using a photographic method using a fast camera system. In addition, the vacuum levels obtained with fiber optic probes showed good agreement with the holdup of air drawn in the two-phase mixture as measured by a flow meter. Fiber optic probes have the advantage of high sensitivity and minimal intrusion due to their micrometric size, and can be used when other instruments are difficult to deploy or do not give the temporal resolutions. The study presented in this paper consists of the determination of the phase indicator functions of two-phase flows in a vacuum air-lift column. These functions are the gas holdup, the superficial gas velocity and the particle size of the bubbles, the flow rate and the velocity of the liquid phase. The experimental analysis will be carried out using two-phase instrumentation consisting of an optical fiber bi-probe, a mass flow meter and an ultrasonic flow meter.

2. Materials and Methods

The experimental study of the hydrodynamics of the vacuum column was carried out on a test bench shown schematically in Figure 1 below. The system consists a vertical column (two concentric Plexiglas tubes of 80 and 150 mm diameter respectively), a storage tank and a vacuum pump. The vertical column ends with cone placed at its top and connected to a vacuum pump. The column is made of two sections of 1 m length each and a 25 mm section equipped with a plug for the optical bi-probe. Its base is equipped with a ceramic bubble diffuser and connected to a water recirculation

basin. This basin is connected to the column by two parallel 50 mm diameter PVC pipes. A suction pipe connected to the inner tube and a discharge pipe, to the outer tube. A harvesting tank which acts as a suction chamber of the vacuum pump and a collection tank for the particles trapped by the bubbles is appended to the air-lift column. The injection of air is made in the central tube at the bottom of the column through the ceramic bubble diffuser. The compressed air used is that of the collective air supply system of the laboratory. It is supplied under a maximum pressure of 6 bar. A pneumatic circuit has been designed for our device in order to be able to filter the air and to control its pressure using a pressure switch. The compressed air is filtered and then passed through a pressure switch before entering a mass flow meter to record the effective air flow for the air-lift. Tap water is used at room temperature; distilled water will alternatively be used. The liquid flow rate of the air-lift is measured by an ultrasonic flow meter. An optical bi-probe equipped connected to an acquisition system is inserted into the inner tube of the column in order to characterize the gas phase. The air injection causes an air lift effect that draws water from the recirculation basin and drives it upward into the central tube. At the top of the central tube, the water flows into the peripheral ring and goes down to the recirculation basin. The vacuum pump allows for putting the column under vacuum which raises the water level in the column and the maintenance above the inner tube to allow the hydraulic circulation. The characterization of the continuous (liquid) phase flow was made using an ultrasonic flowmeter. Bubble flow was characterized by two-phase instrumentation consisting of an optical bi-probe, an optoelectronic module, an oscilloscope, and an acquisition and processing unit. A global study of the hydrodynamics of the differential pressure sensors is made before the study by optical bi-probe. Differential pressure sensors are used to determine global parameters: pressure and holdup. The density of the gas is defined from the pressure at mid-height of the column.

2.1. Local Gas Holdup

The local gas holdup is directly obtained by dividing the total time ($\sum \tau_i$) of presence of the gas phase in contact with the sensitive tip of the optical probe by the full time (T) of observation. The optical bi-probe provides a gas holdup for each probe. The gas holdup at the point of measurement is obtained by the following relation:

$$\alpha = \frac{\sum \tau_i}{T}. \quad (1)$$

2.2. Bubble Rise Velocity

The bubble rise velocity is obtained by processing the signals delivered by the sensitive points of the optical bi-probe. The use of a single fiber probe does not make it possible to deduce the bubble rise velocity, which becomes possible with a bi-probe. The principle of calculating the average bubble rise velocity is quite simple: the distance separating the sensitive zones being known (gap between the probe), a measurement of the time taken by the interface to pass from one to the other leads to the estimate velocity by the expression:

$$v = \frac{d}{\tau} \quad (2)$$

with:

v the average bubble rise velocity;

D the distance between the tips of the bi-probe (2 mm);

τ the time shift between the signals of the two optodes.

2.3. Bubble Size

The phase indicator functions of the acquisition system consists of slots representing contact times of the bubbles with the optodes of the optical bi-probe. When the rate of evolution of bubbles is known, this contact time can be directly connected to a length. The average diameter of the bubbles is determined from the local gas holdup and the interfacial area by applying the formula:

$$d_{probe} = \frac{6\alpha}{A_i} \tag{3}$$

where A_i is the interfacial area and α the local gas holdup. The “average diameter” of bubbles determined by the VIN 2.0 software (RBI Instrumentaion, Meylan, France) of the optical bi-probe actually corresponds to a chord average. An equivalent diameter of bubbles is proposed in the literature. This average diameter is directly estimated from the diameter obtained at the bi-probe (d_{probe}) and a form factor denoted χ of the bubbles [31,32]. The expression of this equivalent diameter is given by the formula:

$$d_{eq} = K.d_{probe}.\chi^{2/3} \tag{4}$$

d_{probe} is the diameter of the bubbles at the optical bi-probe; χ a form factor of the bubbles. K is a constant often taken equal to 1.5 for spherical bubbles [15,33–35].

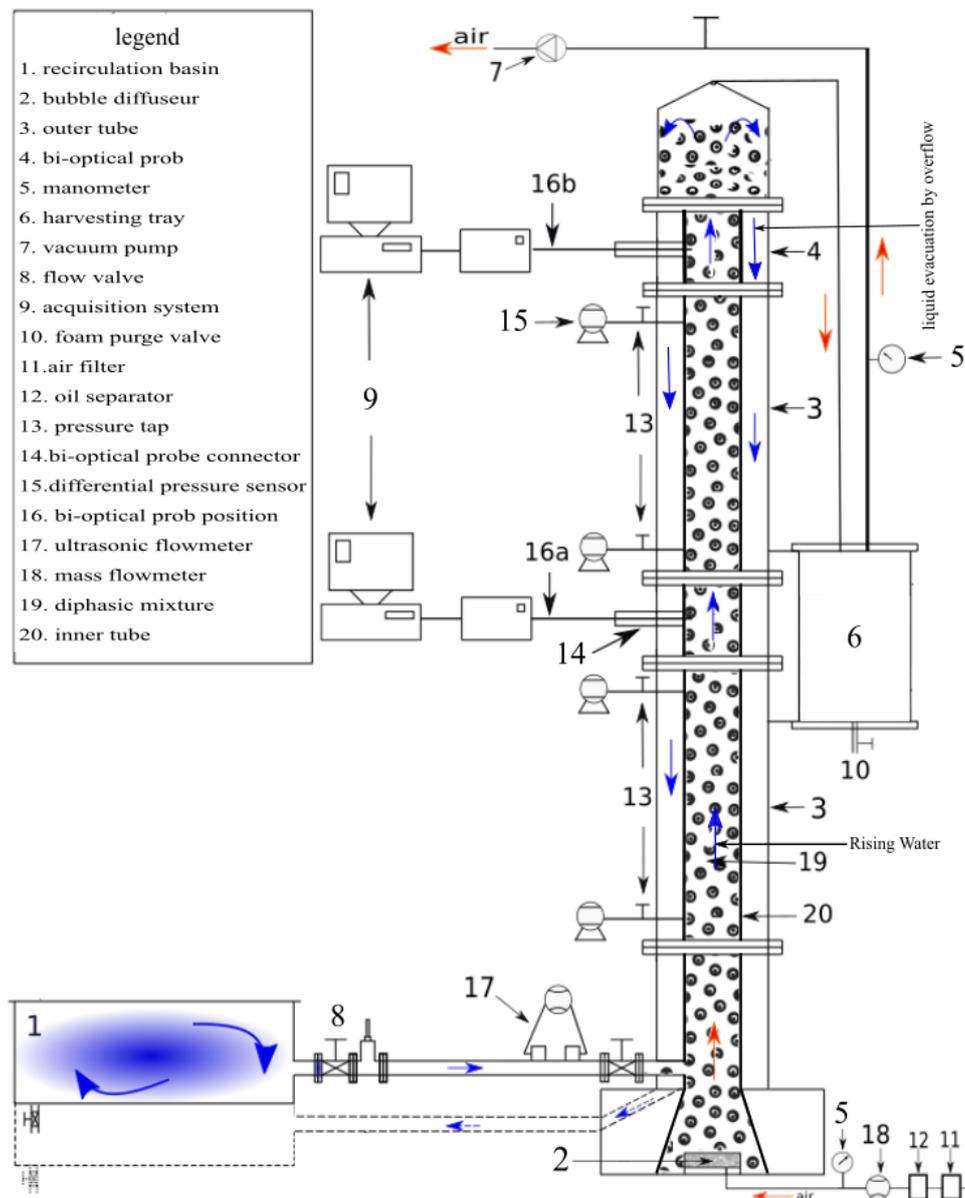


Figure 1. Experimental setup.

3. Results and Discussion

3.1. Convergence of Optical Bi-Probe Measurements

In this study, the convergences of the optical bi-probe measurements are observed as a function of the bubble number for gas holdup α_G (Figure 2), bubble size (Figure 3) and bubble rise velocity (Figure 4). The observations of convergence curves indicate that a bubble number of 1×10^4 is sufficient to guarantee at the same time the convergence of the measurements of gas velocity, bubble size and gas holdup. This result is valid for all gas flow rates.

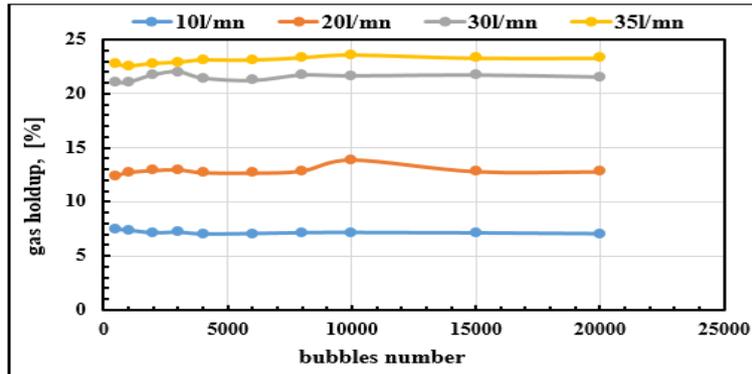


Figure 2. Convergence of gas holdup.

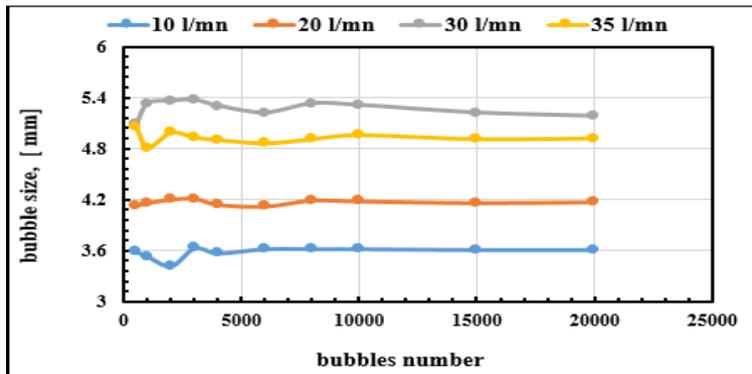


Figure 3. Convergence of bubble size.

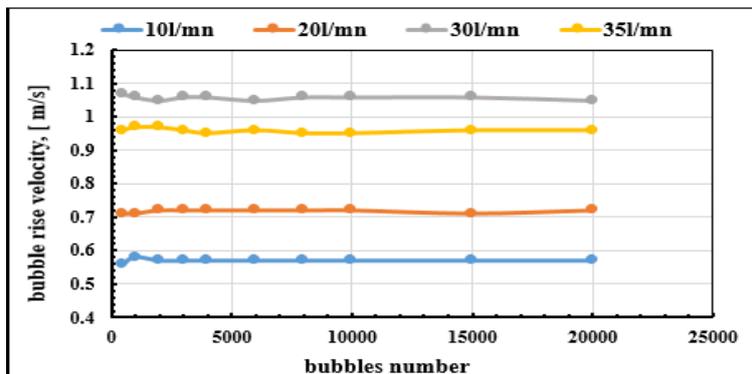


Figure 4. Convergence of bubble rise velocity.

3.2. Hydrodynamics of the Liquid Phase

3.2.1. Analysis of the Pumping Function through the Liquid Flow

The goal is here to analyse the pumping capacities of the column. The experimental device studied is that illustrated in Figure 1. The analysis of the Figure 5 makes it possible to observe that the liquid flow rate in the air-lift column is directly proportional to the flow rate of injected air over the range from 2 to 30 L·mn⁻¹. On the other hand, for air flows above 30 L·mn⁻¹, we observe an inverse phenomenon on the liquid flow, with a decrease of the latter.

This phenomenon is explained by the appearance of a counter air-lift effect in the outer tube of the column materialized by the presence of air bubbles at the outer tube of the column: this slows the return of the liquid to the recirculation basin of the column and decreases the velocity of hydraulic circulation and therefore the liquid flow.

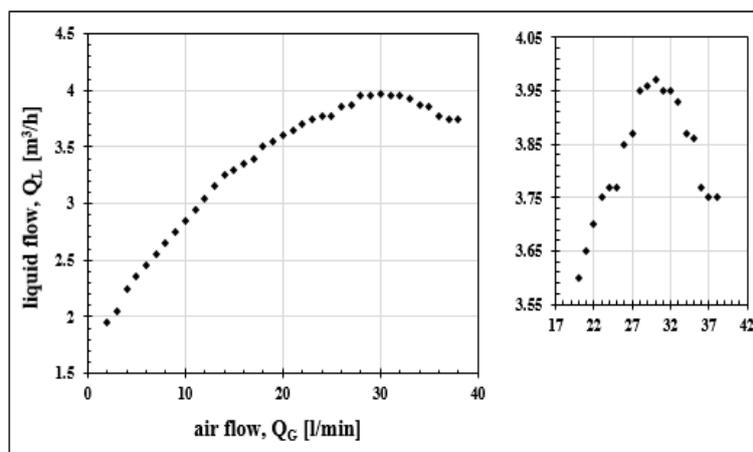


Figure 5. Evolution of the liquid flow as a function of the air flow.

Since the liquid flow is a function of the air-lift airflow, we installed a shut-off valve on each duct connecting the column to the recirculation basin. These valves allow us to modify the liquid flow rate for a fixed air flow. In Figure 6 below, the liquid flowrate evolution at the three regimes are shown. At the first rate curve corresponding to a total opening of the valve ($Q_L = 100\%$) of liquid flow, two others are added, corresponding to 80 and 60% of the initial flow. The two new curves illustrate that, whatever the liquid flow rate, the pumping regime keeps the same profile with a maximum reached for an air flow of 30 L·mn⁻¹.

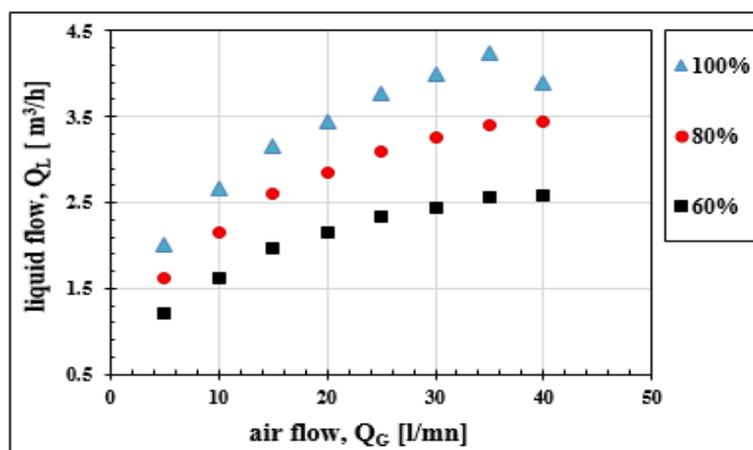


Figure 6. Effect of the clamping of the liquid flow on the pumping regime.

3.2.2. Analysis of the Liquid Phase Velocity

The liquid velocity of the two-phase mixture of the bubble column is initially estimated from the liquid flow obtained by direct measurement using an ultrasonic flow meter. The velocity is obtained by the following expression:

$$U_L = \frac{Q_L}{A_c}, \tag{5}$$

where :

Q_L : liquid flow measured in $\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$;

U_L : liquid velocity in $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$;

A_c : total section of the inner tube of the column in m^2 .

This first liquid phase velocity (U_L) does not take into account the diphasic mixture, that is to say, the presence of a gas holdup in the column. We will determine from the liquid velocity above an effective liquid velocity that takes into account the presence of a gas phase in the mixture. The actual velocity of the liquid is determined by the expression:

$$W_L = \frac{U_L}{\varepsilon_L}, \tag{6}$$

where:

W_L : actual liquid velocity in $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$;

U_L : liquid velocity in $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$;

ε_L is the volume holdup of the air given by the expression:

$$\varepsilon_L = 1 - \alpha_G \tag{7}$$

with α_G the gas holdup.

Figure 7 shows the two calculated velocities of water (U_L and W_L) as a function of the gas holdup. An analysis of the two curves shows that the two velocities increase with the gas holdup reaching a threshold for a gas holdup of 19%. It also appears that the gap between the two velocities is widening with the gas holdup. This difference is well marked for gas holdups above 14%. This difference is stabilized from a gas holdup of 19% where the liquid velocity W_L is 25% higher than U_L . This difference indicates the importance of knowing W_L on which depend the microscopic characteristics or the local flow.

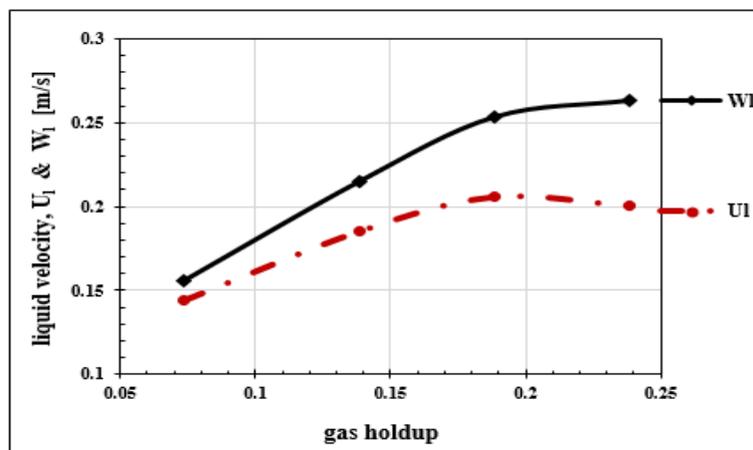


Figure 7. Relationship between theoretical liquid velocity (U_L) and actual liquid velocity (W_L).

3.3. Hydrodynamics of the Dispersed Phase

The hydrodynamic study of the gaseous phase of the vacuum air lift was carried out using an optical bi-probe of the RBI brand. This instrument measures local parameters, so in the context of the present study a cartography of the flow has been made in a horizontal plane. In total, six axes or diameters are subject to local measurement. On each axis, the bi-probe measured seven points. The schematic representation of the different measurement axes of the bi-probe is shown in Figure 8.

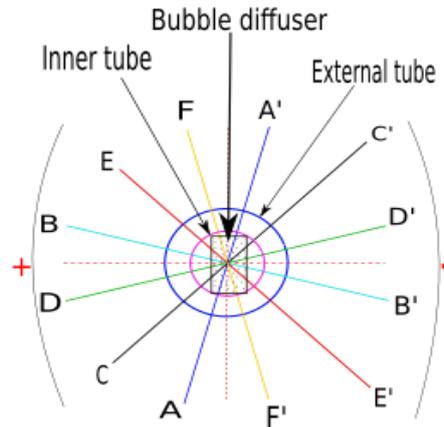


Figure 8. Schematic representation of the radial measurement axes by the optical bi-probe.

3.4. Study of Global Parameters

Here, we define two global parameters that make it possible to characterize the hydrodynamics of the dispersed phase of the air-lift. This is the global gas holdup and the superficial gas velocity.

3.4.1. Superficial Gas Velocity

The superficial gas velocity in the air-lift column takes several expressions. We are going in a first approach to determine a superficial gas velocity. This is a global gas velocity used very often in the hydrodynamic study of bubbly flows. This superficial gas velocity is obtained from the volumetric flow and the cross sectional area of the bubble column. The superficial gas velocity is thus given by the expression:

$$U_G = \frac{Q_v}{A_c}, \tag{8}$$

A_c is the area of the total section of the inner tube of the column m^2 ,

Q_v is the volumetric gas flow, $m^3 \cdot s^{-1}$,

$$Q_v = \frac{Q_m}{\rho},$$

Q_m is the mass gas flow in $m^3 \cdot s^{-1}$,

with:

$$Q_m = \frac{Q_G}{\rho},$$

Q_G is the gas flow rate is obtained by direct measurement with the mass flow meter, $m^3 \cdot s^{-1}$,

ρ and ρ' : gas density ($Kg \cdot m^{-3}$),

$$\rho_G = \frac{P}{RT},$$

T : temperature,

P : pressure.

This superficial gas velocity (U_G) is a linear function of the airflow. From the superficial gas velocity (U_G), we will determine a velocity more representative of bubbles rise velocity. This new gas velocity, denoted W_G , takes into account the volume fraction of the liquid (ε_L) itself taking into account

the gas holdup (α_G). The bubble rise velocity W_G is obtained by the expression:

$$W_G = \frac{U_G}{\alpha_G}, \tag{9}$$

α_G is the gas holdup,

W_G is the bubble rise velocity,

U_G is the superficial gas velocity ($m.s^{-1}$).

The profile of bubble rise velocity W_G as a function of the superficial gas velocity U_G (Figure 9) shows that the bubble rise velocity reaches a plateau starting from a superficial gas velocity $U_G = 0.36 m \cdot S^{-1}$. The plot of the real liquid velocity W_L as a function of the superficial gas velocity U_G (Figure 10) also shows the same threshold effect for the same value of U_G ($U_G = 0.36 m \cdot S^{-1}$).

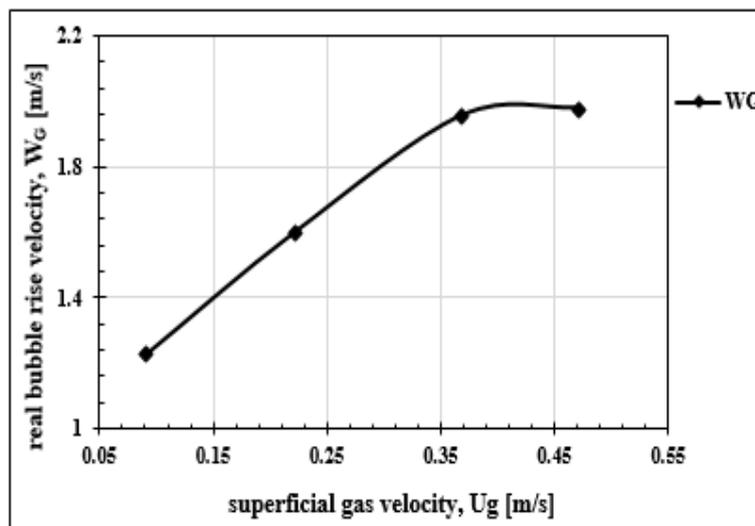


Figure 9. Relationship between bubble rise velocity and superficial gas velocity.

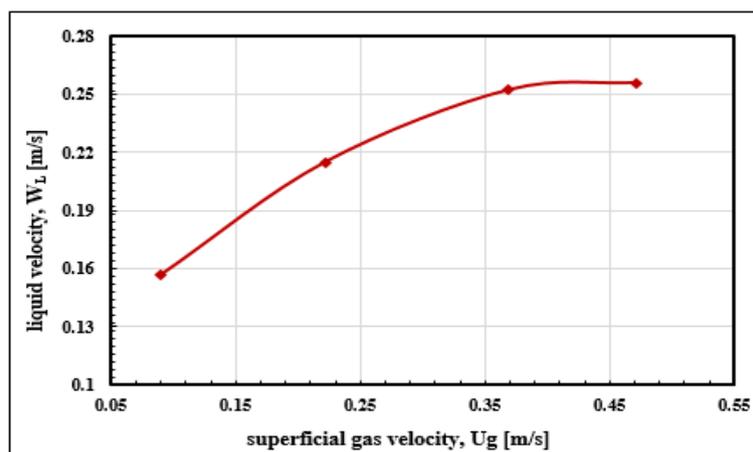


Figure 10. Relationship between actual liquid velocity and superficial gas velocity.

Knowing the real velocities of the liquid and those of the air bubbles, we can deduce the gas slip velocity (W_{G-L}) of the bubbles with respect to the water, by the expression:

$$W_{G-L} = W_G - W_L. \tag{10}$$

In Figure 11, we find that this gas velocity has the same profile as that of W_G and with the same plateau starting from $U_G = 0.36 m \cdot S^{-1}$.

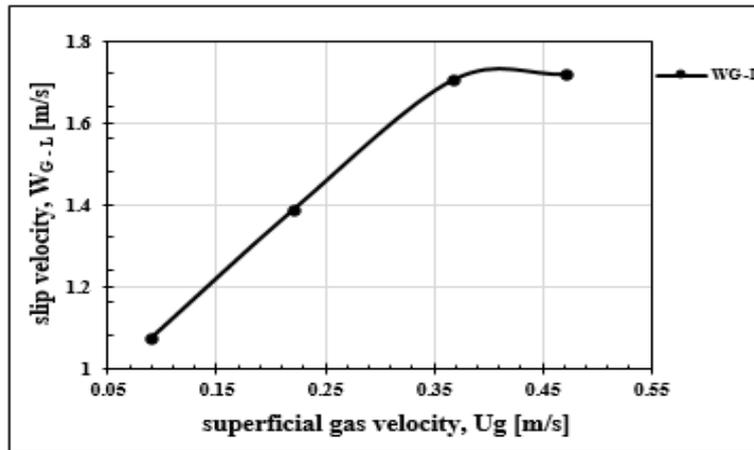


Figure 11. Relationship between slip gas velocity and superficial gas velocity.

3.4.2. Global Gas Holdup

The global gas holdup is defined as the volume of dispersed gas relative to the total volume of the two-phase mixture. It is obtained by pressure measurements using the differential pressure sensors placed on the column (Figure 1). Differential pressures are measured in water height. Each air flow leads to a differential pressure measurement and therefore to a different global gas holdup. To determine the pressure variation, we made two hypotheses:

- there is conservation of gas velocity;
- the pressure losses in the column are negligible (because the wall of the Plexiglas column is smooth).

The variation of the pressure is given by the expression:

$$\Delta P = \rho_L g h \alpha_L + \rho_G g h \alpha_G, \tag{11}$$

with:

$\alpha_L = 1 - \alpha_G$ the volumetric fraction of the liquid we will have the expression:

$$\Delta P = \rho_L g h (1 - \alpha_G) + \rho_G g h \alpha_G. \tag{12}$$

The contribution of the mass of gas in the mixture is negligible. It is in the order of 1.13×10^{-4} and is practically within the margin of error made by the pressure sensor. Thus, we could very well neglect the term $\rho_G g h \alpha_G$ in the expression of the gas holdup. We will then have the following relationship:

$$\Delta P = \rho_L g h (1 - \alpha_G), \tag{13}$$

$$\alpha_G = 1 - \Delta P / (\rho_L g h), \tag{14}$$

where :

g : acceleration of gravity;

h : mix height;

ρ_L : density of the liquid;

ΔP : variation of the measured pressure;

α_G : global gas holdup.

The gas holdup increases with the air flow (Q_G) while the variation of the pressure (ΔP) is inversely proportional to the same air flow. In Figure 12, the global gas holdup is represented in relation with volumetric air flow (Q_v); as expected, the overall gas holdup increases with the injected air flow rate and will be compared hereafter to the local gas holdup measured by the optical bi-probe

as in Besagni et al. [36]. This accuracy will also depend on the difference that will be obtained between the values of the two gas holdup measurements.

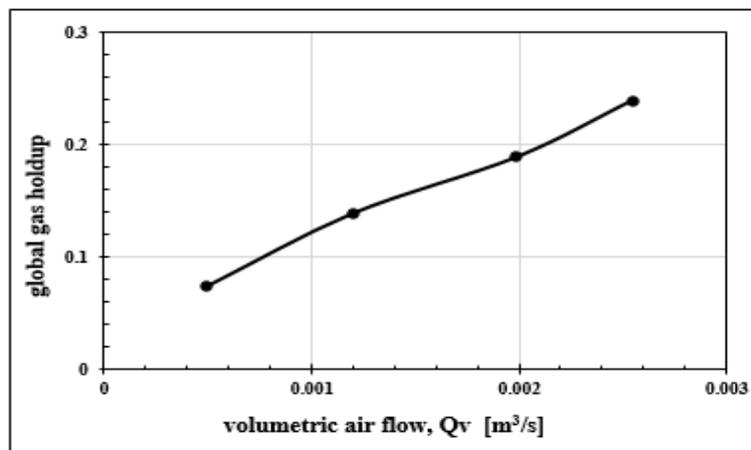


Figure 12. Relationship between global gas holdup and volumetric air flow.

3.5. Hydrodynamics Parameters by Optical Bi-Probe

3.5.1. Local Gas Holdup

Local gas holdup is deduced from one of the two channels of the optical probe. Only one tip of the probe can be used to measure time during which it is exposed to gas and time for liquid. This measurement is made in two different sections of the column one meter apart. Measurements are carried out, first, in the presence of tap water, subsequently with demineralised water to analyze the effect of the hardness of the water on the gas holdup. The results of the various measurements illustrated in Figures 13 and 14 point out that, in the configuration of our study, the hardness of water has practically no effect on the gas holdup. The results for both types of water are very close for the first section. With demineralised water, there is a slightly higher gas holdup at 2 m. The difference is small, BB' results are for example practically identical for both tests (nature of water). With demineralised water, a slight dissymmetry appears with a slightly higher gas holdup in AA' and CC'. This increase in the gas holdup is explained by the phenomenon of bubble coalescence, which is more important in demineralised water. The increase of gas holdup with height has already been reported by Besagni et al. [36]. The coalescence of the bubbles seems to have as much impact on the detection time of the bubble by the probe tip as on the bubble size; this would explain the slight increase in gas retention with height. In addition, Wilkinson et al. [37] reported that, when $H/D > 5$ (height over diameter), the effect of the column height becomes negligible, which is the case of the geometric configuration of the column studied here.

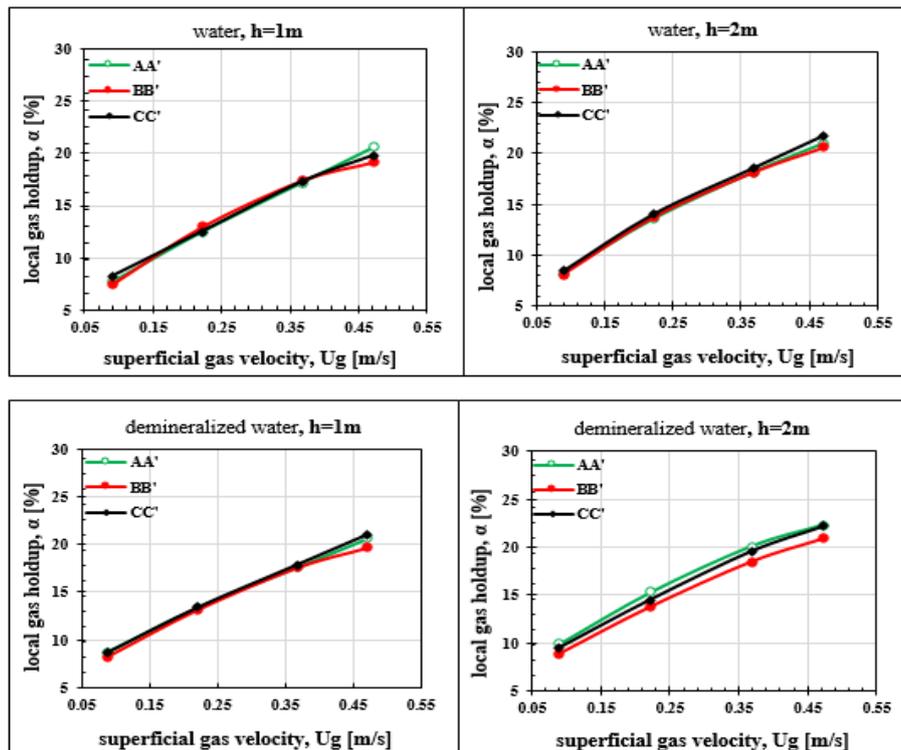


Figure 13. Relationship between local gas holdup and global gas velocity.

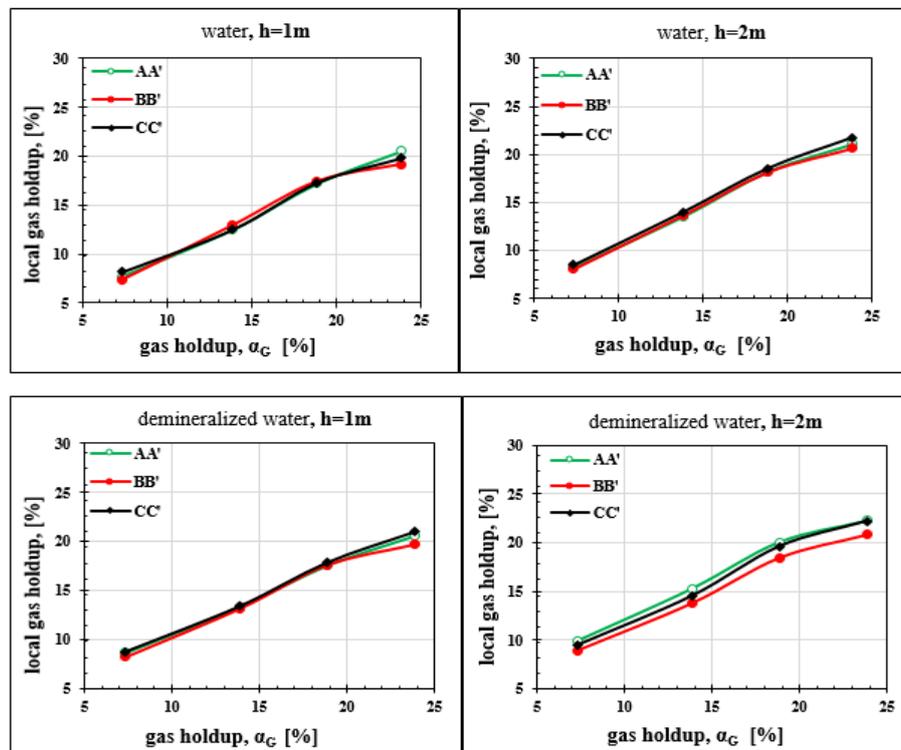


Figure 14. Relationship between local and global gas holdup.

Optical bi-probe measurements are also made along six radial axes, in order to see the transversal profile of the gas holdups. Figure 15 does not show any disparity of the gas holdup values according to the different measurement axes. The radial distribution is practically homogeneous for the same air flow. By varying the air flow, it naturally results in an increase in the gas holdup with the injected air flow. This phenomenon is illustrated in Figure 16 below.

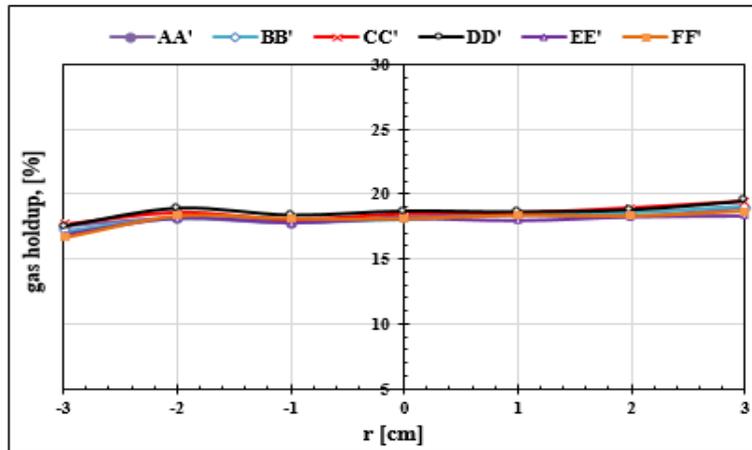


Figure 15. Radial distribution of gas holdup for different traverses.

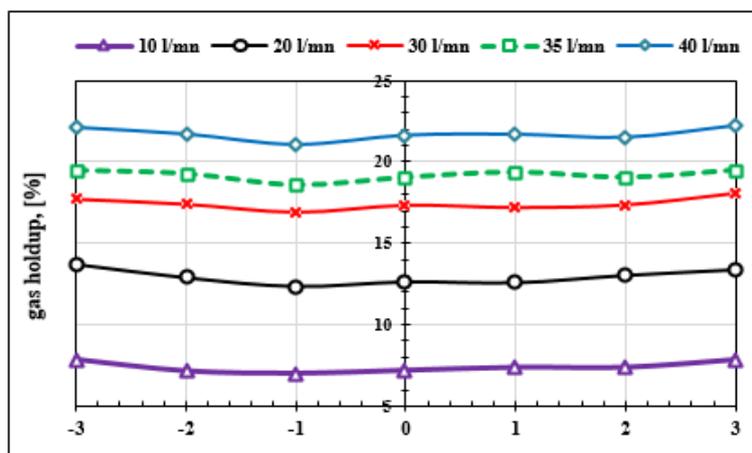


Figure 16. Evolution of radial distribution of gas holdup with air flow.

On the other hand, knowing the global gas holdup, previously determined, in Figure 17 below, the profiles of the global and local gas holdup are shown in order to see the difference between the two. It appears that the difference is small between the two profiles, which leads to concluding that the optical bi-probe gives good accuracy in the measurement of the gas holdup. These results are consistent with those of optical probe measurements obtained in the literature.

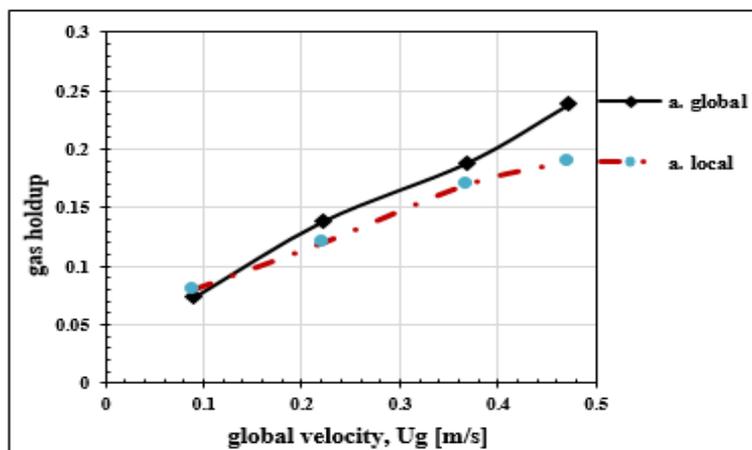


Figure 17. Relationship between global and local gas holdup with superficial gas velocity.

3.5.2. Bubble Rise Velocity

The bubble rise velocities measured with the optical bi-probe are averages made on a sample of 10^4 bubbles. These measurements are made in ordinary water and demineralized water to evaluate the effect of water quality on the rate of rise of air bubbles. For each of these types of water, the measurements are also made on the two vertical measurement positions: 1 m and 2 m from the column base. The results of the bubble rise velocity measurements are presented as a function of according to the superficial gas velocity on Figure 18. For each measurement configuration, five air flows are tested: $10 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$; $20 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$; $30 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$; $35 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ and $40 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$. In order to observe the transverse gas velocity profile, measurements on the radial plane and along three diameters (AA', BB' and CC') are also presented in the same figures. For all cases of velocity measurement, the radial gas velocity profile is homogeneous and the values obtained for the three diameters are very close. The bubble rise velocity increases until airflow of $35 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$. Beyond this rate ($35 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$), a threshold effect is set up and the velocity no longer increases. As explained for W_G , this is due to the appearance of the counter air-lift causing a slowing of the flow velocity of the two-phase mixture. The effect of counter air-lift appears as soon as one reaches a superficial gas velocity of rise $U_G = 0.36 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ (Figure 9).

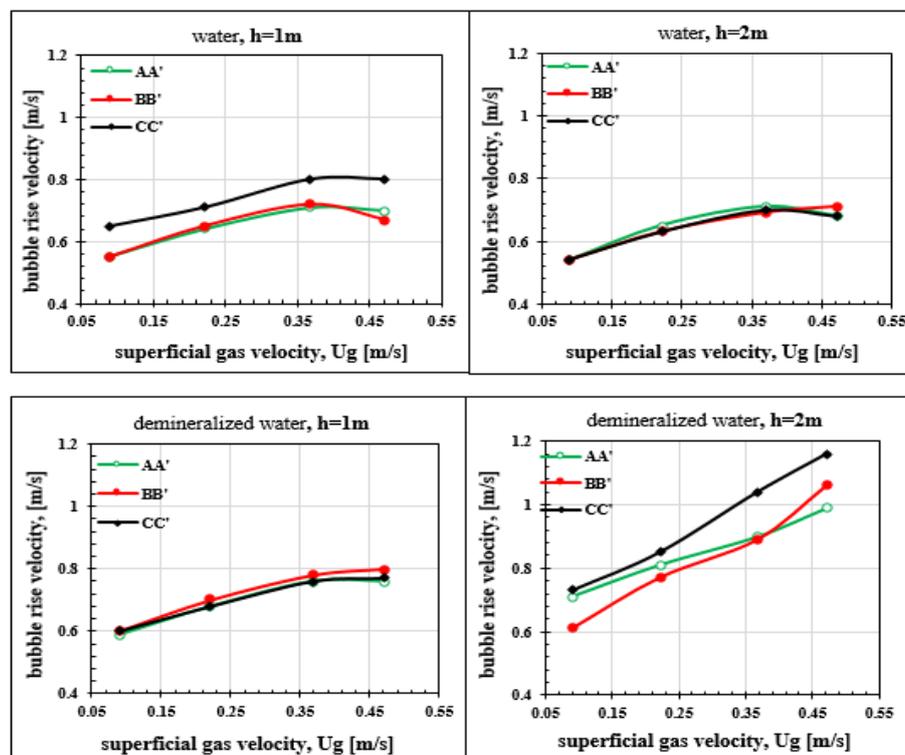


Figure 18. Relationship between bubble rise velocity and superficial gas velocity.

The quality of the water, as the hardness, has a significant effect on the bubble rise velocities which is greater in deionized water than in ordinary water. This difference is more pronounced at 2 m height: $U_G = 0.75 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ in ordinary water and $U_G = 1.16 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ in demineralized water, which gives a difference of 46% (Figure 19). These results are consistent with Clift et al. [38] who has reported that speed decreases when water is contaminated. Thus, the evolution towards an increase or a decrease of the coalescence, thus of the bubble velocity, will depend on the nature of impurities present in the water. Figure 19 below represents the real rise velocities of the bubbles obtained by global measurement and the bubble rise velocities obtained with the optical bi-probe. There is a large difference between these two velocities. The optical bi-probe seems to underestimate the bubble rise velocity rates of about 50% [39]. To Besagni et al. [36] his underestimation is mainly due to the impact of the bubbles

with the tips of the bi-probe. This impact induces a deformation of the morphology of the bubbles and leads to an over-estimation of the rise time of the bubbles. The increase in bubble rise time leads to an underestimation of the rate of rise obtained by the optical bi-probe. The relative difference reported in literature concerning the measurement of the bubble rise velocity using an optical bi-probe reaches up to 45% [19].

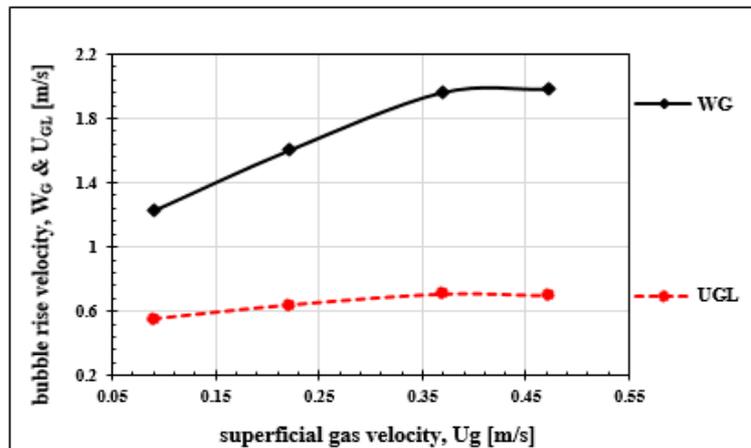


Figure 19. Relationship between bubble rise velocity (U_{GL} and W_G) and superficial gas velocity (U_G).

3.5.3. Bubble Size

Average bubble diameter is determined using the optical bi-probe. The results show that the bubble size distribution is uniform on the horizontal plane. The diameter of the bubbles increases linearly with the superficial gas velocity and, for all measurement axes, the profile remains practically the same even with a mean diameter of 4.17 mm (Figure 20). In ordinary water, the height position of the measuring point by the optical bi-probe does not seem to have a significant effect on the bubble size. On the other hand, in demineralised water, diameters are larger than in ordinary water. The diameters measured at 2 m height in demineralized water are larger than those obtained at 1 m. This difference in bubble size is explained by the fact that, in demineralized water, the coalescence of the bubbles is more significant during their rise. Measurements made in demineralized water at 2 m height indicate a great irregularity of the horizontal profile of the mean diameters of the bubbles.

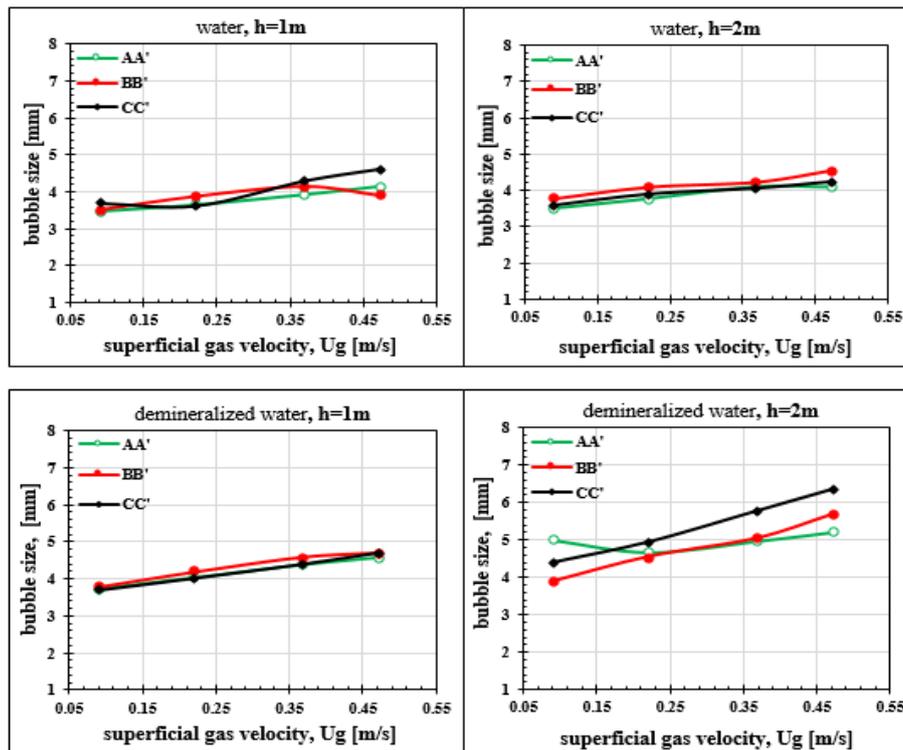


Figure 20. Relationship between bubble size and superficial gas velocity.

4. Conclusions

The Hydrodynamic study presented in this paper is carried out on a bubble column under depression. The column studied consists of two vertical concentric tubes (inside diameter 0.08 m and 0.15 m) connected at a raceway. The objective of this study was to experimentally determine the phases characterization of an airlift under vacuum: gas holdup, bubble rise velocity and bubble size. These hydrodynamic parameters are studied using an optical bi-probe for local measurement and a differential pressure sensor for global characterization of gas holdup. Global measurement of gas holdup made it possible to determine the superficial gas velocity and thus to relate the global hydrodynamics of the system to the properties of the local flow. The measurements are made with tap and demineralized water in order to study the effect of water quality on the desired hydrodynamic parameters. The global analysis made it possible to demonstrate that beyond a superficial gas velocity $U_G = 0.36 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ a transition flow regime is observed, giving rise to a counter-airlift effect. This effect reduces the bubble rise velocity, liquid velocity and therefore the pumping capacity is limited. A clamping of the liquid flow does not seem to influence the appearance of the counter-airlift at the same limit superficial gas velocity and the pumping rate is always the same because the liquid velocity is linked in this airlift configuration at the superficial gas velocity. The analysis of the bubble rise velocity obtained with optical bi-probe shows that this velocity increases with gas holdup. Water quality seems to have a significant effect on it, the values with deionized water are higher than in tap water. It thus appears that the evolution towards an increase or a decrease of the coalescence, therefore of bubble rise velocity, will depend on the nature of impurities in the water. There is also an underestimation of bubble rise velocity by the optical bi-probe of about 50%. This is due to the fact that the probe tip hooks the bubble at the time of detection and induces a deformation of its morphology leading to an overestimation of the rise time. Results of various measurements indicate that the water quality does not seem to have an effect on gas holdup. Measurements made at two heights are very close, the measuring section height does not significantly influence the gas holdup. However, in demineralized water, a slight asymmetry of gas holdup is observed. Coalescence seems to have as much impact on sensor probe detection time as on bubble size, which would explain the

limited increase in gas holdup with height. Bubble diameter increases linearly with gas holdup. It is larger in demineralized water than in tap water, which confirms the important influence of water quality earlier observed with the bubble rise velocity. Finally, this article contributes to the existing discussion on the hydrodynamics of bubble columns and is, to our knowledge, the first experimental study on hydrodynamic characterization of a bubble column under vacuum. Results obtained could be useful for an optimization study of airlift under depression.

Author Contributions: Data curation, A.H.B.; Formal analysis, A.H.B.; Methodology, A.H.B.; Project administration, M.E.H. and J.-Y.C.; Software, A.H.B.; Supervision, M.E.H. and T.L.; Validation, A.H.B., M.E.H. and J.-Y.C.; Visualization, A.H.B.; Writing – original draft, A.H.B. and M.E.H.; Writing – review and editing, A.H.B., M.E.H. and T.L.

Funding: This research received no external funding.

Conflicts of Interest: The authors declare no conflict of interest.

References

1. Deen, N.G.; Mudde, R.F.; Kuipers, J.A.M.; Zehner, P.; Kraume, M. Bubble columns. In *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*; Wiley-VCH Verlag: Weinheim, Germany, 2000.
2. Barrut, B. Etude et Optimisation du Fonctionnement d'une Colonne Airlift à Dépression: Application à L'aquaculture. Ph.D. Thesis, Université Montpellier, Montpellier, France, 2011.
3. Chaumat, H.; Billet-Duquenne, A.; Augier, F.; Mathieu, C.; Delmas, H. On the reliability of an optical fibre probe in bubble column under industrial relevant operating conditions. *Exp. Therm. Fluid Sci.* **2007**, *31*, 495–504. [[CrossRef](#)]
4. Rene, F.; Lemarie, G.; Champagne, J.Y.; Morel, R. Procédé et Installation de Traitement d'un Effluent Aqueux, en vue d'en Extraire au Moins un Composé Gazeux Dissous; Application à L'aquaculture en Milieu Aqueux Recirculé. FR0702308A. 29 mars 2007. (In French)
5. Singh, B.K.; Quiyoom, A.; Buwa, V.V. Dynamics of gas–liquid flow in a cylindrical bubble column: Comparison of electrical resistance tomography and voidage probe measurements. *Chem. Eng. Sci.* **2017**, *158*, 124–139. [[CrossRef](#)]
6. Besagni, G.; Inzoli, F.; De Guido, G.; Pellegrini, L.A. The dual effect of viscosity on bubble column hydrodynamics. *Chem. Eng. Sci.* **2017**, *158*, 509–538. [[CrossRef](#)]
7. Azzopardi, B.; Zhao, D.; Yan, Y.; Morvan, H.; Mudde, R.; Lo, S. *Hydrodynamics of Gas-Liquid Reactors: Normal Operation and Upset Conditions*; John Wiley & Sons: Hoboken, NJ, USA, 2011.
8. Young, M.A.; Carbonell, R.G.; Ollis, D.F. Airlift bioreactors: Analysis of local two-phase hydrodynamics. *AIChE J.* **1991**, *37*, 403–428. [[CrossRef](#)]
9. Adetunji, O.; Rawatlal, R. Estimation of bubble column hydrodynamics: Image-based measurement method. *Flow Meas. Instrum.* **2017**, *53*, 4–17. [[CrossRef](#)]
10. Besbes, S.; El Hajem, M.; Aissia, H.B.; Champagne, J.Y.; Jay, J. PIV measurements and Eulerian–Lagrangian simulations of the unsteady gas–liquid flow in a needle sparger rectangular bubble column. *Chem. Eng. Sci.* **2015**, *126*, 560–572. [[CrossRef](#)]
11. Giovannettone, J.; Tsai, E.; Gulliver, J. Gas void ratio and bubble diameter inside a deep airlift reactor. *Chem. Eng. J.* **2009**, *149*, 301–310. [[CrossRef](#)]
12. Lau, Y.M.; Sujatha, K.T.; Gaeini, M.; Deen, N.G.; Kuipers, J.A.M. Experimental study of the bubble size distribution in a pseudo-2D bubble column. *Chem. Eng. Sci.* **2013**, *98*, 203–211. [[CrossRef](#)]
13. Chaouki, J.; Larachi, F.; Duduković, M.P. Noninvasive Tomographic and Velocimetric Monitoring of Multiphase Flows. *Ind. Eng. Chem. Res.* **1997**, *36*, 4476–4503. [[CrossRef](#)]
14. Cartellier, A. Optical probes for local void fraction measurements: Characterization of performance. *Rev. Sci. Instrum.* **1990**, *61*, 874–886. [[CrossRef](#)]
15. Galaup, J.P.; Delhaye, J.M. Utilisation de sondes optiques miniatures en écoulement diphasique gaz-liquide. Application à la mesure du taux de présence local et de la vitesse locale de la phase gazeuse. *La Houille Blanche* **1976**, *1*, 17–30. [[CrossRef](#)]

16. Hinata, S. A study on the measurement of the local void fraction by the optical fiber glass probe. *Bull. JSME* **1972**, *15*, 1228–1235. [[CrossRef](#)]
17. Danel, F.; Delhaye, J.M. Sonde optique pour mesure du taux de présence local en écoulement diphasique. *Mes. Regul. Autom.* **1971**, *36*, 99–101.
18. Miller, N.; Mitchie, R.E. *The Development of a Universal Probe for Measurement of Local Voidage in Liquid-Gas Two-Phase Flow Systems*; Atomic Power Constructions Ltd.: Heston, UK, 1969.
19. Cartellier, A.; Barrau, E. Monofiber optical probes for gas detection and gas velocity measurements: Conical probes. *Int. J. Multiph. Flow* **1998**, *24*, 1265–1294. [[CrossRef](#)]
20. Rojas, G.; Loewen, M.R. Fiber-optic probe measurements of void fraction and bubble size distributions beneath breaking waves. *Exp. Fluids* **2007**, *43*, 895–906. [[CrossRef](#)]
21. Yamada, M.; Saito, T. A newly developed photoelectric optical fiber probe for simultaneous measurements of a CO₂ bubble chord length, velocity, and void fraction and the local CO₂ concentration in the surrounding liquid. *Flow Meas. Instrum.* **2012**, *27*, 8–19. [[CrossRef](#)]
22. Pjontek, D.; Parisien, V.; Macchi, A. Bubble characteristics measured using a monofibre optical probe in a bubble column and freeboard region under high gas holdup conditions. *Chem. Eng. Sci.* **2014**, *111*, 153–169. [[CrossRef](#)]
23. Raimundo, P.M. Analysis and Modelization of Local Hydrodynamics in Bubble Columns. Ph.D. Thesis, Université Grenoble Alpes, Grenoble, France, 2015.
24. Besagni, G.; Brazzale, P.; Fiocca, A.; Inzoli, F. Estimation of bubble size distributions and shapes in two-phase bubble column using image analysis and optical probes. *Flow Meas. Instrum.* **2016**, *52*, 190–207. [[CrossRef](#)]
25. Aliyu, A.M.; Kim, Y.K.; Choi, S.H.; Ahn, J.H.; Kim, K.C. Development of a dual optical fiber probe for the hydrodynamic investigation of a horizontal annular drive gas/liquid ejector. *Flow Meas. Instrum.* **2017**, *56*, 45–55. [[CrossRef](#)]
26. Peytraud, J.F. Etude de la Tomographie Electrique Pour la Mesure du Taux de Vide Local en Ecoulements Diphasiques. Ph.D. Thesis, Grenoble INPG, Grenoble, France, 1995.
27. Serdula, C.D.; Loewen, M.R. Experiments investigating the use of fiber-optic probes for measuring bubble-size distributions. *IEEE J. Ocean. Eng.* **1998**, *23*, 385–399. [[CrossRef](#)]
28. Kiambi, S.L.; Duquenne, A.M.; Dupont, J.B.; Colin, C.; Risso, F.; Delmas, H. Measurements of Bubble Characteristics: Comparison Between Double Optical Probe and Imaging. *Can. J. Chem. Eng.* **2003**, *81*, 764–770. [[CrossRef](#)]
29. Vejražka, J.; Večeř, M.; Orvalho, S.; Sechet, P.; Ruzicka, M.C.; Cartellier, A. Measurement accuracy of a mono-fiber optical probe in a bubbly flow. *Int. J. Multiph. Flow* **2010**, *36*, 533–548. [[CrossRef](#)]
30. Mizushima, Y.; Sakamoto, A.; Saito, T. Measurement technique of bubble velocity and diameter in a bubble column via single-tip optical-fiber probing with judgment of the pierced position and angle. *Chem. Eng. Sci.* **2013**, *100*, 98–104. [[CrossRef](#)]
31. Clark, N.N.; Turton, R. Chord length distributions related to bubble size distributions in multiphase flows. *Int. J. Multiph. Flow* **1988**, *14*, 413–424. [[CrossRef](#)]
32. Liu, W.; Clark, N.N. Relationships between distributions of chord lengths and distributions of bubble sizes including their statistical parameters. *Int. J. Multiph. Flow* **1995**, *21*, 1073–1089. [[CrossRef](#)]
33. Simonnet, M. Étude Expérimentale du Mouvement de Bulles en Essaim: Application à la Simulation Numérique de Colonnes à Bulles. Ph.D. Thesis, Vandoeuvre-les-Nancy, INPL, Lorraine, France, 2005.
34. Colombet, D. Modélisation de Réacteurs Gaz-Liquide de Type Colonne à Bulles en Conditions Industrielles. Ph.D. Thesis, Toulouse, INSA, Toulouse, France, 2012.
35. Moujaes, S.; Dougall, R.S. Experimental investigation of cocurrent two-phase flow in a vertical rectangular channel. *Can. J. Chem. Eng.* **1987**, *65*, 705–715. [[CrossRef](#)]
36. Besagni, G.; Inzoli, F. Influence of internals on counter-current bubble column hydrodynamics: Holdup, flow regime transition and local flow properties. *Chem. Eng. Sci.* **2016**, *145*, 162–180. [[CrossRef](#)]
37. Wilkinson, P.M.; Spek, A.P.; van Dierendonck, L.L. Design parameters estimation for scale-up of high-pressure bubble columns. *AIChE J.* **1992**, *38*, 544–554. [[CrossRef](#)]

ANNEXE 2

Freshwater Purification by Vacuum Airlift Column Using Methyl Isobutyl Carbinol and Casein

Allatchi Hassan Barkai*, Mahmoud El Hajem, Djimako Bongo, Jean-Yves Champagne

Laboratoire de Mécanique des Fluides et d'Acoustique, UMR 5509, CNRS/Université de Lyon/Ecole Centrale de Lyon/Université Lyon 1/INSA Lyon, Villeurbanne, France

Email: *allatchi.hassan-barkai@insa-lyon.fr, mahmoud.elhajem@insa-lyon.fr, djimako.b5@gmail.com, jean-yves.champagne@insa-lyon.fr

How to cite this paper: Barkai, A.H., El Hajem, M., Bongo, D. and Champagne, J.-Y. (2019) Freshwater Purification by Vacuum Airlift Column Using Methyl Isobutyl Carbinol and Casein. *Open Journal of Applied Sciences*, 9, 230-239.
<https://doi.org/10.4236/ojapps.2019.94019>

Received: February 28, 2019

Accepted: April 20, 2019

Published: April 23, 2019

Copyright © 2019 by author(s) and Scientific Research Publishing Inc. This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

Abstract

Water purification by foaming in a bubble column is a major challenge for research. It leads to the development of innovative airlift column operated under depression. Sea water clarification by bubble column is well documented, but for freshwater remains insufficiently studied. Extraction of suspended clay particles in freshwater is carried out in an airlift column. The system used is under depression and operates in a closed circuit, thanks to a recirculation tank. Methyl isobutyl carbinol (MIBC) and soluble casein are used as surfactants to allow extraction. Clay used is fine and ultra-ventilated and a turbidimeter is used to measure turbidity. This study showed that the combined use of methyl isobutyl carbinol and casein in the airlift column makes it possible to completely clarify water loaded with clay particles. A turbidity of less than 1 NTU is obtained after 30 minutes of extraction.

Keywords

Vacuum Airlift Column, MIBC, Casein, Turbidity, Clay, Surfactant

1. Introduction

Suspended solid particles extraction in a liquid by the air flotation technique dispersed through airlift columns is a very promising water treatment technique. Several studies have highlighted the exceptional abilities of this technique [1]-[7]. Dispersed air flotation technique has been successfully applied in several processes including fish farming water treatment [8] [9] [10] [11]; extraction of bacteria and viruses [3] [5] [10] [12]; Microalgae and pest extraction [13] [14]

[15]; removal of dissolved protein [16]. Lockwood *et al.*, [17] note that solid-liquid separation by foaming requires finding substances of interest to have surface activity to form a stable foam.

Analysis of foams formed in polluted fish farming waters revealed that organic proteins present in these waters, play a leading role in the concentration of suspended solid particle [18] [19]. In contrast to surfactants with simple molecular structure, the protein consists of a polypeptide chain with 20 types of amino acids and surface activity.

The first studies of solid-liquid separations focused on the foaming extraction of dissolved proteins using airlift columns. The principle is to generate a foam through an air bubbling mechanism in a protein solution [1] [2]. Subsequently, with the aim of improving the process of intensive fish farming in aquaculture, bubble column recirculation systems have been studied and put in place to purify and/or enrich the water with oxygen [20] [21]. Suzuki *et al.*, [20] used airlift column technology to remove colloidal substances generated by fish mucus in an aquaculture farm. This ability of bubble columns to separate solid particles from a liquid fluid has also been demonstrated by Park *et al.*, [22]. These studies led to the development of an air-lift column equipped for foam separation and diversified their fields of application.

As solid particles in suspensions are hydrophilic, it's accepted that protein surfactants as well as polysaccharides which are at the origin of foam formation, transform the hydrophilic interface of these particles into a hydrophobic interface. As a result of this interface transformation, hydrophobic-interface particles become adsorbent to the air bubble interface and thus allow their separation by foaming [5].

For sea water clarification, the process does not require the use of surface-active substances, but for the clarification of freshwaters, it is essential to use surface-active products in order to ensure solid-liquid separation by airlift. Vacuum airlift column is an innovation of the Laboratory of Fluid Mechanics and Acoustics of the INSA-Lyon and of the French Research Institute for the Exploitation of the Sea (IFREMER). The vacuum airlift technique has the advantage of being simple and economical.

Barrut *et al.* [11] evaluated the effectiveness of solid-liquid separation by air lift under depression. Their work focused on the extraction of polluting particles in a recirculated aquaculture system. They have demonstrated experimentally that in fresh water, the operation of the air-lift under vacuum is impaired by the impossibility of generating fine bubbles and foam in the column. In the absence of saline water, only the addition of surfactants makes it possible to obtain a good extraction efficiency by airlift.

Thus, in the context of this study, two surfactant substances are combined to ensure the clarification of water loaded with fine ultra-ventilated clay particles suspended in ordinary water. The first one is soluble casein, a molecule extracted from milk, which was tested in the framework of the solid-liquid separation by

bubble column by Suzuki and Maryuama [6] as well as Suzuki *et al.*, [5]. The second surfactant used is methyl isobutyl carbinol, it's an alcohol mainly used in the additive synthesis for lubricant and flotation agent in mines.

The study we present in this paper aims to highlight the capabilities of a vacuum bubble column to be able to ensure the function of solid-liquid separation in fresh water using surfactants. To our knowledge, there are no other studies on the capabilities of a vacuum bubble column to provide the foaming-frothing function in freshwater. This study aims to fill this gap.

2. Methods and Materials

2.1. Vacuum Airlift Column

The experimental device is shown in **Figure 1**. This device consists of a vacuum airlift column, a vacuum pump, a bubble injection system and several measuring devices for the study of diphasic flows. This is airlift column model is transparent, made of plexiglass and connected to a recirculation basin called raceway, also transparent. The column height is set to 3 m, at its top, it is equipped with an extraction system for the foam, equipped with a valve for collecting the entire extracted phase.

The different components for the airlift are:

- Two concentric vertical tubes equipped with pressure taps.
- A column base consisting of a square bottom containing the bubble diffusers and connected to the raceway via two PVC pipes.
- A column cone shaped head for retrieving the formed foam enriched with solid particles.
- A plexiglass crop tray connected to the cone by a flexible pipe.

The recirculation raceway is made of transparent PVC. The liquid effluent is first spilled into this raceway before it passes through the column. The tank has a 104 liters capacity and is connected to the base of the vacuum column by two 50 mm PVC pipe. The inlet pipe to the column is connected to the inner tube of the airlift column and the return pipe to the tank is connected to the outer tube of the airlift. A BUSH brand vacuum pump connected to the column through the harvest tray allows putting the column under depression, to ensure the harvest of suspended particles as part of the solid-liquid separation.

2.2. Instrumentation

The measurement instrumentation consists of an ultrasonic flow meter mounted on the pipes connecting the raceway to the base of the column; a mass flow meter and a monometer for pressurized air measurements upstream of the column.

The air injection system consists of fine circuit and fine ceramic bubble diffusers. For air injection experiments in the column, the diffusers are connected to the laboratory compressed air supply. This compressed air passes through an oiling filter to get rid of its oil. In the process of evaluating the solid-liquid separation of the depression column, the experimental device consists of an air column under vacuum, thus measuring instruments specific to the separation function:

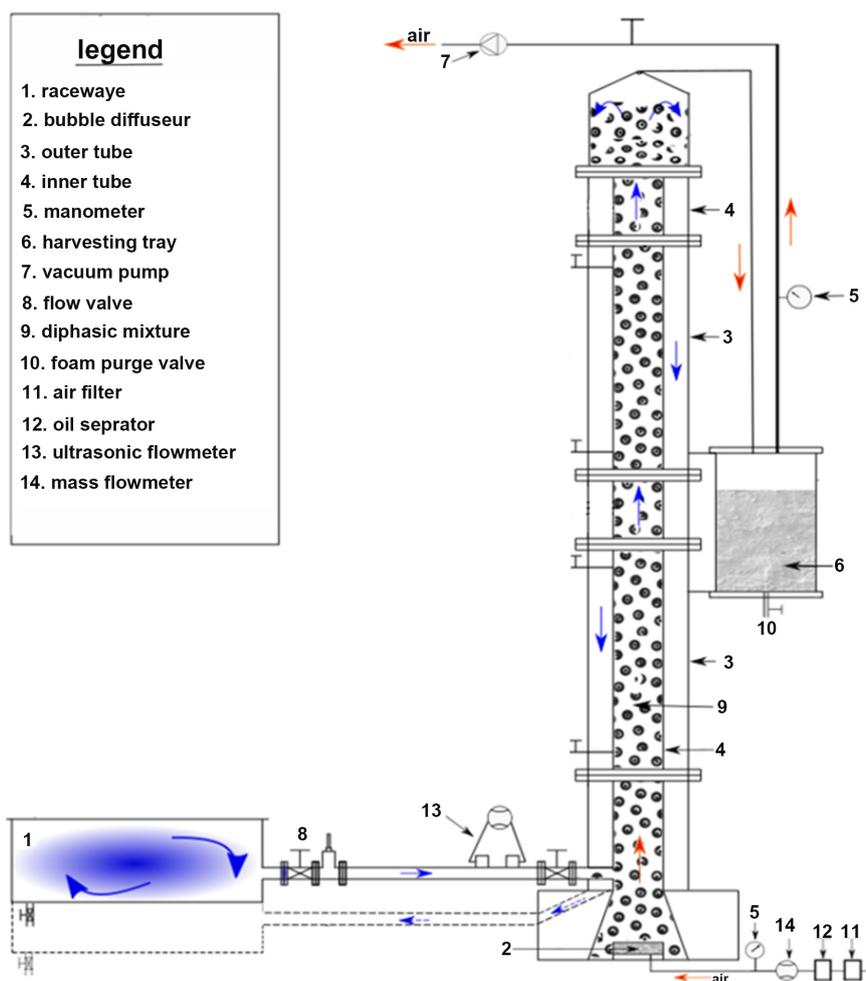


Figure 1. Experimental setup.

- One turbidity meter;
- A scale for measuring the mass of clay and casein;
- A blood pressure meter for measuring the surface tension of the liquid;
- A heated electrical stirrer for the preparation of the casein solution.

A turbidity meter is used to measure turbidity. The device used is PCE-TUM 20 characterized by an optical structure allowing it to read low values of turbidities (0.00 NTU) as well as high values up to 1000 NTU. The unit of measurement adopted is the nephelometric turbidity unit (NTU). The calibration of the apparatus is carried out with two standard solutions supplied with the apparatus, including a standard solution of 0 NTU and a standard solution of 100 NTU.

2.3. Surfactants

In this experimental study, two surfactants are used to ensure the solid-liquid separation function of the airlift under depression. The first one is 4-Methyl-2-pentanol ($C_6H_{14}O$), methyl isobutyl carbinol (MIBC), it is an organic anionic surfactant and an alcohol used in the synthesis of corrosive additives for

lubricants, paint or fine chemistry with a molar mass of $102.174 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ and density is $0.8075 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$. At ambient temperature, it is a low viscosity, colorless and irritating liquid. Its toxicity level is $2.6 \text{ g}\cdot\text{kg}^{-1}$ for rats and $359 \text{ mg}\cdot\text{l}^{-1}$ for fish. It should be noted that MIBC is very biodegradable, it decomposes to 94% in 20 days in the open air.

The second surfactant is casein, a natural protein extracted from milk. Proteins have characteristic functional properties regardless of their origin, plant (wheat, soy) or animal (milk). Casein derivatives are used as emulsifiers and foaming agents in many food systems. Its toxicity is very low, it is toxic beyond $1.10^3 \text{ g}\cdot\text{kg}^{-1}$ for rats. An emulsifier normally acts as a surface active agent and allows the miscibility of two dissimilar liquids. Their emulsifying action is the result of a simultaneous presence in the molecule, of groups that attract oil (hydrophobic groups) and groups that attract water (hydrophilic groups). Their actions as emulsifying and stabilizing agents of emulsions are manifested by the reduction of surface tension due to the adsorption of emulsifiers to the water/oil interface and by extending their hydrophilic and hydrophobic fractions in the aqueous or oil/air phases, respectively. This action is all the more important since the molecule is linear and has a high adsorption value. A high concentration of emulsifying agent is required to form a viscous layer that allows for good stabilization of emulsions, stabilization of dispersions by decreasing the total free surface energy that limits coalescence and flocculation.

Once dissolved in the liquid phase, the proteins will gather at the gas-liquid interface, forming a mesh that will help stabilize the foam. In addition, the bubbles will begin to adopt a polyhedral shape, creating a flat strip at the intersection that will serve as a drainage channel. If the slats are broken the bubbles will coalesce and the suspended solids will gather at the interface of the new formed bubble.

2.4. Experimental Protocol

Extraction of clay particles in suspension is carried out with a mixture of fresh water and ultra-ventilated green clay with $20 \mu\text{m}$ particles. The procedure of the solid-liquid separation process is made in four steps presented below.

In order to quantify the effect of these substances on liquid properties, surface tension measurements of the aqueous solution were carried out using the Kibron tensiometer. The results obtained are summarized in **Table 1**. It is found that the addition of MIBC or casein causes a decrease in the surface tension of the solution. In return the simultaneous presence of both surfactants reduces the surface tension but the reduction is less than the one caused by each product acting separately.

- Step 1: 104 liters of water are introduced into the experimental device added with 9.6 g of green clay. The mixture is initially stirred manually and thereafter, the column is started to ensure the homogenization of the clay with all the water contained in the base of the column and the raceway during five minutes with an air flow of $20 \text{ l}\cdot\text{min}^{-1}$;

Table 1. Surface tension measured by Kibron model tensiometer.

Solution	Surface tension
Water	72.20
Casein	50.40
MIBC	56.20
Casein + MIBC	63

- Step 2: The next step is the preparation of the surfactant solutions and their addition to the effluent to be treated. For each additive, several concentrations have been tested in order to determine their impact on the separation function. For each one, the casein powder is dissolved and stirred in hot water and then poured into the raceway. The fluid contained in the column is homogenized by rising the water in the column put under depression using the vacuum pump. Once the column is brought back to the atmospheric pressure, the water of the column and the raceway mix. The repetition of this operation allows a better homogenization of the solution.

For MIBC, supplied in liquid form, the desired dose is introduced directly into the water. The mixing is done exactly as in the case of casein.

- Step 3: The next step is to take a first sample of the mixture to measure its initial turbidity which indicates the amount of solid matter in suspension. The turbidimeter is previously calibrated with buffer solutions.
- Step 4: This step consists in starting the process of solid-liquid separation by frothing-foaming. To do this, the vacuum pump is operated to raise the liquid level to the top of the airlift. Then the compressed air is injected into the column through the mass flow meter and the ceramic diffusers placed at the bottom of the column. Since the air flow is fixed, the valve of the vacuum pump is adjusted to maintain the level of the two-phase mixture at 20 cm above the inner tube.

3. Results and Discussion

MIBC is first tested as a surfactant in the process of extracting suspended clay particles. The experiment with several concentration of added MIBC was not satisfactory from the point of view of suspended particles separation. Foaming with MIBC is not very important and the harvest is very dilute and is not enriched with suspended particles. Even after two hours of column operation, a good separation efficiency could not be achieved. On the other hand, a reduction in the size and coalescence of bubbles is significantly observed.

Given these findings, it was decided to operate the column with a mixture of casein and MIBC. This combination MIBC + casein was made with an optimal dose of casein for extraction: $0.014 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$. Experiments are conducted for two air flow rates: 15 and $20 \text{ l}\cdot\text{min}^{-1}$. For each one, two doses of MIBC were tested: 0.005 and $0.003 \text{ ml}\cdot\text{l}^{-1}$. The results of the tests are shown in **Figure 2** and **Figure 4**.

We note that for all the tests, the separation exceeds the 97% with however better results in the presence of 0.005 ml·l⁻¹ of MIBC for which turbidity is less than 1 NTU, the separation reaches 99% in 30 minutes (Figure 3 and Figure 4). This means that for the four combinations, the residual particles concentration is below the World Health Organization’s water potability standard, which sets turbidity at 2 NTU for drinking water.

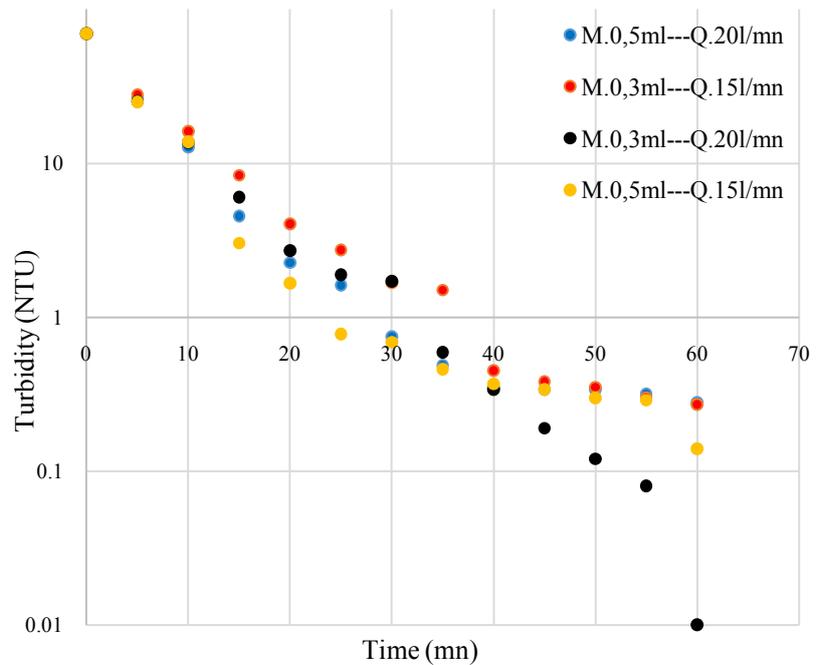


Figure 2. Clay particles extraction with MIBC + casein (0.014 g·l⁻¹).

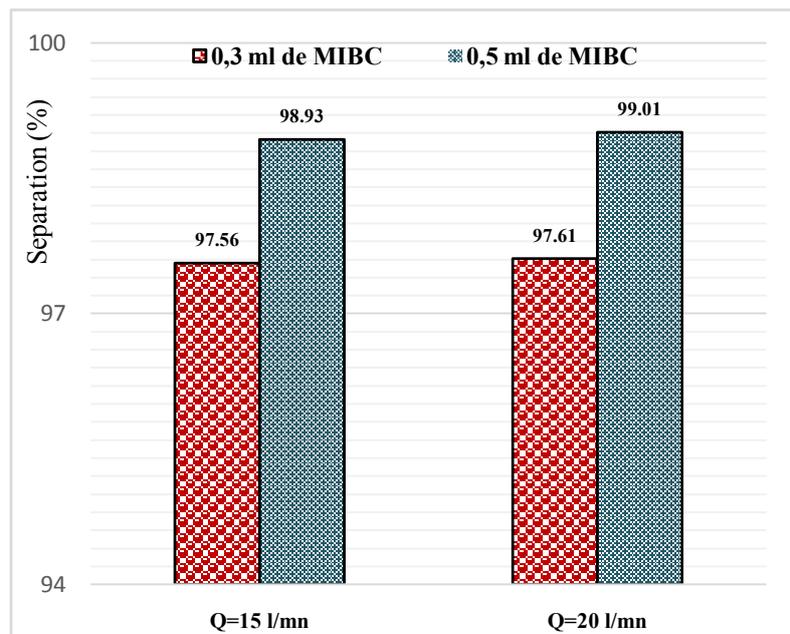


Figure 3. Efficiency of MIBC separation from clay particles (0.014 g·l⁻¹ casein).

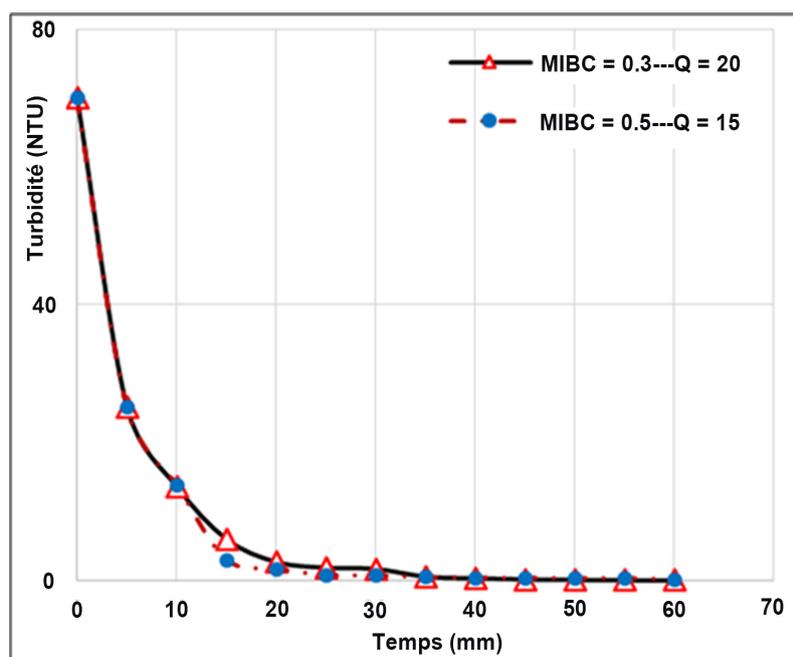


Figure 4. Efficacy of clay particles extraction by combined MIBC and casein.

During the first ten minutes of extraction (**Figure 2**), the combinations have almost the same efficiency. From the 10th minute onwards, a gap is observed and after thirty minutes of extraction, the two combinations with the MIBC at 0.5 ml clarify the water with a final turbidity of less than 1 NTU. At thirty-five minutes, a third combination joins the previous two with the same extraction efficiency.

4. Conclusions

Soluble casein and MIBC used as surfactants in the dispersed air flotation foaming process gave excellent solid-liquid separation efficiency. This study has demonstrated the enormous potential of vacuum airlift column to ensure solid-liquid separation of suspended particles in fresh water. Reduction of turbidity is greater than 99%. The results clearly show that the vacuum airlift column can completely clarify the water charged with suspended clay particles after 30 minutes in the case of the actual column prototype.

For future studies on the vacuum airlift column, it would be important to evaluate the liquid-liquid separation capabilities of this bubble column. Also, further study of the concentration of solid particles in the foam could provide a better understanding of the foaming process and further improve the extraction device.

Finally, as the surfactants are accessible at low cost, in large quantities and are especially weakly toxic, the vacuum airlift column system may well be deployed in rural areas where people have difficulty in accessing drinking water and are often forced to consume water contaminated with suspended particles.

Conflicts of Interest

The authors declare no conflicts of interest regarding the publication of this paper.

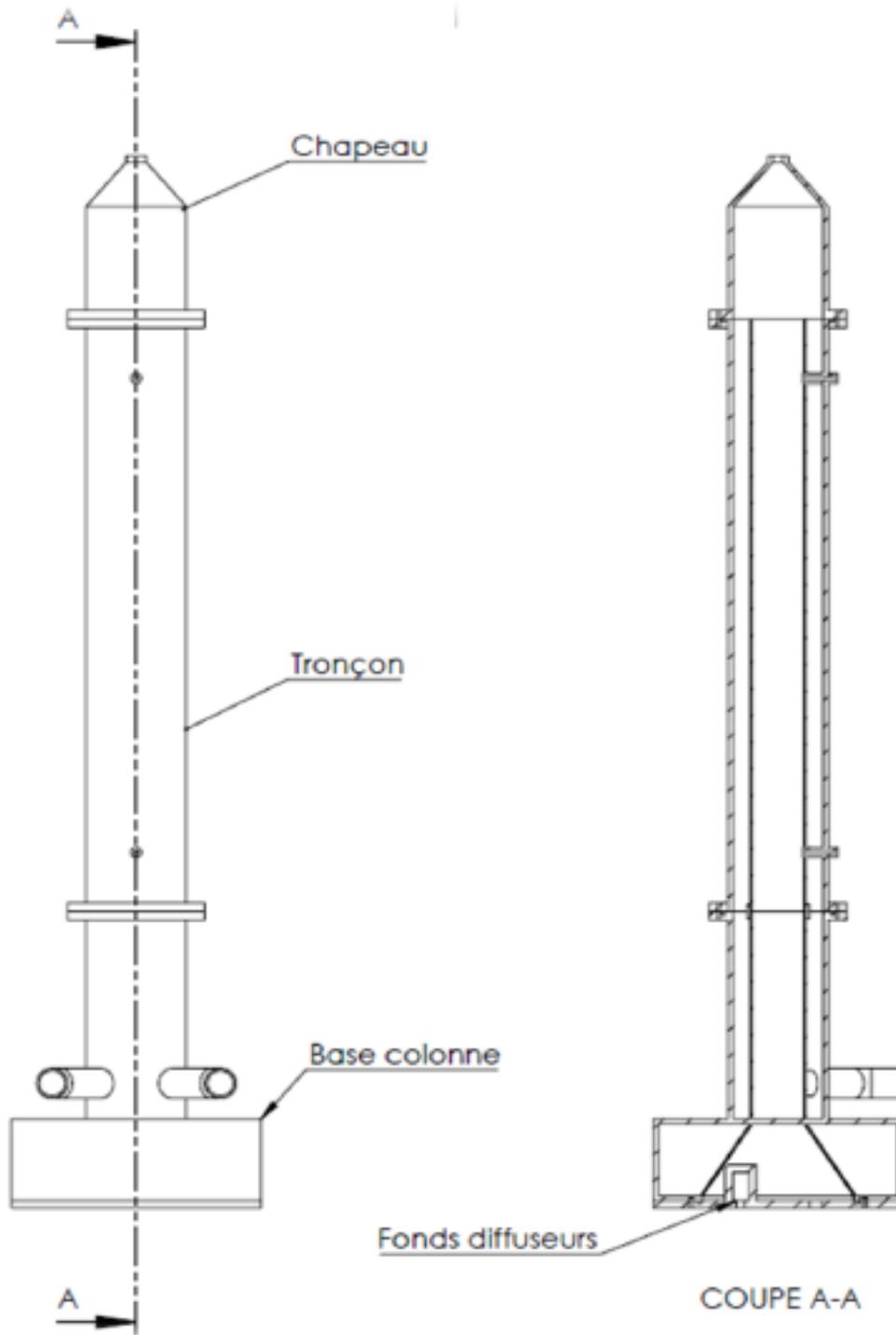
References

- [1] Schütz, F. (1937) Adsorption on Foam. *Nature*, **139**, 629-630. <https://doi.org/10.1038/139629a0>
- [2] Schnepf, R.W. and Garden, E.L. (1959) Foam Fractionation of Proteins: Concentrations of Bovine Serum Albumin. *Journal of Biochemical and Microbiological Technology and Engineering*, **1**, 1-11. <https://doi.org/10.1002/jbmte.390010102>
- [3] Timmons, M.B. (1994) Use of Foam Fractionation in Aquaculture. In: Timmons, M.B. and Losordo, T.M., Eds., *Aquaculture Water Reuse System: Engineering Design and Management*, Elsevier, Amsterdam, 247-279.
- [4] Suzuki, Y. and Maruyama, T. (2002) Removal of Suspended Solids by Coagulation and Foam Separation Using Surface-Active Protein. *Water Research*, **36**, 2195-2204. [https://doi.org/10.1016/S0043-1354\(01\)00439-0](https://doi.org/10.1016/S0043-1354(01)00439-0)
- [5] Suzuki, Y., Hanagasaki, N., Furukawa, T. and Yoshida, T. (2008) Removal of Bacteria from Coastal Seawater by Foam Separation Using Dispersed Bubbles and Surface-Active Substances. *Journal of BioScience and BioEngineering*, **105**, 383-388. <https://doi.org/10.1263/jbb.105.383>
- [6] Maruyama, H., Seki, H., Suzuki, A. and Inoue, N. (2007) Batch Foam Separation of a Soluble Protein. *Water Research*, **41**, 710-718. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2006.07.017>
- [7] Park, J., Kim, Y., Kim, P.-K. and Daniels, H.V. (2011) Effects of Two Different Ozone Doses on Seawater Recirculating Systems for Black Sea Bream *Acanthopagrus schlegeli* (Bleeker): Removal of Solids and Bacteria by Foam Fractionation. *Aquacultural Engineering*, **44**, 19-24. <https://doi.org/10.1016/j.aquaeng.2010.11.001>
- [8] French, K., Guest, R.K., Finch, G.R. and Haas, C.N. (2000) Correlating Cryptosporidium Removal Using Dissolved Air Flotation in Water Treatment. *Water Research*, **34**, 4116-4119. [https://doi.org/10.1016/S0043-1354\(00\)00164-0](https://doi.org/10.1016/S0043-1354(00)00164-0)
- [9] Muniain-Mujikaa, I., Gironesa, R., Tofino-Quesadaa, G., Calvob, M. and Lucenaa, F. (2002) Depuration Dynamics of Viruses in Shellfish. *International Journal of Food Microbiology*, **77**, 125-133. [https://doi.org/10.1016/S0168-1605\(02\)00052-1](https://doi.org/10.1016/S0168-1605(02)00052-1)
- [10] Suantika, G., Dhert, P., Sweetman, E., O'Brien, E. and Sorgeloos, P. (2003) Technical and Economical Feasibility of a Rotifer Recirculation System. *Aquaculture*, **227**, 173-189. [https://doi.org/10.1016/S0044-8486\(03\)00502-7](https://doi.org/10.1016/S0044-8486(03)00502-7)
- [11] Bertrand, B., Blancheton, J.-P., Muller-Feuga, A., René, F., Narváez, C., Champagne, J.-Y. and Grasmick, A. (2013) Separation Efficiency of a Vacuum Gas Lift for Microalgae Harvesting. *Bioresource Technology*, **128**, 235-240. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2012.10.056>
- [12] Brambilla, F., Antonini, M., Ceccuzzi, P., Terova, G. and Saroglia, M. (2008) Foam Fractionation Efficiency in Particulate Matter and Heterotrophic Bacteria Removal from a Recirculating Seabass (*Dicentrarchus labrax*) System. *Aquacultural Engineering*, **39**, 37-42. <https://doi.org/10.1016/j.aquaeng.2008.05.004>
- [13] French, K., Guest, R.K., Finch, G.R. and Haas, C.N. (2000) Correlating Cryptosporidium Removal Using Dissolved Air Flotation in Water Treatment. *Water Research*, **34**, 4116-4119. [https://doi.org/10.1016/S0043-1354\(00\)00164-0](https://doi.org/10.1016/S0043-1354(00)00164-0)
- [14] Teixeira, M.R. and Rosa, M.J. (2006) Integration of Dissolved Gas Flotation and Nanofiltration for *M. aeruginosa* and Associated Microcystins Removal. *Water Research*, **40**, 3612-3620. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2006.06.006>
- [15] Teixeira, M.R., Sousa, V. and Rosa, M.J. (2010) Investigating Dissolved Air Flota-

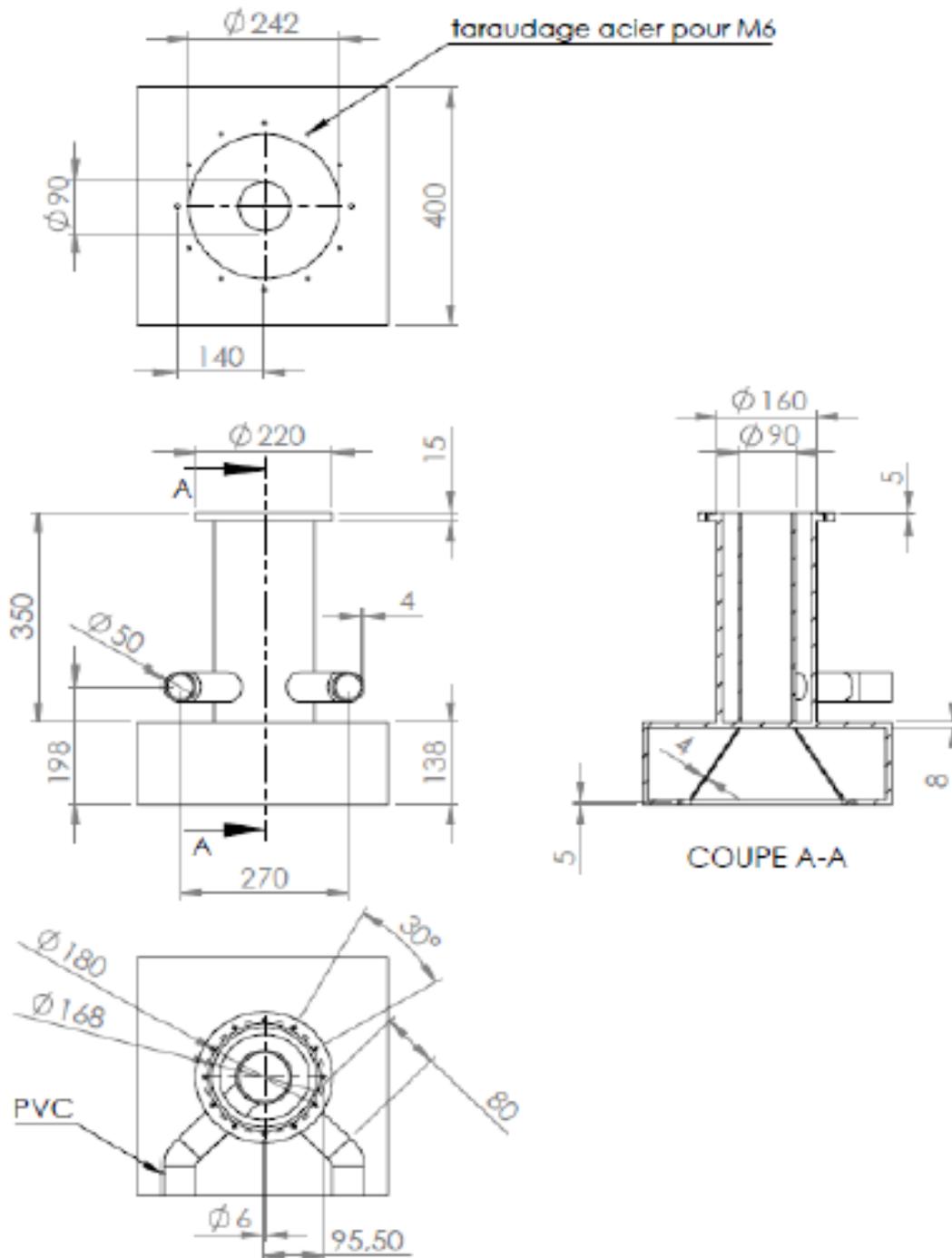
- tion Performance with Cyanobacterial Cells and Filaments. *Water Research*, **44**, 3337-3344. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2010.03.012>
- [16] Kumart, B.R. and Gandhi, K.S. (1997) Prediction of Separation Factor in Foam Separation of Proteins. *Chemical Engineering Science*, **52**, 4625-4636. [https://doi.org/10.1016/S0009-2509\(97\)00304-7](https://doi.org/10.1016/S0009-2509(97)00304-7)
- [17] Lockwood, C.E., Bummer, P.M. and Jay, M. (1997) Purification of Proteins Using Foam Fractionation. *Pharmaceutical Research*, **14**, 1511-1515. <https://doi.org/10.1023/A:1012109830424>
- [18] Maruyama, T., Okuzumi, M., Saheki, A. and Shimamura, S. (1991) The Purification Effect of the Foam Separating System in Living Fish Transportation and Preservation. *Nippon Suisan Gakkaishi*, **57**, 219-225. <https://doi.org/10.2331/suisan.57.219>
- [19] Chen, S., Timmons, M.B., Bisogni, J.J. and Aneshansley, D.J. (1993) Suspended-Solids Removal by Foam Fractionation. *Progressive Fish-Culturist*, **55**, 69-75. [https://doi.org/10.1577/1548-8640\(1993\)055<0069:SSRBFF>2.3.CO;2](https://doi.org/10.1577/1548-8640(1993)055<0069:SSRBFF>2.3.CO;2)
- [20] Suzuki, Y., Maruyama, T., Numata, H., Sato, H. and Asakawa, M. (2003) Performance of a Closed Recirculating System with Foam Separation, Nitrification and Denitrification Units for the Intensive Culture of Eel: Towards Zero Emission. *Aquacultural Engineering*, **29**, 165-182. <https://doi.org/10.1016/j.aquaeng.2003.08.001>
- [21] Blancheton, J.P., Piedrahita, R., Eding, E.H., Roque d'orbcastel, E., Lemarié, G., Bergheim, A. and Fivelstad, S. (2007) Intensification of Land Based Aquaculture Production in Single Pass and Reuse Systems. In: Bergheim, A., Ed., *Aquaculture Engineering and Environment*, Chapter 2, Research Signpost, Kerala, 21-47.
- [22] Park, J., Kim, Y., Kim, P.-K. and Daniels, H.V. (2010) Effects of Two Different Ozone Doses on Seawater Recirculating Systems for Black Sea Bream *Acanthopagrus schlegelii* (Bleeker): Removal of Solids and Bacteria by Foam Fractionation. *Aquacultural Engineering*, **44**, 19-24. <https://doi.org/10.1016/j.aquaeng.2010.11.001>

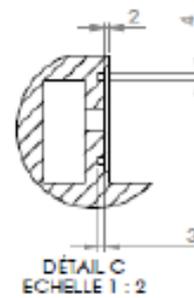
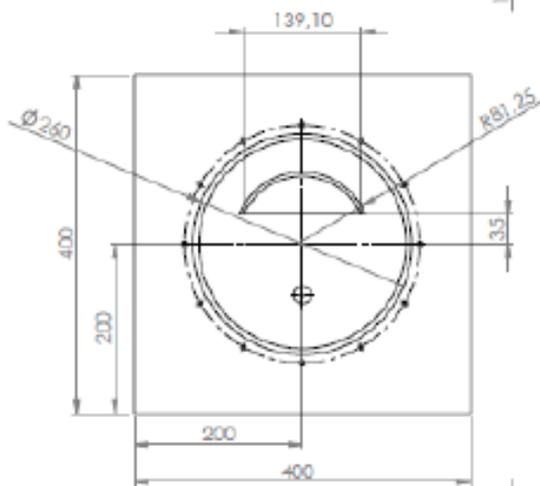
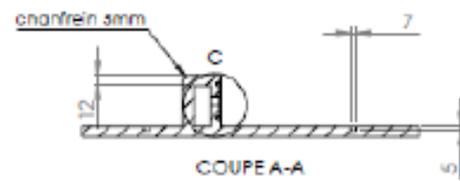
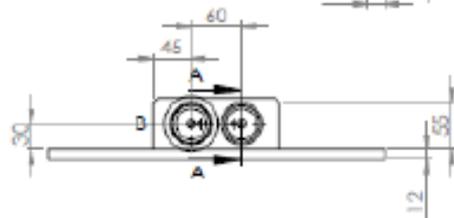
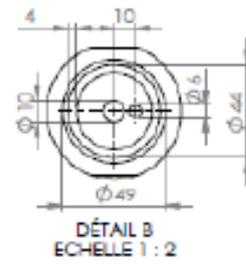
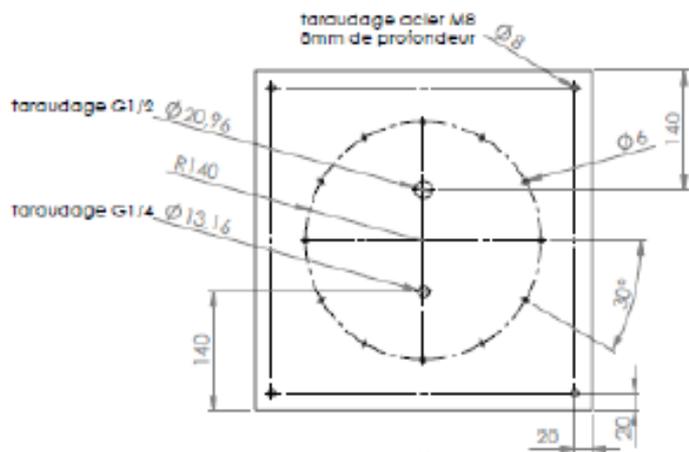
ANNEXE 3

Plan vertical d'une colonne maquette air-lift sous-dépression

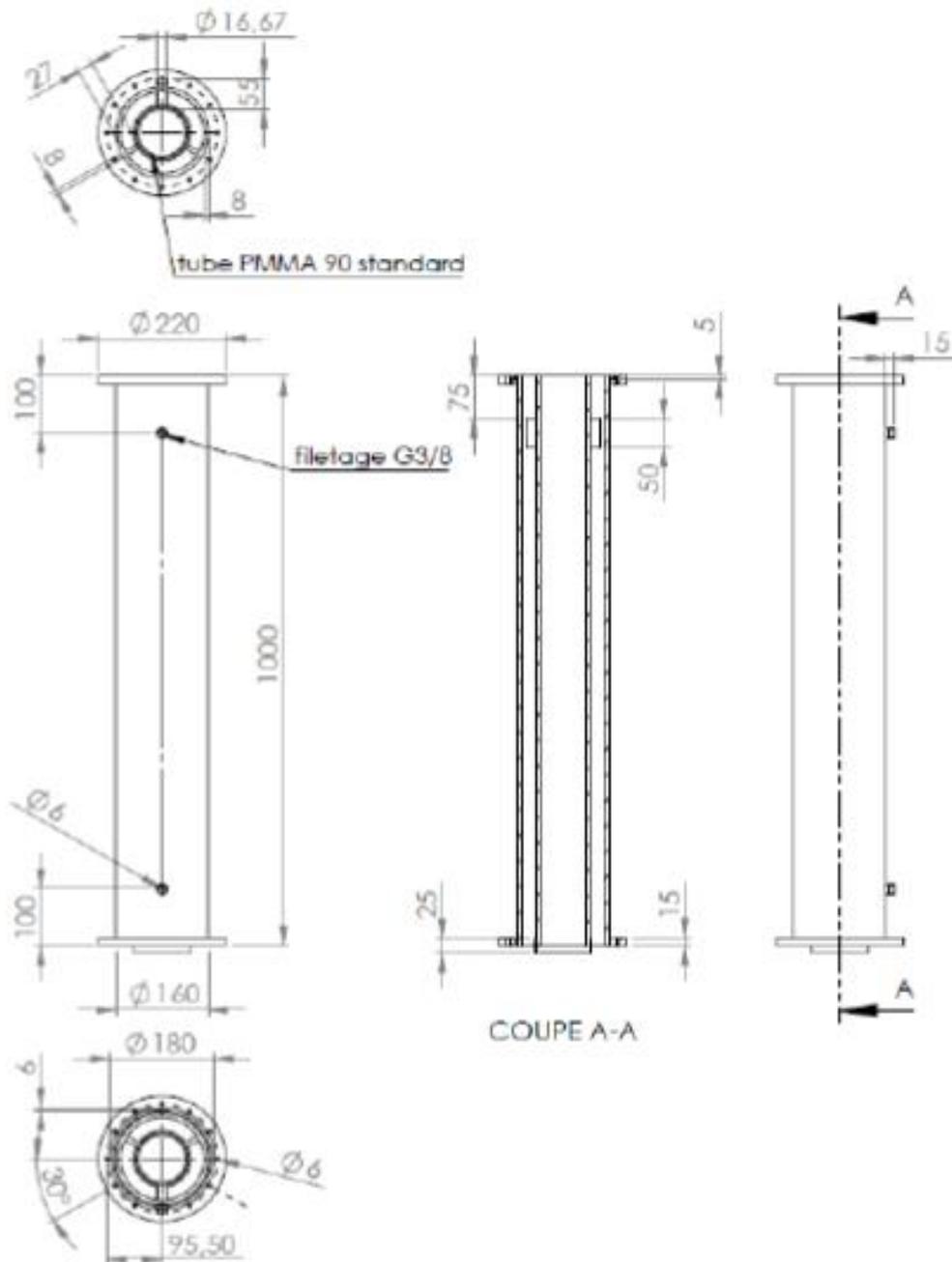


Plans de la base de colonne

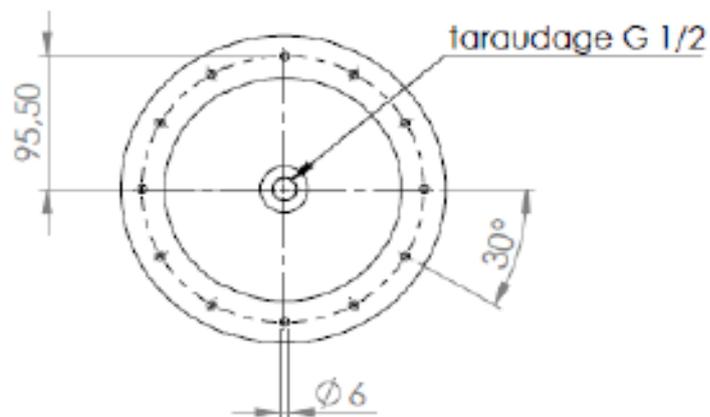
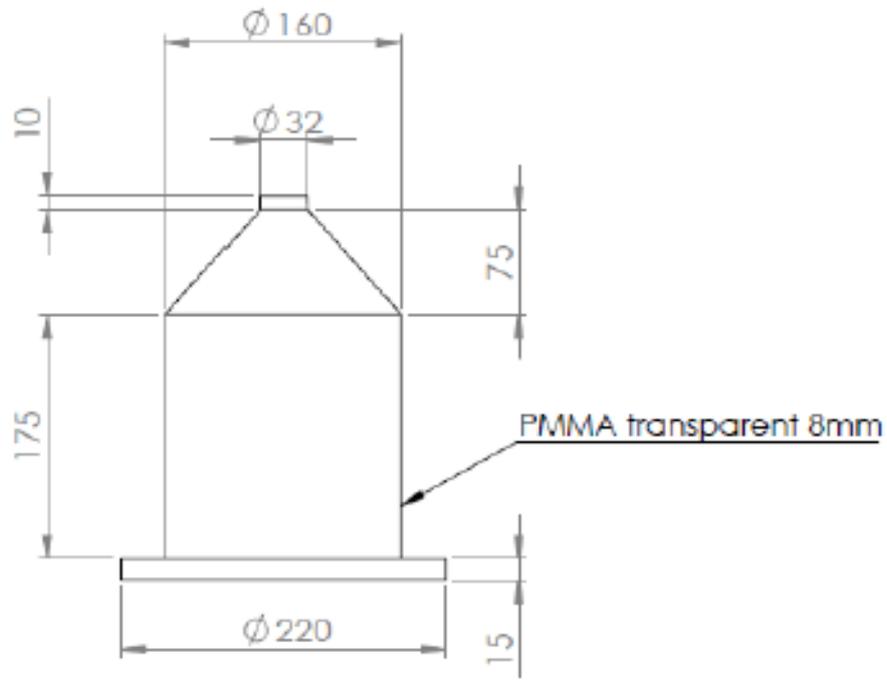




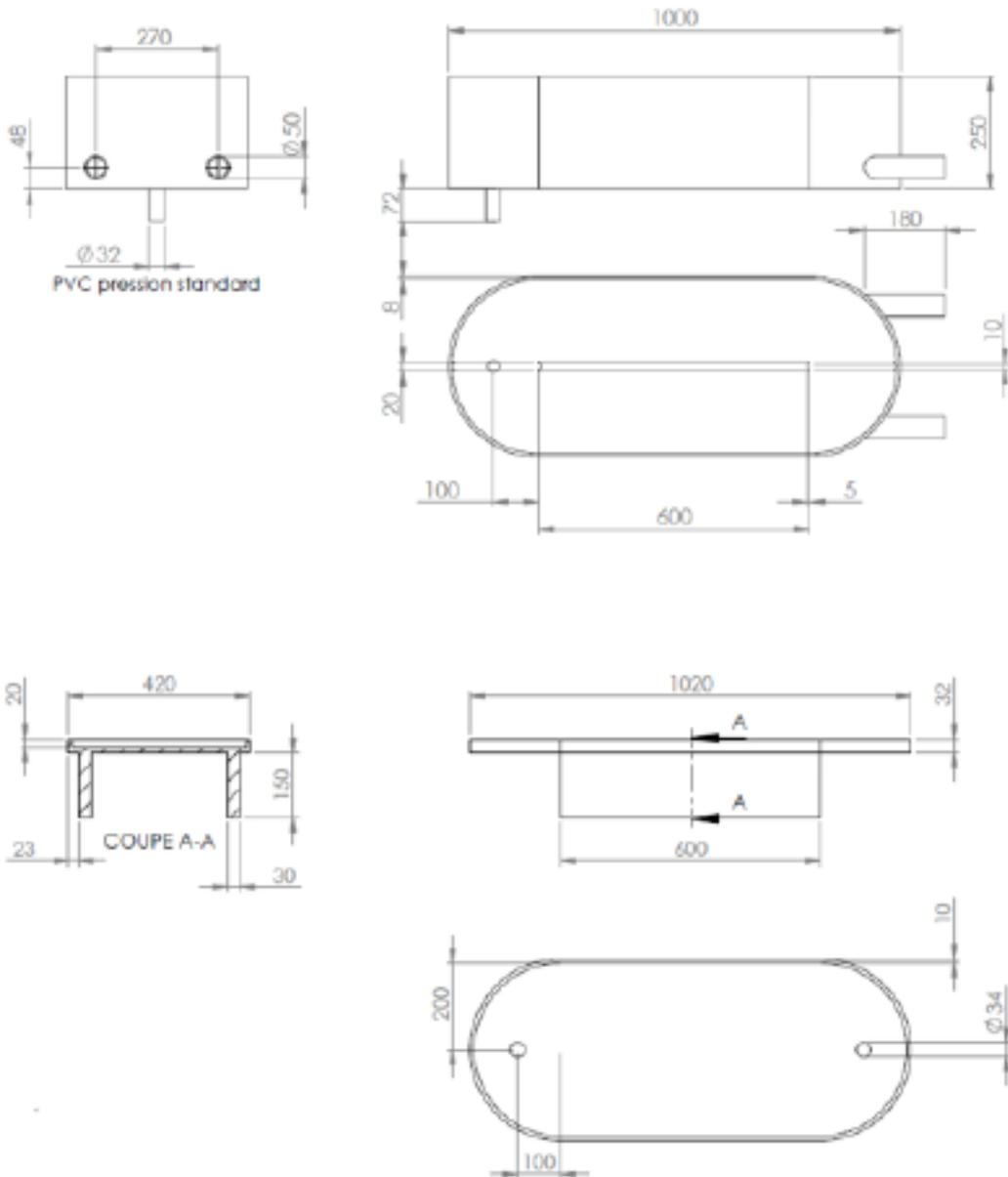
Plans d'un troncon/tube vertical de colonne



Plans de la tête de colonne « cône »



Plans du bassin de recirculation « raceway »





FOLIO ADMINISTRATIF

THESE DE L'UNIVERSITE DE LYON OPEREE AU SEIN DE L'INSA LYON

NOM : HASSAN BARKAI

DATE de SOUTENANCE : 09/06/2020

Prénoms : Allatchi

TITRE : Caractérisation d'un écoulement diphasique dans un airlift sous dépression. Application pour l'extraction des matières solides en suspension.

NATURE : Doctorat

Numéro d'ordre : 2020LYSEI038

Ecole doctorale : Mécanique Energétique Génie Civil et Acoustique (MEGA)

Spécialité : Mécanique des fluides

RESUME :

Les colonnes à bulles sont des contacteurs gaz-liquide très répandus en milieu industriel, notamment dans des applications de procédés chimiques, biologiques et minéralogiques. Dans la gamme de colonne à bulles disponible, l'airlift sous dépression est une innovation française présentant des caractéristiques très intéressantes pour le pompage hydraulique, le transfert de masse et la séparation des matières en suspension. Ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre du développement de cet airlift amélioré, très utilisés dans le milieu industriel. L'objectif de la thèse est la caractérisation hydrodynamique de la colonne airlift sous dépression et l'analyse de ses capacités à assurer la fonction de séparation solide-liquide pour des particules en suspension. Le travail est exclusivement expérimental et le dispositif expérimental est constitué d'une colonne à bulles verticale transparente en plexiglass soumise à une dépression en tête et connectée à un bassin de recirculation hydraulique. L'analyse hydrodynamique a été réalisée à l'aide de capteur de pression différentielle pour l'étude globale et à l'aide d'une double sonde optique pour une caractérisation locale. Les résultats obtenus ont permis d'étudier le régime d'écoulement pour les principaux paramètres : le taux de vide, la vitesse d'ascension et le diamètre des bulles. La Vélocimétrie par Images des Particules a été appliquée pour visualiser et analyser les structures d'écoulement dans le bassin de recirculation. Les capacités extractives de la colonne ont été étudiées en eau douce avec ajout de produits tensioactifs. La caséine soluble et le Methyl Iso Butyl Carbinol (MIBC) sont les deux tensioactifs qui ont donné les meilleurs résultats en termes de séparation solide-liquide des matières en suspension. Ce travail a contribué à la compréhension de l'hydrodynamique des airlift sous dépression et a permis de mettre en évidence les potentialités de cette colonne dans le processus de séparation solide-liquide. Le travail ouvre aussi la voie à la modélisation numérique de l'hydrodynamique de la colonne en s'appuyant sur les résultats expérimentaux.

MOTS-CLÉS : airlift, gazosiphon, sonde optique, taux de vide, caséine, MIBC, séparation solide-liquide

Laboratoire de recherche : Laboratoire de Mécanique des Fluides et d'Acoustique LMFA-INSA Lyon UMR CNRS 5509

Directeur de thèse: Jean-Yves CHAMPAGNE

Président de jury : Jean-Philippe STEYER

Composition du jury : Olivier BOIRON ; Jean-Philippe STEYER ; Cécile PLAIS ; Fleury GATIEN ; Jean-Yves CHAMPAGNE et Mahmoud EL HAJEM.

Invité du Jury :
Bertrand BARRUT

