



**THÈSE DE DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ PARIS 13
INSTITUT GALILÉE**

Mention Sciences de l'Ingénieur

Option Mécanique des Fluides

Présentée et soutenue publiquement par

Khaled OUALHA

Pour obtenir le titre de

Docteur de l'Université Paris 13

**Étude expérimentale et numérique de l'hydrodynamique
de l'écoulement dans un réacteur continu**

Directeur de thèse **Mounir BEN AMAR**

Soutenue le 13/12/2017

Devant le jury composé de :

Imad TAWFIQ	Professeur, SUPMECA Paris	Rapporteur
Ali ZAOUÏ	Professeur, Polytech'Lille1	Rapporteur
Khaled HASSOUNI	Professeur, Université Paris13	Examinateur
Christophe COLBEAU-JUSTIN	Professeur, Université Paris-Sud 11	Examinateur
Andrei KANAËV	Directeur de recherche CNRS	Co-directeur de thèse
Mounir BEN AMAR	MCF-HDR, Université Paris13	Directeur de thèse

Laboratoire des Sciences des Procédés et des Matériaux CNRS UPR 3407

Remerciements

Le travail faisant l'objet de ce mémoire a été réalisé au sein du Laboratoire des Sciences des Procédés et des Matériaux (LSPM). Je remercie sincèrement le Professeur Khaled HASSOUNI, directeur de cette unité, de m'avoir accueilli et d'avoir accepté de faire partie du jury de ma thèse.

Je tiens également à remercier les rapporteurs de cette thèse M. Imad TAWFIQ, Professeur à SUPMECA Paris, et M. Ali ZAOUI, Professeur à Polytech'Lille1, pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail. J'associe à ces remerciements M. Christophe COLBEAU-JUSTIN, Professeur de l'Ecole de Biologie Industrielle (EBI de Cergy), d'avoir accepté d'examiner mon travail.

J'aimerais remercier chaleureusement mon directeur de thèse, M. Mounir BEN AMAR et mon co-directeur M. Andrei KANAIEV, qui m'ont soutenu et guidé tout le long de ce travail de recherche. Leur large connaissance a éclairé mon chemin, et leur patience m'a permis de tenter et d'essayer des objectifs dans différentes directions. Merci pour vos conseils et votre soutien qui ont été très précieux tant au niveau académique qu'au niveau personnel, pour lequel je suis extrêmement reconnaissant.

Merci à tous les membres de LSPM. Surtout, je tiens à remercier tous les (ex) membres de notre équipe de recherche NINO, Khay CHHOR, Mamadou TRAORE, Rachid AMAMRA, Patrick PORTES, Sana LABIDI, Abdelkader RAHMANI, FANOU Didier, Khley CHENG et DIAZGOMEZ TREVINO Ana Paola. Je suis reconnaissant aussi à tous les techniciens et les secrétaires pour leur disponibilité.

A toute ma famille, et plus particulièrement à mes parents Ridha et Maimouna et ma femme Rim, j'adresse ma profonde reconnaissance pour le soutien qu'ils m'ont apporté en toute circonstance. Qu'ils trouvent dans ce travail le témoignage de mon affection.

Sommaire

INTRODUCTION.....	9
CHAPITRE I. ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE	12
I.1 Synthèse des travaux expérimentaux et numériques sur les réacteurs à micromélange rapide avec T-mélange.....	12
I.2.1. Synthèse des travaux numériques sur les réacteurs à micromélange rapide avec T-mélange	12
I.2.2. Synthèse des travaux expérimentaux sur les réacteurs à micromélange rapide avec T-mélange	15
I.1 État de l'art de la méthode sol-gel.....	16
I.2. Réacteur sol-gel.....	18
I.2.1. Synthèse des travaux expérimentaux sur l'utilisation du Réacteur sol-gel.....	20
I.2.2. Synthèse des travaux numériques sur l'utilisation du Réacteur sol-gel.....	26
I.3. Phénomène de cavitation	28
I.3.1. Théorie de la cavitation.....	29
I.3.2. Mécanisme de création de la cavitation	30
I.3.2.1 Traction	31
I.3.2.2 Hydrodynamique.....	31
I.3.2.3 Centrifugation	31
I.3.2.4 Isochore (méthode de Berthelot).....	32
I.3.2.5 Évaporation	32
I.3.2.6 Ondes acoustiques.....	32
I.3.3. Application de la cavitation	32
I.3.3.1 Cavitation dans les applications maritimes	33
I.3.3.2 Autre application de la cavitation.....	34
I.3. Conclusion	35
CHAPITRE II. MÉTHODES DE VISUALISATIONS DES ÉCOULEMENTS TURBULENTS	36

II.1 Laser Doppler anemometry (LDA).....	36
II.2 Phase Doppler Anemometry (PDA)	37
II.3 Diffusion Raman.....	39
II.4 Particle Image Velocimetry (PIV)	40
II.5 Static and Dynamic Light Scattering Light Scattering (SLS/DLS)	41
II.6 Conclusion	47
CHAPITRE III. LA MÉCANIQUE DES FLUIDES NUMÉRIQUE (CFD).....	48
III.1 Introduction à la CFD.....	48
III.2 Les équations de Navier-stokes	49
III.3 Les modèles de turbulence	51
III.3.1 Modèle de turbulence (k-ε).....	52
III.4 Écoulements multiphasiques	53
III.4.1 Modèle Eulérien-Eulérien	54
III.5 Modèle de cavitation	55
III.6 Population Balance Model (PBM)	58
III.6.1 Méthode des classes	59
III.6.2 Méthode des moments.....	60
III.6.3 Méthode de quadrature des moments	60
III.7 Méthode de discrétisation.....	61
III.7.1 Discrétisation du domaine (maillage).....	61
III.7.2 Méthodes de discrétisation des équations.....	62
III.7.2.1 Méthode des Différences Finis (DF)	62
III.7.2.2 Méthode des Volumes Finis (VF)	63
III.7.2.3 Méthode des éléments finis (EF).....	63
III.8 Conclusion.....	63
CHAPITRE IV. Micromélange et hydrodynamique de l'écoulement dans le T-mélange	64
IV.1 Vérification de la condition de Damköhler et validation du modèle numérique.	64
IV.1.1 Mesure expérimentale de Z_i (Z_{iexp})	64

IV.1.1.1 Dispositif expérimental	64
IV.1.1.2 Méthode et préparation expérimentales	65
IV.1.1.3 Résultats expérimentaux	67
IV.1.1.4 Conclusion.....	67
IV.1.2 Validation du modèle numérique	68
IV.1.2.1 Géométrie et maillage	68
IV.1.2.2 Modèle et configuration numérique	70
IV.1.2.3 Résultats numérique	70
IV.1.3 Optimisation du T-mélange.....	72
IV.1.4 Conclusion.....	77
CHAPITRE V. Phénomène de Cavitation dans le T-mélange.....	78
V.1. Identification expérimentale du phénomène physique	79
V.1.1 Etude expérimentale du phénomène de cavitation dans le T-mélange.....	80
V.1.1.1 Dispositif expérimental.....	80
V.1.1.2 Mesure SLS	81
V.1.2 Validation numérique de la mise en évidence du phénomène de cavitation dans le T- mélange	83
V.1.3 Conclusion.....	87
V.2 Caractérisation des bulles de cavitation et de leur évolution dans le T-mélange	87
V.2.1 Étude expérimentale de l'évolution des bulles de cavitation dans le T-mélange.....	88
V.2.1.1 Résultats des mesures SLS et validation numérique de la trajectoire de l'écoulement dans le T-mélange	88
V.2.1.2 Mesures DLS et évolution du rayon des bulles dans le T-mélange.....	90
V.2.2 Simulation numérique de la cavitation et évolution du nombre des bulles dans le T-mélange	99
V.2.3 Conclusion.....	103
CHAPITRE VI. CONCLUSION ET PERSPECTIVES	105
Conclusion Générale	105
Perspectives de ce travail	106

Production scientifique.....	108
Références	110

INTRODUCTION

Les études sur la nanotechnologie et les nanosciences ont augmenté considérablement au cours de la dernière décennie. Ces études participent au développement d'une large gamme de domaines de recherches et d'activités industrielles à l'échelle nanométrique ($1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$) : environnementales (traitement des effluents gazeux), énergétiques (synthèse de biodiesel), biomédicales (Antibactérien), les matériaux avancés, l'électronique, le magnétisme, les produits pharmaceutiques, les produits cosmétiques...

Les nanoparticules présentent des propriétés physiques (agrégation des particules, conductivités électriques et thermiques) et des propriétés chimiques (activité catalytique) uniques et ont donc beaucoup intéressés les scientifiques et les chercheurs dans différents domaines des sciences des matériaux. Ces propriétés dépendent principalement de la morphologie des nanoparticules (taille et forme).

L'élaboration des nanoparticules représente un enjeu très important pour des applications industrielles. En général, le diamètre des nanoparticules est inférieur à 100 nanomètres, contenant 20 à 15 000 atomes, et existent dans un domaine qui est à la limite entre les échelles quantiques et newtoniennes. Ces nanoparticules peuvent être fabriquées à partir de différents matériaux dans différentes formes (des sphères, des tiges, des fils et des tubes) en fonction de l'utilisation et de l'application.

Dans notre équipe, l'équipe Nanomatériaux INOrganiques (NINO), on travaille sur l'élaboration de nouveaux nanomatériaux fonctionnels à base de nanoparticules. Pour l'élaboration de ces nanoparticules il existe plusieurs méthodes parmi elles : la méthode sol-gel, pyrolyse par spray, procédé aérosol...

La méthode sol-gel est adoptée par notre équipe, elle est connue comme une méthode très diversifiée, qui permet d'élaborer de différents matériaux d'une grande pureté et homogénéité sous diverses formes (films, gels, poudres, monolithes...). En particulier, elle est utilisée pour la préparation des oxydes métalliques (TiO_2 , ZnO ,...etc.) sous formes de couches minces pour des applications en photocatalyse. Cette méthode nécessite l'utilisation d'un **réacteur à micromélange** rapide (réacteur sol-gel) capable de produire une **solution colloïdale active** car les propriétés des nanomatériaux élaborés dépendent des caractéristiques de la solution colloïdale issue du micromélangeur : **taille** et **monodispersité des nanoparticules**. Donc la

maîtrise de cette étape est **cruciale** en vue d'obtenir de **nouveaux nanomatériaux fonctionnels**.

Mon sujet de thèse consiste à étudier et à optimiser les conditions de fonctionnement du réacteur sol-gel continu. Cette étude combinera des mesures expérimentales (SLS-DLS) in-situ et des simulations numériques du **T-mélange qui est la partie centrale du Réacteur sol-gel**. Les mesures expérimentales SLS/DLS permettront de mettre en évidence et d'étudier le phénomène de cavitation identifié dans le T-mélange. Tandis que les simulations numériques (moyennant le logiciel de simulation CFD Fluent) permettront d'étudier l'hydrodynamique de l'écoulement dans T-mélange et l'influence des pressions et des vitesses sur le micro-mélange, et permettrons aussi la validation des résultats expérimentaux.

Pour présenter clairement les résultats et les aboutissements conclus lors de ce projet, cet ouvrage s'articulera suivant 5 chapitres :

Le premier chapitre présente une synthèse bibliographique concernant l'état de l'art de la méthode sol-gel, ainsi qu'une introduction générale du phénomène de cavitation, mis en évidence durant ces travaux de thèse, les mécanismes permettant sa création et leurs applications.

Le deuxième chapitre est consacré à la présentation des différentes techniques et méthodes pour la visualisation des écoulements turbulents dans le domaine de la mécanique des fluides. Cette partie permettra aussi de choisir la méthode appropriée pour caractériser la dynamique des bulles résultant du phénomène de cavitation dans le T-mélange.

Le troisième chapitre évoque les notions fondamentales de la mécanique des fluides numérique (CFD) "Computational Fluid Dynamics". Ce chapitre a pour objectif principal d'introduire au lecteur et de le familiariser avec les termes propres, les modèles, les équations et les méthodes de résolutions de la CFD qui seront utilisés tout au long de ce travail.

Le quatrième chapitre comporte l'étude hydrodynamique de l'écoulement dans le T-mélange, qui est la partie centrale du réacteur sol-gel. Les résultats expérimentaux (mesure SLS) et ceux numériques (Calcul de vitesse et de pression dans le T-mélange) seront présentés. Ces résultats ont permis de vérifier la condition de Damköhler afin d'obtenir un micromélange monodisperse, de valider les modèles numériques utilisés et d'optimiser l'angle α entre les deux bras d'entrées du T-mélange.

Le cinquième chapitre est consacré à l'étude du phénomène de cavitation dans le T-mélange. Cette étude combinera une approche expérimentale où le dispositif et les mesures SLS-DLS seront présentés, et une approche numérique où le modèle de cavitation et celui de distribution de taille de particules (PSD) seront introduits. Les résultats expérimentaux et numériques ont permis de mettre en évidence la présence du phénomène de cavitation dans le T-mélange, de caractériser les bulles issues de ce phénomène et d'optimiser les conditions limites d'obtention du micromélange.

Enfin, la conclusion générale de ce manuscrit apporte un récapitulatif global sur l'ensemble des résultats obtenus dans cette étude, et dégage les principales perspectives issues de cette thèse.

CHAPITRE I. ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1 Synthèse des travaux expérimentaux et numériques sur les réacteurs à micromélange rapide avec T-mélange

Le mélange efficace des fluides est essentiel dans de nombreuses applications, telles que les réactions chimiques et la production de nanoparticules. Pour permettre ce mélange efficace et avoir un micromélange parfait, plusieurs réacteurs peuvent être utilisés telles que les réacteurs avec T-mélange. Ces réacteurs ont fait l'objet de plusieurs études approfondies, mais on sait peu de choses sur la dynamique de mélange qui est plus complexe, en particulier dans le régime turbulent.

I.2.1. Synthèse des travaux numériques sur les réacteurs à micromélange rapide avec T-mélange

Cortes-Quiroz et al. [1] ont effectués des calculs numériques dans le but d'étudier et d'améliorer la qualité du mélange obtenue, dans la gamme de **bas Re** entre 50 et 700, moyennant un T-mélangeur (Fig. I.1). La hauteur (H) et la largeur (W) de la jambe de sortie du T-mélange ont été utilisées comme paramètres géométriques, ces paramètres ont été variés de manière indépendante pour tester des configurations géométriques différentes. Les configurations qui ont donné un indice de mélange le plus élevé ont été étudiées plus en détail. Les résultats ont montré qu'une augmentation rapide de l'indice de mélange a été obtenue dans l'intervalle Re de 50-150.

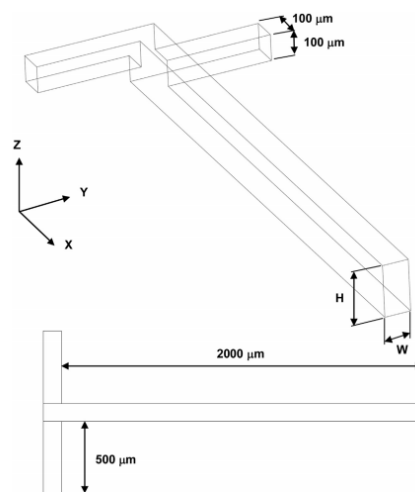


Fig. I.1. Vues isométriques et de dessus du T-mélange [1]

Gradl et al. [2] ont proposé deux approches pour étudier l'influence des modèles numériques de mélange sur la distribution de taille des particules PSD (Particles Size Distribution) dans un réacteur avec T-mélange. Le sulfate de baryum a été choisi comme matériau pour cette étude. Dans la première approche, ils ont combiné le modèle de micromélange lagrangien avec l'équation du bilan de population. Cette approche avait de bons résultats concernant le calcul de la taille moyenne des particules mais ne parvient pas à bien prédire leur forme ainsi que leur distribution de taille. Ceci est attribué à la négligence des fluctuations spatiales et temporelles dans ce modèle. Par conséquent, une deuxième approche a été adoptée basée sur la simulation numérique directe (DNS) couplée au modèle de population PBM (Population Balance Model) et à un modèle de micromélange dérivé. Cette approche a permis d'avoir une distribution de taille des particules complètes dans le T-mélange (Fig. I.2).

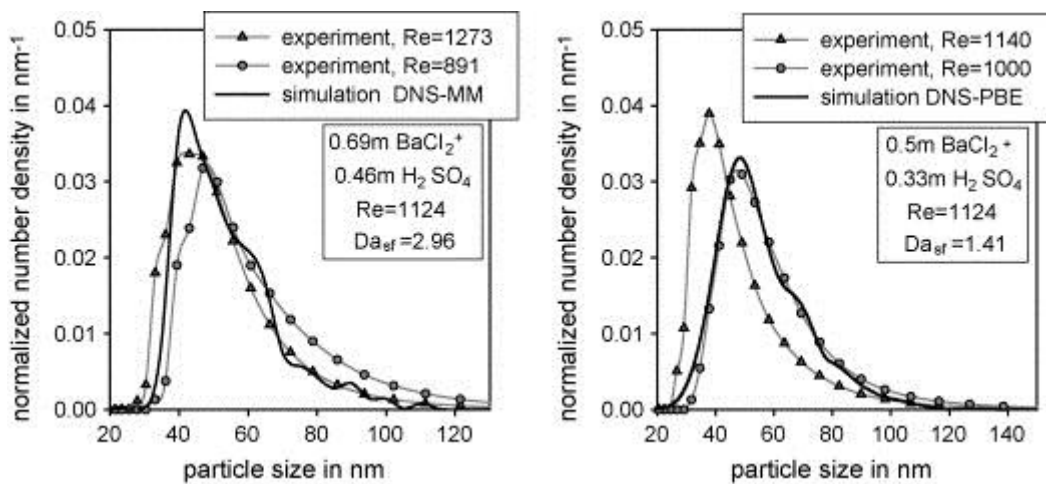


Fig. I.2. Comparaison des PSD expérimentales et calculées par la méthode combinée des moments DNS (à gauche) et du DNS-PBM (à droite). [2]

Schikarski et al. [3] se sont appuyés sur les travaux de Gradl et al. pour présenter une nouvelle méthode numérique permettant la simulation des mélanges bi-fluides dans un T-mélange (Fig. I.3). La dynamique de mélange spatiale et temporelle des écoulements eau-éthanol pour des nombres de Reynolds de 100 à 2000 a été étudiée. Cette étude a été effectuée moyennant la méthode de simulation numérique DNS (Direct Numerical Simulation). Les résultats de simulation ont montré que, Plus le nombre de Reynolds augmente, plus le flux devient chaotique et le mélange s'améliore. En atteignant les valeurs de $Re \approx 400$ et $Re \approx 500$ cette tendance s'inverse et l'efficacité du mélange diminue. Au fur et à mesure que Re augmente, les fluctuations deviennent plus importantes mais c'est seulement à $Re = 1100$ que le même degré de mélange que pour l'écoulement à $Re = 450$ est atteint. Cependant, il est important de noter que

le mélange à $Re = 1100$ est plus homogène dans l'espace qu'à $Re = 450$, car dans ce dernier cas, une quantité importante de fluides quittent le canal pratiquement sans être mélangé.

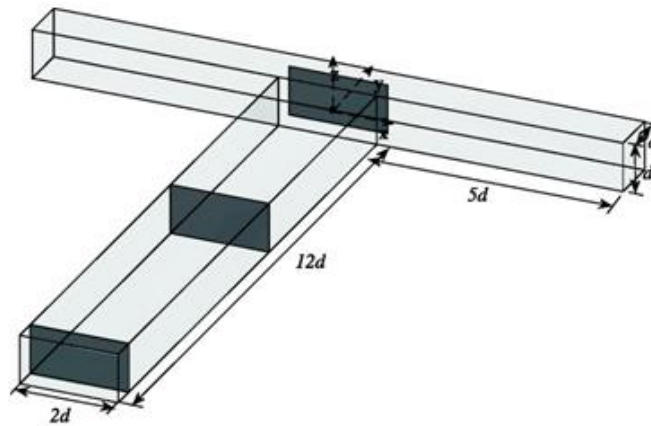


Fig. I.3. Géométrie du T-Mélange, [3]

Une équipe de l'institut national polytechnique de Lorraine s'est intéressée aussi à la conception d'un mélangeur en forme de T [4]. Pour cela, elle a modélisé deux formes de mélangeur comme le montre la Figure I.4 : un avec les deux bras d'entrées opposés et se situant au milieu de la jambe de sortie et l'autre avec les deux bras d'entrées décalés l'une par rapport à l'autre et tangent à la jambe de sortie afin de favoriser la création du vortex favorisant d'autant plus le micromélange.

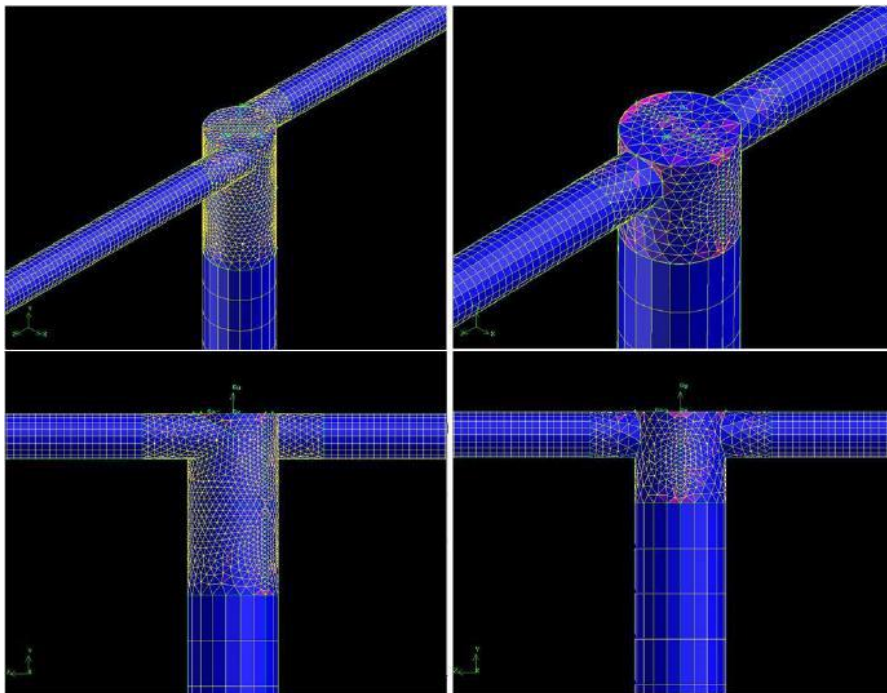


Fig. I.4 : maillage du T-mélangeur dans deux configurations : entrée opposée (droite), entrée décalée (gauche), [4]

Les résultats de simulations numériques des deux configurations de T-mélangeurs ont permis de déduire les informations sur les champs de pression et de vitesse. Les différents mécanismes de mélange pour les deux types de mélangeurs sont aussi observés. Le mélangeur en configuration décalée donne une perte de charge plus faible que celui en configuration opposée. Dans le cas du mélangeur en configuration opposée, plus le débit est grand, et plus la perte de vitesse est importante. Les résultats ont montré que le mélangeur en configuration décalée est plus performant que le mélangeur en configuration opposée. En effet, les tailles des nanoparticules obtenues sont plus faibles pour le mélangeur décalé qui est aussi le mélangeur le plus performant. Une étude numérique plus approfondit sera présentée dans chapitre III afin de comprendre ce phénomène.

I.2.2. Synthèse des travaux expérimentaux sur les réacteurs à micromélange rapide avec T-mélange

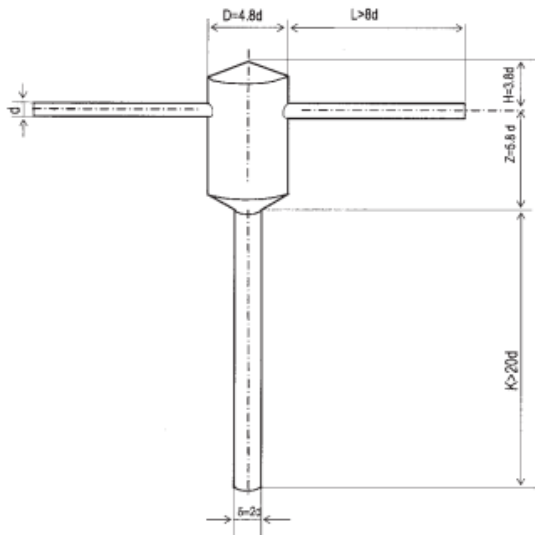


Fig. I.5. Réacteurs à jet confinés [5]

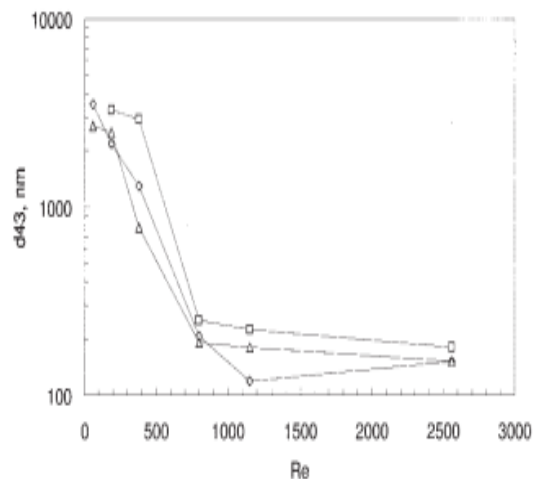


Fig. I.6. Effet Re d'injection sur la taille moyenne des particules d_{43} [5]

Marchisio et al. [5] se sont concentrés sur l'influence de la turbulence du mélange sur la formation des particules dans un réacteurs à jet confinés (Fig. I.5). L'objectif principal de ce travail est de développer une méthodologie basée à la fois sur des données expérimentales et la dynamique des fluides numérique (CFD) pour la conception et l'optimisation de réacteurs aptes à produire des particules solides avec des caractéristiques spécifiques. En particulier, ils se sont focalisés sur l'influence de l'hydrodynamique du réacteur et du nombre de Reynolds d'injection ($100 < Re < 2500$) sur la distribution de la taille (PSD) et la morphologie des

particules (Fig. I.6). Les résultats ont montré que la taille moyenne des particules a diminué, en effet elles passent de quelques microns à 80 nanomètres.

Schwarzer et al. [6] ont étudié l'influence de l'hydrodynamique du T-mélange et celle de l'énergie moyenne spécifique injectée (ϵ) sur la distribution de taille des particules. La Figure I.7 représente le dispositif expérimental utilisé. La Figure I.8 montre l'évolution de la taille de particules moyennes mesurées à différents débits d'injection dans les trois mélangeurs, en fonction de la puissance moyenne spécifique à l'entrée (ϵ). Comme on peut le voir, un mélange plus intense, c'est-à-dire des valeurs plus élevées de (ϵ), permettent d'avoir des particules plus petites.

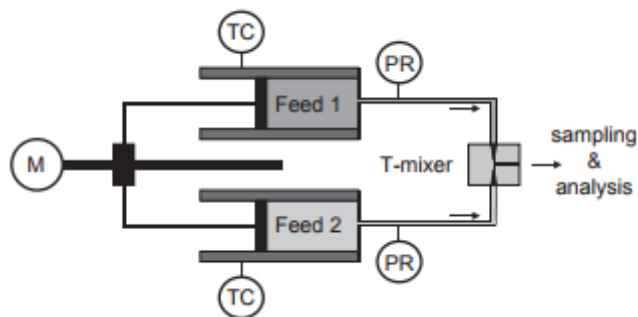


Fig. I.7. Dispositif expérimental [6]

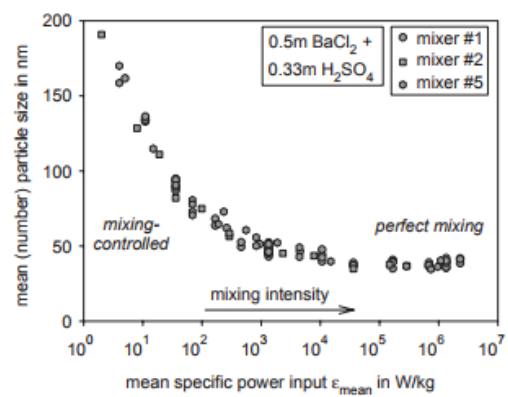


Fig. I.8. Influence ϵ sur la taille moyenne des particules pour les trois T-mélange étudiés [6]

La taille minimale des particules obtenues par ce type de réacteurs est de l'ordre de 50 nm, car la plupart de ces travaux ont été effectués pour des faibles nombres de Reynolds d'injection ($Re < 2500$). Dans notre équipe nous utilisons un autre type de réacteur : le réacteur sol-gel (Fig. I.10), la partie centrale de ce réacteur est le T-mélange (Fig. I.11). Les solutions sont injectées à $Re = 5000$, ce qui permet d'obtenir une taille moyenne de particules égale à 2 nm. Dans ce qui suit l'état de l'art de la méthode sol-gel.

I.1 État de l'art de la méthode sol-gel

La première polymérisation sol-gel a été réalisée par Ebelmen en 1845 pour la conversion de l'acide silicique exposé à l'air humide en verre solide. Cependant, le début de la polymérisation sol-gel date des années 1930 avec l'utilisation pour la première fois, par la firme allemande Schott, d'un procédé sol-gel pour fabriquer des récipients en verre. Le premier brevet sol-gel a été déposé en 1939 [7].

Le principe du procédé sol-gel (Fig. I.9), autrefois appelé « chimie douce », repose sur l'utilisation d'une succession de réactions d'hydrolyse-condensation, à température modérée, pour préparer des réseaux d'oxydes, qui peuvent être à leur tour traités thermiquement. La formation du réseau d'oxyde a lieu en solution à une température proche de l'ambiante. Il s'agit d'un processus de conversion en solution d'alcoxydes métalliques, tels que les alcoxydes de silicium, zirconium, aluminium, titane... Même s'il est possible d'utiliser d'autres dérivés que les alcoxydes (chlorures par exemple), ceux-ci sont de loin les plus employés du fait de leur réactivité modérée et de leur grande modularité. En effet, le choix du groupement alkyle permet de moduler la réactivité de l'alcoxyde en fonction des propriétés finales envisagées pour le matériau.

Cette succession de réactions d'hydrolyse et de condensation des précurseurs, entraînent la formation d'espèces de plus en plus condensées qui conduisent à des particules qui forment des sols puis des gels d'où le nom du procédé « sol-gel »

Un sol est une dispersion de particules solides dans un liquide où seuls les mouvements browniens suspendent les particules. Un gel est un état où les liquides et les solides sont dispersés l'un dans l'autre, ce qui présente un réseau solide contenant des composants liquides. Le procédé sol-gel se compose généralement de 4 étapes:

- ✓ Les particules colloïdales souhaitées ont été dispersées dans un liquide pour former un sol.
- ✓ Le dépôt de solution de sol produit les couches sur les substrats par pulvérisation, trempage ou filage.
- ✓ Les particules dans le sol sont polymérisées par l'élimination des composants stabilisants et produisent un gel dans un état de réseau continu.
- ✓ Les traitements thermiques finaux pyrolyse les composants organiques ou inorganiques restants et forment une couche amorphe ou cristalline [8-11].

Avantage du processus sol-gel :

- Produire un revêtement de liaison mince pour obtenir une excellente adhérence entre le substrat métallique et la couche supérieure.
- Produire un revêtement épais pour fournir des performances de protection contre la corrosion.
- Peut facilement façonner les matériaux en géométries complexes dans un état de gel.

- Produire des produits de haute pureté.
- Peut avoir une capacité de frittage à basse température, habituellement 200-600 ° C.
- Une méthode simple, économique et efficace pour produire des revêtements de haute qualité.

Le processus sol-gel peut être utilisé pour préparer des fibres, des microsphères, des films minces ou des poudres fines. Les applications de ce processus comprennent les revêtements protecteurs, les catalyseurs, les dispositifs piézoélectriques, les guides d'ondes, les lentilles, les céramiques à haute résistance, les supraconducteurs, la synthèse de nanoparticules et des matériaux isolants.

Plusieurs synthèses de nanomatériaux ont été réalisées par voie sol-gel. Zha et Roggendorf [12] l'ont utilisées pour la réalisation de matériaux céramiques par la préparation d'un sol, suivie de sa gélification puis de l'extraction du solvant (Fig. I.9), Livage [13] considère la synthèse sol-gel afin de préparer des verres et des céramiques.

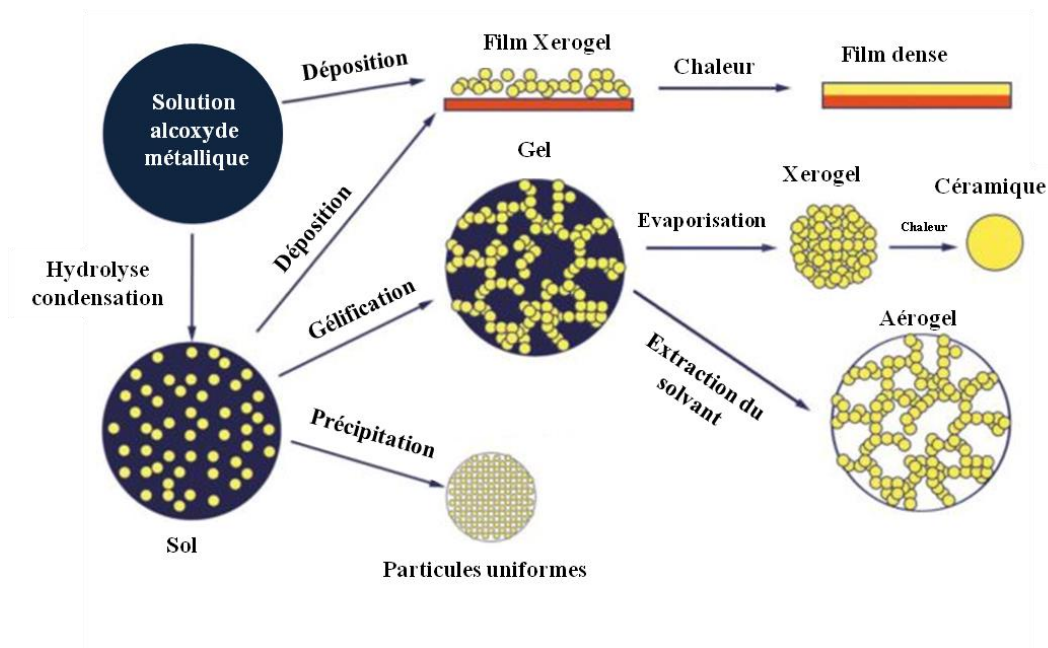


Fig. I.9 Différentes étapes et applications du processus sol-gel

I.2. Réacteur sol-gel

Le réacteur sol-gel (Fig. I.10) a été mis en place par Rivallin et al. [14] afin d'étudier la cinétique de la nucléation-croissance des nanoparticules de TiO_2 lors du processus sol-gel. Ce

dispositif permet d'avoir un micro-mélange rapide des réactifs dans une atmosphère et température contrôlé et la production des nanoparticules monodisperses.

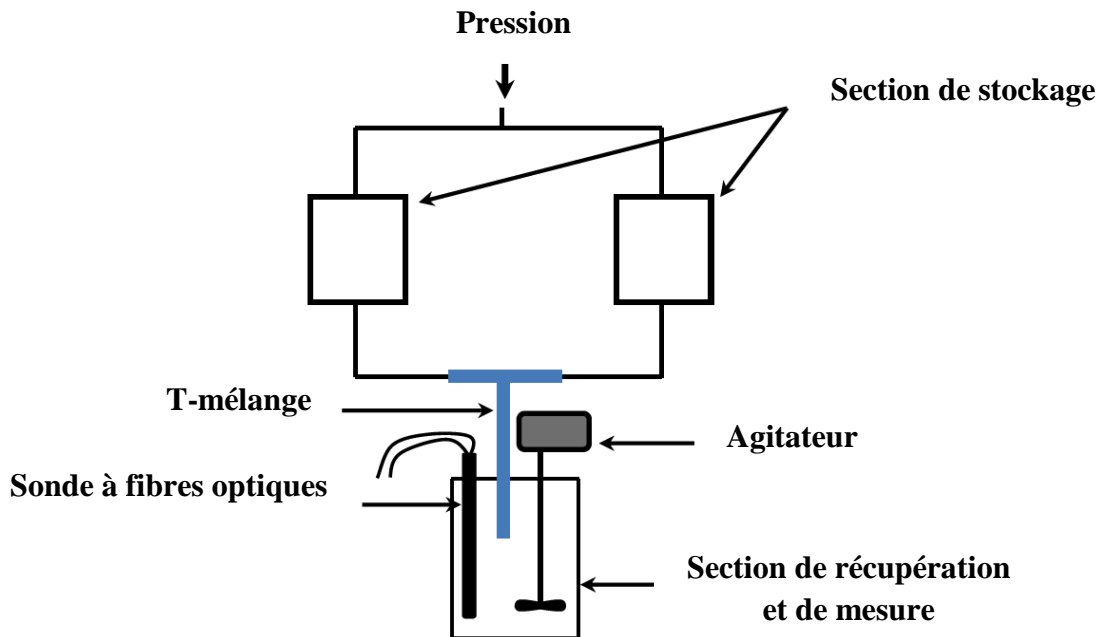


Fig. I.10 schéma simplifié du réacteur sol-gel de Rivallin et al.

Ce réacteur est constitué par 3 sections principales :

- Section de stockage : cette partie sert à stocker séparément, temporairement et hermétiquement les deux solutions préparées en amont (par exemple: solution alcoolique métallique et de l'eau) dans deux cylindres en inox à double parois. Le fluide caloporteur est l'eau dont la température est réglée par un thermostat (Haake, DC10K15). Les deux solutions sont ensuite injectées dans le T-mélange en appliquant une pression 5 bar (réglable).
- Le T-mélange: c'est l'élément principal du réacteur car sa géométrie et son hydrodynamique permettent d'obtenir un temps caractéristique du mélange (entre 4 et 8 millisecondes) [15] inférieur au temps de la réaction sol-gel (première hydrolyse) qui est de l'ordre d'une dizaine de milliseconde [9]. Cette caractéristique du T-mélange assure la formation d'un micro-mélange monodisperse. La monodispersité est définie par le nombre de Damköhler qui est définie par $Da = \frac{t_{phys}}{t_{chem}} \leq 1$, où t_{phys} et t_{chem} représente respectivement le temps caractéristique du mélange et le temps caractéristique de la réaction chimique. Le T-mélange (Fig. I.11.a) se compose de deux entrées de diamètre 1 mm et de longueur 2 cm, une sortie de diamètre 2 mm et de

longueur 20 cm de. Le T-mélange (Fig. I.11.b) est usiné de telle manière que les jets d'entrée forment un vortex favorisant le micromélange, L'excentricité des bras d'entrée est de $\delta = 1$ mm. Les diamètres d'entrées et de sortie ont été choisis de manière à avoir le même nombre de Reynolds ($Re = 4\rho Q / \eta\pi d$, où Q , ρ et η sont le débit de fluide, la densité et la viscosité dynamique du flux) à l'entrée et à la sortie du T-mélange.

- Section de récupération et de mesure: cette section est constituée d'une cuve thermostatée en verre et de forme cylindrique où la solution colloïdale active est recueillie. Cette cuve contient une sonde à fibre optique permettant les mesures in-situ sans perturber le milieu réactionnel tout en évitant la contamination par l'humidité lors du transfert de l'échantillon dans la cellule optique pour les mesures classiques.

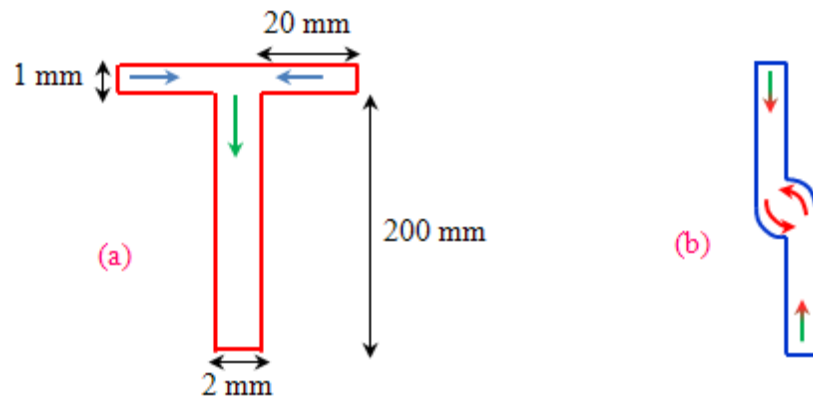


Fig I.11 : Schéma du T-mélangeur du réacteur sol-gel, (a) vue de profil ; (b) vue de dessus.

I.2.1. Synthèse des travaux expérimentaux sur l'utilisation du Réacteur sol-gel

La première étape pour l'élaboration d'un nouveau nanomatériau fonctionnel est la préparation des deux solutions qu'on injectera par la suite dans le T-mélange. Cette étape est très importante car la qualité et les propriétés fonctionnelles et structurales du nanomatériau et de la solution colloïdale active (réactivité, monodispersité, taille et forme des nanoparticules) dépendront en partie de la préparation de ces solutions. Cette qualité est conditionnée par le taux d'hydrolyse qui est défini par $H = \frac{C_{H_2O}}{C_{Ti}}$, c'est le rapport molaire des deux réactifs, eau et TTIP par exemple.

Une étude de l'évolution de la taille des nanoparticules en fonction du taux d'hydrolyse a été effectuée par Azouani et al. [15]. Azouani a étudié la cinétique de nucléation-croissance des particules de TTIP/H₂O dans le T-mélangeur moyennant la diffusion de la lumière. Cette

étude a permis l'optimisation du rayon des nanoparticules en fonction du taux d'hydrolyse comme c'est illustré sur la Figure I.12.

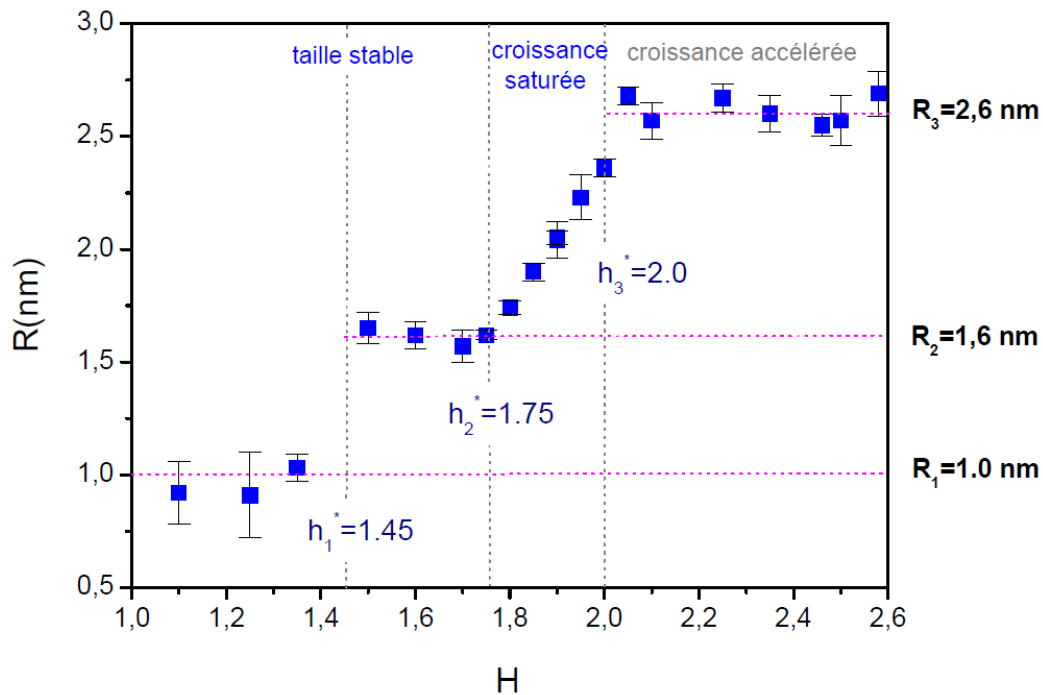


Fig I.12 : Évolution de la taille des particules de TiO_2 en fonction du taux d'hydrolyse $1,0 \leq H \leq 2,6$ ($[TTIP] = 0,146M$, $T = 20^\circ C$, [16])

Labidi et al. [17] se sont appuyés sur les résultats de Azouani et al. obtenus précédemment pour étudier le rayon du noyau R_0 et le taux de croissance des particules de $ZNP/1-propanol$ pour différents taux d'hydrolyse H compris entre 1,0 et 2,7. La Figure I.13 montre que la cinétique de croissance est différente de part et d'autre de la valeur limite de $H=2,0$. Pour les milieux dilués où $H < 2,0$, les solutions colloïdales sont stables alors qu'elles deviennent réactives et les sols subissent une croissance par aggrégation pour $H \geq 2,0$ lors de la période d'induction, après cette période les colloïdes perdent leur stabilité et les particules précipitent. En outre, la taille initiale des nanoparticule R_0 demeure quasiment stable dans le domaine $1 \leq H \leq 2,7$ avec une valeur moyenne de 1,8 nm qui caractérise les noyaux stables. Pour confirmer la taille des noyaux mesurée par DLS, une imagerie à microscopie de transmission MET a été réalisée sur les nanoparticules en phase d'induction d'une solution colloïdale préparée à $H=2,0$ (Fig I.14).

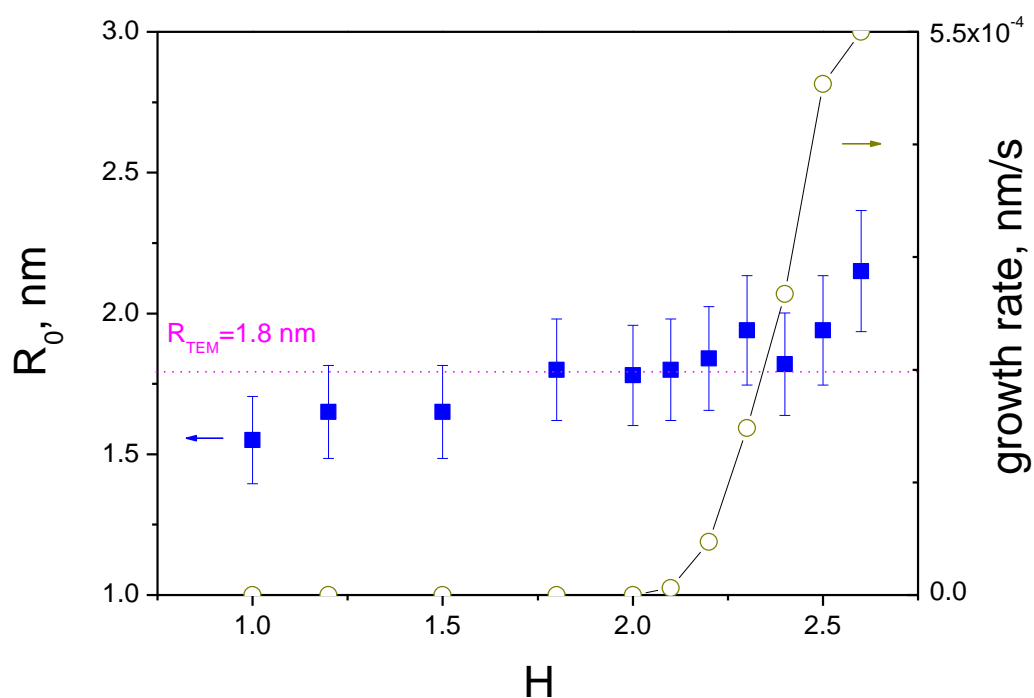


Fig I. 13. La variation du rayon des nucléi R_0 et la pente des courbes $I(t)$ durant la phase d'induction en fonction du taux d'hydrolyse pour les sols ZNP/1-propanol ($[Zr]=0,146 \text{ mol/l}$, $T=20^\circ\text{C}$), [17]

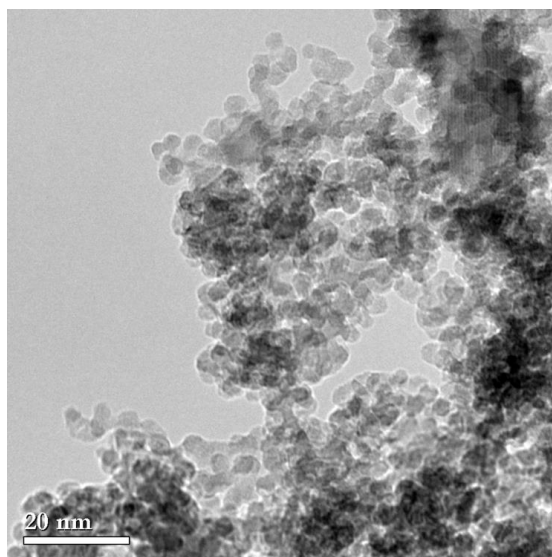


Fig I. 14. Imagerie MET des nanoparticules de ZOA lors de l'étape d'induction à $H=2,0$; $[Zr]=0,146 \text{ mol/l}$ et $T=20^\circ\text{C}$, [17]

Cheng et al [18] ont étudiés la nucléation-croissance des nanoparticules de titane oxo-alcoxy (TOA) pour différents solvants: n-propanol et d'isopropanol. La taille du nucleus, qui apparaît pour $H < 1.7$, a été 1,6 nm dans les deux cases. Cependant, la taille initiale de nanoparticules

lors de la période d'induction a été 1,9 nm dans le n-propanol et de 2,6 nm dans l'isopropanol et la cinétique de croissance dans l'isopropanol était significativement plus rapide (Fig I.15).

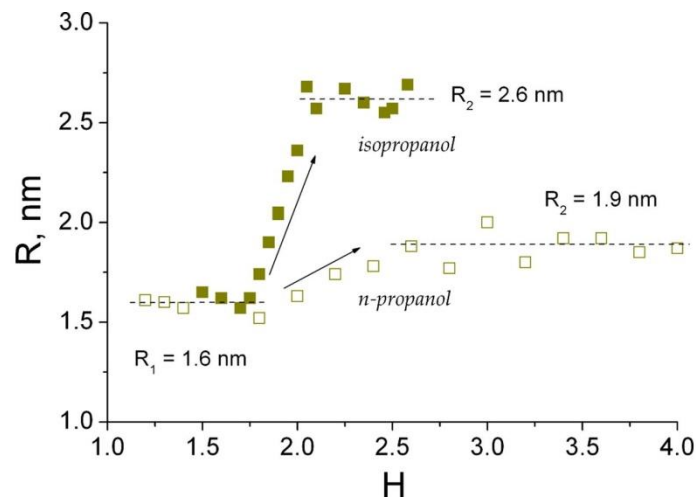


Fig I.15 Évolution du rayon des particules en fonction de H dans les solvants l'isopropanol (a) et le n-propanol (b) ($CTi = 0,146 \text{ mol/l}$, $T = 20,0 \text{ C}$, $Re = 6000$), [18]

Jia et al. [19] ont élaborés des matériaux composites nanostructurés Ag/TiO₂ pour la dépollution des effluents gazeux par le procédé plasma-catalyse (Fig. I.16). Le processus d'élaboration consiste à déposer les nanoparticules de TiO₂ sur des plaques ou des billes de verre comme monocouches nanostructurées (lit de TiO₂) en utilisant la technique dip-cotting. Cette étape est suivie d'une photodéposition (réduction des ions sous l'irradiation UV) des nanoparticules d'argent et de l'or sur le lit de nanoparticules de TiO₂. Cette méthode permet d'obtenir un dépôt de nanoparticules d'argent quasi-monodisperses, d'une forme (segments sphériques) et d'une densité massique contrôlés entre 0,1 et 1 µg/cm² (Ag : 1 min ≤ t ≤ 10 min). Dans le même temps, la photodéposition d'argent sur des films de TiO₂ rugueuses produise des dépôts polydisperses. Les résultats expérimentaux montrent que la nucléation-croissance des nanoparticules d'argents déposés par photodéposition dépend de la qualité des nanoparticules issues du réacteur.

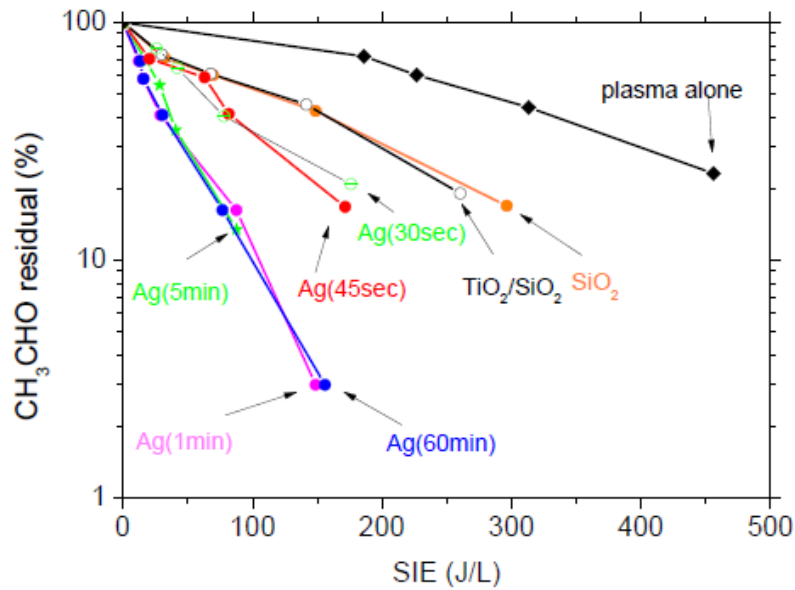


Fig. I.16 : dépollution des effluents gazeux en fonction de l'énergie d'entrée spécifique, du procédé utilisé et du temps d'irradiation, [19]

Labidi et al. [22] du Laboratoire LSPM ont élaborée des nanoparticules d'oxyde de zirconium par voie sol-gel pour la synthèse de biodiesel. En effet, le T-mélange a permis la production de catalyseurs ZrO_2 / SO_4^{2-} sous forme de nanoparticules d'une taille de 3.6 nm [22] et a été ensuite utilisé dans la réaction de synthèse du biodiesel pour différentes températures de séchage[21]. Le taux de rendement de conversion pour différentes catalyseurs ZrO_2 / SO_4^{2-} synthétisés à différentes conditions a été établie et rapportés dans la Figure I.17. Les résultats expérimentaux montrent que les catalyseurs préparés en forme d'une monocouche de nanoparticules monodisperses de zirconia sulfaté ont une réactivité exceptionnelle dans la conversion de FFA en biodiesel.

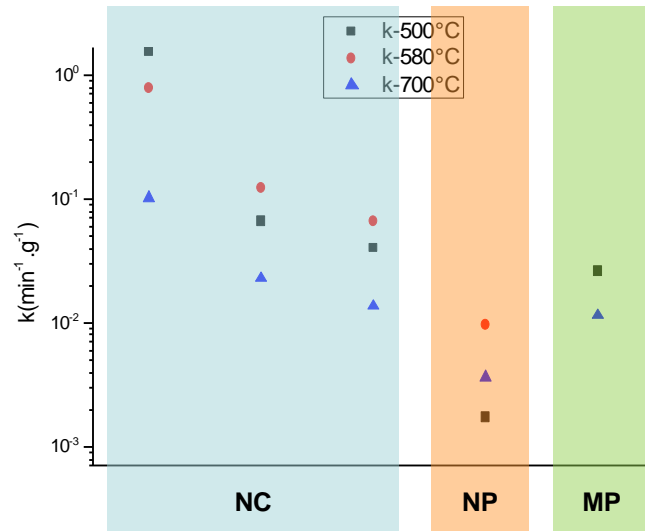


Fig. I.17: Evolution de la constante réactionnelle de la conversion de FFA en biodiesel pour différentes morphologies des catalyseurs ZrO_2/SO_4^{2-} : NC : nanocoating, NP : monodispersed nanopoudre, MP : polydispersed poudre, [22]

Une autre partie importante pour l'élaboration d'un nouveau nanomatériau fonctionnel est la pression (où le nombre de Reynolds) d'injection et l'hydrodynamique du T-mélange. Azouani et al. [23] ont effectués des mesures expérimentales pour différentes Pressions d'injection. Ces mesures ont permis d'optimiser les conditions de fonctionnement du T-mélange (Fig. I.18). En effet, l'obtention d'une population la plus monodisperse possible, correspond à un nombre de Reynolds d'injection $Re=6000$. Ces conditions permettent d'avoir un temps de mélange de l'ordre de 10 ms.

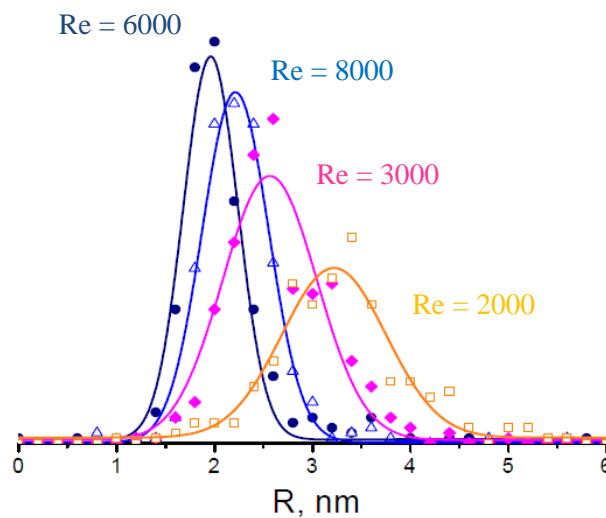


Fig. I.18 Distribution de tailles pour différentes vitesses d'injection correspondant aux nombres de Reynolds de $Re=2 \cdot 10^3$, $3 \cdot 10^3$, $6 \cdot 10^3$ et $8 \cdot 10^3$. [23]

I.2.2. Synthèse des travaux numériques sur l'utilisation du Réacteur sol-gel

Plusieurs équipes se sont intéressées à l'étude de l'hydrodynamique du T-mélange dans le but d'améliorer la qualité de la solution colloïdale (le micromélange).

Hatat-Fraile et al. [24] ont étudiés l'influence de l'hydrodynamique du T-mélange sur la synthèse des nanoparticules de TiO_2 par la méthode sol-gel. Pour cela trois différentes configurations de T-mélangeur ont été choisies: un simple mélangeur en T (T_s), un mélangeur en T avec des chicanes (T_b) et un T -mélangeur composé d'un gros tuyau raccordé à un tube étroit (T_n). Le rétrécissement du diamètre où la présence de chicanes dans la jambe de sortie du T-mélange a été adoptée dans le but de créer plus de turbulence et améliorer la qualité du micromélange. La Figure I.19 donne un schéma détaillé de ces T-mélangeurs.

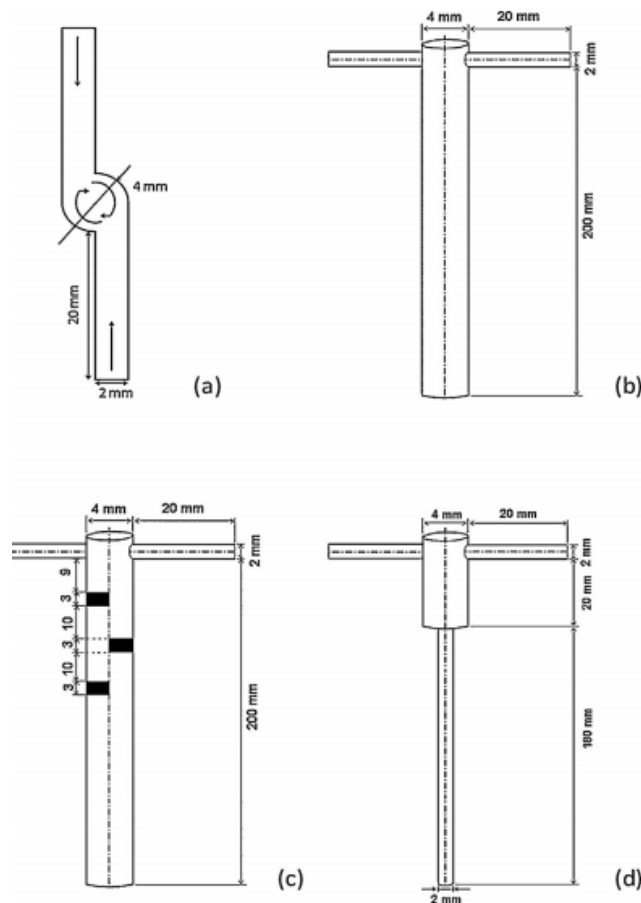


Fig. I.19 T-mélangeurs. Vue de dessus (a), vue de face de T_s (b), T_b (c) et T_n (d), (Hatata-Fraile et al., 2013)

Pour les trois T-mélangeurs, les deux flux d'entrées ont été injectés tangentiellement dans les côtés opposés du réacteur par deux conduits excentriques de diamètre intérieur de 2 mm; La solution mixte quitte le réacteur à travers un tuyau de sortie de diamètre intérieur de 4 mm pour T_s et T_b et 2 mm pour T_n . L'injection excentrique des fluides réactifs crée un vortex qui favorise le mélange. Pour cette étude des Reynolds d'entrée allant de 6000 à 8000 ont été appliqués afin d'offrir toutes les caractéristiques nécessaires pour obtenir une granulométrie optimale et une distribution de taille quasi-monodisperse des particules. Cette étude est soutenue par des simulations CFD de la vitesse et des champs turbulents dans les trois T-mélangeurs. Les résultats montrent que la distribution des particules était la même pour les trois T-mélangeurs et ceci en appliquant le même nombre de Reynolds à l'entrée. Par conséquent, il a été conclu que la distribution (les propriétés fonctionnelles) granulométrique était probablement plus dépendante du nombre de Reynolds à l'entrée R_e que de la géométrie du T-mélangeur.

Hosni et al [25] ont effectué une étude comparative entre quatre dispositifs permettant la production des nanoparticules de ZnO : (Z1) Batch agité, jets libre avec un diamètre de la seringue 394 mm; (Z3) jets libre avec un diamètre de la seringue 584 mm; Et (Z4) T-mélange. Ces travaux ont montré (Fig. I.20) qu'on produit des nanoparticules de ZnO plus fines en utilisant notre réacteur à micro-mélange rapide qu'avec les autres réacteurs.

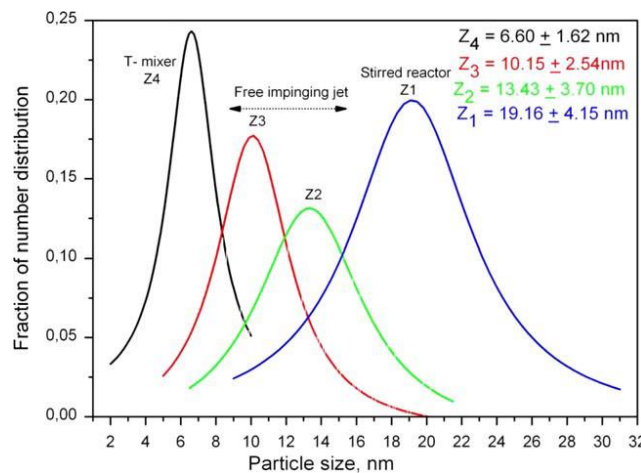


Fig. I.20 Distribution des diamètres des nanoparticules de ZnO Obtenu à partir de micrographies TEM. (Z1) réacteur Batch agité à 403 K; (Z2) jets libre diamètre de la seringue de 394 mm; (Z3) jets libre à 353 K avec diamètre de seringue de 584 mm; Et (Z4) T-mélange à 353 K,[25]

Caprariis et al. [26] ont adopté un autre type de réacteur : réacteur disque tournant (Fig. I.21), et ont étudié l'influence de son hydrodynamique sur la production des nanoparticules. Ce réacteur est un appareil efficace pour la production de nanoparticules par synthèse chimique humide. La rotation de la surface du disque à haute vitesse crée des champs centrifuges élevés qui favorisent un flux de film mince avec une épaisseur comprise entre 50 et 500 nm. En faisant varier la vitesse de rotation et les positions d'injection des solutions réactives, des nanoparticules comprises entre 78 et 350 nm ont été obtenues. Un modèle CFD a ensuite été développé pour prédire l'hydrodynamique et la fraction volumique des solutions réactives dans la couche liquide, Il a été démontré que la taille des nanoparticules produites est inversement proportionnelle à l'énergie dispersée spécifique.

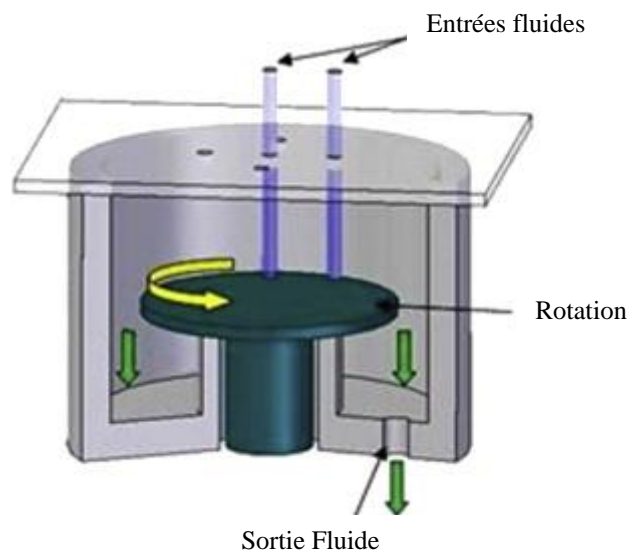


Fig. I.21: Schéma du réacteur à disque tournant, [26]

Dans notre équipe, nous nous sommes intéressés à l'étude du micromélange pour des Re d'injection ≥ 5000 . Durant ces travaux le phénomène de **cavitation** a été mis en évidence dans le T-mélange pour $Re \approx 8000$. Dans ce qui suit, un état de l'art de ce phénomène.

I.3. Phénomène de cavitation

Les phases liquides et vapeur d'une substance pure peuvent coexister à l'équilibre uniquement sur une ligne bien définie reliant la pression et la température (Fig. I.22). Loin de cette ligne de coexistence, l'une des phases est plus stable que l'autre. Cependant, en raison de l'existence d'une tension superficielle liquide-vapeur, si une phase est introduite dans la région de stabilité de l'autre, elle peut être observée pour un temps fini dans un état métastable. La durée

de vie de cet état métastable diminue à mesure qu'on s'éloigne de la ligne de coexistence. Un examen détaillé des états métastables se trouve dans les travaux de Debenedetti et al. [27].

Cet état métastable, par exemple de la phase liquide, peut être atteint de deux façons: en surchauffant le liquide au-dessus de sa température d'ébullition T_b [28], où en diminuant la pression sous sa pression de vapeur saturée P_{vap} [29, 30]. Ce phénomène est connu sous le nom de **cavitation**.

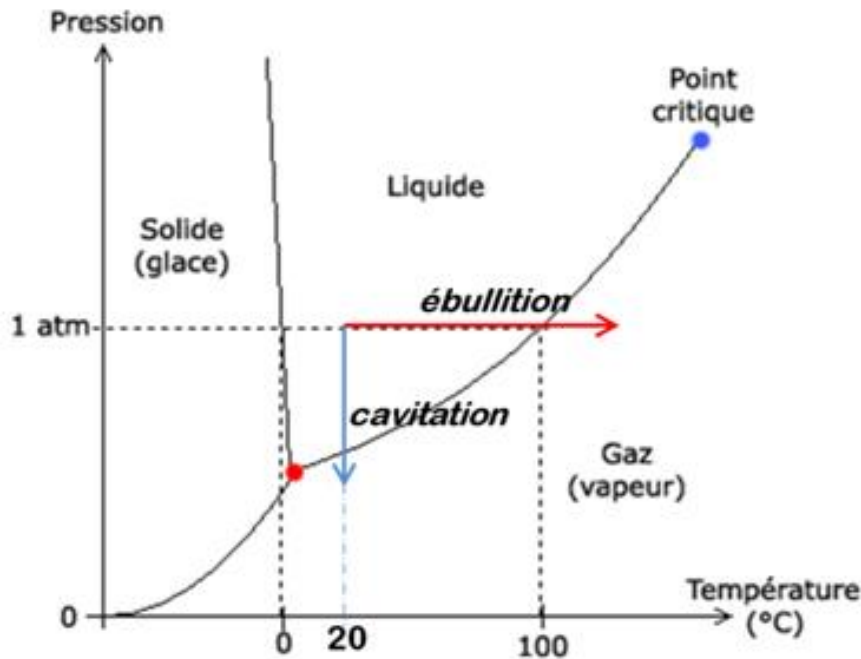


Fig. I.22 Relation pression - température pour différentes phases de l'eau

Le phénomène de cavitation est caractérisé par la formation de bulles d'air (vapeur d'eau) dans la phase liquide de l'eau. Différentes méthodes ont été utilisées afin de permettre la formation de ces bulles, parmi elles: la cavitation acoustique [31, 32], la cavitation hydrodynamique [33, 34].

I.3.1. Théorie de la cavitation

Nous commençons par un résumé de la théorie fondamentale de la nucléation des bulles [35, 36]. Dans un liquide atteignant une pression P inférieure à sa pression de vapeur saturante P_{vap} , la nucléation de la phase vapeur représente un gain en énergie, proportionnel au volume de la bulle. Pour une bulle sphérique de vapeur de rayon R , la relation entre ces deux termes s'écrit:

$$E(R) = \frac{4}{3}\pi R^3(P - P_{vap}) + 4\pi R^2\sigma \quad \text{I.1}$$

Où σ est la tension de surface liquide-vapeur.

Il en résulte une énergie critique : $E_c = \frac{16\pi\sigma^3}{3(P_{vap}-P)^2}$ Pour un rayon critique : $R_c = \frac{16\pi\sigma^3}{3(P_{vap}-P)^2}$

qui doit être dépassé pour que la bulle se développe spontanément. Dans ce cas, la pression de l'écoulement s'écrit sous la forme :

$$P_{cav} = P_{vap} - \left(\frac{16\pi\sigma^3}{3K_B T} \frac{1}{\ln(\Gamma_0 V \tau / \ln 2)} \right)^{\frac{1}{2}} \quad I.2$$

Où P_{vap} est la pression de vapeur saturante du liquide à la température T, K_B est la constante de Boltzmann, Γ_0 est le produit de la densité des sites de nucléation par une fréquence de probabilité de nucléation [37], V et τ représente respectivement le volume et le temps de l'expérience réalisée.

Cette théorie de base suppose que l'énergie de la bulle peut être séparée en un volume et un terme de surface Eq.I.1, c'est-à-dire que l'épaisseur de la paroi des bulles (Interface liquide-vapeur) peut être négligée par rapport au rayon de la bulle. Nous appelons cette approche l'approximation du mur mince (TWA: Thin Wall Approximation). L'approximation TWA est valide près de la ligne de coexistence, mais devient une approximation brute pour de grandes pressions négatives lorsque le rayon critique R_c devient de l'ordre de la largeur interfaciale. Par exemple pour l'eau à 300 K, et $V \cdot \tau = 1 \text{ m}^3 \text{ s}$, TWA prédit $P_{cav} = -128 \text{ MPa}$ et $R_c = 1,1 \text{ nm}$, proche de l'épaisseur de l'interface [38].

I.3.2. Mécanisme de création de la cavitation

Les observations de la cavitation dans l'eau et d'autres liquides ont été réalisées dès le XVIIIe siècle, comme le révèle les travaux de Kell et al. [39]. De nombreuses méthodes ont été développés depuis [27, 29, 40, 41] .

Pour plus de détails et des références complètes vous pouvez consulter le livre de Field [42] ou les revues plus récentes de Caupin et Herbert [43] et Mørch [44]. Dans ce qui suit quelques méthodes seront présentées Fig. I.23.

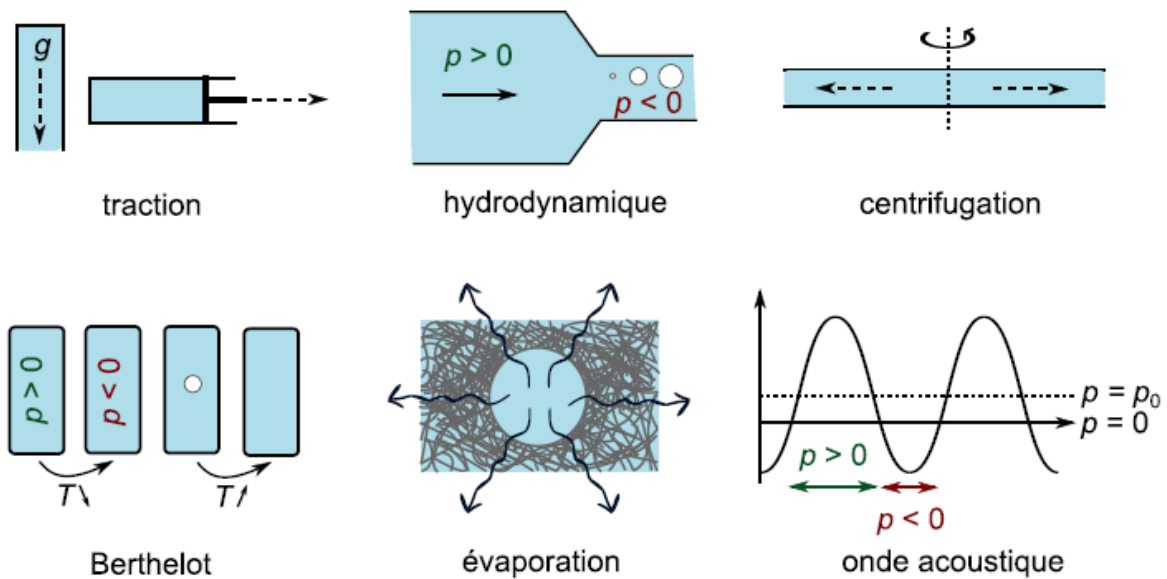


Fig. I.23. Méthodes pour la génération de bulles de cavitation

I.3.2.1 Traction

On peut étirer un liquide mécaniquement à l'aide d'une expérience simple : prenons une seringue remplie d'eau et sans bulles d'air, dont on ferme la pointe. En tirant sur le piston, on étire le liquide jusqu'à ce qu'une bulle apparaisse par cavitation [43].

I.3.2.2 Hydrodynamique

D'après le théorème de Bernoulli, la pression d'un liquide diminue lorsque sa vitesse augmente, ce qui est à la base de l'effet Venturi [45]. Ainsi, dans un conduit où de l'eau circule à grande vitesse, on peut observer des bulles de cavitation provenant du fait que la pression devient inférieure à la pression de vapeur saturante, voire négative. Les tensions associées sont généralement faibles, de l'ordre de quelques bars au maximum [44, 46].

I.3.2.3 Centrifugation

Cette méthode, utilisée d'abord par Reynolds [47], consiste à faire tourner à haute vitesse un tube contenant de l'eau. En raison de la force centrifuge, une pression négative est développée sur l'axe de rotation :

$$P = P_0 - \frac{1}{2} \rho \omega^2 r^2 \quad \text{I.2}$$

Où P_0 est la pression à l'extérieur du tube, ρ est la densité de l'eau, ω est la vitesse de rotation et r est la distance entre le centre et l'interface liquide-gaz.

Si Reynolds été le premier a testé cette technique, c'est Briggs [48] qui a obtenu les meilleurs résultats, avec des pressions supérieures à 25 MPa à température ambiante. Cette technique est aussi utilisée pour étudier la cavitation dans les plantes [49].

I.3.2.4 Isochore (méthode de Berthelot)

Cette méthode a été inventée par Berthelot (1850) [50]. Elle consiste à refroidir l'eau tout en maintenant son volume constant par exemple en utilisant un récipient rigide. Sachant que l'eau se contracte lorsqu'il refroidit, et ceci jusqu'à une température de 4°C environ. Si l'eau se retrouve donc pendant le refroidissement à un volume plus grand que son volume naturel, il est étiré et des pressions négatives peuvent être générées, menant à la cavitation. Cette méthode a été largement reprise jusqu'à aujourd'hui, donnant des résultats très variés [43, 51].

I.3.2.5 Évaporation

Les premières expériences utilisant cette méthode sont inspirées des travaux de Dixon et Joly, [52]. Cette méthode consiste à augmenter la température de l'eau dans un récipient rigide. Imaginons un liquide auquel on enlèverait progressivement des molécules, dans un réservoir rigide auquel le liquide adhère parfaitement. Comme une quantité moindre doit remplir le même volume, la pression diminue et peut devenir négative. On retrouve ce principe dans les plantes et notamment les grands arbres pour faire monter la sève.

Avec cette méthode, Wheeler et Stroock (2008) [53] ont obtenu des pressions jusqu'à -22MPa en utilisant un hydrogel de polymère comme milieu poreux.

I.3.2.6 Ondes acoustiques

La technique acoustique a été largement utilisée notamment dans l'eau [43, 44]. Une onde acoustique provoque une succession de surpressions et de dépressions au sein d'un fluide. Lorsque l'amplitude de l'onde ultrasonore augmente, il peut arriver que la dépression au sein du fluide soit assez grande pour provoquer la formation de cavités.

I.3.3. Application de la cavitation

Comme indiqué précédemment, le mécanisme le plus courant pour provoquer la cavitation est une région de basse pression locale. Un environnement où cela est le plus susceptible de se produire est celui des applications maritimes.

I.3.3.1 Cavitation dans les applications maritimes

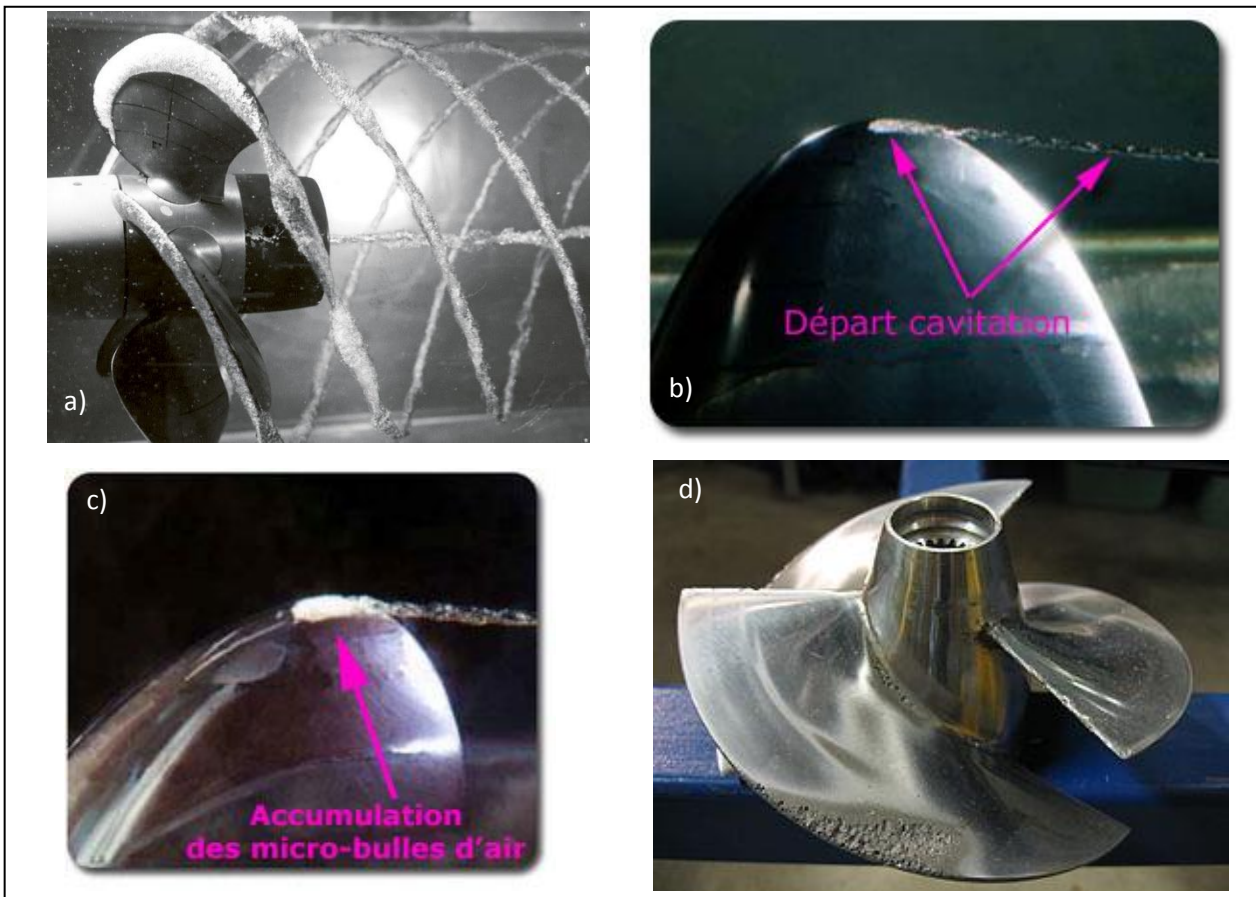


Fig. I.24. Phénomène de cavitation dans les hélices

Dans ces applications telles que les hydroglisseurs et les hélices de moteur de bateau (Fig. I.24.a), l'eau s'écoule sur les différentes hélices de la même manière que l'air sur les ailes d'avion. La forme spécialement conçue de l'hélice provoque l'accélération brusque du fluide, et par conséquent, crée une région locale à basse pression. Cette chute de pression permet la création des petites bulles de cavitation (Fig. I.24.b et Fig. I.24.c) qui disparaissent lorsqu'elles rentrent dans une région de pression plus élevée en s'approchant du bord de l'hélice [54].

Dans ce domaine, la cavitation a principalement des conséquences négatives. En effet, la cavitation provoque une érosion (dégradation) au niveau des hélices et à mesure que la surface devient plus rugueuse en raison de l'érosion, elle augmente la turbulence, créant ainsi des fissures ou des cavités (Fig. I.24.d) pouvant servir de sites de nucléation pour la cavitation [55].

I.3.3.2 Autre application de la cavitation

La cavitation n'a pas seulement d'effets négatifs malgré le fait qu'elle est généralement dégradante pour les composantes mécaniques dans la plupart des applications. Cependant, il existe plusieurs utilisations pratiques de la cavitation. Le domaine biomédical utilise la cavitation ultrasonore pour détruire les douleurs rénaux et aide dans les traitements de certaines formes de cancer [56]. Des recherches sont aussi menées pour étudier comment diriger et concentrer la cavitation pour aider à la destruction des tissus malades [57]. En effet, L'échographie focalisée à haute intensité est une alternative aux traitements invasifs plus traditionnels, car certaines des ondes sonores sont absorbées par les tissus.

La cavitation est également utilisée dans l'industrie pour l'homogénéisation, comme le traitement du lait. En effet, la matière grasse se rassemble naturellement à la surface supérieure du lait, le processus d'homogénéisation répartit uniformément cette graisse en la décomposant, créant ainsi un produit uniforme [58].

La cavitation est également utilisée dans la purification et le traitement des eau usagés [59, 60] (Fig. I.25). Chahine et al. [61] ont développés un produit appelé DynaJets (Dynaflow) qui utilise la cavitation pour détruire les composés dangereux [62]. Aussi des études numériques et expérimentales de la cavitation ont récemment été entreprises par le groupe Ranade et al. [63, 64] dans le but de décontaminer efficacement l'eau. Leur dispositif de cavitation appelé vortex diode a été efficacement appliqué pour générer des espèces oxydantes permettant l'élimination du soufre [65].

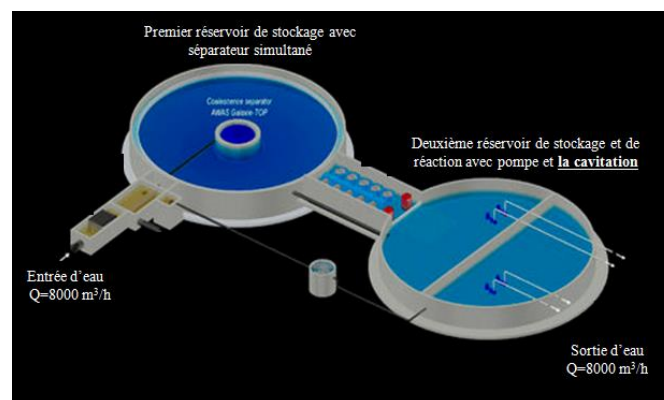


Fig. I.25. Dispositif pour le traitement des eaux usées moyennant la cavitation dans les aéroports proposés par la société AWAS, [61]

Un autre phénomène qui est la super-cavitation est très recherché par l'industrie maritime comme un moyen d'augmenter la vitesse maximale d'un corps solide. La super-cavitation est un phénomène qui se définit par la production d'une grande quantité de bulles de cavitation

qui permettrait d'entourer complètement le corps de vapeur, cela réduit considérablement la quantité des frottements quand le corps se déplace dans l'eau. Ce phénomène est actuellement utilisé pour augmenter la vitesse des missiles sous-marins [66] et des hydro-planes [67] (Fig. I.26).

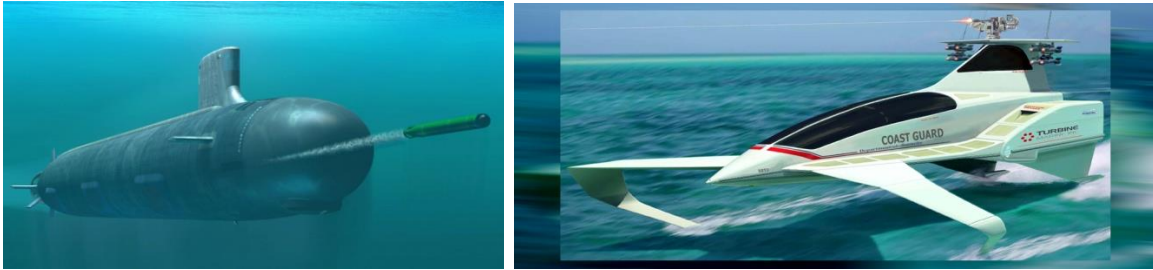


Fig. I.26. Envoie de missile sous-marin (gauche) et navigation d'hydroplane (droite) moyennant la super-cavitation.

I.3. Conclusion

Cette synthèse bibliographique est un panorama sur les travaux de recherches dédiés à l'élaboration et à la production des nanoparticules moyennant le réacteur sol-gel. Dans la première partie, nous avons présenté un résumé de la méthode sol-gel, les différents réacteurs permettant la production de ces nanoparticules et les paramètres qui déterminent la production d'une solution colloïdale active parfaite. Ensuite, puisque la présence du phénomène de cavitation a été mise en évidence dans le T-mélange dans ces travaux, une présentation générale de ce phénomène a été avancée.

On a également présenté les travaux de recherche réalisés au laboratoire LSPM qui ont permis le développement du réacteur sol-gel à T-mélange [14, 16, 68, 69], ainsi que des applications sur les matériaux issus de ce réacteur [19, 22, 70, 71]. Tous les travaux de ces collègues m'ont permis d'abord de comprendre le fonctionnement du réacteur sol-gel et d'optimiser ces conditions limites de fonctionnement dans le but d'améliorer la qualité du micromélange.

La suite du manuscrit décrit ma contribution dans l'ensemble des travaux de recherche sur l'étude expérimentale et numérique (CFD) de l'hydrodynamique de l'écoulement dans le réacteur sol-gel continu et plus précisément dans le T-mélange, ainsi que l'étude du phénomène de cavitation.

CHAPITRE II. MÉTHODES DE VISUALISATIONS DES ÉCOULEMENTS TURBULENTS

Ce chapitre a pour objectif principal d'énoncer les différentes techniques et méthodes pour la visualisation des écoulements turbulents dans le domaine de la mécanique des fluides. Cette partie permettra aussi de choisir la méthode appropriée pour caractériser la dynamique des bulles résultant du phénomène de cavitation. Ce phénomène a été étudiée dans de nombreux domaines [72-74]. Plusieurs méthodes ont été utilisées pour visualiser et étudier (taille de particules, vitesse d'écoulement...) les écoulements, parmi elles : LDA (Laser Doppler anemometry) [75], PDA (Phase Doppler Anemometry) [76], PIV (velocimétrie d'image de particule) [77] et la méthode SLS/DLS (Static Light Scattering/Dynamic light scattering) [15, 19, 78]. Dans ce qui suit, le principe de fonctionnement de ces différentes méthodes de visualisation est proposé, afin de choisir la plus appropriée à notre application.

II.1 Laser Doppler anemometry (LDA)

L'anémomètre laser Doppler, ou LDA, est une méthode largement reconnue pour la visualisation des écoulements dynamiques sur les fluides et les liquides. En effet, cette méthode est utilisée depuis plus de trois décennies. C'est une technique bien établie qui donne des informations sur la vitesse d'écoulement.

Le principe de cette méthode (Fig. II.1) est basé sur la mesure de la lumière réfléchiée par un objet en mouvement. En effet lorsque la lumière est réfléchiée, sa fréquence est décalée d'une quantité proportionnelle à la vitesse de l'objet. Ainsi, on pourrait estimer la vitesse en observant le changement de fréquence. L'écoulement estensemencé avec des petites particules neutres qui diffusent de la lumière. Les particules sont éclairées par lumière laser avec une fréquence connue. La lumière dispersée est détectée par un tube photomultiplicateur (PMT), qui est un instrument qui génère un courant proportionnel à l'énergie photonique absorbée, puis amplifie ce courant afin de permettre les mesures. La différence entre les fréquences lumineuses incidentes et dispersées s'appelle le décalage Doppler.

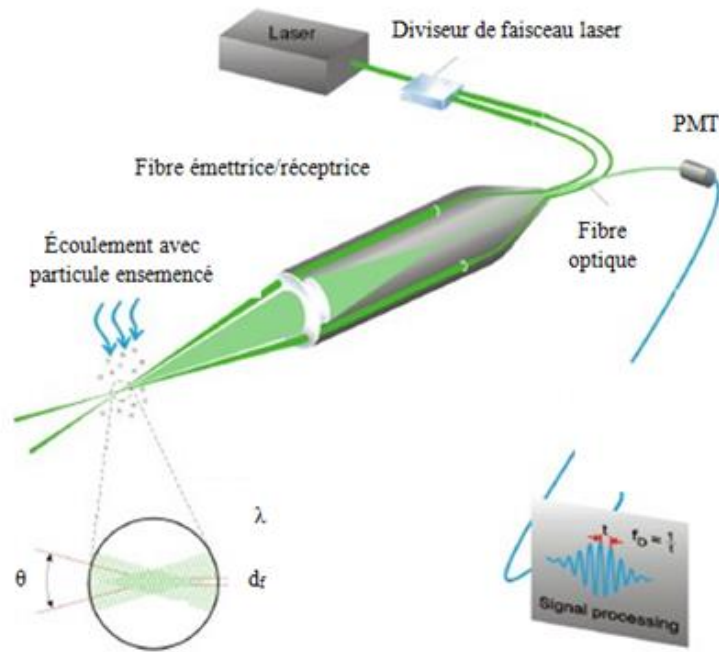


Fig. II.1 Principe de l'anémomètre laser Doppler

Le décalage Doppler (f_D) dépend de la vitesse (V), de la direction du mouvement des particules, de la longueur d'onde de la lumière (λ) et de l'orientation de l'observateur. L'orientation de l'observateur est définie par l'angle θ entre l'onde lumineuse incidente et le photomultiplicateur (PMT). Finalement on obtient : $V = d_f * f_D$ ou d_f est la distance entre les franges qui est définie par la longueur d'onde de la lumière laser et l'angle entre les faisceaux

$$: d_f = \frac{\lambda}{2 \sin(\frac{\theta}{2})}$$

II.2 Phase Doppler Anemometry (PDA)

Le système d'anémométrie Doppler à phase (PDA) est une extension du système de mesure LDA. Ce système permet de mesurer la taille, la vitesse et la concentration des particules sphériques, des gouttelettes ou des bulles suspendues dans des flux gazeux ou liquides.

La méthode de mesure PDA (Fig. II.2) est appliquée sur des particules individuelles, ce qui permet une analyse détaillée du flux de particules. Ainsi la répartition de la taille statistique et des moments des vitesses dans un champ d'écoulement peut être mesurée, ainsi que la concentration des particules et la corrélation locale vitesse-taille. Le balayage du point de mesure dans le flux permet de cartographier tout le champ d'écoulement. Le point de mesure

est défini par l'intersection des deux faisceaux laser issues des fibres émettrices. Les mesures sont effectuées sur des particules lorsqu'elles se déplacent dans le volume de l'échantillon. Les particules diffusent ainsi de la lumière, générant un motif d'interférence optique. Un système optique de réception placé hors de l'axe des faisceaux laser projette une partie de la lumière diffusée sur plusieurs détecteurs. Chaque détecteur convertit le signal optique en un rayon Doppler avec une fréquence proportionnellement et linéaire à la vitesse de la particule. Le déphasage entre les signaux Doppler provenant de différents détecteurs permet de mesurer directement le diamètre de la particule.

Les phénomènes de diffusion de la lumière peuvent être visualisés par traçage des rayons. La lumière incidente qui arrive, par exemple [76], sur une gouttelette d'eau est partiellement réfléchiée par la surface et est partiellement transmise et réfractée dans les directions avant et arrière après une réflexion interne. L'intensité de la lumière dispersée n'est pas uniforme dans toutes les directions, elle dépend aussi de l'indice de réfraction relatif au milieu. La position du récepteur (angle de diffusion) doit donc être soigneusement sélectionnée afin de bien mesurer les propriétés de l'écoulement.

La vitesse de la particule V est calculée à partir de la fréquence Doppler f_D du signal provenant de n'importe quels détecteurs :

$$V = \frac{\lambda}{2 \sin(\frac{\theta}{2})} f_D \quad (\text{II.1})$$

La taille de particule D est mesurée à partir de la différence de phase Φ entre les signaux provenant de deux détecteurs. Si la diffusion de la lumière est dominée par la réflexion:

$$\Phi = \frac{2\pi D}{\lambda} \frac{\sin \theta \sin \psi}{\sqrt{2(1 - \cos \theta \cos \psi \cos \varphi)}} \quad (\text{II.2})$$

Si la diffusion de la lumière est dominée par la réfraction:

$$\Phi = \frac{-2\pi D}{\lambda} \frac{n_{rel} \sin \theta \sin \psi}{\sqrt{2(1 + \cos \theta \cos \psi \cos \varphi)(1 + n_{rel}^2 - n_{rel} \sqrt{2(1 + \cos \theta \cos \psi \cos \varphi)}}} \quad (\text{II.3})$$

Ou n_{rel} est l'indice de réfraction du milieu.

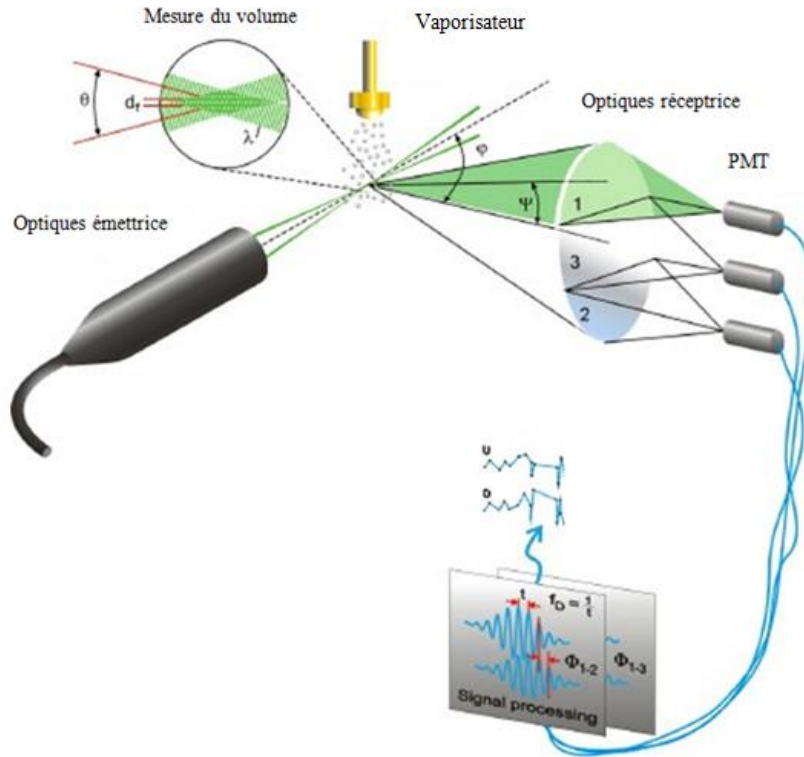


Fig. II.2 Principe de l'anémométrie Doppler à phase

II.3 Diffusion Raman

Cette méthode basée sur l'observation de la diffusion Raman permet d'effectuer des mesures locales de concentration, de masse volumique, et de température [79] différentes particules présentes dans l'écoulement. Le principe réside dans le fait qu'une molécule frappée par un photon d'énergie E_{v_L} , (v_L , fréquence du faisceau laser incident) peut émettre un photon possédant $E_{v_L} \pm \Delta\varepsilon$, où $\Delta\varepsilon$ correspond à des changements de l'énergie de rotation, et aussi de l'énergie de rotation-vibration de la molécule. La fréquence de la diffusion Raman est alors $v_L - \Delta v$ (raies et bandes de Stokes) et $v_L + \Delta v$ (raies et bandes anti-Stokes). Les raies correspondent à des changements de l'énergie de rotation pure ($\Delta v = 10^{10} - 10^{12}$ HZ) et aux changements de l'énergie de rotation-vibration ($\Delta v = 10^{14}$ HZ) de la molécule. L'intensité lumineuse I émise est alors de la forme :

$$I = (v_l + \Delta v)^4 \cdot P \cdot N \cdot e^{\left(-\frac{\varepsilon}{kT}\right)}$$

Où P est la probabilité de transition du changement d'énergie $\Delta\varepsilon$, N le nombre de molécules diffusantes, T la température et k la constante de Boltzmann.

Cette méthode a été pas mal utilisée pour déterminer les concentrations des différentes entités présentes dans l'atmosphère [80], ou dans une flamme [81]. La détermination d'une concentration s'effectue alors en choisissant, pour chaque gaz, une bande $\Delta\nu$ convenable et en mesurant l'intensité I . Par comparaison avec un étalonnage réalisé dans les mêmes conditions de température et de pression (valeurs écrites avec l'indice 0) on déduit N par la relation $N = N_0 \frac{I}{I_0}$. La mesure d'une masse volumique revient à celle d'une concentration dès que la nature du fluide est fixée. Pour obtenir une température, on utilise deux raies Raman relatives à un constituant chimique donné. Cette technique est appliquée à la turbulence particulièrement dans les problèmes de mélanges de gaz [82].

II.4 Particle Image Velocimetry (PIV)

La Vélocimétrie d'Image à Particules (PIV) est une méthode couramment utilisée pour obtenir des mesures instantanées de la vitesse et des propriétés des écoulements pour une large gamme d'applications (écoulement océanique, écoulement confiné, génie chimie).

Le principe de la méthode PIV (Fig. II.3) est basé sur les mesures des déplacements des particules ajoutées ouensemencées dans le flux. En effet, les particules sont éclairées par une lumière laser à impulsions généralement orientées vers l'axe de la caméra. Le système de caméra capture la lumière dispersée des particules. Deux images de particules sont enregistrées à deux instant différents t et t' . La vitesse est calculée à partir de la distance entre les particules sur les deux images enregistrées, du temps entre les deux impulsions laser et du grossissement du système d'imagerie.

Les systèmes PIV actuels permettent la détection de structures d'écoulement pour des dimensions microscopiques et jusqu'à un champ de vues d'une taille de plusieurs mètres carrés. Par conséquent, PIV a été utilisé avec succès pour une large gamme d'applications de soufflerie telles que la couche limite turbulente et les détections de vortex.

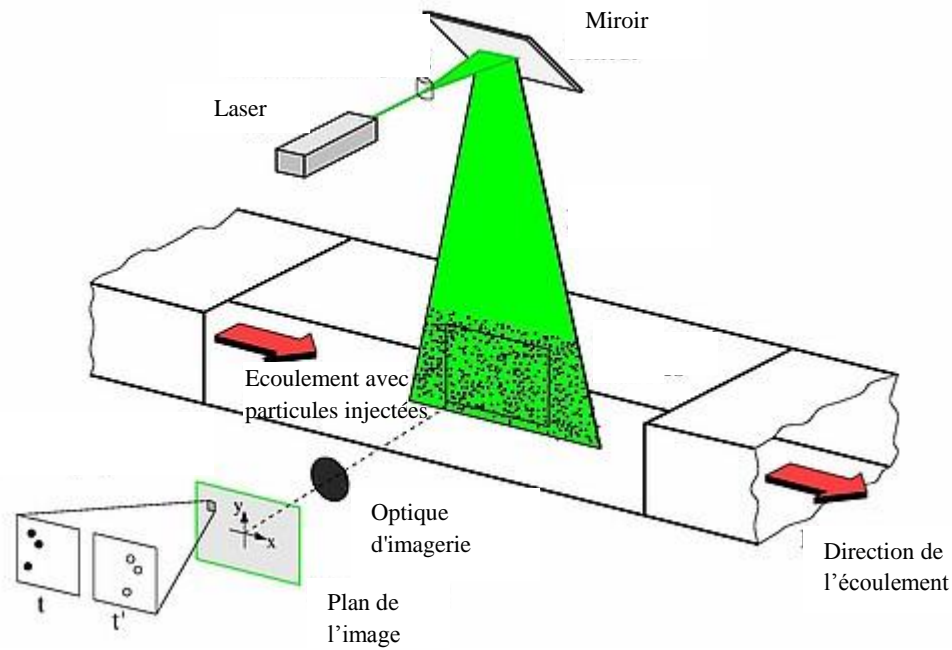


Fig. II.3 Principe de la Vélométrie d'Image à Particules

II.5 Static and Dynamic Light Scattering (SLS/DLS)

La méthode SLS/DLS est une technique bien établie pour étudier les propriétés des particules dans le domaine du génie chimie (les solutions liquides). Des informations telles que la taille, le poids moléculaire et le coefficient de diffusion sont obtenues. Le principe de base est qu'un rayon laser incident frappe un échantillon, ensuite l'intensité dispersée ou diffusée est mesurée à un certain angle θ , par un détecteur (Fig. II.4).

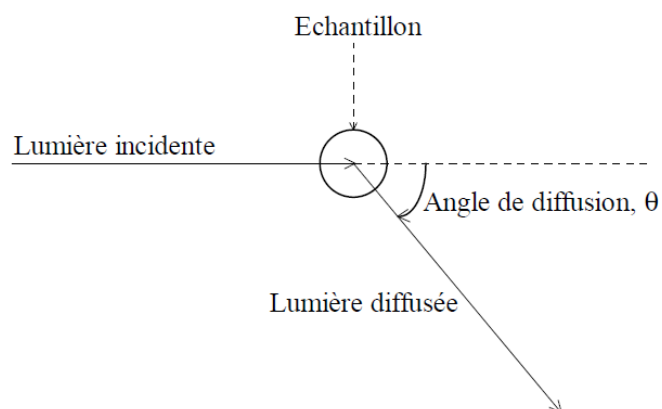


Fig. II.4 Principe des mesures par diffusion de la lumière

Cette diffusion de la lumière peut donner deux types d'informations dans le cas où le rayon des particules est bien inférieur à la longueur d'onde de la lumière incidente (Eq.II.4) : l'intensité de la lumière diffusée par les particules (SLS) et le rayon hydrodynamique de la particule (DLS),

$$\frac{2\pi nR}{\lambda} \ll 1 \quad (\text{II.4})$$

Où n est l'indice de réfraction de la particule.

Rayleigh et Van de Hulst [83, 84] ont développés cette théorie pour la diffusion de lumière. L'intensité de la lumière diffusée dépend de l'angle d'observation, et elle peut être donnée par l'équation (Eq.II.5) :

$$I(\theta) = I_0 \frac{9\pi^2 n_0^4 V^2}{\lambda^4 r^2} \left(\frac{m^2 - 1}{m^2 + 2} \right)^2 \frac{1 + \cos^2 \theta}{2} \quad (\text{II.5})$$

Où θ est l'angle de diffusion, I_0 (Hz) l'intensité initiale du faisceau incident, n_0 est l'indice de réfraction du milieu, V est le volume réel de la particule, r est la distance entre la particule et le point d'observation, $m = n/n_0$ est l'indice réfléchissant relatif au milieu.

Une diffusion de Rayleigh a les propriétés suivantes :

i) $I \propto \frac{1}{\lambda^4}$

ii) On a les mêmes intensités diffusées, en avant ($\theta = 180^\circ$) et en arrière ($\theta = 0^\circ$), l'indicatrice de diffusion est symétrique, $I(\theta) = I(\pi - \theta)$ et ne dépend pas de R .

iii) l'intensité de la lumière diffusée est proportionnelle au carré du volume de la particule massive ($m \propto V$)

$$I \propto V^2 \quad (\text{II.6})$$

La proportionnalité de l'intensité diffusée au carré du volume de la particule s'explique de la façon suivante : on suppose que la particule consiste en N molécules identiques, et que l'amplitude du champ électrique diffusée par une molécule est égale à E . Si la taille des particules est très petite par rapport à la longueur d'onde, les ondes diffusées par les N molécules sont en phase. Dans ce cas le champ électrique diffusé total E_S est égal à la somme des champs électriques diffusés par chaque molécule ($E_S = N.E$). L'intensité diffusée s'écrit alors :

$$I \propto E_s^2 = N^2 \cdot E^2 \propto N^2 \quad (\text{II.7})$$

Si la particule est homogène, c'est à dire densité de molécules est la même en tout point de la particule, le volume vrai V de la particule est proportionnel à N d'où :

$$I \propto V^2 \quad (\text{II.8})$$

Sachant que $V = \frac{4}{3}\pi R^3$ donc $I \propto R^6$

La méthode de mesure SLS/DLS est basée sur l'effet Doppler. En effet tout en étant dans un mouvement brownien, une particule peut influencer le spectre de la lumière diffusé : en raison de l'effet Doppler, il devient plus large (Fig. II.5.). Ainsi les particules qui se rapprochent du point d'observation diffusent la lumière avec $\lambda' < \lambda$.

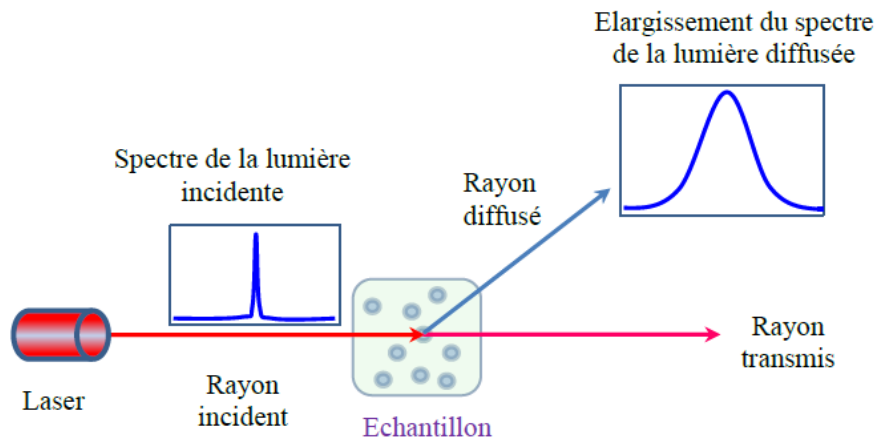


Fig. II.5 élargissement du spectre par effet Doppler

L'équation de Stokes-Einstein [85, 86] décrit la relation entre le rayon de la particule et le coefficient de diffusion (en cas d'observation sphérique des particules):

$$D = \frac{k_B T}{6\pi\mu R} \quad (\text{II.9})$$

Où μ (Pa.s) - viscosité dynamique du milieu, T (K) - température moyenne et $k_B = 1,3806 \cdot 10^{-23}$ J.molécule⁻¹.K⁻¹ est constante de Boltzmann. Cette relation montre qu'avec la température constante et dans le même milieu, le coefficient de diffusion et le rayon de la particule sont inversement proportionnels.

Considérons la relation entre le coefficient de diffusion des particules et la forme du spectre diffusé. On définit les grandeurs suivantes, liées au spectre diffusé [87]:

1) Fonction d'autocorrélation (ACF) du champ électrique E :

$$G^{(1)}(\tau) = \langle E_D^*(t) \cdot E_D(t + \tau) \rangle \quad (\text{II.10})$$

où $\langle \rangle$ correspond à la valeur moyenne sur l'ensemble des mesures et τ est le temps de corrélation.

2) Intensité spectrale $I(\omega)$ est reliée à $G^{(1)}$ par la relation suivante :

$$I(\omega) = \frac{1}{2\pi} \int_0^\infty G^{(1)}(\tau) \cdot e^{i\omega\tau} d\tau \quad (\text{II.11})$$

3) Fonction d'autocorrélation de l'intensité :

$$G^{(2)}(\tau) = \langle I_D(t) \cdot I_D(t + \tau) \rangle \quad (\text{II.12})$$

où $I_D = |E|^2$

Les fonctions normalisées $g^{(1)}$ et $g^{(2)}$ sont définies par :

$$g^{(1)}(\tau) = \frac{G^{(1)}(\tau)}{G^{(1)}(0)} \quad \text{et} \quad g^{(2)}(\tau) = \frac{G^{(2)}(\tau)}{G^{(2)}(0)} \quad (\text{II.13})$$

La fonction d'autocorrélation du champ électrique diffusé par des particules en mouvement brownien avec un coefficient de diffusion D est donnée par la relation [88]:

$$g^{(1)} \propto e^{-D q^2 \tau - i\omega_0 \tau} \quad (\text{II.14})$$

Où, ω_0 est la fréquence angulaire ($\omega_0 = \frac{2\pi}{\nu}$, où ν est la viscosité) de la lumière incidente et

$q = \frac{4\pi n_0}{\lambda} \sin\left(\frac{\theta}{2}\right)$ est le transfert de vecteur d'onde de la diffusion.

Dans les expériences de diffusion de la lumière dynamique (DLS), on obtient habituellement la fonction d'autocorrélation d'intensité de la lumière diffusée $g^{(2)}$. Si la lumière diffusée suit une statistique gaussienne (ce qui est vrai s'il y a beaucoup de particules dans le volume de diffusion), $g^{(1)}$ et $g^{(2)}$ sont liés par la relation de Glauber [89]:

$$g^{(2)}(\tau) = |g^{(1)}(\tau)|^2 + 1 \quad (\text{II.15})$$

Ainsi, à partir de l'équation (II-13), on obtient pour $g^{(2)}$:

$$g^{(2)}(\tau) = e^{-2\Gamma\tau} + 1 \quad (\text{II.16})$$

Où $\Gamma = Dq^2$

Donc à partir de la valeur de $g^{(2)}$, on identifie le coefficient de diffusion D , ensuite à l'aide de l'équation d'Einstein-Stokes (II-8), on peut remonter au rayon de la population de particules. En pratique, la fonction mesurée est la suivante :

$$G^{(2)}(\tau) = A + Be^{-2\Gamma\tau} \quad (\text{II.17})$$

Sachant que la fonction d'autocorrélation (ACF), est exprimée par la relation (II-17). Nous utiliserons la méthode des moindres carrés non linéaire permettant de déterminer directement les valeurs de A , B et Γ .

Le schéma du dispositif expérimental pour les mesures DLS (Fig. II.6) est constitué de trois parties principales :

I) Le premier bloc : source laser (20 mW, physique des spectres laser He-Ne, $\lambda = 632,8\text{nm}$).

II) Le deuxième bloc : un système optique équipé de deux sondes à fibres.

III) Le troisième bloc : il contient plusieurs appareils électroniques : photomultiplicateur, amplificateur, discriminateur, corrélateur numérique pour l'acquisition de données et l'ordinateur pour le traitement des données.

La Figure II.7 présente une fonction d'autocorrélation de la lumière diffusée par une solution aqueuse de latex de polystyrène monodisperse de rayon $R = 50\text{ nm}$. Dans cette expérience, nous avons utilisé un laser He-Ne de longueur d'onde $\lambda = 632,8\text{ nm}$, $\theta = 90^\circ$ et $n_0 = 1,33$ (indice de réfraction de l'eau à 20°C).

L'ACF mesurée est une forme exponentielle décroissante, ce qui signifie que les particules sont monodisperses. L'analyse de cette fonction par la méthode des moindres carrés non linéaire permet de déterminer les coefficients A , B , Γ . Les paramètres expérimentaux sont : la longueur d'onde du laser $\lambda = 632,8\text{ nm}$, angle de diffusion $\theta = 90^\circ$, indice de réfraction de l'eau à 20°C $n_0 = 1,33$, avec $\Gamma = Dq^2$ et $q = \frac{4\pi n_0}{\lambda} \sin\left(\frac{\theta}{2}\right)$, donc le coefficient de diffusion donné par la courbe ACF est $D = 4,20 \cdot 10^{-12}\text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. À partir de D et en utilisant de la loi de Stokes-Einstein (II-8), la valeur du rayon des particules est obtenue : $R = 50,7 \pm 1\text{ nm}$. Cette valeur est en bon accord avec celle indiquée par le fournisseur du latex.

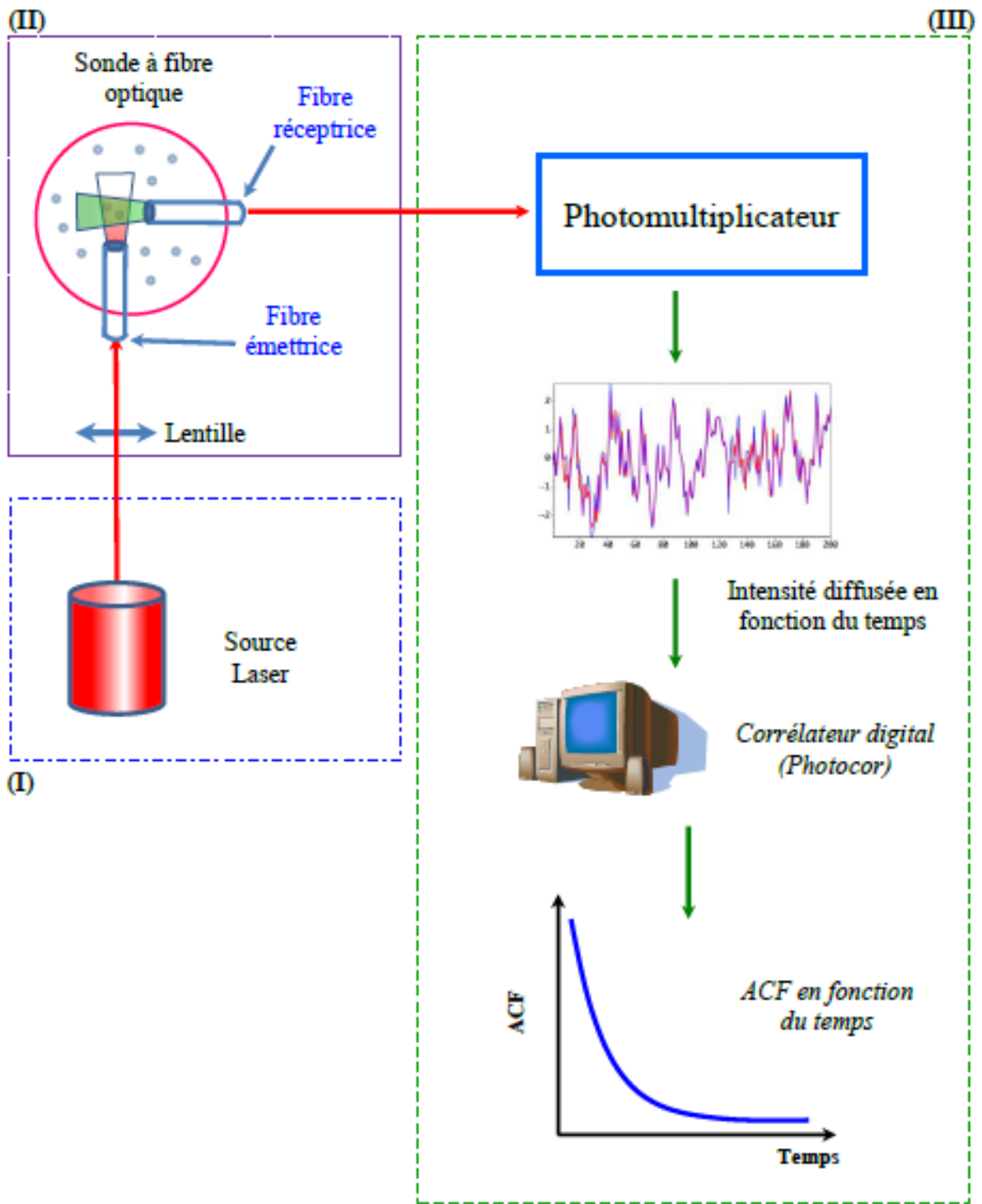


Fig. II.6. Schéma du dispositif expérimental pour les mesures DLS/SLS.

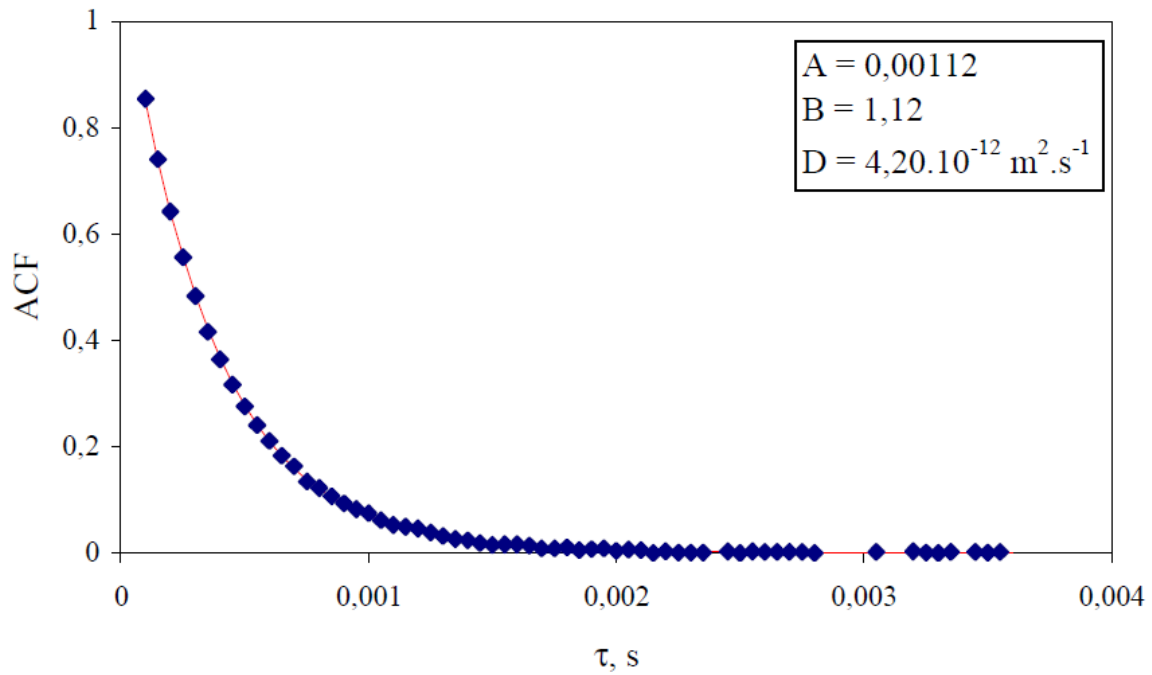


Fig. II.7 Fonction d'autocorrélation de la lumière diffusée par une suspension aqueuse de latex de polystyrène ($R = 50 \text{ nm}$) à 20°C

II.6 Conclusion

Ce chapitre a permis d'énoncer les méthodes les plus utilisées dans la littérature pour visualiser un écoulement turbulent et caractériser les particules qui s'y trouvent. Pour notre application, l'objectif est de visualiser et mettre en évidence le phénomène de cavitation présent dans le T-mélange et de le caractériser en termes de taille et de nombre de bulles. Pour cela, on a choisi la méthode SLS/DLS (Static Light Scattering/Dynamic light scattering) et c'est la première fois que cette méthode est utilisée pour mesurer la taille des bulles de cavitation dans un écoulement turbulent. Par contre, pour caractériser le nombre de ces bulles nous utiliseront les simulations numériques et la mécanique des fluides numérique (CFD).

CHAPITRE III. LA MÉCANIQUE DES FLUIDES NUMÉRIQUE (CFD)

Ce chapitre a pour objectif principal de rappeler les principes fondamentaux de la mécanique des fluides numérique. Cette méthode de calcul numérique est nommée CFD provenant de l'anglais "Computational Fluid Dynamics". Cette partie permettra aussi au lecteur de se familiariser avec la terminologie propre de la CFD. Dans la première partie de ce chapitre les équations de Navier-stokes pour la modélisation des écoulements multiphasiques seront rappelées. Par la suite la méthode de discrétisation pour résoudre ce système d'équation sera présentée. Finalement les différents modèles utilisés durant nos simulations numériques seront évoqués.

III.1 Introduction à la CFD

Le terme CFD signifie la modélisation et le calcul numérique appliqué à la mécanique des fluides. Cette méthode consiste à caractériser les écoulements fluides par la résolution des équations fondamentales de mécanique des fluides, moyennant différents modèles en fonction de la nature de l'écoulement (Laminaire, turbulent, multiphasique ...). Les calculs par CFD ont pris de l'ampleur après la publication des équations de Navier-Stokes. Ces équations ont été présentées tout d'abord par Claude-Louis Navier (1822) [90] et complétées, ensuite, par Gabriel Stokes (1845) [91]. Par contre, c'est qu'au début des années 1950 que le développement de la CFD a commencé, et ceci grâce au développement des méthodes de calcul numérique et surtout grâce à l'apparition de machines de calcul qui ont permis la résolution des équations pour des géométries complexes. Par contre, durant cette période la puissance des machines n'était pas encore suffisante pour exploiter au maximum cette technique. Ce n'est que pendant les années 90, avec l'apparition de puissantes machines de calculs, que des temps de calcul raisonnables ont pu être envisageables pour la résolution de ces équations.

Principalement, la méthode CFD a été utilisée en génie des mécaniques des fluides afin de caractériser les écoulements en présence d'obstacle pour mieux les profiler. De nos jours, la CFD est de plus en plus présente dans différents domaines et industries (aéronautique, automobile, chimie...). Parmi ces domaines, le domaine du génie chimique est considéré comme le plus complexe en raison du couplage entre les réactions chimiques, les phénomènes de transfert de matière, transfert de chaleur et des quantités de mouvements ainsi que la

présence, dans certain cas, des écoulements multiphasiques (liquide-solide, liquide-gaz et liquide-gaz-solide).

III.2 Les équations de Navier-stokes

Les équations de Navier-Stokes sont des équations aux dérivées partielles non linéaires qui décrivent le mouvement des écoulements fluides newtoniens (liquide et gaz ordinaires). Ces équations relient la vitesse et la pression en chaque point de l'écoulement. La résolution de ces équations modélisant un fluide comme un milieu continu est difficile. Néanmoins, des solutions approchées sont envisageables moyennant des modèles numériques des différents phénomènes présents dans l'écoulement. Les trois composantes de vitesses et de pressions sont ainsi déterminées en rajoutant les conditions aux frontières et les conditions limites qui permettent l'unicité de la solution.

Les équations de Navier-stokes moyennées qui sont obtenues en introduisant une décomposition des composantes spatiales de la vitesse instantanée u_i en sa moyenne temporelle $\langle u_i \rangle$ et sa fluctuation u_i' sont décrites par les équations de conservation de mouvement et celle de continuité suivante :

$$\frac{\partial \langle u_i \rangle}{\partial t} + \frac{\partial \langle u_j' u_i' \rangle}{\partial x_j} + \frac{\partial \langle u_j u_i \rangle}{\partial x_j} = -\frac{1}{\rho} \frac{\partial \langle P \rangle}{\partial x_i} + \nu \frac{\partial^2 \langle u_i \rangle}{\partial x_j \partial x_j} \quad (\text{III.1})$$

$$\frac{\partial \langle u_i \rangle}{\partial x_i} = 0$$

Où P est la pression, ρ la masse volumique et ν est la viscosité.

La résolution de ces équations est différente en fonction de la nature de l'écoulement. En effet, il existe deux types d'écoulement, laminaire et turbulent. Quand l'écoulement d'un liquide est le siège de multiples tourbillons, on dit que cet écoulement est turbulent. Au contraire, si l'écoulement semble se faire de manière bien parallèle, on parle d'écoulement laminaire.

Les écoulements turbulents se repèrent particulièrement au voisinage d'obstacles où d'un changement de direction du fluide, par exemple les vagues sur les rochers. La différence entre les deux situations est schématisée sur la Figure III.1: en haut l'écoulement laminaire, en bas l'écoulement turbulent.

Ce qui fait la différence, c'est que dans un écoulement turbulent, les petites perturbations donnent naissance à des tourbillons. Au contraire dans un écoulement laminaire, les perturbations se résorbent rapidement et l'écoulement reprend son cours sans présence de tourbillons.

Pour caractériser la nature d'un écoulement, Osborne Reynolds a mis en évidence en 1883 le nombre de Reynolds (Re) qui représente le rapport entre les forces d'inertie et les forces visqueuses et permet de déterminer la nature du régime de l'écoulement (laminaire ou turbulent).

$$Re = \frac{\rho v d}{\mu} \quad (\text{III.1})$$

Où ρ , v et μ représentent respectivement, la masse volumique, la vitesse et la viscosité dynamique de l'écoulement. Le nombre de Reynolds est un nombre adimensionnel.

Bien que le nombre de Reynolds puisse varier de manière énorme d'un écoulement à l'autre, la frontière entre l'écoulement laminaire et l'écoulement turbulent est en fait assez mince. On estime qu'un écoulement devient turbulent pour un nombre de Reynolds supérieur à 2500. Dans un article récemment publié [92], Avila et al. ont réalisés une expérience très délicate pour déterminer avec précision ce moment critique où les perturbations deviennent des tourbillons.

Ce nombre de Reynolds critique correspond en gros au moment où les forces visqueuses ne sont plus suffisamment fortes pour résorber les tourbillons. Comme vous pouvez en douter, la compréhension de cette limite entre turbulent et laminaire est d'une grande importance pour beaucoup d'applications technologiques, comme en ingénierie des procédés ou en aéronautique.

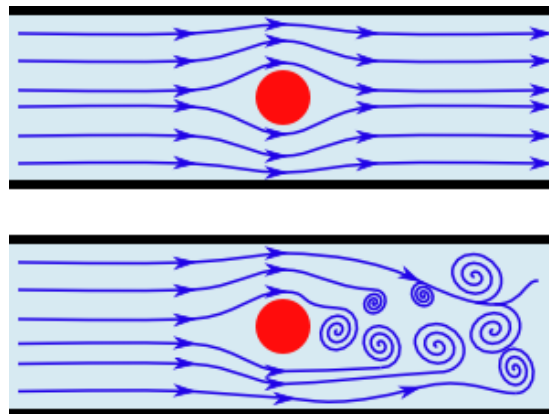


Fig. III.1. (Haut) Écoulement laminaire, (bas) écoulement turbulent.

L'écoulement turbulent ($Re=5000$) est considérée dans ce travail. Dans ce qui suit, je vous propose une description des différents modèles numériques permettant la résolution des équations de Navier-Stokes pour les écoulements turbulents.

III.3 Les modèles de turbulence

La turbulence [93] est un phénomène qui a lieu dans un écoulement lorsque les gradients de vitesses deviennent très importants. Cela se traduit par une perturbation au niveau du fluide. Un écoulement turbulent est caractérisé par :

- Un nombre de Reynolds très important ($Re > 3000$), et plus ce nombre est important plus la différence de taille entre les petites et les grandes structures, qui interagissent entre elles, présentes dans l'écoulement est grande.
- L'irrégularité dans l'espace et le temps : les perturbations ont tendance à augmenter pour les fluides à faible viscosité. Donc, la caractérisation d'un écoulement turbulent peut se faire qu'à travers des grandeurs moyennes et fluctuantes. Ceci rend sa modélisation très délicate.
- Un caractère dissipatif : la dissipation de l'énergie cinétique turbulent produite aux différentes échelles, à cause de la viscosité du fluide, se transforme en chaleur.
- Un caractère diffusif : la turbulence augmente le taux de mélange et de diffusion des espèces chimiques dans l'écoulement.

La turbulence a été activement étudiée [94-96] durant ces dernières années, ce qui a permis de développer beaucoup de modèles qui permettent sa modélisation.

-La DNS (Direct Numerical Simulation) [97]: cette méthode consiste à avoir un maillage plus fin que le plus petit tourbillon dans l'écoulement. Cette méthode est extrêmement gourmande en ressource et en temps.

-LES (Large Eddy Simulation) [97]: pour cette méthode le maillage est un peu plus grossier que pour la DNS. Les tourbillons plus fins que le maillage est pris en compte par un modèle physique (moyenne spatiale des équations de Navier-Stokes), seuls les grands tourbillons sont simulés.

-RANS (Reynolds-Averaged Navier–Stokes equations) [98]: cette méthode est la plus économique en ressources. De ce fait, Elle est très utilisée pour les applications industrielles dans le domaine de la recherche. Parmi les modèles RANS, le modèle $k-\varepsilon$ est le plus utilisé dans le cas des écoulements incompressibles. Il s'agit d'un modèle semi empirique, basé sur le haut nombre de Reynolds. Deux équations de conservation doivent être résolues : l'énergie turbulente k et la dissipation de l'énergie cinétique turbulente ε .

Le Tableau.1 permet de voir la différence sur le nombre de mailles nécessaire pour une simulation d'un écoulement simple ($Re=5000$) entre les modèles LES et DNS.

	LES	DNS
Longueur de la plus petite maille	$\lambda_g = \frac{L}{Re^{1/2}}$ (Longueur de Taylor)	$\eta = \frac{L}{Re^{3/4}}$ (Longueur de Kolmogorov)
Nombre d'élément correspondant	$N \approx Re^{3/2} = 2\,000\,000$ éléments	$N \approx Re^{9/4} = 3\,000\,000\,000$ éléments

Tableau.1 Comparaison entre le modèle LES et DNS

L'utilisation des méthodes DNS et LES est impossible dans notre cas vu que le cout de calcul est très élevé. Donc on utilisera le modèle de turbulence (k-ε) afin d'étudier le comportement turbulent de notre écoulement.

III.3.1 Modèle de turbulence (k-ε)

Pour prédire les écoulements turbulents, parmi les modèles de turbulences, le modèle k-ε [99] est le plus utilisé, dans la littérature [100-102] et dans les codes commerciaux de calcul tels que Fluent,. Pour un fluide newtonien incompressible, deux équations de transport sont résolues: k (l'énergie cinétique de la turbulence) et ε (la dissipation de la turbulence) à partir des équations de Navier-stokes et l'équation de continuité (III.1):

$$\frac{\partial \langle u_i \rangle}{\partial t} + \frac{\partial \langle u_j' u_i' \rangle}{\partial x_j} + \frac{\partial \langle u_j u_i \rangle}{\partial x_j} = -\frac{1}{\rho} \frac{\partial \langle P \rangle}{\partial x_i} + \nu \frac{\partial^2 \langle u_i \rangle}{\partial x_j \partial x_j} \quad (\text{III.1})$$

$$\frac{\partial \langle u_i \rangle}{\partial x_i} = 0$$

Le tenseur de contrainte de Reynolds peut être exprimé comme suit :

$$\tau_{ij} = \langle u_j' u_i' \rangle \quad (\text{III.2})$$

La fermeture utilisée sur la contrainte de Reynolds est basée sur la viscosité. C'est pour exprimer le fait que la contrainte de Reynolds se comporte avec toutes les contraintes visqueuses:

$$\langle u_j' u_i' \rangle = -\nu_t \left(\frac{\partial \langle u_i \rangle}{\partial x_j} + \frac{\partial \langle u_j \rangle}{\partial x_i} \right) + \frac{2}{3} \delta_{ij} k \quad (\text{III.3})$$

ν_t est la viscosité du fluide et k est l'énergie cinétique turbulente instantanée,

Elle est exprimée comme suit:

$$k = \frac{1}{2} \langle u_i' \rangle^2 \quad (\text{III.4})$$

Dans la mise en œuvre de ce modèle, l'expression de Kolmogorov-Prandtl [103] concernant la viscosité turbulente est utilisée :

$$\nu_t = c_\mu \frac{k^2}{\varepsilon} \quad (\text{III.5})$$

Les équations à résoudre pour le modèle K- ε sont donc :

$$\frac{\partial k}{\partial t} + u_j \frac{\partial k}{\partial x_j} = -\langle u'_j u'_i \rangle \frac{\partial u_j}{\partial x_j} - \varepsilon + \frac{\partial}{\partial x_j} \left((\nu + \sigma_k \nu_t) \frac{\partial k}{\partial x_j} \right) \quad (\text{III.6})$$

$$\frac{\partial \varepsilon}{\partial t} + u_j \frac{\partial \varepsilon}{\partial x_j} = -C_{\varepsilon 1} \langle u'_j u'_i \rangle S_{ij} \frac{\varepsilon}{k} - C_{\varepsilon 2} \frac{\varepsilon^2}{k} + \frac{\partial}{\partial x_j} \left((\nu + \sigma_\varepsilon \nu_t) \frac{\partial \varepsilon}{\partial x_j} \right) \quad (\text{III.7})$$

où,

$$S_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial \langle u_i \rangle}{\partial x_j} + \frac{\partial \langle u_j \rangle}{\partial x_i} \right) \text{ est la vitesse moyenne du tenseur de déformation}$$

C_μ , $C_{\varepsilon 1}$, $C_{\varepsilon 2}$, σ_k , σ_ε sont des constantes ajustées de notre modèle. Ils sont déterminés par des expériences sur les flux fondamentaux et donnés dans le tableau suivant.

Table 1: Constantes du modèle k- ε

C_μ	$C_{\varepsilon 1}$	$C_{\varepsilon 2}$	σ_k	σ_ε
0,09	1,44	1,92	1,0	1,3

III.4 Écoulements multiphasiques

Un écoulement multiphasique [104] est caractérisé par la présence d'au moins deux états thermodynamiques différents (liquide-solide, liquide-gaz), ou bien un état thermodynamique avec différents états chimiques (huile-eau). Les écoulements multiphasiques sont présents dans la plupart des applications (alimentation, chimie, pétrochimie...). Afin de modéliser ces écoulements, des systèmes d'équations supplémentaires doivent être ajoutées. En CFD, il existe deux approches pour modéliser ce genre d'écoulement : l'approche Eulérienne-Lagrangienne et Eulérienne-Eulérienne.

L'approche Eulérienne-Lagrangienne [105] considère que seule la phase primaire est continue. Elle est souvent utilisée pour les simulations DNS afin de résoudre les champs vectoriels et les équations de mouvements pour chaque particule, d'où un cout de calcul très

important. Ceci réduit son domaine d'application pour les écoulements dont la fraction volumique de la phase (où les phases) secondaire est faible.

L'approche Eulérienne-Eulérienne [106] considère que la phase primaire et secondaire comme milieu continu, ce qui permet de travailler avec des maillages plus larges. Néanmoins, des équations et des modèles empiriques sont rajoutés à l'ensemble des équations différentielles de mouvement.

Une étude détaillée des deux approches est présente dans le travail de Van Wachem et al. [107], Enwald et al. [108] et Deen et al. [109]. En effet, pour un écoulement avec une faible concentration de particules, l'approche Eulérienne-Lagrangienne est recommandée. Par contre si la distribution de particules est dense et l'interaction entre les deux phases est très importante, l'écoulement sera efficacement simulé avec l'approche Eulérienne-Eulérienne. Nous avons donc retenu cette approche pour nos travaux. Dans la section suivante on présentera plus en détail cette approche.

III.4.1 Modèle Eulérien-Eulérien

Le modèle multiphase eulérien dans ANSYS Fluent [103] permet la modélisation de plusieurs phases distinctes. Ces phases peuvent être en interaction. Les phases peuvent être liquides, gaz, solides et dans presque toutes les combinaisons. La pression est considérée identique pour chacune des phases. Le flux est considéré comme continu est décrit par l'incorporation du terme de fraction volumique, désignées ici par α_q . Ce terme est nécessaire pour modifier les équations de Navier-stokes. En effet, il représente l'espace occupé par chaque phase.

$$\alpha_q = \frac{V_f}{V_t} \quad (\text{III.8})$$

Où V_f, V_t sont respectivement le volume de la phase et le volume total.

Cependant l'équation (III.8) doit satisfaire la condition suivante :

$$\sum_{q=1}^n \alpha_q = 1 \quad (\text{III.9})$$

Les équations de continuité et de quantité de mouvement sont ainsi résolues pour chaque phase et le couplage est assuré par la pression et les coefficients d'échange entre les phases.

L'équation de conservation de masse pour chaque phase est donné par :

$$\frac{\partial}{\partial t}(\alpha_q \rho_q) + \nabla(\alpha_q \rho_q u_{i,q}) = \sum_{p=1}^n (\overline{m_{pq}} - \overline{m_{qp}}) \quad (\text{III.10})$$

Où α_q , ρ_q , $u_{i,q}$, $\overline{m_{pq}}$ et $\overline{m_{qp}}$ sont respectivement la fraction volumique, la masse volumique et la vitesse de la phase secondaire, le transfert de matière entre la phase p et q et de la phase q vers la phase p.

III.5 Modèle de cavitation

La cavitation [46] est un phénomène de discontinuité apparaissant au sein d'un fluide en raison d'une chute complète de la pression, sans changement important de la température. Un liquide à température constante peut être soumis à une pression décroissante, qui peut tomber en dessous de la pression de vapeur saturée. Le processus de rupture du liquide par une diminution de la pression à température constante est appelé cavitation. Le liquide contient également les microbulles de gaz non condensables ou des noyaux qui, sous une pression décroissante, peuvent pousser et former des cavités. Dans de tels procédés, des variations de densité très importantes se produisent dans les régions à basse pression.

Les modèles de cavitations proposées par le logiciel Fluent sont les suivant :

- Le modèle de Singhal et al. [106] : ce modèle est utilisé pour inclure les effets de cavitation dans les flux à deux phases lorsque le modèle de mélange est utilisé. Il est aussi connu sous le nom de « Full Cavitation Model » qui a été implémenté dans ANSYS Fluent depuis la version 6.1.
- Le modèle de Zwart-Gerber-Belamri : ce modèle est utilisé à la fois pour les modèles de mélange ainsi que les modèles Eulériens multiphases.
- Le modèle de Schnerr et Sauer [110]: c'est le modèle par défaut proposé par Fluent. ce modèle est utilisé à la fois pour les modèles de mélange ainsi que les modèles Eulériens multiphases.

Les modèles Zwart-Gerber-Belamri et Schnerr et Sauer ne tiennent pas compte des effets des gaz non condensables. Par contre, le modèle de Singhal et al. exige que la phase primaire soit liquide et que la phase secondaire soit vapeur.

Une étude comparative a été effectuée dans la partie IV.3.2 qui nous a permis de choisir le modèle de cavitation de Singhal et al. pour simuler la cavitation dans notre écoulement.

Pour ce modèle, le transfert de masse liquide-vapeur (évaporation et condensation) est contrôlé par l'équation de transport de la phase vapeur suivante:

$$\frac{\partial}{\partial t} [\alpha \rho_v] + \nabla \cdot [\alpha \rho_v \vec{V}_v] = R_e - R_c \quad (\text{III.11})$$

Où, ρ_v la densité de la phase vapeur, α est la fraction volumique de la phase vapeur, \vec{V}_v est le vecteur vitesse de la phase vapeur, R_e, R_c sont respectivement les termes de transfert de masse liés à la croissance et à l'effondrement des bulles de vapeur.

Dans cette simulation, le but est d'étudier la cinétique de croissance des bulles, depuis leur apparition, tout au long de la jambe du T de mélange.

L'équation de dynamique des bulles peut être dérivée de l'équation de Rayleigh-Plesset [31] généralisée:

$$R_b \frac{D^2 R_b}{Dt^2} + \frac{3}{2} \left(\frac{D R_b}{Dt} \right)^2 = \left(\frac{P_b - P}{\rho_l} \right) - \frac{4V_l}{R_b} \dot{R}_b - \frac{2\sigma}{\rho_l R_b} \quad (\text{III.12})$$

Où, ρ_l est la densité de la phase liquide, R_b est le rayon de bulle, P_b est la pression des surfaces des bulles, P est la pression locale en champ lointain.

En négligeant les termes du second ordre et la force de tension superficielle, l'équation (III.11) devient:

$$\frac{D R_b}{Dt} = \sqrt{\frac{2}{3} \frac{P_b - P}{\rho_l}} \quad (\text{III.13})$$

Pour résoudre ces équations, on a choisi comme modèle de cavitation le modèle développé par Singhal et al. [106], qui est le modèle le plus utilisé dans la littérature et la simulation de la cavitation. Ce modèle tient compte de tous les effets du premier ordre (c'est-à-dire le changement de phase, la dynamique des bulles et les fluctuations de la pression turbulente). Il a la capacité de prendre en compte les flux ou les écoulements multiphasiques (N-phase) avec le transport des espèces multiphasiques, les effets des vitesses de glissement entre les phases liquide et gazeuse et la compressibilité des phases liquide et gazeuse. Ce modèle de cavitation peut être utilisé avec le modèle multiphase.

Pour calculer les taux de changement de phase, Singhal et al. ont utilisés les équations de continuité suivantes:

Phase liquide

$$\frac{\partial}{\partial t} [(1 - \alpha) \rho_l] + \nabla \cdot [(1 - \alpha) \rho_l \vec{V}] = -R \quad (\text{III.14})$$

Phase vapeur

$$\frac{\partial}{\partial t} [\alpha \rho_v] + \nabla \cdot [\alpha \rho_v \vec{V}] = R \quad (\text{III.15})$$

Mélange

$$\frac{\partial}{\partial t} (\rho) + \nabla \cdot (\rho \vec{V}) = 0 \quad (\text{III.16})$$

Où, ρ , ρ_l et ρ_v sont respectivement la densité du mélange, la densité de la phase liquide et la densité de la phase vapeur, α est la fraction volumique de la phase vapeur.

La densité du mélange ρ est définie comme suit:

$$\rho = \alpha \rho_v + (1 - \alpha) \rho_l \quad (\text{III.17})$$

La fraction de volume de la phase vapeur (α) peut être liée à la densité de nombre de bulles (n) et au rayon de bulle (R_b)

$$\alpha = n \cdot \left(\frac{4}{3}\right) \cdot \pi \cdot R_b^3 \quad (\text{III.18})$$

La combinaison entre les équations (III.14), (III.15) et (III.16) donne une relation entre la densité du mélange (ρ) et la fraction de volume de vapeur (α):

$$\frac{D\rho}{Dt} = -(\rho_l - \rho_v) \frac{D\alpha}{Dt} \quad (\text{III.19})$$

En remplaçant l'équation (III.18) dans l'équation (III.19) on trouve l'équation suivante:

$$\frac{D\rho}{Dt} = -(\rho_l - \rho_v) (4n\pi)^{\frac{1}{3}} (3\alpha)^{\frac{2}{3}} \frac{DR_b}{Dt} \quad (\text{III.20})$$

En utilisant l'équation (III.13), et en combinant les équations (III.14), (III.15), (III.19) et (III.20), l'expression pour le taux de changement de phase (R) est finalement :

$$R = (4n\pi)^{\frac{1}{3}} (3\alpha)^{\frac{2}{3}} \frac{\rho_l \rho_v}{\rho} \left[\frac{2}{3} \left(\frac{P_b - P}{\rho_l} \right) \right]^{\frac{1}{2}} \quad (\text{III.21})$$

Ici, R représente le taux de génération ou d'évaporation de la phase vapeur, c'est-à-dire le terme source R_e dans l'équation (III.11). Tous les termes, sauf n , sont soit des constantes connues, soit des variables dépendantes. En l'absence d'un modèle général d'estimation de la densité des nombres de bulles, l'expression du taux de changement de phase est réécrite en terme de rayon de bulle (R_b), comme suit:

$$R = \frac{(3\alpha)}{R_b} \frac{\rho_l \rho_v}{\rho} \sqrt{\left[\frac{2}{3} \left(\frac{P_b - P}{\rho_l} \right) \right]} \quad (\text{III.22})$$

Basé sur l'équation (III.22), Singhal et al. proposent le model et les équations suivantes pour calculer le taux de transfert de masse lié à la croissance et à l'effondrement des bulles de vapeur:

Si $P \leq P_b$

$$R_e = F_{vap} \frac{\max(1.0, \sqrt{k})(1-f_v-f_g)}{\sigma} \rho_l \rho_v \sqrt{\left[\frac{2}{3} \left(\frac{P_b-P}{\rho_l}\right)\right]} \quad (\text{III.23})$$

Si $P \geq P_b$

$$R_c = F_{cond} \frac{\max(1.0, \sqrt{k})f_v}{\sigma} \rho_l \rho_v \sqrt{\left[\frac{2}{3} \left(\frac{P-P_b}{\rho_l}\right)\right]} \quad (\text{III.24})$$

Où, f_v : Fraction massique de la phase vapeur, f_g : Fraction massique de la phase gaz ou vapeur, $F_{vap} = 0,02$ et $F_{cond} = 0,01$ sont les constantes du modèle.

Maintenant qu'on a mis en place le modèle de cavitation, le modèle PBM (Population Balance Model) sera utilisé afin de permettre la caractérisation des bulles de vapeur (taille, nombres).

III.6 Population Balance Model (PBM)

Le modèle de bilan de population décrit l'évolution temporelle et spatiale d'une population d'entités dénombrables possédant un certain nombre de propriétés. Pour décrire ce modèle, il faut introduire un nouveau terme dit vecteur d'état des particules (Particle state vector). Le vecteur d'état des particules est caractérisé par une série de coordonnées externes (x_i) qui représentent la position dans l'espace et des coordonnées internes (φ) qui représentent la taille des particules, la composition et même la température.

L'équation de bilan de population fait le lien entre la distribution de taille des particules, la cinétique réactionnelle et l'évolution des particules. L'équation générale du bilan de population [111] en présence de nucléation-croissance et collapse des bulles peut être exprimée comme suit:

$$\begin{aligned} \frac{\partial}{\partial t} [n(V, t)] + \nabla \cdot [u_i n(V, t)] + \underbrace{\nabla_v \cdot [G_v(V) n(V, t)]}_{\text{Terme de croissance}} \\ = \underbrace{\frac{1}{2} \int_0^V a(V - V', V') n(V - V', t) n(V', t) dV'}_{\text{Naissance due à aggregation}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
& - \underbrace{\int_0^V a(V, V') n(V, t) n(V', t) dV'}_{\text{Décès dû à l'agrégation}} \\
& + \underbrace{\int_{\Omega_V} p g(V') \beta(V \setminus V') n(V', t) dV'}_{\text{Naissance due à une rupture}} \\
& - \underbrace{g(V) n(V, t)}_{\text{Décès due à une rupture}}
\end{aligned} \tag{III.25}$$

La résolution de cette équation est très complexe, plusieurs méthodes ont été proposées. Parmi les plus utilisées, on peut citer la méthode des moments, la méthode des classes et la méthode de quadrature des moments.

III.6.1 Méthode des classes

La méthode des classes est l'une des méthodes les plus utilisées en génie chimie tel que la précipitation et la cristallisation. Elle permet de simuler la distribution de tailles (PSD) des particules dans l'ensemble de l'écoulement. Cette méthode a été développée par Hounslow et al. [112], Litster et al. [113] et Ramkrishna et al. [114]. Cette méthode permet de donner la PSD directement, néanmoins son utilisation est contrainte par la connaissance en amont de la gamme de taille des particules et c'est possible qu'un nombre important de classe soit nécessaire [115, 116].

L'équation de bilan de population est écrite en fonction de la fraction volumique de chaque classe de taille de particule i :

$$\frac{\partial}{\partial t} (\rho_s \alpha_i) + \nabla \cdot (\rho_s u_i \alpha_i) + \frac{\partial}{\partial t} \left(\frac{G_v \rho_s \alpha_i}{V} \right) = \rho_s V_i (B_{ag,i} - D_{ag,i}) \tag{III.25}$$

Où $B_{ag,i}$ et $D_{ag,i}$ représentent respectivement les termes d'apparition et la disparition des particules, ρ_s est la masse volumique de la seconde phase, G_v la vitesse de croissance qui s'exprime par :

$$G_v = \frac{\partial V}{\partial t} = 3K_v L^2 G \tag{III.26}$$

Où G est la vitesse de croissance basée sur la taille de particule exprimée par $G = \frac{\partial L}{\partial t}$ et K_v est le facteur de forme volumique.

α_i est la fraction volumique exprimée par $\alpha_i = N_i V_i$, V_i est le volume de particule de taille L_i .

$$N_i(t) = \int_{V_i}^{V_{i+1}} n(V, t) dV \quad (\text{III.27})$$

III.6.2 Méthode des moments

La méthode des moments a été proposée par Randolph et Larson [117]. Elle transforme l'équation de bilan de population en un ensemble d'équations de transport des moments m_k .

$$m_k(x_i, t) = \int_0^\infty n(L, x_i, t) L^k dL \quad \text{où } k = 0, 1, \dots, N - 1 \quad (\text{III.28})$$

A partir de ces moments, des informations précises sur les propriétés des particules sont obtenues : nombre (N_{total}), longueur (L), volume (V_{total}) et l'air (A_{total}). Le diamètre (d) de particule est ainsi obtenu :

$$N_{total} = m_0 \quad (\text{III.29})$$

$$L_{total} = m_1 \quad (\text{III.30})$$

$$A_{total} = K_s m_2 \quad (\text{III.28})$$

$$V_{total} = K_v m_3 \quad (\text{III.31})$$

$$d = \frac{m_4}{m_3} \quad (\text{III.32})$$

L'inconvénient de cette méthode est qu'elle ne permet pas de prédire une bonne distribution de taille des particules. En effet, elle ne donne accès qu'à des propriétés moyennes ou globales de l'écoulement étudié.

III.6.3 Méthode de quadrature des moments

Cette méthode a été développée par McGraw et al. [118], elle est surtout utilisée pour décrire l'évolution des aérosols. L'avantage de cette méthode est qu'elle nécessite moins d'équation à résoudre. En effet, elle utilise une approximation numérique des intégrales des moments par une formule de quadrature de Gauss à N_q points :

$$m(k, t) = \int_0^\infty L_i^k n(l) dL \approx \sum_{i=1}^{N_q} w_i(t) L_i^k(t) \quad (\text{III.33})$$

Où w_i, L_i^k sont respectivement la taille et le poids de la quadrature exprimée à partir du premier moment de distribution. La méthode de Mc Graw consiste à construire une matrice Jacobienne diagonale à partir des N_q moments et de l'inverser ensuite pour obtenir la taille des particules.

Dans ce travail, la méthode des classes a été adoptée. On a choisi cette méthode pour deux raisons : sa simplicité de mettre en œuvre et surtout qu'elle permet de calculer directement la PSD (Particle size distribution).

III.7 Méthode de discrétisation

Afin de résoudre les équations décrites dans la section précédente, il faut choisir une méthode de discrétisation adaptée au problème, car ces équations n'ont pas de solution analytique. La méthode de discrétisation permet de trouver une solution proche de la solution exacte (analytique) en résolvant une série d'équations algébriques. Ces équations sont résolues dans l'espace et dans le temps pour différentes positions (points) définies par un maillage numérique.

III.7.1 Discrétisation du domaine (maillage)

La discrétisation du domaine, où la création du maillage, est une étape extrêmement importante pour résoudre les équations du problème. Cette étape consiste à diviser le domaine géométrique du problème en un ensemble de sous-domaine (volume de contrôle VC) et l'ensemble de ces VC forme le maillage (Fig. III.2)

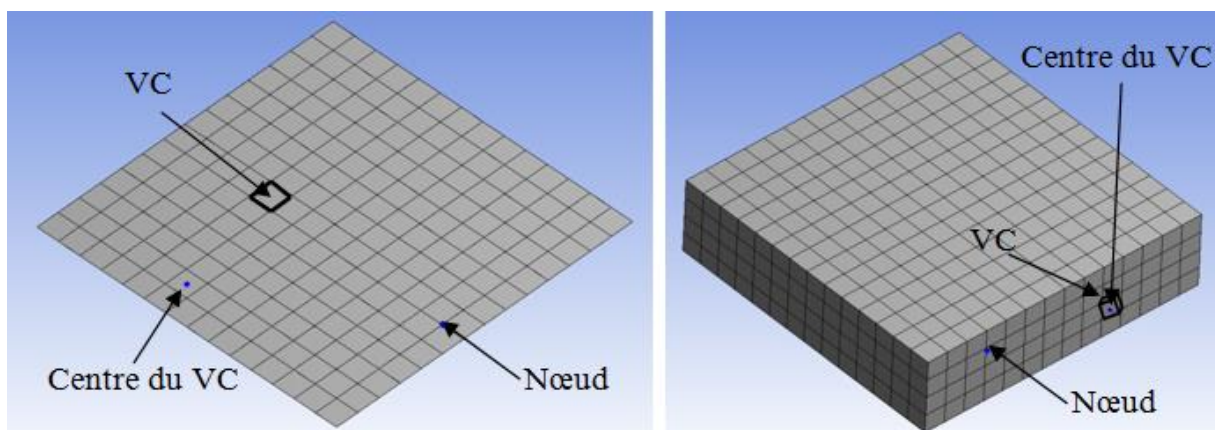


Fig. III.2 éléments de maillage 2D et 3D

Un maillage peut être structuré ou non-structuré en fonction des types de VC qui le constituent (Fig. III.3). Le maillage composé d'élément quadrilatérale en 2D où d'hexaèdre où prisme en 3D est considéré comme maillage structuré, les autre VC ainsi que les maillages mixtes constituent des maillages non-structurés.

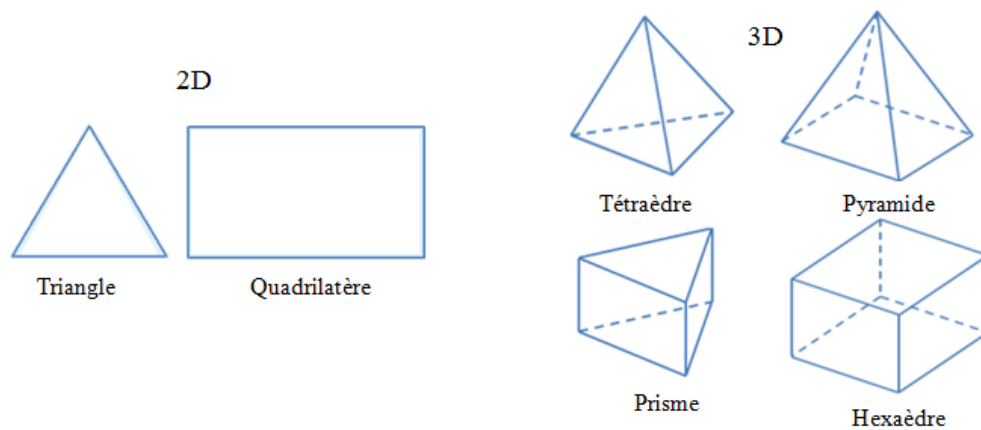


Fig. III.3 Différents types de VC

Pour des géométries simples, on utilise les maillages structurés. Par contre, pour les géométries complexes le maillage non-structuré est adopté, et cela afin de créer une structure qui se mari bien avec l'écoulement. La Figure III.4 montre la différence entre un maillage structuré et un maillage non-structuré.

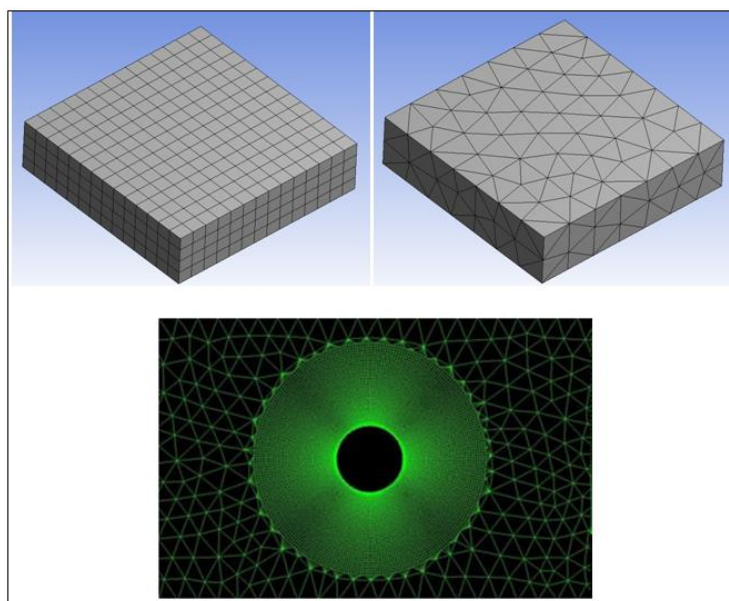


Fig. III.4 Exemple de maillage structuré (haut) et de maillage non structuré (bas)

III.7.2 Méthodes de discrétisation des équations

III.7.2.1 Méthode des Différences Finis (DF)

La méthode des DF a été introduite par Euler, c'est la méthode la plus ancienne qui permet la résolution numérique des équations aux dérivés partiels. Elle est utilisée pour des géométries simples avec un maillage structuré.

Le principe de cette méthode est qu'une approximation est faite sur les équations aux dérivées partielles pour chaque nœud. On obtient ainsi une équation algébrique par nœud et par variable. Cette variable est considérée comme inconnue dans ce nœud et le nœud suivant. On utilise, ensuite, le développement en série de Taylor pour obtenir une approximation de ces variables.

III.7.2.2 Méthode des Volumes Finis (VF)

A la différence de la méthode de DF, la méthode des VF permet la résolution des équations différentielles pour des géométries complexes. Cette méthode est très appréciée des chercheurs et des ingénieurs car elle respecte les équations de bilans. Le principe de cette méthode, contrairement à la méthode des DF, est que les équations sont résolues dans chaque VC et c'est dans le nœud du centre du VC que les équations seront résolues. Pour relier les nœuds on utilise des méthodes d'interpolation. Le logiciel Fluent utilise cette méthode de discrétisation.

III.7.2.3 Méthode des éléments finis (EF)

Cette méthode est similaire à la méthode des VF, la seule différence est que les équations à résoudre sont multipliées par un coefficient de poids (weight function) avant d'être intégrées sur l'ensemble des équations, et aussi le VC est subdivisée en un ensemble de VC où éléments finis avec un maillage non-structuré dans la plupart des cas. L'avantage de cette méthode est qu'elle peut être appliquée pour des géométries très complexes, l'inconvénient c'est le coût de calcul dû à l'importance des équations à résoudre.

III.8 Conclusion

Ce chapitre a permis de rappeler les principes fondamentaux de la mécanique des fluides numérique, de se familiariser avec la terminologie propre de la CFD et de choisir les différents modèles numériques pour bien prédire l'évolution de l'écoulement dans notre T-mélange.

Les calculs numériques ont été réalisés avec le logiciel FLUENT V15.0. Le modèle de turbulence k- ϵ a été utilisé pour ces calculs, et on a traité le comportement du fluide multiphasique avec une approche Eulerian / Eulerian [108]. On a aussi ajouté le modèle de cavitation basique à deux phases, qui consiste à utiliser les équations classiques de transport du mélange (mixture) ou des phases.

CHAPITRE IV. Micromélange et hydrodynamique de l'écoulement dans le T-mélange

Dans les chapitres précédents, une présentation des différentes méthodes expérimentales et des modèles numériques utilisés pour l'étude des écoulements turbulents a été développée. Dans ce chapitre, nous exposerons et discuterons, dans la première partie, les différents résultats expérimentaux et numériques qui ont permis de vérifier la condition de Damköhler afin d'obtenir un micromélange monodisperse et de valider notre modèle numérique utilisé. Dans la deuxième partie, une étude hydrodynamique sera présentée afin d'optimiser la géométrie et les conditions limites d'obtention du micromélange pour la production des nanoparticules monodisperses.

IV.1 Vérification de la condition de Damköhler et validation du modèle numérique.

Pour comparer les résultats expérimentaux et numériques et valider notre modèle numérique, nous avons choisi le paramètre Z_i qui correspond à la hauteur de l'obtention du micro-mélange parfait dans la jambe de sortie du T-mélangeur. On a choisi ce paramètre parce qu'il nous permettra d'estimer le temps de mélange qui devrait être inférieur au temps de réaction pour respecter la condition Damköhler et de produire des nanoparticules monodisperses.

IV.1.1 Mesure expérimentale de Z_i (Z_{iexp})

IV.1.1.1 Dispositif expérimental

Notre dispositif expérimental (Fig. IV.1) se compose de deux réservoirs thermostatés contenant du NaOH et du H₂SO₄. Ces deux solutions sont ensuite injectées dans le T-mélange en appliquant une pression externe d'azote gazeux sec de 5 bars synchronisée par 4 électrovannes. La solution est ensuite recueillie dans une cuve thermostatée dans laquelle se trouve une sonde optique, développée dans le laboratoire, permettant les mesures in-situ sans perturber le milieu réactionnel.

La pièce centrale du réacteur est le T-mélange (Fig. IV.2) qui se compose de deux entrées de diamètre 1mm et de longueur 2cm, une sortie de diamètre 2mm et de longueur 20cm. Le T-mélange est usiné de telle manière que les jets d'entrée forment un vortex favorisant le micromélange.

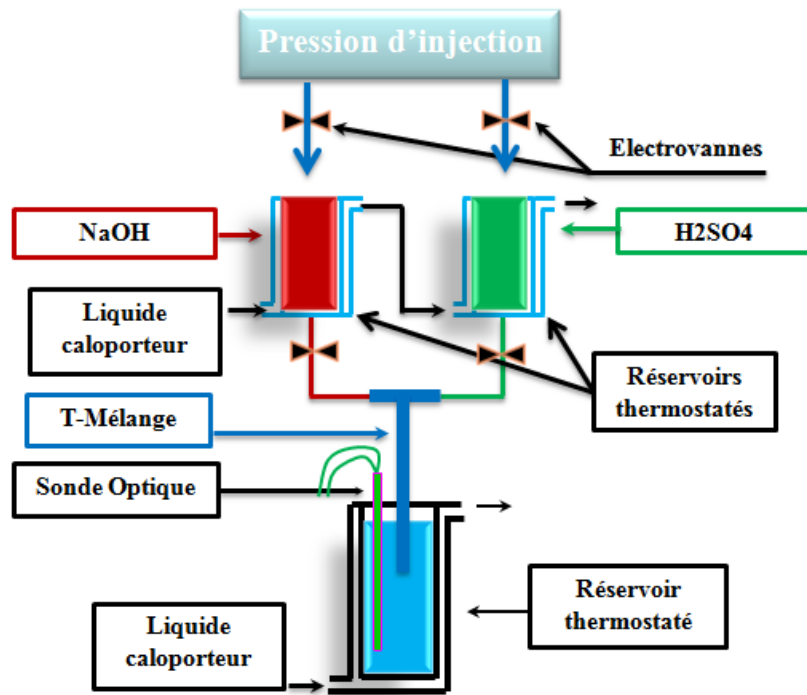


Fig. IV.1 dispositif expérimental

Ce dispositif permet le micromélange rapide des réactifs dans une atmosphère et une température contrôlées et de former les nanoparticules monodisperses, fines et de petites tailles. Ce système est bien adapté pour l'étude des réactions rapides.

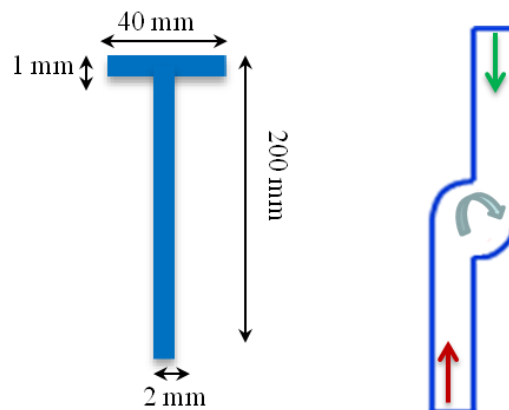


Fig. IV.2 T-mélangeur

IV.1.1.2 Méthode et préparation expérimentales

Pour estimer la hauteur du mélange dans notre T-mélangeur, nous avons utilisé la méthode de blanchiment d'un indicateur coloré. La neutralisation d'un acide fort par une base forte est visuellement suivie moyennant un indicateur coloré (phénolphtaléine). En outre, ces

expériences de visionnement sont très simples à faire [119-121]. Nous avons, donc, préparé deux solutions:

- Solution de NaOH (hydroxyde de sodium), 0,040 N (0,040 M) avec l'indicateur de couleur (phénolphtaléine).
- Solution de H₂SO₄ (acide sulfurique), 0,042 N (0,021 M).

La phénolphtaléine est un indicateur coloré précis dont le virage (passage du rose à l'incolore) se situe à un pH voisin de 8,7. C'est ce passage qui caractérisera la fin du mélange des deux solutions (acide et base) et donc la hauteur Z_{iexp} d'obtention du mélange dans la jambe de sortie du T-mélange.

Le dispositif expérimental utilisé pour la caractérisation de la hauteur d'obtention du mélange dans la jambe de sortie est illustré par la Fig. IV.1. Un T-mélangeur transparent (en verre) est utilisé dans cette expérience, ce qui permettra de visualiser le point de mélange Z_{iexp} .

En effet, le passage de la coloration du rose au transparent est dû à la neutralisation de l'acide fort par une base forte. Une fois que cette réaction (eq.IV.1) a été établie, nous aurons une solution neutre (pH neutre de 6,5 < pH < 7) et la couleur rose disparaît qui nous permettra de mesurer la hauteur d'obtention du mélange (Z_{iexp}) et ensuite le temps de mélange t_m (eq.IV.2) en connaissant la vitesse moyenne de l'écoulement :



$$t_m = \frac{\pi d^2}{4Q} \quad (IV.2)$$

où t_m : temps de mélange
d: Diamètre du conduit
l: longueur de disparition de la couleur rose
Q: débit dans le T-mélangeur

Les différentes étapes pour mesurer t_m sont les suivantes :

- 50 ml de solution de H₂SO₄ 0,042 N dans R1 (réservoir thermostatique).
- 50 ml de solution de NaOH + phénolphtaléine dans R2.
- ouverture des électrovannes (1) et (2) (ceux du haut) et mise sous pression.
- ouverture des électrovannes (3) et (4) (ceux du bas).
- Et enfin, nous visualisons la hauteur du point de mélange Z_{iexp} dans le mélange "T" (longueur où la couleur passe du rose à l'incolore) à l'aide d'une caméra haute vitesse.

IV.1.1.3 Résultats expérimentaux

Le résultat expérimental de la mesure de la hauteur Z_{iexp} d'obtention de mélange est illustré par la Fig. IV.3. Cette figure montre que la décoloration du mélange, passage du rose (blanc sur la photo à cause de la résolution de la caméra) au transparent, est entre 22 mm et 24 mm. Donc la hauteur d'obtention du mélange expérimental est $Z_{iexp} = (23 \pm 1)$ mm, ce qui nous permet d'avoir un temps de mélange de l'ordre de 3 ms.

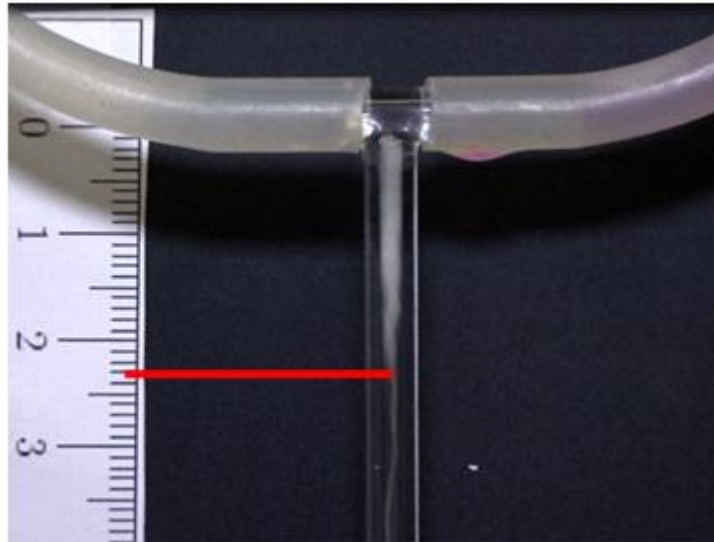


Fig. IV.3 Hauteur d'obtention du micromélange Z_{iexp} pour $P = 5$ bar

IV.1.1.4 Conclusion

Les résultats expérimentaux montrent que la hauteur d'obtention de mélange est $Z_{iexp} = (23 \pm 1)$ mm.

Ces résultats ont permis aussi de calculer le temps de mélange (≈ 3 ms). Sachant que lors de la synthèse d'oxydes de titane (par exemple notre application actuelle) par voie sol-gel, le temps réactionnel caractéristique de la première hydrolyse du tétraisopropoxyde de titane est de l'ordre d'une dizaine de millisecondes [9], on peut dire que la condition de Damköhler est bien vérifiée et que ce dispositif est bien adapté pour les réactions rapides et la production de nanoparticules monodisperses.

Afin de valider numériquement ce résultat expérimental, un modèle numérique a été mis en place, ce modèle permettra de calculer la hauteur d'obtention du micro-mélange et de comparer ce résultat avec le résultat expérimental.

IV.1.2 Validation du modèle numérique

IV.1.2.1 Géométrie et maillage

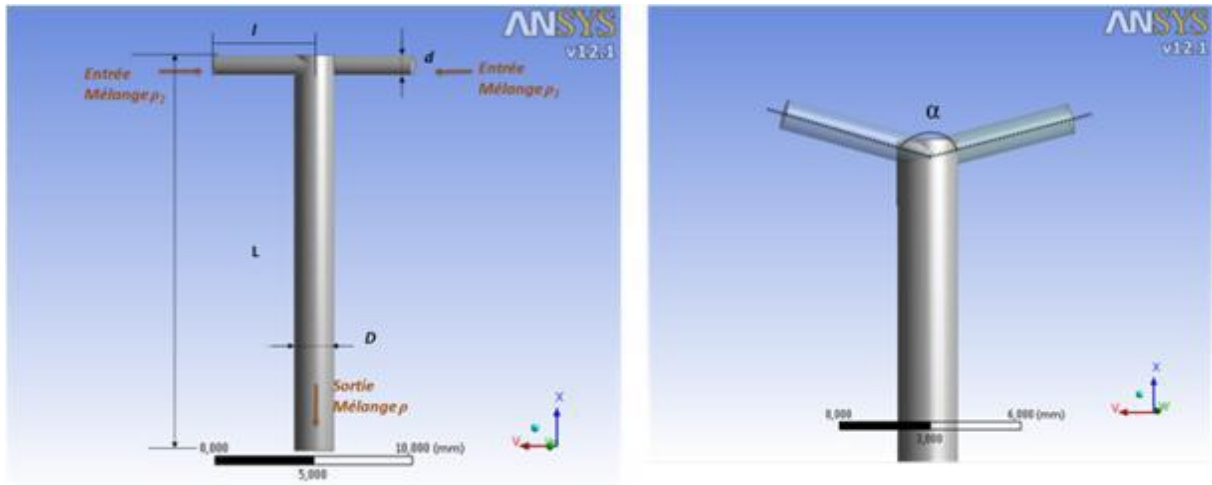


Fig. IV.4 T-mélange

La géométrie du T-mélange, représenté sur la Figure IV.4, comprend deux canaux cylindriques d'entrée de diamètre $d = 1$ mm et longueur $l = 2$ cm, reliés au canal de sortie principal de diamètre $D = 2$ mm, longueur $L = 20$ cm et $\alpha = 180$ (angle entre les deux bras d'injections). Les diamètres ont été choisis de manière à conserver le même nombre de Reynolds a l'entrées et à la sortie du T-mélange.

$$\text{On a } R_e = \frac{\rho v d}{\mu} \quad (\text{IV.3})$$

Où ρ, v , and μ représente respectivement, la masse volumique, la vitesse et la viscosité dynamique de l'écoulement.

Comme on veut conserver le même nombre de Reynolds a l'entrée et à la sortie du T-mélange, on aura :

$$V_s \cdot D = V_1 \cdot d \quad \Rightarrow \quad V_1 = \frac{V_s \cdot D_s}{d} \quad (\text{IV.4})$$

Où D : diamètre à la sortie du T mélangeur

d : diamètre à l'entrée du bras du T mélangeur

$V_1 = V_2$: vitesse à l'entrée du bras du T mélangeur

V_s : vitesse a la sortie du T mélangeur

Sachant que le débit est toujours conservé à l'entrée et à la sortie d'un écoulement, on peut alors écrire :

$$Q_s = Q_1 + Q_2 = V_s \frac{\pi D^2}{4} \quad (\text{IV.5})$$

Sachant que les deux bras d'entrées ont le même diamètre et que :

$$Q = V.S \quad (IV.6)$$

Donc

$$Q_1 = Q_2 = V_1 \frac{\pi d^2}{4} \quad (IV.7)$$

D'après (IV.5) et (IV.7) on obtient

$$Q_s = 2.V_1 \frac{\pi d^2}{4} = V_s \frac{\pi D^2}{4} \quad (IV.8)$$

Où Q_s : débit à la sortie du T mélangeur

Q_1 : débit à l'entrée du premier bras du T mélangeur

Q_2 : débit à l'entrée du deuxième bras du T mélangeur

V_1 : vitesse à l'entrée du premier bras du T mélangeur

V_2 : vitesse à l'entrée du deuxième bras du T mélangeur

V_s : vitesse à la sortie du T mélangeur

On le remplace maintenant l'équation (IV.4) dans (IV.8) :

$$2. \frac{V_s.D}{d} \frac{\pi d^2}{4} = V_s \frac{\pi D^2}{4} \quad (IV.9)$$

Après simplification on trouve $D = 2.d$

Ainsi, nous avons choisis : $D = 2\text{mm}$ à la sortie du T mélangeur.

Pour modéliser et simuler l'écoulement dans le T-mélangeur nous avons utilisé le logiciel Fluent 15.0. La Figure IV.5 illustre la conception du T-mélangeur moyennant ce le logiciel.

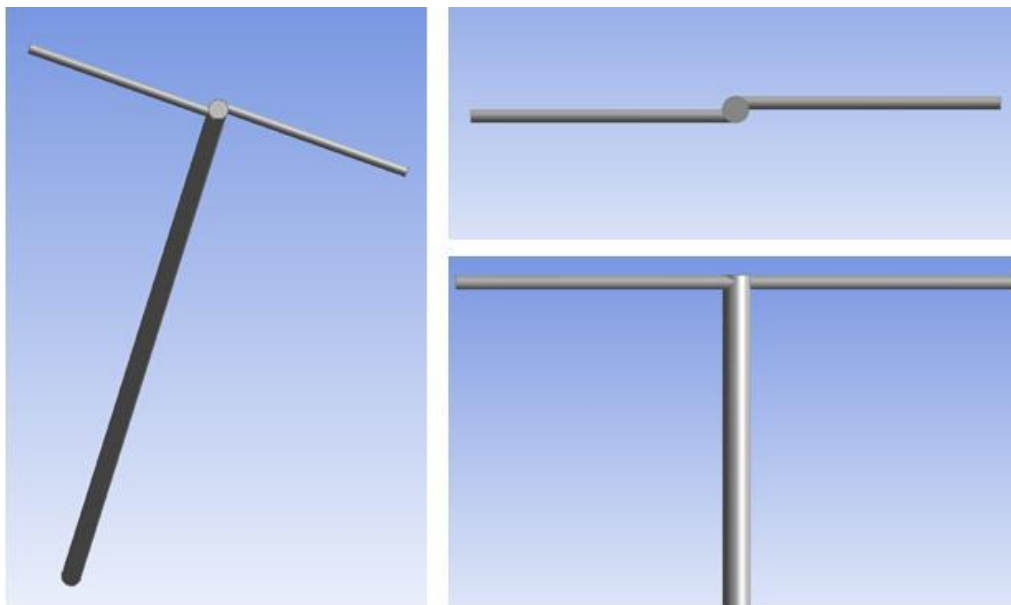


Fig. IV.5 Conception du T mélangeur

Après avoir fait la conception du T-mélangeur, on a procédé au maillage illustré par la Figure IV.6. Au début, un maillage grossier a été adopté, afin de limiter le temps de calcul et de vérifier la convergence du modèle. Ensuite, on a optimisé notre maillage avec un maillage progressif non-structuré (éléments tétraédriques), car notre géométrie est complexe et que c'est difficile de mailler la jonction entre les deux bras d'entrée : plus fin au niveau du point de contact entre les bras d'entrées et la jambe de sortie (Fig. IV.6).

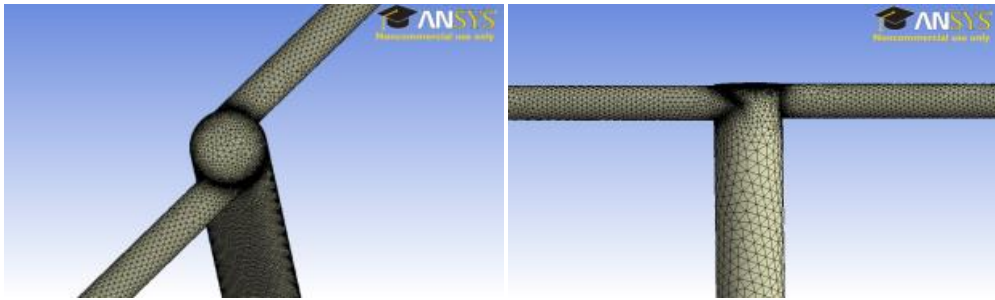


Fig. IV.6 vue de face (droite) et vue de dessus (gauche) du T-mélangeur.

IV.1.2.2 Modèle et configuration numérique

Comme modèle de turbulence, on a choisi le modèle k- ϵ (section 3.3.1) et le modèle multiphasique Eulérienne-Eulérienne.

Dans la simulation numérique, nous avons reproduit les conditions aux limites expérimentales utilisées pour la production de nanoparticules sol-gel TiO₂ utilisées par Azouani et al. [15] et Labidi et al. [22]:

- Entrée 1: Solution de NaOH (hydroxyde de sodium), 0,040 N (0,040 M) avec l'indicateur de couleur (phénolphtaléine).
- Entrée 2: Solution de H₂SO₄ (acide sulfurique), 0,042 N (0,021 M).
- Pression d'entrée 1 et 2 : 5 bar.
- Pression à la sortie : 1 bar (pression atmosphérique).

On a lancé les calculs et une fois le modèle a convergé, on a traité les données et les résultats des différents fractions molaires de différentes quantités qui ont été introduites.

IV.1.2.3 Résultats numérique

Dans le but d'évaluer la hauteur (Z_{inum}) pour l'obtention du mélange, on s'intéresse à la fraction molaire du NaOH le long de l'axe Z. Le mélange est considéré comme parfait lorsque la fraction molaire du NaOH devient constante (coloration unique de la section). Ces fractions

molaires, calculées dans différentes sections transversales (x, y) du tube de sortie le long de l'axe z (Fig. IV.7), sont représentées sur la Figure IV.8.

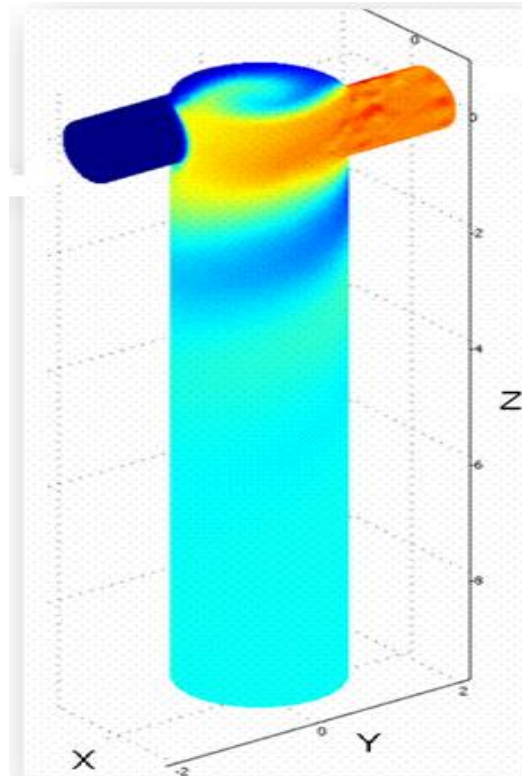


Fig. IV.7 évolution de la fraction molaire du NaOH

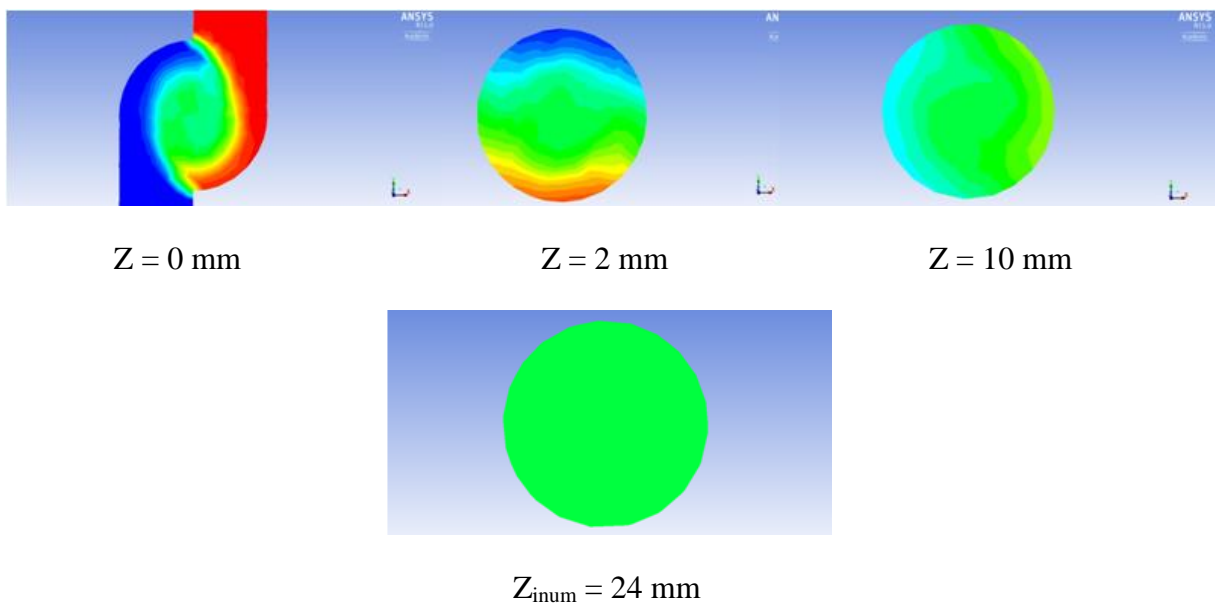


Fig. IV.8 fraction molaire du NaOH pour différentes coupes transversales le long de l'axe Z du T-mélangeur

Les résultats présentés dans la Figure IV.8 nous ont permis de déterminer la position sur l'axe Z de la formation de micro-mélange, $Z_{inum} = 24$ mm.

IV.1.3 Optimisation du T-mélange

Pour optimiser et améliorer la qualité du micromélange en termes d'homogénéité et de monodispersité, la simulation numérique (CFD) et le logiciel Fluent ont été adoptés.

Le T-mélangeur permet la production d'un micromélange avec des nanoparticules monodisperse et de petite taille. D'après la littérature, le rayon des particules est inversement proportionnel à leurs réactivités. Donc il nous faut un rayon des particules minimal pour avoir une réactivité maximale des particules.

D'après la condition de Damköhler, pour avoir des nanoparticules monodisperse, il faut que le temps de mélange soit inférieur aux temps de réaction chimique. Donc, il faut minimiser au maximum le temps de mélange (t_m) qui se calcule à partir de la formule de Danckwerts [122].

$$t_m = \frac{Z}{V} = Z \cdot \left(V_{max} \cdot \left(1 - \frac{d^2}{D^2} \right) \right)^{-1}$$

Où V_{max} : la vitesse au centre du tube

d : diamètre à l'entrée du tube

D : diamètre à la sortie du tube

Z : hauteur d'obtention du mélange

La Formule montre que le t_m est inversement proportionnel à la vitesse maximale de l'écoulement. Donc, pour **diminuer** t_m il faut **diminuer Z et augmenter la Vitesse maximale**.

Afin d'optimiser le temps de mélange, nous proposons d'étudier **l'influence de l'angle d'inclinaison** entre les deux **bras du T-mélangeur** sur la hauteur d'obtention du mélange et ainsi que sur la vitesse maximale au niveau du vortex.

Pour optimiser l'angle α du T-mélange, nous commençons par la création de la géométrie sur Fluent avec un angle α variable. On commence avec $\alpha=180^\circ$ jusqu'à $\alpha=100^\circ$.

Données géométriques constantes : d=1mm, l=2cm, L=20cm, D=2mm, P = 5 bars.

Variable : $\alpha=180, 160, 140, 120, 110, 100, 80$ degrés.

La Figure IV.9 présente les résultats du champ de vitesses pour différents angles α et montre que la vitesse maximale (V_{max}) est atteinte au niveau du vortex (zone rouge) du T-mélange.

Les résultats de la variation de V_{max} en fonction de α sont donnés sur le tableau.IV.1.

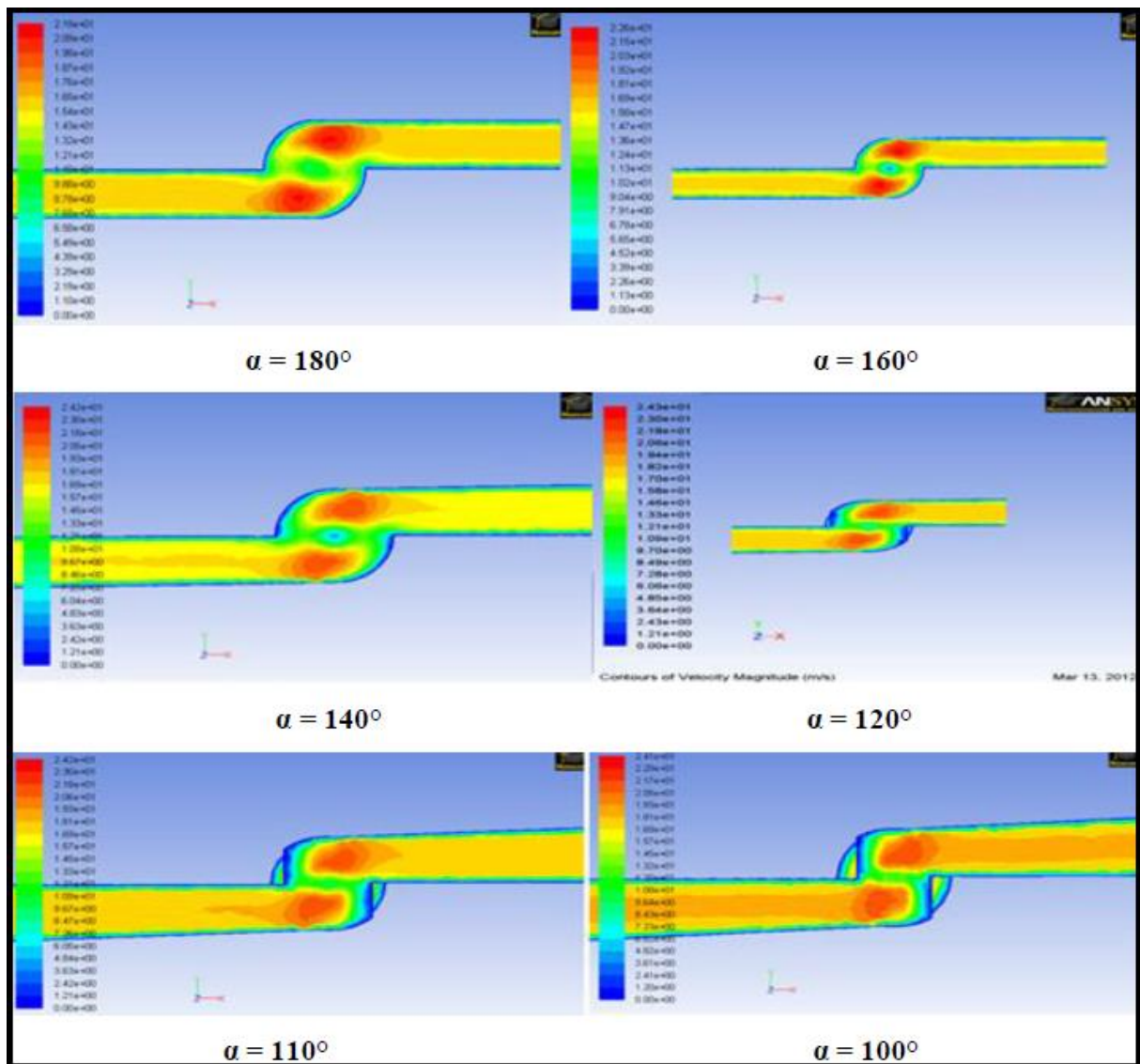


Fig. IV.9: variation de la vitesse dans le T-mélangeur pour différents angles α

α (degré)	$V_{max}(m/s)$
180	19.3
160	22.6
140	24.2
120	24.3
110	24.2
100	24.1
80	22

Tableau. IV.1: Vitesse maximal en fonction de α

Les résultats des simulations précédentes nous ont permis de tracer l'évolution de V_{max} en fonction de α (Fig. IV.10).

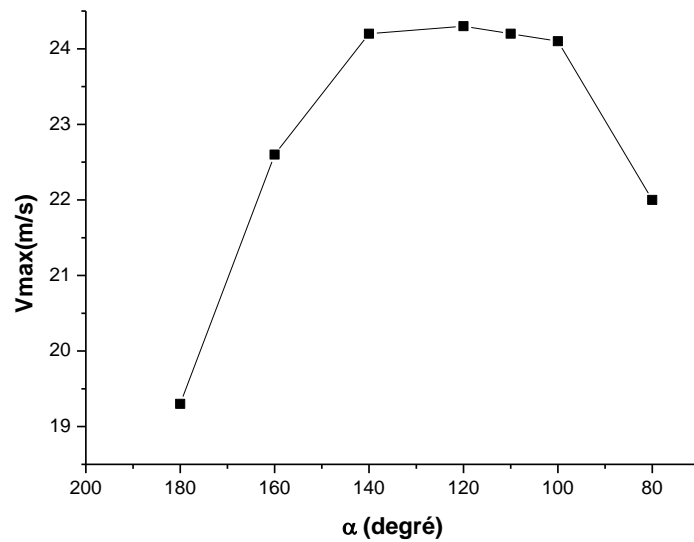


Fig. IV.10: Variation de la vitesse maximale en fonction de l'angle α

Les résultats obtenus montrent que la vitesse maximale (V_{max}) du fluide est obtenue pour un angle d'impact égal à 120° . Cette configuration permet d'augmenter la vitesse dans les deux canaux d'entrée et surtout dans la zone de vortex du T-mélange. En effet, la vitesse passe de 19,3 m/s pour $\alpha = 180^\circ$, à 24,3 m/s pour $\alpha = 120^\circ$ (Fig. IV.11).

Donc, l'angle optimal pour avoir une V_{max} est $\alpha = 120^\circ$

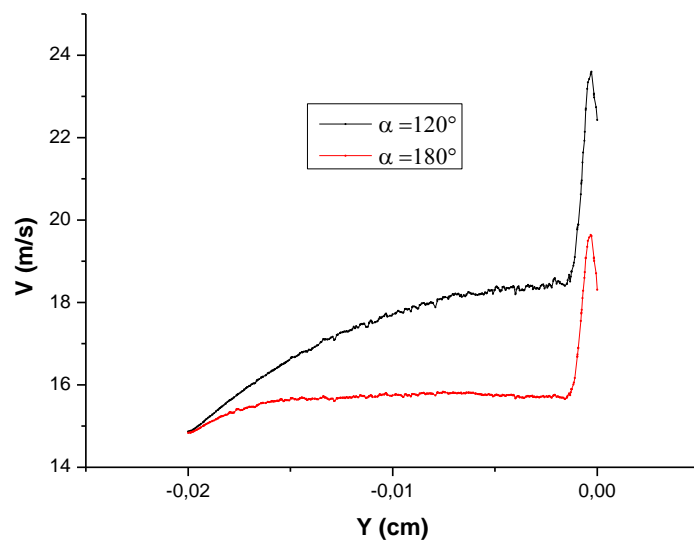


Fig. IV.11: Vitesse axiale dans les tubes d'entrée pour $\alpha = 120^\circ$ et $\alpha = 180^\circ$

Dans la section suivante, nous allons vérifier si cet angle α correspond à la hauteur minimale d'obtention du mélange. Pour cela, on va étudier l'influence de l'angle α sur la hauteur de formation du mélange le long de l'axe Z du T-mélange. Comme condition, on a repris les mêmes conditions expérimentales à savoir :

- Entrée 1 : solution de 50 ml de TTIP (titane-tétra-isopropoxyde) de concentration 0,156 M dans 2-propanol;
- Entrée 2 : solution de 50 ml d'H₂O de concentration 0,292 M dans du 2-propanol.

Les fractions molaires de différentes quantités sont introduites et calculées. La Figure IV.12 montre les fractions molaires de différents composants du fluide (2-propanol, TTIP et H₂O) dans le T-mélange.

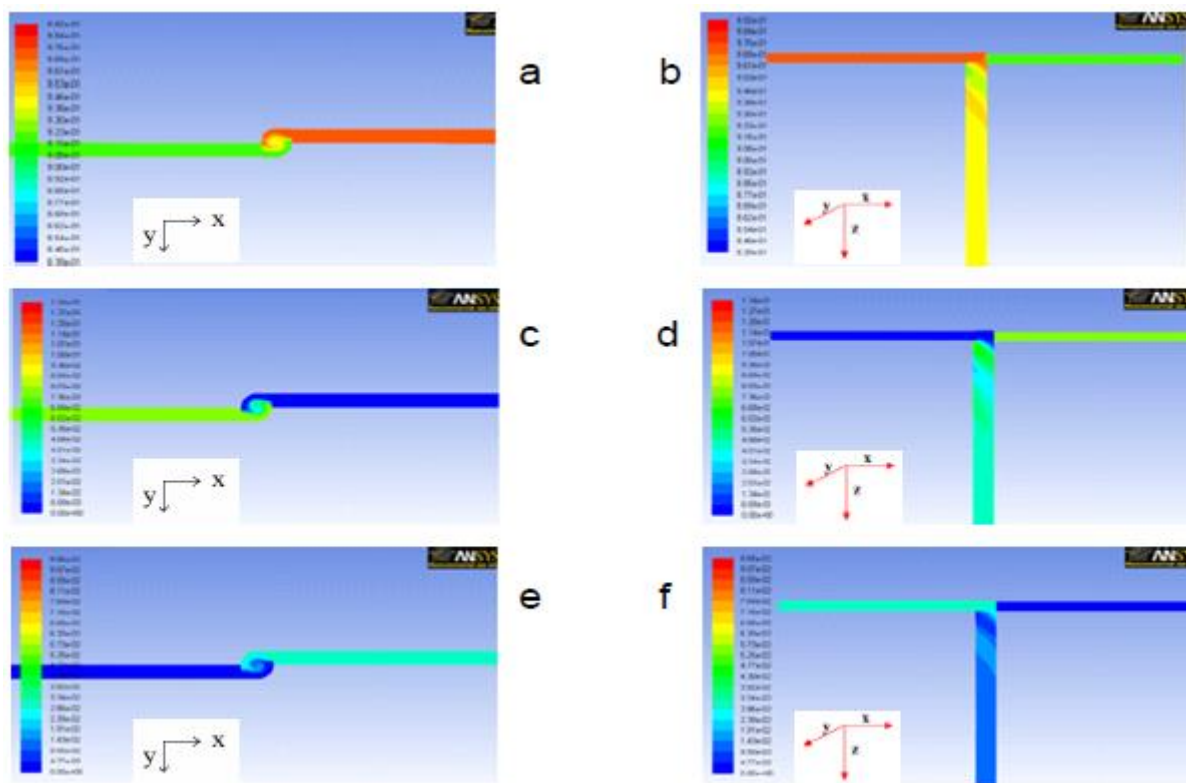


Fig. IV.12. Fraction molaire du 2-propanol (a, b), TTIP (c, d) et H₂O (e, f) dans le T-mélange

Pour étudier l'influence de l'angle d'impact α sur la hauteur Z d'obtention de mélange, on s'intéresse à la fraction molaire du 2-propanol le long de l'axe Z pour différentes valeurs de α . Le mélange est considéré comme parfait lorsque la fraction molaire devient constante. Ces fractions molaires calculées dans différentes sections transversales (x, y) du tube de sortie principal le long de l'axe Z sont représentées sur la Figure IV.13.

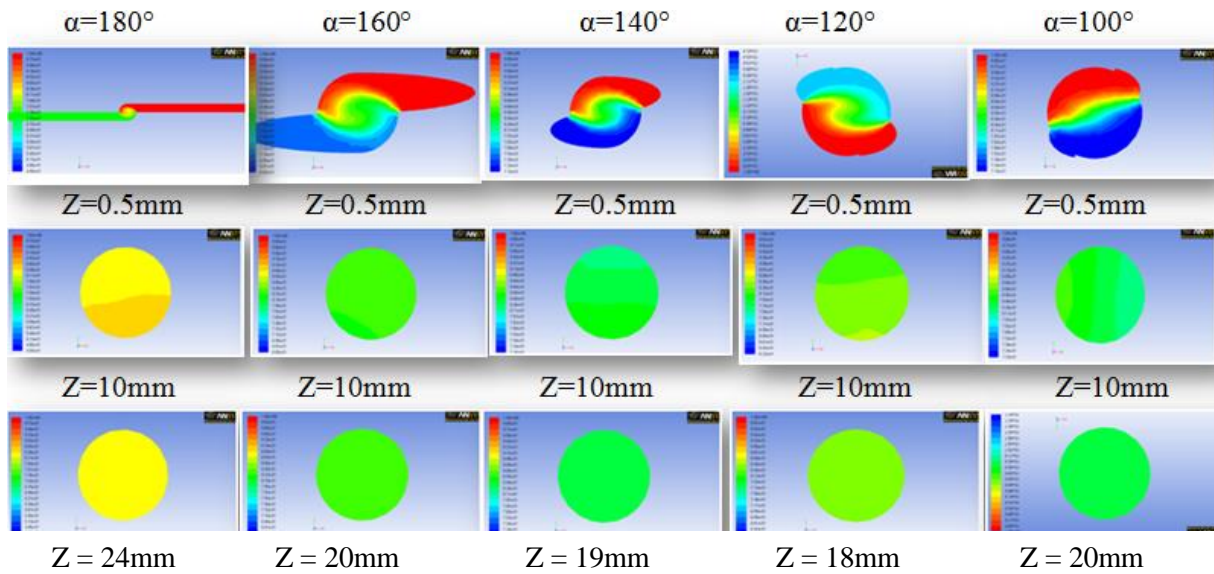


Fig. IV.13: position suivant l'axe Z de la formation du mélange

Ces résultats nous ont permis de déterminer la position, sur l'axe Z, de la hauteur d'obtention du mélange pour chaque angle α (tableau IV.2) et de tracer la courbe de l'évolution de la hauteur Z d'obtention du mélange en fonction de α (Fig. IV.14).

α (degré)	180	160	140	120	100
Z (mm)	24	20	19	18	20

Tableau IV.2 : Position de la hauteur Z pour différents angles α

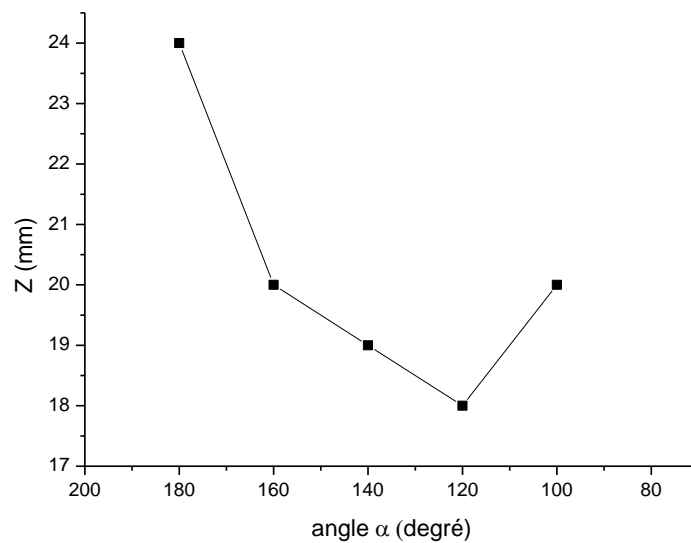


Fig. IV.13: évolution de la hauteur Z d'obtention du mélange en fonction de α

D'après la Figure IV.14, on peut conclure que $\alpha = 120^\circ$ est l'angle optimal pour avoir une hauteur Z minimal. En effet, pour $\alpha = 120^\circ$ la Figure IV.13, indique un mélange partiel à $Z = 10$ mm et un mélange homogène à $Z = 18$ mm qui correspond à la configuration optimale.

Donc l'angle optimal pour avoir un t_m minimal est $\alpha = 120^\circ$

IV.1.4 Conclusion

Le modèle de turbulence $k-\varepsilon$ qu'on a appliqué pour simuler notre écoulement moyennant le logiciel FLUENT a bien prédit l'évolution de l'écoulement dans notre T-mélange.

Les résultats expérimentaux et numériques nous ont permis:

- De mesurer et de calculer la hauteur Z_i d'obtention du micro-mélange, ces deux résultats sont en accord. Le temps de mélange a été ensuite déduit en prenant compte de la vitesse moyenne d'écoulement ($t_m = 3$ ms). Ce résultat expérimental est en accord général avec les conclusions de Rivallin et al. [123], qui a trouvé le temps de homogénéisation du mélange réactionnel inférieur à 10 ms.
- De vérifier et de respecter la condition de Damköhler pour produire des nanoparticules monodisperses et d'être plus en sécurité par rapport au temps réactionnel, qui est de l'ordre d'une dizaine de millisecondes [9].
- De valider, par des essais expérimentaux, notre modèle numérique pour T-mélange.
- De montrer que l'angle α du T-mélange $\alpha = 120$ est la meilleure configuration pour avoir un temps de mélange minimal.

Maintenant que la condition de Damköhler est satisfaite, notre objectif est d'optimiser le processus de formation du micro-mélange. D'après la littérature [124, 125], la réactivité des nanoparticules est inversement proportionnelle à leurs tailles. Hors pour diminuer la taille et augmenter la monodispersité des nanoparticules, il faut augmenter l'énergie d'injection (vitesse, pression où Re). La question qui se pose :

Quelle pression limite doit-on appliquer pour avoir le micromélange le plus monodisperse ? et quel est le nombre de Reynolds R_{max} correspondent ?

CHAPITRE V. Phénomène de Cavitation dans le T-mélange

Les études antérieures de Azouani et al. [23] décrites dans le paragraphe I.2.1 ont montré que le Reynolds d'injection optimal est $Re = 6000$ (Fig. V.1). C'est la valeur qui nous permet d'avoir un micromélange parfait avec une monodispersité et un rayon optimal des nanoparticules. Au-delà de cette valeur ($Re > 6000$) la monodispersité diminue et le rayon des nanoparticules augmente.

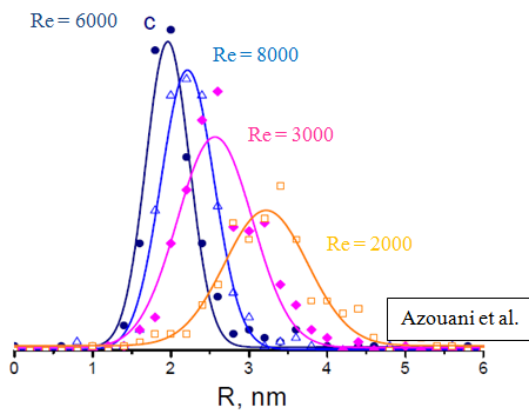


Fig. V.1 Distribution de tailles pour différents nombres de Reynolds d'injection.

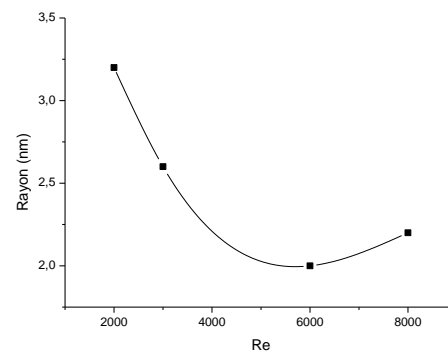


Fig. V.2 Évolution du rayon des nanoparticules en fonction du nombre de Reynolds d'injection

En effet, la Figure V.2 qui représente l'évolution du rayon des nanoparticules en fonction du Reynolds d'injection, montre qu'en augmentant le nombre de Reynolds, le rayon diminue, cette tendance s'inverse pour $Re > 6000$.

Quelle est le phénomène physique qui apparait à ce niveau ? Et pourquoi l'augmentation du Reynolds se traduit par une augmentation du rayon des nanoparticules pour des $Re > 6000$?

Pour répondre à cette question, nous avons effectué une étude expérimentale moyennant un T-mélange transparent permettant de visualiser l'écoulement et un laser.

V.1. Identification expérimentale du phénomène physique

Dans le présent travail, nous avons utilisé l'injection d'eau pure non dégazée à 20 ° C dans les bras d'entrés du T-mélangeur exocentrique.

Dans cette première expérience, la lumière laser était alignée le long de la jambe de sortie du T-mélange et les observations étaient faites à l'œil nu. L'expérience consiste à augmenter progressivement le débit (ou Re) d'injection dans le T-mélange et à observer s'il y a de la lumière diffusée ou non. Les résultats de cette expérience sont affichés sur Figure V.3. Ils représentent deux images du T-mélange effectuées avec $Re = 6000$ et $Re = 8000$. Ces résultats ont montré que lorsque le débit dépasse les 0,75 l/min ($Re > 6000$), une forte diffusion de la lumière est observée dans la jambe de sortie du T-mélange. On remarque que la diffusion la plus forte provient de la zone supérieure de l'impact des deux flux (zone de vortex). Cependant, une diffusion plus faible est étendue sur toute la longueur de la jambe de sortie du T-mélange (axe Z).

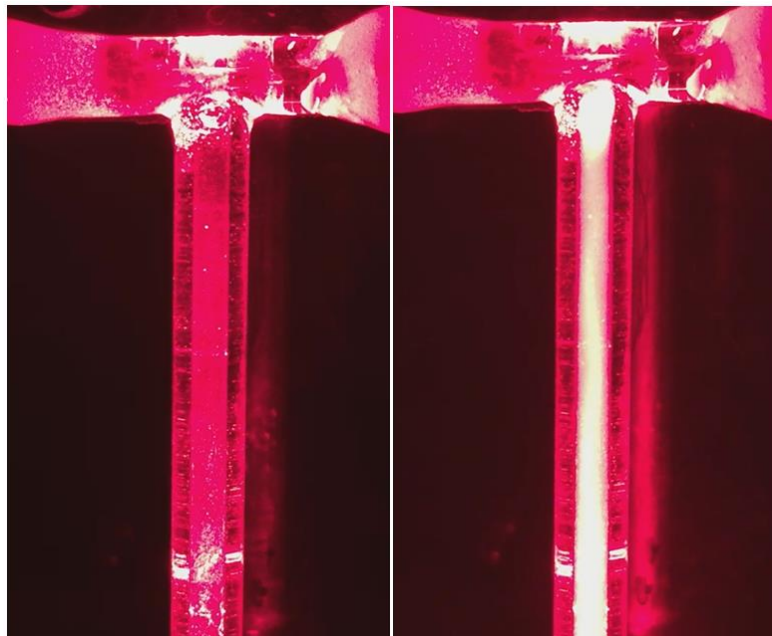


Fig. V.3. Diffusion de la lumière dans le T-mélange pendant l'injection d'eau (20 ° C) avec $Re = 6000$ (gauche) et $Re = 8000$ (droite).

D'après la littérature, la diffusion de la lumière est due à la présence d'une interface lumière-matière (présence d'un milieu hétérogène). Or, dans notre expérience, on n'utilise que de l'eau qui est un milieu homogène. Donc, cette lumière diffusée met en évidence la présence d'un changement de phase, liquide-vapeur, dans l'écoulement pour $Re > 6000$. En effet, la présence de la phase vapeur dans la phase liquide de l'eau permet la création d'un milieu

hétérogène et d'une interface lumière-matière, d'où l'apparition de la lumière diffusée qui n'était pas apparente quand le milieu était homogène. Nous attribuons donc le phénomène de diffusion de lumière mis en évidence dans le T-mélange à **la cavitation**.

Revenant maintenant aux travaux de Azouani et al. (Fig. V.1), la présence de la cavitation dans le T-mélange, pour $Re > 6000$, explique alors l'augmentation du rayon des nanoparticules et la diminution de leurs monodispersité. En effet, l'énergie initialement injectée pour l'élaboration des nanoparticules est en partie consommée par le phénomène de cavitation. Donc, cette énergie n'est plus capable de produire d'aussi fines et monodisperses nanoparticules.

Pour étudier plus en détail ce phénomène, j'ai proposé et réalisé un nouveau dispositif expérimental qui nous permettra d'effectuer des mesures DLS-SLS afin de visualiser l'évolution de ce phénomène tout le long de la jambe de sortie du T-mélange. Cette étude expérimentale sera accompagnée par une étude numérique afin de mieux comprendre ce phénomène.

V.1.1 Etude expérimentale du phénomène de cavitation dans le T-mélange

V.1.1.1 Dispositif expérimental

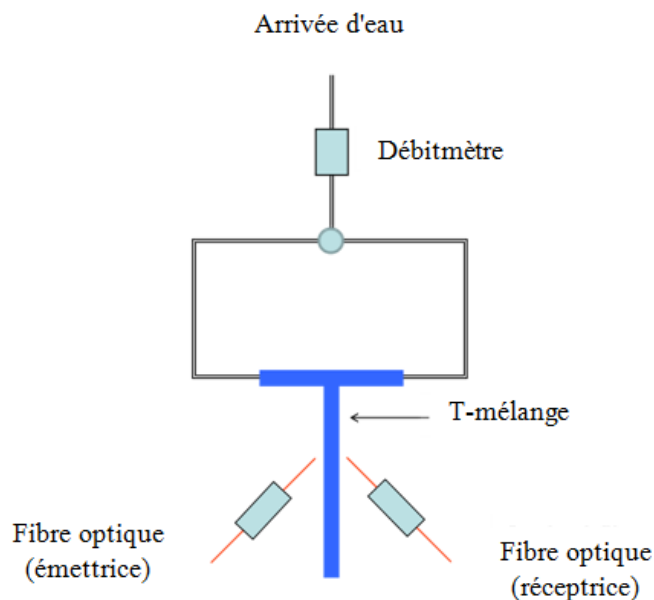


Fig. V.4 Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental utilisé pour cette expérience est représenté sur la Figure IV.4. Ce dispositif se compose d'une arrivée d'eau qui est fournie par une pompe assurant une pression jusqu'à 7 bars. Le débit est contrôlé par un débitmètre (Conrad) fonctionnant dans la plage de

0,1-10 l / min. Les bras d'entrée du T-mélange ont un diamètre intérieur $d_{in} = 1$ mm, et le tube de sortie a un diamètre $d_{out} = 2$ mm pour conserver le même nombre Reynolds ($Re = 4\rho Q / \eta\pi d$, où Q , ρ et η sont respectivement le débit de fluide, la densité et la viscosité dynamique du flux). Le désalignement axial des bras d'entrées est de $\delta = 1$ mm. Le T-mélange est constitué d'un matériau transparent (verre) qui permet les mesures optiques de l'écoulement du fluide. Ce dispositif est fixe dans le plan (X, Y) et mobile dans la direction de l'axe Z afin de permettre le balayage des fibres et les mesures le long de cet axe.

Les mesures de diffusion de la lumière sont effectuées avec une lumière laser de 40 mW / 640 nm à l'aide de deux fibres optiques monomodes placées très près de la surface du tube de sortie. Une fibre (émettrice) qui émet la lumière laser sur l'échantillon, et une autre (réceptrice) qui reçoit les photons dispersés à angle droit (90°) par rapport à la lumière incidente. On utilise des fibres avec un volume d'observation d'environ $V_{ob} \sim 3.10^{-4} \text{ cm}^3$ avec une longueur caractéristique $\sim 300 \mu\text{m}$ (1/6 du diamètre du tube de sortie). Cette longueur est suffisamment petite pour éviter les multiples problèmes de diffusion. L'analyse des photons a été effectuée avec un codeur numérique-photorecepteur (PhotoCor Instruments) à 16 broches, 255 canaux.

La taille des particules ($2R$, nm) et l'intensité de la lumière dispersée (I , Hz) dans le tube principal du T-mélangeur ont été respectivement mesurées avec les méthodes DLS (Dynamic Light Scattering) et SLS (diffusion statique de la lumière). Ces mesures ont été effectuées dans le mode d'échantillonnage automatique avec une période d'accumulation de données de 60 s.

V.1.1.2 Mesure SLS

Pour cette deuxième expérience, on a effectué les mesures SLS dans la jambe de sortie du T-mélange pour une hauteur $Z=1\text{cm}$ et pour différents débits d'injection (toutes les 60 secondes on augmente le débit). Les mesures expérimentales obtenues, nous ont permis de tracer l'évolution de l'intensité de la lumière en fonction du débit (Fig. V.5). Comme on peut le voir sur cette figure, notre dispositif commence à détecter de la lumière diffusée qu'à partir d'un certain débit d'injection. On remarque également que l'augmentation de cette intensité est proportionnelle à l'augmentation du débit, (Fig. V.5).

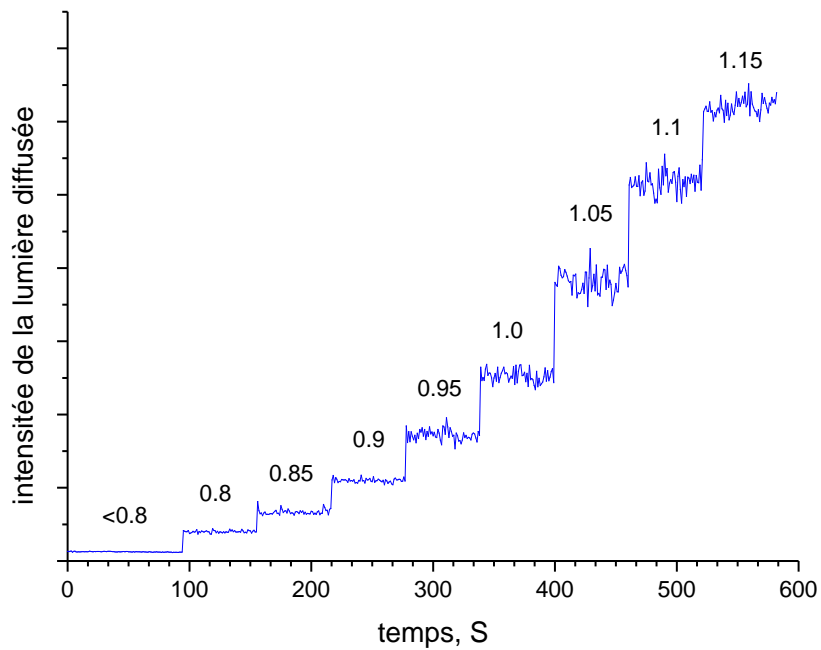


Fig. V.5. Variation de l'intensité de la lumière diffusée dans la jambe de sortie du T-mélange pour $Z = 1$ cm.

Ensuite, nous avons tracé la courbe de l'évolution de l'intensité moyenne (sur les 60 s) de la lumière diffusée en fonction de Re (Fig. V.6).

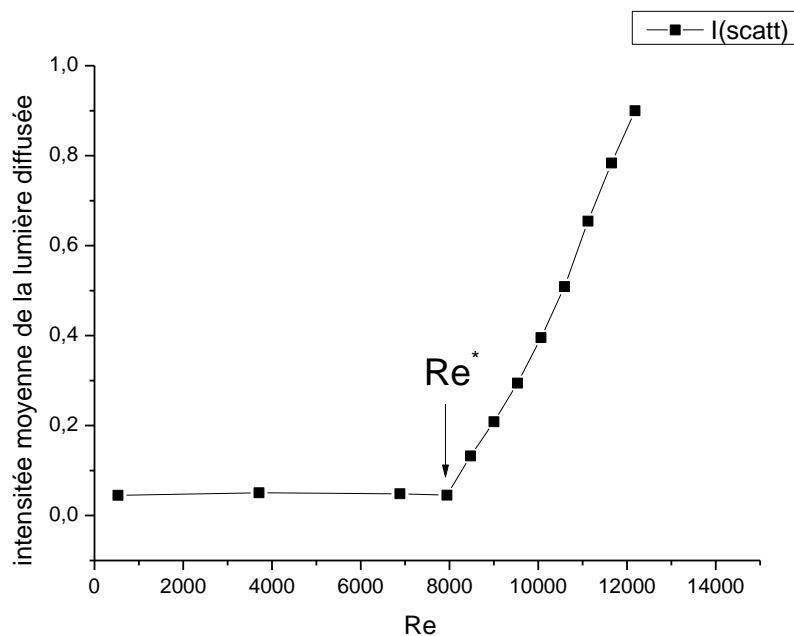


Fig. V.6. Evolution de l'intensité moyenne de la lumière diffusée en fonction de Re

D'après les résultats des mesures SLS, on remarque qu'à partir d'un certain débit d'injection, un phénomène apparaît dans la jambe de sortie, et plus précisément au niveau du vortex (point de contact des deux flux) du T-mélange et permet la diffusion de la lumière.

Ce phénomène c'est la **cavitation**. En effet, la cavitation produit des bulles de vapeur et c'est l'interface qui se forme entre la phase liquide et la phase vapeur qui permet de diffuser de la lumière.

V.1.2 Validation numérique de la mise en évidence du phénomène de cavitation dans le T-mélange

Dans cette partie, nous effectuerons les différentes simulations des champs de vitesse et de pression dans notre T-mélange. Pour cela, on reproduit les mêmes conditions expérimentales, à savoir la pression d'injection de l'eau dans les deux bras d'entrées du T-mélange.

Les résultats de simulation nous ont permis de tracer le champ de vitesse et les lignes de courants (Fig. V.7) de l'écoulement dans le plan x-y des tubes d'entrée, y compris le vortex, du T-mélange (Fig. IV.8). D'après la Figure V.8a, il existe une augmentation brusque de la vitesse au niveau du point de contact des deux entrées (représentée par la couleur rouge) au-dessus et au-dessous du point central situé à $x = \pm d_{in} / 2, y = 0, z = 0$. L'évolution de la vitesse selon l'axe des Y est représentée sur la Figure V.8b. La valeur maximale atteinte à ces points est supérieure de 30% à la vitesse d'entrée dans les bras d'entrée du T-mélange. Cela s'explique par une contribution d'un mouvement de rotation des flux d'entrée dans la zone de contact du T-mélange. Cette augmentation de la vitesse est due à la géométrie de notre T-mélange et plus précisément aux deux entrées exocentriques, car dans le cas contraire Figure V.8c (entrées parallèles) les simulations ont montré que la vitesse diminue (Fig. V.8d) et le vortex disparaît.

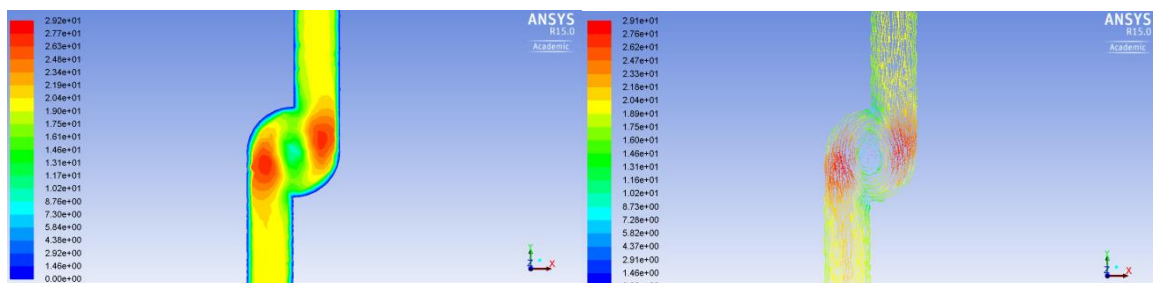


Fig. V.7 Champs de vitesse et ligne de courants ($Re = 8000$)

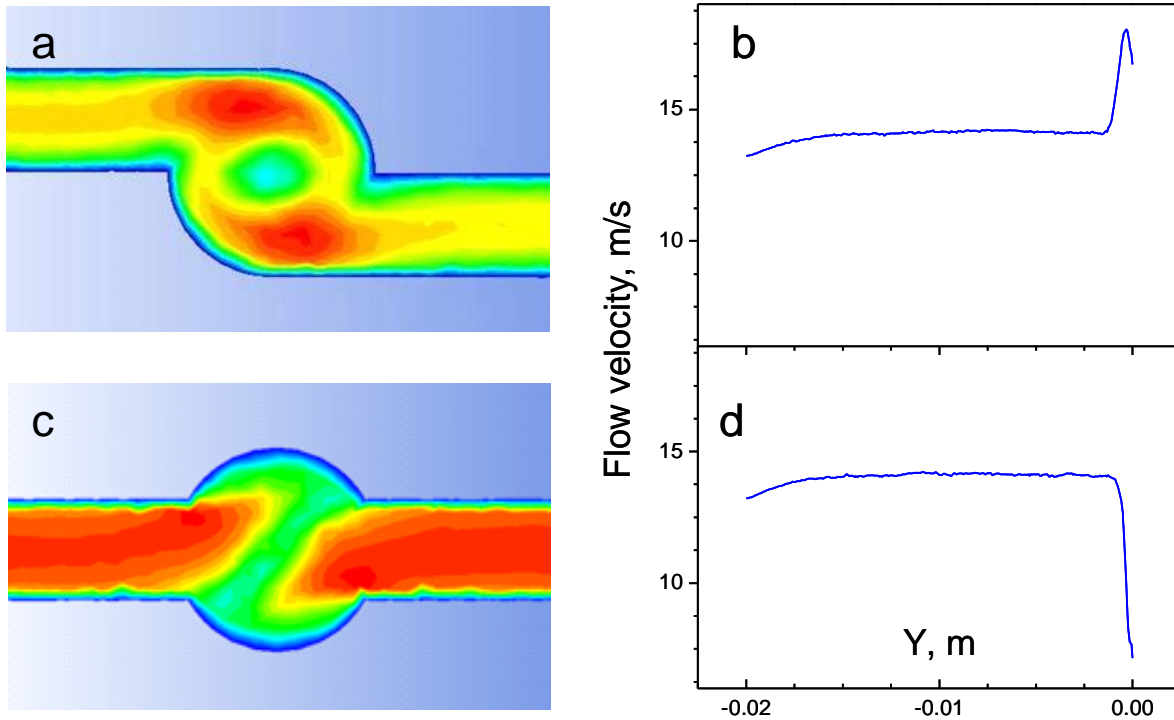


Fig. V.8 Champ de vitesse de l'écoulement dans le plan x-y du T-mélange avec des entrées exocentriques (a, b) et parallèles (c, d) pour $Re = 8000$

Intéressons-nous, maintenant, à cette augmentation brusque de la vitesse. Selon la loi de Bernoulli [126], la zone de la vitesse la plus élevée d'un liquide correspond à la pression statique la plus faible (P_{liq}). Pour cela, on a tracé l'évolution de la pression tout au long des bras d'entrée du T-mélange (Y) et de la jambe de sortie (Z) pour deux pressions d'entrée de 5 et 7 bar, (Fig. V.9). Effectivement, les simulations numériques ont prédit la diminution brusque de la pression au niveau du vortex ($Y=Z=0$).

Selon la Figure V.9, la pression locale diminue jusqu'à atteindre la pression de vapeur d'eau (P_{vap}) pour $P_{in} = 5$ bars, ce qui a été attribué au seuil de cavitation. La pression de vapeur d'eau saturée $P_{vap} = 3500$ Pa à $20^\circ C$ a été estimée à l'aide de l'équation de Clapeyron [127] (Eq. V.1).

$$\ln\left(\frac{P_{vap}}{P_{liq}}\right) = \frac{L}{R}(T_{liq}^{-1} - T_{vap}^{-1}) \quad (V.1)$$

Où P_{liq} et P_{vap} représentent respectivement la pression liquide en amont et la pression de vapeur saturante (pression de cavitation), L est la chaleur latente de vaporisation spécifique et R est la constante des gaz parfaits.

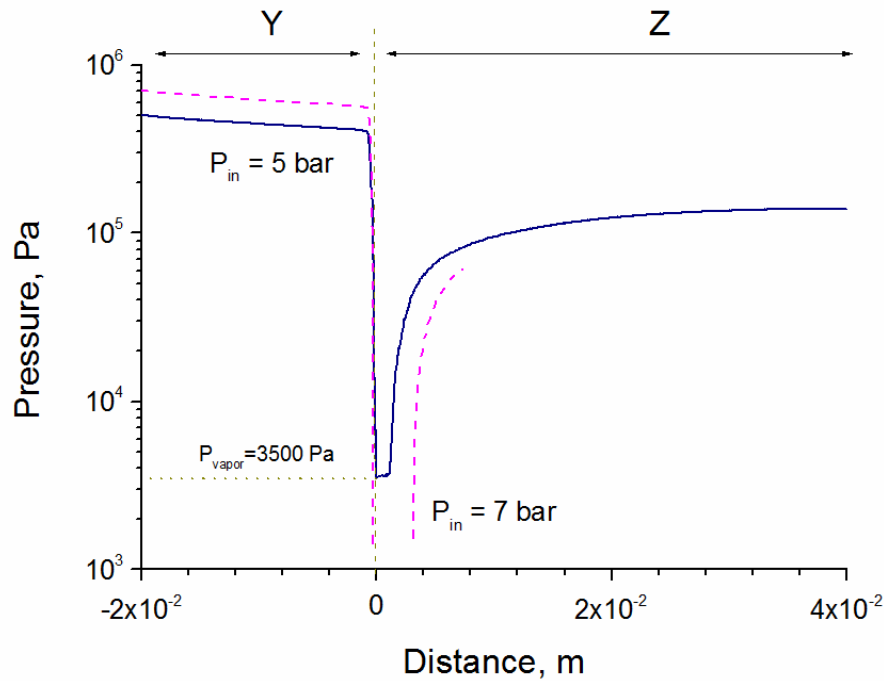


Fig. V.9 Simulation de la pression statique le long des axes y (tube d'entrée) et z (tube de sortie) du T-mélange exocentrique pour deux pressions d'entrée de 5 bar (ligne continue) et 7 bar (ligne pointillée).

Maintenant, pour des pressions d'entrée plus élevées, la pression locale dans la zone de vortex du T-mélange diminue d'avantage, créant des conditions favorables à l'instabilité de la phase liquide vers l'apparition des bulles de vapeur. A $P_{in} = 7$ bar, la zone avec $P < P_{vap}$ se dilate à $-0,25 < y < 0$ et $0 < z \leq 4$ mm, comme le montre la ligne pointillée de la Figure V.9.

Nous attribuons donc le phénomène de diffusion de la lumière mis en évidence dans le T-mélange exocentrique à **la cavitation**.

Pour une étude plus approfondie sur l'évolution de la pression au niveau du vortex en fonction de Re à l'entrée, une étude numérique a été effectuée et le résultat est présenté sur la Figure V.10.

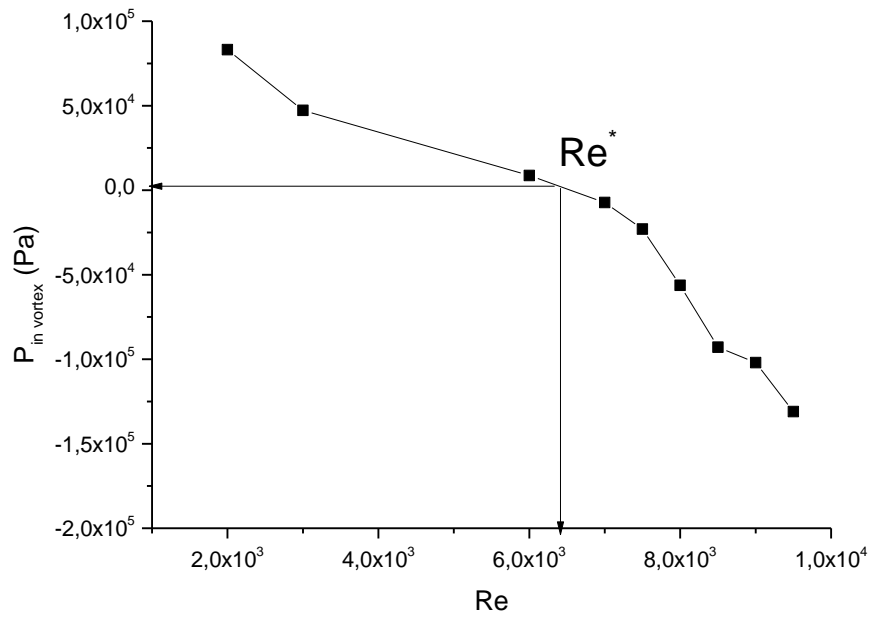


Fig. V.10 Pression dans le vortex en fonction du nombre de Reynolds à l'entrée

Le calcul de la pression au niveau du vortex présenté dans figure V.10 a pris en compte la pression de l'interface liquide-gaz, qui est nulle dans les écoulements monophasiques (eau liquide), mais qui devient significative dans le fluide diphasique contenant la phase vapeur. Selon Herbert et al. [128], cette pression ($P' < 0$) contribue dans les écoulements centrifuges selon l'équation suivante :

$$P = P_0 - \frac{1}{2} \rho \omega^2 r^2 + P'$$

Où P_0 est la pression à l'extérieur du tube, ρ est la densité de l'eau, ω est la vitesse angulaire et r est la distance entre le centre et l'interface liquide-gaz.

Donc, les pressions négatives présentées dans la Figure V.10 sont dues à des effets de surface et sont reliées à la tension superficielle qui est un phénomène physico-chimique lié aux interactions moléculaires d'un fluide. En effet, la pression au sein d'un fluide est la somme de deux termes : pression cinétique et pression moléculaire. La deuxième est négative car les interactions sont attractives alors que la première pression est positive due aux chocs.

Ceci confirme le fait d'avoir une pression négative dans un liquide mais c'est un état instable qui finira par l'apparition d'une ébullition où **cavitation**.

V.1.3 Conclusion

Les résultats des mesures SLS ont montrés qu'à partir d'un certain débit d'injection, un phénomène apparait dans la jambe de sortie, et plus précisément au niveau du vortex (point de contact des deux entrées) du T-mélange et permet de diffuser de la lumière. Puisqu'on n'injecte que de l'eau dans le T-mélange, ce phénomène a été identifié comme étant le phénomène de **cavitation**.

Les calculs CFD ont permis la validation de ce résultat et sont en accord avec les résultats expérimentaux. En effet, les simulations numériques de l'évolution de la pression au niveau du vortex en fonction du Re d'injection, ont montré que lors de l'impact des deux jets à l'entrée du T-mélange, une importante chute de pression se produit. Cette chute atteint la limite de la pression de cavitation. Ensuite, des simulations numériques pour des Re d'injection plus élevés ont été effectuées. On a alors remarqué que la pression locale dans la zone de vortex du T-mélange diminue davantage, créant ainsi des conditions favorables à l'apparition des bulles de vapeur et à la cavitation.

Ces résultats ont permis :

- L'optimisation du Re (ou débit) d'injection dans le T-mélange et d'éviter l'apparition du phénomène de cavitation ($Re^* = 7500$) afin de produire des nanoparticules monodisperse et avoir un micro-mélange parfait.
- L'ouverture d'une nouvelle perspective et d'application pour notre T-mélange qui consiste à activer des réactions chimiques moyennant une augmentation locale de température suite au collapse des bulles de cavitation dans ce dernier.

Donc la partie suivante sera consacrée à l'étude de ces bulles en termes de taille et de nombre afin de visualiser et de caractériser l'évolution de ces dernières dans notre écoulement.

V.2 Caractérisation des bulles de cavitation et de leur évolution dans le T-mélange

L'apparition du phénomène de cavitation dans les réacteurs micro-mélange rapides peut jouer un rôle important dans le processus de développement de nouveaux nanomatériaux (activation des réactions chimiques). Les bulles apparaissent dans le flux lorsque la pression du fluide atteint la pression de cavitation (P_v). Dans cette partie, nous étudierons expérimentalement la

dynamique des bulles (trajectoire, taille et nombre) le long de la jambe de sortie de notre T-mélangeur excentrique moyennant les mesures DLS et SLS. Ces mesures seront ensuite accompagnées par des simulations numériques moyennant le logiciel Fluent, le modèle de cavitation et le PBM (Population Balance Model) afin de valider et d'expliquer les mesures et les observations expérimentales.

V.2.1 Étude expérimentale de l'évolution des bulles de cavitation dans le T-mélange

Dans cette partie, le même dispositif expérimental utilisé dans IV.2.1.1 a été adopté pour effectuer les différentes mesures expérimentales DLS et SLS.

V.2.1.1 Résultats des mesures SLS et validation numérique de la trajectoire de l'écoulement dans le T-mélange

Les mesures de la variation de l'intensité de la lumière diffusée dans la jambe de sortie du T-mélange précédente ont été faites pour $Z = 1$ cm. Ces mesures ont permis de mettre en évidence l'apparition du phénomène de cavitation dans le T-mélange.

Maintenant, pour déterminer la dynamique des bulles dans notre écoulement, nous avons effectué les mesures SLS le long de la jambe de sortie du T-mélange (le long de l'axe Z). Les résultats de mesures sont représentés sur la Figure V.11. Nous remarquons, à partir de l'évolution de la courbe (Fig. V.11), que l'intensité I de la lumière diffusée diminue en fonction de Z avec une forme oscillante, et ceci pour différents débits d'injection.

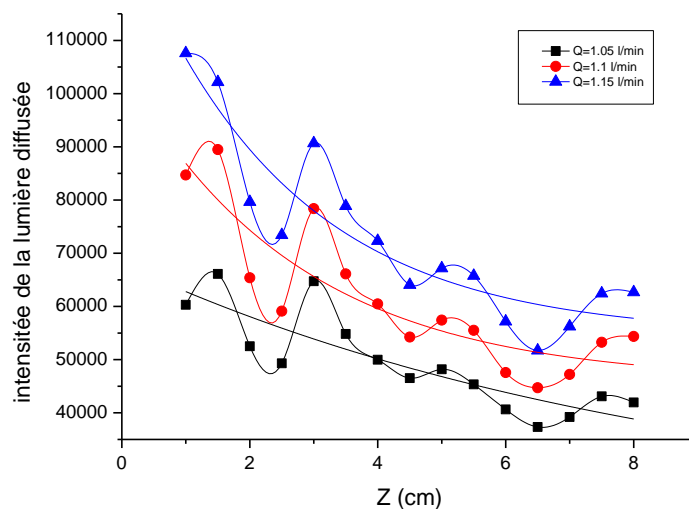


Fig. V.11 : Évolution de la lumière diffusée en fonction de Z pour différents débits d'injection

Présence d'oscillation: On suppose que les oscillations présentes sur les courbes de variation de l'intensité de la lumière diffusée sont dues à la trajectoire (Fig. V.12.a et b) du mélange à l'intérieur du T-mélange parce que le laser ne couvre pas toute la surface du fluide. En effet, le volume d'observation est de l'ordre $\sim 3.10^{-4} \text{ cm}^3$ avec une longueur caractéristique $\sim 300 \mu\text{m}$ (1/6 du diamètre de la jambe de sortie) est ceci pour éviter de multiples événements de diffusion. Donc pour un Z donné, si le champ d'observation est du côté de l'écoulement on aura une diffusion de la lumière plus importante que si l'écoulement est de l'autre côté.

Afin de valider ce résultat, nous avons effectué les simulations numériques de la trajectoire de l'écoulement dans le T-mélange moyennant le logiciel Fluent en utilisant le modèle de turbulence k- ϵ et en injectant des particules à l'entrée du T-mélange. En suivant leurs mouvements dans la jambe de sortie, on peut déduire la trajectoire de notre écoulement. Le résultat numérique de la trajectoire est présenté sur la Figure V.12.c. et permet la validation de notre supposition.

Par conséquent, le mouvement d'oscillation représenté sur la Figure V.11 reflète la trajectoire oscillatoire de notre écoulement à l'intérieur du T-mélangeur.

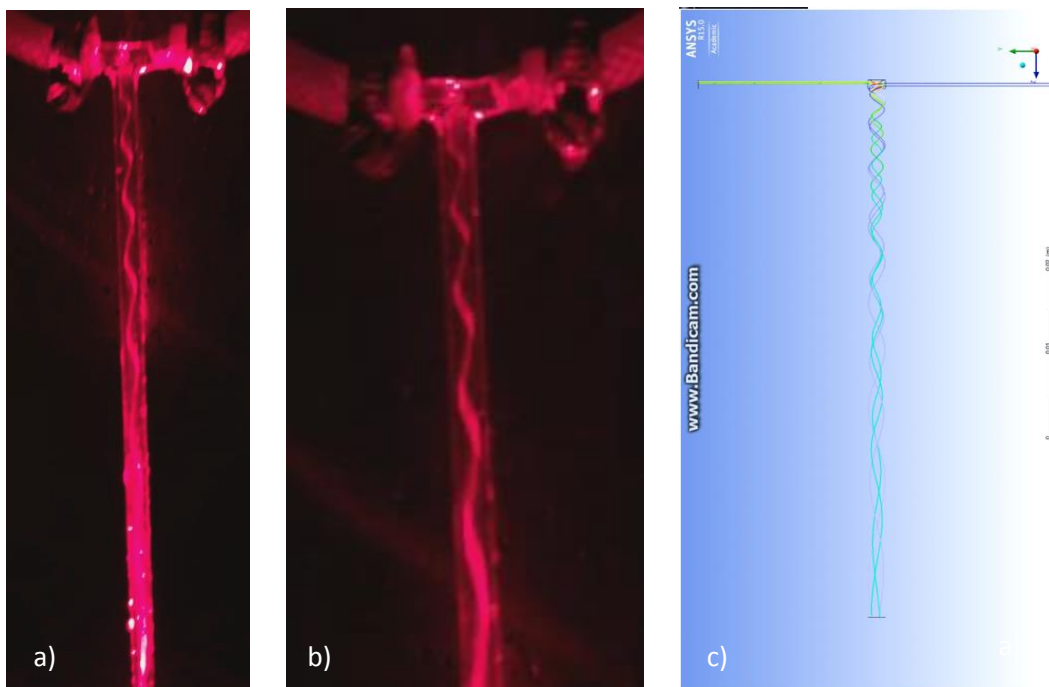


Fig. V.12: a) Trajectoire du fluide dans le T-mélangeur (expérimental), b) Zoom, c) simulations numériques de la trajectoire de l'écoulement dans le T-mélange

Diminution de l'intensité : Sachant que c'est l'interface liquide-vapeur qui permet la diffusion de lumières, donc la diminution de I est due à la diminution de la surface (S) des bulles de

vapeur. Puisque $S = N \cdot 4 \cdot \pi \cdot R^2$, **donc cette diminution est due soit à la diminution du rayon des bulles, soit à la diminution de leurs nombres dans la jambe de sortie du T-mélange.** Et pour répondre à cette question, des mesures DLS et des simulations numériques des différentes populations de bulles présentent dans notre T-mélange ont été effectuées.

V.2.1.2 Mesures DLS et évolution du rayon des bulles dans le T-mélange

La trajectoire des bulles étant validée, nous allons maintenant caractériser ces bulles en termes de taille moyennant les mesures DLS. Ces mesures permettront la détermination du rayon des bulles à partir des mesures de la lumière qu'elles diffusent. En effet, le traitement des données de mesures, nous donne les courbes de fonction d'autocorrélation (ACF) qui permettent l'identification du rayon des bulles. Ces résultats nous permettront également de valider si la diminution de l'intensité de la lumière dispersée (Fig. V.11) est liée à la taille (rayon) ou au nombre de bulles.

Le but est de calculer le rayon des bulles à partir des courbes ACF dont l'équation est sous la forme :

$$y(t) = A + Be^{-Dq^2t} \cdot \sin(\omega t + \varphi) \quad (V.2)$$

Où A, B sont des constants, D est le coefficient de diffusion, q est le vecteur de transfert d'onde de diffusion, ω est la pulsation et φ le changement de phase.

À partir de la pente décroissante de la courbe, nous déterminons le terme Dq^2 .

Sachant que $q = \frac{4\pi n_0}{\lambda} \sin\left(\frac{\theta}{2}\right)$, où n_0 est l'indice de réfraction et λ est la longueur d'onde de la lumière incidente, nous calculons D. Par la suite le rayon R est identifié à partir de l'équation de Stokes-Einstein [85, 86] :

$$D = \frac{K_b T}{6\pi\eta R} \quad (V.3)$$

Où η (Pa.s) est la viscosité dynamique, T (K) est la température et K_b est la constante de Boltzmann.

En solution stagnante, les mesures DLS sont exploitées en appliquant la relation de Stokes-Einstein [85, 129], qui traduit le fait que les particules ne se déplacent que par diffusion brownienne (coefficient D en $m^2 \cdot s^{-1}$) sous l'effet de la température:

$$R_0 = \frac{K_b T}{6\pi\eta D} \quad (V.4)$$

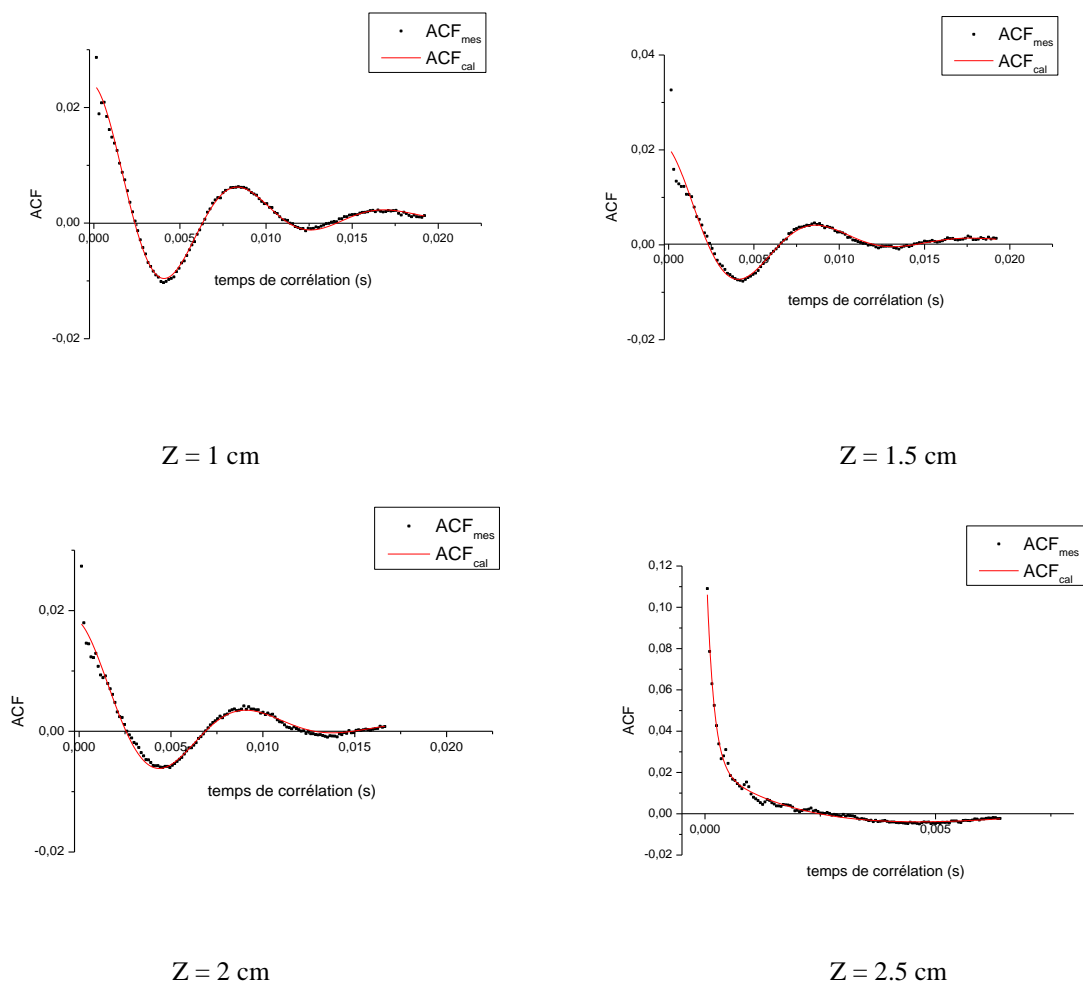
Cette relation permet de déterminer le rayon hydrodynamique des particules R_0 (m), en connaissant la température T (K) et la viscosité dynamique η (Pa.s) de la solution. $K_b = 1,3806 \cdot 10^{-23} \text{J.molécule}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ est la constante de Boltzmann.

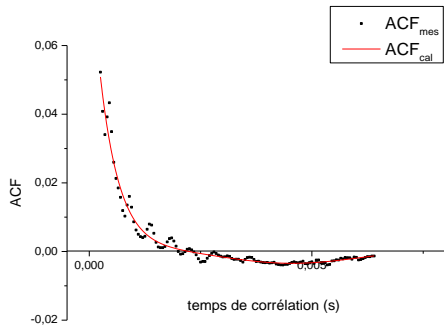
Sous agitation, une diffusion convective ou “turbulente” D_{ag} ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) se superpose à la diffusion Brownienne [130], et le dispositif expérimental indique alors un rayon apparent R_{app} (m), la relation de Stokes-Einstein s’écrit alors:

$$R_{app} = \frac{K_b T}{6\pi\eta(D+D_{ag})} \quad (\text{V.5})$$

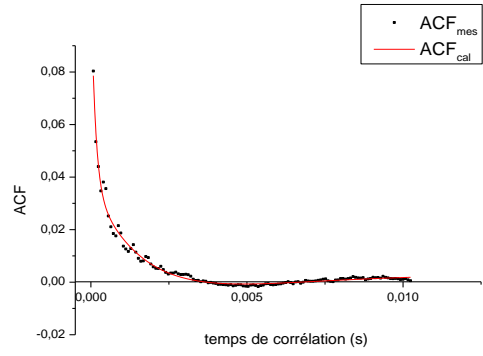
Dans notre écoulement, il y a présence d'une grande turbulence, les mesures DLS ne permettrons donc pas de détecter le rayon exact des bulles, mais le rayon apparent. Pour cela, on retrouvera, dans ce qui suit, une différence de taille entre les mesures expérimentales et les calculs numériques.

Les courbe ACF sont représentées sur la Figure V.12 pour un débit d’injection $Q=1.15 \text{ l/min}$ et différentes hauteurs Z .

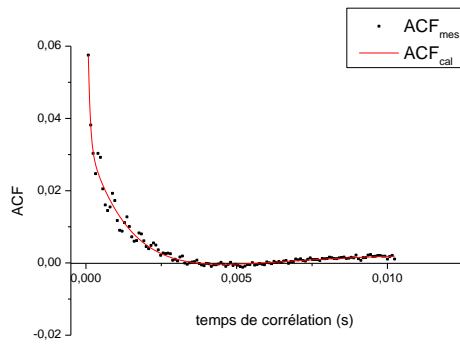




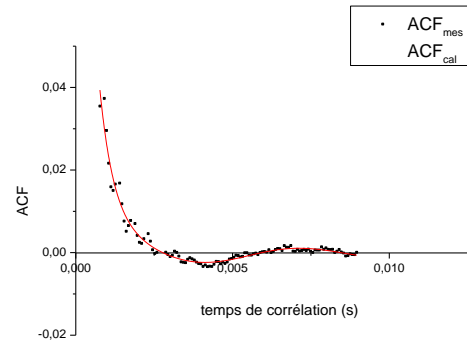
Z = 3 cm



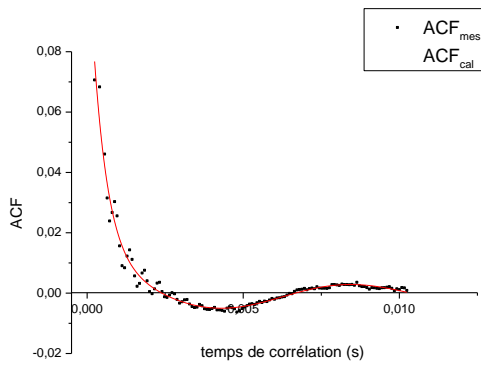
Z = 3.5 cm



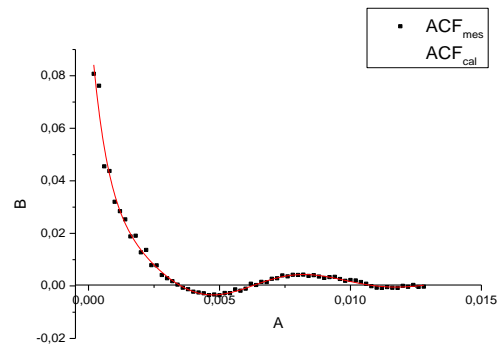
Z = 4 cm



Z = 4.5 cm



Z = 5 cm



Z = 5.5 cm

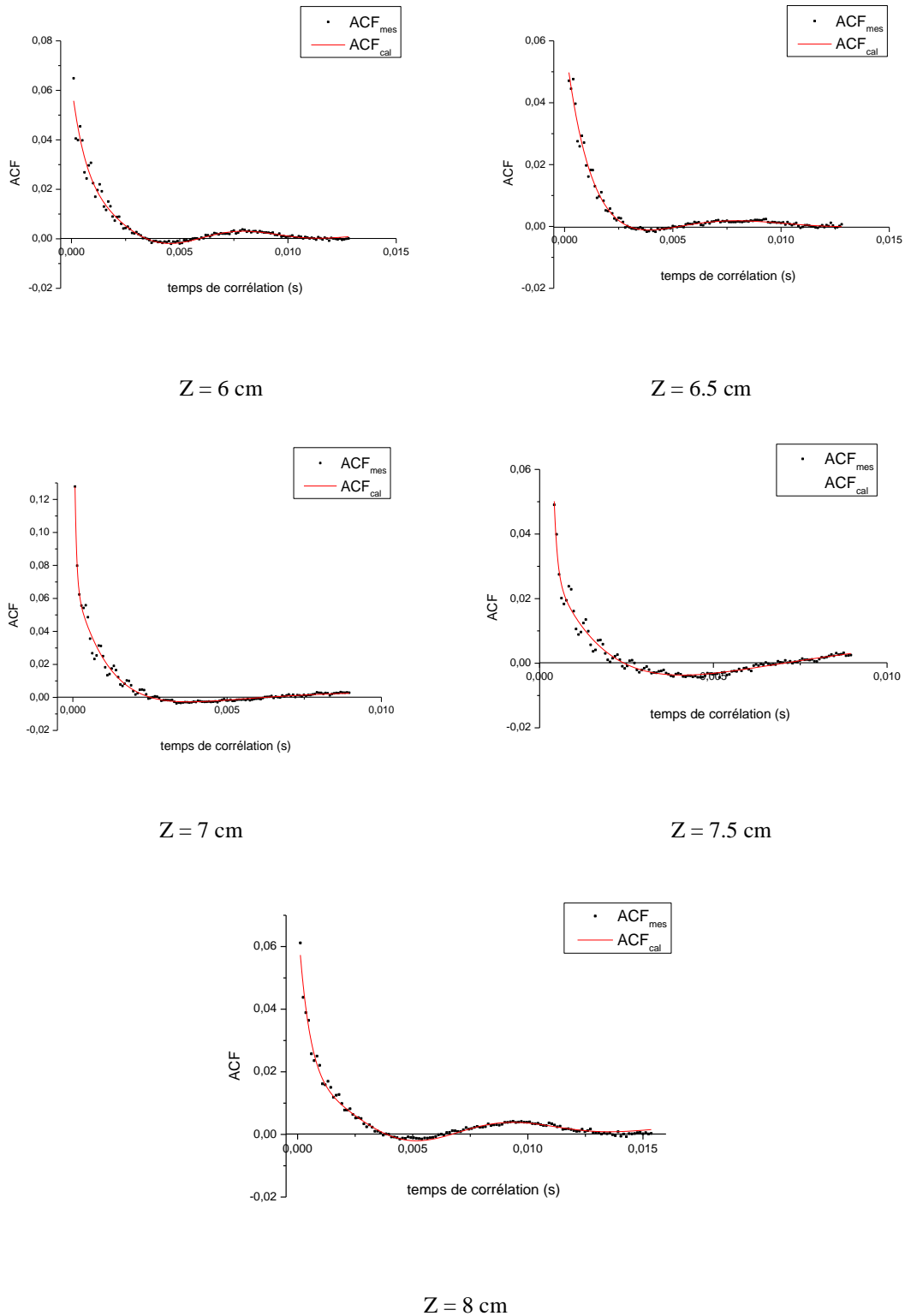


Fig. V.12: Courbe ACF pour $Q = 1.15 \text{ l/min}$ et différent hauteur Z

La Figure V.12 montre la présence d'oscillations sur les courbes ACF. On remarque aussi que leur amplitude diminue avec l'augmentation de la hauteur Z (Fig. V.12) et du débit Q (Fig. V.13).

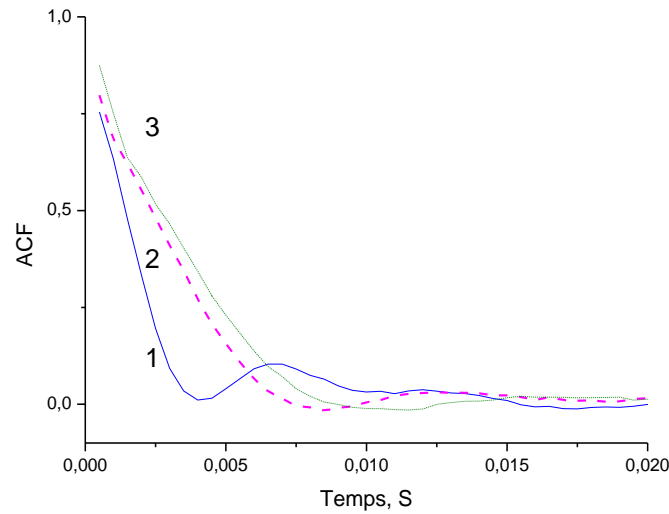


Fig. V.13. Courbes ACF pour différents débits Q dans la jambe de sortie du T-mélange pour $Z = 1$. Q est égal à 1,0 l/min (1), 1,1 l/min (2) et 1,15 l/min (3).

Ces oscillations ne peuvent pas provenir d'une source externe puisque les expériences ont été menées dans une pièce sombre (noire) et leur fréquence d'oscillation caractéristique ne correspond pas à celle des circuits électriques ($f = 1$ kHz). De plus, cette fréquence change avec le débit d'injection d'eau (Fig. V.13), donc c'est la présence de forte turbulence dans l'écoulement qui est à l'origine de ces oscillations. Car, contrairement aux mesures d'intensité, l'analyse ACF est moins directe car les courbes mesurées ne reflètent pas la taille des espèces colloïdales mais plutôt l'énergie turbulente dissipée [14]. En effet, les mesures DLS permettent de mesurer directement le coefficient de diffusion des particules D , qui est la somme de deux contributions : Une contribution Brownienne D_B et une contribution mécanique convective D_C ($D = D_B + D_C$). Lorsque l'énergie turbulente dissipée augmente, $D_B = \lambda \left(\frac{\varepsilon}{\nu}\right)^{1/2}$ (où λ est une constante en m^2 , ν est viscosité cinématique du fluide en m^2/s et ε est l'énergie turbulente dissipée locale en W/kg) devient plus important que D_C , ainsi la taille de particule mesurée qui est proportionnelle à $1/D$, ($R \propto D^{-1}$), est fortement sous-estimée. Par conséquent, le rayon mesuré par les courbes ACF est le rayon apparent des bulles, qui est différent de leur rayon réel.

En traçant la période d'oscillation T en fonction du nombre de Re d'injection (Fig. V.14), on obtient une excellente corrélation avec la courbe de l'évolution de l'intensité de la lumière diffusée en fonction de Re . De plus, l'extrapolation à la valeur zéro de T correspond à l'apparition du phénomène de diffusion de la lumière dans le T-mélange. Donc, se sont les

bulles issues de la cavitation et leur trajectoire turbulente qui sont à l'origine de ces oscillations.

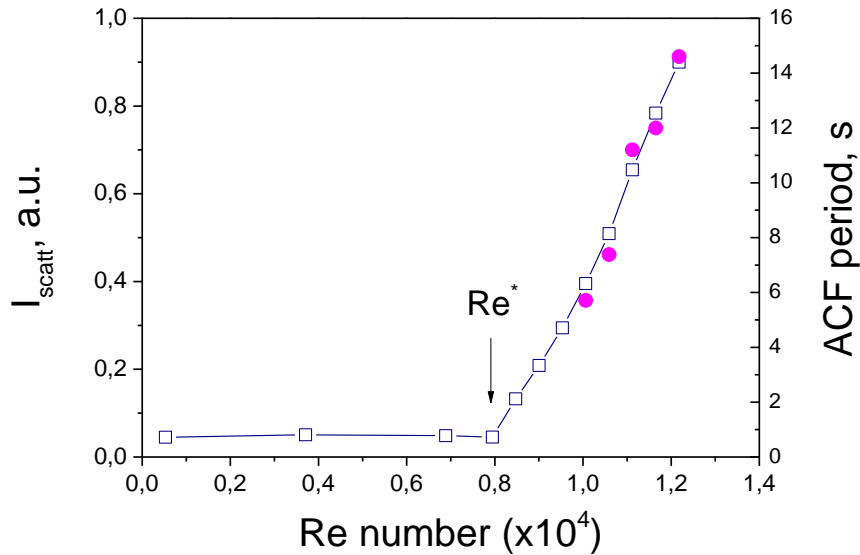


Figure V.14. Évolution de l'intensité de la lumière diffusée (I_{scatt}) dans le tube de sortie du T-mélange ($Z = 1$ cm) et de la période d'oscillation T des courbe ACF en fonction de Re d'injection.

En effet, l'impact des deux jets à l'entrée du T-mélange forme un vortex [131] et le déplacement de ce vortex dans la jambe de sortie du T-mélange favorise le développement d'un vortex toroïdal [132]. Ce phénomène est dû à la géométrie excentrique des deux bras d'entrée du T-mélange, ce qui améliore le mouvement vers l'avant. La rotation interne du tube suit le sens de rotation et permet le mouvement vers l'avant du vortex central, tandis que la direction de leur rotation externe et leur mouvement de translation sont inversés (Fig. V.15). Ces vortices toroïdaux agissent comme un courant pour transférer les bulles de cavitation.

La présence de rotations interne et externe sur la trajectoire de l'écoulement [132] dans la jambe de sortie du T-mélange a été vérifiée par la simulation numérique (CFD) des champs de vitesses au niveau du vortex et sur la jambe de sortie Figure V.16 et Figure V.17.

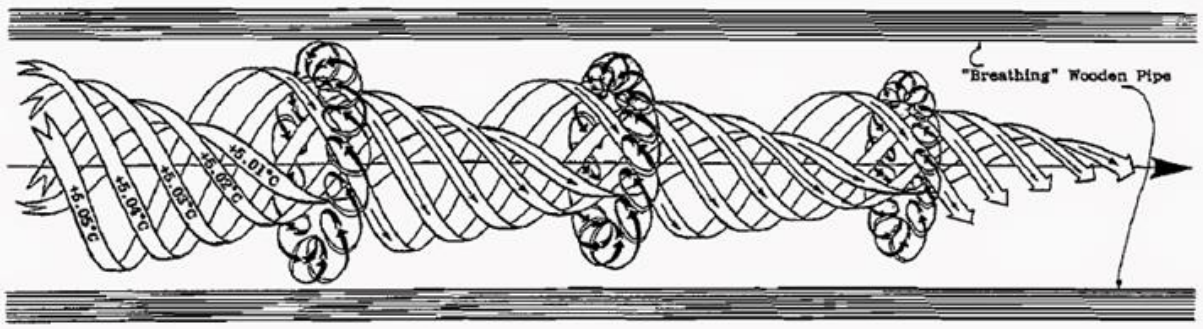


Fig. IV.15: Le vortex longitudinal à double spirale, Callum Coats, juillet 1992

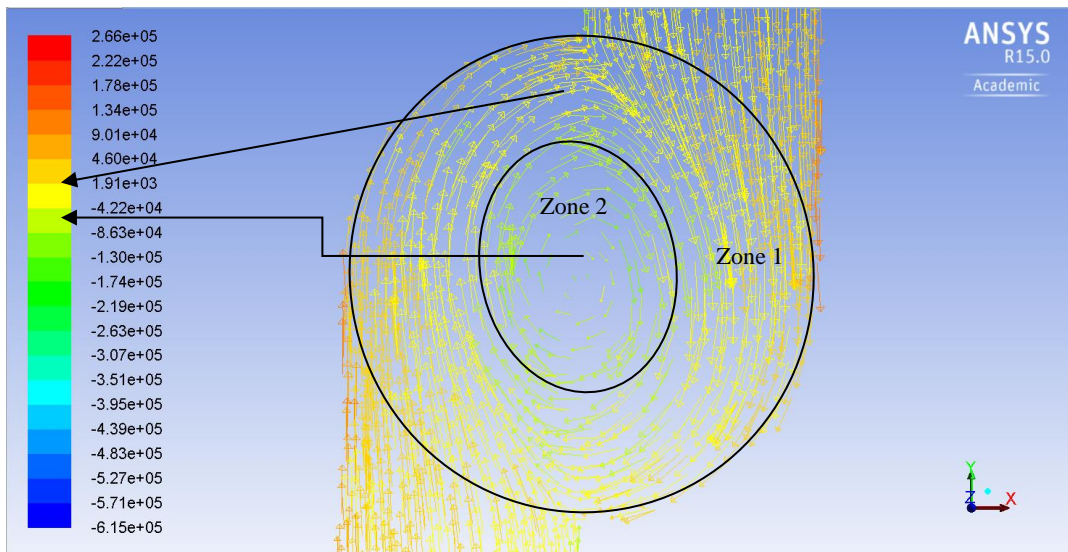


Fig. V.16: Champ de vitesses au niveau de vortex

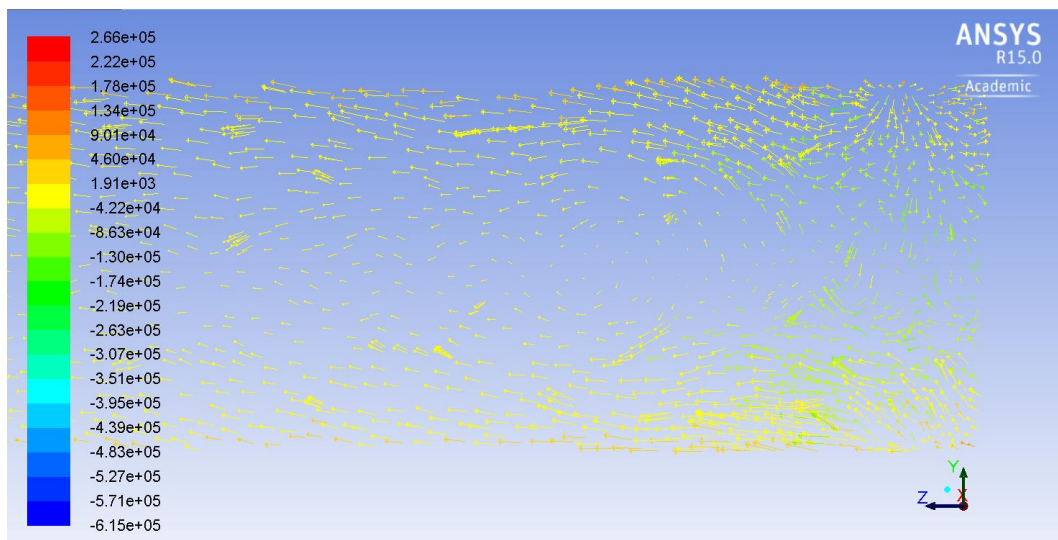


Fig. V.17 : Champ de vorticité au niveau de vortex sur la jambe de sortie

Les résultats de simulation montrent deux zones d'évolution de l'écoulement : une première zone (zone 1) où le mouvement de rotation est dans le sens positif par rapport à notre repère

(zone avec des valeurs positives) et une deuxième zone centrale (Zone 2) où le mouvement de rotation est dans le sens négatif par rapport à notre repère (zone avec des valeurs négatives). Donc, il y'a bien présence de rotation interne et externe dans la jambe de sortie du T-mélange, et on peut voir que ce mouvement de rotation continue le long de la jambe de sortie du T-mélange (Fig. V.17). Donc, c'est ce mouvement tourbillonnant (circulaire) des bulles dans l'écoulement (rotations interne et externe) qui est à l'origine de ces oscillations et que le système de mesure détecte pendant les mesures DLS.

Les résultats des mesures DLS (courbe ACF) ont permis de tracer la courbe de l'évolution du rayon apparent des bulles en fonction de Z (Fig. V.18).

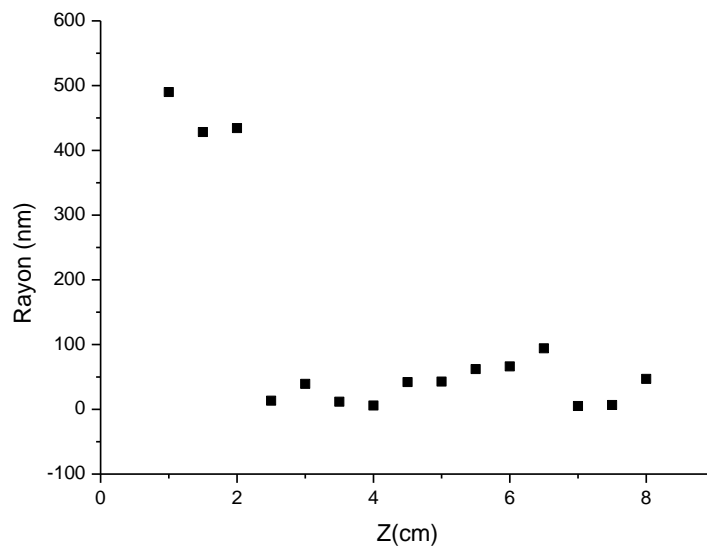


Fig. V.18: Evolution du rayon des bulles en fonction de Z ($I_{laser} = 200mV$) pour un débit d'injection $Q=1.15$ l/min

La Figure V.18 montre que la taille apparente des bulles diminue brusquement pendant les deux premiers centimètres puis se stabilise. En effet, la taille des bulles passe d'un rayon de l'ordre de 500 nm à un rayon de l'ordre de 10 nm. Pour valider ce résultat, on a effectué des mesures de taille pour un débit différent ; $Q=1.10$ l/min et les résultats montrent que les mesures sont répétitives et que en diminuant l'énergie d'injection (débit d'injection) la taille des bulles issues de la cavitation augmente (Fig. V.19).

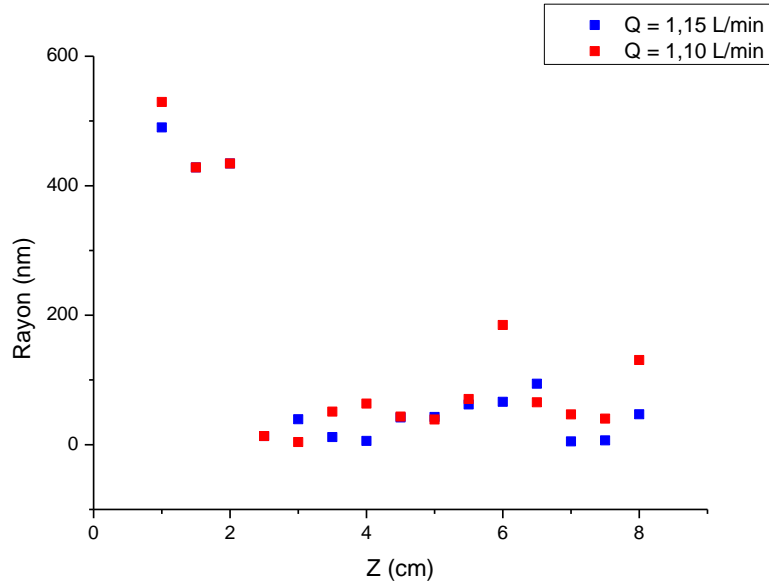


Fig. V.19: Evolution du rayon des bulles en fonction de Z ($I_{laser} = 200mV$) pour $Q=1.15$ l/min et $Q=1.10$ l/min

D'après les résultats précédents, on peut conclure que les bulles de cavitation sont générées dans les deux premiers centimètres du T-mélange où la diffusion de la lumière est très importante (Fig. V.20). Cependant, une diffusion plus faible s'étend sur toute la longueur du tube de sortie (Fig. V.20). Durant ces deux centimètres, le rayon apparent des bulles mesurées par DLS est très grand ($R \approx 500$ nm). Une fois que les bulles sortent de cette zone leur rayon apparent chute énormément atteignant 10 nm. La taille moyenne des bulles est d'environ 50 nm, ce qui montre une forte turbulence de l'écoulement [123] dans le tube de sortie du T-mélange.

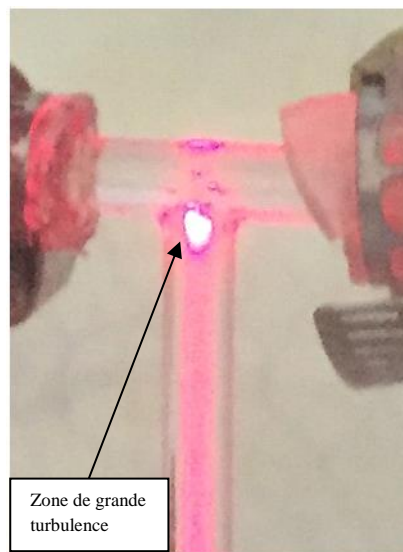


Fig. V.20 Zone de grande turbulence et de génération des bulles dans le T-mélange

Donc, cette chute du rayon des bulles, le long de l'axe Z, explique la diminution de l'intensité de la lumière diffusée suivant Z (Fig V.11).

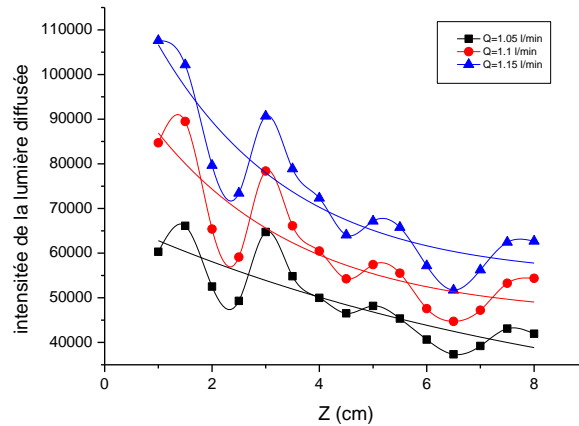


Fig V.11 : Évolution de la lumière diffusée en fonction de Z pour différents débits d'injection

Dans ce qui suit, une étude numérique afin de suivre l'évolution du nombre de bulles dans la jambe de sortie du T-mélange, et vérifier si l'intensité de la lumière diffusée de l'évolution de ce paramètre.

V.2.2 Simulation numérique de la cavitation et évolution du nombre des bulles dans le T-mélange

Les calculs numériques ont été réalisés avec le logiciel FLUENT V15.0 basé sur le modèle de turbulence k- ϵ . le comportement du fluide multiphasique a été traité avec une approche Eulerian / Eulerian (paragraphe III.4.1). On a aussi ajouté le modèle de cavitation à deux phases, qui consiste à utiliser les équations classiques de transport du mélange (mixture) ou des phases. Pour résoudre ces équations, une étude comparative des deux modèles proposés par Fluent, celle proposé par 'Schnerr et Sauer' et celle de 'Singhal et al.', a été réalisée (Fig. V.21), on a choisi la méthode développée par Singhal et al. (paragraphe III.5).

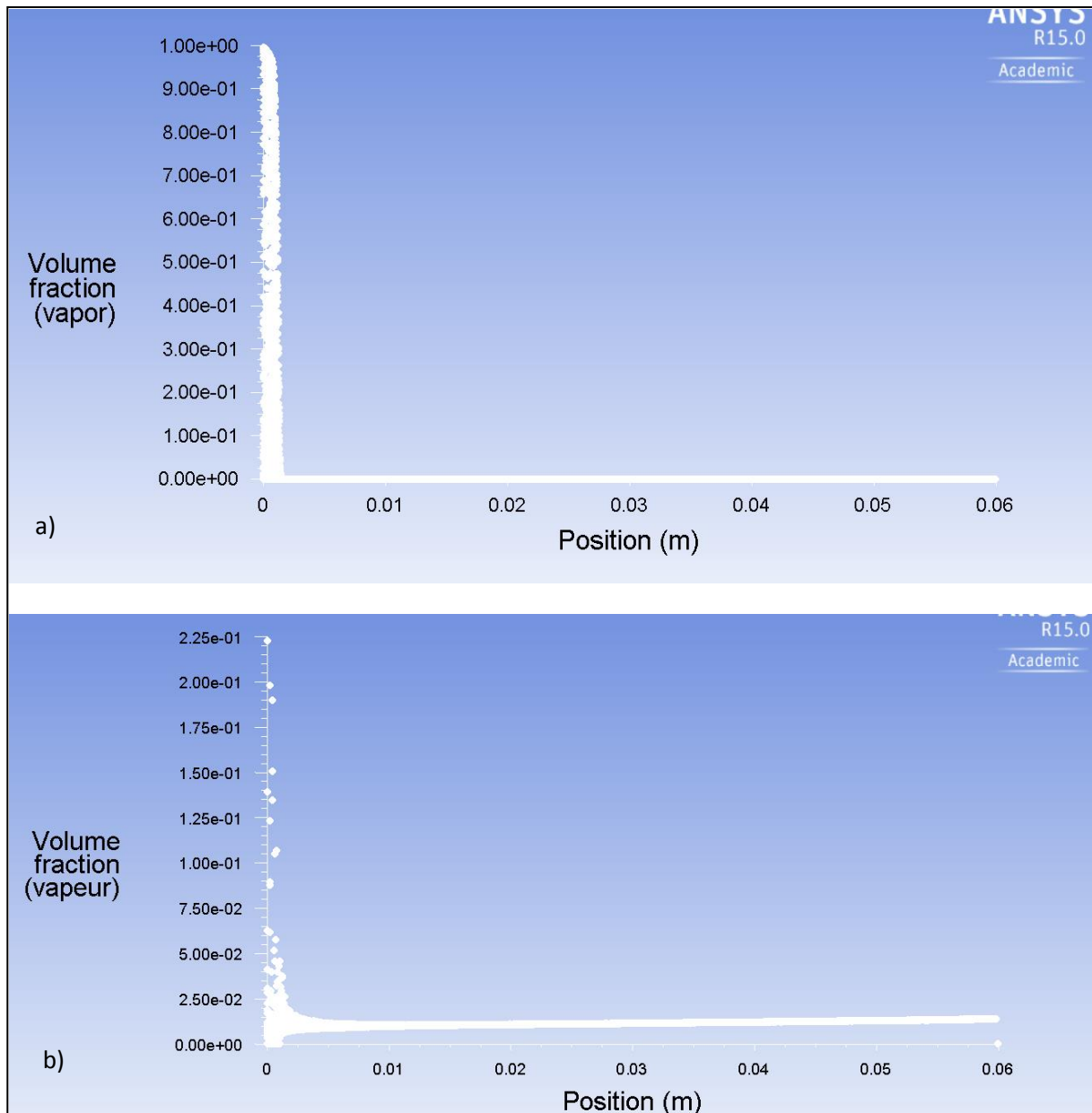


Fig. V.21: évolution de la fraction volumique de la phase vapeur (génération des bulles) dans le T-mélange en fonction de Z; a) Schnerr et Sauer b) Singhal et al.

En effet, les résultats de simulation de génération de bulles dans le T-mélange (Fig. V.21.), montrent que les bulles de cavitation apparaissent dans le T-mélange dès l'impact des deux jets d'eau et la chute de pression à $Z=0$ cm. Pour la modèle de 'Schnerr et Sauer', cette apparition diminue et s'annule très rapidement sur quelques millimètres. En revanche, pour la modèle de 'Singhal et al.' la phase vapeur diminue brusquement, mais ne s'annule pas et ceci sur toute la jambe de sortie du T-mélange.

Le modèle de ‘Singhal et al.’ est en accord avec les résultats expérimentaux illustrés par la Figure. V.3 qui montrent que la lumière est diffusée sur toute la jambe de sortie du T-mélange.

Pour caractériser les bulles (taille, nombres) de cavitation, on a choisi le modèle PBM (paragraphe III.6). Ce modèle permet de décrire l'évolution temporelle et spatiale d'une population d'entités dénombrables possédant un certain nombre de propriétés (taille, nombre, température...). Pour résoudre ces équations de population, on a opté pour la méthode des classes (paragraphe III.6.1). Cette méthode permet la détermination du nombre de bulles en fonction des classes (taille des bulles). La Figure V.22 présente l'évolution du nombre des bulles en fonction du rayon pour différentes positions sur l'axe Z. Or, d'après la littérature le phénomène de diffusion de la lumière, observé dans la partie expérimentale, est lié à la surface totale des bulles de cavitation. Pour cela, on a calculé cette surface pour chaque classe ($S_{totale} = S_i \times N_i$) où S_i est la surface de d'une bulle de classe ‘i’ et N_i leur nombre Figure V.23.

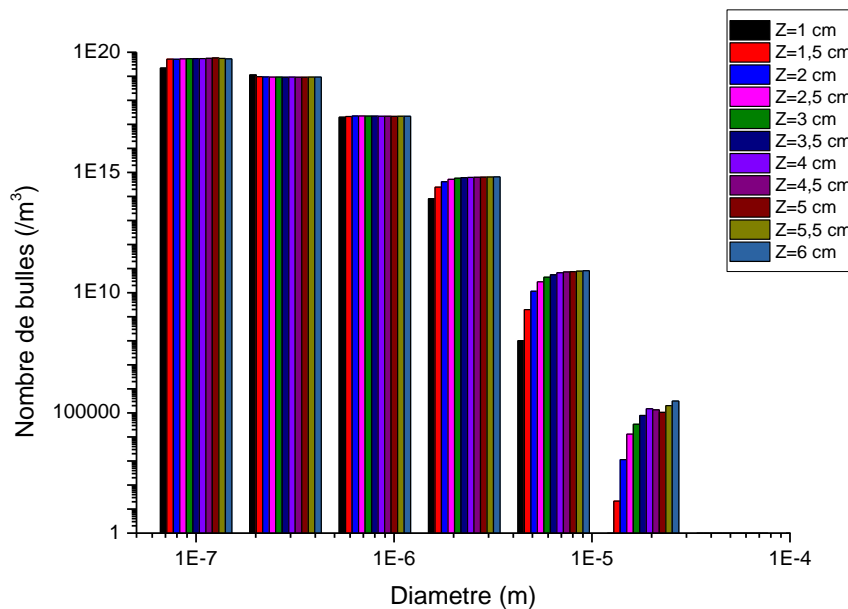


Fig. V.22: Nombre de bulles (/m3) en fonction du rayon (des classes) et de Z

($P_{inlet} = 7 \text{ bar}$)

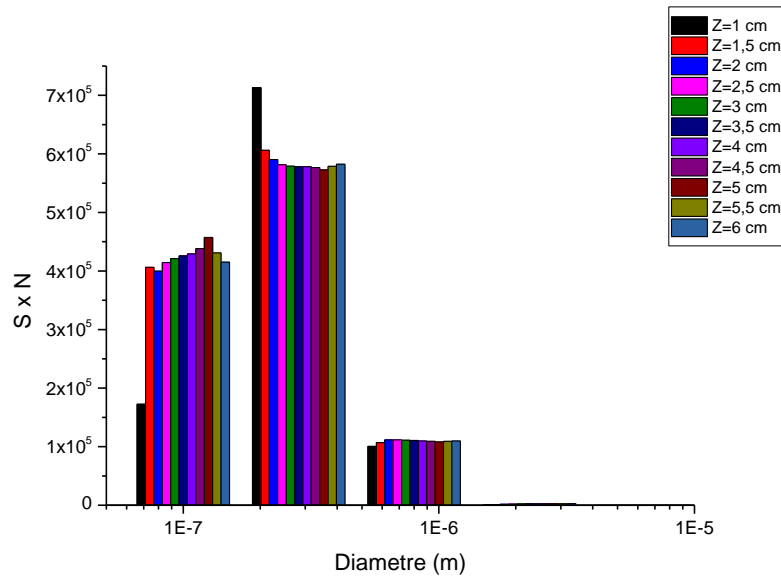


Fig. V.23: Surface des bulles en fonction du rayon (des classes) et de Z (P= 7 bar)

D'après les résultats de simulations numériques (Fig. V.23), les bulles dont le rayon (classe) est égale à $2.8 \times 10^{-7} \text{ m}$ jouent un rôle prépondérant dans la mesure de la lumière diffusée car en termes de surface, elles représentent la surface la plus importante.

Pour vérifier si la diminution de l'intensité de la lumière est due à la diminution du nombre de bulles, leur évolution le long de l'axe Z a été représentée sur la Figure V.24. Cette dernière montre que, effectivement le nombre de bulles diminue le long de l'axe Z.

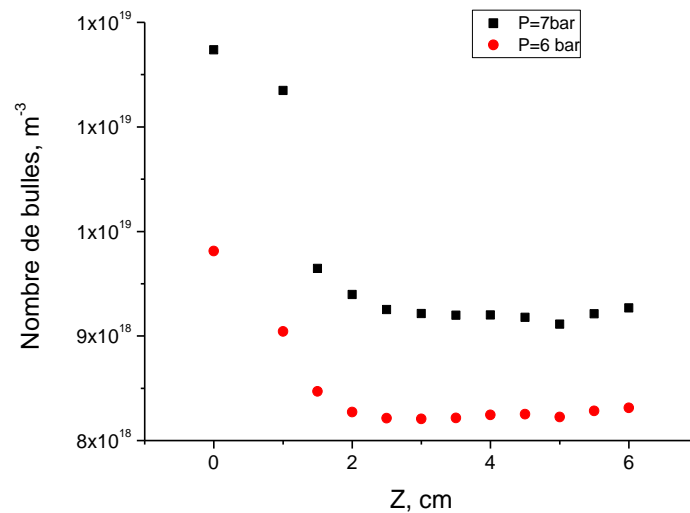


Fig. V.24: évolution du nombre de bulles de la classe $R= 2.8 \times 10^{-7}$ sur Z pour deux pressions différentes (P=7 bar et P=6 bar)

Donc d'après les résultats de mesure de taille et la simulation numérique du nombre des bulles de cavitation, on peut conclure que la diminution de l'intensité de lumière détectée aux niveaux de la jambe de sortie du T-mélange est liée simultanément à la diminution du nombre et des tailles de bulles issues de la cavitation.

La Figure V.24 montre aussi que le nombre de bulles diminue en réduisant la pression d'injection (l'énergie d'injection). Donc la génération des bulles est liée à l'énergie cinétique turbulente d'injection (K). En effet, la dissipation (ϵ) de cette énergie turbulente au niveau du vortex permet la création des bulles (Fig. V.21), où (ϵ) est maximal ($Z \approx 0$ cm) et au fur et à mesure que le fluide avance dans la jambe de sortie, (ϵ) diminue (Fig. V.25) et n'est plus capable de produire de bulle de cavitation.

Donc la dissipation de l'énergie cinétique turbulente (ϵ) permet la production des bulles au niveau du vortex ($Z \approx 0$ cm) mais n'affecte pas leurs évolutions le long de la jambe de sortie du T-mélange.

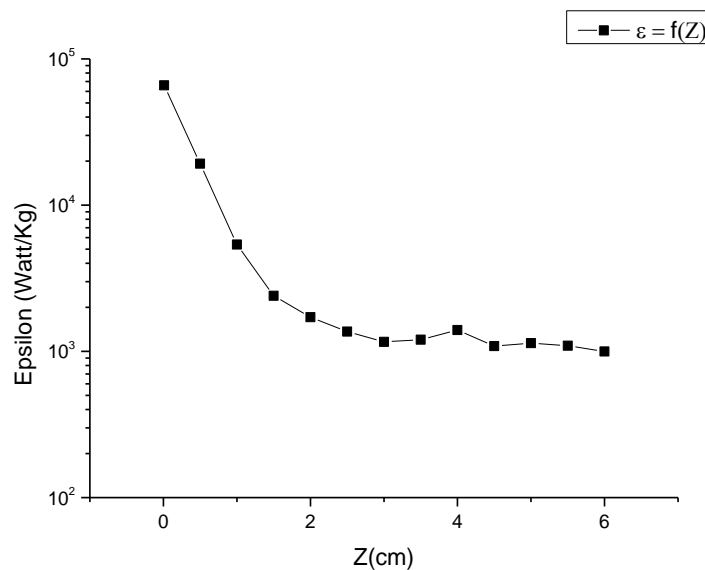


Fig.V.25: Évolution de l'énergie cinétique turbulente dissipée (ϵ) suivant Z

V.2.3 Conclusion

Les résultats expérimentaux et numériques ont permis de valider la trajectoire sinusoïdale du fluide à l'intérieur du T-mélange et de mieux comprendre la présence de oscillations sur les mesures expérimentales concernant l'évolution de la l'intensité de la lumière diffusée en fonction de Z (Fig. V.11).

Les mesures DLS ont confirmé que la diminution de l'intensité de la lumière diffusée en fonction de Z dépend de l'évolution du nombre et de la taille des bulles de cavitation dans le T-mélange. Ce résultat a été ensuite validé numériquement.

Les oscillations présentes sur les courbes ACF sont dues à la présence de vortices toroïdaux (rotations interne et externe) dans l'écoulement. Ces vortices toroïdaux agissent comme un courant pour transférer les bulles de cavitation qui sont détectées par notre dispositif expérimental et qui permettent la diffusion de la lumière.

La taille moyenne des bulles a été respectivement mesurée, par DLS (50 nm), et calculée par PBM (280 nm). La différence de taille est due au mouvement turbulent des bulles lors des mesures DLS [15].

CHAPITRE VI. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Conclusion Générale

Ce travail de thèse a été réalisé dans le cadre de l'optimisation des conditions limites d'obtention et de développement d'un micro-mélange dans un milieu réactif sol-gel, afin de concevoir et d'optimiser de matériaux fonctionnels à base de nanoparticules monodisperses (couches minces, dépôts de nanoparticules isolées, hybrides organiques-inorganiques, etc.). Les mesures expérimentales effectuées durant ces travaux de recherche ont été validées par des simulations numériques CFD.

Les résultats du chapitre III, ont permis de calculer le nombre de Damköhler et de respecter sa condition pour obtenir un micro-mélange monodisperse. En effet, la longueur d'écoulement nécessaire pour l'homogénéisation du milieu a été respectivement mesurée $Z_{iexp} = (23 \pm 1)$ mm et calculée $Z_{inum} = 24$ mm. Ces deux résultats sont en accord. Ce résultat nous a permis de calculer le temps de mélange en prenant en compte la vitesse moyenne de l'écoulement. Ce dernier est de l'ordre de 3 millisecondes et sachant que le temps réactionnel est de l'ordre d'une dizaine de millisecondes (Livage, Henry et al. 1988) donc la condition de Damköhler est bien vérifiée.

Le modèle de turbulence k- ϵ qu'on a appliqué pour simuler l'écoulement moyennant le logiciel FLUENT a bien prédit l'évolution de l'écoulement dans notre T-mélange et a permis de valider les résultats expérimentaux de Z_i et d'optimiser l'angle α du T-mélange à $\alpha = 120^\circ$, permettant ainsi d'avoir un temps de micromélange plus court.

Une fois que la condition de Damköhler est satisfaite, on s'est intéressé à l'évolution de la monodispersité et du rayon des nanoparticules en fonction du nombre de Reynolds (Re) d'injection. D'après les travaux de Azouani et al. [23], on a constaté la présence d'un phénomène physique entre les deux valeurs du nombre de Reynolds d'injection, ($Re = 6000$) et ($Re = 8000$) qui affecte la qualité du micromélange.

Dans le but d'étudier ce phénomène, un nouvel dispositif expérimental a été mis en place. Ce dispositif a pour objectif de permettre les mesures SLS-DLS et de caractériser les bulles issues de la cavitation ainsi que leurs évolutions tout le long de la jambe de sortie du T-mélange (suivant l'axe Z) en fonction de la lumière qu'ils diffusent. Cette étude a permis de mettre en évidence la présence du phénomène de cavitation dans le T-mélange et

l'optimisation de l'énergie d'injection ($Re \approx 7500$) à l'entrée du T-mélange. Ce résultat a été ensuite validé par des simulations numériques CFD.

La courbe des mesures SLS (Fig V.11) a montré que l'évolution de l'intensité de la lumière diffusée en fonction de Z diminue avec une forme sinusoïdale (présence d'oscillation). Des mesures DLS et d'autres simulations numériques moyennant le modèle cavitation de Singhal et al. [106] et le modèle de distribution de taille de particules (PBM) ont été menées. Les mesures DLS ont permis de mesurer le rayon apparent des bulles de cavitation moyennant les courbes ACF. La présence d'oscillations sur ces courbes $I(z)$ et ACF est due aux vortices toroïdaux (rotations interne et externe) [132] présent dans l'écoulement. Ces vortices toroïdaux agissent comme un courant pour transférer les bulles de cavitation qui ont été détectées par notre dispositif expérimental.

La taille moyenne des bulles a été respectivement mesurée, par DLS (50 nm), et calculés par PBM (280 nm). La différence de taille est due au mouvement turbulent des bulles lors des mesures DLS, conditionné par l'énergie dissipée.

Les résultats de mesures expérimentaux (DLS) et de calcul numérique ont montré que

- les oscillations présentes sur la courbe de l'évolution de l'intensité de la lumière diffusée sont dues à, la trajectoire sinusoïdale de l'écoulement dans la jambe de sortie du T-mélange et à la surface d'observation du laser qui ne couvre pas la totalité de la surface du fluide.
- la diminution de l'intensité de la lumière diffusée mesurée par SLS le long de l'axe Z est due à l'évolution du nombre et des tailles des bulles.

Perspectives de ce travail

L'apparition du phénomène de cavitation dans le réacteur à micro-mélange rapide signifie le passage du régime diphasique (liquide-solide) au régime triphasique (liquide-vapeur-solide) de l'écoulement. La modification du régime peut fortement modifier la cinétique réactionnelle, la morphologie et même la nature de particules produites. Ce travail pourrait se poursuivre dans plusieurs directions :

- Une perspective directe de ce travail consiste à étendre cette étude à d'autres géométries et type de mélangeur, fluides réactifs et températures d'écoulement.

- Une étude expérimentale moyennant la méthode PIV (Particle Image Velocimetry), présentée dans la partie II.4, est nécessaire pour maîtriser le processus de génération des bulles dans le T-mélange. Cette étude permettra de visualiser l'évolution des bulles de cavitation au niveau du vortex et tout au long de la jambe de sortie du T-mélange. Elle permettra aussi de caractériser ces bulles en termes de nombres et de morphologies (taille et forme).
- Une étude qui combinera la dynamique des bulles et leur mouvement rotationnel est souhaitable. Cette étude permettra d'établir les relations entre l'énergie dissipée et les caractéristiques structurales et dimensionnelles d'écoulement.
- Une étude plus poussée sur le phénomène de cavitation et ses avantages est envisageable. En effet, l'effondrement (collapse) des bulles augmente la température locale (Flint and Suslick 1991), ce qui peut activer des réactions chimiques endothermiques. Didenko et al. [133] ont étudié l'effet des gaz nobles sur les températures de sonoluminescence pendant la cavitation multi-bulle. Ces études ont montré que la température locale des sonoluminescences peut atteindre les 5000 K.
- Une perspective applicative très intéressante est l'utilisation de la cavitation pour le traitement et la désinfection des eaux usées. En effet, plusieurs équipes de recherche [64, 134] travaillent sur cette thématique. Ranade et al. [135] ont récemment entrepris des études numériques et expérimentales sur la cavitation dans le but de décontaminer efficacement l'eau. Pour créer la cavitation, ils ont mis en place un dispositif expérimental appelé diode à vortex. Donc, une étude complémentaire sur les mécanismes permettant le traitement et la désinfection des eaux usées moyennant la cavitation est essentielle.
- La modélisation peut être approfondie en utilisant d'autres méthodes et modèles de calculs, comprenant en particulier le couplage hydrodynamique-cinétique réactionnelle. L'introduction des réactions chimiques dans le modèle serait très importante pour avoir une vision d'ensemble de la compétition entre les phénomènes physiques de mélange et ceux de la cinétique réactionnelle. La méthode de simulation des grandes échelles (LES) peut apporter plus d'information concernant le micromélange local. Toutefois, pour une résolution directe de ce problème, la méthode de simulation numérique directe (DNS) est incontournable.

Production scientifique

Publications dans des revues internationales avec comité de lecture (RICL)

- 1- **K. Oualha**, M. Ben Amar, A. Michau, A. Kanaev, "Observation of cavitation in exocentric T-mixer", Chemical Engineering Journal 321 146–150, **2017**.
- 2- **K. Oualha**, M. Ben Amar, A. Michau, A. Kanaev, "Cavitations phenomenon in T-mixer with exocentric inputs", Chemical Engineering Transactions, vol 57, **2017**.
- 3- **K. Oualha**, M. Ben Amar, A. Kanaev, "Mixing-time in T-mixer reactor", Mechanics & Industry, **2017**. (Soumis)
- 4- **K. Oualha**, M. Ben Amar, A. Kanaev, "Experimental and numerical characterisation of bubbles in T-mixer with exocentric inputs". **2017** (à soumettre)

Communications dans des congrès internationaux avec actes publiés

- 1- **K. Oualha**, M. Ben Amar, A. Kanaev, "Mixing-time in T-mixer reactor", Congrès Algérien de Mécanique, Constantine 26-30 novembre **2017**.
- 2- **K. Oualha**, M. Ben Amar, A. Kanaev, "Influence of geometry on micro-mixing in T-mixer with an exocentric input", CMSM, Hammamet, 28-31/3/**2017**.
- 3- **K. Oualha**, M. Ben Amar, A. Kanaev, "Numerical and experimental studies of obtaining micro-mixing in T-mixer with exocentric inputs", A3M Hammamet, 19-21 December **2016**.
- 4- **K. Oualha**, M. Ben Amar, A. Kanaev, "Numerical and experimental investigations of T-mixer with exocentric input", 11th European Fluid Mechanics Conferences (EFMC) Seville, 12-16 september **2016**.
- 5- **K. Oualha**, S. Bouaziz, A. Michau, M. Haddar, A. Kanaev, M. Ben Amar, "Parametric study of micro T-mixer with non-aligned inputs", Congrès MMSSD, Sousse-Tunisie, 15-17 Décembre **2014**.

6- K. Oualha, S. Bouaziz, M. Haddar, A. Kanaev, M. Ben Amar, "Design and characterization of T-mixer with exocentric inputs", 5ème Congrès CMSM, Djerba, 25-27 Mars, **2013**.

7- K. Oualha, Z. Jia, M. Haddar, A. Kanaev, M. Ben Amar "Design of T-mixer with non-coaxial inputs for preparation of monodispersed nanoparticles", Récents Progrès en Génie des Procédés, Numéro 104 -ISSN: 1775-335X; ISBN: 978-2-910239-78-7, Ed. SFGP, Paris, **2013**.

Communication dans des congrès nationaux

1- K. Oualha, M. Ben Amar, R. Amamra, M. Traoré, K. Chhor, A. Kanaev, Sciences and Engineering for Advanced Materials and Devices. Colloque SEAM, PRES-SPC, Université Paris Diderot. 12/4/**2012**.

Participation dans un projet

1- A. Kanaev, M. Stoller, M. Ben Amar, K. Cheng, **K. Oualha**, A. Chiavola, L. Di Palma, , S. Vuppala, "Design of novel equipment capable to quickly produce efficient nanomaterials for use in environmental and sanitary emergencies", Projet PHC Galilee **2017**.

Références

1. Cortes-Quiroz, C.A., A. Azarbadegan, and M. Zangeneh, *Effect of channel aspect ratio of 3-D T-mixer on flow patterns and convective mixing for a wide range of Reynolds number*. Sensors and Actuators B: Chemical, 2017. **239**: p. 1153-1176.
2. Gradl, J., et al., *Precipitation of nanoparticles in a T-mixer: Coupling the particle population dynamics with hydrodynamics through direct numerical simulation*. Chemical Engineering and Processing: Process Intensification, 2006. **45**(10): p. 908-916.
3. Schikarski, T., W. Peukert, and M. Avila, *Direct numerical simulation of water–ethanol flows in a T-mixer*. Chemical Engineering Journal, 2017. **324**(Supplement C): p. 168-181.
4. Li, W., *Elaboration par un procédé de précipitation de nanoparticules aux propriétés contrôlées. Application à la magnétite*, 2011, Vandoeuvre-les-Nancy, INPL.
5. Marchisio, D.L., L. Rivautella, and A.A. Barresi, *Design and scale-up of chemical reactors for nanoparticle precipitation*. AIChE Journal, 2006. **52**(5): p. 1877-1887.
6. Schwarzer, H.-C., et al., *Predictive simulation of nanoparticle precipitation based on the population balance equation*. Chemical Engineering Science, 2006. **61**(1): p. 167-181.
7. Pierre, A. and M. Fabien, *Procédé sol-gel de polymérisation*. Techniques de l'ingénieur Plastochimie et analyse physico-chimique, 2005. **base documentaire : TIB139DUO**(ref. article : am3048).
8. Brinker, C.J., et al., *Sol–gel derived ceramic films — fundamentals and applications*, in *Metallurgical and Ceramic Protective Coatings*, K.H. Stern, Editor. 1996, Springer Netherlands: Dordrecht. p. 112-151.
9. Livage, J., M. Henry, and C. Sanchez, *Sol-gel chemistry of transition metal oxides*. Progress in Solid State Chemistry, 1988. **18**(4): p. 259-341.
10. Olding, T., M. Sayer, and D. Barrow, *Ceramic sol–gel composite coatings for electrical insulation*. Thin Solid Films, 2001. **398**: p. 581-586.
11. Troczynski, T. and Q. Yang, *Process for making chemically bonded sol-gel ceramics*, 2001, United States Patent, PROCESS FOR MAKING CHEMICALLY BONDED SOL-GEL CERAMICS, The University of British Columbia.

12. Zha, J. and H. Roggendorf, *Sol–gel science, the physics and chemistry of sol–gel processing*, Ed. by C. J. Brinker and G. W. Scherer, Academic Press, Boston 1990, xiv, 908 pp., bound—ISBN 0-12-134970-5. *Advanced Materials*, 1991. **3**(10): p. 522-522.
13. Coradin, T. and J. Livage, *Sol–Gel Synthesis of Solids*, in *Encyclopedia of Inorganic and Bioinorganic Chemistry*. 2011, John Wiley & Sons, Ltd.
14. Rivallin, M., *Evolution de sols nanométriques d'oxyde de titane durant l'induction d'une précipitation de type sol-gel en réacteur à mélangeur rapide : Mesures granulométriques in-situ et modélisation*, 2003. p. 1 vol. (139 p.).
15. Azouani, R., *Elaboration de nouveaux nanomatériaux photocatalytiques actifs sous rayonnement visible*, 2009, Université Paris-Nord-Paris XIII.
17. Labidi, Sana, Mounir Ben Amar, Manef Abderrabba, Jean-Philippe Passarello, Andreï Kanaev, *Nanoparticulate ZrO₂/SO₄ 2- Catalyst for Biofuel Production*, *International Journal of Advanced Applied Physics Research*, 2015, 2, 1-7.
18. Cheng, K., K. Chhor, and A. Kanaev, *Solvent effect on nucleation-growth of titanium-oxo-alkoxy nanoparticles*. *Chemical Physics Letters*, 2017. **672**(Supplement C): p. 119-123.
19. Jia, Z., *Elaboration des matériaux composites nanostructurés Ag, Au/TiO₂ pour la dépollution des effluents gazeux avec une activation par plasma*, 2013, Université Paris 13.
21. S. Labidi, M. Ben Amar, J.-P. Passarello, B. Le Neindre, and A. Kanaev, *Design of novel sulfated nanozirconia catalyst for biofuel synthesis*. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 2017. **56**(6): p. 1394-1403.
22. Labidi, S., *Elaboration des nanoparticules d'oxyde de zirconium par voie sol-gel : Mise en forme et application pour la synthèse de biodiesel*, 2015, Université Paris 13.
23. R. Azouani, A. Michau, K. Hassouni, K. Chhor, J-F. Bocquet, J-L. Vignes, A. Kanaev, *Elaboration of pure and doped TiO₂ nanoparticles in sol–gel reactor with turbulent micromixing: Application to nanocoatings and photocatalysis*. *Chemical Engineering Research and Design*, 2010. **88**(9): p. 1123-1130.
24. Mélisa Hatat-Fraile, Julie Mendret, Matthieu Rivallin, Stephan Brosillon, *Effect of hydrodynamics during sol–gel synthesis of TiO₂ nanoparticles: From morphology to photocatalytic properties*. *Chemical Engineering Research and Design*, 2013. **91**(12): p. 2389-2400.

25. Mongia Hosni, Samir Farhat, Mounir Ben Amar, Andrei Kanaev, Noureddine Jouini, Ivaylo Hinkov., *Mixing strategies for zinc oxide nanoparticle synthesis via a polyol process*. AIChE Journal, 2015. **61**(5): p. 1708-1721.
26. de Caprariis, B., et al., *Reaction-precipitation by a spinning disc reactor: Influence of hydrodynamics on nanoparticles production*. Chemical Engineering Science, 2012. **76**: p. 73-80.
27. Debenedetti, P.G., *Metastable liquids: concepts and principles*. 1996: Princeton University Press.
28. Reid, R.C., *Superheated Liquids: Liquids in the superheated state, far from being a laboratory curiosity, occur more often than thought and may cause industrial accidents*. American Scientist, 1976. **64**(2): p. 146-156.
29. Avedisian, C.T., *The homogeneous nucleation limits of liquids*. Journal of physical and chemical reference data, 1985. **14**(3): p. 695-729.
30. Taylor, J., *Cavitation and tension in liquids*. Appl. Phys, 1984. **17**: p. 2139.
31. Brennen, C.E., *Cavitation and bubble dynamics*. 2013: Cambridge University Press.
32. Leighton, T., *The acoustic bubble*. 2012: Academic press.
33. Franc, J.-P. and J.-M. Michel, *Fundamentals of cavitation*. Vol. 76. 2006: Springer Science & Business Media.
34. Young, F.R., *Cavitation*. 1999: World Scientific.
35. Fisher, J.C., *The fracture of liquids*. Journal of applied Physics, 1948. **19**(11): p. 1062-1067.
36. Becker, R. and W. Döring, *Kinetische behandlung der keimbildung in übersättigten dämpfen*. Annalen der Physik, 1935. **416**(8): p. 719-752.
37. Pettersen, M., S. Balibar, and H. Maris, *Experimental investigation of cavitation in superfluid He 4*. Physical Review B, 1994. **49**(17): p. 12062.
38. Caupin, F., *Liquid-vapor interface, cavitation, and the phase diagram of water*. Physical Review E, 2005. **71**(5): p. 051605.
39. Kell, G.S., *Early observations of negative pressures in liquids*. American Journal of Physics, 1983. **51**(11): p. 1038-1041.
40. Leighton, T., *Bubble population phenomena in acoustic cavitation*. Ultrasonics Sonochemistry, 1995. **2**(2): p. S123-S136.
41. Trevena, D., *Cavitation and the generation of tension in liquids*. Journal of Physics D: Applied Physics, 1984. **17**(11): p. 2139.

42. Field, J.E., *Cavitation and Tension in Liquids*. By D. H. TREVENA. Adam Hilger, 1987. 125 pp. £22.50. *Journal of Fluid Mechanics*, 1989. **199**: p. 594-594.
43. Caupin, F. and E. Herbert, *Cavitation in water: a review*. *Comptes Rendus Physique*, 2006. **7**(9-10): p. 1000-1017.
44. Mørch, K.A., *Reflections on cavitation nuclei in water*. *Physics of Fluids*, 2007. **19**(7): p. 072104.
45. Azzopardi, B., *Gas-liquid flows in cylindrical venturi scrubbers: boundary layer separation in the diffuser section*. *The Chemical Engineering Journal*, 1992. **49**(1): p. 55-64.
46. Franc, J.-P., *La cavitation: mécanismes physiques et aspects industriels*. 1995: EDP Sciences. 582.
47. Reynolds, O., *The transmission of energy*. *RSA Journal*, 1882. **31**: p. 973.
48. Briggs, L.J., *Limiting negative pressure of water*. *Journal of applied Physics*, 1950. **21**(7): p. 721-722.
49. Cochard, H., *A technique for measuring xylem hydraulic conductance under high negative pressures*. *Plant, Cell & Environment*, 2002. **25**(6): p. 815-819.
50. Vanderzee, C.E. and L.J. Gier, *The enthalpy of solution of gaseous hydrogen iodide in water, and the relative apparent molar enthalpies of hydriodic acid*. *The Journal of Chemical Thermodynamics*, 1974. **6**(5): p. 441-452.
51. Zheng Q, Durben DJ, Wolf GH, Angell CA., *Liquids at large negative pressures: water at the homogeneous nucleation limit*. *Science*, 1991. **254**(5033): p. 829-832.
52. Dixon, H.H. and J. Joly, *On the ascent of sap*. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. B*, 1895. **186**: p. 563-576.
53. Wheeler, T.D. and A.D. Stroock, *The transpiration of water at negative pressures in a synthetic tree*. *Nature*, 2008. **455**(7210): p. 208.
54. Chow, Y.-C., Y.-H. Lee, and Y.-C. Chang, *Image-based measurements for examining model predictability of cavitation on a marine propeller surface*. *Ocean Engineering*, 2017. **138**: p. 161-169.
55. Fanlong Chena, Liwu Liua, Xin Lan, Qinyu Li, Jinsong Leng, Yanju Liu, *The study on the morphing composite propeller for marine vehicle. Part I: Design and numerical analysis*. *Composite Structures*, 2017. **168**: p. 746-757.
56. Geetha Bai R., Muthoosamy K., Shipton F-N., Manickam S., *Acoustic cavitation induced generation of stabilizer-free, extremely stable reduced graphene oxide*

- nanodispersion for efficient delivery of paclitaxel in cancer cells*. Ultrasonics Sonochemistry, 2017. **36**: p. 129-138.
57. Sinden, D., *Modelling Cavitation in Liver Tissue Under High-Intensity Focused Ultrasound*, 2011, March.
 58. Kevin C. Deegan, Noora Heikintalo, Tiina Ritvanen, Tiina Putkonen, Jyri Rekonena, Paul L.H. Mc Sweeney, Tapani Alatosava, Hely Tuorila, *Effects of low-pressure homogenisation on the sensory and chemical properties of Emmental cheese*. Innovative Food Science & Emerging Technologies, 2013. **19**: p. 104-114.
 59. Dular, M., et al., *Use of hydrodynamic cavitation in (waste) water treatment*. Ultrasonics Sonochemistry, 2016. **29**: p. 577-588.
 60. Jyoti, K. and A. Pandit, *Ozone and cavitation for water disinfection*. Biochemical Engineering Journal, 2004. **18**(1): p. 9-19.
 61. Chahine, G.L. and K.M. Kalumuck, *Fluid jet cavitation method and system for efficient decontamination of liquids*, 2001, Google Patents.
 62. Loraine, G., *Liquid oxidation: Hydrodynamic cavitation for cost effective oxidation*. Filtration & Separation, 2007. **44**(9): p. 16-18.
 63. Gaikwad, V. and V. Ranade, *Disinfection of Water Using Vortex Diode as Hydrodynamic Cavitation Reactor*. Asian Journal of Chemistry, 2016. **28**(8): p. 1867.
 64. Pandare, A. and V.V. Ranade, *Flow in vortex diodes*. Chemical Engineering Research and Design, 2015. **102**: p. 274-285.
 65. Suryawanshi, N.B., et al., *A Non-catalytic Deep Desulphurization Process using Hydrodynamic Cavitation*. Scientific reports, 2016. **6**: p. 33021.
 66. Dai-Jin, L., et al., *Studies on fixed-depth control of supercavitating vehicles*. Acta Automatica Sinica, 2010. **36**(3): p. 421-426.
 67. Ji, B., et al., *Large eddy simulation of turbulent attached cavitating flow with special emphasis on large scale structures of the hydrofoil wake and turbulence-cavitation interactions*. Journal of Hydrodynamics, Ser. B, 2017. **29**(1): p. 27-39.
 68. Benmami, M., *Elaboration d'oxyde de titane nanométrique par voie sol-gel : mise en forme et application en photocatalyse*, 2006. p. 250 p.
 69. Soloviev, A., *Procede sol-gel : etude par diffusion de la lumiere de la cinetique de croissance des particules pendant l'hydrolyse-condensation de l'isopropoxyde de titane*, 2000. p. 119 p.
 70. Tieng, S., *Elaboration de Fe(III)-TiO₂ par dopage dynamique dans un réacteur de micro-mélange rapide. Application à la photocatalyse*, 2012, Université Paris 13.

71. Bouslama, M., *Elaboration de nouveaux catalyseurs nanostructurés à base de sols de TiO₂ immobilisés dans un matériau monolithique ultraporeux d'alumine*, 2012, Université Paris Nord.
72. Xiong, Y. and F. Peng, *Optimization of cavitation venturi tube design for pico and nano bubbles generation*. International journal of mining science and technology, 2015. **25**(4): p. 523-529.
73. Ye, X., X. Yao, and R. Han, *Dynamics of cavitation bubbles in acoustic field near the rigid wall*. Ocean Engineering, 2015. **109**: p. 507-516.
74. Lauterborn, W. and H. Bolle, *Experimental investigations of cavitation-bubble collapse in the neighbourhood of a solid boundary*. Journal of Fluid Mechanics, 1975. **72**(2): p. 391-399.
75. Huisman, S.G., D.P. van Gils, and C. Sun, *Applying laser Doppler anemometry inside a Taylor–Couette geometry using a ray-tracer to correct for curvature effects*. European Journal of Mechanics-B/Fluids, 2012. **36**: p. 115-119.
76. Liu, X., W.H. Doub, and C. Guo, *Evaluation of droplet velocity and size from nasal spray devices using phase Doppler anemometry (PDA)*. International journal of pharmaceutics, 2010. **388**(1): p. 82-87.
77. R. Shokri, S. Ghaemi, D.S. Nobes, R.S. Sanders, *Investigation of particle-laden turbulent pipe flow at high-Reynolds-number using particle image/tracking velocimetry (PIV/PTV)*. International Journal of Multiphase Flow, 2017. **89**: p. 136-149.
78. Varenne, F., et al., *Size of monodispersed nanomaterials evaluated by dynamic light scattering: Protocol validated for measurements of 60 and 203nm diameter nanomaterials is now extended to 100 and 400nm*. International journal of pharmaceutics, 2016. **515**(1): p. 245-253.
79. Penner, S. and T. Jerskey, *Use of lasers for local measurement of velocity components, species densities, and temperatures*. Annual Review of Fluid Mechanics, 1973. **5**(1): p. 9-30.
80. Megie, G., *Applications des lasers à l'étude de l'atmosphère*. Revue de Physique Appliquée, 1979. **14**(2): p. 369-378.
81. Lo, A., *Diffusion raman spontanée pour la combustion turbulente et les plasmas*, 2012, Université de Rouen.

82. Lucht, R.P., et al., *Femtosecond coherent anti-Stokes Raman scattering measurement of gas temperatures from frequency-spread dephasing of the Raman coherence*. Applied Physics Letters, 2006. **89**(25): p. 2511-12.
83. Hulst, H.C. and H.C. van de Hulst, *Light scattering by small particles*. 1957: Courier Corporation.
84. Rayleigh, L., X. *On the electromagnetic theory of light*. The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science, 1881. **12**(73): p. 81-101.
85. Schwab, G.M., *Physical Chemistry, Von F. Daniels und R. A. Alberty*. John Wiley and Sons, Inc. New York. 1955. 1. Aufl. VIII, 671 S., gebd. \$ 6.50. Angewandte Chemie, 1956. **68**(7): p. 252-252.
86. Einstein, A., *Über die von der molekularkinetischen Theorie der Wärme geforderte Bewegung von in ruhenden Flüssigkeiten suspendierten Teilchen*. Annalen der Physik, 1905. **322**(8): p. 549-560.
87. Cummins, H.Z. and E.R. Pike. *Photon correlation and light beating spectroscopy in NATO Advanced Study Institute*. 1974. Capri, Italy: New York : Plenum Press.
88. Pecora, R., *Dynamic light scattering measurement of nanometer particles in liquids*. Journal of nanoparticle research, 2000. **2**(2): p. 123-131.
89. Glauber, R.J., *Coherent and incoherent states of the radiation field*. Physical Review, 1963. **131**(6): p. 2766.
90. Navier, C., *Mémoire sur les lois du mouvement des fluides*. Mem. Acad. Sci. Inst. Fr, 1823. **6**(1823): p. 389-416.
91. Stokes, G.G., *On the effect of the internal friction of fluids on the motion of pendulums*. Vol. 9. 1851: Pitt Press Cambridge.
92. Kerstin Avila¹, David Moxey, Alberto de Lozar, Marc Avila, Dwight Barkley, Björn Hof, *The onset of turbulence in pipe flow*. Science, 2011. **333**(6039): p. 192-196.
93. Métais, O. and M. Lesieur, *Turbulence and coherent structures*. Vol. 2. 2013: Springer Science & Business Media.
94. Xiaoping Guan, Zhaoqi Li, Lijun Wang, Xi Li, Youwei Cheng, *A dual-scale turbulence model for gas-liquid bubbly flows*. Chinese Journal of Chemical Engineering, 2015. **23**(11): p. 1737-1745.
95. Lengani, D., et al., *Experimental study of free-stream turbulence induced transition in an adverse pressure gradient*. Experimental Thermal and Fluid Science, 2017. **84**: p. 18-27.

96. Xie, W., J. Meng, and A.V. Nguyen, *Experimental quantification of turbulence and its applications in the study of multiphase flotation pulps*. International Journal of Mineral Processing, 2016. **156**: p. 87-98.
97. Durbin, P.A. and B.P. Reif, *Statistical theory and modeling for turbulent flows*. 2011: John Wiley & Sons.
98. Durbin, P. and B. Reif, *Reynolds Averaged Navier–Stokes Equations*. Statistical Theory and Modeling for Turbulent Flows, Second Edition, Second Edition, 2010: p. 45-56.
99. Hunt, J.C.R., *Mathematical Models of Turbulence*. By B. E. LAUNDER and D. B. SPALDING. Academic Press, 1972. 169 pp. £2.50 or \$7.50. Journal of Fluid Mechanics, 1973. **57**(4): p. 826-828.
100. Dutta, P., et al., *Numerical study on flow separation in 90° pipe bend under high Reynolds number by k-ε modelling*. Engineering Science and Technology, an International Journal, 2016. **19**(2): p. 904-910.
101. Kuwata, Y., K. Suga, and Y. Sakurai, *Development and application of a multi-scale k-ε model for turbulent porous medium flows*. International Journal of Heat and Fluid Flow, 2014. **49**: p. 135-150.
102. Jamel Kechiche, Hatem Mhiri, Georges Le Palec, Philippe Bournot, *Application of low Reynolds number k-ε turbulence models to the study of turbulent wall jets*. International Journal of Thermal Sciences, 2004. **43**(2): p. 201-211.
103. Fluent, A., *ANSYS Fluent Theory Guide*, 2013.
104. Oesterlé, B., *Écoulements multiphasiques : des fondements aux méthodes d'ingénierie*. 2006: Lavoisier.
105. Cerutti, S., O.M. Knio, and J. Katz, *Numerical study of cavitation inception in the near field of an axisymmetric jet at high Reynolds number*. Physics of Fluids, 2000. **12**(10): p. 2444-2460.
106. Singhal, A.K., et al., *Mathematical basis and validation of the full cavitation model*. Transactions-American Society of Mechanical Engineers Journal of Fluids Engineering, 2002. **124**(3): p. 617-624.
107. Van Wachem, B. and A.-E. Almstedt, *Methods for multiphase computational fluid dynamics*. Chemical Engineering Journal, 2003. **96**(1): p. 81-98.
108. Enwald, H., E. Peirano, and A.-E. Almstedt, *Eulerian two-phase flow theory applied to fluidization*. International Journal of Multiphase Flow, 1996. **22**: p. 21-66.

109. Deen, N., et al., *Review of discrete particle modeling of fluidized beds*. Chemical Engineering Science, 2007. **62**(1): p. 28-44.
110. Schnerr, G.H. and J. Sauer, *Physical and numerical modeling of unsteady cavitation dynamics*, in *4th International Conference on Multiphase Flow*2001: New Orleans, La, USA.
111. Fluent-PBM, A., *ANSYS Fluent Population Balance Module Manual*, ed. A. Fluent. Vol. 15.0. 2013.
112. Hounslow, M.J., R.L. Ryall, and V.R. Marshall, *A discretized population balance for nucleation, growth, and aggregation*. AIChE Journal, 1988. **34**(11): p. 1821-1832.
113. Lister, J.D., D.J. Smit, and M.J. Hounslow, *Adjustable discretized population balance for growth and aggregation*. AIChE Journal, 1995. **41**(3): p. 591-603.
114. Kumar, S. and D. Ramkrishna, *On the solution of population balance equations by discretization—I. A fixed pivot technique*. Chemical Engineering Science, 1996. **51**(8): p. 1311-1332.
115. Basavarajappa, M., et al., *A high-order moment-conserving method of classes (HMMC) based population balance model for mechanical flotation cells*. Minerals Engineering, 2017. **108**: p. 36-52.
116. Baldi, G., A. Barresi, and D. Marchisio, *Comparison between the Classes Method and the Quadrature Method of Moments for multiphase systems*, in *8th International Conference on Multiphase Flows in Industrial plants*2002: Alba (CN, Italy). p. 283-300.
117. Randolph, A.D. and M.A. Larson, *Chapter 3 - THE POPULATION BALANCE*, in *Theory of Particulate Processes*. 1971, Academic Press. p. 41-63.
118. McGraw, R., *Description of Aerosol Dynamics by the Quadrature Method of Moments*. Aerosol Science and Technology, 1997. **27**(2): p. 255-265.
119. Pohorecki, R. and J. Baldyga, *New model of micromixing in chemical reactors. 2. Application to a stirred tank reactor*. Industrial & Engineering Chemistry Fundamentals, 1983. **22**(4): p. 398-405.
120. Li, K.T. and H.L. Toor, *Chemical indicators as mixing probes. A possible way to measure micromixing simply*. Industrial & Engineering Chemistry Fundamentals, 1986. **25**(4): p. 719-723.
121. Rousseaux, J.-M., *Conception, mise en oeuvre et modélisation de réacteurs pour la précipitation de particules à propriétés contrôlées: application à la pseudo-boehmite*, 2000, Vandoeuvre-les-Nancy, INPL.

122. Danckwerts, P., *Continuous flow systems: distribution of residence times*. Chemical Engineering Science, 1953. **2**(1): p. 1-13.
123. Rivallin, M., *Evolution de sols nanométriques d'oxyde de titane durant l'induction d'une précipitation de type sol-gel en réacteur à mélangeur rapide: Mesures granulométriques in-situ et modélisation*, 2003, Paris, ENMP.
124. Rahman, I.A. and V. Padavettan, *Synthesis of silica nanoparticles by sol-gel: size-dependent properties, surface modification, and applications in silica-polymer nanocomposites—a review*. Journal of Nanomaterials, 2012. **2012**: p. 8.
125. Azouani, R., et al., *Elaboration of pure and doped TiO₂ nanoparticles in sol-gel reactor with turbulent micromixing: Application to nanocoatings and photocatalysis*. Chemical Engineering Research and Design, 2010. **88**(9): p. 1123-1130.
126. Hoffmann, K.A., et al., *Fundamental equations of fluid mechanics*. 1996: Engineering Education System.
127. Wexler, A., *Vapor pressure formulation for water in range 0 to 100 C. A revision*. J. Res. Natl. Bur. Stand. A, 1976. **80**: p. 775-785.
128. Herbert, E., S. Balibar, and F. Caupin, *Cavitation pressure in water*. Physical Review E, 2006. **74**(4): p. 041603.
129. Long, F.A. and L.J. Thompson, *Diffusion of water vapor in polymers*. Journal of Polymer Science, 1955. **15**(80): p. 413-426.
130. Le Goff P., *Génie Chimique: Transfert de masse, Puissance dissipée, Réacteurs*. 1970.
131. Oualha, K., et al., *Design of T-mixer with non-coaxial inputs for preparation of monodispersed nanoparticles*. SFGP2013, 2013.
132. Coats, C. *Living energies: an exposition of concepts related to the theories of Viktor Schauberg*. in *Living energies: an exposition of concepts related to the theories of Viktor Schauberg*. 1996. Gateway Books.
133. Didenko, Y.T., W.B. McNamara, and K.S. Suslick, *Effect of Noble Gases on Sonoluminescence Temperatures during Multibubble Cavitation*. Physical Review Letters, 2000. **84**(4): p. 777-780.
134. Suryawanshi, N.B., et al., *A Non-catalytic Deep Desulphurization Process using Hydrodynamic Cavitation*. 2016. **6**: p. 33021.
135. Gaikwad, V. and V. Ranade, *Disinfection of water using vortex diode as hydrodynamic cavitation reactor*. Asian J. Chem, 2016. **28**(8): p. 1867-1870.

Étude expérimentale et numérique de l'hydrodynamique de l'écoulement dans un réacteur continu

Résumé

Au cours de ce travail de thèse, sur l'hydrodynamique de l'écoulement dans le un réacteur continu, où les propriétés des nanomatériaux élaborés dépendent des caractéristiques morphologiques et structurales de la solution colloïdale issue du réacteur, nous avons d'abord optimisé les conditions d'utilisation ($Re \approx 6000$), ainsi que la géométrie du T-mélange dans le but d'améliorer la qualité du micro-mélange. Ensuite, des mesures expérimentales ont permis de vérifier que la condition de Damköhler est respectée ($Da \leq 1$). Enfin, ce résultat a été validé numériquement.

Au delà de cette valeur de Re critique ($Re^* \approx 8000$), nous avons mis en évidence le phénomène de cavitation dans le T-mélange. Ce phénomène a été étudié expérimentalement, par des mesures SLS, et numériquement par des simulations CFD. Les résultats obtenus par ces deux approches concordent.

Enfin, des mesures DLS ont été effectuées pour étudier et caractériser les bulles de cavitation. Ces dernières ont permis d'évaluer la taille des bulles ainsi que leur trajectoire le long de l'axe Z à la sortie du T-mélange. Cette étude a été suivie par des simulations numériques de la cavitation et du modèle multiphasique dans notre écoulement. Les deux études, expérimentale et numérique, ont confirmé que la diminution de l'intensité de la lumière diffusée mesurée par SLS le long de l'axe Z est due à l'évolution du nombre et de la taille des bulles.

Mots clés : T-mélangeur, nombre de Reynolds, cavitation, diffusion de lumière, CFD

Experimental and numerical study of the hydrodynamics of the flow in a continuous reactor

Abstract

During this Phd work, on the hydrodynamics of flow in a continuous reactor, where the properties of the elaborated nanomaterials depend on the morphological and structural characteristics of the colloidal solution out coming from the reactor, we first optimized the conditions of use of the latter ($Re \approx 6000$), as well as the geometry of the T-mixer in order to improve the quality of the micro-mixing. Then, experimental measurements allowed us to verify that the condition of Damköhler is respected ($Da \leq 1$). Finally, this result has been validated numerically.

Beyond this Re critical value ($Re^* \approx 8000$), we have highlighted the phenomenon of cavitations in the T-mixer. This phenomenon has been studied experimentally, by SLS measurements, and numerically by CFD simulation. The results obtained by these two approaches are in agreement.

Finally, DLS measurements were made to study and characterize cavitations bubbles. These measurements allowed us to evaluate the size of the bubbles as well as their trajectory along the Z axis

at the outlet of the T-mixer. This study was followed by numerical simulations of the cavitations and the multiphase model in our flow. Both experimental and numerical studies confirmed that the decrease in the intensity of scattered light measured by SLS along the Z axis is result to the changes of the number and the size of bubbles.

Key words: T-mixer, Reynolds numbers, Cavitations, Light scattering, CFD