

23/91

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE AUX UNIVERSITES  
Ecole Nationale Polytechnique  
Département de Génie Chimique

# THESE

Pour l'obtention du Diplôme de Magister en Génie Chimique  
Présenté par : Mustapha BENIDDIR  
INGENIEUR D'ETAT ENP

TRANSFERT DE MATIERE PAR  
CONVECTION FORCEE ENTRE UN  
ENSEMBLE DE SPHERES SOLIDES ET UN LIQUIDE

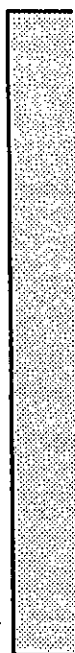
Jeudi 28 Mars 1991

Membres du jury :

MM	R.BELABBES.....	Président
	J.AMANOWICZ.....	Rapporteur
	S.BELADI.....	Examineur
	M.BOURKIZA.....	Examineur
M <sup>ME</sup>	T.DJELLAS.....	Examineur
M	S.BELAIDOUNI .....	Invité

Avril 1991

**DEDICACES**



A LA MEMOIRE DE MON PERE

**A ma femme Saida Katene  
et à mes trois fils Mehdi , Malik et Samy**

AUX MIENS,  
JE NE SAURAI COMMENT LES REMERCIER,  
TANT ILS ONT FAIT POUR MOI,  
TANT ILS M'ONT OFFERT, MOI QUI  
NE LEUR AI PRESQUE RIEN DONNE

# AVANT PROPOS

Cette étude dont le sujet a été proposé par Monsieur **AMANOWICZ.J**, Professeur à l'Institut de chimie industrielle de l'Université des sciences et de la technologie de Bab Ezzouar, a été accomplie sans sa direction qu'il veuille bien trouver ici l'expression de ma profonde reconnaissance pour le soutien scientifique qu'il m'a toujours apporté.

J'exprime ma profonde gratitude à Monsieur **BELABBES.R** Professeur au département de Génie Chimique de l'Ecole Nationale Polytechnique, qui a bien voulu s'intéresser à ce travail et accepter la présidence du jury de thèse.

Que :

- Monsieur **BELADI. S**, Professeur à l'Institut de chimie Industrielle de l'U.S.T.H.B,
- Madame **DJELLAS. T** et Monsieur **BOUKIZA. M** respectivement chargée de cours et Maître de conférence au département de Génie Chimique de l'Ecole Nationale Polytechnique.
- Monsieur **LADJEROUD. M**, Président Directeur Général de l'Entreprise Nationale des Détergents.
- Monsieur **BELAIDOUNI. S**, Président du fond de participation du secteur des produits chimiques pétrochimiques et pharmaceutiques,

acceptent l'expression de ma gratitude pour m'avoir fait l'honneur d'examiner cette thèse et de participer au jury.

Je n'omettrai pas de remercier le personnel :

- Des unités de recherches et d'enseignement de chimie, d'électronique et de mécanique, de l'Ecole Nationale des Ingénieurs et Techniciens Algériens (E.N.I.T.A).
- Du laboratoire d'analyse de la pharmacie centrale ENAPHARM.
- Du laboratoire d'analyse de la SONATRACH (Boumerdes).
- Du laboratoire d'analyse de la SONAREM (Boumerdes)
- Du laboratoire d'analyse de l'Institut de pharmacie de la faculté centrale d'Alger.
- De l'Institut de Génie chimique de l'Université de Bradford.

Je ne saurai oublier dans cet avant propos de remercier tous les collègues et amis pour leur soutien moral et leur sympathie.

# SOMMAIRE

## ABREVIATIONS & SYMBOLES

## Liste des tableaux

## Liste des figures

## INTRODUCTION

### I- ANALYSE BIBLIOGRAPHIQUE

#### I-1 Transfert de matière entre une sphère et un fluide

##### I-1.1. Modèles théoriques

##### I-1.1/1 Ecoulement autour d'une sphère

##### I-1.1/2 Application de la théorie de la couche limite au transfert de matière

##### I-1.1/3 Autres théories

##### I-1.1/4 Approches quantitatives

#### I-2 Résultats expérimentaux.

#### I-3 Conclusions

### II-SYSTEME EXPERIMENTAL ET METHODES D'ANALYSE

#### II-1 Choix du système

#### II-2 Choix de la méthode d'analyse

##### II-2.1 Refractométrie et densité

##### II-2.2 Méthodes électrochimiques

##### II-2.2/1 Conductimétrie

##### II-2.2/2 Polarographie

##### II-2.3 Méthodes spectrales

##### II-2.3/1 Spectrométrie I.R

##### II-2.3/2 Spectrométrie U.V.

##### II-2.4 Méthodes chromatographiques

#### II-3 Conclusions

**ABBREVIATIONS  
&  
SYMBOLES**





## Abreviations et symboles

- A : Coefficient dans la formule du Sherwood  
 $A_A$  : Coefficient relatif à l'hémisphère arrière  
 $A_f$  : Coefficient relatif à l'hémisphère frontale  
 $A_s$  : Coefficient relatif au point de stagnation frontale.  
B : Coefficient dans la formule du Sherwood  
C : Concentration en Naphtalene  
 $C_i$  : Concentration initiale en Naphtalene dans la solution.  
 $C_f$  : Concentration finale en Naphtalene dans la solution.  
C : Concentration en Naphtalene à l'équilibre.  
 $C_s$  : Concentration de saturation en Naphtalene.  
 $C_{18}$  : Colonne chromatographique.  
d : Diametre de la particule sphérique  
D : Indication donnée par un appareil de mesure.  
 $\mathcal{D}$  : Coefficient de diffusion.  
I.R. : Infra -Rouge.  
K : Coefficient de transfert de matiere.  
m : Exposant dans la formule du sherwood.  
u : Vitesse d'écoulement de l'alcool éthylique.  
U.V. : Ultra-Violet.  
Re : Nombre de Reynolds.  
s : espacement entre deux spheres voisines.  
Sh : Nombre de Sherwood.  
 $Sh_A$  : Nombre de Sherwood relatif à l'hémisphère arrière.  
 $Sh_s$  : Nombre de Sherwood au point de stagnation frontale.  
 $Sh_f$  : Nombre de Sherwood relatif à l'hémisphère frontale.  
 $\beta$  : beta  
 $\lambda$  : Lambda ou longueur d'onde en U.V.  
 $\eta$  : viscosité dynamique.  
 $\rho$  : Masse volumique.  
 $\pi$  : PI = 3.14  
 $\mu$  : micro

**LISTE  
DES  
TABLEAUX**



## Liste des tableaux

- TAB-I Transfert de matiere en phase gazeuse.
- TAB-II Transfert de matiere en phase liquide.
- TAB-III :Résultats experimentaux de la réfractométrie.
- TAB-IV :Résultats expérimentaux de la densité
- TAB-V :Résultats expérimentaux de la conductivité
- TAB VI/a:Résultats expérimentaux avec 25 spheres et 2 espacements.
- TAB VI/b:Résultats experimentaux avec 25 spheres et 2 espacements
- TAB VII/a:Résultats experimentaux avec 13 spheres et 3 espacements
- TAB VII/b:Résultats experimentaux avec 13 spheres et 3 espacements.
- TAB VIII/a:Résultats experimentaux avec 9 spheres et 4 espacements.
- TAB VIII/b:Résultats experimentaux avec 9 spheres et 4 espacements.
- TAB IX/a:Résultats experimentaux avec 4 spheres et 5 espacements.
- TAB IX/b:Résultats experimetaux avec 4 spheres et 5 espacements.
- TAB X/a :Résultats expérimentaux avec 4 spheres et 6 espacements
- TAB X/b :Résultats experimentaux avec 4 spheres et 6 espacements
- TAB XI/a :Résultats experimentaux avec 4 spheres et 7 espacements
- TAB XI/b :Résultats experimentaux avec 4 sphères et 7 espacements.
- TAB XII/a:Résultats experimentaux avec 4 sphères et 8 espacements.
- TAB XII/b:Résultats experimentaux avec 4 sphères et 8 espacements.

**LISTE  
DES  
FIGURES**



## Liste des Figures

- Fig I-1: Lignes de courant pour  $Re < 1$
- Fig I-2: La taille et la forme du tourbillon augmente.
- Fig I-3: Le sillage rétréci est aussi turbulent.
- Fig II-1: Variation de l'indice de refraction en fonction de la concentration en Naphtalene
- Fig II-2 : Variation de la densite en fonction de la concentration en Naphtalene
- Fig II-3 : Variation de la conductivité en fonction de la concentration en Naphtalene.
- Fig II-4 : Polarogramme non interprétable.
- Fig II-5: Spectre d'absorption du Naphtalene en U.V
- Fig II-6 : Variation de la densité optique en fonction de la concentration en Naphtalene
- Fig II-7: Chromatogramme de la solution temoin
- Fig III-1: Schéma de l'installation.
- Fig III-2: Histogramme de l'analyse granulometrique.
- Fig III-3: Plaques supports.
- Fig III-4: Fixation des spheres de Naphtalene sur les aiguilles.
- Fig III-5: Schéma de l'installation.
- Fig III-6: Arrangements géométriques.
- Fig III-7: Graphe n.1
- Fig III-8: Graphe n.2
- Fig III-9: Graph n.3

# INTRODUCTION



Les opérations physico-chimiques qui mettent en jeu une phase solide granulaire et une phase liquide sont nombreuses et variées. Plusieurs techniques de mise en contact sont combinées pour réaliser des appareils plus ou moins complexes.

L'usage a consacré diverses dispositions géométriques et situations hydrodynamiques qui se sont révélées utiles pour résoudre les problèmes divers. Cependant, nous ne possédons pas encore une bonne maîtrise de tous les facteurs hydrodynamiques susceptibles d'intervenir sur les transferts qui sont difficilement contrôlables et dont l'influence demeure mal connue. Depuis plusieurs années, des équipes de recherche de nombreux instituts de génie chimique développent de nombreux travaux sur le phénomène de transfert de matière entre un ensemble de particules solides et un liquide.

Plus précisément, ces études concernent les systèmes fluidisés et les systèmes mécaniquement agités au sein desquels les particules solides sont mises en suspension dans le liquide.

La description précise de ces phénomènes qui impliquerait une connaissance fine des écoulements très complexes mise en jeu n'est pas envisageable actuellement. Nous pouvons concevoir une approche plus réaliste consistant d'une part à considérer l'écoulement à turbulence nulle et d'autre part à évaluer dans le cas de systèmes géométriques plus simples l'influence du rapprochement des sphères sur le coefficient de matière.

C'est dans cette deuxième perspective que s'inscrit ce travail. Nous avons choisi de revenir au système constitué d'un arrangement géométrique donné de sphères dans un écoulement à profil de vitesse moyenne uniforme. Il est certain que les variations de transfert de matière observées dans ce cas ne seront pas immédiatement transposables de façon simple aux systèmes fluidisés ou mécaniquement agités.

Ils fourniront cependant, dès maintenant des informations précieuses sur la nature des influences et leur ordre de grandeur et permettront avec plus de sûreté d'interpréter les données obtenues jusqu'à présent et d'orienter les travaux futurs. Notre thèse comprend trois parties:

Dans la première, nous présentons une analyse bibliographique et nous faisons le point sur les connaissances antérieures. Dans la deuxième partie, nous nous consacrons à la description des méthodes d'analyse et de la technique de mesure que nous avons adoptée.

Enfin, dans la dernière partie de notre travail, nous présentons les techniques et les dispositifs expérimentaux ainsi qu'une analyse des résultats, en tentant d'approfondir la discussion sur le phénomène, pour ouvrir la voie à de nouveaux travaux.

ANALYSE  
BIBLIOGRAPHIQUE





## I-ANALYSE BIBLIOGRAPHIQUE

### I-1 Transfert de matière entre une sphère et un fluide

#### I-1.1 Modèles théoriques

Le traitement rigoureux du transfert de matière consiste à résoudre simultanément les équations de continuité, de conservation de quantité de mouvement et de matière. Dans ce qui suit, nous ne nous intéresserons qu'à ce cas le plus simple de transfert à faible flux.

Il apparaît bien que l'analyse fine du transfert de matière passe par une connaissance approfondie de l'écoulement du fluide.

Nous décrirons rapidement les divers types d'écoulement autour d'une sphère, avant de passer en revue les principaux modèles théoriques de transfert de matière appliqués au cas de la sphère.

##### I-1.1.1 L'écoulement autour d'une sphère :

Nous allons suivre l'écoulement lorsque le nombre de Reynolds,

$$Re = \frac{u d \rho}{\eta}, \quad \text{augmente.}$$

Lorsque le nombre de Reynolds est inférieur à 1 :

L'écoulement est symétrique par rapport au plan équatorial de la sphère perpendiculaire au mouvement : nous disons que l'écoulement est rampant (Fig I-1)

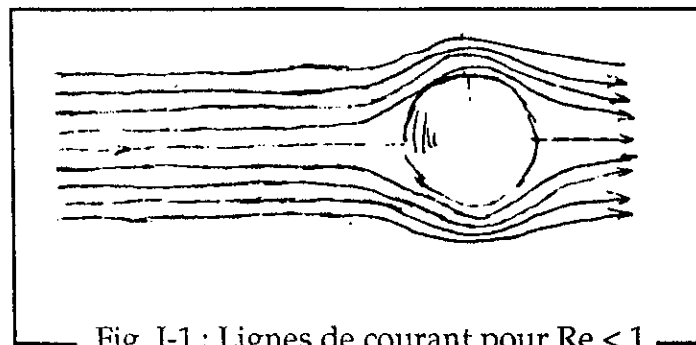


Fig I-1 : Lignes de courant pour  $Re < 1$

Dans ce cas le terme de l'inertie de l'équation de mouvement peut être négligé permettant ainsi d'obtenir une solution analytique.

Quand le nombre de Reynolds augmente la symétrie disparaît. A partir d'une valeur du nombre de Reynolds égal à 20 [ 1,2 ]. Un petit tourbillon torique apparaît près du point de stagnation arrière ,il y a séparation de l'écoulement.

La taille et la forme du tourbillon augmentent et le point de séparation de l'écoulement se rapproche de l'équateur lorsque le nombre de Reynolds augmente ( Fig I -2)

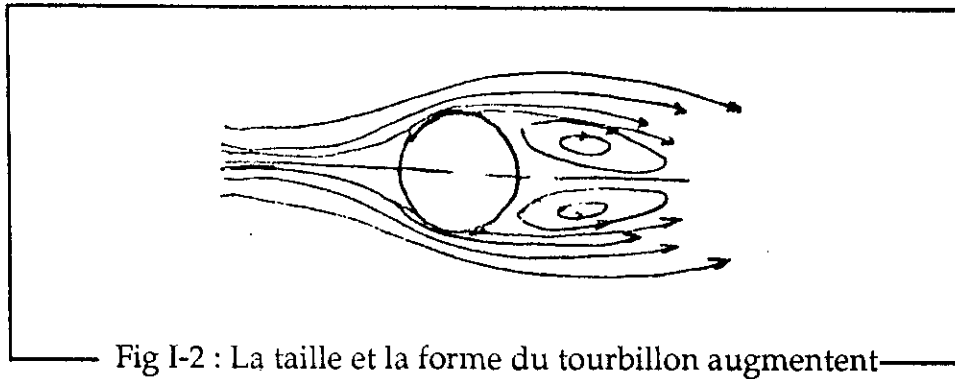


Fig I-2 : La taille et la forme du tourbillon augmentent

Vers le nombre de Reynolds égal à 500 ,le tourbillon se détache et donne lieu à la formation d'un sillage instable et sensible aux perturbations de l'écoulement amont [3 ,4].Ce point de transition est appelé nombre de Reynolds critique minimum .

Au nombre de Reynolds critique maximum (  $Re = 300\ 000$  ) [ 4 ], le point de séparation est brusquement rejeté vers l'arrière de la sphère occasionnant une importante diminution du facteur de friction . La couche limite devient turbulente et le sillage, rétréci,est aussi turbulent ( Fig I-3 ).

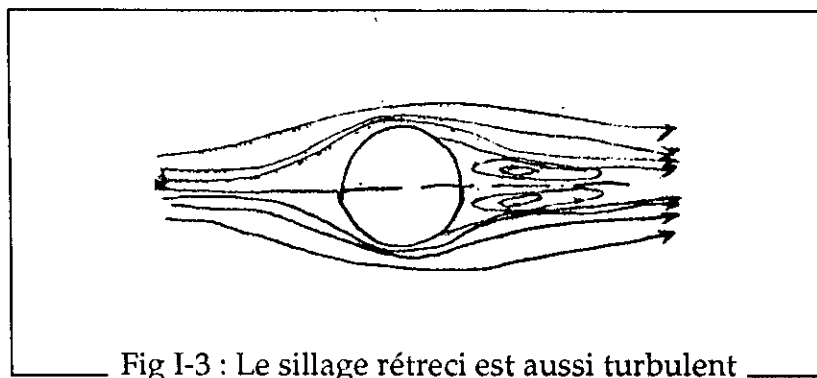


Fig I-3 : Le sillage rétréci est aussi turbulent

Ces rappels montrent bien que la complexité de l'écoulement dans la partie arrière de la sphère s'accroît lorsque le nombre de Reynolds augmente .

De ce fait ,les solutions existantes seront limitées à une gamme du nombre de Reynolds, soit géographiquement : à une partie avant ou arrière de la sphère.

### I-1.1/ 1 Application de la théorie de la couche limite au transfert de matière

Dans la zone frontale de l'écoulement, nous pouvons distinguer deux zones: Une zone adjacente à la sphère où sont localisés les gradients de vitesse et donc les effets de viscosités.

C'est la couche limite hydrodynamique. Le reste de l'écoulement plus éloigné de la sphère peut être pratiquement assimilé à un écoulement idéal.

De même en présence du transfert thermique et du transfert de matière, on peut définir des couches limites dans lesquelles se produit l'essentiel des variations de température et de concentration mais les trois couches limites peuvent être d'épaisseurs différentes.

Dans le cas de transfert de matière en régime laminaire, nous pouvons envisager d'utiliser la solution analytique de l'écoulement dans la couche limite hydrodynamique laminaire dans l'équation de transfert de matière

En fait, en raison de la lourdeur de cette solution analytique, nous préférons utiliser une résolution simplifiée mais précise développée par VON KARMAN et POHLHAUSEN. [ 5 ].

Dans cette résolution simplifiée, les profils de vitesse et de concentration ont été approximés par des polynômes dont les paramètres sont déterminés grâce aux conditions aux limites.

Cette théorie de la couche limite donne de bons résultats [ 5, 6, 7 ]; mais son champ d'application demeure limité à la partie frontale là où les épaisseurs des couches limites sont faibles devant le rayon de la sphère.

Pour la couche hydrodynamique, cette condition est réalisée à  $Re > 500$ ; mais en pratique, on utilise la théorie de la couche limite à partir de  $Re = 100$  [ 6, 9 ].

L'épaisseur de la couche de diffusion de matière est égale au rapport de l'épaisseur de la couche hydrodynamique par le nombre de Schmidt.

On peut considérer que cette couche de diffusion de matière est très mince par rapport au rayon de la sphère et donc appliquer la théorie de la couche limite pour  $Re.Sc > 100$ .

1-1.1/ 3 Autres Théories :

Dans la partie arrière de la sphère, en présence de tourbillons ( $Re > 20$ ), la structure de l'écoulement est très complexe et nous avons généralement recours à des théories schématiques de pénétration ou de renouvellement de surface développées successivement par HIGBIE [11], DANCKWERTS [12], TOOR et MARCHELLO [13] et perfectionnées par HARRIOT [14], RUCKENSTEIN [15,16,17,18]. HANRATTY [19] au contraire, considère que la couche du liquide près de la surface est constamment renouvelée par des éléments qui arrivent au sein du liquide s'écoulent un court instant à la surface et sont renvoyés dans l'écoulement externe.

Ces modèles basés sur une schématisation simple des écoulements font souvent intervenir des paramètres non mesurables tels le temps de contact ou la taille des tourbillons.

1-1.1/ 4 Approches quantitatives :

LANGMUIR a calculé la valeur du nombre de Sherwood lors du transfert diffusif entre une sphère et un fluide infini au repos.

Nous pouvons considérer que la valeur obtenue  $Sh$  égal à 2, correspond à la valeur minimale.

Pour une valeur de Reynolds comprise entre 0.1 et 1, à partir de la solution analytique de l'équation simplifiée de mouvement près de la surface, FRIEDLANDER [9,10], LOCHIEL, CALDERBANK [5] ont appliqué la théorie de la couche limite au transfert de matière

Ils ont obtenu l'expression :

$$Sh = 0.991 Re^{1/3} Sc^{1/3}$$

Notons que cette expression n'est valable que pour les liquides dont le nombre de Schmidt est généralement de l'ordre de 1000, vérifiant ainsi la condition  $Re \cdot Sc$  supérieur à 100 [9,10].

La dissymétrie entre les phénomènes qui se produisent dans les parties amont et aval complique beaucoup le problème et les solutions numériques des équations complètes ne sont obtenues que pour des nombres de Reynolds peu élevés [20,21].

Les autres solutions nécessitent la séparation de la sphère en deux régions, avant et arrière, mais elles ne s'appliquent que pour des nombres suffisamment élevés ( $Re > 500$ ).

La théorie de la couche limite est applicable à la zone frontale avec une précision suffisante si l'épaisseur de la couche est petite par rapport au diamètre de la sphère.

D'après GARNER, JENSON et KEEY [ 6 ], cette condition est vérifiée pour le nombre de Reynolds supérieur et qu'en pratique nous la réduisons parfois au  $Re > 100$  .

La solution après intégration ,sur toute la zone frontale jusqu'au point de séparation [ 5 ,22 ,23 ] est de la forme

$$Sh_f = A_f Re^{1/2} Sc^{1/3}$$

Mais près du point de stagnation amont ,en raison des faibles vitesses rencontrées, GLEN et KEEY [8] proposent une relation identique au cas de l'écoulement rampant.

$$Sh_{st} = A_{st} Re^{1/3} Sc^{1/3}$$

L'incertitude sur les bornes d'intégration ,c'est à dire sur la position exacte du point de séparation entraîne des variations du coefficient A .

Nous avons vu qu'en raison de la complexité de l'écoulement réel les diverses théories du transfert sont élaborées à partir de modèles très simplifiés de l'écoulement Les différences entre les divers schémas d'écoulement se répercutent dans les relations de transfert obtenues .

La théorie de renouvellement de HANRATTY [19 ] et RUCKENSTEIN [15 ,18 ] conduit à une solution de la forme.

$$Sh_A = A_A Re^{2/3} Sc^{1/4}$$

Ainsi ,donc pour le transfert global les résultats locaux précédents incitent à choisir une relation de la forme

$$Sh = A + B Re^n Sc^m$$

- Les valeurs de n seront comprises entre 1/3 et 1 [8 ,24 ] .
- Les valeurs de m seront comprises entre 1/4 et 1/2

Mais la valeur la plus utilisée est 1/3 obtenue par la théorie de la couche limite.

I-2 Résultats expérimentaux :

Les résultats expérimentaux recueillis dans la bibliographie sont résumés dans les tableaux (TAB I et TAB II); ainsi que les techniques expérimentales et les domaines de validité.

Les résultats sont séparés en deux parties selon que les transferts s'effectuent en phase gazeuse (TAB I) ou en phase liquide (TAB II).

En effet, bien que le phénomène soit le même dans les deux cas, les techniques expérimentales et le nombre de Schmidt sont différents.

TABLEAU TAB-I Transfert en phase gazeuse.

Auteurs	Réf	Méthode utilisée	Corrélation $Sh = A + B Re^n Sc^m$				Domaines Reynolds
			A	B	n	m	
FROESSLING (1938)	25	Evaporation d'aniline, de benzène, d'eau. Sublimation de naphthalène	2	0,552	1/2	1/3	2,3-1300
MAISEL, SHERWOOD (1950)	27	Evaporation de benzène	0	0,54	1/2	0	200 - 3 000
RANZ, MARSHALL (1952)	28	Evaporation de benzène	0	0,43	0,56	1/3	200 - 3 000
HSU, SATO, SAGE (1954)	29	Evaporation de n-heptane	2	0,544	1/2	1/3	2,1 - 220
RADUSH (1956)	30	Evaporation d'eau	2,83	0,60	1/2	1/3	2000 - 50000
PASTERNAX, GAUVIN (1960)	31	Evaporation d'acétone	0	0,692	0,514	1/3	1000- 4000
EVNOCHIDES, THODOS (1961)	32	Evaporation d'eau, de nitrobenzène	0	0,33	0,60	1/3	1 478 - 11 950
YEN, THODOS (1963)	33	Evaporation d'eau	0	0,358	0,58	1/3	1 847 - 8 625
SKELAND, CORNISH (1963)	34	Sublimation de naphthalène	0	0,74	1/2	1/3	200 - 6 000
ROWE, CLAXTON, LEVIS (1956)	7	Sublimation de naphthalène	2	0,69	1/2	1/3	96 - 1 050
LEE, BERROU (1969)	35	Sublimation de naphthalène	$Sh = 0,51 Re^{1/2} Sc^{1/3} + 0,02 235 Re^{1/3} Sc^{1/3}$				3 199 - 25 350

TABLEAU TAB-II Transfert en phase liquide

Auteurs	Réf	Méthode utilisée	Corrélation				Domaine REYNOLDS
			$Sh = A^1 B Re^n Sc^m$				
			A	B	n	M	
LINTON, SHERWOOD (1950)	36	Dissolution d'acide benzoïque	0	0,33	1/2	1/3	800 - 10 000
AKSEL'RUD (1953)	37	Dissolution d'acide benzoïque	0	1,10	1/2	1/3	0 - 2,5
		Dissolution de chlorure de sodium et nitrate de potassium	0	0,82	1/2	1/3	100 - 3 500
GARNER, GRAFTON (1954)	38	Dissolution d'acide benzoïque	4	40,48	12	1/3	20 - 835
GARNER, SUCKEY (1958)	39	Dissolution d'acide benzoïque et d'acide adipique	2	0,95	1/2	1/3	100 - 700
GARNER KEY (1958)	23	Dissolution d'acide benzoïque	0	0,94	1/2	1/3	2,3 - 255
LINTON, SUTHERLAND (1960)	22	Dissolution d'acide benzoïque	2	0,583	1/2	1/3	490 - 7 580
GRIFFITH (1960)	40	Dissolution des substances organiques	2	0,57	1/2	0,35	1 - 100
STEINBERGER, TREYBAL (1960)	41	Dissolution d'acide benzoïque	(Sh) = 0	0,347	0,62	0,31	10 - 17 000
MULLIN, TRELEAVEN (1962)	42	Dissolution d'acide benzoïque <sup>Ra</sup>	0	0,94	1/2	1/3	60 - 700
WILLIAMS - BARAIRE, GEANKOPLIS (1963)	43	Dissolution d'acide benzoïque	0	2,50	0,44	1/3	0,08 - 120
ROWE, CLAXTON, LEWIS (1965)	7	Dissolution d'acide benzoïque	2	0,79	1/2	1/3	26 - 1 150
KUCHLER, PILAR (1970)	44	Dissolution de nitrate de sodium	0	0,94	1/2	1/3	2,3 - 255
TRIPATHI II, SINGH, UPADHYAY (1971)	45	Dissolution d'acide benzoïque et salicilique	4,551	0,2401	0,6555	1/3	35 - 13 000
		Dissolution B naphthol	1,090	0,1605	0,6555	1/3	114 - 19 350



Les différences majeures entre les résultats résumés dans les tableaux précédents concernent les valeurs des constantes A et B.

En phase liquide :

la valeur de A est comprise entre 0 et 4,551 les valeurs les plus fréquemment utilisées sont 0 et 2.

La valeur de B se situe entre 0.33 et 0.94 avec  $A=0$ . Et dans l'intervalle 0.16 à 0.95 avec  $A=2$ .

En phase gazeuse :

La valeur de A est comprise entre 0 et 2.83 ; mais les valeurs 0 et 2 sont les plus utilisées .

La valeurs de B est comprise entre 0.33 et 0.692 avec  $A=0$  et voisine de 0.55 si A est strictement positif.

Mis à part, quelques rares exceptions, l'exposant du nombre de Schmidt est toujours pris égal à  $1/3$ .

### I-3 Conclusions :

Nous avons très brièvement rappelé la description des phénomènes complexes qui se produisent lors de l'écoulement d'un fluide autour d'une sphère.

Du point de vue expérimental, de très nombreux travaux ont été consacrés à l'analyse du transfert de matière et nous avons recensés sous forme de tableaux les résultats essentiels

Les commentaires généraux que nous avons pu dégager relatifs à tous ces travaux tendent tous à rendre compte de la dispersion des résultats obtenus par les différents auteurs.

Nous insistons cependant sur l'insuffisance des travaux consacrés à l'étude de l'influence des propriétés physiques malgré l'importance de cette question.

ROWE et COLL.[7], pensent que les différences entre les résultats disponibles dans la littérature proviennent d'incertitudes sur les mesures de diffusivité.

Nous pensons que les diverses techniques expérimentales peuvent donner des résultats très différents.

Nous avons constaté que les auteurs de tous les travaux cités précédemment n'examinaient pas les perturbations créées par l'échange de matière entre les sphères lorsque la densité de ces dernières augmentait.

Par conséquent, nous nous fixons comme objectif, l'étude de l'influence du rapprochement des sphères sur le coefficient de transfert de matière à travers des expériences de dissolution de sphères de Naphtalène dans un milieu d'alcool éthylique.

SYSTEME  
EXPERIMENTAL  
&  
METHODES  
D'ANALYSE



## II-SYSTEME EXPERIMENTAL ET METHODES D'ANALYSE

### II-1 Choix du système

Le but que nous poursuivons au cours de ce travail est d'acquérir une meilleure maîtrise du phénomène de transfert de matière entre des particules solides sphériques et un liquide.

Nous avons déjà constaté que le problème n'était pas susceptible de recevoir un traitement analytique .

En effet ,le phénomène élémentaire de transfert de matière entre une sphère isolée et un liquide est déjà très complexe pour que l'intégration des équations différentielles de la dynamique des fluides (NAVIER-STOKES) et du transfert de matière (FICK) soit possible.

A plus forte raison ,courrions nous à l'échec dans le cas d'une couche de sphères dont la structure s'avère beaucoup plus compliquée.

Ainsi,pour analyser ce problème,notre choix ,s'est porté sur la dissolution des particules sphériques de Naphtalène dans un milieu d'alcool ethylique.

Nous justifions ce choix par le fait que ce système n'ait pas été abordé auparavant et d'autre part,parce que les expériences que nous préparons consistent à mesurer la masse dissoute dans un système à solubilité limitée.

Ainsi ,la difficulté réside dans le choix d'une méthode d'analyse suffisamment performante pour déceler de très faibles variations de concentrations .

Dans le système choisi,la dissolution modérée du Naphtalène dans l'alcool éthylique sera mise à profit car l'évaluation de la masse dissoute et du potentiel de concentration est directement déduite de l'exploitation des résultats de la méthode d'analyse.

De suite, l'estimation de la surface d'échange et du coefficient de transfert de matière deviennent suffisamment aisés.

## II-2 Principe et mise en oeuvre des méthodes d'analyse :

Une technique d'analyse permet d'établir une relation  $D = f(c)$ .  
 $c$  : étant la concentration du soluté en question et  $D$  l'indication donnée par un appareil de mesure en bout de chaîne opératoire .

Cette relation n'est établie que pour des conditions rigoureusement définies et entre certaines limites de concentrations .

Ces méthodes d'analyse absolues sont des méthodes pour lesquelles la fonction  $D=f(c)$  peut être calculée et aussi vérifiée par l'expérience .

Dans pratiquement tous les cas ,le résultat  $D$  est influencé soit par l'environnement de l'échantillon (la chaleur de fusion ,la chaleur de volatilisation ,etc...),soit par des facteurs non contrôlables du processus opératoire (caractéristique du secteur électrique ,caractéristiques physiques du milieu ambiant ) .

Il en résulte que l'utilisation pratique d'une méthode absolue soit déduire,  $C$ , de la simple mesure de  $D$  est plutôt rare.

D'un autre coté ,les méthodes relatives d'analyse quelques soient les principes physiques et les processus opératoires utilisés ,consistent à comparer les échantillons étudiés à des échantillons étalons ou des matériaux de référence dont on connaît la composition.

Notre problème consiste à quantifier des solutions de Naphtalène dans de l'alcool éthylique avec une concentration extrêmement faible.

Il s'agira de préparer soigneusement des solutions "étalons" de notre système .

Ainsi sur ces étalons ,nous suivrons successivement la réfractométrie ,la densité ,la conductimétrie ,la polarographie ,l'ultra violet,l'infra -rouge et la chromatographie.

Ces méthodes d'analyse chacune avec ses caractéristiques propres et ses domaines d'application préférentiels formeraient éventuellement un ensemble complémentaire dans l'établissement des courbes d'étalonnage.

Le système Naphtalène -Alcool éthylique est un système à solubilité limitée par conséquent ,avant d'entreprendre la recherche d'une méthode d'analyse pour suivre les plus faibles variations de concentration dans les solutions extrêmement diluées ,nous préparons nos échantillons étalons de la manière suivante :

Après le séjour des fioles jaugées dans un mélange sulfo-chromique;nous utilisons le lendemain un mélange céto-alcoolique et nous finissons avec des lavages au détergent et à l'eau.

Nous purifions le Naphtalène par la méthodes des cristallisations successives dans le benzène jusqu'à vérifier trois fois la valeur constante du point de fusion ( 80.2 °C ) égale à la valeur fournie par la littérature.

Nous utilisons de l'alcool éthylique, fourni par la firme "MERCK ",avec les caractéristiques suivantes :

- pur à 99.9 %
- densité 0.79.

Nous nous servons d'un appareil "Ultra-son " pour réussir la mise en solution dans des fioles fermées de capacité 100 ml sans risque de contaminations.

Nous préparons d'abord dix solutions allant de la concentration minimale en Naphtalène jusqu'aux solutions saturées ( 95 g / l).

En partant de ces solutions mères ,nous établissons les courbes d'étalonnage ,en prenant soin, lorsque la nécessité l'oblige de préparer des dilutions selon le pouvoir de résolution, la sensibilité et la limite de détection des appareils d'analyse que nous passons en revue.

## II-2.1 Réfractométrie et densité :

Les résultats sont représentés sur la Fig II-1 et et la Fig II-2 :

TAB III : Résultats de la réfractométrie

C (g/dm <sup>3</sup> )	10	20	34	45	56	68	77	90	100
$n_D^{20}$	1,3640	1,3660	1,3700	1,3724	1,3744	1,3762	1,3775	1,3776	1,3776

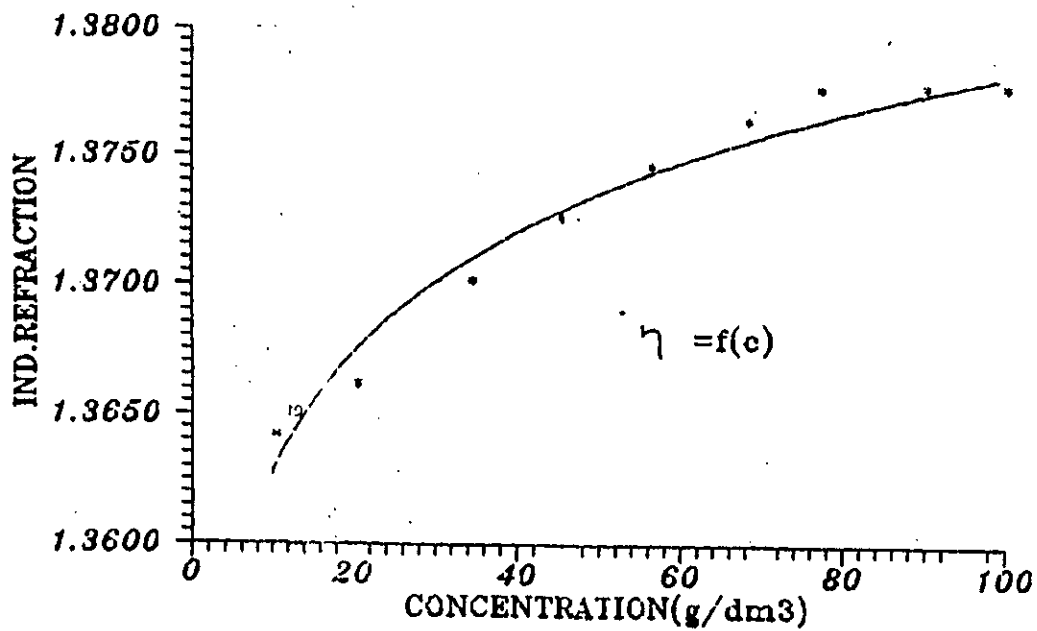


fig II-1: VARIATION DE L'INDICE DE REFRACTION  
vs CONCENTRATION EN NAPHTALENE

TAB IV : Résultats de la densité

C (g/dm <sup>3</sup> )	11	22	35	45	57	66	78	90	100
$d_{4}^{20}$	0,801	0,806	0,812	0,813	0,815	0,817	0,818	0,820	0,820

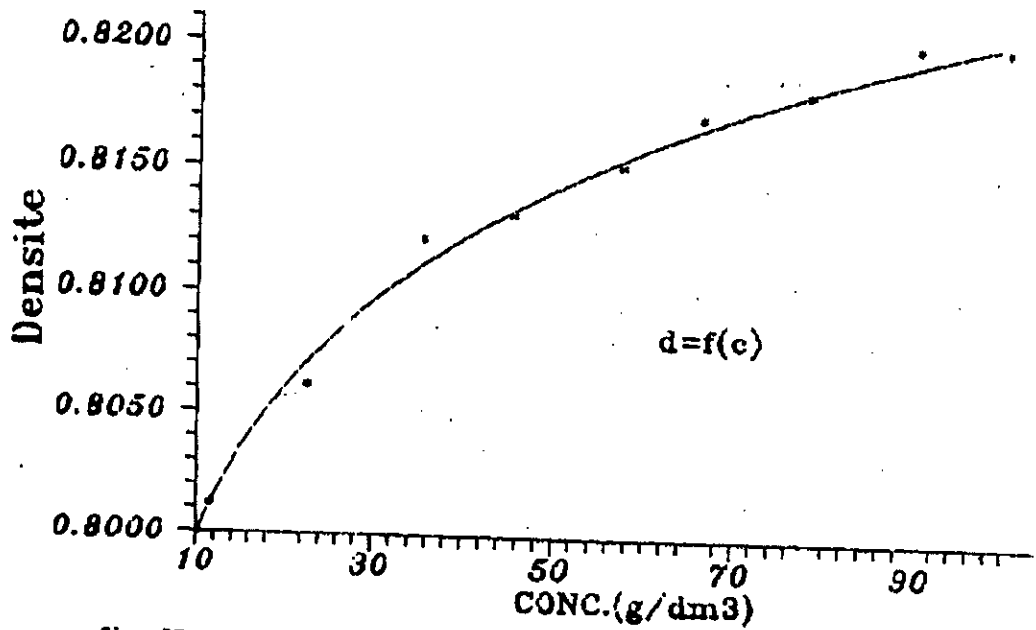


fig II-2 : VARIATION DE LA DENSITE VS CONCENTRATION EN NAPHTALENE



Les deux graphes représentant les évolutions de la densité et de la réfractométrie en fonction de la concentration en Naphtalène des solutions d' Alcool éthylique se présentent avec la même allure.

La densité et la réfractométrie croient avec la concentration jusqu'à atteindre une valeur constante pour les solutions saturées.

La mesure des indices de réfraction est une opération simple et rapide .

La mesure des densités de liquides s'établit aisément à l'aide d'un pycnomètre .

Cependant, le nombre de facteurs opératoires à contrôler est assez important .En effet, la température, la pression et la longueur d'onde ( pour l'indice de refraction )sont des facteurs influants et difficiles à stabiliser .

- Les indices de refraction et les valeurs de densité décroient avec l'élévation de température .

- Pour la réfractométrie ,nous notons une variation de 4 millièème pour une variation de concentration de 10 g/dm<sup>3</sup>.

- Pour la densité ,nous notons pour une variation de concentration de 10 g/dm<sup>3</sup>, une variation de densité d'un centième environ.

La méthode d'analyse par réfractométrie peut être améliorée grâce à l'utilisation d'une lumière monochromatique ;la mesure peut être avantageusement remplacée par des mesures différentielles mettant en évidence la variation d'un corps à étudier par rapport à un corps de même nature pris pour référence . Les effets perturbateurs se trouvent ainsi éliminés.

En conclusion, nous notons que ces deux méthodes sont très utiles par suite de leur rapidité. Cependant,les facteurs opératoires sont difficiles à maîtriser.

Nous ne pouvons opter pour ces méthodes d'analyse comme méthodes d'analyse quantitatives car leur pouvoir de résolution est ,à notre avis,insuffisant pour le travail que nous envisageons

## II-2.2 Les méthodes électrochimiques

Les méthodes électrochimiques peuvent convenir aux réactions acide-base, oxydo-réduction, formation de complexe, précipitation .....

Seulement, depuis peu de temps, ces méthodes d'analyse sont appliquées également aux substances organiques.

Ainsi, ayant relevé l'existence d'un couple rédox pour le Naphtalène, nous avons pensé que la conductimétrie et la polarographie pourraient être toutes indiquées.

### II-2.2/1 La conductimétrie:

Nous nous proposons de suivre les variations de la conductivité équivalente en fonction de la concentration.

Nous fixons la température de travail à 20 °C et grâce à une électrode à immersion, nous relevons les valeurs en  $\mu\text{S}$ .

TAB V : Résultats expérimentaux de la conductivité

C (g/dm <sup>3</sup> )	10	20	30	40	50	60	70	80	90
Conductivité $\mu\text{S}$	1,05	0,87	0,76	0,74	0,66	0,55	0,52	0,51	0,51

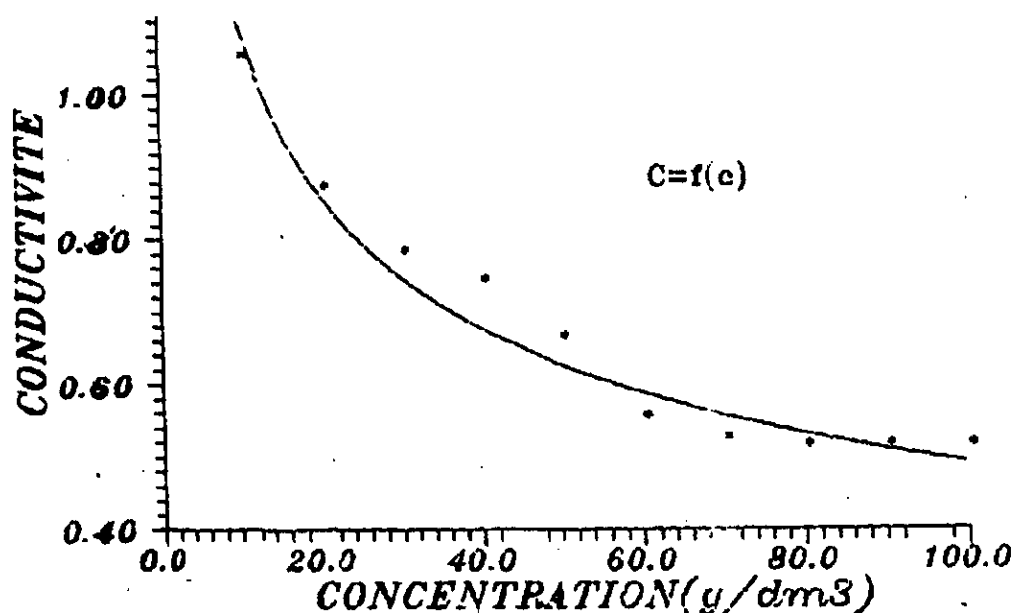


fig II-3: VARIATION DE LA CONDUCTIVITE EQUIVALENT VS CONCENTRATION EN NAPHTALENE

En suivant la variation de la conductance en fonction de la concentration, nous notons que la courbe tend asymptotiquement vers une valeur constante pour les solutions saturées (Fig II-3)

Pour une variation de  $0.45 \text{ g/dm}^3$ , nous relevons une variation sur la conductivité de 1 %.

Les inconvénients majeurs qui limitent cette méthode d'analyse sont :

- La mauvaise répétabilité des résultats due probablement aux solutions non dégazées.
- La lenteur dans la manipulation due surtout aux précautions à prendre sur l'électrolyte pour lui éviter une décomposition photochimique.
- La faible sensibilité des conductimètres usuels qui ne dépasse pas les 0.5 %.

## II-2.2/2 Polarographie

L'analyse polarographique classique est basée sur le tracé des courbes intensité - potentiel sur une électrode à gouttes de mercure tombantes.

Les courbes obtenues se présentent sous forme de "vagues" dont la hauteur est proportionnelle à la concentration de l'espèce électro-active. Ainsi, la sensibilité étant limitée par la présence d'un courant capacitif dû à la charge de la double couche à l'interface électrode - solution .

Pour améliorer cette sensibilité, on a développé la technique de la polarographie à impulsions surimposées d'amplitude constante.

Ces impulsions de durée et d'amplitudes constantes sont appliquées à chaque goutte de mercure juste avant sa chute où la surface de l'électrode est voisine du maximum et varie donc peu.

Les seules références bibliographiques à notre disposition sont celles donnant

- Milieu 1 : Solution aqueuse de dioxanne à 25 % d'eau contenant  $0.175 \text{ mole/dm}^3$  en Iodure de tetrabutyl d'ammonium.

- Milieu 2 : Diméthyl formamide anhydre contenant  $0.1 \text{ mole/dm}^3$  en Iodure tetraéthylammonium.

Handicapés par l'absence des renseignements sur le potentiel appliqué, le nombre d'essais infructueux devenant important ; nous abandonnâmes cette méthode d'analyse.

Nous présentons à titre d'exemple un des nombreux polarogrammes non interprétables. [ Fig II-4 ].

Le manque de renseignements sur les conditions opératoires employées ( notamment le potentiel appliqué ) en polarographie nous empêche d'exploiter cette méthode d'analyse pour la quantification du Naphtalène dans les solutions d'alcool éthylique.

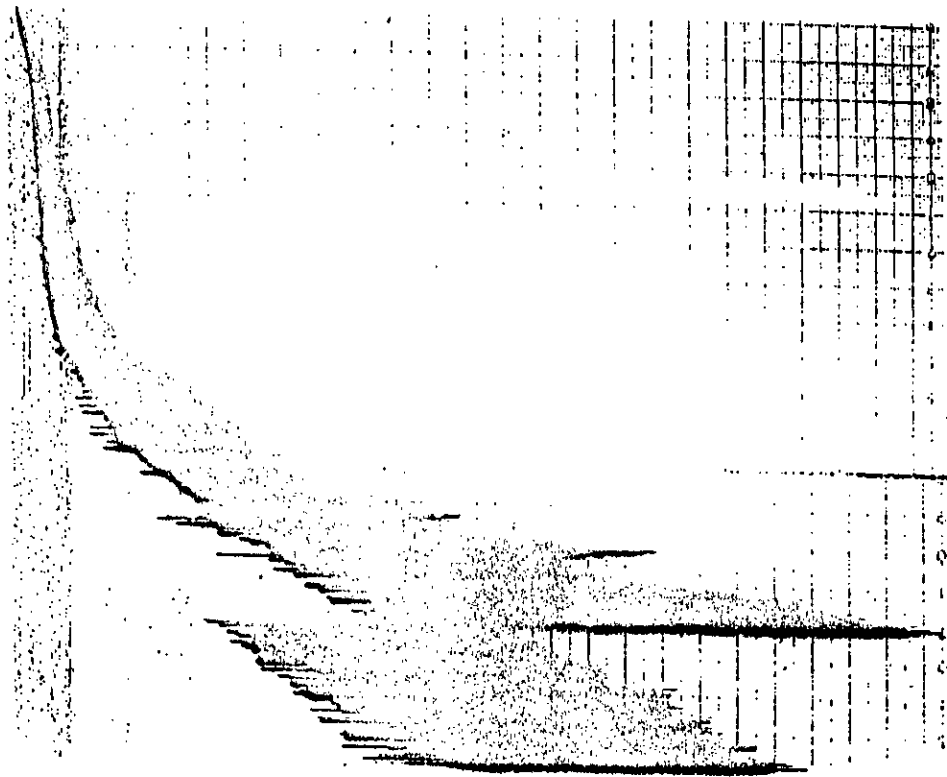


Fig II-4 : Polarogramme non interprétable

Les inconvénients déjà cités pour la conductimétrie ,notamment ,la quantité importante nécessaire à l'analyse ainsi que la lenteur dans la manipulation ,feront également que cette méthode électrochimique ne pourrait convenir en tant que méthode d'analyse quantitative.

### II-2.3 Spectrométrie d'absorption

Nous établissons d'abord, le spectre d'absorption du Naphtalène en Ultra-Violet (Fig.II.5).

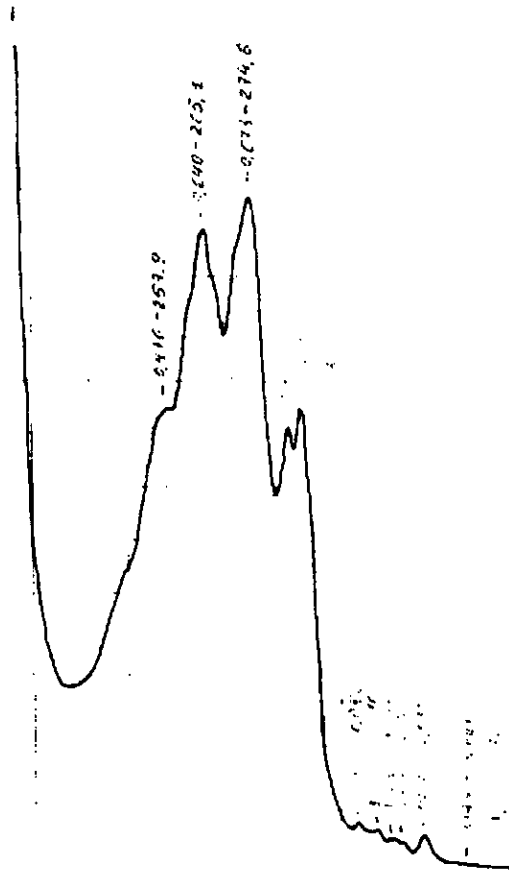


Fig II-5: Spectre d'absorption du naphtalene en U.V

Nous relevons l'existence de trois pics de longueurs d'onde différentes.

Nous fixons la longueur d'onde du pic le plus important ( $\lambda = 276 \text{ nm}$ ) et nous suivons la variation de la densité optique en fonction de la concentration sur la Fig II.6.

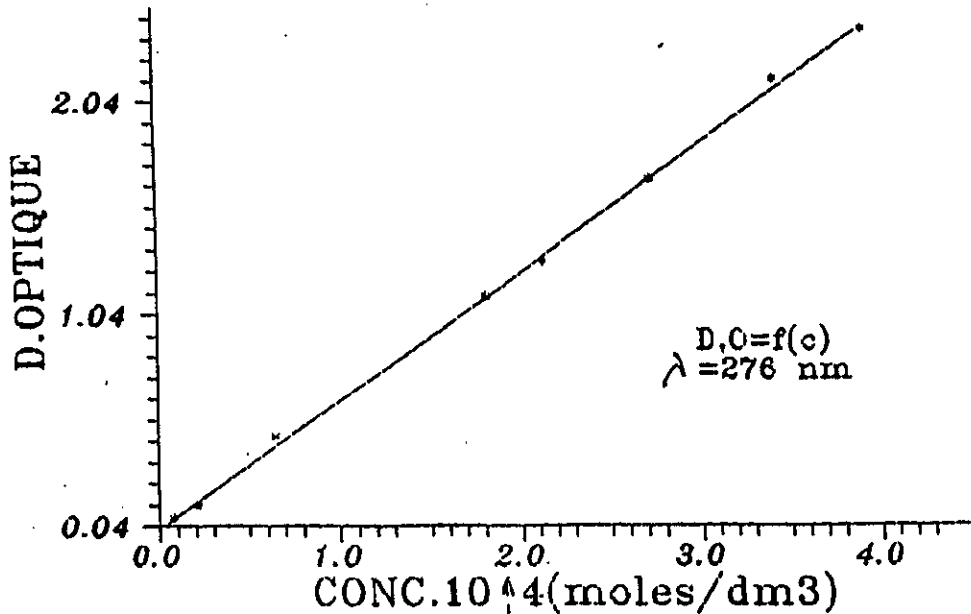


Fig II-6: VARIATION DE LA DENSITE OPTIQUE vs CONCENTRATION EN NAPHTALENE

Cette méthode présente l'avantage de déceler des variations de concentration très infimes.

Nous relevons pour une variation de concentration  $14 \times 10^{-6}$  moles /dm<sup>3</sup>, une variation de 63 % de la valeur initiale de densité optique.

Nous notons sur le graphe une certaine linéarité entre la densité optique et la concentration des solutions d'alcool éthylique. [ Fig II-6 ].

Ainsi, nous envisageons, vu le pouvoir de résolution assez élevé de cette méthode, l'éventuelle utilisation comme méthode d'analyse quantitative.

### II-2.3 Infra- rouge :

En nous référant aux corrélations Spectre-Structure fournies par "Stanford Research Labs., American Cyanamid Co.", nous relevons une superposition pour les bandes d'absorption infra-rouges caractéristiques des alcools primaires et des Naphtalènes (autour de  $1400\text{ cm}^{-1}$ ) sur le spectre IR de la solutions de Naphtalène dans l'alcool éthylique, nous notons une superposition des CH aliphatiques et des CH aromatiques.

Par conséquent ,il n'est pas possible de suivre la quantification du Naphtalène par cette méthode d'analyse.

### II-2.4 Méthodes chromatographiques:

#### II-2.4/1 Chromatographie en phase liquide :

La chromatographie est l'une des méthodes les plus appropriées ,en soignant les conditions opératoires ,à l'analyse quantitative.

En effet,la surface de chaque pic reproduit sur l'enregistreur est une mesure de la quantité d'un composant particulier présent dans l'échantillon.

La chromatoraphie en phase liquide à polarités inversées ou en phase inverse est toute indiquée pour la séparation des hydrocarbures donc l'application convient à notre cas.

Nous allons utiliser l'appareillage suivant :

#### LIQUID CHROMATOGRAPH WATERS ASSOCIATES

Détecteur :PYE UNICAM

Enregistreur:HOUSTON INSTRUMENT

Intégrateur :H.P.3380 A

Mise en oeuvre :

Nous allons utiliser la méthode de l'étalon interne, dans le but d'annuler l'influence de la réponse du détecteur sur le rapport des aires des pics.

L'Anthracène répond à l'un des critères exigés dans le choix d'un étalon interne, du fait qu'il se présente avec une structure semblable à celle du Naphtalène.

Cependant, nous l'écartons parce qu'il est insoluble dans l'eau et donnera certainement un précipité dans la colonne C 18.

Nous avons pensé alors à un composé plus polaire en l'occurrence le  $\beta$ -Naphtol qui, en absorption Ultra-violet, absorbe avec un pic supplémentaire du au groupement OH à une longueur d'onde de 320 nm.

Du fait que nous disposons d'une colonne C18 apolaire, le  $\beta$ -Naphtol sera moins retenu que le Naphtalène.

Nous ajustons la phase mobile Méthanol-eau jusqu'à avoir les proportions respectives 60 / 40 en pourcentage volumique ; proportions qui permettent à l'étalon interne de séjourner très peu de temps dans la colonne.

La longueur d'onde choisie pour le détecteur Ultra-Violet est de 276nm.

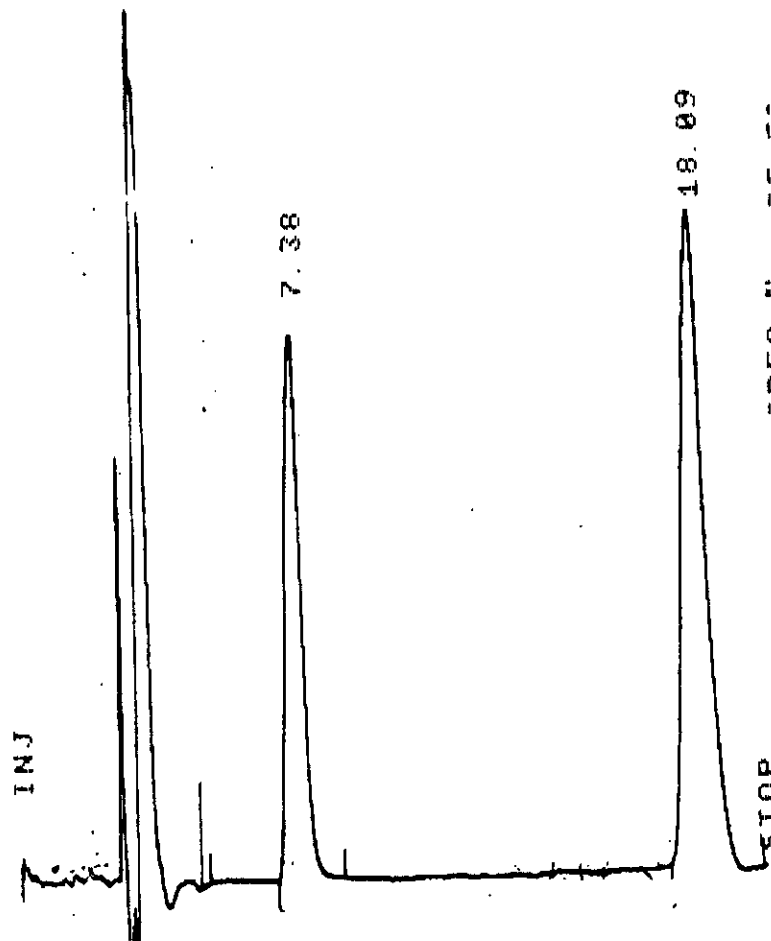
D'un autre coté, nous préparons deux solutions A et B d'égales concentrations (0.006 g/dm<sup>3</sup>)

- La solution A est la solution de Naphtalène dans l'alcool ethylique.
- La solution B est la solution de B-Naphtol dans le même solvant.

Avec les conditions opératoires déjà décrites et après plusieurs essais, nous avons ajusté la solution témoin à :

- 9 ml de la solution A.
- 1 ml de la solution B





RT	TYPE	AREA	AREA%
7.38		496356	37.31
18.09		746296	62.69
HP 3380A			
DLV 4		STOP 20	REJECT OFF
MV/ M 1.00		ATTN 16	

L'analyse de 50  $\mu$ l de cette solution témoin et la lecture des résultats de l'intégration des aires représentatives des constituants Naphtalène et  $\beta$ -Naphtol nous donnent (Fig II-7).

62,69 % pour le Naphtalène

37,31 % pour le  $\beta$ -Naphtol

## Mode opératoire

Après chaque expérience, décrite dans le paragraphe III - 3.2 de la page 37 , nous prélevons 50  $\mu$ l de la solution à analyser, nous les mettons dans une fiole de 10 ml contenant déjà 1ml de la solution B de  $\beta$  - Naphtol.

Nous complétons la fiole jusqu'au trait de jauge avec de l'Alcool éthylique pur. Nous injectons 50  $\mu$ l de cette solution dans le chromatographe. Le calcul de la concentration en Naphtalène se fera suivant la méthode de l'etalon interne décrite ci-dessous :

Le pourcentage d'aire de chaque pic est proportionnel à la concentration du constituant.

Si nous désignons respectivement par  $S_n, S'_n$  : les aires du pic du Naphtalène sur les chromatogrammes de la solution témoin et de la solution expérimentale

Si nous désignons respectivement par  $C_n, C'_n$  : les concentrations en Naphtalène sur le chromatogramme de la solution témoin et sur le chromatogramme de la solution expérimentale.

Nous avons le rapport des aires qui est égale au rapport des concentrations

$$S_n = k \cdot C_n$$

$$S'_n = k \cdot C'_n$$

d'où :

$$\frac{S_n}{S'_n} = \frac{C_n}{C'_n}$$

Nous en déduisons la concentration de Naphtalène dans la solution à analyser :

$$C'_n = \frac{C_n \cdot S'_n}{S_n}$$

Nous joignons en annexe I, quelques exemples de chromatogrammes

### II.3 Conclusion :

Le but recherché à travers la manipulation de toutes ces techniques d'analyse est de comparer leur pouvoir de résolution, leur sensibilité, leur répétabilité et leur reproductibilité afin d'opter sur la méthode analytique la plus appropriée à la quantification du Naphtalène dans les solutions d'alcool éthylique.

Nous avons d'abord passé en revue la réfractométrie et la densité .

Ces deux méthodes physiques très utiles par leur rapidité ne peuvent être des méthodes d'analyse quantitatives pour le domaine d'application que nous visons car compte tenu du nombre de facteurs opératoires à fixer, nous ne pouvons assurer les résultats avec une grande précision .

La conductimétrie et la polarographie sont parmi les méthodes récentes d'analyse appliquées aux substances organiques .

Les inconvénients majeurs qui limitent ces méthodes d'analyse sont :

- La mauvaise répétabilité des résultats due probablement aux solutions non dégazées.
- La lenteur dans la manipulation due surtout aux précautions à prendre sur l'électrolyte pour lui éviter une décomposition photochimique.
- L'absence de renseignements sur le potentiel appliqué en polarographie.

Ces inconvénients concourent pour conclure que ces méthodes électrochimiques ne peuvent nous convenir en tant que méthodes d'analyse quantitatives.

Après les méthodes électrochimiques, nous nous orientons vers d'autres méthodes d'analyse qui sont souvent d'une grande utilité pour les dosages.

En spectrométrie infra-rouge, nous relevons sur les corrélations "Spectre-Structure", une superposition pour les bandes d'absorption caractéristiques des alcools primaires et des Naphtalènes.

Par conséquent, il n'est pas possible de suivre la quantification du Naphtalène par cette méthode d'analyse

La spectrométrie Ultra-violet présente l'avantage de déceler des variations de concentrations très infimes : ainsi pour une variation de concentration de  $14 \times 10^{-6}$  moles/dm<sup>3</sup>; nous notons une variation de 63% de la valeur initiale de la densité optique.

Ainsi, vu son pouvoir de résolution assez élevée, nous l'avons retenue éventuellement comme méthode d'analyse quantitative.

Enfin, nous nous sommes consacrés aux méthodes chromatographiques qui sont des méthodes appropriées à l'analyse quantitative.

Ainsi, nous avons opté sur la chromatographie en phase liquide à polarités inverses car en plus de son utilisation rapide et pratique dans les mesures directes, son détecteur offre un intervalle d'exploitation allant de 10 ppb à  $10^4$  ppb si nous utilisons une détection photométrique en fluorométrie.

TECHNIQUES  
&  
DISPOSITIFS  
EXPERIMENTAUX

### III- TECHNIQUES ET DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX

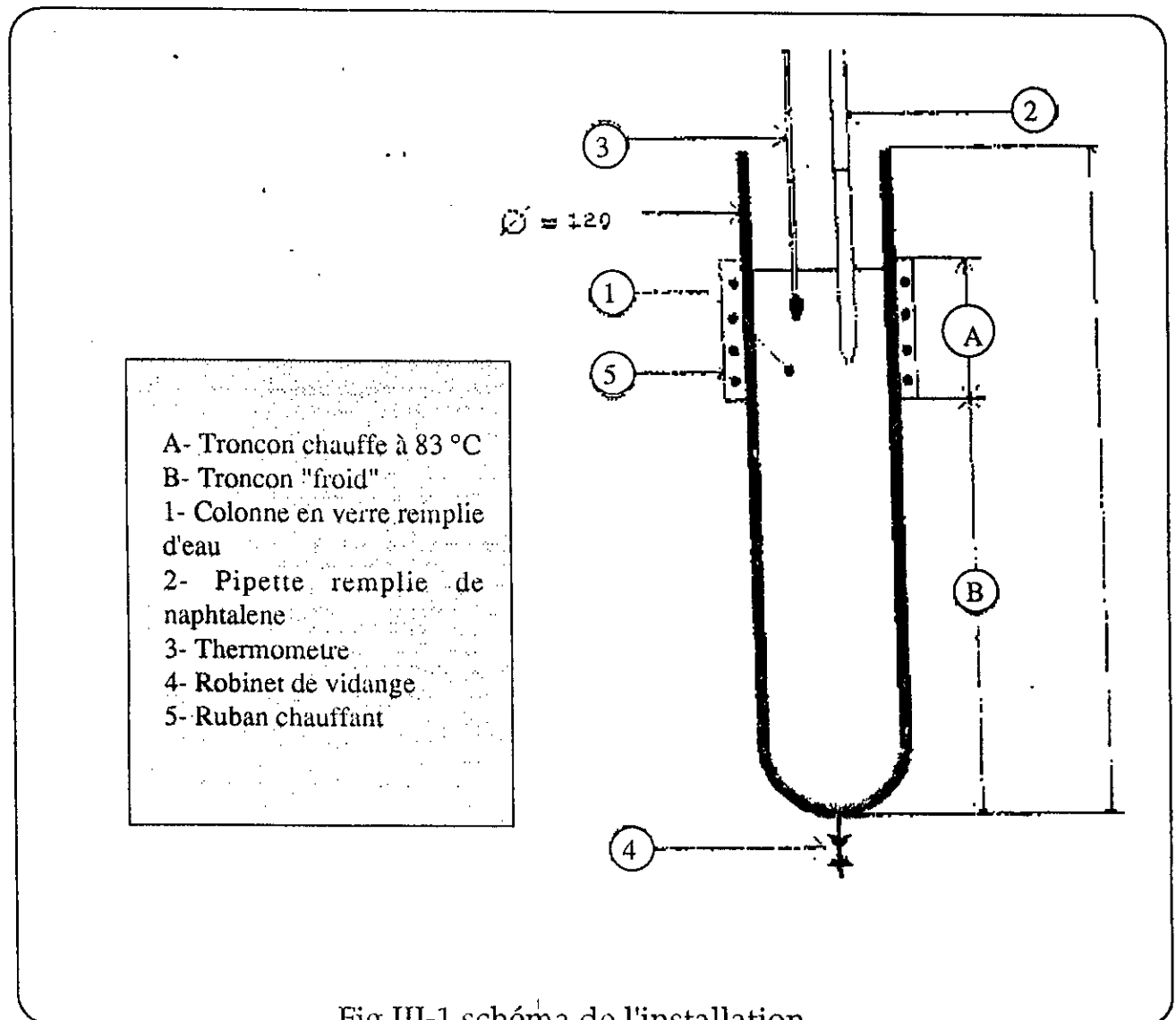
#### III-1 TECHNIQUE DE FABRICATION DES SPHERES DE NAPHTALENE

Le Naphtalène de formule chimique  $C_{10}H_8$ , se présente sous forme de cristaux blancs, brillant, qui fondent à  $80.2^{\circ}C$

Il est insoluble dans l'eau et soluble dans la plupart des solvants organiques.

En s'appuyant sur ces propriétés physiques, nous avons recherché une technique pour le présenter sous forme sphérique

Après un nombre important d'essais infructueux, nous avons conçu la méthode et réalisé l'installation dont le schéma est représenté sur la fig III-1



Une colonne en verre remplie d'eau de longueur 1500mm et de diamètre 120 mm, munie d'un robinet de vidange.(4)

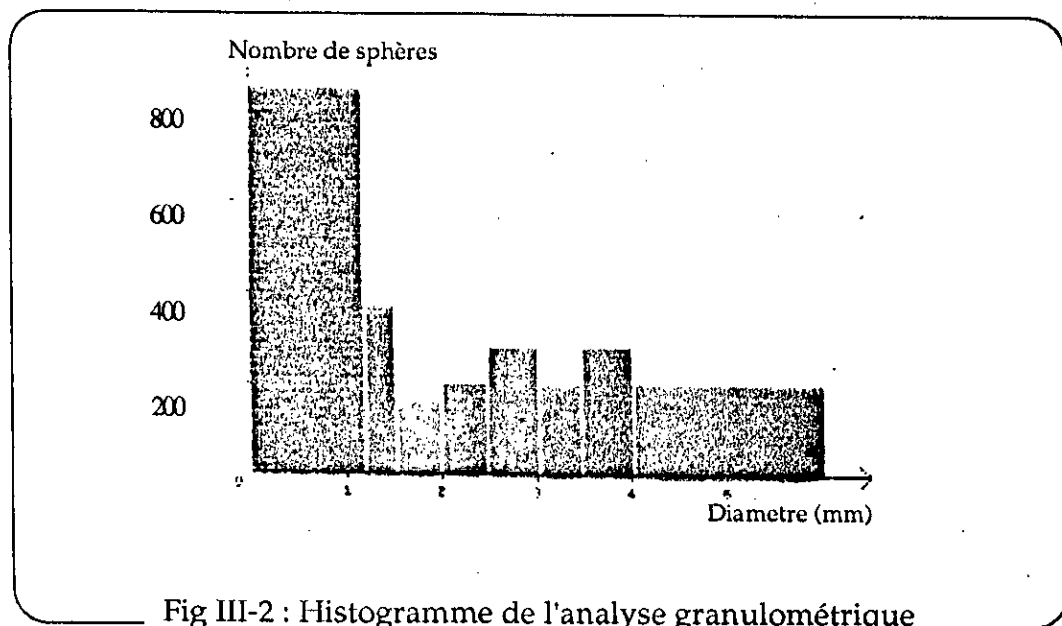
La partie supérieur de la colonne (A), est chauffée à l'aide d'un ruban chauffant de puissance 300W, enroulé à l'extérieur de la colonne sur une hauteur de 200 mm.

Le système de chauffage est réglé à l'aide d'un thermomètre à contact, (3) relié en série avec un régulateur d'un chauffage.

La partie chauffée est réglé à 83°C, pour permettre à la température de l'eau de dépasser le point de fusion du naphthalène, soit 80.2°C.

Une pipette, (2), de volume 10 ml, remplie de Naphtalène en poudre, est introduite dans la partie chaude de la colonne.

La poudre se liquéfie progressivement. Les gouttes de Naphtalène liquéfiées passent de la pipette plongée dans l'eau chaude en tourbillonnant de façon hélicoïdale avant de se solidifier brusquement au passage dans la zone froide (B). Sur un échantillons de 2530 sphères de Naphtalène, la distribution des diamètres est représentée sur l'histogramme de la fig III-2



Ainsi, plus de 33% des sphères obtenues en un diamètres inférieur à 1,25 mm pour les classes des diamètres supérieur à 2 mm, nous notons une distribution presque égale.

La distribution aléatoire des diamètres de spheres est due à la fréquence aléatoire avec l'index exerçait une pression sur l'extrémité de la pipette.

Pour nos expériences de transfert de matière, nous choisirons les particules de diamètre supérieur à 4 mm.

## III-2 Techniques de fabrication des dispositifs expérimentaux :

### III-2.1 Réalisation des plaques support

Nous utilisons la méthode employée en industrie électronique pour tracer et graver les circuits imprimés sur les plaques "Epoxy".

Nous réalisons donc deux plaques en epoxy imprimées comme le montre la Fig III-3.

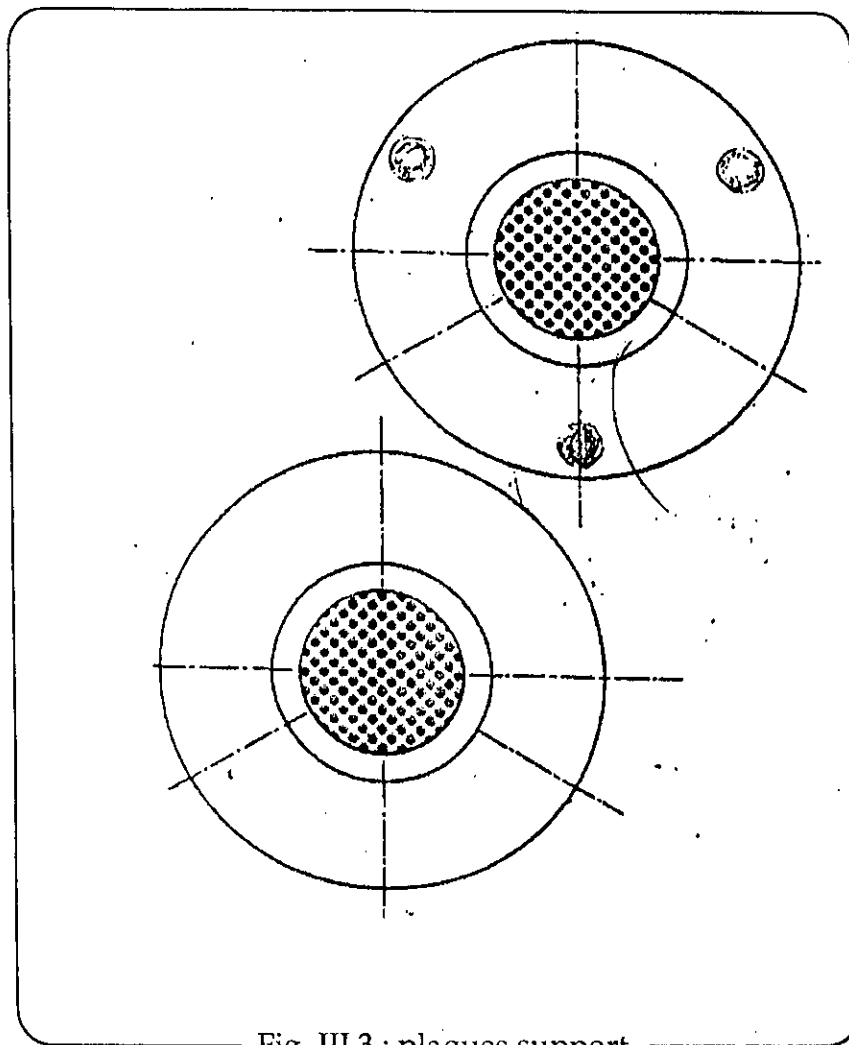


Fig. III.3 : plaques support

Nous superposons ces deux plaques imprimées. Avec un foret de 0.8 mm ,nous perçons de façon à perforer totalement la première plaque et à pointer des encoches sur la seconde .

La plaque complètement perforée servira à recevoir des aiguilles dans les trous prévus pour réaliser un des sept arrangements géométriques choisis (Fig III-6). (p. 57)

Des sphères de Naphtalène en nombre égal au nombre des aiguilles sont installées dans les encoches prévues sur la seconde plaque dans une disposition géométrique similaire à la disposition des aiguilles sur la première .



### III-2.2 Fixation des sphères de Naphtalène sur les pointes des aiguilles :

D'une part ,nous disposons d'une plaque support dans laquelle sont installées des sphères de Naphtalène dans un des sept arrangements géométriques de la Fig III-6 .

D'autre part ,nous disposons d'une plaque contenant des aiguilles dans le même arrangement géométrique que celui choisi pour placer les sphères de Naphtalène.

Nous chauffons les extrémités des aiguilles de la première plaque.

A l'aide d'un système de guidage ,nous superposons les deux plaques et nous les rapprochons jusqu'à ce que les pointes des aiguilles atteignent le plan équatorial des sphères de Naphtalène (Fig III-4).

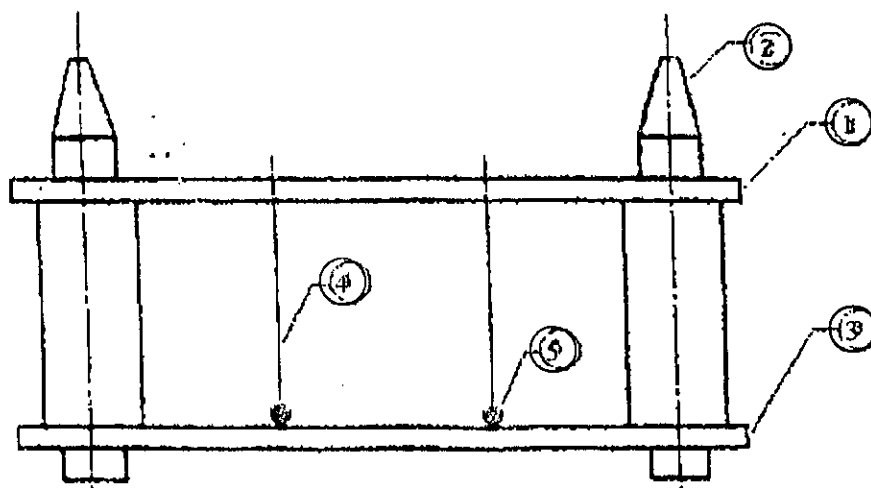


Fig III-4 :Fixation des sphères de naphthalene sur les aiguilles

- |  |                          |
|--|--------------------------|
| 1- plaque superieure support des aiguilles   | 4- Aiguille              |
| 2- Dispositif de guidage   | 5- Sphère de naphthalene |
| 3- plaque inferieure support des sphères de naphthalene installées dans les encoches |                          |

Après un moment, nous soulevons la première plaque perforée contenant des aiguilles au bout desquelles se trouvent des sphères de Naphtalène.

### III-3 Etude du transfert de matière :

#### III-3.1 Fonctionnement de l'installation :

Comme le montre le schéma de l'installation représentée sur la Fig III-5 ,

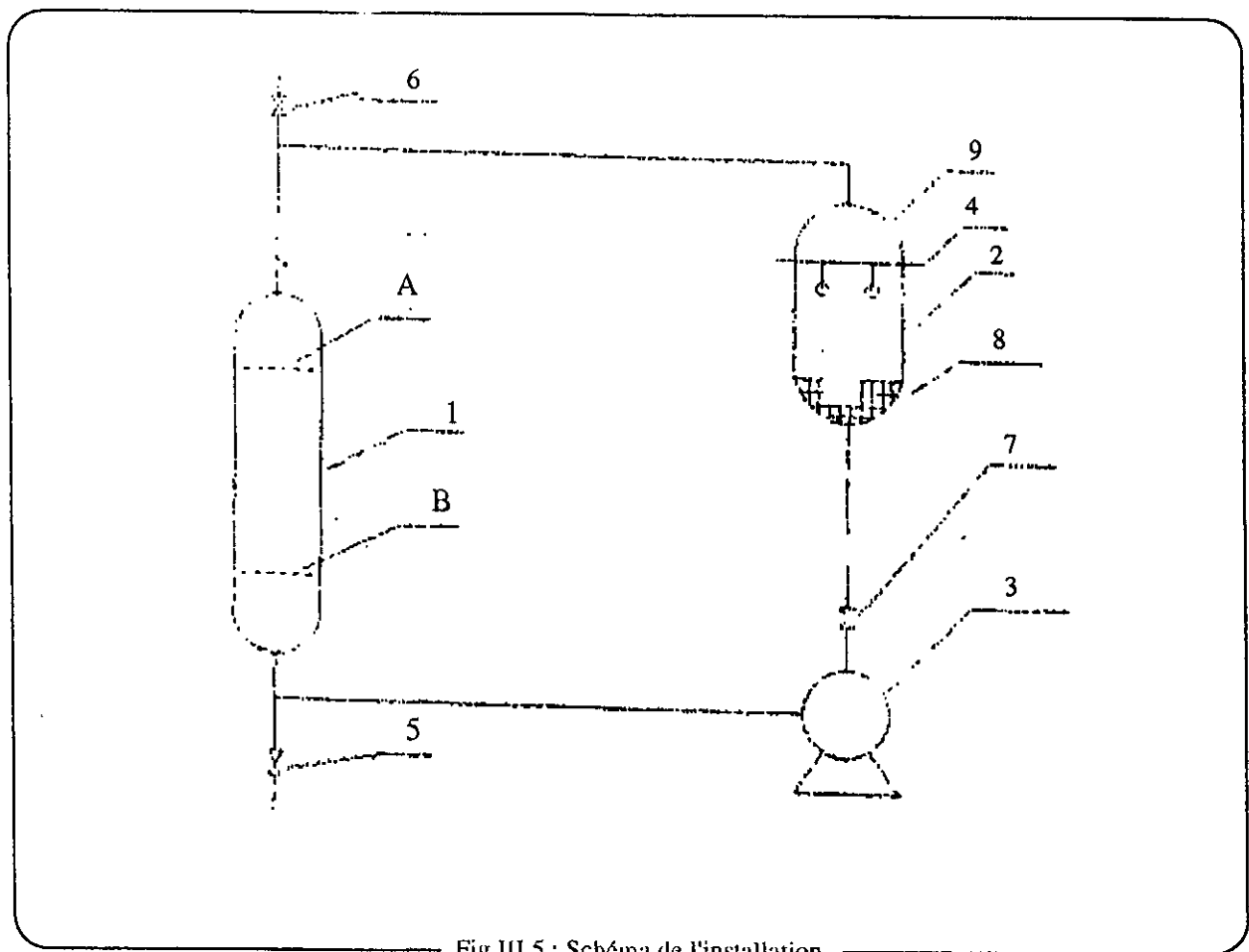


Fig III.5 : Schéma de l'installation

- 1- Cylindre ou réservoir de l'alcool éthylique
- 2- Cylindre en verre
- 3- Pompe
- 4- Plaque perforée support de sphères suspendues
- 5- Vanne de vidange de l'installation
- 6- Vanne d'alimentation de l'installation
- 7- Vanne régulatrice de débit
- 8- Couche de billes de verre
- 9- Aiguille portant à son extrémité une sphère de naphthalène
- A- Niveau d'alcool éthylique à  $t=0$
- B- Niveau d'alcool éthylique en régime établi

Une pompe (3) fait circuler de l'alcool éthylique du cylindre (1) au cylindre (2) avant de revenir, par une connexion flexible, au cylindre de départ dans une opération à circuit fermé.

Sur le cylindre (2), nous remarquons de bas en haut :

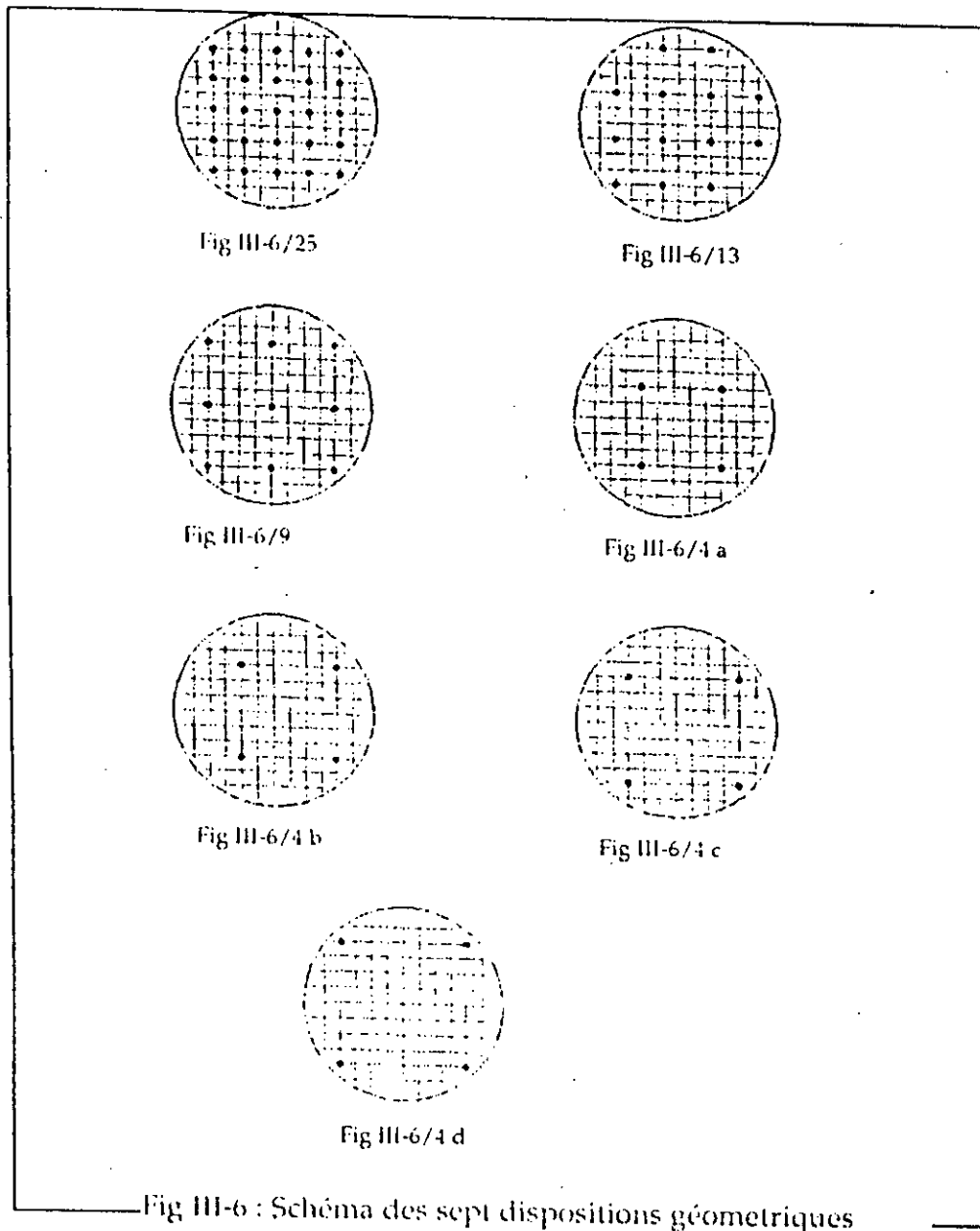
- Une couche de 5cm de billes de verre de 1 cm de diamètre au nombre d'une centaine afin de donner à l'écoulement du fluide ascendant un profil plat.

- Un cylindre droit de 250 mm de hauteur et de 50 mm de diamètre.

- Une plaque perforée support d'aiguilles au bout desquelles se trouvent fixées des sphères de Naphtalène.

-III-3.2 Mode opératoire :

Nous avons réalisé sept séries, de six expériences chacune, de dissolution de sphères identiques dans de l'alcool éthylique.



Si nous appelons "s" ,la distance de 4 mm séparant deux perforations voisines de la plaque support des aiguilles ,nous pouvons articuler nos expériences comme suit:

- 4 séries de six expériences de 4 sphères disposées aux sommets d'un carré dont le coté est égal successivement à:

- 5 s (Fig III-6/4a)
- 6 s (Fig III-6/4b)
- 7 s (Fig III-6/4c)
- 8 s (Fig III-6/4d)

-01 série de six expériences avec 9 sphères disposées aux sommets de carrés de cotés égaux à 4 s (Fig III-6/9).

-01 série de six expériences avec 13 sphères disposées aux sommets de carrés de cotés égaux à 3 s (Fig III-6/13)

-01 série de six expériences avec 25 sphères disposées aux sommets de carrés de cotés égaux à 2 s (Fig III-6/25)

De cette façon ,d'une expérience à l'autre ,nous faisons varier la vitesse d'écoulement u.

D'une série à l'autre ,nous faisons varier la distance entre les sphères fixées aux sommets de carrés.

Nous choisissons une des sept dispositions géométriques de la (Fig III-6) ,pour préparer aussi bien la plaque munie d'aiguilles que nous pesons ,pesée notée  $m_t$ , que les sphères de Naphtalène "installées dans les encoches.

La fixation des sphères aux sommets des aiguilles est réalisée selon la méthode décrite au paragraphe III-2.2.

Ce dispositif chargé de sphères de Naphtalène est pesé et la valeur est notée  $m_0$ , avant d'être inséré dans le cylindre (2)

Nous remplissons le cylindre (1) par la vanne (6),d'une quantité égale à  $0.7 \text{ dm}^3$  d'alcool éthylique pur.

Avant le démarrage de l'opération ,le niveau d'alcool éthylique est au niveau A dans le cylindre (1).

D'après le principe des vases communicants,il se trouve à un niveau correspondant dans le cylindre (2).

Nous démarrons la pompe (3) et nous notons le temps t mis par l'alcool pour passer du niveau initial A au niveau B.

En régime établi, l'installation se présente avec un niveau d'alcool éthylique situé à quelques cm en dessous du niveau B.

Nous justifions cette façon d'évaluer la vitesse d'ascension de l'alcool éthylique dans le cylindre (2) ainsi

- Le diamètre du cylindre (1) est égal au diamètre du cylindre (2).
- La quantité d'alcool éthylique qui a quitté le cylindre (1) est celle que nous retrouvons dans le cylindre (2).

Par conséquent, nous pouvons estimer la vitesse d'écoulement de l'alcool éthylique dans le cylindre (2) par la vitesse de dénivellation de l'alcool dans le cylindre (1).

Au bout de soixante secondes, nous arrêtons la pompe (3), nous retirons de l'installation, la plaque support chargée de particules sphériques que nous laissons sécher un moment à l'air avant de la peser, ce que nous notons  $m_1$ .

Nous analysons la solution par chromatographie en phase liquide, pour en déduire, la quantité de Naphtalène dans l'alcool éthylique. (Selon la méthode de décrite en page ).

Nous nous débarrassons des sphères de Naphtalène encore suspendues aux extrémités des aiguilles de la plaque (4).

Nous choisissons une configuration géométrique; pour répéter le mode opératoire six fois pour six débits différents réglables par la vanne 7. Nous travaillerons avec les sept configurations géométriques comme suit :

### III-3.3 Calculs :

Les calculs ont pour but d'évaluer la vitesse d'écoulement, le flux de matière, le diamètre moyen des sphères lors de l'expérience, le nombre de Reynolds, le nombre de Sherwood et de suggérer une corrélation liant toutes ces valeurs expérimentales.

Les résultats de ces calculs sont établis comme suit avant d'être consignés dans des tableaux:

- La vitesse d'écoulement  $u$  :

Cette vitesse est évaluée par l'équation (3.1)

$$u = \frac{H}{t}$$

\*H : distance de A à B soit 0.30 m (Fig III-5).

\*t : temps de dénivellation

La masse  $m_0$  : Masse du dispositif chargé de sphères évaluée avant l'essai expérimental.

La masse  $m_1$  : Masse du dispositif chargé de sphères évaluée après l'essai expérimental.

- La masse dissoute notée  $m$  est évaluée par l'équation (3.2) :

$$\Delta m = m_0 - m_1$$

La concentration en Naphtalène de la solution éthylique au début de l'expérience est nulle étant donné que l'alcool éthylique est pur.

La concentration finale  $c$ , en Naphtalène de la solution d'alcool éthylique est évaluée par analyse chromatographique en phase liquide. (méthode décrite en page )

Les caractéristiques physique de l'ethanol pur sont :

\* La viscosité,  $\eta = 0,013 \text{ Pa.s}$

\* La masse volumique,  $\rho = 790 \text{ Kg.m}^{-3}$

Avant le démarrage de l'expérience, nous disposons de 150 sphères dont la pesée a donné une masse  $M=8.3044$  g.

Nous évaluons le diamètre initial moyen  $d_0$  par l'équation (3.3):

$$d_0^3 = \frac{6M}{n \rho}$$

$n$  : nombre de sphères de Naphtalène.

$\rho$  : masse volumique de Naphtalène.

Nous évaluons le diamètre moyen de la sphère à la fin de l'expérience par l'équation (3.4):

$$d_1^3 = \frac{d_0^3 - 6 \Delta m}{n \rho}$$

Le diamètre moyen  $d$ , lors de l'expérience, peut être estimé par la moyenne arithmétique entre le diamètre  $d_0$  et le diamètre  $d_1$ .

$$d = \frac{d_0 + d_1}{2}$$

Par hypothèse, nous posons que la concentration à la surface de la sphère notée  $c^*$  est égale à la concentration de saturation du Naphtalène dans l'alcool éthylique ce que nous notons  $C_s$ .

La concentration finale de la solution varie entre  $0.01\text{g/dm}^3$  et  $0.5\text{g/dm}^3$ .

Ce qui représente entre  $0.01\%$  et  $0.005\%$  de la valeur de la concentration de saturation  $C_s$  qui est égale à  $95\text{g/dm}^3$ .



Le potentiel de concentration peut être approximé par la concentration de saturation  $C_s$ .

Le nombre de Reynolds est calculé à partir de l'équation (3.6)

$$Re = \frac{u d \rho}{\eta}$$

- $u$ : La vitesse d'écoulement de l'alcool éthylique.
- $d$ : Le diamètre moyen de la sphère durant l'expérience
- $\rho$  La masse volumique de l'alcool éthylique .
- $\eta$  La viscosité dynamique de l'alcool éthylique.

La surface d'échange  $A$ , qui participe au transfert de matière est estimée par l'équation (3.7):

$$A = n \pi d^2$$

- $n$  : nombre de sphères qui participent à l'expérience.
- $d$  : diamètre moyen de la sphère durant l'expérience.

Le flux de matière,  $N$ , peut être estimé par l'équation (3.8):

$$N = \frac{\Delta m}{t}$$

$t = 60$  s, temps que dure l'expérience .

La quantité de Naphtalène dissoute, estimée par pesée est moins précise que la quantité de Naphtalène dissoute dans l'alcool éthylique estimée par analyse.

En effet, après l'expérience, le dispositif chargé de sphères de Naphtalène est retiré de l'appareillage.

A cet instant, du Naphtalène est perdu par sublimation dans l'air et une partie est perdue par égouttage.

Par conséquent, nous évaluons la quantité de Naphtalène dissoute par l'équation (3.9) :

$$N = \frac{V (C_f - C_i)}{t}$$

- $C_f$  : Concentration finale en Naphtalène de la solution d'alcool éthylique.
- $C_i$  : Concentration en Naphtalène de la solution d'alcool éthylique au début de l'expérience qui est nulle.
- $V$  : Volume d'alcool éthylique participant à l'expérience qui soit 0.7 dm<sup>3</sup>.

Enfin, à partir de l'équation (3.10) :

$$N = K A \Delta C$$

Nous évaluons le coefficient de transfert de matière,  $K$ .

Connaissant le coefficient de diffusion du Naphtalène dans l'alcool éthylique,  $\mathcal{D}$ , le diamètre moyen,  $d$ , durant l'expérience, le coefficient de transfert de matière  $K$ , nous pouvons évaluer le nombre de Sherwood, par l'équation (3.11) :

$$Sh = \frac{K d}{\mathcal{D}}$$

Pour estimer le nombre de Schmidt, nous appliquons l'équation (3.12) :

$$Sc = \frac{\eta}{\rho \mathcal{D}}$$

- $\eta$ , la viscosité, égale à  $1.3 \cdot 10^{-3}$  Pa.s.
- $\rho$ , la masse volumique, qui est égale à 790 kg m<sup>-3</sup>.
- $\mathcal{D}$  le coefficient de diffusivité, égal à  $98 \cdot 10^{-11}$  m<sup>2</sup>/s.

Nous avons recensé l'essentiel des résultats traduisant l'analyse expérimentale du transfert de matière entre des sphères de Naphtalène et de l'alcool éthylique sous différentes situations hydrodynamiques sous forme de tableaux regroupés en Annexe II

### III-3.5 Analyse des résultats:

Le but principal de ce travail expérimental est de vérifier si le rapprochement et l'éloignement des sphères voisines perturbaient le transfert de matière.

Pour étudier ce transfert de matière entre les sphères ,nous avons choisi deux variables indépendantes

- La vitesse d'écoulement du fluide.
- L'espacement des sphères .

La représentation graphique du coefficient de transfert de matière en fonction de ces deux variables nous donne un diagramme à trois dimensions:ce qui est peu commode.

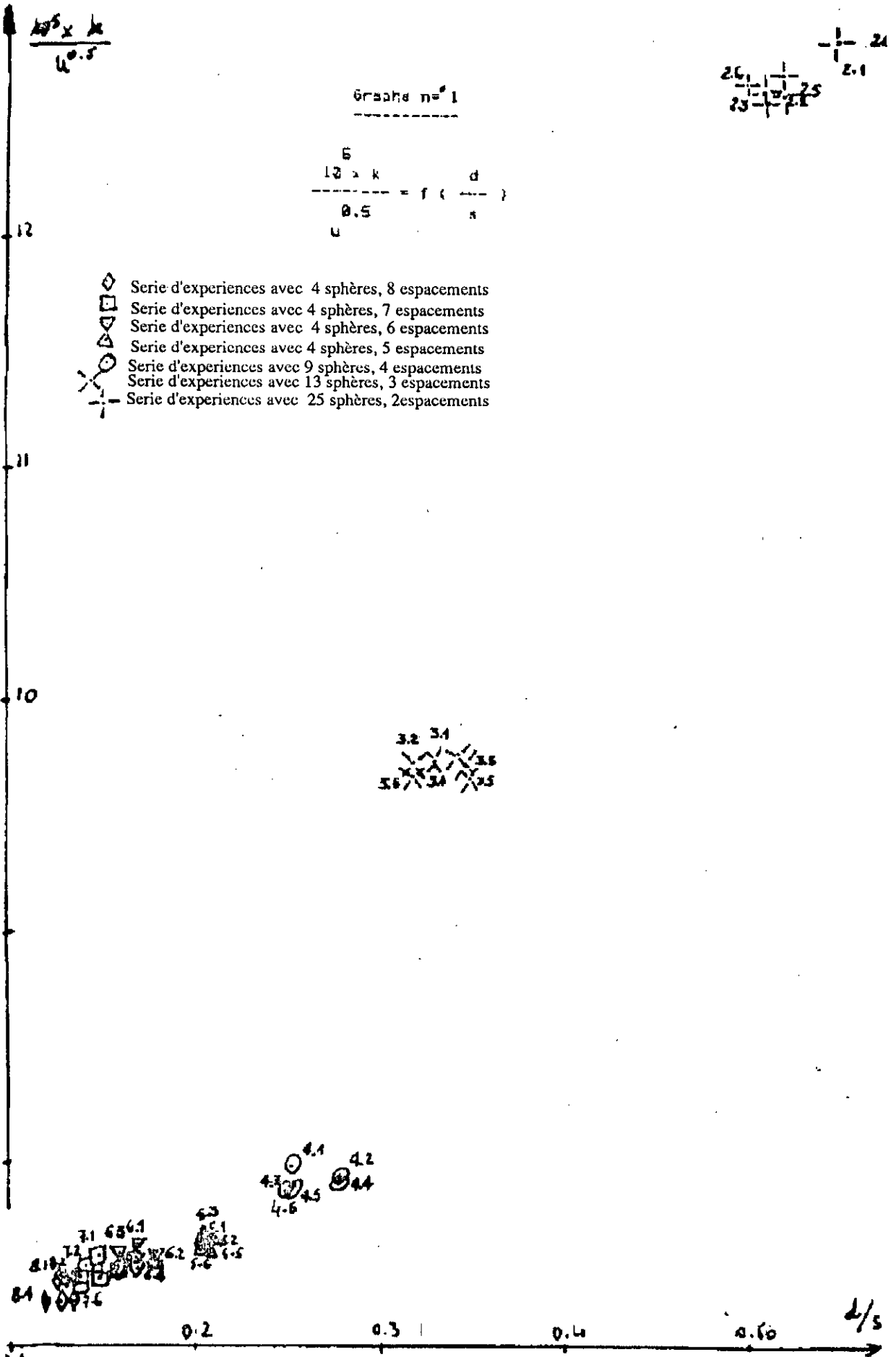
Lors de notre analyse bibliographique,nous avons noté que dans la majorité des cas ,le coefficient de transfert de matière était proportionnel au nombre de Reynolds à la puissance 1/2.

Nous avons voulu vérifier,de façon qualitative si l'espacement, $s$ , ou la distance entre les sphères influait sur le coefficient de transfert de matière indépendamment de la vitesse.

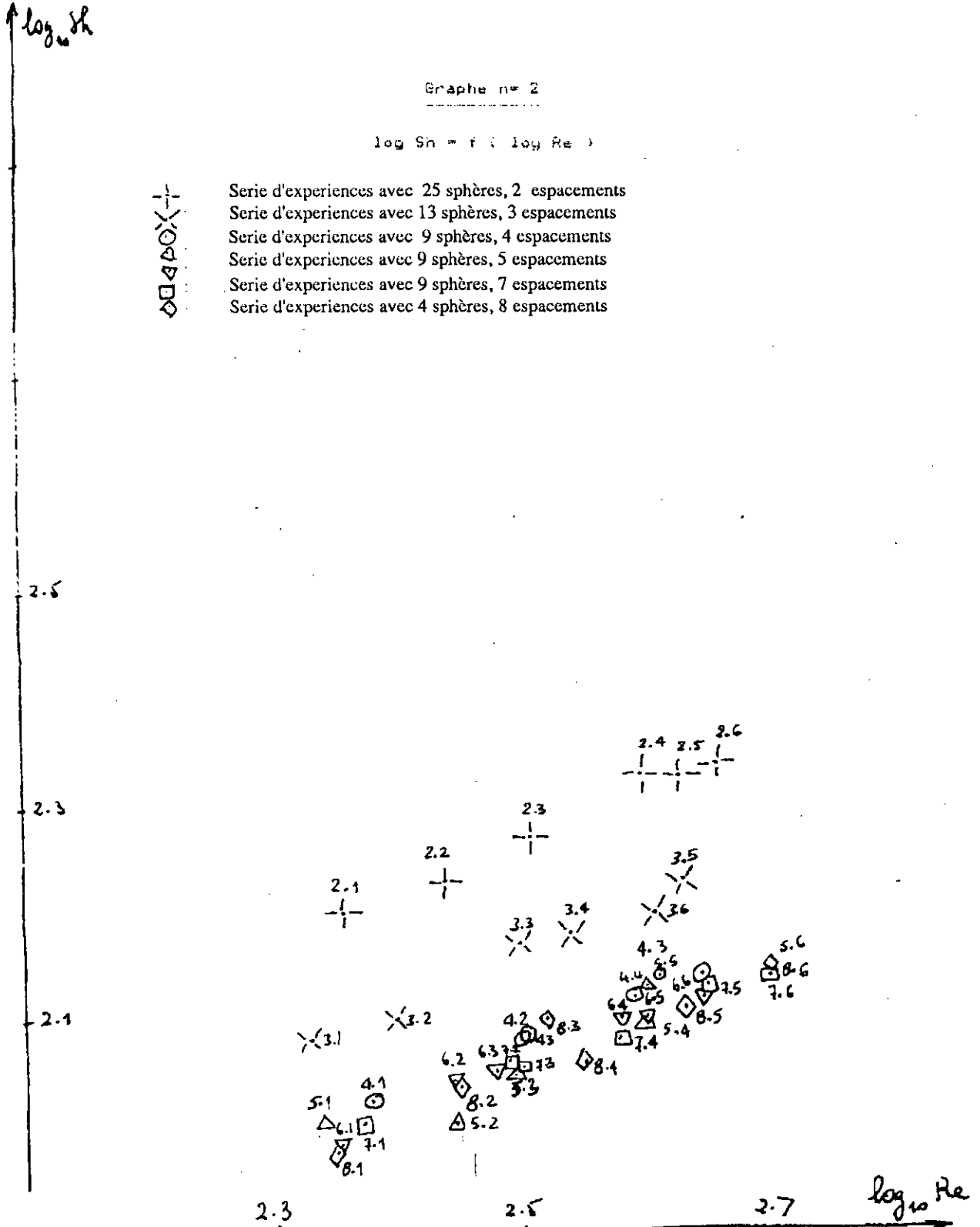
Nous avons représenté sur le graphe n°1 ,la variation du

terme  $\frac{K}{u^{1/2}}$  indépendant de la vitesse en fonction du nombre adimensionnel  $d/s$

qui représente le rapport  $\frac{\text{diamètre}}{\text{espacement}}$



Nous observons que le coefficient de transfert de matière varie faiblement lorsque les espacements entre les particules sphériques est grand.  
 D'autre part, le coefficient de transfert de matière varie de façon importante lorsque les sphères se rapprochent.  
 Lors de notre approche quantitative, nous avons choisi des représentations sur des échelles logarithmiques afin de mieux apprécier les écarts.  
 Nous représentons sur le graphe N°2, la variation du nombre de Sherwood en fonction du nombre de Reynolds.



Nous obtenons des droites correspondant aux équations du type:

$$Sh = A Re^B$$

Nous notons que pour les distances supérieures à 5 espacements, les points expérimentaux se regroupent autour de la droite d'équation :

$$Sh = 1.85 Re^{0.48}$$

- Pour 2 espacements .....  $Sh = 2.08 Re^{0.49}$
- Pour 3 espacements .....  $Sh = 1.99 Re^{0.47}$
- Pour 4 espacements .....  $Sh = 1.88 Re^{0.50}$

Nous remarquons sur le graphe n° 2, que le résultat obtenu, déjà de façon qualitative sur le graphe n° 1, semble se confirmer, à savoir :

Lorsque les sphères sont rapprochées, c'est à dire la distance entre deux sphères voisines est inférieure à 4 espacements, le coefficient de transfert de matière varie de façon remarquable.

Lorsque la distance entre deux sphères est supérieure à 5 espacements, le coefficient de transfert de matière varie de façon peu significative. Dans la littérature, les équations régissant le transfert de matière d'une sphère dans un milieu continu s'écrivent sous la forme :

$$Sh = 2 + A Re^{1/2} Sc^{1/3}$$

Nous avons vérifié avec les résultats des graphes n°1 et n°2, que le coefficient de transfert de matière dépendait de la distance entre les sphères.

Nous allons proposer une corrélation, afin de généraliser ce résultat, liant les nombres adimensionnels  $Re$  ;  $Sh$  ;  $Sc$  d'une part et le rapport diamètre moyen de la sphère,  $d$ , sur la distance  $s$ .

Deux possibilités se présentent :

- 1)  $Sh = f ( Re, Sc, d/s )$ .
- 2)  $Sh = f ( Re, Sc, s/d )$ .

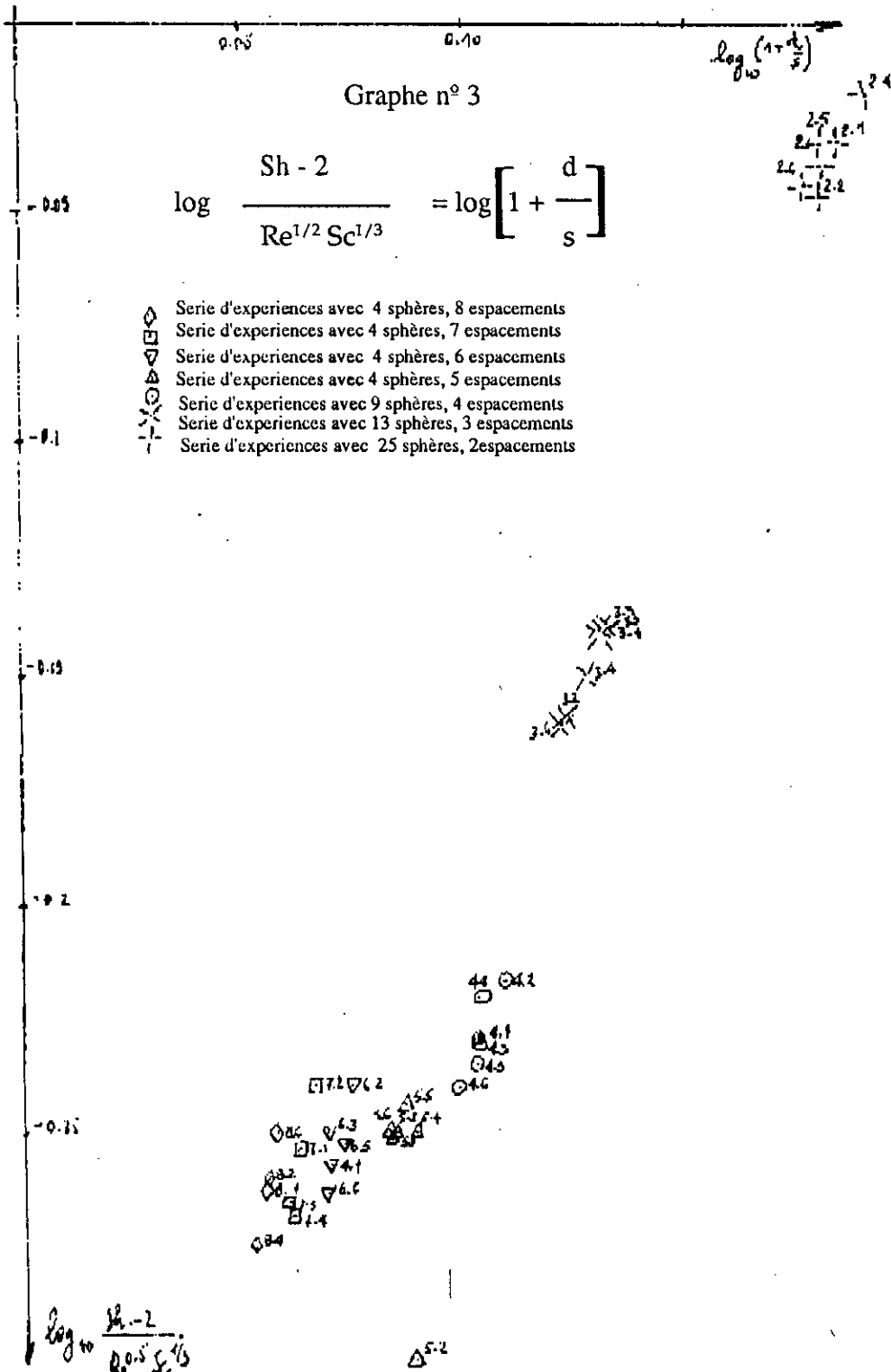
Nous opterons sur la première possibilité.

En effet, pour le cas des sphères très éloignées soit  $s$  très grand, le rapport  $d/s$  devient très petit : ce qui donne logiquement une faible valeur du nombre de Sherwood. Ce cas est similaire au cas de la sphère isolée dans un milieu infini. Nous choisirons donc le terme  $(1 + d/s)$  qui tendra vers 1 si  $s$  devenait très grand. Sur le graphe n°3, nous représentons la variation du terme

$Sh - 2$

en fonction du terme  $1 + d/s$

0.5 1/3  
Re Sc



N'ayant pas abordé expérimentalement l'analyse de l'influence du nombre de Schmidt, nous avons retenu l'exposant  $1/3$  fortement suggéré par les travaux antérieurs.

De manière quelque peu arbitraire et parce que c'est un procédé commode et souvent utilisé, nous avons choisi d'assimiler la courbe obtenue à deux segments de droites et de rechercher les équations de corrélation du type:

$$Sh = A Re^{1/2} Sc^{1/3} (1 + d/s)^x$$

Nous avons découpé le domaine de variation du terme  $1 + d/s$  en deux intervalles  $[1, 1.2]$  et  $[1.2, 1.5]$ .

Graphiquement, la valeur  $(1 + d/s) = 1.2$  est la valeur de transition qui nous a paru la plus convenable; sans toutefois chercher à lui attribuer une signification physique précise car elle ne sert qu'à faciliter la mise en équation.

Ainsi,

Le premier ensemble de points expérimentaux correspond au cas où l'espacement est inférieur à 5 soit  $1 + d/s < 1.2$  :

$$Sh = 2 + 0.369 Re^{1/2} Sc^{1/3} (1 + d/s)^{1.8}$$

Le second ensemble de points expérimentaux correspond au cas où l'espacement est supérieur à 5 soit  $1 + d/s > 1.2$

$$Sh = 2 + 0.552 Re^{1/2} Sc^{1/3} (1 + d/s)^{0.042}$$



# CONCLUSION



## CONCLUSION

L'objet de ce travail, consistait à améliorer les connaissances relatives au transfert de matière entre des sphères et un courant liquide, en particulier l'influence de l'arrangement géométrique et la variation du nombre de Reynolds sur le coefficient de transfert de matière.

Les commentaires généraux que nous avons pu dégager tendent tous à rendre compte de la dispersion des résultats obtenus par les différents auteurs et à l'insuffisance de travaux consacrés à l'étude du rapprochement et de l'éloignement d'un ensemble de sphères malgré l'importance de la question.

Le résultat mis en évidence par nos résultats expérimentaux est lié au changement d'allure de la courbe représentant la variation du nombre de Sherwood en fonction du terme adimensionnel  $(1 + d/s)$ .

Ainsi, sur un intervalle du nombre de Reynolds variant entre 159,90 et 497,09. Le premier ensemble de points expérimentaux correspond au cas  $1 + d/s < 1,23$  :

$$Sh = 2 + 0,552 Re^{1/2} Sc^{1/3} (1 + d/s)^{1,8}$$

Le second ensemble de points expérimentaux correspond au cas  $1 + d/s > 1,23$  :

$$Sh = 2 + 0,552 Re^{1/2} Sc^{1/3} (1 + d/s)^{0,042}$$

Les deux corrélations obtenues lors de notre travail, tendent lorsque les sphères deviennent très éloignées les unes des autres vers la corrélation générale qui décrit le comportement d'une sphère dans un milieu 'infini'.

Si nous voulons que les résultats obtenus lors de ce travail puissent nous aider à mieux comprendre les phénomènes dans les systèmes plus complexes, nous pensons qu'il serait intéressant alors d'aborder une étude locale des variations de transfert de matière autour de sphères en effectuant des analyses spectrales.

L'analyse effectuée au cours de cette recherche, nous a permis de préciser certaines caractéristiques du phénomène de transfert de matière mais aussi de soulever quelques problèmes et d'ouvrir la voie à des informations très intéressantes sur le plan de la connaissance scientifique fondamentale par la proposition d'une plus large corrélation qui permet de réunir les deux ensembles de données de la sphère isolée d'une part et de la couche fluidisée d'autre part.

# BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

- (1)- GARNER F.M., JENSON V.G. et KEET R.B., Trans. Inst. Chem. Engrs., 37, 191 (1959).
- (2)- GARNER F.H., SKELLAND A.H.P, Chem. Eng. Sci, 4. 149 (1955)
- (3)- TOROBIN L.B., GAUVIN W.H., Can. J. Chem, Eng, 137, 129 (1959)
- (4)- GRAFTON R.W., Chem. Eng. Sci., 19, 457. (1963).
- (5)- LOCHIEL E.C., CALDERBANK P.H., Chem. Eng. Sci., 19, 471 (1964).
- (6)- GARNER. F.H., JENSON V.G., KEEY R.B., Trans, Inst. Chem. Engrs, 37, 14 (1959).
- (7) -ROWE P.N., CLAXTON K.T., LENIS J.B. Trans. Inst. Chem. Engrs, 43, 14 (1965).
- (8)- KEEY R.B., GLEN J.B. Can. J. of Chem. Engrs. 42, 227 (1964).
- (9) -FRIED LANDER S.K., Am . Inst. Chem. Engrs. J., 7. 347 (1964).
- (10)- FRIED LANDER S.K. Am Inst. Chem. Engrs. J, 3, 43 (1957).
- (11)- HIGBIE R.. Trans, Am. Inst. Chem. Engrs. J. 31, 365 (1935).
- (12)- DANCKWERTS P.V. Ind. Eng. Chem, 43, 1460 (1951)
- (13)-TOOR H.L., MARCHELLO J.M. Am. Inst. Chem. Engrs J,4,97 (1958).
- (14)-HARRIOTT P.Can.J. Chem. Engrs. 40,60 (1962).
- (15)-RUCKENSTEIN.E Chem. Engrs. Sci 7,265 (1958).
- (16)-RUCKENSTEIN.E Chem. Engrs. Sci 18,133 (1963).
- (17)-RUCKENSTEIN. E Chem. Engrs. Sci 25,819 (1970).
- (18)-RUCHENSTEIN.E. Chem. Engrs. J,2,1 (1971).
- (19)-HANRATTY T.J. Am. Inst. Chem. Engrs J2,359 (1956 ).
- (20)-KAWA GUTI,M. Rep. Inst. Sci. TOKYO 4,154 (1950).

- (21)-JENSON VIG., Proc. Roy. Sci, A 249, 346 (1959)
- (22)-LINTON M., SUTHERLAND K.L, Chem. Engrs. Sci, 12, (1960)
- (23)-KEET R.B., GLEN J. B. Trans. Instn. Chem Engrs, 43, 221 (1965)
- (24)-FROSSLING N. Beitr. Geophys. Ger., 52, 170 (1938)
- (25)-VYRUBOU D.-J. Tech. Phys. Lenivg., 9, 1923 (1939)
- (26)-MAISEL D.S, SHERWOOD. T.K Chem. Eng. Progr. 46,141 (1952)
- (27)-RANZW.E., MARSHALL W.R. Chem.Engrs.Progr.48,141 (1952)
- (28)-HSU N.T.,SATD K., SAGE. B. M. Ind. Engrs. Chem. 46,870
- (29)-RADSUM. Chem. Ing. Tech. 28,275 (1956)
- (30)-PASTERNAK I.S.,GAUVIN W.H. Am. Inst. Chem. Engrs. J., 7,255 (1956)
- (31)-EVNO CHIDES S.,THODOS G. Am. Inst. Chem. Engrs.J.7, 78 (1960)
- (32)-YEN Y. Ch., THODOS G. Am. Inst. Chem. Engrs. J 8,34 (1962)
- (33)-SKELLAND A.M.P., CORNISH A.R.H. Am. Inst Chem.Engrs. J.,9,73 (1963)
- (34)-LEE.K.,BARROW H. Inst. J. Heat. Mass. Transf., 11,1013 (1968)
- (35)-LINTON. W.H., SHEWOOD TIK Chem. Engrs. Progr. 46,258 (1950)
- (36)-AKSEL' RUD G.A. Zh. Pr. KI. Khim Lenin gr.,27, 1446 (1953)
- (37)-GARNER F.H.M GRAFTON R.W . Proc. Roy. Soc., A 224, 69 (1954)
- (38)- GARNER F.H., SUCKVING. R.D., Am. Inst. Chem. Engrs. J., 4, 114 (1958)
- (39)-GRIFFITH R.M Chem. Engrs. Sci, 12, 198 (1960)
- (40)-STEINBERGER R.L., TREYBAL R.E. Am. Inst. Chem. Engrs. J. 6,227 (1960)
- (41)-MULLIN. J.W., TRE LEAVEN C.R. Pap. Congr. Ens. Fed. Chem. Engrs, 3rd LONDON, B-66 (1962)
- (42)-WILLIAMS. J. E., BARAIRE K.E. GEANKOPLIS C. J.- Ind. Eng. Chem. Fund., 2,126 (1963)
- (43)-KUCHLER M., PILAR A. Int. Chem Engrs. 10,431 (1970).
- (44)- KUCHLER M., PILAR A. Int. chem Engrs. 10, 431 (1970).

- (45)- TRIPATHI G., SING. S.K., UPAHYAY S.N Indram J. of Technology, 9, 285 (1971)
- (46)- SATO. Y., HIROSE T., TAKEUCHI. Y. MORIMOTO T. KYOSHI DAIGA TIJU  
KOGAKU SHINYUO, 45, 698 (1972)
- (47)- GIBERT H., SCHMIDT-TRAUB H., BRAUER H. Chem. Ing. Technol, 44, 306 (1972)

# ANNEXE I



TAB VII/A: Résultats des expériences avec

13 sphères par 3 espacements

$t = 60 \text{ s}$

$V = 0.7 \text{ dm}^3$

$E_{x0} \equiv$	$H \text{ (m)}$	$T \text{ (s)}$	$u \text{ (m/s)}$	$m_0 \text{ (g)}$	$m_1 \text{ (g)}$	$\Delta m = m_0 - m_1$	$C \text{ (g dm}^{-3}\text{)}$	$\Delta m = V \cdot C$
3-1	0.30	3.5	0.0857	49.0430	48.9414	0.1016	0.1480	0.1036
3-2	0.30	2.8	0.1071	49.0767	48.9655	0.1112	0.1614	0.1130
3-3	0.30	2.3	0.1304	49.0618	48.9381	0.1288	0.1887	0.1321
3-4	0.30	2.1	0.1428	49.1636	49.0315	0.1321	0.1968	0.1378
3-5	0.30	1.8	0.1667	49.0976	48.9551	0.1425	0.2098	0.1469
3-6	0.30	1.7	0.1765	49.1037	48.9482	0.1555	0.2158	0.1511

$d_0 \text{ (mm)}$	$d_1 \text{ (mm)}$	$d \text{ (mm)}$	$Re$	$Sh$	$10^5 k \text{ (m}^{-2}\text{)}$	$N_1 = \frac{\Delta m}{t} \text{ (g/s)}$	$N_2 = \frac{V \cdot C}{t}$	$d/\lambda$
4.52	3.80	4.16	216.65	121.80	2.87	0.00169	0.00173	0.347
4.52	3.22	3.87	251.87	125.89	3.19	0.00185	0.00195	0.322
4.52	3.79	4.15	328.86	149.29	3.52	0.00206	0.00215	0.346
4.52	3.58	4.05	351.44	151.36	3.66	0.00229	0.00230	0.337
4.52	3.84	4.18	425.44	168.92	3.96	0.00237	0.00245	0.348
4.52	3.12	3.82	409.72	158.49	4.07	0.00259	0.00252	0.318



7A.10 ~~V~~/B. non-linear etc. exp of  $\ln \mu$

$t = 60s$

$V = 0.7d$

avec 25 épaves pour 2 expériences

$Re$	$\log_{10} Re$	$Sh$	$\log_{10} Sh$	$Sh-2$	$Re^{-5} Se^{1/3}$	$\frac{Sh-2}{Re^{-5} Se^{1/3}}$	$\log_{10} \frac{Sh-2}{Re^{-5} Se^{1/3}}$
231.45	2.36	159.90	2.20	157.90	171.44	0.921	-0.036
275.46	2.44	163.82	2.23	161.82	186.87	0.898	-0.047
323.30	2.51	186.21	2.27	184.21	202.28	0.911	-0.041
401.06	2.60	213.00	2.33	211.00	225.06	0.921	-0.026
424.46	2.63	215.18	2.33	213.18	231.47	0.911	-0.036
456.90	2.66	218.18	2.34	216.18	240.06	0.900	-0.045

$\mu$ (m/s)	$\mu^{0.5}$	$10^5 k$	$10^{5.5} k / \mu^{0.5}$	$d/\lambda$	$1+d/\lambda$	$\log_{10}(1+d/\lambda)$
0.0857	0.2927	3.79	12.78	0.52	1.52	0.1829
0.1034	0.3216	4.08	12.69	0.51	1.51	0.1790
0.1250	0.3535	4.47	12.64	0.51	1.51	0.1790
0.1364	0.3693	4.76	12.89	0.55	1.55	0.1903
0.1579	0.3974	5.03	12.66	0.52	1.52	0.1818
0.1765	0.4201	5.34	12.71	0.50	1.50	0.1761

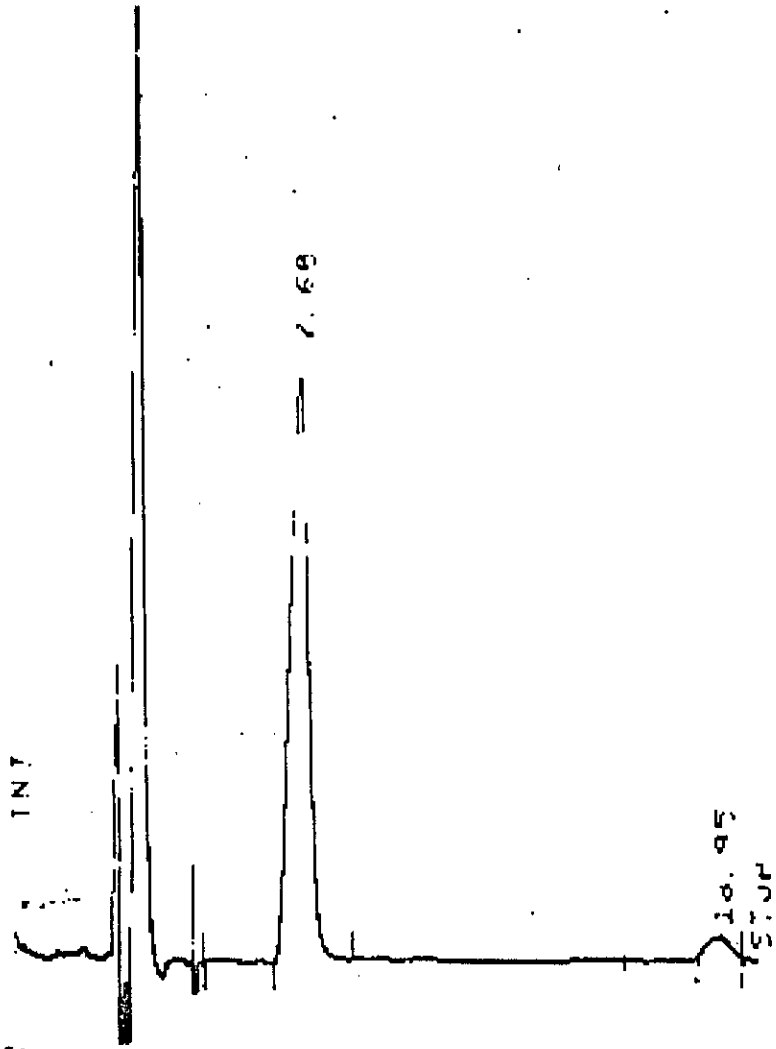
Tab. VI-A. Résultats de mesurées avec

25 spins pour 2 exp-vements  
 $c = 0.04$

Exp.	H (m)	T (s)	u (m/s)	m <sub>0</sub> (g)	m <sub>1</sub> (g)	$\Delta m = m_1 - m_0$	C (g/dm <sup>3</sup> )	$\Delta m = I.C$
2-1	0.30	3.5	0.0657	52.1593	51.9726	0.2467	0.3480	0.2436
2-2	0.30	2.9	0.1034	52.0803	51.7734	0.3069	0.4127	0.2889
2-3	0.30	2.4	0.1250	52.1080	51.7734	0.3346	0.4546	0.3182
2-4	0.30	2.2	0.1364	52.5940	52.2257	0.3683	0.4761	0.3333
2-5	0.30	1.9	0.1579	52.2525	51.9126	0.3399	0.4974	0.3482
2-6	0.30	1.7	0.1765	52.0672	51.6987	0.3685	0.5363	0.3754

d <sub>0</sub> (mm)	d <sub>1</sub> (mm)	d (mm)	Re	Sh	$10^5 k (m^2/s) N_1 = \frac{\Delta m}{t} \frac{1}{\rho} N_2 = \frac{V.C}{t}$	d/a	
4.52	3.86	4.19	231.45	159.90	3.74	0.0043	0.5237
4.52	3.64	4.08	275.46	163.82	4.08	0.0051	0.51
4.52	3.64	4.08	323.30	186.21	4.47	0.0056	0.51
4.52	4.28	4.40	401.06	213.80	4.76	0.0064	0.55
4.52	3.86	4.19	424.46	215.18	5.03	0.0057	0.52
4.52	3.51	4.01	456.90	218.18	5.34	0.0061	0.50

# ANNEXE II



7.68

RT	TYPE	AREA	AREA %
7.68		520710	35
10.95		22997	153

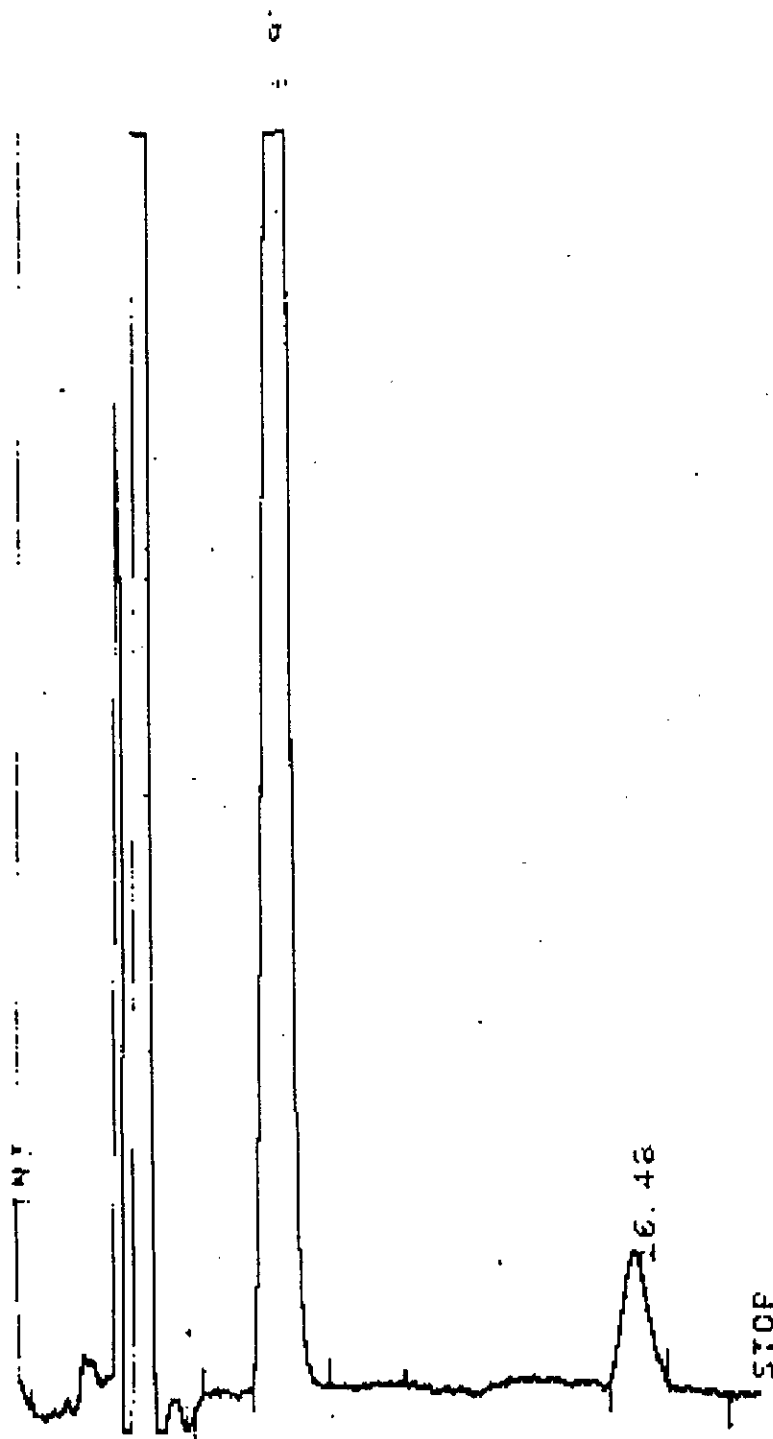
  

MP 3030A	SIUP 20	REJECT 10000
CLY 4.	ATTN 72	
MV/M I. MO		

~~IN-ELMER~~

PART Nr. 832-1930

IDENT Nr. 093 417



RT	TYPE	AREA	AREA %	REJECT	OFF
6.93		37550	73.30		
15.49		42300	8.2		

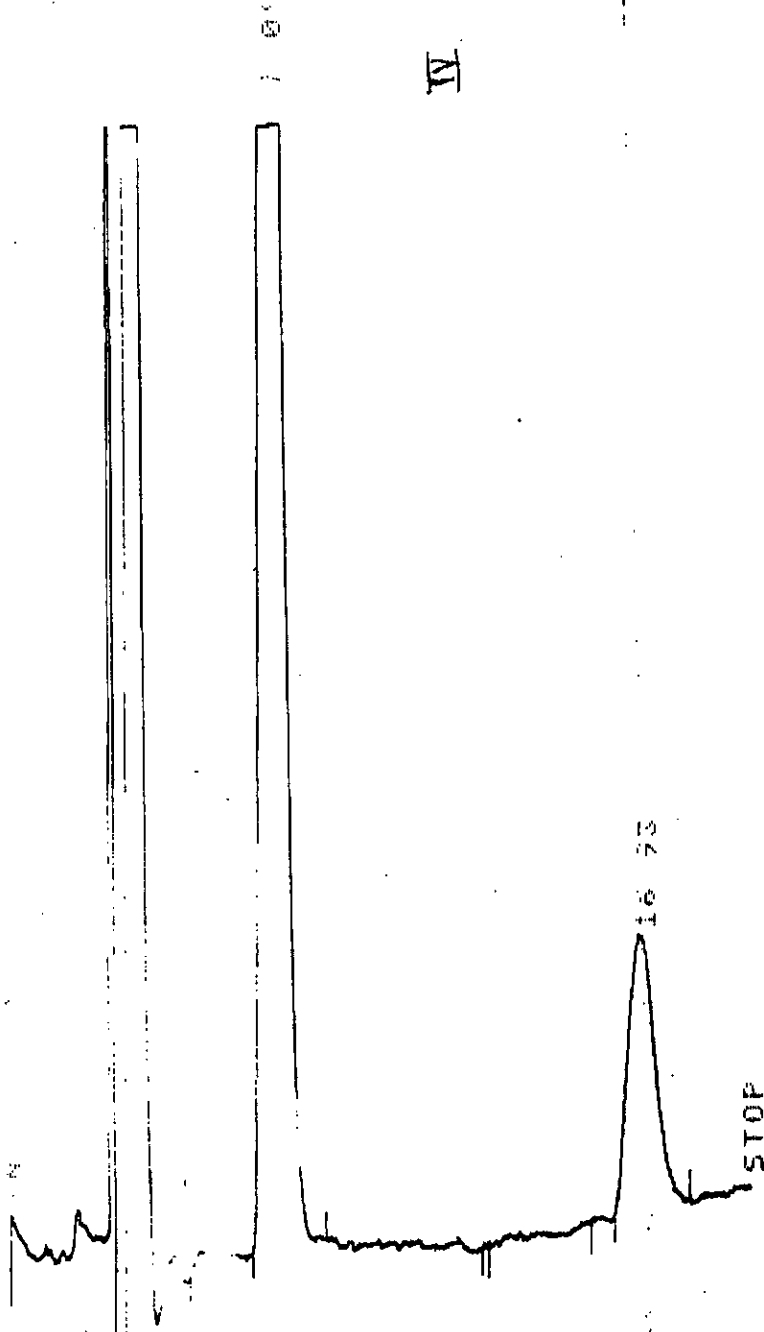
  

HP 3780A	STOP 2A	3
DLY 4.	MIN 1	0
MAXM 1 00		

ENT Nr. 093 417

094

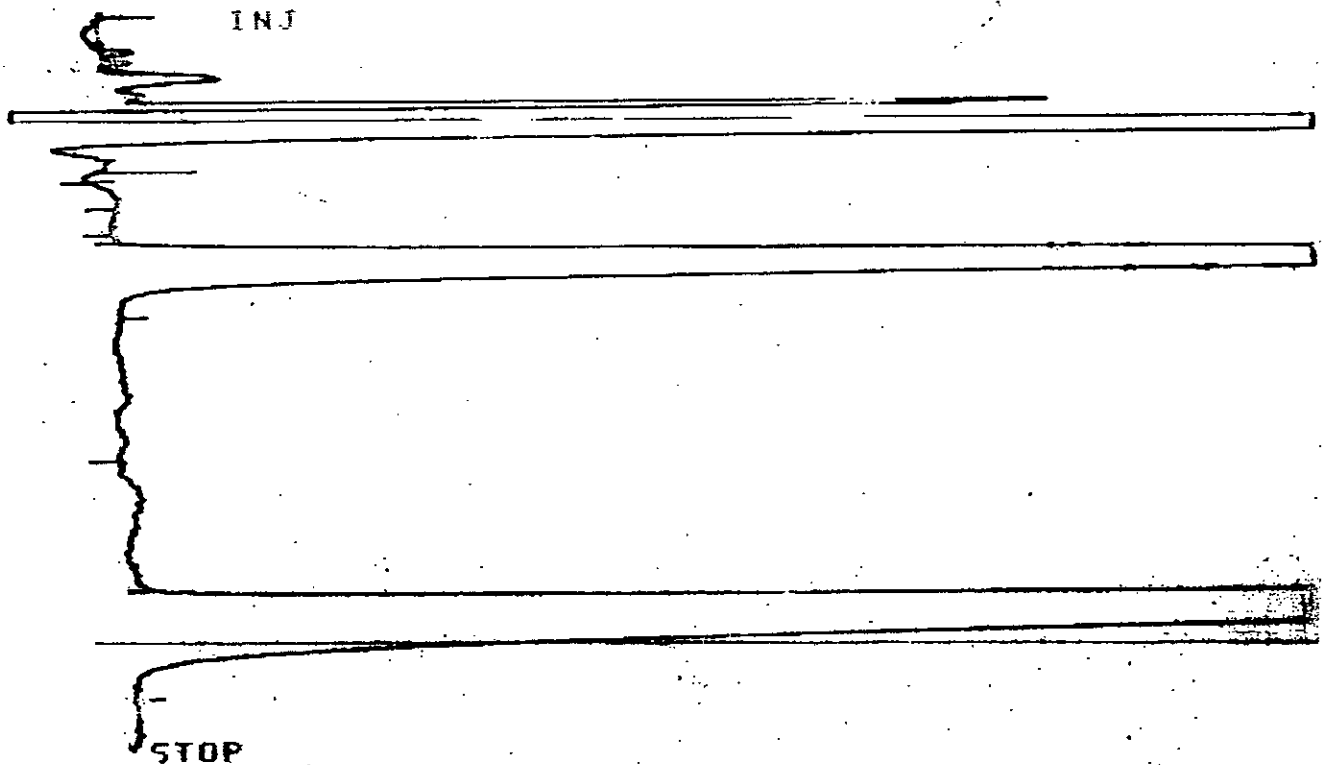
IV



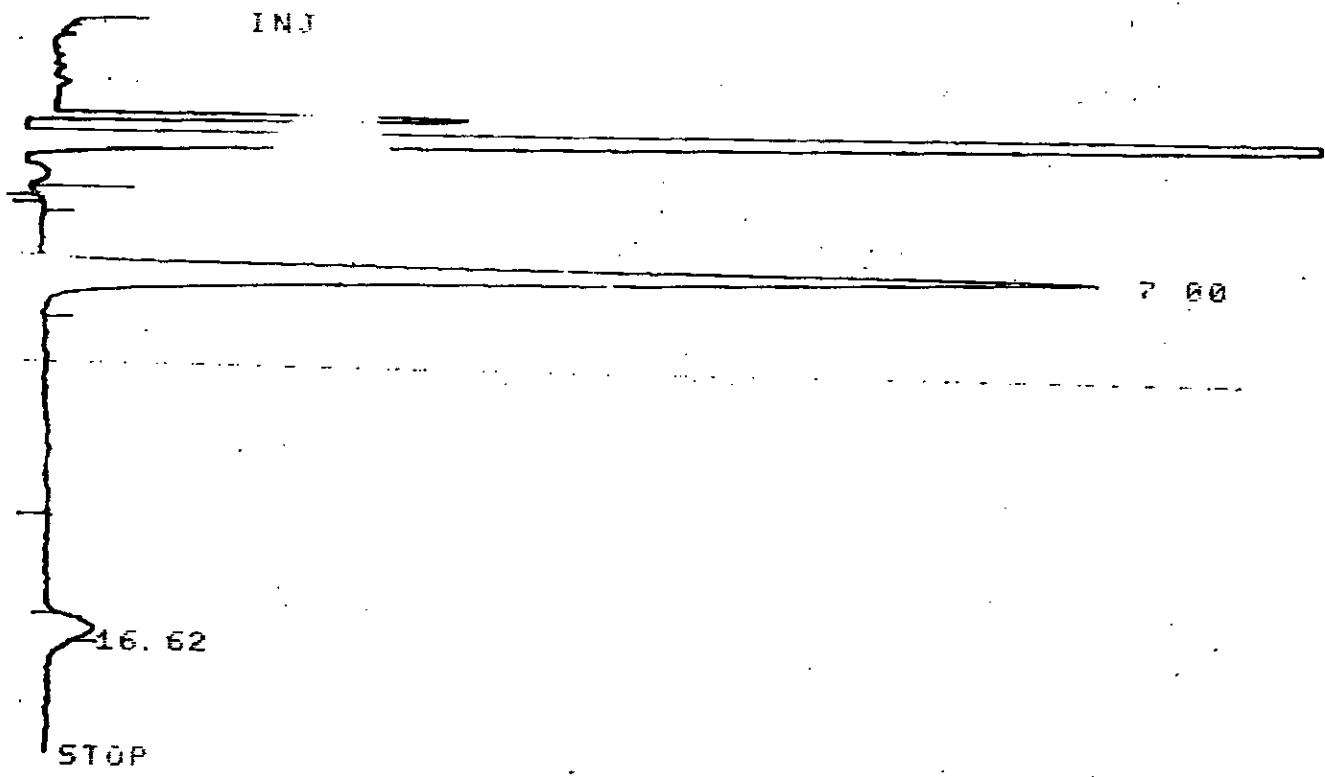
RT	TYPE	AREA	AREA %	STOP 2%	REJECT OFF
7.09		586302	16.92		
16.93		88194	13.08		

HP 3380A  
DLY 4  
MV/N 1.00

IDENT NO 069 417



RT	TYPE	AREA	
6.99		536519	37.31
16.58		1901433	62.69



060

RT	TYPE	AREA	AREA %
7.00		418510	97.01
16.62		12893	2.989

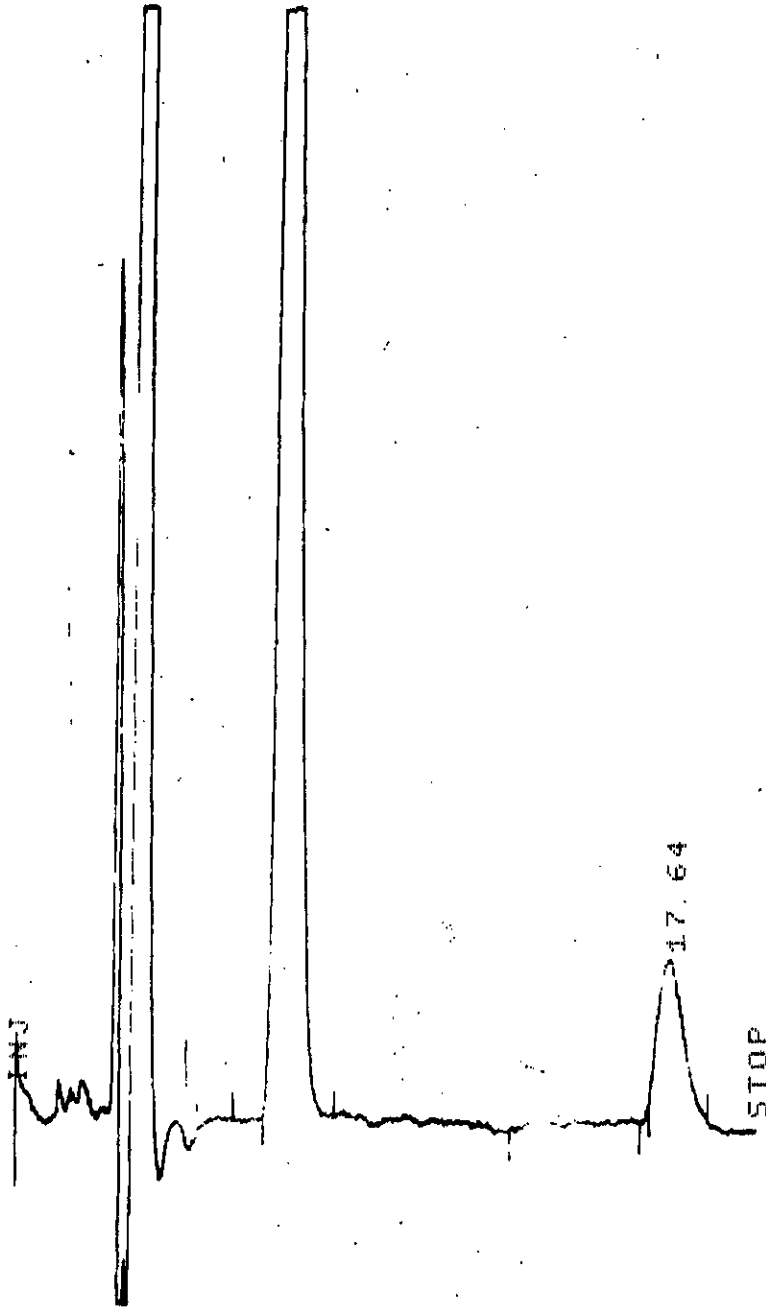
HP 3380A  
 DLY 4  
 MV/M 1.00

STOP 20  
 ATTN 16

REJECT OFF



ART Nr. 332-1930 IDENT Nr. 093 417



RT	TYPE	AREA	AREA %
7.25		448666	99.63
17.64		46361	9.365

HP 33.0A  
DLY 4.0  
MV/M 1.00  
STOP Z0 8  
REJECT OFF

Tableau III/b: Résultats des expériences  
avec 13 épaves pour 3 espacements

$t = 60$

$V = 0.7$

$Re$	$\log_{10} Re$	$Sh$	$\log_{10} Sh$	$Sh-2$	$Re^{0.5} Sc^{1/3}$	$\frac{Sh-2}{Re^{0.5} Sc^{1/3}}$	$\log_{10} \frac{Sh-2}{Re^{0.5} Sc^{1/3}}$
216.65	2.33	121.80	2.86	119.80	165.918	0.722	-0.141
251.87	2.40	125.89	2.100	123.89	172.772	0.693	-0.158
328.86	2.52	149.29	2.174	147.29	203.993	0.722	-0.141
351.44	2.54	151.36	2.180	149.36	210.814	0.708	-0.150
425.44	2.63	168.92	2.227	166.92	231.195	0.722	-0.147
409.72	2.61	158.49	2.200	156.49	227.474	0.688	-0.162

$u$ (m/s)	$u^{0.5}$	$10^5 k$	$10^5 k / u^{0.5}$	$d/\lambda$	$1 + d/\lambda$	$\log_{10} (1 + d/\lambda)$
0.0857	0.293	2.87	9.79	0.347	1.347	0.129
0.1071	0.327	3.19	9.76	0.322	1.322	0.121
0.1304	0.361	3.52	9.75	0.346	1.346	0.129
0.1428	0.378	3.66	9.68	0.337	1.337	0.126
0.1667	0.408	3.96	9.70	0.348	1.348	0.130
0.1765	0.420	4.07	9.69	0.318	1.318	0.120

Table VIII/B : Résultats des expériences

$T = 60^\circ$

avec 3 répétitions pour 4 échantillons

$\lambda = 0.7$

Exp	H (m)	T (s)	u (m/s)	m <sub>0</sub> (g)	m <sub>1</sub> (g)	$\Delta m = m_1 - m_0$	C (g d <sup>-1</sup> )	$\Delta m = V \cdot C$
4-1	0.30	3.2	0.0937	48.0507	47.9883	0.0624	0.0970	0.0657
4-2	0.30	2.7	0.1111	48.1799	48.1185	0.0614	0.0992	0.0694
4-3	0.30	2.4	0.1250	48.0566	47.9158	0.0708	0.1043	0.0730
4-4	0.30	2.0	0.1500	48.1843	48.0942	0.0901	0.1156	0.0809
4-5	0.30	1.9	0.1579	48.0323	47.9437	0.0886	0.1177	0.0824
4-6	0.30	1.6	0.1875	48.9606	47.8784	0.0822	0.1273	0.0891

d <sub>0</sub> (mm)	d <sub>1</sub> (mm)	Re	Sh	$10^3 \cdot k \cdot (m^2)^{-1} \cdot N_1 = \frac{\Delta m}{t}$	$N_2 = \frac{V \cdot C}{t}$	d/s
4.52	3.90	4.21	101.92	2.44	0.00104	0.263
4.52	4.37	4.45	120.23	2.65	0.00102	0.278
4.52	3.89	4.20	120.57	2.80	0.00118	0.262
4.52	4.29	4.40	138.04	3.07	0.0015	0.275
4.52	3.71	4.11	131.82	3.14	0.00140	0.257
4.52	3.39	3.95	138.04	3.42	0.0014	0.247

T.H. VB/H.D. Formulas for experience

t = 60 s

V = 0.7 s

are 9 points for 4 experiments

Re	$\log_{10} Re$	Sh	$\log_{10} Sh$	Sh-2	$Re^{-5} Sc^{1/3}$	$\frac{Sh-2}{Re^{-5} Sc^{1/3}}$	$\log_{10} \frac{Sh-2}{Re^{-5} Sc^{1/3}}$
239.71	2.379	104.92	2.021	102.52	174.44	0.590	-0.229
300.44	2.478	120.23	2.080	118.23	195.08	0.606	-0.217
319.04	2.504	120.57	2.081	118.57	200.96	0.590	-0.229
405.13	2.607	138.04	2.140	136.04	226.18	0.601	-0.221
394.37	2.596	131.82	2.120	129.82	223.19	0.582	-0.235
498.06	2.653	138.04	2.140	136.04	238.27	0.577	-0.243

$\mu$ (m/s)	$\mu^{0.5}$	$10^5 k$	$10^5 k / \mu^{0.5}$	d/a	$1 - d/a$	$\log_{10} (1 - d/a)$
0.0937	0.3061	2.44	7.971	0.263	1.263	0.101
0.1111	0.3333	2.65	7.951	0.278	1.278	0.106
0.1250	0.3535	2.80	7.921	0.262	1.262	0.101
0.1500	0.3873	3.07	7.927	0.275	1.275	0.105
0.1579	0.3979	3.19	7.901	0.257	1.257	0.099
0.1875	0.4330	3.42	7.898	0.247	1.247	0.096

TAB I A A: Résultats des expériences  $t = 60s$   
 avec 4 sphères pour 5 empilements  $V = 0.7d$

Exp :	H (m)	T (s)	u (m/s)	m <sub>0</sub> (g)	m <sub>1</sub> (g)	$\Delta m = m_0 - m_1$	C (g d <sup>-3</sup> )	$\Delta m = V \cdot C$
5-1	0.30	3.4	0.0882	46.7579	46.7346	0.0233	0.0361	0.0253
5-2	0.30	2.8	0.1071	46.	46.7741	0.0288	0.0393	0.0275
5-3	0.30	2.4	0.1250	46.7595	46.7307	0.0288	0.0594	0.0297
5-4	0.30	1.9	0.1579	46.7736	46.7278	0.0458	0.0679	0.0475
5-5	0.30	1.8	0.1667	46.8437	46.5127	0.0470	0.0686	0.0480
5-6	0.30	1.5	0.2000	46.6104	46.6484	0.0380	0.0516	0.0361

d <sub>0</sub> (mm)	d <sub>1</sub> (mm)	d (mm)	Re	Sh	$10^5 \cdot k (m^2/s)$	$N_1 = \frac{\Delta m (g)}{t (s)}$	$N_2 = \frac{V \cdot C}{t}$	d/s
4.52	3.72	4.12	220.88	95.98	2.28	0.00039	0.00042	0.206
4.52	4.08	4.30	279.86	100.	2.51	0.00039	0.00046	0.215
4.52	3.68	4.10	311.44	113.40	2.71	0.00048	0.00049	0.205
4.52	3.65	4.08	391.49	125.89	3.02	0.00076	0.00079	0.204
4.52	3.98	4.25	430.53	134.90	3.11	0.00078	0.00080	0.212
4.52	3.67	4.09	497.09	162.41	3.41	0.00061	0.00062	0.204

Nombre de experiences

avec 4 spheres pour 5 espacements

t = 60

V = 0.70

$Re$	$\log_{10} Re$	$Sh$	$\log_{10} Sh$	$Sh-2$	$Re^{0.5} Sc^{1/3}$	$\frac{Sh-2}{Re^{0.5} Sc^{1/3}}$	$\log_{10} \frac{Sh-2}{Re^{0.5} Sc^{1/3}}$
220.88	2.344	95.98	1.982	93.98	167.52	0.561	-0.251
279.86	2.447	100.00	.2	98.00	188.34	0.499	-0.302
311.44	2.493	113.40	2.055	111.40	198.57	0.561	-0.251
391.49	2.593	125.89	2.100	123.89	222.38	0.557	-0.254
430.53	2.634	134.90	2.130	132.90	233.09	0.570	-0.244
497.09	2.696	147.41	2.153	145.41	250.29	0.561	-0.251

$u$ (m/s)	$u^{0.5}$	$10^5 k$	$10^5 k / u^{0.5}$	$d/\lambda$	$1 + d/\lambda$	$\log_{10} (1 + d/\lambda)$
0.0882	0.297	2.28	7.677	0.206	1.206	0.0813
0.1071	0.327	2.51	7.676	0.215	1.215	0.0846
0.1250	0.353	2.71	7.677	0.205	1.205	0.0810
0.1579	0.397	3.02	7.607	0.209	1.209	0.0806
0.1667	0.408	3.11	7.622	0.212	1.212	0.0835
0.2000	0.447	3.41	7.629	0.204	1.204	0.0806

# TAB A/9: Résultats des expériences

avec 4 épaves pour 6 épavements

$\rho = 50$   
 $\nu = 0.72$

Exp #	H (m)	T (s)	u (m/s)	m <sub>0</sub> (g)	m <sub>4</sub> (g)	$\Delta m = m_0 - m_4$	C (g dm <sup>-3</sup> )	$\Delta m = V \cdot C$
6-1	0.30	3.3	0.0909	46.7564	46.7250	0.0314	0.0370	0.0259
6-2	0.30	2.8	0.1071	46.8047	46.7777	0.0240	0.0383	0.0268
6-3	0.30	2.2	0.1364	46.7401	46.7001	0.0400	0.0447	0.0343
6-4	0.30	2.0	0.1500	46.7824	46.7502	0.0322	0.0478	0.0355
6-5	0.30	1.9	0.1579	46.7738	46.7407	0.0331	0.0483	0.0338
6-6	0.30	1.6	0.1875	46.7438	46.7038	0.0400	0.0523	0.0336

d <sub>0</sub> (mm)	d <sub>1</sub> (mm)	d (mm)	Re	Sh	$10^5 \cdot k \text{ (m}^2\text{/s)}$	$N_1 = \frac{\Delta m}{S \cdot t} \cdot \frac{1}{\rho}$	$N_2 = \frac{V \cdot C}{S \cdot t}$	d/s
4.52	3.62	4.07	224.82	95.50	2.30	0.00052	0.00043	0.169
4.52	4.11	4.31	280.51	108.65	2.49	0.00040	0.00045	0.180
4.52	3.33	3.93	303.37	112.20	2.80	0.00066	0.00052	0.164
4.52	3.87	4.19	381.94	124.80	2.92	0.00054	0.00056	0.174
4.52	3.78	4.15	398.21	127.36	3.01	0.00055	0.00056	0.173
4.52	3.38	3.95	450.06	131.82	3.27	0.00067	0.00061	0.164

TAB  $\frac{Sh}{Re}$ : Résultats des expériences  
 avec 4 spires pour 6 espacements  
 $b=60$   
 $V=0.7-1$

$Re$	$\lg_{10} Re$	$Sh$	$\lg_{10} Sh$	$Sh-2$	$Re^2 Se^{1/3}$	$\frac{Sh-2}{Re^2 Se^{1/3}}$	$\lg_{10} \frac{Sh-2}{Re^2 Se^{1/3}}$
224.82	2.352	95.50	1.980	93.50	168.99	0.553	-0.257
280.51	2.448	109.65	2.040	107.65	188.56	0.571	-0.243
303.37	2.482	112.20	2.050	110.20	196.01	0.562	-0.250
381.94	2.582	124.80	2.096	112.80	219.68	0.559	-0.252
398.21	2.600	127.36	2.105	125.36	224.27	0.559	-0.252
450.06	2.653	131.82	2.120	129.82	238.27	0.545	-0.264

$u$ (m/s)	$u^{0.5}$	$10^5 k$	$10^5 k / u^{0.5}$	$d/\lambda$	$1+d/\lambda$	$\lg_{10} (1+d/\lambda)$
0.0909	0.301	2.30	7.641	0.169	1.169	0.0678
0.1071	0.327	2.49	7.615	0.180	1.180	0.0719
0.1364	0.369	2.80	7.588	0.164	1.164	0.0660
0.1500	0.387	2.92	7.545	0.174	1.174	0.0697
0.1579	0.397	3.01	7.582	0.173	1.173	0.0695
0.1875	0.433	3.27	7.552	0.164	1.164	0.0652



# TAB ~~II~~ Réultats des expériences

$t = 60 \text{ s}$

avec 4 répétitions pour 7 espacements

$V = 0.7 \text{ dm}^3$

Exp. n°	H (m)	T (s)	u (m/s)	m <sub>0</sub> (g)	m <sub>4</sub> (g)	$\Delta m = m_0 - m_4$ (g)	C (g/dm <sup>3</sup> )	$\Delta m = V \cdot C$
7-1	0.30	3.2	0.0937	46.7744	46.7483	0.0261	0.0376	0.0263
7-2	0.30	2.6	0.1154	46.8362	46.8059	0.0303	0.0416	0.0291
7-3	0.30	2.2	0.1364	46.7369	46.7030	0.0339	0.0448	0.0314
7-4	0.30	1.9	0.1579	46.7482	46.7097	0.0385	0.0491	0.0344
7-5	0.30	1.7	0.1765	46.7794	46.7449	0.0345	0.0511	0.0358
7-6	0.30	1.5	0.2000	46.7553	46.7149	0.0404	0.0541	0.0379

d <sub>0</sub> (mm)	d <sub>4</sub> (mm)	d (mm)	Re	Sh	$10^5 \cdot k \text{ (m}^2\text{/s)}$	$N_1 = \frac{\Delta m \cdot g}{\rho \cdot V}$	$N_2 = \frac{V \cdot C}{\rho}$	d/s
4.52	3.83	4.17	237.44	98.71	2.32	0.00043	0.00044	0.149
4.52	4.33	4.43	310.66	116.08	2.57	0.00051	0.00048	0.158
4.52	3.37	3.94	326.58	112.32	2.79	0.00056	0.00052	0.141
4.52	3.45	3.99	382.86	120.81	2.97	0.00064	0.00057	0.142
4.52	3.82	4.17	447.26	134.31	3.16	0.00057	0.00060	0.149
4.52	3.51	4.01	487.36	137.59	3.36	0.00067	0.00065	0.143

FA B ~~XX~~/b: Résultats des expériences

$\tau = 600$   
 $\nu = 0.7 \times 10^{-3}$

avec 4 épaves pour 7 épaisseurs

Re	$\log_{10} Re$	Sh	$\log_{10} Sh$	Sh-2	$Re^{0.5} S_e^{1/3}$	$\frac{Sh-2}{Re^{0.5} S_e^{1/3}}$	$\log_{10} \frac{Sh-2}{Re^{0.5} S_e^{1/3}}$
237.44	2.37	98.71	1.994	96.71	173.62	0.557	-0.254
310.66	2.49	116.08	2.065	114.08	198.33	0.575	-0.240
326.58	2.51	112.32	2.050	110.32	203.30	0.543	-0.265
382.86	2.58	120.81	2.082	118.81	219.94	0.540	-0.267
447.26	2.65	134.31	2.128	132.31	237.54	0.557	-0.254
487.36	2.69	137.59	2.138	135.59	247.85	0.547	-0.262

$u$ (m/s)	$u^{0.5}$	$10^3 k$	$10^5 k / u^{0.5}$	d/a	$1 + d/a$	$\log_{10} (1 + \frac{d}{a})$
0.0937	0.306	2.32	7.58	0.149	1.149	0.060
0.1154	0.340	2.57	7.56	0.158	1.158	0.064
0.1364	0.369	2.79	7.56	0.141	1.141	0.057
0.1579	0.397	2.97	7.48	0.142	1.142	0.058
0.1765	0.420	3.16	7.52	0.149	1.149	0.060
0.2000	0.447	3.36	7.52	0.143	1.143	0.058

TAB ~~AN~~ Résultats des expériences

t = 60

avec 4 sphères par 8 empilements

V = 0.7

Exp #	H (m)	T (s)	u (m/s)	m <sub>0</sub> (g)	m <sub>1</sub> (g)	Δm = m <sub>0</sub> - m <sub>1</sub>	C (g/dm <sup>3</sup> )	Δm = V.C
8-1	0.30	3.3	0.0909	46.7548	46.7307	0.0241	0.0370	0.0259
8-2	0.30	2.7	0.1111	46.7759	46.7480	0.0279	0.0406	0.0284
8-3	0.30	2.3	0.1304	46.7780	46.7491	0.0289	0.0438	0.0307
8-4	0.30	2.0	0.1500	46.7331	46.7005	0.0326	0.0478	0.0335
8-5	0.30	1.8	0.1667	46.7815	46.7491	0.0324	0.0497	0.0348
8-6	0.30	1.6	0.1875	46.8141	46.7789	0.0352	0.0524	0.0367

d <sub>0</sub> (mm)	d <sub>1</sub> (mm)	d (mm)	Re	Sh	10 <sup>5</sup> k (m <sup>2</sup> /s) N <sub>1</sub> = $\frac{\Delta m}{t} \frac{\rho_0}{\rho_1}$	N <sub>2</sub> = $\frac{V.C}{t}$	d/Δ
4.52	3.68	4.10	226.48	94.50	2.26	0.00040	0.00043
4.52	3.85	4.18	282.21	106.90	2.49	0.00046	0.00047
4.52	3.86	4.19	332.02	125.01	2.70	0.00048	0.00051
4.52	3.34	3.93	358.23	115.01	2.87	0.00054	0.00056
4.52	3.86	4.19	424.45	129.77	3.03	0.00054	0.00058
4.52	4.12	4.32	492.22	142.08	3.22	0.00059	0.00061

TAB. XIII/b. Resultados dos experimentos

Re = 1000

--- para 4 espiras por 8 espaçamentos

Re = 1000

Re	$\log_{10} Re$	Sh	$\log_{10} Sh$	Sh-2	$Re^{0.5} Sc^{1/3}$	$\frac{Sh-2}{Re^{0.5} Sc^{1/3}}$	$\log_{10} \frac{Sh-2}{Re^{0.5} Sc^{1/3}}$
226.48	2.35	94.50	1.975	92.50	163.65	0.545	-0.263
282.21	2.45	106.39	2.027	104.39	189.10	0.552	-0.258
332.02	2.52	125.01	2.097	123.01	204.97	0.600	-0.222
358.23	2.55	145.01	2.061	143.01	212.84	0.531	-0.275
424.45	2.63	199.77	2.113	197.77	237.48	0.552	-0.258
492.22	2.69	142.08	2.152	140.08	249.09	0.562	-0.250

$u$ (m/s)	$u^{0.5}$	$10^5 k$	$10^5 k / u^{0.5}$	$d/\Delta$	$1+d/\Delta$	$\log_{10} (1+d/\Delta)$
0.0909	0.3015	2.26	7.50	0.128	1.128	0.052
0.1411	0.3333	2.49	7.47	0.131	1.131	0.053
0.1304	0.3611	2.70	7.48	0.131	1.131	0.053
0.1500	0.3873	2.87	7.41	0.123	1.123	0.050
0.1667	0.4083	3.03	7.42	0.137	1.137	0.053
0.1875	0.4330	3.22	7.44	0.135	1.135	0.055