



**HAL**  
open science

# Imagerie par Résonance Magnétique pour la vélocimétrie d'un fluide en milieu poreux

Wassim Salameh

► **To cite this version:**

Wassim Salameh. Imagerie par Résonance Magnétique pour la vélocimétrie d'un fluide en milieu poreux. Autre. Institut National Polytechnique de Lorraine, 2011. Français. NNT : 2011INPL034N . tel-01749545

**HAL Id: tel-01749545**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01749545>**

Submitted on 29 Mar 2018

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

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



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

ÉCOLE DOCTORALE : Energie Mécanique Matériaux

Laboratoire : Laboratoire d'Énergétique et de Mécanique Théorique et Appliquée

## Thèse

Présentée et soutenue publiquement le 7 juin 2011 à 10H30

pour l'obtention du grade de Docteur de l'INPL

Spécialité : Mécanique et Energétique

Par

Wassim SALAMEH

Imagerie par Résonance Magnétique Nucléaire pour la  
vélocimétrie d'un écoulement en milieu poreux

<b>Directeur de thèse :</b>	Denis MAILLET	Pr LEMTA Nancy
<b>Co-directeur de thèse :</b>	Didier STEMMELEN	CR LEMTA Nancy
<u>Composition du jury :</u>		
<i>Président du jury :</i>	Daniel CANET	Pr CRM2 Nancy
<i>Rapporteurs :</i>	Dominique BERNARD François MARIETTE	DR ICMCB Bordeaux DR Cemagref de Rennes
<i>Examineurs :</i>	Pamela FAURE	CR Laboratoire Navier LCPC Marne-la-Vallée
<i>Membres invités :</i>	Jean-Marc SCHWEITZER Sébastien LECLERC	Dr IFP - Energies Nouvelles Solaize IR LEMTA Nancy



*A ma mère*

*A ma famille*



# Remerciements

Ce travail a été réalisé en collaboration avec deux laboratoires : le Laboratoire d'Energétique et de Mécanique Appliquée (LEMETA) UMR 7563 CNRS et le Laboratoire de Cristallographie, Résonance Magnétique et Modélisation (L'Equipe de Méthodologie RMN) UMR 7036 CNRS.

Je remercie les directeurs, Monsieur Christian MOYNE, Directeur de recherches au CNRS, Monsieur Fabrice LEMOINE, Professeur de l'Institut national polytechnique de Lorraine et Monsieur Daniel Canet, Professeur de l'Université Henri Poincaré, pour m'avoir accueilli au sein de leur laboratoire.

Je souhaite exprimer ma plus vive reconnaissance à Monsieur Denis MAILLET, Professeur à l'Institut national polytechnique de Lorraine pour m'avoir permis d'intégrer son équipe de recherche.

A Monsieur Didier STEMMELLEN, chargé de recherche, je souhaite de même exprimer ma profonde gratitude pour ses conseils, sa disponibilité ainsi que ses encouragements qui, tout au long de ces trois années, ont largement contribué à l'avancée de ce travail. Cette étude n'aurait certainement pas abouti sans son aide et je tiens à le remercier pour son soutien de tous les instants.

Je suis très reconnaissant à Monsieur le Docteur Sébastien Leclerc, Ingénieur de recherche, pour son soutien lors de la partie IRM durant laquelle il a su m'apporter la rigueur scientifique nécessaire au bon déroulement de l'étude. Je lui sais gré de sa constante et bienveillante attention qui m'a permis de mener à bien ce travail.

J'adresse mes respectueux remerciements à Monsieur Daniel CANET, Professeur à l'Université Henri Poincaré pour m'avoir fait l'honneur de présider le jury de ma thèse.

Je tiens à dire toute mon estime à Messieurs Dominique BERNARD, Directeur de Recherche à l'Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux et François MARIETTE, Directeur de Recherche au CEMAGREF de Rennes, pour avoir accepté de relire mes travaux de thèse. Leurs remarques constructives et l'intérêt scientifique qu'ils ont porté à mon travail m'ont apporté la force nécessaire de continuer ce que j'avais entrepris.

Je voudrais également remercier Madame Paméla FAURE, chargée de recherche au LCPC, pour avoir participé au jury et d'avoir examiné ma thèse, ainsi que Monsieur Jean-Marc SCHWEITZER, Ingénieur-Docteur à l'IFP, qui a eu la gentillesse d'assister à la présentation de mon projet.

Un grand merci à tous les membres des deux laboratoires, chercheurs, techniciens et personnels administratifs avec qui j'ai eu le plaisir de travailler. Particulièrement: Valérie Reichhart, Edith Lang, Irène Leonard, Catherine Denis, Ludovic Buhler, Franck Demeurie,

Benjamin Remy, Sophie Diderjean, Alain Degiovanni, Giovanni Radilla, Chérif Nouar et Bernard Antoine.

Le mot de la fin et du cœur va à mes collègues thésards, compagnons de laboratoire et voisins de bureau, pour leur soutien pendant ces années passées ensemble. Je cite notamment: Ali Nowamooz, Youssef Souhar, Bamdad Salemi, Jean-Paul Merel, Nicolas Roland, Nicolas Lopez Carranza et Fermin Uriz.





# Nomenclature

<i>A</i>	Section de passage
Ann.	Annulaire
<i>C</i>	Constante
<i>D</i>	Diamètre du tube
<i>D<sub>p</sub></i>	Diamètre de pore
<i>FID</i>	Free Induction Decay (Signal de précession libre)
F.O.V.	Field Of View (Champ de vue)
$\vec{J}$	Moment cinétique
<i>K, B</i>	Constantes de proportionnalité
<i>L</i>	Longueur d'établissement
$\vec{M}$	Aimantation macroscopique
M.P.	Milieu Poreux
<i>N</i>	Nombre total de voxels de l'image
<i>NEX</i>	Nombre d'accumulations
N.S.	Nombre de scan
<i>Q</i>	Débit massique
<i>R</i>	Rayon du tube
<i>Re</i>	Nombre de Reynolds
RF	Onde Radio Fréquence
<i>S</i>	Intensité du signal RMN
S.T.	Sélection de Tranche
TR	Temps de Répétition
TE	Temps d'Echo

V	Volume
VER	Volume Elémentaire Représentatif
<i>Venc</i>	Vitesse maximale d'encodage
2DFT	Double transformation de Fourier
<i>a</i>	Accélération
<i>dp</i>	Diamètre de particule
<i>dist</i>	Distance radiale du centre de chaque pixel au centre du tube
<i>f(v)</i>	Nombre de molécules
<i>h</i>	Constante de Planck
<i>m</i>	moyenne
<i>n</i>	Nombre de voxels
<i>r</i>	Position
t :	Temps
<i>v</i>	vitesse
$\langle v \rangle$	Vitesse moyenne (débitante)
$\Delta$	Temps de diffusion (temps qui sépare deux impulsions de gradient)
$\Delta\phi$	Hétérogénéité du déphasage
$\Delta E$	Différence d'énergie
$\Delta m_1$	Changement de premier moment entre les lobes des gradients bipolaires
$\Delta\omega$	Bande de fréquence
$\Delta z$	épaisseur de la coupe
$\Delta v$	Pas de vitesse
$\delta$	Temps d'application des gradients
$\varepsilon$	Porosité
$\phi$	Déphasage
$\gamma$	Rapport gyromagnétique

$\omega$	vitesse de précession
$\vec{\mu}$	Moment magnétique
$\rho$	masse volumique
$\theta$	Angle de basculement de l'aimantation macroscopique
$\sigma$	Ecart type
$\mu$	viscosité dynamique
$\nu_0$	Fréquence de Larmor
$\langle \phi \rangle$	Déphasage moyenne
$\vec{B}_0$	Champ magnétique statique d'intensité $B_0$
$\vec{B}_1$	Champ électromagnétique radiofréquence d'intensité $B_1$
$G_{SS}$	Slice Selection Gradient (Gradient de sélection de coupe)
$G_\omega$	Gradient de codage de fréquence
$G_\phi$	Gradient de codage de phase
$I_{i,j}$	Intensité du pixel (i, j)
$K_{th}$	Constante d'étalonnage théorique
$\vec{M}_0$	Aimantation macroscopique à l'équilibre
$\vec{M}_{xy}$	Aimantation macroscopique transversale
$\vec{M}_z$	Aimantation macroscopique longitudinale
$N_{phase}$	Nombre de valeurs de gradient de phase
$T_1$	Temps de relaxation longitudinal
$T_2$	Temps de relaxation transversal
$T_{scan}$	Temps de scan
$V_p$	Volume des pores
$V_t$	Volume totale
$d_x, d_y$	Dimensions du pixel

$m_{por}$	Intensité moyenne dans la section poreuse
$m_0$	Intensité moyenne dans la section poreuse sans billes
$m_x, m_y$	Coordonnées du centre du tube
$n_c$	Nombre des classes
$t_p$	Durée d'application de l'impulsion radiofréquence
$\langle v \rangle^F$	vitesse moyenne interstitielle du fluide





# Table des matières

<i>Introduction générale</i> .....	19
<i>Chapitre 1 : Principe de la RMN et de l'IRM</i> .....	23
<i>1.1 Introduction</i> .....	27
❖ <i>Bref historique de la RMN et de l'IRM</i> .....	27
<i>1.2 Principe de la résonance magnétique nucléaire</i> .....	28
<i>1.2.1 Définitions</i> .....	28
<i>1.2.2 Phénomène de résonance magnétique nucléaire</i> .....	29
<i>1.2.3 Obtention du signal de RMN</i> .....	35
• <i>Mesure du temps de relaxation longitudinale <math>T_1</math></i> .....	36
• <i>Mesure du temps de relaxation transversale <math>T_2</math></i> .....	38
<i>1.3 Principe de l'imagerie par résonance magnétique</i> .....	40
❖ <i>Introduction :</i> .....	40
<i>1.3.1 Localisation spatiale</i> .....	41
<i>1.3.2 Réalisation d'une image bidimensionnelle</i> .....	43
<i>1.3.2.1 Sélection de coupe</i> .....	43
<i>1.3.2.2 Codage de la phase</i> .....	44
<i>1.3.2.3 Codage en fréquence</i> .....	45
<i>1.3.2.4 Plan de Fourier (espace-k)</i> .....	45
<i>1.3.3 Principales séquences d'imagerie</i> .....	46
<i>1.3.3.1 Séquence d'écho de spin</i> .....	46
<i>1.3.3.2 Séquence d'écho de gradient</i> .....	48
<i>1.3.3.3 Single Point Imaging</i> .....	50
<i>1.3.3.4 Séquences d'imagerie rapide</i> .....	51
<i>1.3.3.5 Séquence utilisée</i> .....	52
❖ <i>Séquence PGSE</i> .....	52
<i>1.4 Conclusion</i> .....	54

<b>Bibliographie .....</b>	<b>55</b>
<b>Chapitre 2 : Principe de la Vélocimétrie par IRM .....</b>	<b>57</b>
<b>2.1 Principe de la vélocimétrie IRM .....</b>	<b>61</b>
2.1.1 La méthode de mesure de la vitesse par temps de vol (TOF) ou marquage de spins (spin tagging) .....	62
2.1.2 L'imagerie de vitesse par mesure de la phase.....	65
2.1.2.1 La vélocimétrie par cartographie de phase (VCP) .....	68
2.1.2.2 La Vélocimétrie par Transformation de Fourier (VTF).....	69
2.1.2.3 Séquence par écho de gradient avec gradient bipolaire. ....	70
2.1.2.4 Phénomène de repliement (aliasing).....	72
<b>2.2 Mesures de vitesse par IRM en milieu poreux .....</b>	<b>72</b>
2.2.1 Mesures de vitesses interstitielles.....	73
2.2.2 Vitesses moyennes .....	75
<b>2.3 Conclusion.....</b>	<b>82</b>
<b>Bibliographie .....</b>	<b>84</b>
<b>Chapitre 3 : Mesures par IRM de la structure des milieux poreux.....</b>	<b>89</b>
<b>3.1 Introduction.....</b>	<b>93</b>
<b>3.2 Description du dispositif expérimental .....</b>	<b>95</b>
3.2.1 Dispositif annulaire.....	95
3.2.2 Protocole de préparation des échantillons.....	96
3.2.3 Protocole de saturation des échantillons .....	96
3.2.4 Imageur Biospec 24/40.....	98
<b>3.3 Séquence d'imagerie utilisée.....</b>	<b>99</b>
<b>3.4 Le traitement des images.....</b>	<b>100</b>
<b>3.5 Caractérisation des milieux poreux saturés .....</b>	<b>107</b>
<b>3.6 Mesures de porosité dans des empilements de billes en polymère.....</b>	<b>108</b>
3.6.1 Grosses billes et sélection de tranche fine.....	108
3.6.2 Petites billes et sélection de tranche épaisse.....	112
<b>3.7 Mesures de porosité dans des empilements de billes de verre.....</b>	<b>115</b>

3.7.1	Mesures sur des empilements de billes de diamètre 3 mm .....	115
3.7.2	Mesures sur des empilements de billes de diamètre 250 $\mu\text{m}$ .....	116
3.7.3	Traitement chimique des billes de verre.....	118
3.8	<b>Conclusion</b> .....	<b>120</b>
	<b>Bibliographie</b> .....	<b>121</b>
	<b>Chapitre 4 : Mise au point de la vélocimétrie IRM sur un écoulement de Poiseuille</b> .....	<b>125</b>
4.1	<b>Introduction</b> .....	<b>129</b>
4.2	<b>Dispositif expérimental</b> .....	<b>130</b>
4.3	<b>Traitement des images</b> .....	<b>132</b>
4.4	<b>Résultats</b> .....	<b>137</b>
4.4.1	<b>Écoulement de Poiseuille : longueur d'établissement</b> .....	<b>137</b>
4.4.2	<b>Étalonnage de vitesse</b> .....	<b>143</b>
4.4.3	<b>Comparaison des résultats obtenus par les séquences d'écho de spin et d'écho de gradient</b> .....	<b>148</b>
4.5	<b>Conclusion</b> .....	<b>151</b>
	<b>Bibliographie</b> .....	<b>152</b>
	<b>Chapitre 5 : Vélocimétrie de l'écoulement d'un fluide saturant un milieu poreux</b> .....	<b>155</b>
5.1	<b>Introduction</b> .....	<b>159</b>
5.2	<b>Étalonnage de vitesse</b> .....	<b>160</b>
5.3	<b>Traitement des images</b> .....	<b>164</b>
5.4	<b>Mesures de vitesse dans des billes en polymère</b> .....	<b>167</b>
5.4.1	<b>Grosses billes et faible sélection de tranche</b> .....	<b>167</b>
5.4.2	<b>Petites billes et large sélection de tranche</b> .....	<b>174</b>
5.5	<b>Mesures de vitesse dans des billes en verre</b> .....	<b>183</b>
5.6	<b>Conclusion</b> .....	<b>188</b>
	<b>Bibliographie</b> .....	<b>190</b>
	<b>Conclusion générale</b> .....	<b>193</b>



## Introduction générale

Les écoulements en milieu poreux sont omniprésents dans notre environnement (aquifères, sols, réservoirs pétroliers) et dans les procédés industriels (filtration, séchage, réacteurs à lit fixe). Afin de comprendre les mécanismes de transport au travers d'un milieu poreux, nous avons besoin de connaître ses caractéristiques (sa porosité par exemple) et aussi les propriétés des flux de matières qui le traversent. Ces informations sont nécessaires pour décrire et comprendre tout processus physique qui peut avoir lieu au sein d'un matériau poreux.

Plusieurs méthodes non intrusives peuvent être utilisées pour observer la structure interne des milieux poreux et étudier les mouvements de fluides dans l'espace des pores : la vélocimétrie par imagerie de particule (P.I.V.), l'anémométrie laser Doppler, le scanner X, la tomographie par émission de positrons (TEP) ou encore les techniques d'imagerie ultrasonores (échographie). Ces différentes techniques qui permettent d'obtenir des images selon des plans de coupe répondent en partie à ces exigences. En ce qui concerne les méthodes optiques, le milieu poreux doit évidemment être transparent à la lumière utilisée pour que les rayons lumineux puissent se propager et être détectés, mais en plus le fluide traversant le milieu poreux doit avoir le même indice de réfraction que la matrice solide qui forme le milieu. Les techniques d'atténuation de rayonnements ionisants (gammagraphie, scanner X, TEP ...) permettent de visualiser la structure interne des milieux poreux, avec parfois une très bonne résolution spatiale, mais ne donnent pas vraiment accès aux vitesses d'écoulement des fluides qui les traversent. Quant aux techniques de tomographie ultrasonores, elles répondent bien aux deux critères (structure et vitesse) mais la qualité des images obtenues est bien souvent médiocre.

L'Imagerie par Résonance Magnétique nucléaire, ou IRM, est une technique de tomographie largement utilisée dans le domaine médical depuis une vingtaine d'années et qui se développe actuellement dans d'autres domaines tels que l'agro-alimentaire, le génie civil ou le génie des procédés. Dans le domaine médical, elle permet de visualiser avec une assez bonne précision les organes, muscles et tissus contenant de l'eau. En effet, l'IRM en tant que technique tomographique est sensible à la présence d'eau (et plus précisément aux noyaux d'hydrogène  $^1\text{H}$ ). De façon générale, il est possible d'obtenir par IRM une cartographie de la position de l'eau, au sein du matériau (espace des pores), plus ou moins indépendamment des

propriétés de la matrice solide. Les images de la structure interne du matériau peuvent être obtenues selon trois directions arbitraires sans déplacer l'échantillon à l'intérieur de la machine.

L'IRM a aussi l'avantage par rapport aux autres modalités de tomographie (scanner X, TEP ...) de permettre la mesure directe de mécanismes de transport, à savoir la mesure de vitesses d'écoulement et de coefficients de diffusion : il est possible de faire par IRM des cartographies de champ de vitesse, par exemple, dans le domaine médical pour mesurer des flux sanguins dans les vaisseaux (angiographie RMN).

Ce travail a été réalisé en collaboration entre 2 laboratoires :

- le LEMTA (Laboratoire d'Energétique et de Mécanique Théorique et Appliquée)
- L'Equipe de Méthodologie RMN du CRM2 (Laboratoire de Cristallographie, Résonance Magnétique et Modélisation) qui dispose d'un imageur IRM.

En effet, nous nous intéressons à Nancy depuis quelques années, dans le cadre du projet « *Voir dans l'Opaque* », à l'utilisation des méthodes RMN et IRM dans le domaine des Sciences de l'ingénieur : la mécanique des fluides, la rhéologie, les procédés et aussi les milieux poreux.

Ce travail s'inscrit donc dans ce contexte, profitant de la double compétence : du CRM2 en RMN et IRM et du LEMTA en mécanique des fluides et transfert en milieu poreux.

L'objectif général de ce travail vise à réaliser par IRM des mesures de vitesse d'écoulement en milieu poreux saturé en prenant soin de la précision de ces mesures.

Dans le premier chapitre sont exposées les bases physiques de la Résonance Magnétique Nucléaire (RMN) sur lesquelles repose la technique Imagerie par Résonance Magnétique (IRM). Les différentes séquences de RMN et d'IRM qui seront utilisées dans les chapitres suivants pour mesurer une densité de spin ou une vitesse sont également détaillées.

Le deuxième chapitre expose les techniques de vélocimétrie IRM et leurs limites. Nous présentons dans ce chapitre une étude bibliographique sur les mesures de vitesses interstitielles et moyennes par IRM en milieu poreux.

Le dispositif expérimental utilisé pour visualiser la structure des milieux poreux et pour mesurer la vitesse est décrit dans le troisième chapitre. Nous présentons dans ce chapitre des

mesures faites par IRM dans des colonnes de billes de différentes granulométries et de différentes natures. Les images en intensité sont utilisées pour évaluer les porosités locales au sein des empilements de billes. La porosité moyenne obtenue par IRM sur des tranches de la colonne poreuse est comparée à la porosité globale du milieu déduite d'une mesure par pesée.

Les mesures de vitesse pour un écoulement de Poiseuille dans un tube seront présentées dans le chapitre 4, en utilisant les techniques de vélocimétrie par IRM. L'intérêt est alors d'estimer la qualité des mesures de vélocimétrie IRM dans une situation idéale servant de référence.

Le dernier chapitre est consacré à la mesure de vitesse par IRM dans des colonnes de billes de différentes granulométries. Deux situations ont été analysées :

1. observer des écoulements interstitiels entre les grains de l'empilement et minimiser les effets de volume partiel (voxels incluant simultanément une phase liquide et une phase solide) en utilisant une petite sélection de tranche par rapport à la taille des grains.
2. accéder à des valeurs moyennes et notamment des vitesses de Darcy en utilisant une sélection de tranche épaisse par rapport à la taille des grains.

On donnera des solutions ainsi que les précautions à prendre pour obtenir par IRM des mesures de vitesse en milieu poreux avec une précision acceptable. Cette discussion sera étayée à partir des mesures de débit obtenues par vélocimétrie IRM au travers du milieu poreux mais aussi dans la partie annulaire (fluide) du dispositif. Ces mesures par IRM seront comparées aux débits réels déterminés à partir d'une mesure précise par pesée.



# **Chapitre 1 : Principe de la RMN et de l'IRM**



# Sommaire du chapitre 1

<b>1.1</b>	<b>Introduction</b> .....	<b>27</b>
❖	<b>Bref historique de la RMN et de l'IRM</b> .....	<b>27</b>
<b>1.2</b>	<b>Principe de la résonance magnétique nucléaire</b> .....	<b>28</b>
1.2.1	Définitions.....	28
1.2.2	Phénomène de résonance magnétique nucléaire.....	29
1.2.3	Obtention du signal de RMN.....	35
•	Mesure du temps de relaxation longitudinale $T_1$ .....	36
•	Mesure du temps de relaxation transversale $T_2$ .....	38
<b>1.3</b>	<b>Principe de l'imagerie par résonance magnétique</b> .....	<b>40</b>
❖	<b>Introduction</b> :.....	<b>40</b>
1.3.1	Localisation spatiale.....	41
1.3.2	Réalisation d'une image bidimensionnelle.....	43
1.3.2.1	Sélection de coupe.....	43
1.3.2.2	Codage de la phase.....	44
1.3.2.3	Codage en fréquence.....	45
1.3.2.4	Plan de Fourier (espace-k).....	45
1.3.3	Principales séquences d'imagerie.....	46
1.3.3.1	Séquence d'écho de spin.....	46
1.3.3.2	Séquence d'écho de gradient.....	48
1.3.3.3	Single Point Imaging.....	50
1.3.3.4	Séquences d'imagerie rapide.....	51
1.3.3.5	Séquence utilisée.....	52
❖	<b>Séquence PGSE</b> .....	<b>52</b>
<b>1.4</b>	<b>Conclusion</b> .....	<b>54</b>
	<b>Bibliographie</b> .....	<b>55</b>



## 1.1 Introduction

### ❖ *Bref historique de la RMN et de l'IRM*

La Résonance Magnétique Nucléaire (RMN) consiste à détecter les variations de l'aimantation macroscopique due aux noyaux atomiques sous l'action d'un champ magnétique homogène et d'une onde Radio Fréquence (RF) qui sert à l'excitation.

En 1938, les moments magnétiques nucléaires ont été observés par I.I. Rabi [1] sur des jets atomiques en s'appuyant sur les expériences d'O. Stern et W. Gerlach [2]. I.I. Rabi a obtenu le prix Nobel de physique en 1944 pour ses travaux sur les propriétés magnétiques des noyaux atomiques. Quelques années plus tard (1946), le phénomène de la RMN a été décrit indépendamment par deux équipes américaines : l'équipe du professeur F. Bloch [3, 4] à Stanford et celle de E.M. Purcell [5] à Harvard. F. Bloch et E.M. Purcell ont reçu le prix Nobel de physique en 1952 pour leurs travaux sur le phénomène de précession de spins placés dans un champ magnétique homogène. E.L. Hahn [6, 7] a proposé en 1950 une méthode d'écho de spin permettant de s'affranchir des inhomogénéités locales du champ magnétique. En 1956, H.C. Torrey [8] a modifié les équations de Bloch en introduisant un terme de diffusion. R.R. Ernst [9] (Prix Nobel de chimie en 1991) a proposé d'analyser les signaux temporels générés par des techniques impulsives et l'utilisation de la transformation de Fourier. Les premières images ont été réalisées par P.C. Lauterbur [10] (Prix Nobel de Médecine en 2003) sur deux tubes capillaires remplis d'eau en utilisant des gradients de champ magnétique. P. Mansfield a reçu conjointement ce prix Nobel de médecine pour la mise au point des techniques l'imagerie rapide (écho-planar) [11, 12].

Nous présentons dans ce chapitre les bases de la RMN et détaillons l'obtention du signal de résonance. Les séquences utilisées pour mesurer les temps de relaxation longitudinale  $T_1$  et transversale  $T_2$  seront abordées. Ces temps de relaxation seront utilisés dans le chapitre 3 afin de corriger l'atténuation des signaux. Nous présentons ensuite l'utilisation des gradients de champ magnétique afin d'obtenir le codage spatial des spins. Nous indiquerons les étapes qui mènent à la formation de l'image IRM. Nous terminerons par la présentation des séquences de base de l'IRM.

## 1.2 Principe de la résonance magnétique nucléaire

### 1.2.1 Définitions

Un atome est constitué d'un noyau, lui-même constitué de nucléons (neutrons et protons), et d'électrons qui gravitent autour de ce noyau. Ce dernier contient  $Z$  protons (numéro atomique) et  $N$  neutrons (nombre de masse  $A=Z+N$ ). Le noyau possède une masse  $m$ , une charge électrique positive  $Z.e^+$  et une propriété appelée *spin*. Cette dernière caractérise le fait que le noyau a un mouvement de rotation autour de lui-même, ce qui induit un moment cinétique  $\vec{J}$  et un moment magnétique  $\vec{\mu}$ . Ces deux moments sont colinéaires et sont dirigés suivant l'axe de rotation du noyau. Ils sont donc reliés par une constante de proportionnalité  $\gamma$  appelée rapport gyromagnétique :

$$\vec{\mu} = \gamma \vec{J} \quad (1.1)$$

Le rapport gyromagnétique est spécifique de chaque noyau ; par exemple pour le proton, il est égale à  $26.75 \cdot 10^7 \text{ rad.T}^{-1}.\text{s}^{-1}$  [13].

Pour une population donnée de noyaux, nous définissons l'aimantation macroscopique  $\vec{M}$  comme la moyenne volumique de tous les moments magnétiques ( $i$  valeurs dans le volume  $V$ ):

$$\vec{M} = \frac{1}{V} \sum_i \vec{\mu}_i \Delta v_i \quad (1.2)$$

avec  $\Delta v_i$  l'élément de volume

L'expérience de résonance magnétique nucléaire (RMN) consiste à mesurer cette aimantation  $\vec{M}$  qui est liée au spin  $I$  du noyau étudié. Seuls les noyaux ayant un nombre de spin non nul sont détectables par la RMN. Les noyaux qui possèdent à la fois un nombre de protons et de neutrons pairs ont un nombre de spin nul comme par exemple le carbone ( $^{12}\text{C}$ ) et l'oxygène ( $^{16}\text{O}$ ).

Les noyaux possédant un nombre de spin  $I = \frac{1}{2}$  comme le proton  $^1\text{H}$ , ont un nombre quantique magnétique de spin  $m_s$  qui ne peut prendre que 2 valeurs :  $+\frac{1}{2}$  et  $-\frac{1}{2}$ . C'est le cas idéal pour l'expérience de RMN.

Les noyaux qui ont un nombre de spin  $I$  entier comme le deutérium ( $^2\text{H}$ ) ou le lithium ( $^6\text{Li}$ ), ont un nombre quantique magnétique de spin  $m_s$ , qui peut prendre toutes les valeurs entières entre  $-I$  et  $+I$ . Par exemple, le deutérium ( $^2\text{H}$ ) a un nombre de spin  $I=1$  conduisant à trois valeurs distinctes pour  $m_s$  :  $-1$ ,  $0$  et  $+1$ .

Le tableau 1.1 récapitule les situations possibles suivant  $I$  :

Tableau 1.1 : Valeurs du nombre de spin  $I$  suivant la constitution du noyau.

Spin $I$	Noyaux ayant un nombre de :	Exemples :
$I = 0$	proton pair	$I = 0 : ^{12}\text{C}, ^{16}\text{O}$
	neutron pair	
$I$ est un entier	proton impair	$I=1 : ^2\text{H}, ^6\text{Li}, ^{14}\text{N}$
	neutron impair	$I=3 : ^{10}\text{B}$
$I$ est un demi-entier	tous les autres noyaux	$I=1/2 : ^1\text{H}, ^{13}\text{C}, ^{19}\text{F}, ^{31}\text{P}$
		$I=3/2 : ^{11}\text{B}, ^{23}\text{Na}$
		$I=5/2 : ^{17}\text{O}$

### 1.2.2 Phénomène de résonance magnétique nucléaire

Le phénomène de résonance magnétique nucléaire passe par 3 étapes distinctes [14, 15, 16, 17, 18]:

- Polarisation (sous l'effet d'un champ magnétique statique).
- Résonance (perturbation par un champ radio-fréquence).
- Relaxation (retour à l'équilibre).

**Polarisation** [19]: Les moments magnétiques  $\vec{\mu}_i$  des noyaux étudiés sont orientés aléatoirement en l'absence de champ magnétique externe de sorte que l'aimantation macroscopique  $\vec{M}$  du milieu est nulle ( $\sum_i \vec{\mu}_i = 0$ ). Dans ce cas, tous les spins sont distribués sur un même niveau d'énergie. Lorsque les noyaux sont placés dans un champ magnétique statique  $\vec{B}_0$ , leur moment magnétique s'oriente suivant la direction de ce dernier (figure 1.1).

Une aimantation macroscopique  $\vec{M}$  apparaît puisque la somme des moments magnétiques microscopiques n'est plus nulle ( $\sum_i \vec{\mu}_i \neq 0$ ).

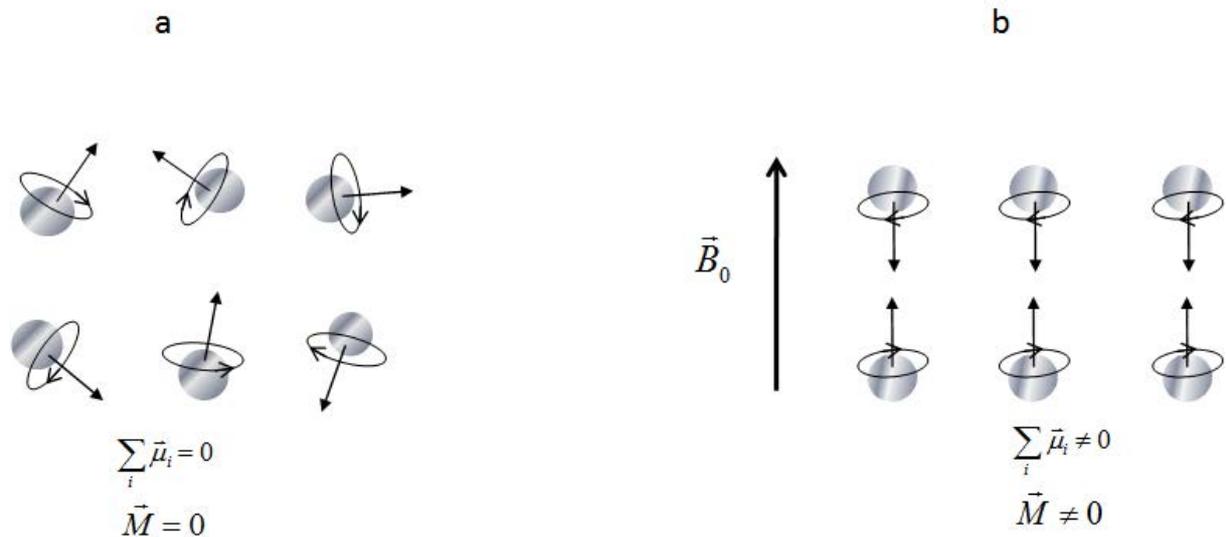


Figure 1.1: a) En l'absence de champ magnétique externe, les spins sont orientés d'une façon aléatoire (la somme des moments magnétiques est nulle, l'aimantation est nulle). b) Placés dans un champ magnétique, les spins s'orientent suivant ce dernier avec l'apparition d'une aimantation macroscopique qui ne sera pas nulle.

La présence du champ  $\vec{B}_0$  va permettre aux spins nucléaires de s'orienter :

- soit parallèlement au champ  $\vec{B}_0$ , cette situation est la plus stable,
- soit antiparallèlement au champ  $\vec{B}_0$ , cette situation est la moins stable.

Ces deux situations correspondent à deux niveaux d'énergie (figure 1.2) distincts dont la différence vaut :

$$\Delta E = h \nu_0 \text{ avec } \nu_0 = \frac{\gamma B_0}{2\pi} \quad (1.3)$$

où  $h$  est la constante de Planck et  $\nu_0$  est la fréquence propre du système à l'équilibre que l'on appelle fréquence de Larmor.

L'écartement entre les deux niveaux d'énergie (effet Zeeman) dépend de l'intensité du champ magnétique  $\vec{B}_0$ .

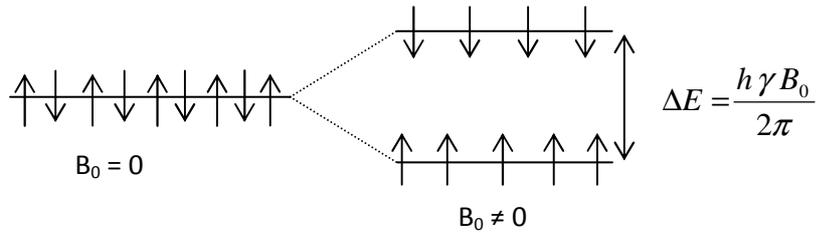


Figure 1.2 : Eclatement des niveaux d'énergie d'un spin  $\frac{1}{2}$  par l'application d'un champ magnétique statique  $B_0$ .

**Résonance :** afin d'obtenir un signal de résonance, il est nécessaire de placer le système hors de sa position d'équilibre en lui fournissant de l'énergie. Le système est soumis à l'action d'une onde radiofréquence durant quelques microsecondes (impulsion radiofréquence). Ceci correspond à l'application d'un deuxième champ magnétique, appelé  $\vec{B}_1$ , dans une direction perpendiculaire à  $\vec{B}_0$  (c'est à dire perpendiculaire à l'axe Oz). Il s'agit en fait d'un champ tournant autour de l'axe Oz. Pour qu'il y ait résonance entre ce champ magnétique  $\vec{B}_1$  et les spins des protons à l'équilibre, il faut que la fréquence de l'impulsion  $\vec{B}_1$  soit égale à la fréquence de résonance des protons  $\nu_0$  (fréquence de Larmor) :

$$\nu_0 = \frac{\gamma B_0}{2\pi} \quad (1.4)$$

Dans ce cas, il est possible de faire transiter les spins d'un état énergétique favorable (parallèle à  $\vec{B}_0$ ) vers un état énergétique défavorable (antiparallèle). La création du champ tournant  $\vec{B}_1$  (onde radiofréquence) s'effectue en appliquant un courant sinusoïdal dans une bobine d'axe perpendiculaire à  $\vec{B}_0$ .

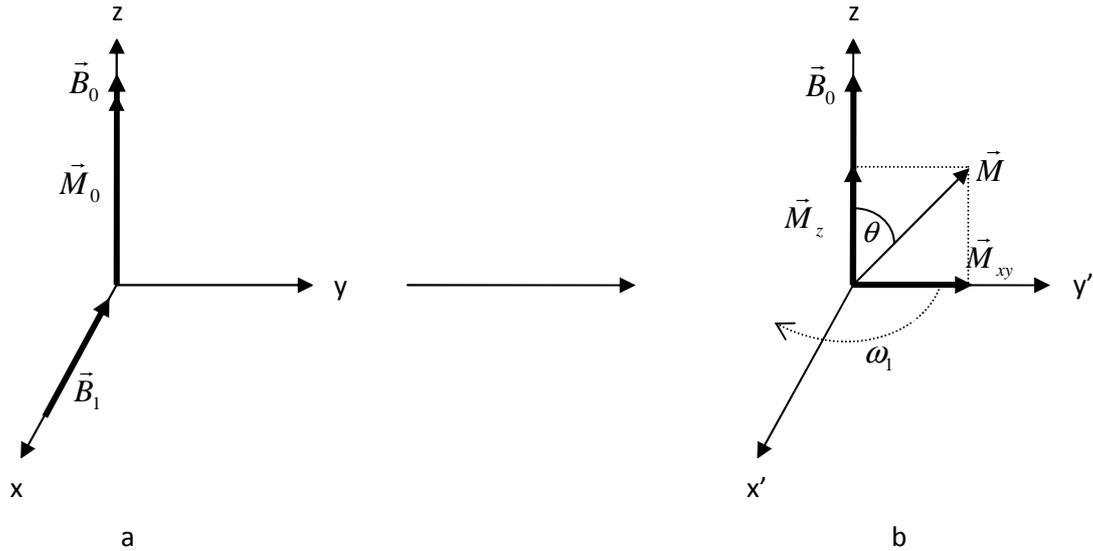


Figure 1.3 : a) Etat d'équilibre : l'aimantation macroscopique est suivant le champ magnétique. b) Basculement de l'aimantation macroscopique suite à l'application d'un champ tournant.

Suite à l'application du champ radiofréquence  $\vec{B}_1$ , l'aimantation macroscopique  $\vec{M}$  subit un basculement (écartement de sa position d'équilibre selon l'axe Oz) et se met à précesser autour de  $\vec{B}_0$  (figure 1.3). L'angle de basculement est fonction de l'intensité du champ  $\vec{B}_1$  et de la durée  $t_p$  de l'impulsion radiofréquence :

$$\theta = \int_0^{t_p} \omega_1(t) dt = \int_0^{t_p} \gamma B_1(t) dt \quad (1.5)$$

Il y a donc une diminution de la composante longitudinale  $M_z$  selon Oz et l'apparition de la composante transversale  $M_{xy}$  qui n'existait pas auparavant. Si l'angle de basculement est égal à  $90^\circ$  par exemple, la valeur de  $M_{xy}$  est maximale et égale à la valeur de  $M_0$  à l'équilibre (d'où la notion de basculement).

Afin de supprimer le mouvement de précession autour de  $\vec{B}_0$ , il est commode de se mettre dans le référentiel  $x'Oy'$  tournant à la vitesse  $\omega_1$  par rapport au repère fixe  $xOy$  (figure 1.3 b).

**Relaxation :** le basculement de l'aimantation macroscopique  $\vec{M}$  par une impulsion radio fréquence à  $90^\circ$ , par exemple, a pour conséquence d'annuler la composante longitudinale  $\vec{M}_z$  et de faire apparaître la composante transversale  $\vec{M}_{xy}$ . Le système est dans un état instable. Une fois l'excitation arrêtée, l'aimantation  $\vec{M}$  retourne à sa position d'équilibre en émettant

de l'énergie sous la forme d'une onde RF qui constitue le signal RMN. Le retour à l'équilibre, appelé relaxation, correspond à la disparition de l'aimantation transversale  $\vec{M}_{xy}$  et à la récupération de l'aimantation longitudinale  $\vec{M}_z$  (figure 1.4).

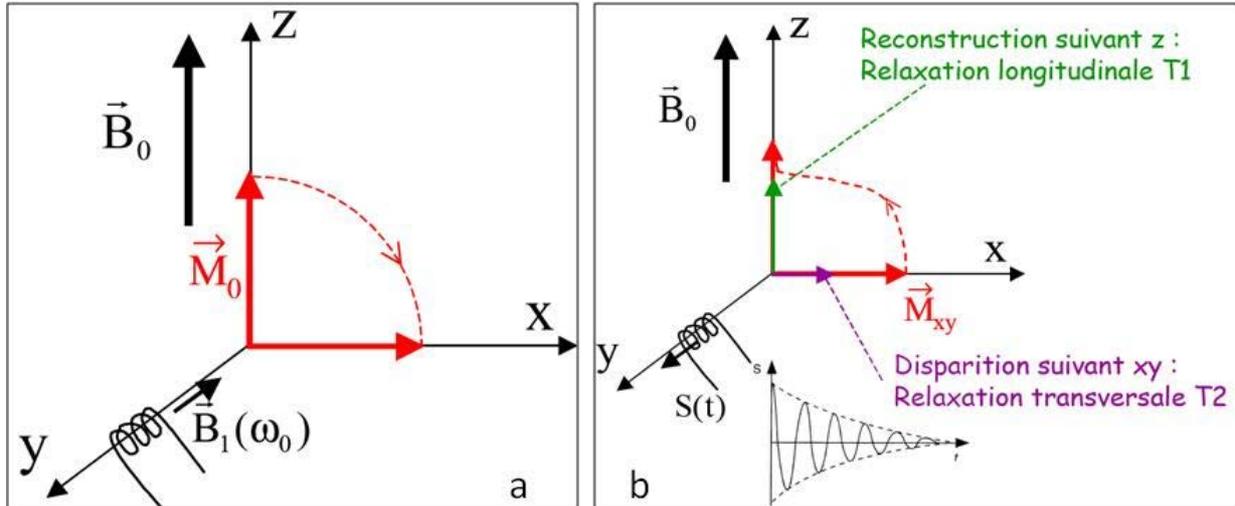


Figure 1.4 : a - L'excitation  $\vec{B}_1$  provoque un basculement de  $90^\circ$  de l'aimantation  $\vec{M}_0$  qui se retrouve dans le plan  $xOy$ . b - Le retour à l'équilibre de l'aimantation transversale ( $M_{xy}$ ) induit dans la bobine (qui travaille en réception) le signal RMN.

L'évolution temporelle de l'aimantation  $\vec{M}$  est régie quantitativement par l'équation de Bloch [3, 4] dont l'expression générale s'écrit :

$$\frac{d\vec{M}}{dt} = \gamma(\vec{M} \wedge \vec{B}) - \frac{M_x \vec{x} + M_y \vec{y}}{T_2} - \frac{M_z - M_0}{T_1} \vec{z} \quad (1.6)$$

Le premier terme du second membre correspond au mouvement de précession libre. Les termes suivants, correspondent aux phénomènes de relaxation. On peut décomposer l'équation précédente suivant les trois directions :

$$\frac{dM_x(t)}{dt} = \gamma(M_y(t)B_z - M_z(t)B_y) - \frac{M_x(t)}{T_2} \quad (1.7)$$

$$\frac{dM_y(t)}{dt} = \gamma(M_z(t)B_x - M_x(t)B_z) - \frac{M_y(t)}{T_2} \quad (1.8)$$

$$\frac{dM_z(t)}{dt} = \gamma(M_x(t)B_y - M_y(t)B_x) - \frac{M_z(t) - M_0}{T_1} \quad (1.9)$$

avec  $M_0$  l'aimantation à l'équilibre.

La résolution du système d'équations précédentes pour le mouvement de précession libre ( $\vec{B}_1 = \vec{0} \Rightarrow B_x = B_y = 0, B_z = B_0$ ), et en tenant compte des conditions initiales ( $\vec{M}(0) = M_0 \vec{x}$ ), mène à :

$$M_x(t) = M_0 \cos(\omega_0 t) \exp\left(-\frac{t}{T_2}\right) \quad (1.10)$$

$$M_y(t) = -M_0 \sin(\omega_0 t) \exp\left(-\frac{t}{T_2}\right) \quad (1.11)$$

$$M_z(t) = M_0 \left(1 - \exp\left(-\frac{t}{T_1}\right)\right) \quad (1.12)$$

La reconstruction de l'aimantation longitudinale  $\vec{M}_z$  suivant l'axe Oz ne se fait pas instantanément. Elle s'effectue selon une exponentielle croissante et est caractérisée par le temps de relaxation longitudinale  $T_1$  (d'après l'équation 1.12).

La constante  $T_1$  correspond au temps au bout duquel 63% de l'aimantation longitudinale a été récupérée. Au bout de  $5T_1$ , on considère généralement que l'aimantation longitudinale est complètement récupérée ( $M_z = 0.993 M_0$ ).

La disparition de l'aimantation transversale  $M_{xy}$  dans le plan xOy est caractérisée par le temps de relaxation transversale  $T_2$ . Cette diminution est décrite par une exponentielle décroissante :

$$M_{xy}(t) = M_0 \exp\left(-\frac{t}{T_2}\right) \quad (1.13)$$

Le temps  $T_2$  correspond à la durée à l'issue de laquelle l'aimantation transversale ne vaut plus que 37% de l'aimantation initiale  $M_0$ . La relaxation transversale est toujours plus rapide que la relaxation longitudinale ( $T_2 \leq T_1$ ).

### 1.2.3 Obtention du signal de RMN

La précession de l'aimantation à une vitesse proche de  $\omega_0$  va induire, dans la bobine (antenne) qui a servi à l'excitation (application de  $\vec{B}_1$ ) et qui va travailler en réception, une onde radiofréquence à la fréquence voisine de  $\nu_0$  (figure 1.4).

Le signal recueilli qui apparaît sous forme d'oscillations amorties est appelé signal de précession libre (ou FID, Free Induction Decay). Jusqu'à présent, nous avons considéré que le champ magnétique était parfaitement homogène ; mais il existe des inhomogénéités de champ magnétique. Le signal RMN détecté est proportionnel à la somme de toutes les aimantations présentes dans l'échantillon de mesure. La fréquence de précession n'est pas parfaitement homogène en raison des inhomogénéités du champ ce qui conduit à une perte de signal. Cette perte de signal est caractérisée par un temps  $T_2^*$ , inférieur à  $T_2$ , due à la perte de cohérence de phase entre les différentes aimantations lors de la précession. Ce signal décroît exponentiellement en  $T_2^*$  et non pas en  $T_2$  (figure 1.5). Si le champ était parfaitement homogène, la forme du signal serait une décroissance exponentielle en  $T_2$ .

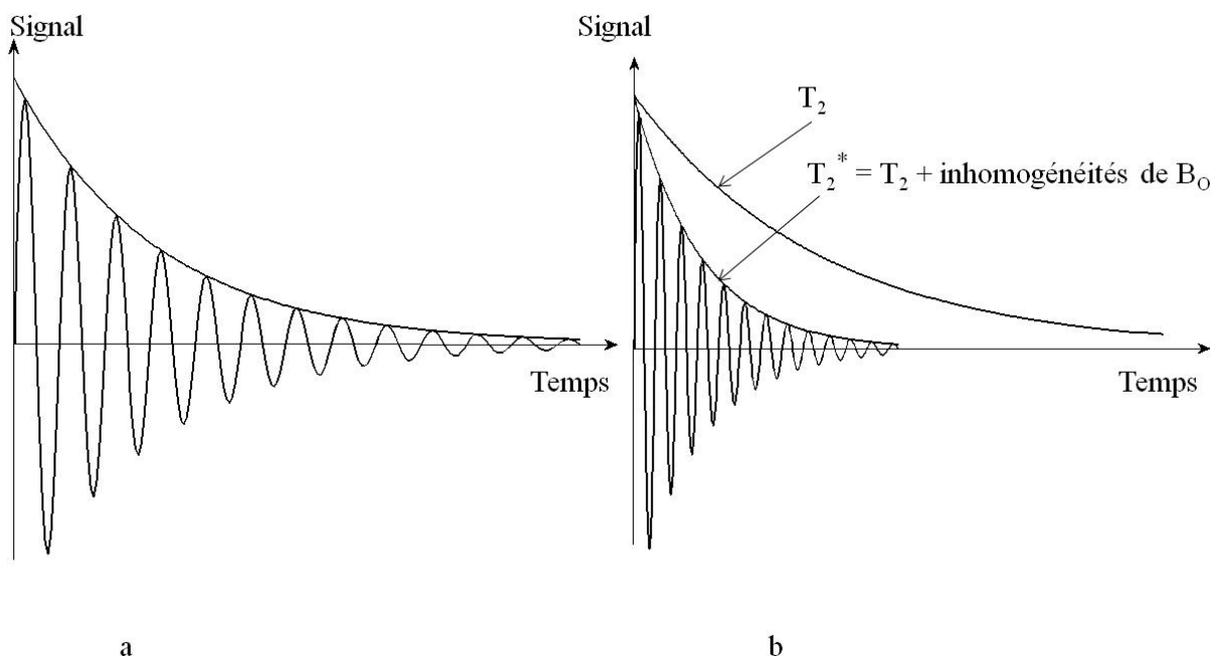


Figure 1.5 : a) Signal émis sous forme de sinusoïde amortie. b) Signal émis sous forme de sinusoïde amortie en  $T_2^*$  en raison de l'inhomogénéité du champ magnétique.

Par la suite nous allons voir comment nous pouvons nous affranchir des inhomogénéités du champ.

Après une simple transformation de Fourier, le signal récupéré (FID) devient une raie à la fréquence  $\nu_0$  (figure 1.6). La surface sous la raie dépend de l'aimantation  $M_0$  ; ainsi, à partir d'un étalonnage, nous pouvons connaître la quantité d'atomes d'hydrogène présente dans l'échantillon investigué et qui résonne à la fréquence  $\nu_0$ .

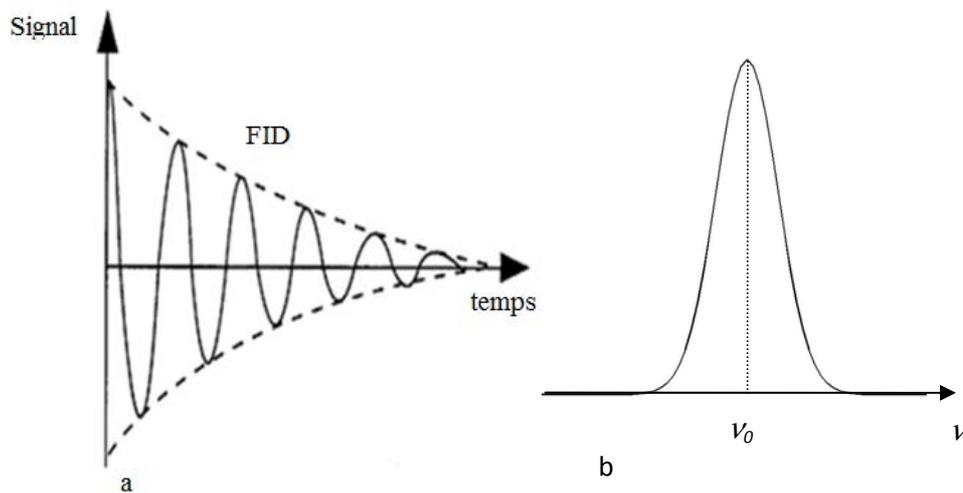


Figure 1.6 : a - Signal RMN : il est décrit par son amplitude à l'origine, sa fréquence et sa constante d'amortissement. b - Spectre RMN (ou raie de résonance), obtenu par transformée de Fourier du signal RMN : il est décrit par sa surface sous la raie, sa fréquence et sa largeur à mi-hauteur.

Le signal RMN nous indique donc la concentration de noyaux d'hydrogène présents dans un volume donné.

- **Mesure du temps de relaxation longitudinale  $T_1$**

La relaxation longitudinale  $T_1$ , appelée aussi spin-réseau, peut être mesurée par la séquence d'inversion-récupération (figure 1.7). Cette séquence consiste à inverser le signe de l'aimantation longitudinale  $\vec{M}_z$  par l'application d'une impulsion RF à  $180^\circ$  ( $\pi$ ).

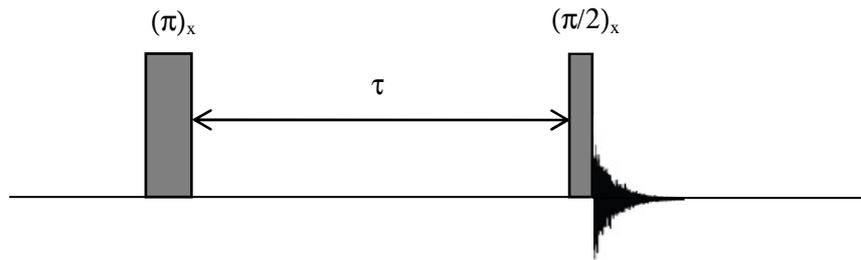


Figure 1.7 : Représentation de la séquence d'inversion-récupération qui permet la mesure du temps de relaxation longitudinale  $T_1$ .

Après cette inversion, l'aimantation va revenir à sa position initiale. Au bout d'un temps  $\tau$  (figure 1.7) l'aimantation, en évolution suivant Oz, est basculée dans le plan transversal par une impulsion à  $90^\circ$ . Le signal est donc enregistré au temps  $\tau$  immédiatement après l'impulsion de lecture à  $90^\circ$ .

En reproduisant l'expérience pour plusieurs valeurs de  $\tau$ , il est possible de reconstruire point par point la courbe en exponentielle croissante traduisant la relaxation longitudinale (figure 1.8). On déduit aisément de cette courbe le paramètre  $T_1$ .

$$S(\tau) = M_0 \left(1 - 2 \exp\left(-\frac{\tau}{T_1}\right)\right) \quad (1.14)$$

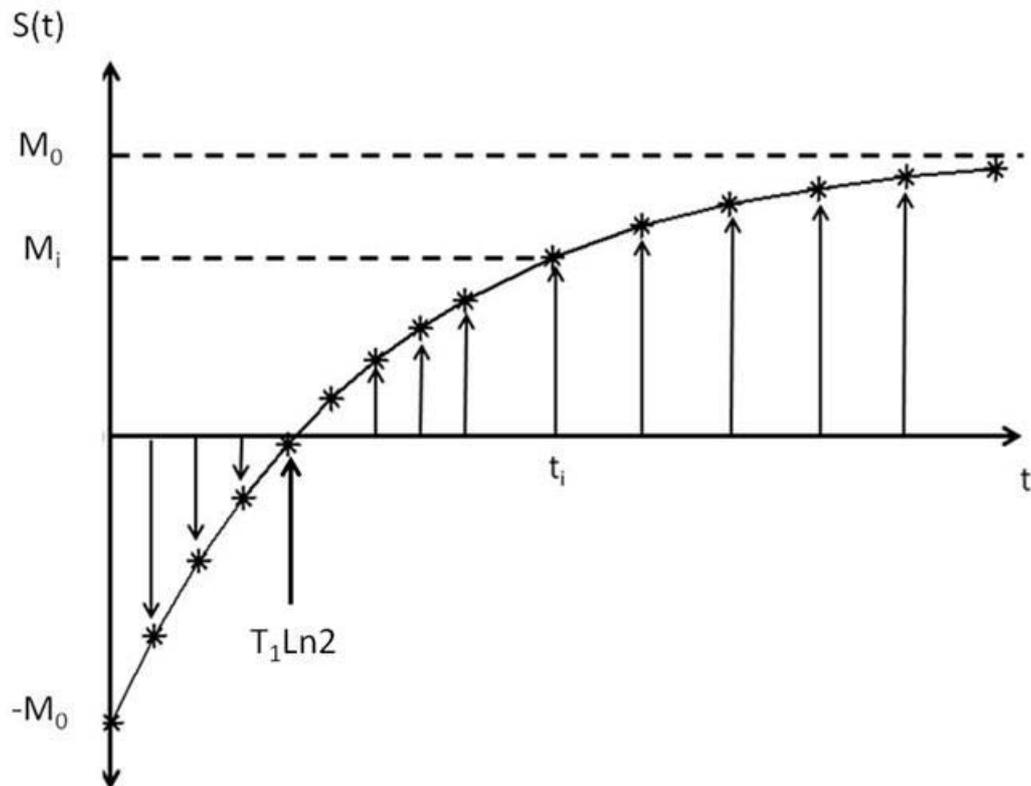


Figure 1.8: Mesure de  $T_1$  par une séquence d'inversion – récupération. Le signal mesuré a la forme d'une exponentielle croissante variant entre  $-M_0$  et  $M_0$ .

Si l'impulsion à  $180^\circ$  n'est pas parfaite, il est préférable d'utiliser une impulsion composite. Une autre forme de cette séquence est la séquence de saturation-récupération qui consiste à la destruction de l'aimantation macroscopique suite à l'application de deux impulsions de faible puissance durant quelques millisecondes. L'aimantation va se reconstruire pendant un temps  $\tau$ .

- **Mesure du temps de relaxation transversale  $T_2$**

Le temps de relaxation transversale  $T_2$ , appelé relaxation spin-spin, peut être mesuré par deux séquences : l'écho de Hahn [20] et la séquence CPMG [21, 22] (figure 1.9).

- Echo de Hahn :

Cette séquence (figure 1.9 a) a été décrite par E.L. Hahn. Elle est également connue sous le nom de « séquence d'écho de spin ». Comme le champ magnétique  $B_0$  n'est jamais parfaitement homogène, alors il y aura différentes vitesses de précession. Cette séquence permet de s'affranchir des inhomogénéités de champ magnétique. Elle consiste à basculer l'aimantation dans le plan perpendiculaire (plan xOy) par une impulsion RF à  $90^\circ$  avant de la laisser évoluer pendant la durée  $\tau$  (défocalisation). Une impulsion RF à  $180^\circ$ , appliquée après un temps  $\tau$ , permet la refocalisation des spins. Il se produit alors un signal d'écho de spin après un nouveau temps  $\tau$ . Et donc le temps d'écho TE vaut sensiblement deux fois le temps  $\tau$ . La mesure du temps de relaxation transversale  $T_2$  est réalisée en répétant l'expérience pour différentes valeurs de  $\tau$ . L'évolution, suivant la valeur de  $\tau$ , de l'amplitude maximale du signal d'écho suit une décroissance exponentielle avec le temps caractéristique  $T_2$  :

$$M(2\tau)_{xy} = M_0 \exp\left(-\frac{2\tau}{T_2}\right) \quad (1.15)$$

- La séquence CPMG :

Cette méthode due à H.Y. Carr et E.M. Purcell [21] et ensuite modifiée par S. Meiboom et D. Gill [22], comporte, en plus de l'écho de spin, un train d'impulsions à  $180^\circ$  séparées chacune par le temps d'écho TE (figure 1.9 b). Nous récupérons autant d'échos qu'il existe d'impulsions à  $180^\circ$ . Ce train d'impulsions permet de compenser les inhomogénéités de champ magnétique, les imperfections des impulsions à  $180^\circ$  ainsi que les effets de la diffusion moléculaire. Le temps  $T_2$  sera mesuré après le  $n^{\text{ième}}$  écho à partir de l'équation suivante :

$$M(2n\tau)_{xy} = M_0 \exp\left(-\frac{2n\tau}{T_2}\right) \quad (1.16)$$

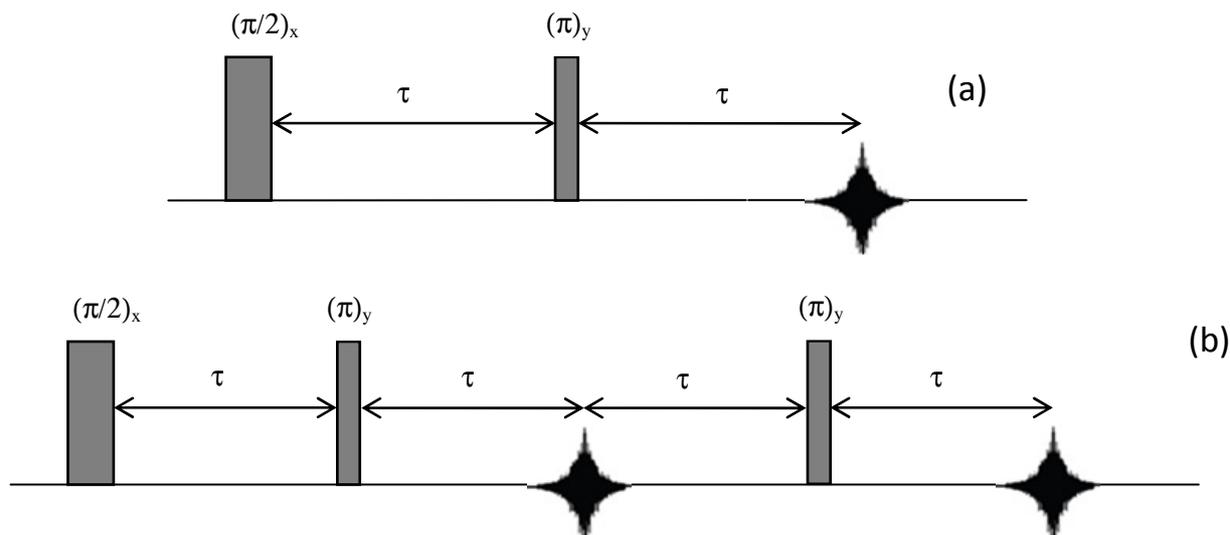


Figure 1.9 : a) Représentation de la séquence de Hahn (écho de spin) qui sert à mesurer le temps de relaxation transversale. Elle comporte deux impulsions RF qui sont séparées d'un temps  $TE=2\tau$ . b) Représentation de la séquence CPMG qui sert à mesurer le temps de relaxation transversale. Elle comporte une impulsions RF à  $90^\circ$  et un train d'impulsions RF à  $180^\circ$  qui sont séparées d'un temps  $TE=2\tau$ .

### 1.3 Principe de l'imagerie par résonance magnétique

#### ❖ Introduction :

L'Imagerie par Résonance Magnétique (IRM) est une technique récente basée sur les principes physiques de la Résonance Magnétique Nucléaire. Les premières images ont été faites sur des coupes de capillaires remplis d'eau et d'un poivron par P. Lauterbur en 1973 [10]. Cette technique non-invasive est très largement utilisée dans le domaine médical pour observer les organes (cerveau, cœur, poumon...), les muscles ou les tendons et ligaments ou encore diagnostiquer des tumeurs. Elle permet d'obtenir des images bidimensionnelles, voire tridimensionnelles, du système à investiguer. L'avantage de cette technique par rapport aux techniques optiques est qu'elle peut faire des mesures dans le cas des fluides non-transparents. Elle ne nécessite pas l'injection d'isotopes radioactifs (traceur) comme pour la tomographie par émission de positrons (PET scan) ou d'ensemencement de particules comme pour la PIV.

L'IRM est utilisée, aussi, dans le domaine médical pour mesurer des flux sanguins dans les vaisseaux (angiographie RMN). Elle a commencé à se développer depuis une vingtaine d'années dans le domaine des sciences de l'ingénieur afin d'étudier les phénomènes de transport (vitesse, diffusion, dispersion...).

### 1.3.1 Localisation spatiale

Nous avons vu précédemment que les spins des noyaux d'hydrogène d'un échantillon (eau pure par exemple) résonnent tous à la même fréquence  $\nu_0$  dans un champ magnétique homogène  $B_0$ . Dans ce cas, nous n'avons pas la possibilité de distinguer spatialement entre ce qui est issu d'un point ou l'autre de l'échantillon. Si nous prenons l'exemple d'un échantillon composé de deux volumes d'eau  $V_1$  et  $V_2$  situés respectivement aux cotes  $y_1$  et  $y_2$  sur l'axe  $y$  (figure 1.10 a), les noyaux d'hydrogène dans les deux volumes résonnent à la même fréquence  $\nu_0$  (Larmor) dans un champ magnétique homogène  $B_0$ . Le signal RMN obtenu après une transformation de Fourier n'est composé que d'une seule raie de résonance à la fréquence  $\nu_0$  dont l'amplitude est proportionnelle à la quantité d'atomes d'hydrogène contenus dans le volume  $V_1+V_2$ .

Afin de discerner les deux volumes  $V_1$  et  $V_2$ , il faut appliquer un gradient de champ magnétique  $\vec{g}(x, y, z)$  qui va se superposer au champ  $\vec{B}_0$  [14]. Supposons que ce gradient de champ soit constant et d'intensité  $G$  suivant la direction  $y$  de l'espace. Les deux volumes vont alors être soumis à un champ magnétique  $B_{01}(y) = B_0 + G \cdot y$ . Les noyaux d'hydrogène dans le volume  $V_1$  situé à la cote  $y_1$  (figure 1.10 b) vont résonner à la fréquence  $\nu_{01} = \frac{\gamma}{2\pi}(B_0 + G y_1)$ . De même, les noyaux d'hydrogène dans le volume  $V_2$  situé à la cote  $y_2$  vont résonner à la fréquence  $\nu_{02} = \frac{\gamma}{2\pi}(B_0 + G y_2)$ . Le signal récupéré est composé de deux raies :

- une raie de résonance à la fréquence  $\nu_{01}$  dont l'amplitude est proportionnelle à la quantité d'atomes hydrogène présents dans le volume  $V_1$ .
- une raie de résonance à la fréquence  $\nu_{02}$  dont l'amplitude est proportionnelle à la quantité d'atomes d'hydrogène présents dans le volume  $V_2$ .

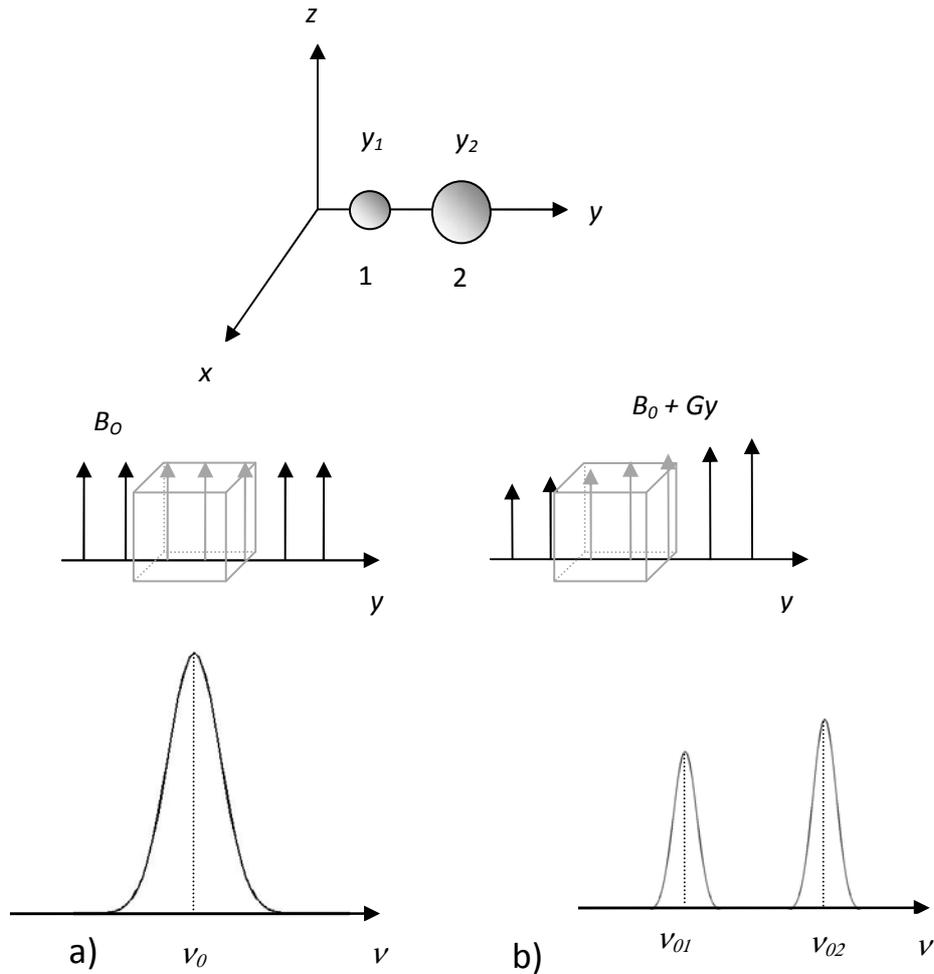


Figure 1.10: Codage spatial dans une direction. Un gradient de champ magnétique dans la direction  $Oy$  code l'espace en fréquence dans cette direction. a - En l'absence de gradient de champ, tous les noyaux d'hydrogène des échantillons 1 et 2 résonnent à  $\nu_0$  et répondent à une excitation par un signal RMN à cette fréquence. b - En présence d'un gradient de champ dans la direction  $Oy$ , les échantillons 1 et 2 voient des champs magnétiques différents  $B_{y_1}$ ,  $B_{y_2}$  et résonnent à des fréquences  $\nu_{01}$  et  $\nu_{02}$  différentes.

Nous pouvons donc avoir deux types d'acquisition (images) :

- bidimensionnelles : en sélectionnant une coupe dans une direction et en codant l'information spatiale suivant les deux autres directions.
- tridimensionnelles : en codant l'information spatiale suivant les trois directions sans sélectionner de coupe.

Nous nous limiterons ici à la description des images bidimensionnelles car ce sont celles que nous utiliserons par la suite.

### 1.3.2 Réalisation d'une image bidimensionnelle

Une image IRM bidimensionnelle est réalisée suivant 3 étapes :

- L'application d'un gradient de sélection de tranche  $G_{SS}$  ( $G_z$ ) simultanément à une impulsion RF va permettre de sélectionner une coupe de l'image.
- L'application d'un gradient de codage de phase  $G_\phi$  dans une direction perpendiculaire au premier gradient ( $G_z$ ) va sélectionner les lignes à l'intérieur de la coupe.
- L'application d'un gradient de codage de fréquence  $G_\omega$  dans une direction perpendiculaire aux deux autres gradients va permettre de sélectionner les colonnes à l'intérieur de la coupe.

#### 1.3.2.1 Sélection de coupe

Un gradient de champ magnétique ( $G_{ss}$ ) est appliqué suivant la direction perpendiculaire au plan de coupe. Ce gradient se superpose au champ  $B_0$  de sorte que les spins précèdent à des fréquences légèrement différentes suivant leur position dans l'épaisseur de la coupe. En même temps que le gradient selon la direction  $z$  ( $G_{ss}$ ), nous appliquons une onde RF (perpendiculaire à  $B_0$ ) dont la fréquence est autour de celle des spins du plan de coupe. Par conséquent seule l'aimantation des spins appartenant à la coupe va être basculée. Et inversement les spins en dehors de la coupe ne donneront aucun signal (figure 1.11). Nous parlons alors d'une impulsion RF sélective.

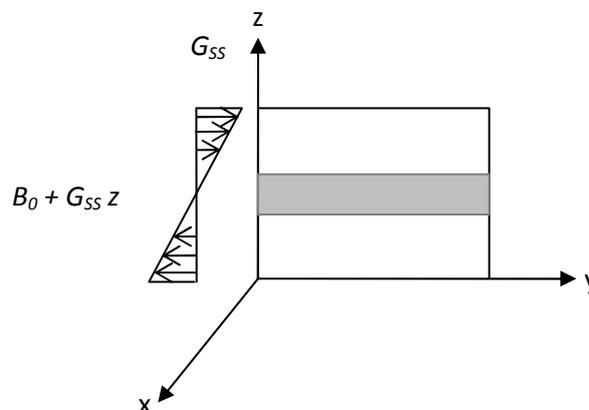


Figure 1.11 : L'application d'un gradient de sélection de coupe ( $G_{SS}$ ) selon la direction  $z$  simultanément à l'impulsion RF d'excitation permet de sélectionner un plan de coupe dans un volume donné.

La largeur de fenêtre (bande de fréquence)  $\Delta\omega$  de l'impulsion sélective RF et l'intensité du gradient permettent de définir l'épaisseur de la coupe selon la relation suivante :

$$\Delta z = \frac{\Delta\omega}{\gamma G_{ss}} \quad (1.17)$$

L'épaisseur de la coupe est fonction de la largeur de la fenêtre  $\Delta\omega$  pour une puissance de gradient donnée ; elle augmente avec la largeur de la fenêtre  $\Delta\omega$ . Elle est inversement proportionnelle à la puissance de gradient pour une même largeur de fenêtre (coupe plus fine pour une puissance de gradient plus élevée) (Figure 1.12).

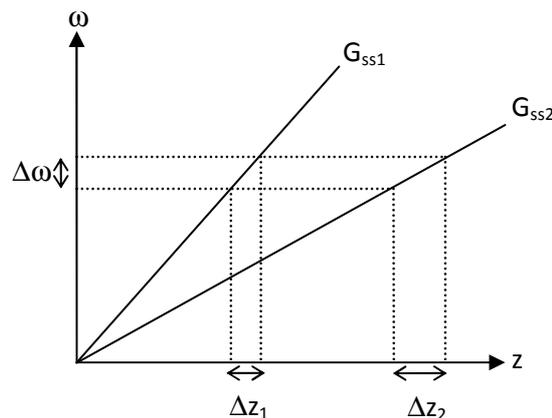


Figure 1.12 : Principe de la sélection de coupe au travers d'une impulsion sélective RF. L'épaisseur de la coupe est inversement proportionnelle à la puissance de gradient pour une même largeur spectrale.

### 1.3.2.2 Codage de la phase

Le codage dans la deuxième direction est réalisé en appliquant un gradient de codage de phase  $G_\phi$  suivant la direction  $y$  (perpendiculaire à  $z$ ). Ce gradient permet de définir les lignes de l'image. Il faut appliquer ce gradient autant de fois qu'il y a de lignes dans l'image avec une répétition à intervalle de temps TR (temps de répétition). L'application de ce gradient permet de changer la fréquence de précession des spins. Mais dès son arrêt, les spins précessent à nouveau à la vitesse  $\omega_0$  tout en conservant leur décalage de phase. En revanche, les spins situés sur une ligne perpendiculaire à la direction du gradient de phase auront tous le même décalage de phase.

### ***1.3.2.3 Codage en fréquence***

Le codage dans la troisième direction est réalisé en appliquant un gradient de codage de fréquence  $G_\omega$  suivant la direction  $x$  (perpendiculaire aux directions  $y$  et  $z$ ). Ce gradient modifie les fréquences de précession des spins suivant la direction  $x$  durant toute la durée de son application. Il est appliqué en même temps que la récupération du signal de façon à ce que l'information relative à la fréquence, c'est à dire au déplacement suivant  $x$ , soit présente dans le signal. C'est pourquoi on l'appelle aussi « gradient de lecture ». Il permet donc de définir les colonnes dans la matrice image.

### ***1.3.2.4 Plan de Fourier (espace-k)***

Le signal récupéré est enregistré dans un espace fréquentiel qui s'appelle espace-k ou plan de Fourier. Le remplissage de cet espace est réalisé suite à l'application des trois gradients  $G_{ss}$ ,  $G_\phi$  et  $G_\omega$ . Sous la forme la plus classique, c'est à dire la séquence d'écho de spin, ce remplissage s'effectue de la façon suivante. Le gradient de sélection de tranche  $G_{ss}$  et l'impulsion sélective RF vont sélectionner la coupe où cet espace va être rempli. L'incrémentement du gradient de phase, à chaque temps de répétition TR, permet de se déplacer verticalement afin de sélectionner les lignes de l'espace-k. Chaque ligne est parcourue durant un intervalle de temps TR. Pour chaque ligne sélectionnée, le gradient de fréquence permet d'effectuer le remplissage horizontal de la ligne. Le temps de répétition TR représente donc le temps nécessaire, entre le début et la fin de l'acquisition du signal, au remplissage d'une ligne. Une fois l'acquisition terminée, l'image réelle est obtenue suite à l'application d'une double transformation de Fourier (2DFT) de l'espace-k [23].

Il est à noter que les points centraux de l'espace de Fourier codent les basses fréquences (contraste de l'image) alors que les points périphériques codent les hautes fréquences (détails de l'image).

### ***1.3.3 Principales séquences d'imagerie***

Les séquences les plus utilisées en IRM pour réaliser des images sont les séquences d'écho de spin et les séquences d'écho de gradient.

#### ***1.3.3.1 Séquence d'écho de spin***

La séquence d'écho de spin [15] comporte deux impulsions sélectives, une impulsion sélective à  $90^\circ$  qui sert à l'excitation (basculement de l'aimantation dans le plan de mesure) et une à  $180^\circ$  qui sert à la refocalisation (figure 1.13). L'application d'une impulsion RF à  $90^\circ$  en présence d'un gradient de sélection de tranche  $G_{SS}$  permet de sélectionner une coupe et de faire basculer l'aimantation macroscopique dans le plan de mesure (Oxy). Il y a apparition d'une aimantation transversale  $\vec{M}_{xy}$ . Au cours du demi-temps d'écho  $TE/2$ , les spins se déphasent et l'aimantation  $\vec{M}_{xy}$  diminue en raison de la relaxation transversale  $T_2$  mais aussi de l'inhomogénéité du champ magnétique  $B_0$ . Pour s'affranchir de ce dernier effet, une impulsion RF sélective à  $180^\circ$  est appliquée après un temps  $TE/2$ . Cette impulsion va inverser les spins de sorte que l'aimantation  $\vec{M}_{xy}$  atteigne un nouveau maximum, inférieur au premier en raison de la relaxation transversale.

Pour obtenir une image complète, il faut appliquer les impulsions RF ( $90^\circ$  et  $180^\circ$ ) autant de fois qu'il y a de lignes dans la matrice image. Cette séquence est définie par deux paramètres :

1. le temps de répétition TR, qui est le temps séparant deux impulsions RF de  $90^\circ$ . Le temps de répétition correspond également au temps laissé pour la reconstruction de l'aimantation longitudinale.
2. le temps d'écho TE, qui est le temps entre l'impulsion RF de  $90^\circ$  et la réception du signal.

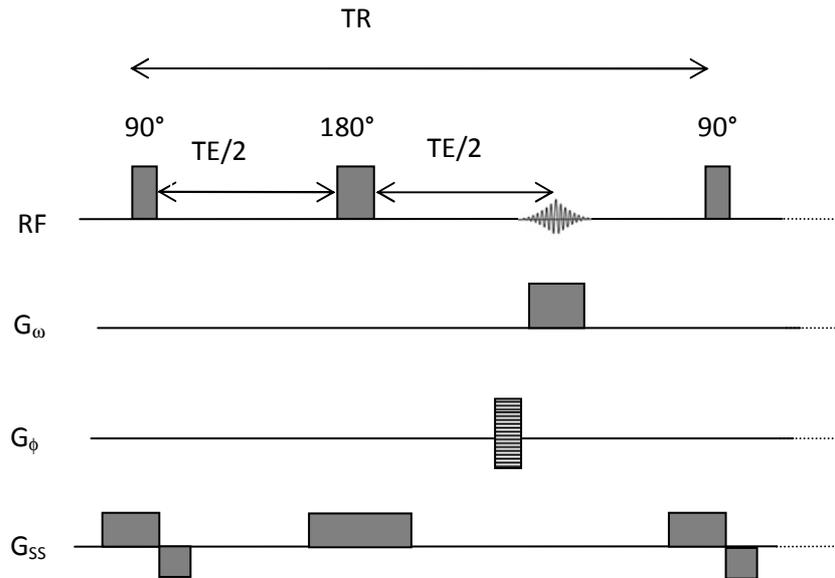


Figure 1.13 : Séquence d'imagerie de type Echo de Spin. Elle comporte deux impulsions RF séparées d'un temps TE/2. L'écho est obtenu après un temps TE.

Cette séquence nous permet d'obtenir des images pondérées en  $T_1$ ,  $T_2$ , ou densité de protons en jouant sur les valeurs respectives des temps de répétition TR et des temps d'écho TE. Par exemple, en utilisant un TR court, nous obtenons des images pondérées en  $T_1$  et les échantillons à  $T_1$  le plus court donnent le signal le plus élevé. En utilisant un TE long, les images sont pondérées en  $T_2$  et les échantillons à  $T_2$  le plus long donnent le signal le plus élevé [24]. En utilisant un TR long et un TE court, nous obtenons des images pondérées en densité de protons (Tableau 1.2). Le signal S mesuré est le suivant :

$$S = M_0 \left( 1 - 2e^{-\frac{(TR - TE)}{T_1}} + e^{-\frac{TR}{T_1}} \right) e^{-\frac{TE}{T_2}} \quad (1.18)$$

Tableau 1.2: Combinaison des valeurs de temps de répétition (TR) et de temps d'écho (TE) utilisés pour la pondération des images obtenues par écho de spin.

	TE court ( $\leq 20$ ms)	TE long ( $\geq 80$ ms)
TR court ( $< 700$ ms)	Pondération en $T_1$	Généralement non utilisé
TR long ( $> 2000$ ms)	Pondération en densité de protons	Pondération en $T_2$

Le temps d'acquisition  $T_{scan}$  pour obtenir une image lors d'une séquence IRM est déterminé par la relation suivante :

$$T_{scan} = TR \cdot N_{phase} \cdot NEX \quad (1.19)$$

où TR correspond au temps de répétition,  $N_{phase}$  au nombre de valeurs de gradient de phase (nombre de lignes de la matrice) et NEX au nombre d'accumulations (nombre de répétitions de la séquence complète). En effet, lorsque c'est possible, on répète plusieurs fois la séquence complète de façon à augmenter le rapport signal sur bruit. Ce rapport varie comme  $\sqrt{NEX}$ .

### 1.3.3.2 Séquence d'écho de gradient

Une séquence d'écho de gradient [25] comporte une seule impulsion RF sélective (figure 1.14) contrairement à la séquence d'écho de spin qui contient 2 impulsions RF ( $90^\circ$  et  $180^\circ$ ). Le signal d'écho n'est plus obtenu par une impulsion RF à  $180^\circ$  mais par la mise en place de deux impulsions de gradients de polarité opposée (gradients bipolaires) qui défocalisent d'abord l'aimantation avant de la refocaliser. L'angle de basculement utilisé, inférieur à  $90^\circ$  (entre  $5^\circ$  et  $90^\circ$ ), sert à la création de l'aimantation transversale sans la disparition de la composante longitudinale ce qui permet de travailler avec des TE assez faibles. Comme il n'y a pas une disparition de l'aimantation longitudinale, nous pouvons utiliser des TR plus courts (200 à 1500 ms).

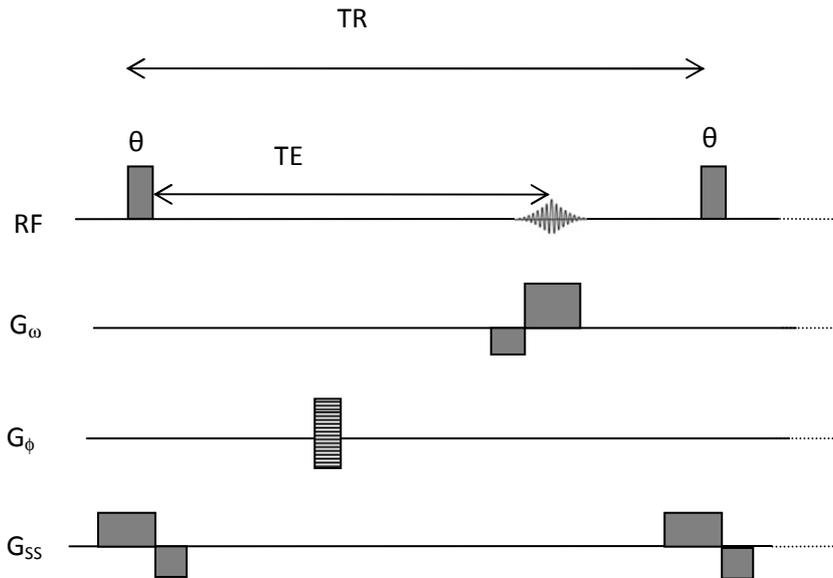


Figure 1.14 : Représentation schématique de la séquence d'écho de gradient.

Pour ce qui concerne la réalisation de l'image, la séquence est comparable à la stratégie employée pour la séquence d'imagerie en écho de spin :

- La coupe est sélectionnée suite à l'application du gradient de sélection de tranche  $G_{SS}$  avec l'impulsion sélective RF.
- Le gradient de codage de phase est appliqué séquentiellement pour sélectionner les lignes dans l'image.
- L'écho est obtenu suite à l'application d'un gradient de fréquence (lecture) sous forme bipolaire (gradient de polarité opposé). Il est appliqué d'abord dans un sens pour défocaliser les spins puis dans l'autre sens pour les refocaliser.

Cette séquence nous permet d'obtenir des images pondérées en  $T_1$ ,  $T_2^*$  ou densité de protons en jouant sur les valeurs des temps de répétition TR, des temps d'écho TE ou des angles de basculement  $\theta$ . Par exemple, en utilisant un angle  $\theta \geq 60^\circ$ , on se retrouve dans la même situation que dans la séquence d'écho de spin. En utilisant des angles  $\theta < 30^\circ$  et des TE longs, nous obtenons des images pondérées en  $T_2^*$  et les échantillons à  $T_2^*$  le plus court donnent le signal le plus élevé. En utilisant un TE court et un TR court nous obtenons des images pondérées en densité de protons.

Les images obtenues sont pondérées en  $\exp\left(\frac{-2\tau}{T_2^*}\right)$ , donc l'amplitude du signal suit une décroissance en  $T_2^*$ .

Cette séquence est très sensible aux inhomogénéités du champ magnétique en raison de l'absence de l'impulsion RF à 180° qui sert à les corriger. L'absence de cette correction perturbe le signal s'il existe des différences de susceptibilité magnétique entre le solide et l'eau par exemple. Le signal S mesuré est le suivant :

$$S = M_0 \times \sin(\theta) \times \frac{(1 - e^{-\frac{TR}{T_1}})}{(1 - \cos(\theta) \times e^{-\frac{TR}{T_1}})} \times e^{-\frac{TE}{T_2}} \quad (1.20)$$

avec  $M_0$  l'aimantation à l'équilibre,  $\theta$  l'angle de bascule, TR le temps de répétition TE le temps d'écho,  $T_1$  le temps de relaxation longitudinale et  $T_2$  le temps de relaxation transversal.

### 1.3.3.3 Single Point Imaging

La séquence SPI (Single Point Imaging) a été proposée par Emid et Creyghton [26] pour étudier des matériaux ayant des temps de relaxation transversale  $T_2$  très courts (figure 1.15). Elle comporte une impulsion RF non-sélective. L'angle de basculement utilisé, inférieur à 20°, va créer l'aimantation transversale. Un faible angle de basculement évite la saturation de l'aimantation longitudinale lorsque les temps de répétition TR sont très courts. L'information spatiale est codée par le gradient de codage de phase dans la direction correspondante. L'application du gradient de codage de phase commence avant l'excitation (RF) ce qui permet d'utiliser un temps court entre l'excitation et la détection ( $t_p$ ) et évite les courants Foucault (Eddy-current). Cette séquence ne présente pas les problèmes dus aux inhomogénéités de champ magnétique, aux variations de susceptibilité magnétique et aux faibles déplacements chimiques car le codage de l'information spatiale se fait suivant la phase et non pas la fréquence. Une expérience avec la séquence SPI dure plus longtemps qu'une expérience qui utilise un simple écho de spin, puisque nous avons besoin d'un scan pour chaque point.

Le signal  $S(z)$  suivant  $z$  à l'instant  $t$  mesuré est le suivant :

$$S(z) = \rho(z) e^{-\frac{t_p}{T_2}} \frac{1 - e^{-\frac{TR}{T_1}}}{1 - \cos(\theta) e^{-\frac{TR}{T_1}}} \sin(\theta) \quad (1.21)$$

avec  $\rho(z)$  la densité protonique suivant l'axe  $z$  à l'instant  $t$ ,  $\theta$  l'angle de bascule, TR le temps de répétition et  $t_p$  le temps de détection.

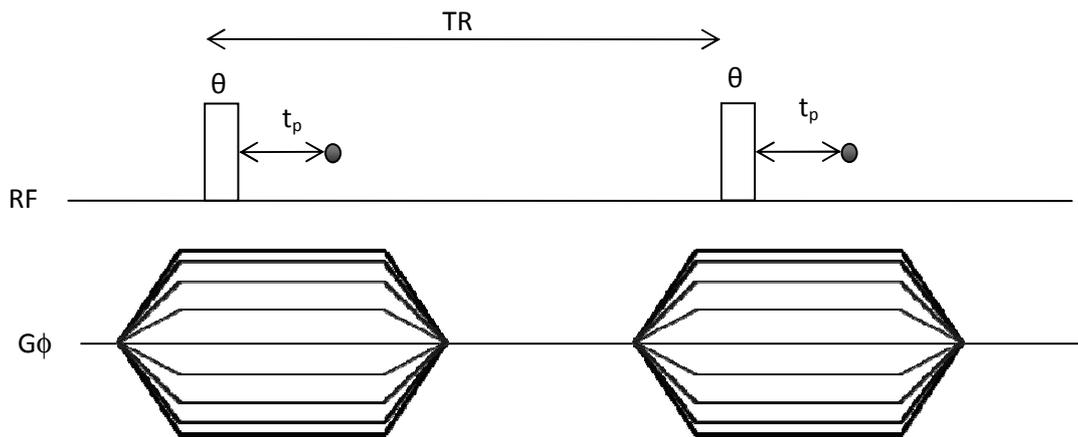


Figure 1.15 : Séquence SPI (Single Point Imaging). L'acquisition s'effectue au bout du temps  $t_p$  et la séquence est répétée au bout du temps  $TR$ .

#### 1.3.3.4 Séquences d'imagerie rapide

Il existe de nombreuses séquences d'imagerie rapide et parmi ces séquences:

- La séquence d'écho planar (EPI : echo planar imaging) est à présent l'une des séquences de routine en imagerie médicale. Elle est également utilisée, toujours dans ce domaine, pour faire des mesures de diffusion ou pour suivre le déroulement de perfusion. Les séquences vues précédemment nécessitent d'acquérir une ligne de l'espace-k pour chaque valeur du gradient de codage de phase. L'image complète par EPI, quant à elle, est constituée suite à une seule excitation et les lignes de l'espace-k sont remplies au cours d'un seul temps de répétition d'environ 20 à 100 ms. Cette séquence est composée de deux parties : la première est une séquence de base (écho de spin ou écho de gradient) et la deuxième est un train de gradient de lecture pour former les échos.
- la séquence FLASH (Fast Low Angle SHot) est à la base une séquence d'écho de gradient. L'utilisation d'angles de basculement faibles, inférieurs à  $20^\circ$ , permet des temps de répétition inférieurs au temps  $T_1$  permettant à l'aimantation de se reconstruire plus rapidement. Les images peuvent être réalisées en quelques secondes seulement (5 à 20 s).

### *1.3.3.5 Séquence utilisée*

Les séquences de bases (écho de spin et écho de gradient) sont habituellement utilisées pour réaliser des images pondérées en  $T_1$ ,  $T_2$  ou en densité de spin en modifiant les paramètres des séquences. Dans notre étude, nous avons besoin de réaliser des images en densité de spin afin de calculer la porosité du milieu (cf. chapitre 3). Aussi, nous avons utilisé la séquence d'écho de spin car la séquence d'écho de gradient est davantage perturbée par la présence d'interfaces (variations de susceptibilité magnétique).

Les séquences ne permettent pas uniquement de réaliser des images en densité de spin mais aussi de cartographier les mouvements de ces spins. Cependant il est nécessaire d'utiliser des séquences adaptées qui pourront être sensibles soit au mouvement incohérent de ces spins (diffusion), soit à leur mouvement cohérent (vitesse).

#### *❖ Séquence PGSE*

La séquence PGSE a été développée par Stejskal et Tanner [27] pour mesurer des coefficients de diffusion. La séquence PGSE (figure 1.16) est basée sur une séquence d'écho de spin (deux impulsions radiofréquences à  $\pi/2$  puis à  $\pi$ ) à laquelle est ajoutée des impulsions de gradient de même intensité  $G$  et même durée  $\delta$ . Ces impulsions sont séparées d'un temps  $\Delta$ , appelé temps de diffusion, et sont situées symétriquement par rapport à l'impulsion RF à  $\pi$ . Les spins seront marqués deux fois : une première fois par le premier gradient, puis une seconde, par un second gradient après un temps  $\Delta$ . Deux cas se présentent :

1. les spins n'ont pas bougé pendant l'intervalle de temps  $\Delta$ . Les effets des deux impulsions de gradients s'annulent et tous les spins sont refocalisés. La séquence agit comme une séquence classique d'écho de spin.
2. Les spins ont bougé en raison de la diffusion. Chaque spin se trouve à une position différente et est donc soumis à un champ magnétique différent. Il n'y a pas de refocalisation possible ce qui entraîne une perte de signal.

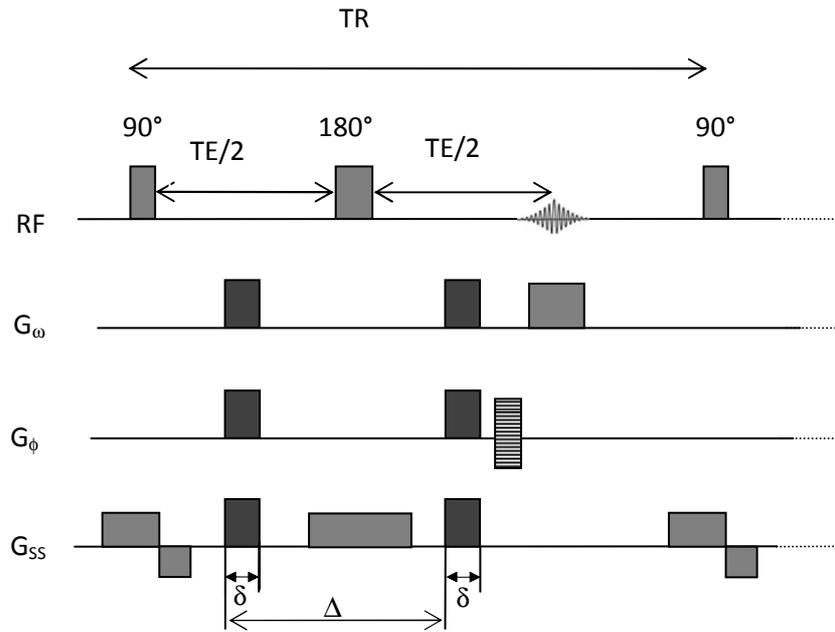


Figure 1.16 : Séquence de PGSE qui comporte les impulsions RF à  $90^\circ$  et  $180^\circ$ .  $G_{SS}$ ,  $G_\phi$ ,  $G_\omega$  sont les gradients de sélection de tranche, d'encodage de phase et de fréquence respectivement. Les deux gradients, de durée  $\delta$  séparés par un temps  $\Delta$ , servent à encoder le mouvement des molécules d'eau.

Il est possible d'appliquer des impulsions de gradient suivant une seule direction pour mesurer une diffusion suivant une direction particulière. L'intensité du signal est utilisée pour mesurer le coefficient de diffusion. Cependant, le déplacement des spins en présence d'un gradient de champ magnétique affecte aussi la phase de leur aimantation. Ce qui entraîne un déphasage proportionnel à la vitesse (comme on le verra dans le chapitre suivant).

## 1.4 Conclusion

L'IRM est une technique attrayante et non-destructive qui est basée sur le principe de la RMN. Il s'agit d'observer le signal de résonance magnétique des noyaux d'hydrogène soumis à un champ magnétique statique et à une excitation par une onde RF. La superposition d'un gradient de champ magnétique permet l'encodage spatial de l'information suivant la position des spins dans l'espace. L'application des gradients de champ magnétique suivant les trois directions permet de réaliser une image tridimensionnelle.

L'intensité du signal dans un pixel (ou voxel) de l'image correspond à la moyenne des intensités des signaux qui proviennent des spins des noyaux d'hydrogène en phase liquide. Les particules solides ne renvoient pas de signal, ce qui donne à cette méthode une spécificité par rapport aux autres méthodes rendant possible l'utilisation de matériaux non-transparents. Elle est cependant limitée par l'utilisation des matériaux : ceux présentant des éléments ferro et para-magnétiques perturbent le champ magnétique et brisent les images.

Le signal IRM présente une intensité et une phase. Le déplacement cohérent des spins dans un champ magnétique entraîne un déphasage du signal. Le principe de la vélocimétrie IRM et les méthodes nécessaires pour mesurer la vitesse seront détaillés au chapitre 2. L'intensité du signal est utilisée pour mesurer la densité des spins comme nous allons le voir dans le chapitre 3 pour la visualisation de la structure des milieux poreux et le calcul de la porosité du milieu. La phase du signal sera utilisée pour mesurer la vitesse d'écoulement de fluide dans un tube (comme nous le verrons dans le chapitre 4) ou encore dans un milieu poreux (chapitre 5).

## Bibliographie

1. Rabi I.I., Zacharias J.R., Milman S., Kusch P., A new method of measuring nuclear magnetic moment. *Phys. Rev.* 53: 318, 1938.
2. Gerlach G.H., Stern O., Der experimentelle Nachweis des magnetischen Moments des Silberatoms. *Z. Phys.* 8: 110-111, 1921.
3. Bloch F., Nuclear induction. *Phys. Rev.* 70: 460-474, 1946.
4. Bloch F., Hansen W.W., Packard M.E., The nuclear induction experiment. *Phys Rev:* 70, 474-485, 1946.
5. Purcell E., Torrey H.C., Pound R.V. Resonance Absorption by Nuclear Magnetic Moments in a solid. *Phys. Rev.* 69 : 37-38, 1946.
6. Hahn E.L., An accurate nuclear magnetic resonance method for measuring spin-lattice relaxation times. *Phys. Rev.* 76: 145-146, 1949.
7. Hahn E.L., Spin echoes. *Phys. Rev.* 80: 580-594, 1950.
8. Torrey H.C., Transient nutations in nuclear magnetic resonance. *Phys Rev.* 76: 1059-1068, 1949.
9. Ernst R.R., Anderson W.A., Application of Fourier transform spectroscopy to magnetic resonance. *Review of Scientific Instruments* 37 : 93–102, 1966.
10. Lauterbur P.C., Image formation by induced local interactions: examples employing nuclear magnetic resonance. *Nature* 242: 190-191, 1973.
11. Mansfield P., Grannell P.K., NMR diffraction in solids. *J. Phys. C Solid State* 6: L422-L426, 1973.
12. Mansfield P., Multi-planar image formation using NMR spin echoes. *J. Phys. C Solid State* 10: L55-L58, 1977.
13. Cohen-Tannoudji C., Diu B., Laloe F. *Mécanique Quantique*. Hermann. Paris ; 1997, 1518 pages.
14. Kastler B., Vetter D., Patay Z., et Germain P. *Comprendre l'IRM*. Collection Imagerie médicale. Masson 6ème édition, 2006 , 367 pages.
15. Canet D., Boubel J.C., and Canet-Soulas E. *La RMN concepts, méthodes et applications*. Dunod 2ème édition, 2002, 235 pages.
16. Callaghan P.T. *Principles of nuclear magnetic resonance microscopy*. Oxford science publications. 1991, 516 pages.
17. Keeler J. *Understanding NMR Spectroscopy*. Wiley, 2005. 476 pages.

18. Hoa D., Micheau A., Gahide G., Le Bars E., Taourel P. L'IRM pas à pas. 2007. ISBN : 978-1-84753-776-8, 261 pages.
19. Rabi I.I., Ramsey N.F., Schwinger J. Use of Rotating Coordinates in Magnetic Resonance Problems. *Reviews of Modern Physics*. vol. 26, no.2, 1954.
20. Hahn E.L., Spin echoes. *Phys. Rev.*, vol. 80, no. 4: 580–594, 1950.
21. Carr H.Y., Purcell E.M. Effects of diffusion on free precession in nuclear magnetic resonance experiments. *Phys. Rev.*, vol. 94, no. 3 : 630–638, 1954.
22. Meiboom S., Gill D. Modified spin-echo method for measuring nuclear relaxation times. *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 29, no. 8: 688–691, 1958.
23. Matt A. Bernstein, Kevin F. King, Xiaohong Joe Zhou. *Handbook of MRI Pulse Sequences*. 2004. ISBN: 978-0-12-092861-3, 964 pages.
24. Bedet J., Caractérisation du transport de l'eau dans les piles à combustible par Imagerie et Spectroscopie de Résonance Magnétique nucléaire, Thèse de doctorat, Université Henri Poincaré-Nancy I, 2007.
25. Railhac J.J., Sans N., *IRM ostéo-articulaire et musculaire*. 2004. ISBN : 2-294-005724. 2<sup>e</sup> édition.
26. Emid S. and Creyhton J.H.N. High resolution NMR imaging in solids. *Physica B*, 128 :81–83, 1985.
27. Stejskal E. O. and Tanner, J. E . Spin diffusion measurements: spin echoes in the presence of a time-dependent field gradient. *Journal of Chemical Physics*, 42: 288-292, 1965.

## **Chapitre 2 : Principe de la Vélométrie par IRM**



## Sommaire du chapitre 2

<b>2.1</b>	<b>Principe de la vélocimétrie IRM</b> .....	<b>61</b>
2.1.1	La méthode de mesure de la vitesse par temps de vol (TOF) ou marquage de spins (spin tagging) .....	62
2.1.2	L'imagerie de vitesse par mesure de la phase.....	65
2.1.2.1	La vélocimétrie par cartographie de phase (VCP) .....	68
2.1.2.2	La Vélocimétrie par Transformation de Fourier (VTF).....	69
2.1.2.3	Séquence par écho de gradient avec gradient bipolaire. ....	70
2.1.2.4	Phénomène de repliement (aliasing).....	72
<b>2.2</b>	<b>Mesures de vitesse par IRM en milieu poreux</b> .....	<b>72</b>
2.2.1	Mesures de vitesses interstitielles.....	73
2.2.2	Vitesses moyennes .....	75
<b>2.3</b>	<b>Conclusion</b> .....	<b>82</b>
	<b>Bibliographie</b> .....	<b>84</b>



## 2.1 Principe de la vélocimétrie IRM

Le contraste d'image dans les expériences IRM repose sur le fait que les spins des tissus en mouvement ont une phase différente de celles des spins statiques. Ceci représente un outil précieux pour des problèmes dynamiques en ingénierie pouvant être mis en œuvre de plusieurs manières. Les deux principales méthodes utilisées pour mesurer l'écoulement de fluides en IRM sont :

1. la mesure par temps de vol (TOF : Time Of Flight) ; cette méthode s'appuie sur l'intensité du signal pour mesurer la vitesse d'écoulement d'un fluide.
2. la mesure de la phase de l'aimantation transversale ; cette méthode consiste à utiliser un gradient bipolaire afin de mesurer le déplacement des spins pendant l'application de ces gradients.

Les séquences de base (écho de spin et écho de gradient) ne permettent pas de mesurer une vitesse. Il faut ajouter des gradients de champ magnétiques à ces séquences pour pouvoir mesurer une vitesse. Dans la séquence PGSE (cf. chapitre 1), l'intensité du signal sert à mesurer le coefficient de diffusion. On peut aussi utiliser la phase du signal de cette même séquence PGSE pour mesurer la vitesse d'un écoulement.

Dans ce chapitre nous montrons l'effet d'un gradient bipolaire sur le mouvement moléculaire cohérent et comment la vitesse d'un fluide peut être mesurée en utilisant la phase de l'aimantation. Les difficultés rencontrées lors de l'utilisation de cette méthode seront aussi présentées. Cette méthode sera utilisée pour mesurer la vitesse d'un écoulement de Poiseuille dans un tube (chapitre 4) et celle d'un fluide en écoulement au travers d'un milieu poreux (chapitre 5). Une étude bibliographique sur la vélocimétrie par IRM en milieu poreux sera faite lors de cette présentation.

### ***2.1.1 La méthode de mesure de la vitesse par temps de vol (TOF) ou marquage de spins (spin tagging)***

Elle est utilisée pour mesurer la vitesse en IRM et a été publiée pour la première fois en 1959 par Singer [1] et son utilisation a été généralisée depuis.

Une impulsion de saturation sélective est appliquée afin de saturer des spins présents dans une coupe perpendiculaire à l'écoulement du fluide. Les spins immobiles qui existent dans cette coupe n'ont pas le temps de relaxer puisque le temps de répétition utilisé est court par rapport aux temps de relaxation ce qui contribue à la diminution du signal. Le signal va augmenter de nouveau du fait que les spins non-saturés vont entrer dans la coupe. Le signal est maximal si le temps de transition est égal au temps de répétition.

Une autre forme de marquage de spins, qui peut aider à la quantification et qui peut fournir une visualisation très directe du mouvement, correspond à l'endroit où le plan de l'image est perpendiculaire à la surface du marquage (tagging). Dans ce cas, une tranche est excitée perpendiculairement à la direction du flux mais la refocalisation et l'imagerie est réalisée dans un plan parallèle au sens de déplacement des spins (figure 2.1). Cette technique a été utilisée notamment par Pope et Yao [2] pour un écoulement laminaire dans un tube. Une extension de cette méthode, produisant une image de vitesse très démonstrative peut être acquise en excitant une grille de spins dans le plan d'imagerie et en observant le mouvement des spins après un temps d'observation.

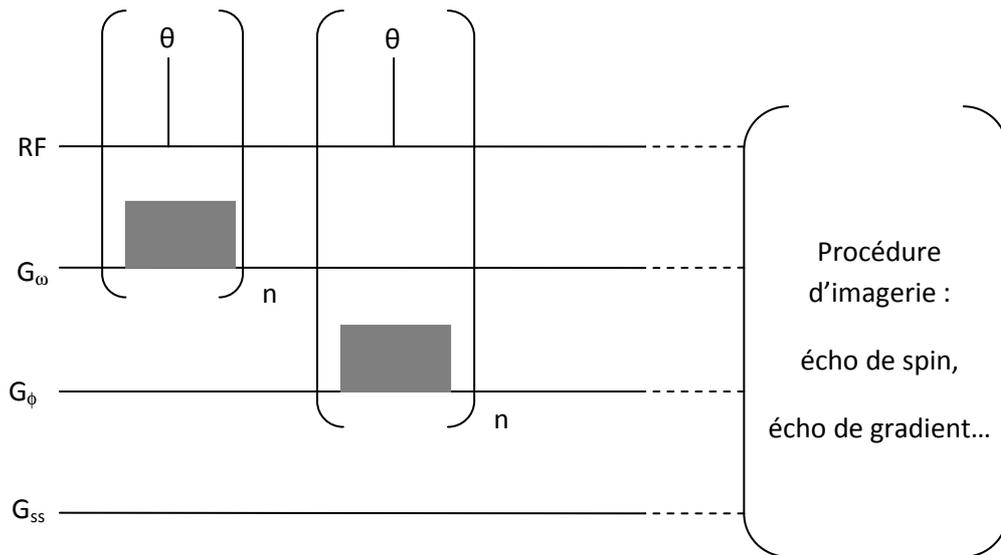


Figure 2.1 : La séquence DANTE (Delay Alternating with Nutation for Tailored Excitation): un train d'impulsions, d'amplitudes constantes, est appliqué en présence d'un gradient de champ magnétique. L'amplitude des impulsions peut être constante ou modulée. Cette séquence permet d'obtenir un marquage en grille si on applique les gradients dans les directions de lecture et de phase. . Les  $n$  pulses Dante d'angle  $\theta$  produisent un équivalent d'une impulsion d'angle total  $n\theta$  qui pourrait être  $90^\circ$  ou  $180^\circ$ ... Elle est suivie d'une procédure d'imagerie classique.

Une grille de magnétisation des spins est produite avec l'utilisation, par exemple, d'une séquence "double DANTE" [3] avec deux séries de gradients orthogonaux. Un exemple d'une image DANTE-TOF d'un écoulement laminaire dans un tube est montré dans la figure 2.2 où le délai entre le marquage de DANTE et la séquence d'imagerie a été modifié pour adapter la sensibilité à la vitesse.

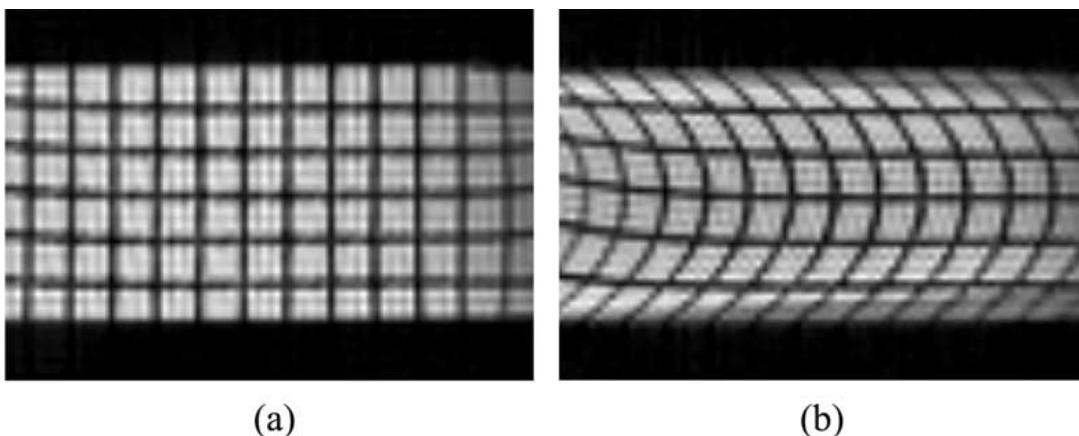


Figure 2.2: Exemple d'une image de vitesse avec DANTE réalisée à 200 MHz d'après [3]. Image 2D d'une sélection de tranche longitudinale de 2 mm. a) Débit d'eau nulle. b) Débit d'eau égal à  $486 \text{ cm}^3 \cdot \text{min}^{-1}$ .

Moser et al. [4] ont utilisé la séquence de spin-tagging pour visualiser et quantifier l'écoulement dans un tube de 1.83 m de longueur et 19.05 mm de diamètre interne. Puisque dans un tube droit l'écoulement est unidirectionnel, alors seuls les marquages perpendiculaires à l'écoulement se déforment comme le montre la figure 2.3 pour un écoulement à  $Re = 170$ . Cette figure montre l'emplacement du marquage de 2 mm d'épaisseur pour deux moments différents à 0.15 et à 0.4 s.

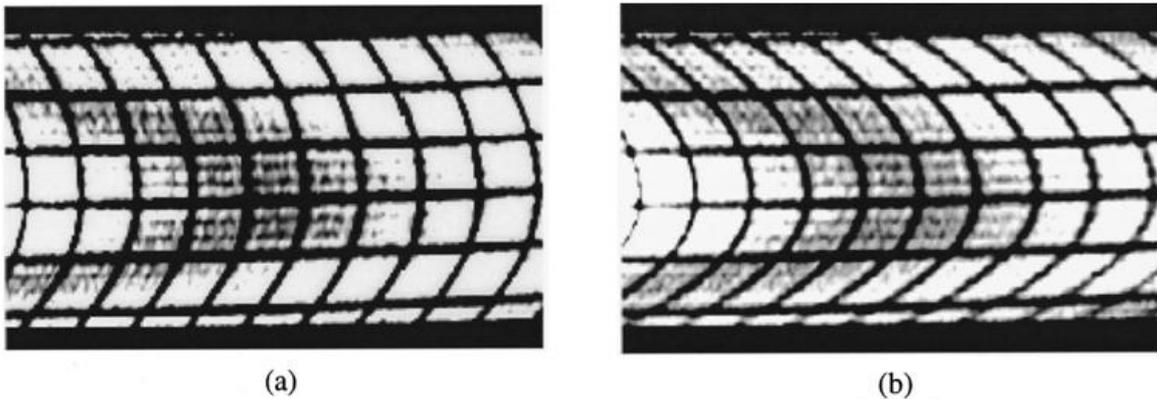


Figure 2.3 : Images obtenues par la séquence de spin-tagging pour un écoulement de Poiseuille dans un tube pour une évolution de temps de : a) 0.15 s. b) 0.4 s. D'après [4].

Pour obtenir la vitesse à partir de l'image, le déplacement du marquage  $\Delta x$  doit être mesuré pour une durée fixée  $\Delta t$ . La vitesse est alors facilement déduite à partir des mesures  $\Delta x$  et de la valeur  $\Delta t$ . Les auteurs ont obtenu 2.6% d'erreur relative moyenne par cette méthode. Les bords du marquage changent pendant le temps, leur finesse s'estompant à cause de la diffusion moléculaire dans un écoulement laminaire. Le mélange efficace associé à des écoulements turbulents et dispersifs peut étaler le marquage d'une façon importante, ce qui rend les mesures quantitatives très difficiles par cette méthode. Le marquage a aussi une durée de vie déterminée, la survie du marquage étant limitée par  $T_1$ . Si  $\Delta t > 5T_1$ , alors l'équilibre magnétique est, bien sûr, rétabli et l'aimantation préparée dans le marquage devient indiscernable de celle qui l'entoure [5, 6].

Nesbitt et al. [7] ont utilisé une séquence de type « temps de vol » (TOF) par écho stimulé pour effectuer les mesures de vitesse. Ils ont obtenu par IRM des visualisations du champ de vitesse dans une colonne de diamètre 9 mm remplie de billes de verre de diamètre 1.8 mm (5 billes suivant un diamètre) et traversée par un flux d'eau. L'eau traverse d'abord un tube de diamètre 2.3 mm (tube qui ne contient pas de milieu poreux) puis passe en sens inverse dans

le milieu poreux. Le tube d'entrée (sans milieu poreux) a été utilisé pour mesurer le signal de l'eau pure afin de servir de référence pour la mesure de la porosité dans une section du tube poreux. La sélection de tranche utilisée était de 1 mm (inférieure à la taille des billes) afin de mesurer les vitesses interstitielles entre les billes. Ils observent que les intensités du signal diminuent plus rapidement au centre des pores qu'à la surface des billes. De plus, l'intensité du signal décroît en augmentant le débit d'écoulement. Ils attribuent cet effet à des variations de susceptibilité magnétique à proximité des interfaces liquide-solide mais aussi à une possible interaction entre l'écoulement du fluide et les gradients utilisés pour l'imagerie. Cette méthode ne semble donc pas pertinente pour mesurer les vitesses en milieu poreux. C'est pourquoi d'autres méthodes de mesure de vitesse ont été développées utilisant la phase de l'aimantation et non pas l'intensité de signal, qui sont devenues les plus couramment utilisées [8].

### ***2.1.2 L'imagerie de vitesse par mesure de la phase***

La méthode la plus robuste et précise pour mesurer un flux par RMN est celle par mesure de la phase, dite encore méthode par contraste de phase [9, 10]. Si les techniques de spin tagging sont adéquates pour la visualisation de l'écoulement, la mesure de la vitesse reste cependant limitée par la résolution spatiale de l'image (épaisseur du marquage et résolution de la grille). L'obtention d'images pour des vitesses élevées peut être réalisée en utilisant la méthode de contraste de phase [11], dont les principes sont décrits ci-dessous. Considérons un moment magnétique nucléaire se déplaçant avec une vitesse uniforme  $v$  dans un gradient de champs magnétique linéaire  $G$ . L'équation 2.1 nous montre que le champ magnétique en tout point  $r$  de l'échantillon est  $(B_0 + G.r)$ , ce qui implique que la vitesse  $\omega$  de précession de Larmor du moment magnétique à une position  $r$  est donnée par :

$$\omega(r) = \gamma(B_0 + G.r) \quad (2.1)$$

Donc le déphasage  $\phi(t)$  acquis au cours de la rotation, en changeant le gradient du champ magnétique  $G(t)$  durant le temps  $t$  et suivant le chemin d'accès  $r(t)$ , est donné par la relation suivante :

$$\phi(t) = \gamma \int_0^t G.r(t) dt \quad (2.2)$$

La position, dans le temps, d'un spin ayant une vitesse  $v$  et une accélération  $a$  se décrit par la cinématique newtonienne simple :

$$r(t) = r_0 + vt + \frac{1}{2}at^2 \quad (2.3)$$

Par conséquent, la dépendance suivant le temps de la pulsation de Larmor est calculée facilement en remplaçant l'équation 2.3 dans l'équation 2.1, ce qui donne :

$$\omega(t) = \gamma \left[ B_0 + G \left( r_0 + vt + \frac{1}{2}at^2 \right) \right] \quad (2.4)$$

La phase relative du signal RMN est ensuite calculée en intégrant chaque terme séparé de l'équation 2.4 ; ces intégrales sont appelées les moments du gradient de champ magnétique. Les moments zéro, premier et second sont donnés par :

$$\text{Moment zéro : } M_0 = r_0 \int G dt \quad (2.5)$$

$$\text{Premier moment : } M_1 = v \int G t dt \quad (2.6)$$

$$\text{Second moment : } M_2 = \frac{1}{2}a \int G t^2 dt \quad (2.7)$$

Supposons que nous ayons un mouvement uniforme sans accélération ( $a = 0$ ). Nous prenons le cas d'un moment magnétique nucléaire stationnaire, après une impulsion d'excitation RF de  $\pi/2$ , sous l'action d'impulsions de deux gradients de polarités opposées et d'amplitude  $\pm G$ , d'une durée  $\delta$ , séparée d'un temps  $\Delta$  comme le montre la figure 2.4.

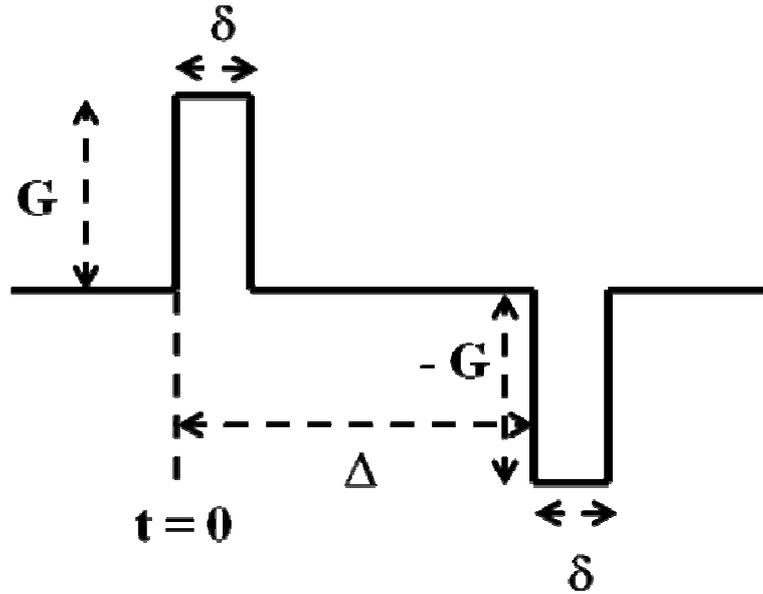


Figure 2.4: Séquence d'impulsions avec un gradient bipolaire d'amplitude  $\pm G$ , de durée  $\delta$  et séparées entre elles de l'intervalle de temps  $\Delta$ .

Le calcul des intégrales 2.5 et 2.6 nous donne :

$$M_0^{\pm G} = \int_0^{\delta} G dt + \int_{\Delta}^{\Delta+\delta} -G dt = 0 \quad (2.8)$$

$$M_1^{\pm G} = \int_0^{\delta} G t dt + \int_{\Delta}^{\Delta+\delta} -G t dt = -G \delta \Delta \quad (2.9)$$

Le déphasage résiduel du signal RMN pour un mouvement uniforme avec une vitesse  $v$  est alors [12]:

$$\phi = -\gamma \delta \Delta G |v| \quad (2.10)$$

L'équation 2.10 montre que la vitesse est proportionnelle au déphasage mesuré. Donc, plus la vitesse est grande, plus la phase de l'aimantation pour l'élément étudié est grande pour un gradient de champ magnétique donné. En pratique, les hétérogénéités de champ magnétique liées à la machine, aux bobines de gradient, aux courants de Foucault sont responsables d'un déphasage supplémentaire  $\Delta\phi$ , et la phase réelle mesurée est donc :

$$\phi = -\gamma \delta \Delta G |v| + \Delta\phi \quad (2.11)$$

Il existe donc un biais de mesure empêchant la mesure exacte de  $\phi$ . Pour mesurer directement  $\phi$ , deux méthodes ont été développées : la vélocimétrie par cartographie de phase (VCP) et la vélocimétrie par transformation de Fourier (VTF) [13].

### ***2.1.2.1 La vélocimétrie par cartographie de phase (VCP)***

Dumoulin et Hart [14] ont proposé une méthode pour éliminer le déphasage indépendant de la vitesse en acquérant deux images au même moment. Le premier signal est acquis avec un gradient positif puis négatif (mesurant  $+\phi + \Delta\phi$ ), le second signal avec un gradient, de signe opposé (mesurant  $-\phi + \Delta\phi$ ). La soustraction des deux images de phase est ensuite réalisée afin d'éliminer la dispersion de phase, liée aux hétérogénéités de champ magnétique :

$$(+\phi + \Delta\phi) - (-\phi + \Delta\phi) = 2\phi \quad (2.12)$$

De nombreux travaux ont rapporté la validité des mesures de vitesse ainsi réalisées : dans un écoulement laminaire, les erreurs sur la mesure de la vitesse sont faibles, de l'ordre de 2% de la vitesse moyenne [15, 16, 17].

Après avoir fait la différence des deux images, on élimine le biais  $\Delta\phi$  et l'image résultante contient les informations quantitatives nécessaires pour produire une cartographie de vitesse. Les valeurs de phase individuelles dans chaque pixel sont ensuite converties directement en vitesses à partir de l'équation 2.10.

La figure 2.5(a) illustre les résultats de Ku et al. [18] et montre la valeur mesurée par IRM et la valeur théorique pour un écoulement dans un tube de longueur 1.83 m et de diamètre interne 2 cm. Une régression linéaire, entre les valeurs mesurées et les valeurs théoriques donne un coefficient de corrélation de 0.974, ce que montre la figure 2.5(b).

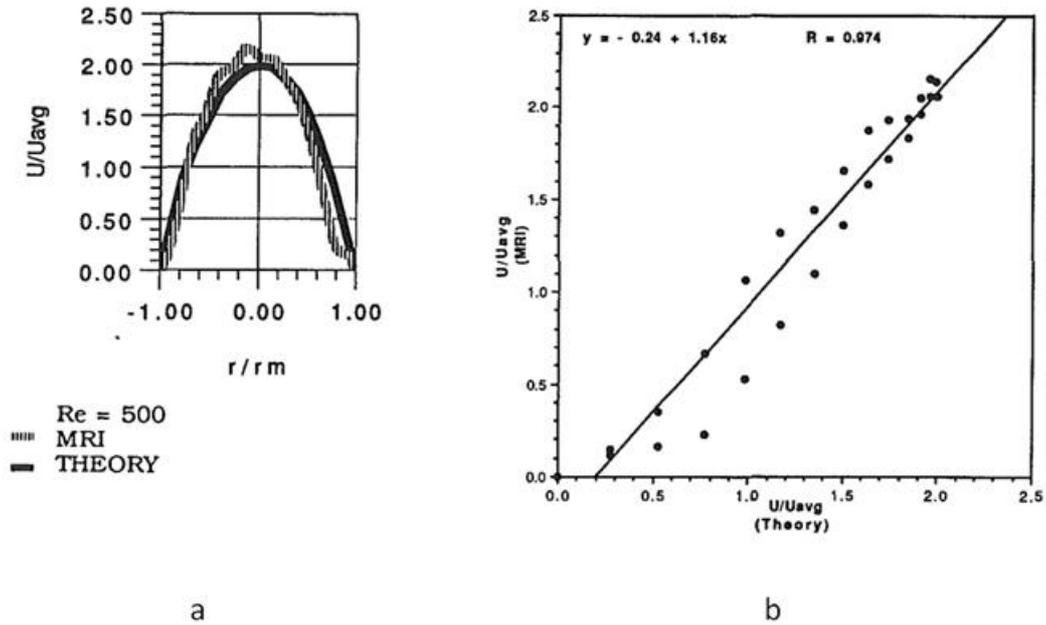


Figure 2.5: a) Profils de vitesse mesurés par MRI et la parabole théorique, pleinement développée à travers un tube droit pour un nombre de Reynolds de 500. b) Corrélation entre les valeurs de vitesses par MRI et théoriques pris de la figure 2.5(a). D'après Ku et al. [18].

### 2.1.2.2 La Vélocimétrie par Transformation de Fourier (VTF)

Cette méthode a été appliquée expérimentalement pour la première fois par Redpath et al. [19] en 1984. Ensuite, Constantinesco et al. [20] ont publié une étude théorique sur le même principe. Elle utilise  $n$  pas de gradient de codage de vitesses d'amplitudes différentes (incrémentations successive du gradient de codage de phase). On obtient alors  $n$  mesures de phase. La fréquence correspondante est obtenue par une transformation de Fourier. Chaque mesure d'angle est la somme de la phase liée à la vitesse et au déphasage  $\Delta\phi$ . Par contre ce déphasage  $\Delta\phi$  ne modifie pas la valeur de la fréquence calculée après la transformation de Fourier. La précision de la mesure de vitesse dépend du nombre de pas de gradient. Tasu et al. [13] ont proposé une méthode d'interpolation pour réduire le nombre d'incrémentations.

En réalité la VTF permet d'obtenir un rapport signal sur bruit supérieur à celui de la VCP, à temps d'acquisition égale [21]. A titre d'exemple, pour 2 excitations en VCP et 4 pas différents en VTF, le rapport vitesse sur bruit de l'image sera 2,12 fois plus grand pour la VTF que pour la VCP.

Dans toutes nos mesures, nous avons utilisé l'imagerie de vitesse par mesure de la phase car notre objectif est de mesurer des vitesses en milieu poreux ; l'imagerie par la séquence de tagging est alors inadaptée. En effet, le signal de la matrice solide étant nul ainsi que le signal du marquage, nous ne pouvons pas différencier le marquage dans un milieu poreux.

Les gradients bipolaire peuvent être insérer dans une séquence d'écho de gradient pour mesurer une vitesse d'écoulement.

### ***2.1.2.3 Séquence par écho de gradient avec gradient bipolaire.***

La séquence par écho de gradient avec gradient bipolaire (figure 2.6) est construite à partir d'une séquence d'écho de gradient d'où l'absence de l'impulsion RF à  $\pi$  [36]. L'application d'un gradient bipolaire permet un marquage des spins en mouvement. Le décalage de phase,  $\Delta\phi$  est proportionnel à la vitesse des spins dans la limite d'un angle de  $360^\circ$  soit  $\pm 180^\circ$ . Comme nous le verrons par la suite, une vitesse qui entraîne un déphasage supérieur à  $180^\circ$  sera repliée. Il est donc nécessaire de connaître l'ordre de grandeur de la vitesse maximale à mesurer. Nous pouvons ainsi définir la vitesse,  $V_{enc}$  (vitesse maximale d'encodage), qui produira un déphasage inférieur ou égale à  $180^\circ$  :

$$V_{enc} = \frac{\pi}{\gamma \Delta m_1} \quad (2.13)$$

avec  $\Delta m_1 = \Delta \delta G$

$$v = \frac{\Delta\phi}{\pi} V_{enc} \quad (2.14)$$

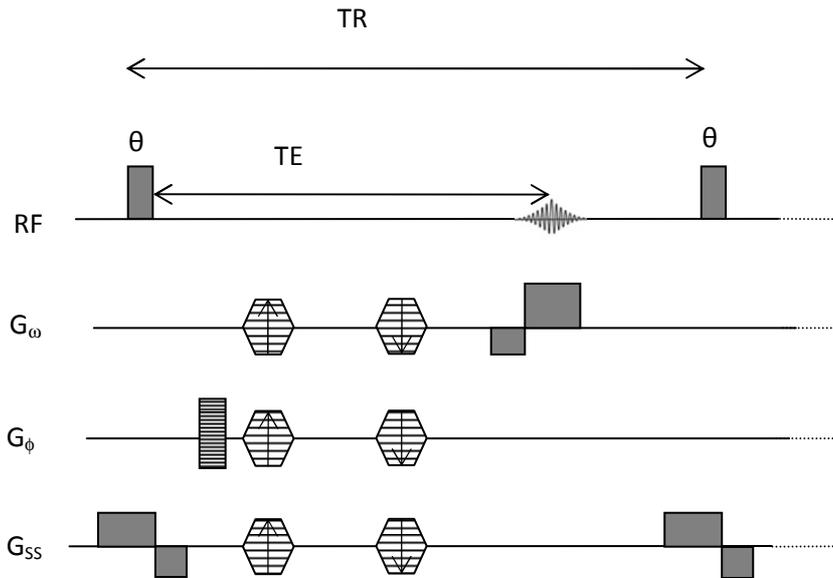


Figure 2.6 : Séquence par écho de gradient avec gradient bipolaire avec une impulsion RF inférieure à  $90^\circ$ .  $G_{SS}$ ,  $G_\phi$ ,  $G_\omega$  sont les gradients de sélection de tranche, d'encodage de phase et de fréquence respectivement.

Le gradient d'encodage de vitesse (Flow encoding) peut être appliqué suivant les 3 directions. Mais ce qui nous intéresse dans nos études est la mesure de la vitesse suivant le sens de l'écoulement si bien que le gradient pour nos expériences a été placé suivant la sélection de tranche (direction de l'écoulement). Le changement de premier moment  $\Delta m_1$  entre les deux lobes des gradients bipolaires détermine la vitesse d'encodage.  $V_{enc}$  est le paramètre bornant la vitesse mesurable. Il doit être suffisamment élevé (25% au-dessus de la vitesse maximale d'écoulement) pour éviter tout phénomène d'aliasing (ce phénomène sera détaillé dans le paragraphe suivant). Finalement, la valeur de la vitesse d'encodage  $V_{enc}$  doit être choisie en fonction de la vitesse maximale d'écoulement de sorte que toute vitesse  $v$  vérifie :  $-V_{enc} < v < V_{enc}$ .

Pour mesurer les vitesses d'écoulement en milieu poreux (chapitre 5), nous avons utilisé la séquence à base d'écho de spin car la séquence à base d'écho de gradient est très sensible aux interfaces solide-liquide puisqu'elle utilise la technique d'écho de gradient.

#### 2.1.2.4 Phénomène de repliement (aliasing)

La grandeur mesurée par la méthode de contraste de phase est la phase (un angle en radian). Cela revient à répartir les vitesses sur un cercle où toutes les valeurs d'angles mesurables ( $-\pi$  et  $+\pi$ ) sont représentées. Chaque valeur d'angle correspondra à une valeur de vitesse. Au-delà de  $+\pi$ , les valeurs de vitesse seront replacées sur le cercle avec une erreur de mesure de  $-2\pi$  [22, 23]: il y a un phénomène de repliement de phase (aliasing) dans la mesure. D'après l'équation 2.10, la phase est proportionnelle à la vitesse et/ou à la puissance de gradient. En augmentant le débit de l'écoulement ou la puissance de gradient, le phénomène d'aliasing augmente [24]. La figure 2.7 montre l'effet d'aliasing que nous avons obtenu en augmentant la puissance de gradient pour une même vitesse débitante de 1.95 cm/s. Les images ont été réalisées avec la séquence PGSE dans un tube de longueur 2 m et de diamètre intérieur 1.1 cm.

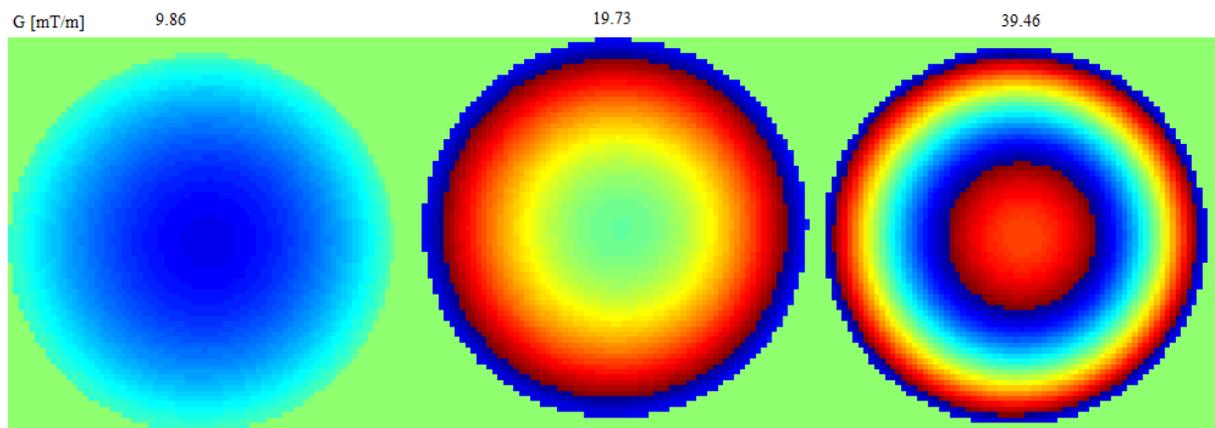


Figure 2.7: 3 images obtenues par la séquence PGSE pour un écoulement dans un tube de diamètre intérieur 1.1 cm. Le phénomène d'aliasing augmente avec l'augmentation de la puissance de gradient.

## 2.2 Mesures de vitesse par IRM en milieu poreux

Dans cette section, nous présentons un état de l'art sur la mesure de vitesse en milieu poreux faite par IRM. L'IRM nous permet de mesurer des vitesses interstitielles entre les grains du milieu poreux mais également des vitesses moyennes (vitesse de Darcy). La mesure d'une vitesse interstitielle nécessite l'utilisation d'une coupe (sélection de tranche) plus petite

que la taille des particules. La mesure d'une vitesse moyenne (Darcy) nécessite l'utilisation d'une coupe (sélection de tranche) beaucoup plus grande que la taille des particules.

### *2.2.1 Mesures de vitesses interstitielles*

Ren et al. [25] ont étudié par IRM, l'effet du rapport du diamètre du tube sur le diamètre de particule ( $dt/dp$ ) sur la vitesse d'écoulement, en utilisant une séquence d'écho de spin avec des gradients de compensation de vitesse. Ils ont utilisé des billes de verre avec 4 différents diamètres (2, 4, 7, 14 mm), empilées dans un tube de diamètre de 19 mm. Ils ont observé l'existence d'écoulements privilégiés (vitesse maximale) à la surface du tube. Ces vitesses maximales sont séparées par des zones de vitesses faibles dues à l'ordonnement des billes de verre à différentes positions radiales dans le tube [26]. L'augmentation du rapport  $dt/dp$  fait croître l'effet de moyenne, ce qui entraîne une distribution de vitesse plus uniforme. Une caractéristique importante qu'ils ont mise en évidence est l'existence de vitesses négatives. Ils ont attribué ces vitesses négatives à des recirculations. Ce qui est surprenant c'est qu'ils observent que ces vitesses négatives deviennent plus importantes avec l'augmentation du rapport  $dt/dp$ . Ceci apparaît clairement pour les images qu'ils obtiennent avec un rapport de 9.5 [25]. Ce point en effet semble critiquable puisque l'accroissement du rapport  $dt/dp$  fait tendre la vitesse vers la vitesse moyenne (Darcy), ce qui rend les vitesses négatives non décelables.

Ils ont obtenu des erreurs relatives qui varient de 2 à 15% entre la vitesse moyenne mesurée par pesée et celle mesurée par IRM. Ils ont constaté que les erreurs augmentent avec la diminution de la taille des billes en raison de la différence de susceptibilité magnétique entre l'eau et les billes de verre conduisant à des images de plus mauvaise qualité. Sederman et al. [27] ont étudié l'effet de la longueur du tube sur la distribution de vitesse dans un empilement de bille de diamètre 5 mm. Ils ont utilisé deux longueurs de tube de 4.5 cm et 70 cm. La colonne plus longue (70 cm) montre que les billes sont plus ordonnées. Les images obtenues dans les tubes montrent des variations locales de flux. Il existe des zones de vitesses élevées en proche paroi et dans les interstices entre les billes. En raison de l'effet ordre qui est présent dans le tube le plus long, les vitesses élevées en proche paroi sont plus visibles que dans le tube court.

Kutsovsky et al. [28] ont utilisé une séquence de type PGSE (Pulsed Gradient Spin Echo) qui s'appuie sur la phase de l'aimantation pour mesurer la vitesse d'écoulement du fluide. En choisissant une épaisseur de tranche relativement fine (2 mm) par rapport à la taille des particules (6 mm), ils ont obtenu des visualisations pour lesquelles les voxels contiennent presque uniquement soit une phase solide soit une phase liquide en mouvement. Du point de vue méthodologique, cette situation est assez similaire à celle de l'écoulement de Poiseuille dans un tube. Compte tenu de la faible taille des voxels, les spins d'un même voxel se déplacent sensiblement à la même vitesse. Ils ont mis en évidence des écoulements préférentiels dans les pores formés par deux billes et la paroi du tube, ce phénomène est dû à l'ordonnement des billes près des parois du tube. Les vitesses interstitielles entre les particules dépendent de la taille des pores et elles sont maximales au centre des pores. Elles peuvent atteindre 3 à 4 fois la vitesse moyenne débitante. Cependant, l'erreur relative entre la mesure directe et par IRM était au mieux de 10%. La distribution de vitesse (figure 2.8 a) montre que l'accroissement du débit à travers le milieu poreux fait augmenter les vitesses interstitielles positives et diminuer les zones stagnantes autour des billes.

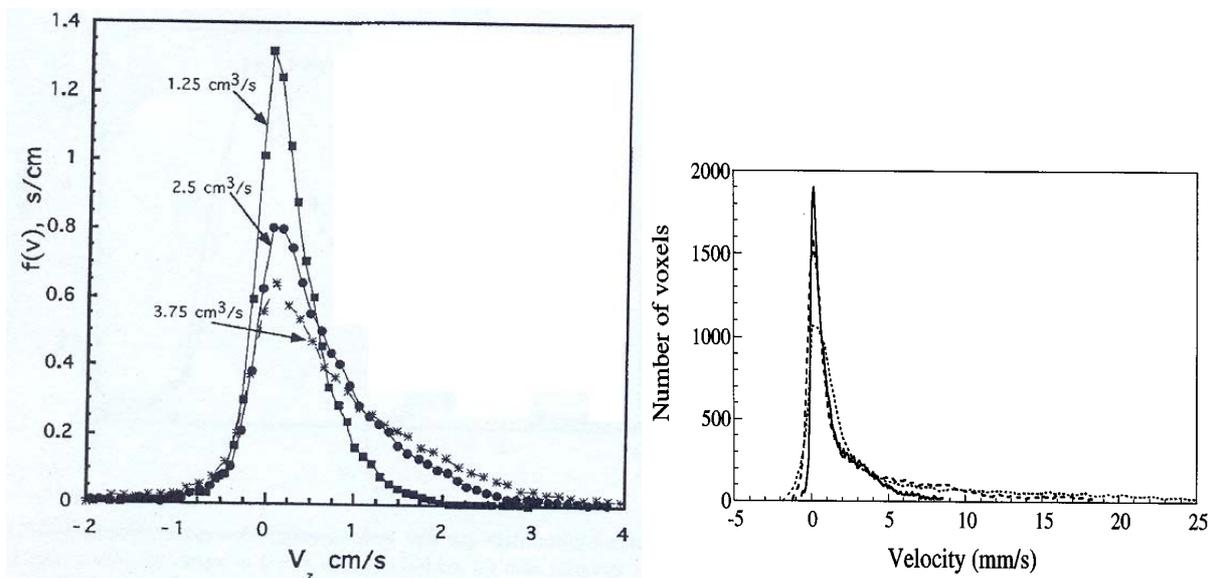


Figure 2.8 :a) Distribution de vitesse axiale obtenue dans un tube de 4 cm de diamètre rempli par un empilement de billes de 6 mm pour trois différents débits : 1.25, 2.5 et 3.75 cm<sup>3</sup>/s [28.] b) Distribution de vitesse axiale obtenue dans un tube de 4.6 cm de diamètre rempli par un empilement de billes de 5 mm pour trois différents débits : 1 (—), 2 (---) et 4 (····) cm<sup>3</sup>/s [29].

Par ailleurs, la distribution de vitesse (figure 2.8 a) montre l'existence de vitesses négatives. Kutsovsky et al. ont attribué ces vitesses négatives à des recirculations puisqu'ils ont travaillé avec des nombres de Reynolds supérieurs à 1 (14.9, 29.9 et 44.8).

Les nombres de Reynolds sont calculés suivant :

$$\text{Re} = \frac{\langle v \rangle^F d_p \rho}{\mu} \quad (2.15)$$

où  $\rho$  et  $\mu$  sont la masse volumique et la viscosité dynamique de l'eau,  $\langle v \rangle^F$  est la vitesse interstitielle moyenne du fluide (F) dans une section du tube qui contient des billes de diamètre  $d_p$ .

Cependant, ils n'ont pas observé de transition de l'écoulement de Stokes vers l'écoulement inertiel. Ces observations sont contradictoires puisque si l'origine de ces vitesses négatives était des recirculations, il y aurait nécessairement eu une transition de l'écoulement de Stokes vers l'écoulement inertiel. De plus, ils auraient observé sur la distribution de vitesse (figure 2.8 a) une augmentation des recirculations avec le nombre de Reynolds.

Contrairement à Kutsovsky, Johns et al. [29] ont trouvé que la distribution de vitesse entre les billes est plus hétérogène d'après des mesures de vitesses par IRM dans un empilement de billes non-consolidés de diamètre 5 mm. Ils ont montré que les vitesses négatives (figure 2.8 b) ne varient quasiment pas avec l'augmentation du nombre de Reynolds dans la gamme ( $\text{Re} = 3.6, 7.2$  et  $14.5$ ). En revanche, les effets inertiels apparaissent pour des nombres de Reynolds élevés. Ils ont observé par IRM que la transition se fait pour des nombres de Reynolds environ égales à 30. Le nombre de Reynolds est calculé suivant :

$$\text{Re} = \frac{\langle v \rangle^F D_p \rho}{\mu} \quad (2.16)$$

où  $\rho$  et  $\mu$  sont la masse volumique et la viscosité dynamique de l'eau,  $\langle v \rangle^F$  est la vitesse interstitielle moyenne du fluide (F) dans une section du tube qui contient des pores de diamètre  $D_p$ .

### 2.2.2 Vitesses moyennes

La mesure des vitesses moyennes par IRM est plus difficile à effectuer que la vitesse interstitielle dans le milieu poreux. Afin de se rapprocher des milieux poreux réels et aussi pour avoir un volume élémentaire représentatif, il faut augmenter la sélection de tranche et diminuer la taille des particules. Dans ce cas où la sélection de tranche est plus grande que la

taille des particules, chaque voxel de l'image contient à la fois une phase liquide et une phase solide.

La figure 2.9 montre un exemple de deux types de voxels : occupé et partiellement occupé. La phase liquide est représentée par les zones ombrées et la phase solide par les zones non ombrées. Les voxels B et C représentent une seule phase (solide ou liquide) et sont appelés voxels totalement occupés. Le voxel A présente deux phases (solide et liquide) et est appelé voxel partiellement occupé.

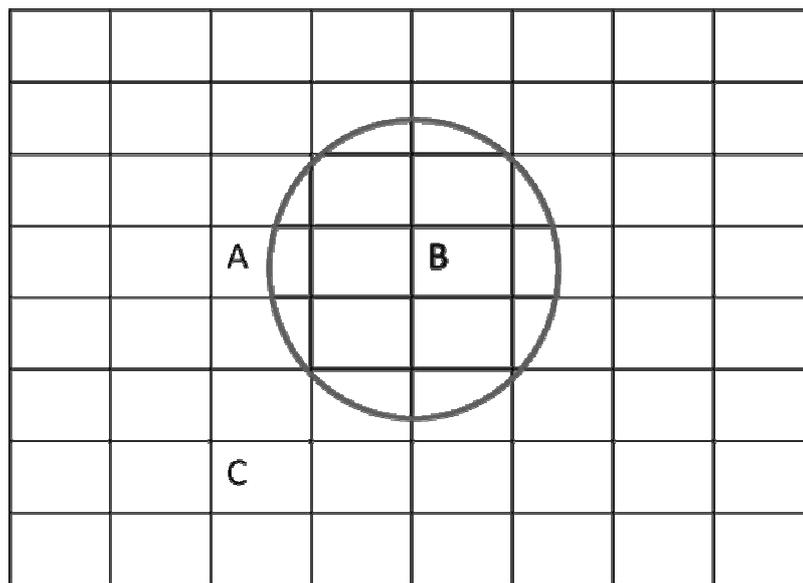


Figure 2.9 : schéma illustrant l'effet de volume partiel. La phase liquide est représentée par les zones ombrées et la phase solide par les zones non ombrées. Les voxels B et C présentent une seule phase. Le voxel A présente deux phases solide et liquide, il est appelé voxel partiellement occupé.

Le signal RMN du voxel A est atténué en raison du mélange de deux phases conduisant à ce qu'on appelle un effet de "volume partiel". Comme le solide ne renvoie pas de signal RMN, la mesure quantitative de la vitesse moyenne va être entachée d'erreur en présence du voxel A [30]. Cependant, il n'existe pas d'erreur dans les voxels B et C puisqu'ils sont occupés par une seule phase (solide ou liquide).

Afin d'avoir une mesure quantitative précise, il faut corriger le signal dans les voxels partiellement occupés de l'image.

Rajanayagam et al. [31] ont mesuré des vitesses en milieu poreux en utilisant une séquence à base d'écho de spin avec un gradient bipolaire. Ces mesures ont été faites dans un dispositif annulaire (figure 2.10). Le fluide (l'eau) traverse le tube central de diamètre 8 mm

et ensuite revient en sens inverse au travers de l'espace annulaire de diamètre intérieur 12 mm.

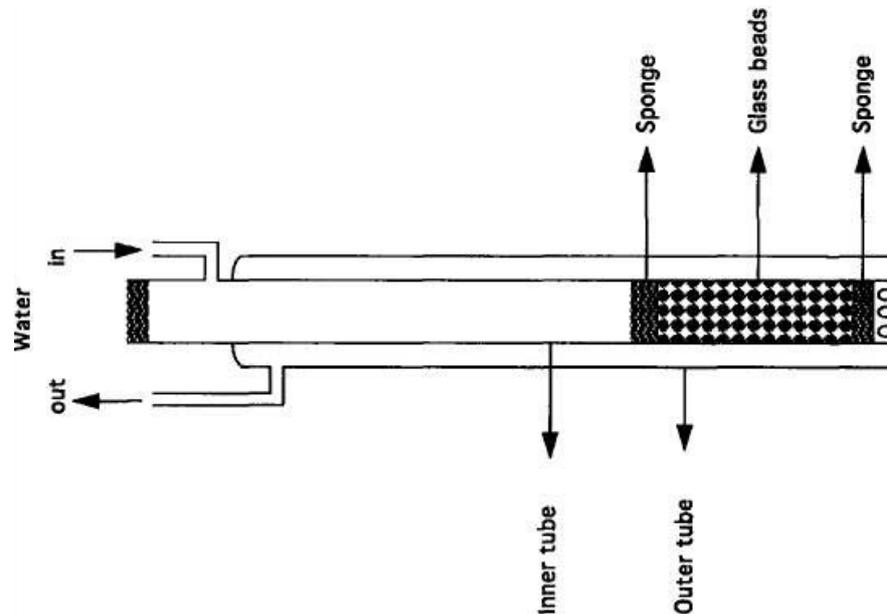


Figure 2.10 : Dispositif annulaire utilisé pour mesurer la vitesse en milieu poreux. Le fluide (eau) traverse le tube central qui contient le milieu poreux de diamètre 8 mm et ensuite revient en sens inverse au travers de l'espace annulaire de diamètre intérieur 12 mm [31].

Les résultats obtenus montrent que les mesures de débits dans l'empilement de billes par IRM sont systématiquement plus élevées que les valeurs mesurées directement. Cette différence augmente avec la diminution de la taille de particules pour la même sélection de tranche. Ils ont attribué cette erreur à l'effet de "volume partiel". Ils ont proposé une méthode indirecte pour corriger l'erreur qui provient de cet effet en utilisant un programme de traitement d'images. Pour cela, ils ont appliqué aux images un seuil (suppression des signaux trop faibles) pour éliminer le bruit de fond. La figure 2.11 représente le débit volumique en fonction de la valeur du seuil, pour un milieu constitué avec des billes de 0.98 mm de diamètre. L'image correspondant à cet écoulement a été réalisée avec une sélection de tranche de 1 mm et pour un débit volumique de  $5.093 \text{ mm}^3/\text{s}$ . Ils ont tracé le débit volumique dans la section poreuse ainsi que dans la section annulaire en fonction de la valeur du seuil. La ligne horizontale correspond au débit volumique imposé au travers du dispositif.

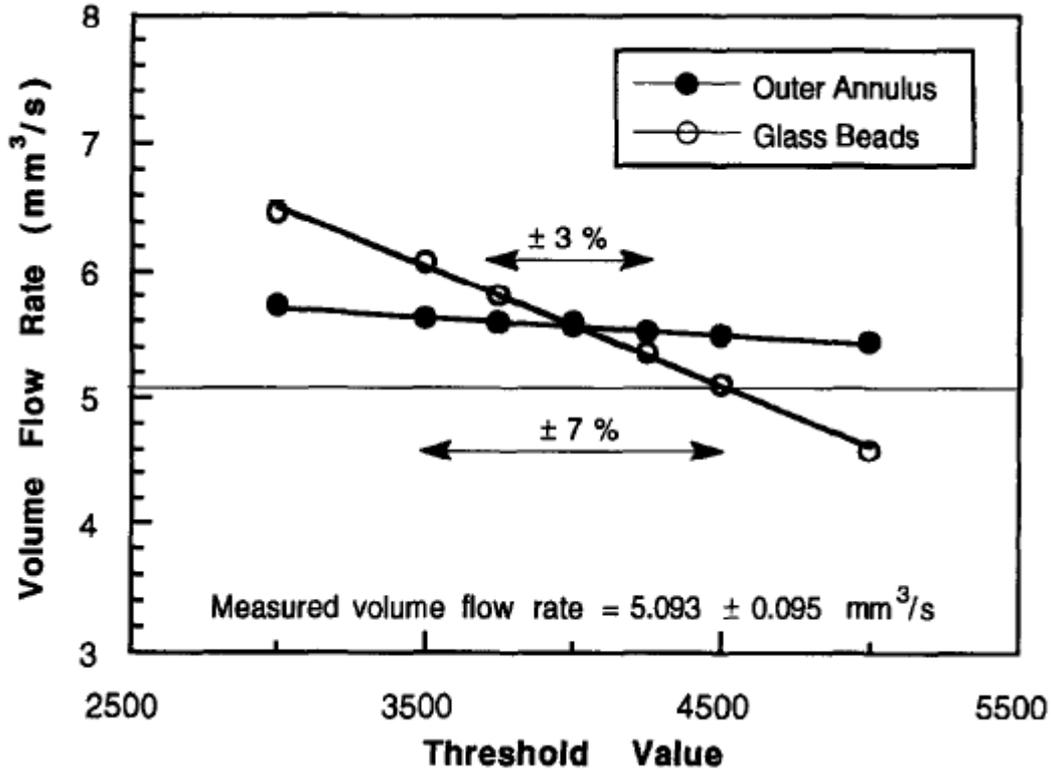


Figure 2.11 : Débit volumique mesuré par IRM en fonction de la valeur du seuil, pour des billes de 0.98 mm de diamètre. La ligne horizontale correspond au débit volumique imposé au travers du dispositif [31].

L'augmentation du niveau de seuillage se traduit par une diminution du débit volumique mesuré par IRM en raison de la suppression du signal provenant d'un certain nombre de voxels. La valeur optimale du seuil se trouve au croisement des deux courbes expérimentales (annulaires et poreuses). Ils ont choisi le croisement de ces droites pour que le débit traversant toute l'image soit nul et dans le but de réduire l'effet de volume partiel pour produire des mesures de flux quantitatives. Ce qui est surprenant sur la figure 2.11 est que le débit volumique dans l'espace annulaire diminue avec l'augmentation de la valeur du seuil, alors sur les bords du tube il existe l'effet de volume partiel. Cela traduit que l'application du seuil élimine aussi des signaux provenant des spins de l'eau en mouvement. L'inconvénient de cette correction est la nécessité d'ajuster manuellement la valeur du seuil pour chaque image. L'erreur relative entre le débit imposé et la valeur mesurée par IRM n'excède pas 10%. Cette erreur relative est beaucoup plus importante pour des mesures sur des empilements de petites billes (1 mm de diamètre) où elle atteint 9%, que pour des billes de plus gros diamètre (1.8 mm et 3.1 mm), où elle reste inférieure à 4%.

Shattuck et al. [32] ont réalisé des images par IRM dans un empilement de billes acryliques de 3175  $\mu\text{m}$  mais sans faire une analyse quantitative. Ils ont observé des écoulements privilégiés (vitesses élevées) en proche paroi du tube puis les vitesses deviennent uniformes en allant vers le centre du tube. Ils ont attribué les fluctuations de vitesse en proche paroi à l'agencement des billes. Ils ont ainsi montré qu'il existe une relation entre les images de vitesses et les images d'intensité (image de porosité).

Par ailleurs, Merrill [33] a mesuré la porosité dans un échantillon de grès par une séquence d'écho de spin. Il a observé que la porosité ne présente pas une distribution normale mais une distribution gaussienne bimodale où 60% de l'échantillon présente une porosité moyenne de 0.221 et 40% de l'échantillon présente une porosité moyenne de 0.185. La mesure de vitesse à travers cet échantillon est réalisée par la séquence PGSE. La vitesse moyenne a été calculée en divisant la somme des vitesses par le nombre de points à une valeur donnée de la porosité. Il a ainsi montré l'existence d'une relation linéaire entre la vitesse moyenne et la porosité.

De plus, Chen et al. [34] ont mesuré des vitesses moyennes en utilisant la séquence PGSE. Ces mesures ont été faites dans un milieu formé par des billes de diamètre variant entre 0.13 et 0.32 mm en utilisant une sélection de tranche de 10 mm. Ils ont montré la nécessité de diviser la vitesse moyenne par la porosité moyenne pour avoir une mesure de vitesse quantitative. Leur erreur relative était de 8%. La vitesse a été déterminée à partir de la pente de la droite reliant la phase à la puissance de gradient (équation 2.11). La droite a été construite pour des gradients variant entre -10.8 G/cm et + 10.8 G/cm.

Dans l'étude de Rajanayagam, il aurait été préférable de diviser le débit par la porosité pour obtenir une mesure quantitative au lieu d'appliquer un seuil qui élimine des signaux provenant des spins en mouvement.

Comme la vitesse est modifiée par la porosité, il convient de se demander si la correction peut se faire seulement par la porosité moyenne.

La vitesse dans les milieux poreux est faible, donc la mesure présente beaucoup de bruit. Afin d'augmenter le rapport signal sur bruit, il est nécessaire d'augmenter la puissance des gradients ( $G$ ). Pour un ensemble de spin se déplaçant à une vitesse uniforme, le déphasage

moyen attendu est proportionnel au premier moment du gradient ( $G\delta\Delta$ ). Cependant Chang et al. [35] ont montré, dans un empilement de billes de 0.2 mm de diamètre et en utilisant une sélection de tranche de 5 mm, que le déphasage n'est plus proportionnel pour les fortes valeurs du premier moment du gradient. La figure 2.12 représente, le déphasage en fonction du premier moment de l'encodage de vitesse ( $\delta\Delta G$ ). Les mesures ont été faites pour deux temps d'observation (temps qui sépare les deux impulsions de gradient)  $\Delta = 100$  et 750 ms. Il y a une déviation de la linéarité plus rapide lorsque le temps d'observation est plus court.

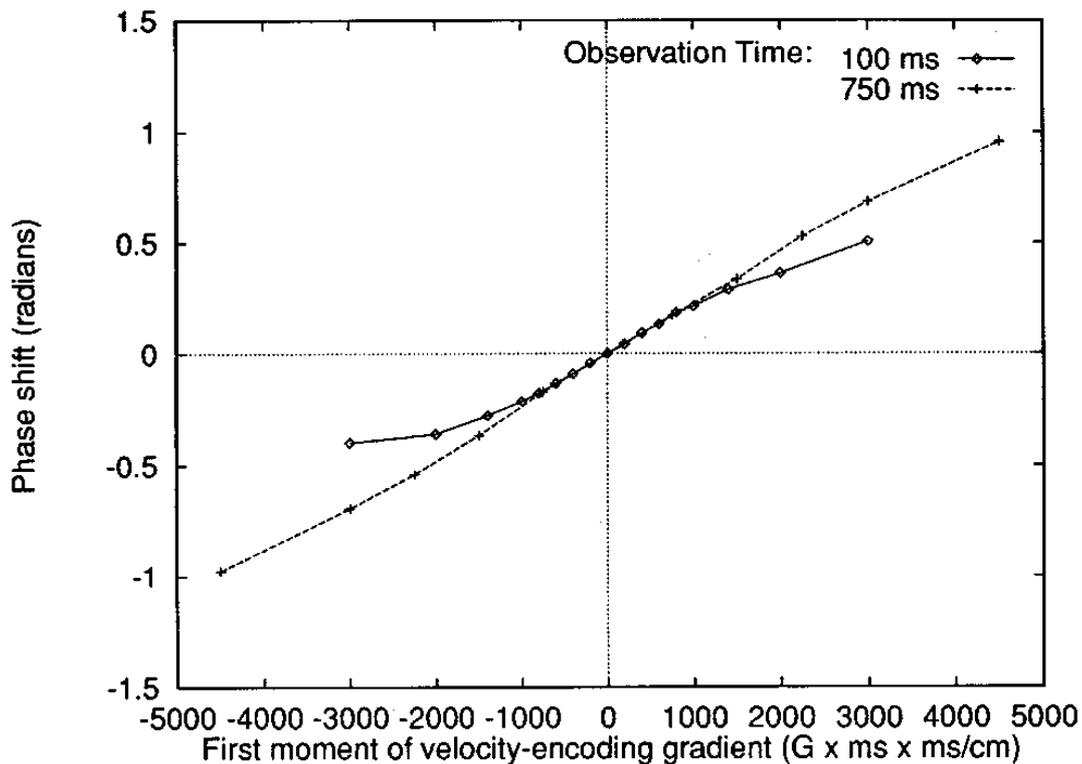


Figure 2.12 : Représentation de la phase en fonction du premier moment de l'encodage de vitesse obtenue pour une image où les voxels sont plus larges que le diamètre des billes (0.2 mm) [35].

Ils ont ainsi montré que la distribution de vitesse est asymétrique et dominée par des composantes de faibles vitesses à court  $\Delta$ , et évolue vers une forme plus symétrique avec l'augmentation de la valeur de  $\Delta$ . Lorsque la diffusion moléculaire se produit en présence de gradients de vitesse, le déplacement de la molécule le long de la direction de l'écoulement ne sera plus représenté par une seule ligne de courant, mais plutôt par la moyenne de nombreuses lignes de courant. La vitesse moyenne ainsi déterminée est indépendante de  $\Delta$  par contre la forme de la distribution de la vitesse dépend de  $\Delta$ . Ils ont également montré que la déviation

de la linéarité est plus rapide ( $\pm 0.18$  radian) dans un échantillon de grés que dans l'empilement de billes. La déviation de la linéarité ne peut pas être expliquée uniquement par la forme de la distribution de vitesse qu'elle soit asymétrique ou non.

## 2.3 Conclusion

L'objectif de cette thèse est d'utiliser l'IRM afin d'obtenir des mesures non destructives et quantitatives dans des milieux poreux. Comme la méthode de tagging ne semble pas pertinente pour mesurer la vitesse en milieu poreux, nous avons utilisé la méthode de contraste de phase dans cette étude.

En utilisant la méthode de contraste de phase pour mesurer la vitesse, une erreur de mesure, nommée repliement de phase, peut se produire lorsque la phase (rad) qui est la grandeur mesurée par IRM dépasse le  $\pi$  rad. Il est judicieux de corriger cette erreur afin d'avoir une analyse quantitative.

La structure du milieu poreux influence le transport dans ces milieux. L'augmentation du nombre de Reynolds fait diminuer les zones stagnantes et accroître les vitesses positives dans l'espace des pores. Les effets inertiels sont supposés devenir importants par rapport aux effets visqueux aux nombres de Reynolds supérieurs à 1 et il y aura une déviation de l'écoulement de Stokes vers un écoulement inertiel. L'existence de vitesses négatives correspond alors à l'apparition de recirculations et l'augmentation du nombre de Reynolds fait accroître ces vitesses négatives. La question est donc de savoir s'il est possible d'observer par IRM des recirculations et si oui à partir de quelle valeur du nombre de Reynolds ?

Les images obtenues par la méthode de contraste de phase présentent un effet de volume partiel lorsqu'un voxel contient à la fois une phase liquide et une phase solide. Les voxels contenant un mélange de deux phases présentent un signal plus faible que les voxels contenant seulement la phase liquide en raison que les particules solides ne renvoient pas de signal. Afin d'avoir des mesures de vitesse précises en milieu poreux, il faut corriger l'effet de volume partiel en divisant la vitesse par la porosité du milieu. Cependant, la porosité dans une section n'est pas constante en allant du bord vers le centre de l'image mais présente une variation. On peut alors se demander si la correction peut se faire seulement avec une porosité moyenne.

Pour augmenter la sensibilité de la mesure de vitesse par IRM, il est indispensable d'augmenter la puissance des gradients. En principe il existe une relation linéaire entre le déphasage moyen et la puissance des gradients. A une vitesse donnée, il faut que la relation reste linéaire pour toutes les puissances de gradients pour avoir une mesure de vitesse précise.

Cependant, il y a une déviation de la linéarité aux fortes puissances des gradients. On peut donc se demander à quoi correspond la déviation à la linéarité.

## Bibliographie

1. Singer J.R. Blood flow rates by NMR measurements. *Science* 130 (1959) 1652-1653
2. Pope J.M., Yao S. Flow-selective pulse sequence. *Magn. Reson. Imaging*. 11: 585-591, 1993.
3. Mosher T.J., Smith M.B. A DANTE tagging sequence for the evaluation of translational sample motion. *Magn. Reson. Med.* 15: 334-339, 1990.
4. Moser K.W., Georgiadis J.G., Buckius R.O. On the use of optical flow methods with spin-tagging Magnetic Resonance Imaging. *Annals of Biomedical Engineering*. 29: 9-17, 2001.
5. Newling B. Gas flow measurements by NMR. *Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy*. 52: 31-48, 2008.
6. Koptyug I.V., Matveev A.V., Altobelli S.A. NMR studies of hydrocarbon gas flow and dispersion. *Appl. Magn. Reson.* 22: 187-200, 2002.
7. Nesbitt G.J., de Groot A., Fens T.W., Bonnie J.H.M., Towards validation of porous media models using NMR imaging and image-analysis techniques. *Magnetic Resonance Imaging* .9: 779-787, 1991.
8. Pelc N.J., Sommer F.G., Li K.C., Brosnan T.J., Herfkens R.J., Enzmann D.R., Quantitative magnetic resonance flow imaging. *Magnetic Resonance Quarterly*. 10:125-147, 1994.
9. Bittoun J., Bourroul E., Jolivet O., Idy-Peretti I., Mousseaux E., Tardivon A. Peronneau P. High-precision MR velocity mapping by 3D-Fourier phase encoding with a small number of encoding steps. *Magn. Reson. Med.* 29: 674-680, 1993.
10. Feinauer A., Altobelli S. A., Fukushima E. NMR measurements of flow profiles in a coarse bed of packed spheres. *Magn. Res. Imaging*. 15: 479-487, 1997.
11. Mantle M.D., Sederman A.J. Dynamic MRI in chemical process and reaction engineering. *Progress in Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy*, 43 : 3-60, 2003.
12. Moran P.R. A flow velocity zeugmatographic interlace for NMR imaging in humans. *Magn. Res. Imaging*. 1: 197-203, 1982.
13. Tasu J.-P., Bléry M., Bittoun J. Principes de mesure de la vitesse en IRM et principales applications cliniques. *Feuillets de Radiologie*, no 2, 40, 136-146, 2000.
14. Dumoulin C.L., Hart H.R. Magnetic Resonance Angiography. *Radiology*; 161: 717-720, 1986.

15. Kondo C., Caputo GR., Semelka R., Foster E., Shimakawa A., Higgins CB. Right and left ventricular stroke volume measurements with velocity – encoded cine MR imaging – in vitro and in vivo validation. *Am J Roentgenol.* 157: 9 – 16, 1991.
16. Van Rossum A.C., Sprenger M., Visser F.C., Peels H., Valk J., Roos JP. An in vivo validation of quantitative blood flow imaging in arteries and veins using magnetic resonance phase – shift techniques. *European Heart Journal.* 12: 117-126,1991.
17. Oshinski J.N. Ku D.N. Accuracy of magnetic resonance phase velocity encoding for laminar and turbulent flow. *American society of mechanical engineers, Bioengineering division.* 20: 21-23, 1991.
18. Ku D.N., Biancheri C.L., Pettigrew R.I. Peifer J.W., Markou C.P., Engels H. Evaluation of magnetic resonance velocimetry for steady flow. *J. of biomechanical engineering.* 112: 464-472, 1990.
19. Redpath T.W., Norris D.G., Jones RA, Hutchinson J.M.S. A new method of NMR flow imaging. *Phys Med Biol.* 29: 891- 895, 1984.
20. Constantinesco A., Mallet J.J., Bonmartin A., Lallot C., Briguet A. Spatial or flow velocity phase encoding gradients in NMR imaging. *Magn. Reson. Imaging,* 2: 335 – 340,1984.
21. Caprihan A., Icenogle M.V. A weighted least-squares method for nuclear magnetic resonance velocity imaging. *Magn Reson Med.* 29 : 512-520, 1993.
22. Florez Y. N., Moratal D., Forner J., Marti-Bonmati L., Arana E., Guajardo-Hernandez U., Millet-Roig J. Semiautomatic analysis of phase contrast magnetic resonance imaging of cerebrospinal fluid flow through the aqueduct of Sylvius. *Magn. Reson. Mater Phys.* 19: 78-87, 2006.
23. Elkins J.C., Alley M.T. Magnetic resonance velocimetry: applications of magnetic resonance imaging in the measurement of fluid motion. *Exp. Fluids.* 43: 823-858, 2007.
24. Raghavan K., Park J.C., Pavlovskaya G.E., Gibbs S.J. Rapid analysis of nonuniformly sampled pulsed field gradient data for velocity estimation. *Magn. Res. Imaging.* 19: 697-701, 2001.
25. Ren X., Stapf S., Blümich B. NMR Velocimetry of flow in model fixed-bed reactors of low aspect ratio. *AIChE Journal* 51: 392-405, 2005.
26. Ren X., Stapf S., Blümich B. Magnetic Resonance visualization of flow and pore structure in packed beds with low aspect ratio. *Chem. Eng. Technol* 28: 219-225, 2005.

27. Sederman A.J., Johns M.L., Bramley A.S., Alexander P., Gladden L.F., Magnetic resonance imaging of liquid flow and pore structure within packed beds. *Chemical Engineering science*. 52: 2239-2250, 1997.
28. Kutsovsky Y.E., Scriven L.E., Davis H.T., Hammer B.E., NMR imaging of velocity profiles and velocity distributions in bead packs. *Physics of fluids*. 8: 863-871, 1996.
29. Johns M.L., Sederman A.J., Bramley A.S., Alexander P., Gladden L.F., Local transitions in flow phenomena through packed beds identified by MRI. *AIChE Journal*. 46: 2151-2161, 2000.
30. Tang C., Blatter D.D., Parker D.L., Accuracy of phase-contrast flow measurements in the presence of partial-volume effects. *Journal of Magnetic Resonance Imaging*. 3 : 377-385, 1993.
31. Rajanayagam V., Yao S., Pope J.M., Quantitative magnetic resonance flow and diffusion imaging in porous media. *Magnetic Resonance Imaging*. 13:729-738, 1995.
32. Shattuck M., Behringer R. Geordiadis J., Johnson G.A., Magnetic resonance imaging of interstitial velocity distributions in porous media. *Fluids Engineering Division (ASME)*. 125:39-45, 1991.
33. Merrill M.R., Local velocity and porosity measurements inside casper sandstone using MRI. *AIChE Journal*. 40: 1262-1267, 1994.
34. Chen Q., Kinzelbach W., Oswald S. Nuclear Magnetic Resonance Imaging for studies of flow and transport in porous media. *J. Environ. Qual.* 31: 477-486, 2002.
35. Chang C.T.P., Watson A.T., NMR Imaging of flow velocity in porous media. *AIChE Journal*. 45: 437-444, 1999.
36. Doyon D., Cabanis E.A., Iba-Zizen M.T., Roger B., Frija J., Pariente D., Idy-PerettyI. *IRM, Imagerie par Résonance Magnétique*. 2004. Masson (4<sup>e</sup> édition), 800 pages.





## **Chapitre 3 : Mesures par IRM de la structure des milieux poreux**



## Sommaire du chapitre 3

<i>Chapitre 3 : Mesures par IRM de la structure des milieux poreux.....</i>	<i>89</i>
<b>3.1</b> <i>Introduction.....</i>	<b>93</b>
<b>3.2</b> <i>Description du dispositif expérimental.....</i>	<b>95</b>
3.2.1 <i>Dispositif annulaire.....</i>	95
3.2.2 <i>Protocole de préparation des échantillons.....</i>	96
3.2.3 <i>Protocole de saturation des échantillons.....</i>	96
3.2.4 <i>Imageur Biospec 24/40.....</i>	98
<b>3.3</b> <i>Séquence d'imagerie utilisée.....</i>	<b>99</b>
<b>3.4</b> <i>Le traitement des images.....</i>	<b>100</b>
<b>3.5</b> <i>Caractérisation des milieux poreux saturés.....</i>	<b>107</b>
<b>3.6</b> <i>Mesures de porosité dans des empilements de billes en polymère.....</i>	<b>108</b>
3.6.1 <i>Grosses billes et sélection de tranche fine.....</i>	108
3.6.2 <i>Petites billes et sélection de tranche épaisse.....</i>	112
<b>3.7</b> <i>Mesures de porosité dans des empilements de billes de verre.....</i>	<b>115</b>
3.7.1 <i>Mesures sur des empilements de billes de diamètre 3 mm.....</i>	115
3.7.2 <i>Mesures sur des empilements de billes de diamètre 250 <math>\mu</math>m.....</i>	116
3.7.3 <i>Traitement chimique des billes de verre.....</i>	118
<b>3.8</b> <i>Conclusion.....</i>	<b>120</b>
<i>Bibliographie.....</i>	<i>121</i>



### 3.1 Introduction

Les milieux poreux qui nous intéressent sont définis par deux critères : (1) Le matériau doit contenir de petits espaces vides, appelés pores, délimités par une matrice solide. (2) Le matériau doit être perméable à un écoulement de fluide (gaz ou liquide).

Dans ce chapitre, nous cherchons à visualiser la structure et à mesurer la porosité des milieux poreux que nous allons utiliser par la suite dans le chapitre 5. L'étude des écoulements et des transferts de polluants en milieu poreux repose sur la détermination des propriétés du milieu que sont la porosité et la perméabilité. Le paramètre principal décrivant un milieu poreux est la porosité définie par :

$$\varepsilon = \frac{V_p}{V_t} = \frac{\text{Volumedes pores}}{\text{Volumetotal}} \quad (3.1)$$

qui varie entre 0 (solide pur) et 1 (fluide pur).

Bien avant que les techniques d'imagerie se développent, Benenati et al. [1] ont mesuré la porosité dans un empilement de billes sphériques de même diamètre  $d_p$  placé dans un tube cylindrique. Les interstices ont été remplis par une solution d'époxy qui a été solidifiée. Ils ont découpé des tranches concentriques de même masse. Ils ont trouvé que la porosité est de 100% au bord du tube puis 25% après un demi-diamètre de particule. La porosité oscille entre un minimum et un maximum avant de se stabiliser à une porosité moyenne.

Martin et al. [2] ont repris les résultats de Benenati et al. pour construire un modèle à partir de leurs points expérimentaux. Ils proposent deux formes pour l'évolution de la porosité en fonction de la distance à la paroi : la première parabolique en proche paroi et la deuxième sinusoïdale amortie loin de la paroi. Un modèle similaire au modèle de Martin a été produit par Buren et al. [3] à partir d'un lissage des points expérimentaux obtenus par IRM dans un lit de billes de même diamètre. Le modèle montre deux zones pour la porosité : une zone en proche paroi, avec un profil de porosité parabolique [4, 5], et une zone au centre du milieu qui décroît suivant une relaxation exponentielle sinusoïdale de façon à tenir compte des variations locales dues aux arrangements réguliers de grains. Le premier pic après la décroissance parabolique de la porosité se situe à une distance d'un diamètre de particule [6]. Les

oscillations sont dues à l'ordonnement des particules qui s'établit à partir de la forme du tube.

Sederman et al. [7] ont visualisé par IRM la structure d'un milieu poreux, formé par un empilement de billes de verre (Ballotini®) de 5 mm de diamètre. La visualisation de la structure leur permet de montrer que les écoulements aux travers de ces empilements sont gouvernés par les effets locaux et par la taille des pores.

La visualisation de la structure permet de situer les zones stagnantes et les zones qui possèdent des vitesses supérieures à la vitesse moyenne. Elle permet aussi de voir l'ordonnement des billes en proche paroi [8]. Merrill et al. [9] ont effectué des mesures par IRM sur un milieu poreux naturel (grès de Casper) et ont montré que la vitesse varie linéairement avec la porosité ; il faut donc réaliser une image de porosité pour mesurer la vitesse en milieu poreux. Les images de porosité servent à corriger l'effet de volume partiel lorsque la taille des voxels est supérieure à la taille des grains [10, 11] ainsi que lors de la mesure de vitesses dans des milieux poreux naturels [12].

Nous présentons dans ce chapitre des mesures faites par IRM dans des colonnes de billes de différentes granulométries. L'objectif est de visualiser la structure des milieux poreux et de mesurer leur porosité. Nous avons utilisé des billes de verre et des billes en polymère. Les billes de polymère, au contraire des billes de verre, ne contiennent pas d'éléments para- et ferro-magnétiques pouvant perturber le champ magnétiques et diminuant fortement les temps de relaxation. Deux situations sont abordées :

1. D'une part des mesures IRM faites sur un empilement de billes de gros diamètre (autour de 3 mm) avec une sélection de tranche par IRM de faible épaisseur (1 mm). Cette situation permet d'observer le signal de l'eau entre les grains et aussi de visualiser la structure du milieu (localiser les grains).
2. D'autre part des mesures faites sur un lit de billes de faible diamètre (inférieur à 1 mm) avec une large sélection de tranche par IRM (20 mm) de façon à accéder à des valeurs moyennes.

Nous montrons l'effet de la présence d'éléments ferro-magnétiques en surface des billes de verre ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) sur la relaxation transversale ( $T_2$ ) et longitudinale ( $T_1$ ) et aussi sur l'intensité du signal. Comme nous le verrons par la suite, les mesures de porosité vont nous servir dans le chapitre 4 pour corriger les mesures de vitesses en raison de l'effet de volume partiel [13].

## 3.2 Description du dispositif expérimental

### 3.2.1 Dispositif annulaire

Le dispositif expérimental utilisé pour visualiser la structure des milieux poreux et réaliser des mesures de vitesse dans ces milieux est présenté sur la figure 3.1. Le tube central contenant le milieu poreux fait environ 23 cm de longueur et son diamètre intérieur mesure 1.65 cm. L'espace annulaire délimité entre le tube intérieur et le tube extérieur mesure 6 mm. Le fluide (eau) traverse d'abord le cylindre poreux et revient ensuite en sens inverse au travers de l'espace annulaire.

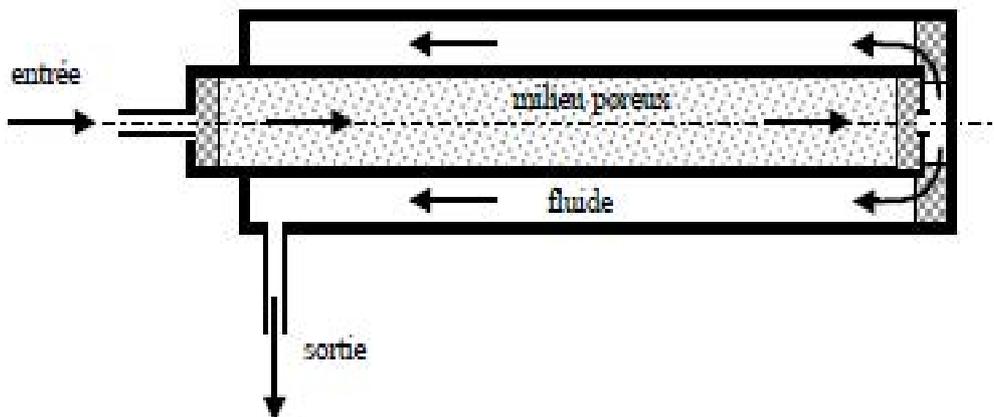


Figure 3.1 : Dispositif utilisé pour visualiser la structure et mesurer la vitesse en milieu poreux. Le tube central mesure 23 cm de longueur et 1.65 cm de diamètre. L'espace annulaire mesure 6 mm. Le fluide (eau) traverse d'abord le cylindre poreux et revient ensuite en sens inverse au travers de l'espace annulaire.

Cette géométrie a été choisie pour plusieurs raisons :

1. Le signal de l'eau récupéré dans l'espace annulaire est considéré comme le signal référence de l'eau. En effet, la mesure de la porosité nécessite de déterminer le signal de l'eau dans une section poreuse mais aussi de connaître le signal de référence relatif à l'eau seule.
2. L'eau étant prise comme fluide incompressible, il sera possible de vérifier par mesure IRM la conservation du débit entre la section poreuse et la section annulaire. Nous

pourrons également à chaque fois comparer la mesure de débit par IRM à celle obtenue indépendamment par pesée.

3. L'écoulement dans l'espace annulaire est un écoulement de type Poiseuille. Pour corriger l'image de phase et ne pas avoir un offset sur l'image, nous avons besoin d'un point de référence. Le point de référence est la vitesse au bord du tube qui est nulle.

### ***3.2.2 Protocole de préparation des échantillons***

Les milieux poreux utilisés sont des empilements de billes tassées dans le tube central du dispositif expérimental. Les billes ont d'abord été tamisées à l'aide d'un ensemble de tamisage avec plateau vibrant pour obtenir un lot de billes mono-disperses. Les billes sont placées dans le tube central et tassées en vibrant le tube bouché aux extrémités.

La mesure de la porosité nécessite de connaître la masse du solide dans le tube ainsi que la longueur remplie par les billes dans le tube. La masse des billes dans le tube est obtenue en faisant la différence entre la masse du tube rempli par les billes et la masse du tube vide (avant remplissage). La mesure de la longueur remplie par les billes est faite par Trusquins à lecture digitale qui possède une précision de  $\pm 0.03$  mm.

### ***3.2.3 Protocole de saturation des échantillons***

Il est indispensable d'obtenir une saturation en eau du dispositif d'une part pour mesurer avec une bonne précision la porosité globale des échantillons poreux et d'autre part pour éviter les bulles d'air piégées dans l'empilement de billes, puisque ces bulles, ne renvoyant pas de signal RMN, ne pourront pas être distinguées des parties solides.

Le tube central poreux est placé dans le tube extérieur pour délimiter l'espace annulaire. L'entrée de la section poreuse est reliée à une trompe à eau afin d'établir un vide partiel dans le dispositif. La sortie du dispositif est reliée par un raccord en forme de T à une bouteille de CO<sub>2</sub> et à un réservoir rempli d'eau. Il existe trois vannes (figure 3.2) :

1. entre la trompe à eau et l'entrée du tube (vanne 1).

2. entre le raccord en T et le réservoir rempli d'eau (vanne 2).
3. entre le raccord en T et la bouteille de CO<sub>2</sub> (vanne 3).

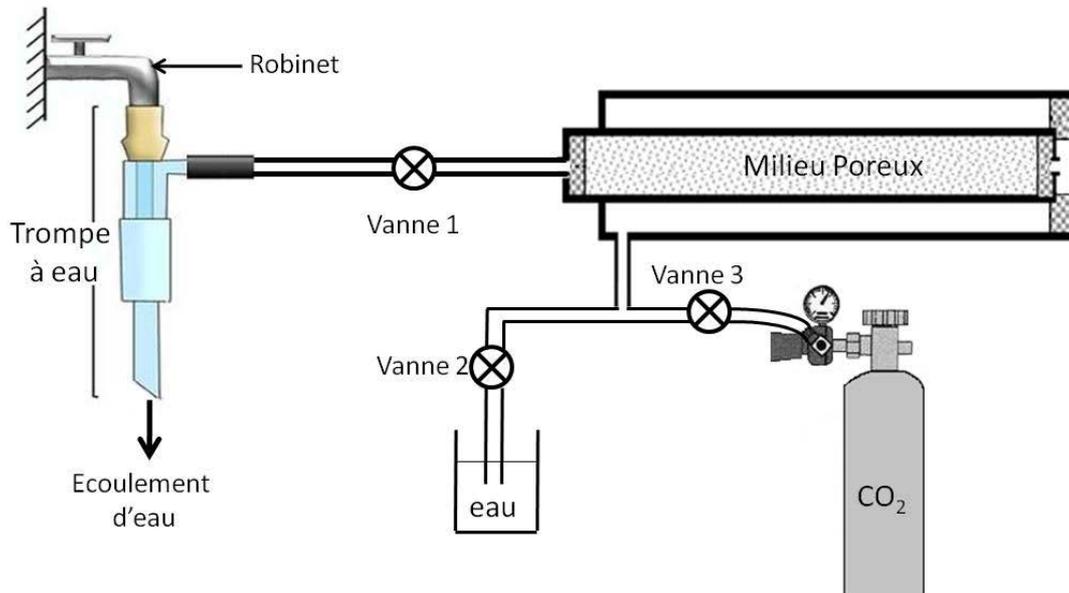


Figure 3.2 : Montage permettant la saturation du milieu poreux. La vanne 1 relie la trompe à eau et l'entrée du tube, la vanne 2 relie le raccord en forme de T et le réservoir rempli d'eau et la vanne 3 relie le raccord en forme de T et la bouteille de CO<sub>2</sub>.

La saturation en eau du milieu poreux est réalisée en 4 étapes :

Nous fermons les deux vannes (vannes 2 et 3) et nous ouvrons la vanne 1 (du côté de l'entrée du tube central). Nous ouvrons le robinet d'eau pour obtenir un vide grossier dans le dispositif. L'air qui se trouve entre les billes et dans l'espace annulaire est aspiré durant 20 minutes.

Après avoir réalisé un vide partiel, nous fermons la vanne 1 et nous ouvrons la vanne 3, reliée à la bouteille de CO<sub>2</sub>. Un détendeur de pression est monté en sortie de la bouteille de CO<sub>2</sub> pour régler la pression de sortie du gaz. La vanne 1 est ré-ouverte et le flux de CO<sub>2</sub> permet de chasser l'air restant dans le tube. Le balayage de CO<sub>2</sub> est maintenu durant 20 minutes à faible débit.

Nous fermons ensuite l'alimentation en CO<sub>2</sub> (fermeture de la vanne 3) et nous ouvrons la trompe pour établir de nouveau un vide partiel en éliminant le CO<sub>2</sub>.

La dernière étape consiste à aspirer l'eau du réservoir. Nous réglons la vanne 2, qui se trouve entre le réservoir et l'entrée du tube, de façon à ce que le débit soit très faible. L'eau remplit d'abord l'espace annulaire puis traverse en sens inverse le cylindre poreux pour saturer l'espace des pores. Les traces de CO<sub>2</sub> restantes se dissolvent dans l'eau. Une fois terminée la saturation en eau du milieu poreux, nous laissons l'eau circuler dans le dispositif pendant deux heures à faible débit pour éliminer les traces de CO<sub>2</sub> et aussi balayer l'eau saturée par le CO<sub>2</sub>.

Après avoir préparé le milieu et l'avoir saturé en eau, nous allons le placer dans l'imageur Biospec pour effectuer les mesures.

### **3.2.4 Imageur Biospec 24/40**

Nous utilisons un imageur à large ouverture (40 cm de diamètre) pour réaliser les images et les mesures RMN. Il s'agit d'un dispositif BIOSPEC 24/40 - BRUKER à tunnel horizontal et qui fonctionne à 2.34 Tesla pour lequel la fréquence de résonance des protons est de 100 MHz. Il est composé de :

- un aimant supraconducteur constitué de bobines d'un alliage métallique de résistance quasi nulle aux très basses températures. Les bobines sont plongées dans de l'hélium liquide. Le réservoir d'hélium est entouré par un réservoir d'azote liquide afin de limiter la perte d'hélium. Le champ magnétique statique principal  $B_0$  est produit par cet aimant.
- des bobines de « shims » sont utilisées pour optimiser l'homogénéité du champ magnétique. Les lignes de champ sont légèrement perturbées après l'introduction de l'échantillon. Le système de shims permet alors de corriger cette perturbation.
- des bobines qui génèrent les gradients de champ magnétiques ( $G_{x,y,z}$ ) nécessaires à l'imagerie. Ces bobines peuvent créer un gradient jusqu'à 20 Gauss/cm. La bobine présente dans l'antenne suit une géométrie de Bolinger [22]. Les impulsions RF sont de forme sécante hyperbolique.
- une console AVANCE - BRUKER qui assure et génère, la synthèse des impulsions radiofréquences et l'acquisition des signaux RMN. La console est pilotée par un ordinateur HP sous système d'exploitation Linux, doté du programme de gestion d'images RMN

ParaVision 3.2 qui permet le paramétrage et le lancement des séquences, l'acquisition des données et une partie du post-traitement des données.

La sonde que nous utilisons permet une imagerie 3D sur un volume cylindrique de diamètre de 3.7 cm et de longueur environ 4 cm. Elle permet d'envoyer les impulsions radiofréquences et d'enregistrer le signal émis par la résonance de l'échantillon. La longueur d'homogénéité du champ magnétique dans cette sonde est de 30 mm.

### 3.3 Séquence d'imagerie utilisée

La séquence utilisée (figure 1.13) pour réaliser des images en densité de spin est la séquence d'écho de spin. La première impulsion Radio Fréquence (RF) provoque un basculement de l'aimantation  $\vec{M}_0$  de  $90^\circ$ , la plaçant dans le plan de mesure (xOy), ce qui entraîne une annulation de l'aimantation longitudinale ( $M_z$ ) et l'apparition d'une aimantation transversale ( $M_{xy}$ ) maximale à partir de laquelle le signal va décroître. Ensuite, une deuxième impulsion radiofréquence après un temps  $TE/2$ , provoque un basculement de  $180^\circ$  des spins qui vont se remettre en phase au bout du temps  $TE$ .

Lorsque les impulsions cessent, les spins retournent à leur position d'équilibre par des phénomènes de relaxation. Il y aura une reconstruction de l'aimantation longitudinale et disparition de l'aimantation transversale. L'intensité du signal mesuré après le temps d'écho  $TE$  est de la forme suivante :

$$S = M_0 \left( 1 - 2e^{-\frac{(TR - TE)}{T_1}} + e^{-\frac{TR}{T_1}} \right) e^{-\frac{TE}{T_2}} \quad (3.2)$$

$T_1$  et  $T_2$  sont les temps de relaxation spin-réseau (longitudinale) et spin-spin (transversale). Une mesure de la densité de proton nécessite la prise en compte des temps de relaxation afin d'en minimiser les effets sur l'intensité du signal. L'effet de la relaxation longitudinale sera négligé si la condition  $TR \geq 5T_1$  est vérifiée. Dans ce cas, l'équation 3.2 ne tient plus en compte des effets de  $T_1$  et devient :

$$S = M_0 e^{-\frac{TE}{T_2}} \quad (3.3)$$

### 3.4 Le traitement des images

L'image obtenue par cette séquence est ensuite transférée vers un ordinateur sous système d'exploitation Windows. Les données sont traitées sous le logiciel Matlab 7.6. Les données brutes sont transférées sans qu'aucun traitement (de type seuillage par exemple) n'ait été effectué par le logiciel ParaVision.

MATLAB est un langage de programmation utilisé dans l'industrie et la recherche. MATLAB est complété par de multiples boîtes à outils (*Toolbox*). Ces boîtes fournissent des fonctions de calcul spécialisées pour plusieurs domaines. La Toolbox qui nous intéresse principalement est celle qui contient les fonctions nécessaires au traitement des images.

Nous récupérons un vecteur contenant 131072 éléments, puisque la résolution de toutes nos images est de 256 pixels par 256 pixels et que chaque image est formée d'une partie réelle et une partie imaginaire. L'image récupérée est sous forme d'un vecteur et nous utilisons une fonction (*reshape*) pour remodeler les éléments dans deux matrices, une matrice contenant la partie réelle et l'autre la partie imaginaire. Ensuite, nous formons une matrice complexe à partir de ces deux dernières. Une double transformation de Fourier est alors appliquée à la matrice complexe pour passer de l'espace réel au domaine spectral. La matrice est toujours complexe. La fonction 'abs' (restituant le module d'un nombre complexe) permet de récupérer, de cette matrice, l'intensité du signal (densité de spin). La matrice obtenue est représentative de la densité de spin moyennant la correction 3.2. Elle peut finalement être traduite en une image en niveaux de gris ou fausses couleurs.

La séquence de mesure (écho de spin) a été réglée de manière à sélectionner une coupe de 1 mm, un champ de vue de 4 cm et une résolution de 256 pixels par 256 pixels. Les voxels sont par conséquent des parallélépipèdes de 0.156 mm \* 0.156 mm \* 1 mm. Le temps de répétition (*TR*) était de 15 s et le temps d'écho de 14 ms. Les images ont été obtenues en cumulant 8 acquisitions successives de signal, le tout en un temps total d'expérience de 8 h 40 min. La figure 3.3 montre une image brute dans une section du dispositif

expérimental où le tube central est rempli par un empilement de billes en polyacétal de 3.175 mm de diamètre.

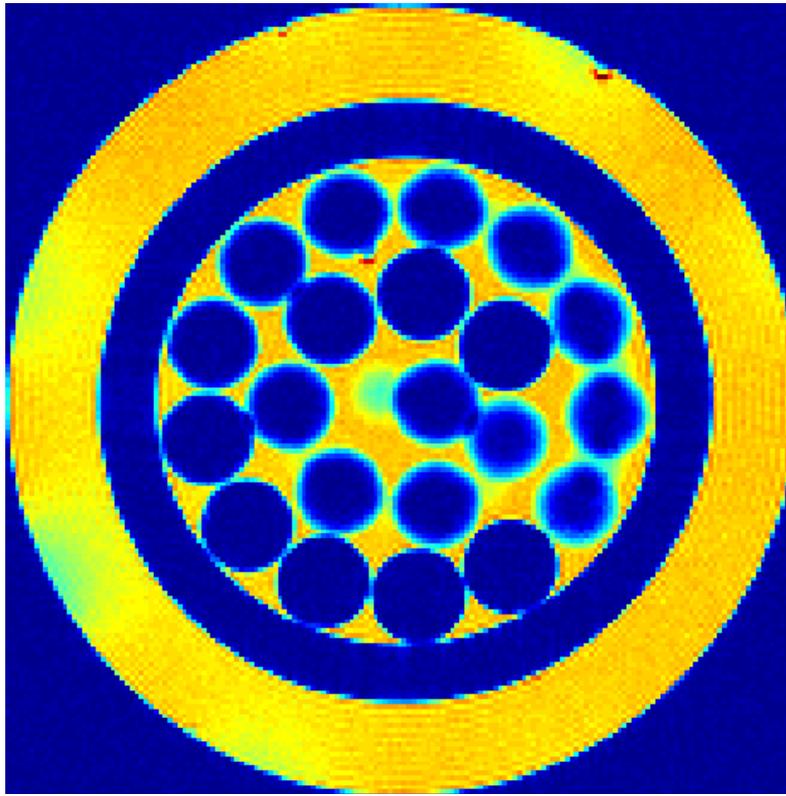


Figure 3.3 : Image en densité de proton en utilisant la séquence d'écho de spin dans une section du dispositif expérimental. S.T. = 1mm. Le tube central est rempli par un empilement de billes en polyacétal de 3.175 mm de diamètre. Les voxels sont des parallélépipèdes de 0.156 mm \* 0.156 mm \* 1mm. Le temps de répétition (TR) était de 15 s et le temps d'écho (TE) de 14 ms. Les images ont été obtenues en cumulant 8 acquisitions de signal successives, le tout en un temps total d'expérience de 8 h 40 min

La couleur bleue à l'extérieur du dispositif, au niveau de la paroi du tube central, et pour les billes constituant le milieu poreux correspond à l'absence de signal. La couleur jaune correspond au signal de l'eau dans chaque voxel de l'image. En général, l'image est affectée par du bruit de fond qui se superpose aux signaux détectés. Pour obtenir des mesures quantitatives précises, il est donc nécessaire d'éliminer ce bruit en filtrant le signal. L'intensité du bruit est déterminée à partir de l'histogramme des valeurs d'intensité des voxels de l'image comme illustré sur la figure 3.4. L'histogramme de l'image 3.3 montrent deux pics distincts. Il est construit à partir de 50 classes de même intervalle d'intensité définis sur le domaine d'intensité  $[0 ; 2.5 * 10^6]$ . Le premier pic est centré à l'intensité  $2.67 * 10^4$  et provient des voxels situés soit dans les particules solides soit à l'extérieur des espaces remplis par l'eau. En principe, ces voxels ne donnent pas de signal. Le signal mesuré est donc représentatif du bruit de fond. Le second pic provient des voxels remplis de liquide. Il est

centré autour de la valeur moyenne  $1.75 * 10^6$ . Les voxels qui possèdent des valeurs entre les deux pics sont classés comme contenant soit de l'eau soit du solide soit encore un mélange des deux. Le niveau de bruit est déterminé en choisissant le minimum global d'intensité ( $0.3 * 10^6$ ) entre les deux pics, ce qui établit une discrimination entre le signal de l'eau et le bruit de fond. Toutes les valeurs d'intensité plus faibles que  $0.3 * 10^6$  (ligne en pointillés) sont alors mises à la valeur 0.

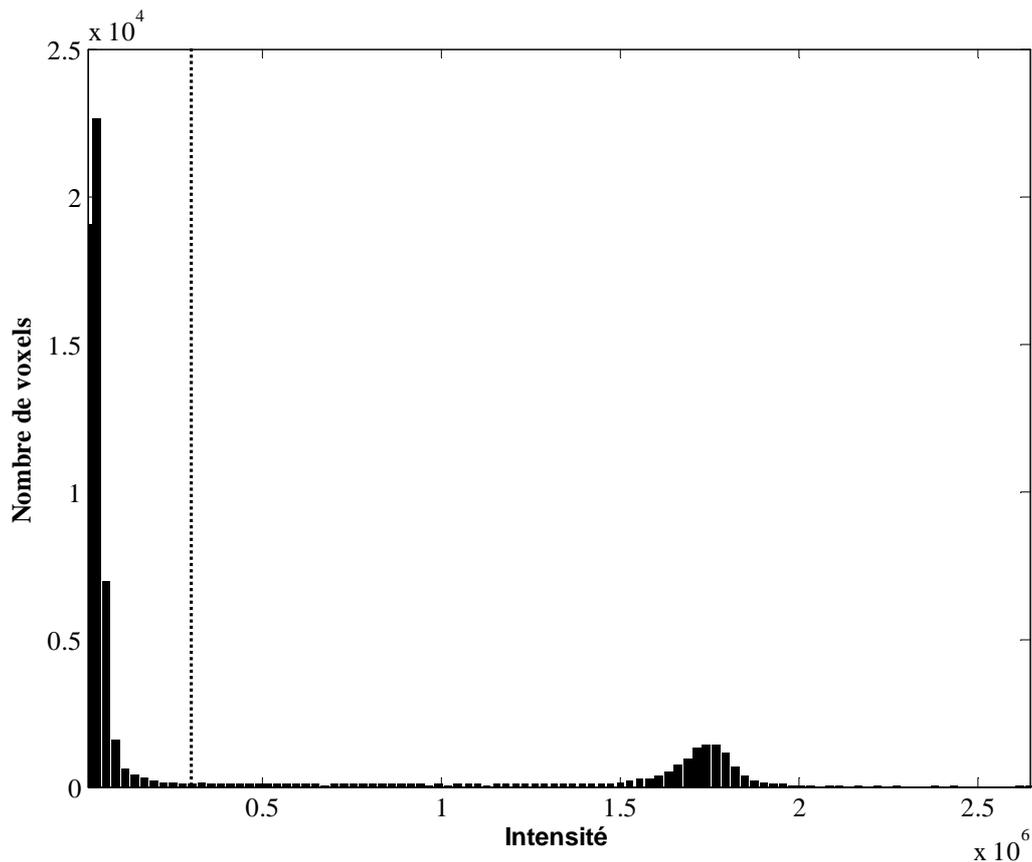


Figure 3.4 : Histogramme des intensités de voxel obtenu à partir de l'image 3.3. Il est construit à partir de 50 classes. Le premier pic est centré à l'intensité  $2.67 * 10^4$  (voxels situés dans les particules solides). Le second pic provient des voxels remplis de liquide et est centré autour de la valeur moyenne  $1.75 * 10^6$ . Les pointillés représentent le niveau du seuil.

Nous avons vu, d'après l'histogramme (figure 3.4), que l'intensité maximale correspond à un voxel qui contient uniquement de l'eau (pas de phase solide). L'espace annulaire étant saturé en eau, les intensités des voxels de cet espace doivent être maximales. En revanche, nous rencontrons dans la zone poreuse des voxels qui possèdent des intensités plus grandes que ceux de l'espace annulaire. Cette intensité plus élevée résulte d'artéfacts de mesure dus à la présence d'interfaces liquide-solide et aussi du bruit de mesure.

Nous avons appliqué un seuil haut afin de ramener toutes les intensités dans la zone poreuse qui sont supérieures à la valeur moyenne mesurée dans l'espace annulaire, précisément à cette valeur moyenne. Pour appliquer ce seuil, nous sommes passés par trois étapes :

1. Nous avons séparé l'espace annulaire de la section poreuse. Autrement dit, nous avons formé deux images distinctes : une image contenant l'espace annulaire et la seconde l'espace poreux, comme le montre la figure 3.5.

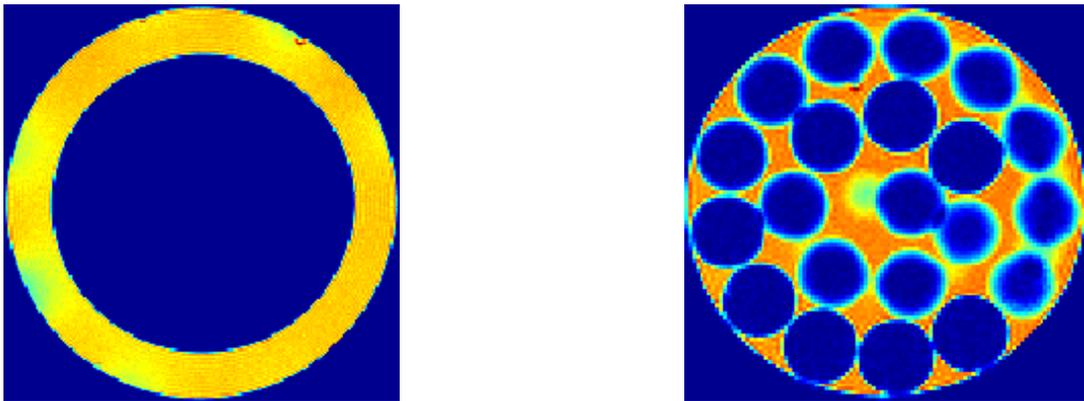


Figure 3.5: segmentation de l'image 3.3. A gauche l'espace annulaire (ces voxels contiennent uniquement de l'eau), à droite la section poreuse.

2. Nous avons cherché la moyenne et l'écart-type des intensités de l'espace annulaire. La moyenne et l'écart-type permettent de déterminer l'intervalle dans lequel on trouve 95 % de la population. Si la moyenne est  $m$  et l'écart type est  $\sigma$ , on trouve 95 % de la population dans l'intervalle  $[m - 2\sigma; m + 2\sigma]$ .
3. Nous avons ramené les intensités supérieures à  $m+2\sigma$  (obtenue pour l'espace annulaire) à cette valeur pour l'image de la section poreuse.

A titre d'illustration, nous représentons sur la figure 3.6 le profil d'intensité RMN mesuré suivant une ligne horizontale de l'image 3.3 avant et après l'application des seuils.

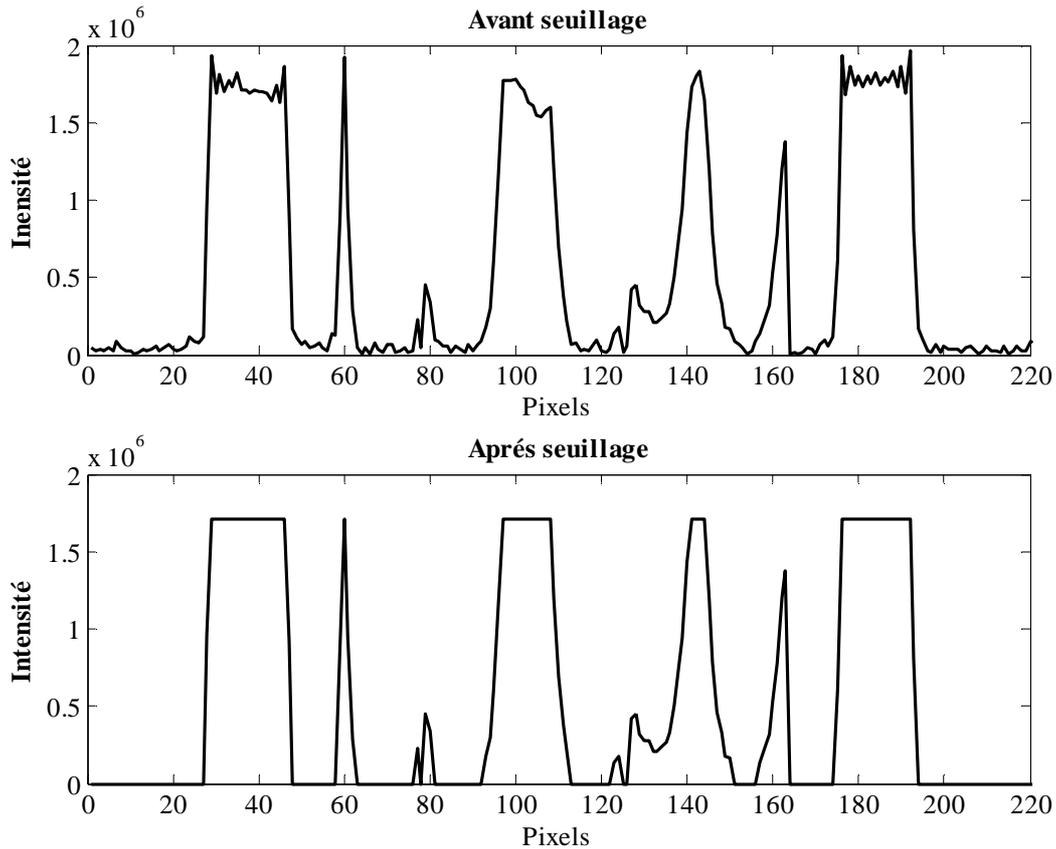


Figure 3.6 : Application d'un seuil haut et bas sur l'image 3.3 afin de ramener toutes les intensités qui sont supérieures à celle mesurée dans l'espace annulaire à la valeur moyenne du signal de la zone annulaire. En haut : avant seuillage. En bas : après seuillage.

Dans le cas où la sélection de tranche est plus petite que la taille des particules solides, il y a quelques voxels qui donnent des signaux de valeur intermédiaire comprise entre 0 et 1. Il faut alors faire la distinction entre ce signal et le bruit de fond. Dans le cas où la sélection de tranche est beaucoup plus grande que la taille des particules solides, nous n'avons pas cette situation car le signal est toujours moyenné.

Le temps de relaxation transversal  $T_2$  diminue avec la taille des particules en présence d'éléments para- et ferro-magnétiques comme nous allons le voir dans le paragraphe suivant.

Nous avons donc une perte du signal qu'il faut corriger par  $\exp\left(-\frac{TE}{T_2}\right)$  (équation 3.3). Cette correction n'est importante que pour le signal provenant de la partie poreuse, le temps de relaxation de l'eau dans la partie annulaire étant suffisamment long pour que l'effet de la relaxation soit négligeable.

Une fois que nous avons appliqué les seuils et corrigé l'image, il reste à calculer la porosité globale de l'image et tracer la distribution radiale de la porosité.

Le calcul de la porosité d'après l'image se fait suivant l'équation suivante :

$$\varepsilon = \frac{m_{por}}{m_0} \quad (3.4)$$

$m_{por}$  représente l'intensité moyenne dans la section poreuse et  $m_0$  l'intensité moyenne dans la section poreuse sans billes.

La figure 3.7 montre la distribution radiale de porosité dans la section poreuse de l'image 3.3. Les points gris représentent la porosité de chaque voxel en fonction du rapport  $x/d_p$  (distance au bord du tube / taille de particule). La ligne noire correspond à la moyenne glissante calculée à partir de ces points expérimentaux. Cette moyenne est calculée tour à tour sur chaque sous-ensemble de 81 points consécutifs. Le sous-ensemble utilisé pour calculer chaque moyenne glisse d'une seule valeur à chaque étape.

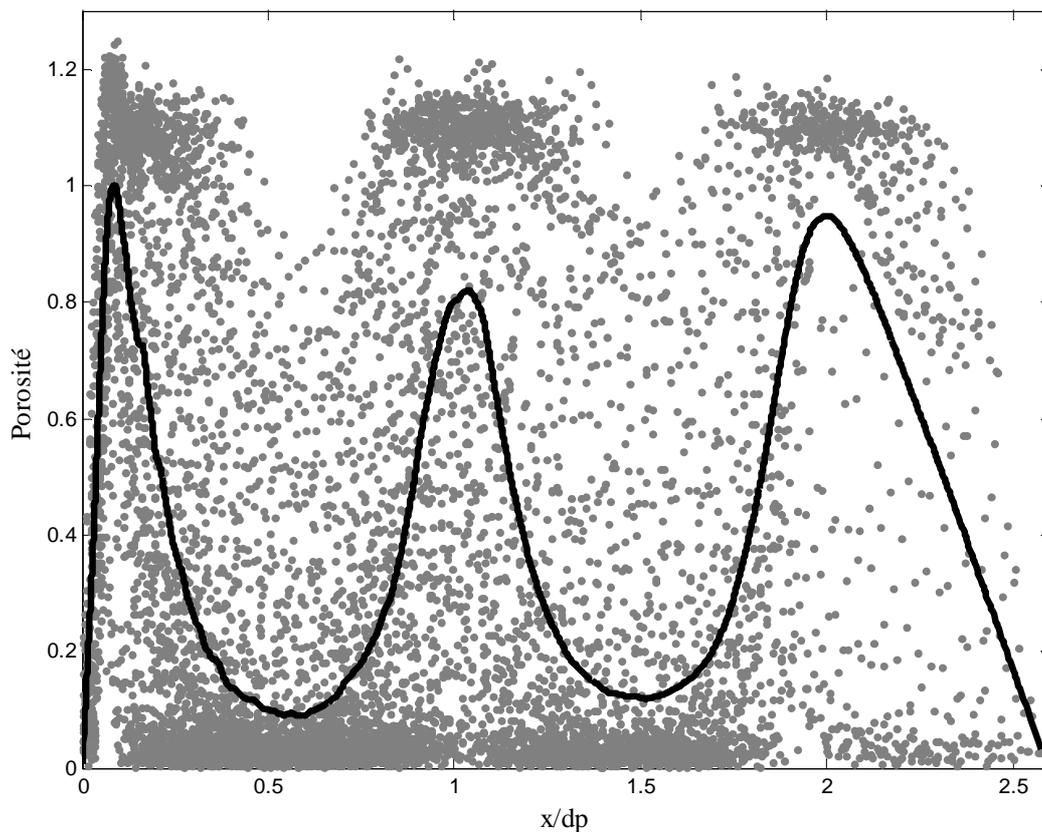


Figure 3.7 : Distribution radiale de la porosité dans la section poreuse en fonction du rapport  $x/d_p$ . La section poreuse contient un empilement de billes de 3.175 mm de diamètre. Les points gris représentent la porosité de chaque voxel et la ligne noire correspond à une moyenne glissante sur 81 points expérimentaux.

La distribution radiale est obtenue en trouvant les coordonnées du centre de l'image. Une résolution spatiale fine de l'image peut être atteinte en calculant précisément la distance de chaque pixel au centre du tube [14]. Il est essentiel d'établir le centre précis de chaque image, puisque l'erreur à cette étape peut compromettre sérieusement l'analyse des profils [15].

Le centre de chaque image est calculé à partir des premiers moments spatiaux d'une image binaire déduite de l'image de porosité. Dans cette image (binaire) les pixels à l'intérieur du tube sont affectés d'une valeur 1 et les pixels qui se trouvent à l'extérieur du tube sont affectés d'une valeur 0. Nous prenons en compte uniquement la section poreuse.

Les coordonnées du centre du tube sont alors données par l'équation suivante :

$$(m_x, m_y) = \left( \frac{\sum_i \sum_j (i I_{i,j})}{\sum_i \sum_j I_{i,j}}, \frac{\sum_i \sum_j (j I_{i,j})}{\sum_i \sum_j I_{i,j}} \right) \quad (3.5)$$

avec  $(m_x, m_y)$  les coordonnées du centre de tube et  $I_{i,j}$  l'intensité (soit 0, soit 1) du pixel  $(i, j)$  de l'image de référence.

Les seconds moments centraux sont utilisés pour calculer les dimensions des pixels. Les dimensions du pixel sont données par l'équation suivante :

$$(d_x, d_y) = \left( \frac{D}{4\sqrt{l_x}}, \frac{D}{4\sqrt{l_y}} \right) \quad (3.6)$$

où

$$(l_x, l_y) = \left[ \frac{\sum_i \sum_j [I_{i,j} (i - m_x)^2]}{\sum_i \sum_j I_{i,j}}, \frac{\sum_i \sum_j [I_{i,j} (j - m_y)^2]}{\sum_i \sum_j I_{i,j}} \right] \quad (3.7)$$

avec  $D$  le diamètre du tube.

Ces calculs donnent les coordonnées du centre et les dimensions apparentes du tube qui ont une déviation standard d'un voxel (0.0156 cm) pour des images acquises dans la même séance d'imagerie [16]. A partir des calculs précédents, nous établissons la distance radiale  $dist(i, j)$  du centre de chaque pixel  $(i, j)$  au centre du tube :

$$dist(i, j) = \sqrt{((m_x d_x - i d_x)^2 + (m_y d_y - j d_y)^2)} \quad (3.8)$$

Le rapport  $x/d_p$  représente la distance au bord du tube normalisée par la taille de la particule solide ( $d_p$ ) :

$$\frac{x_{i,j}}{d_p} = \frac{\frac{D}{2} - dist(i,j)}{d_p} \quad (3.9)$$

L'image de porosité est obtenue en divisant chaque voxel de l'image contenant uniquement la partie poreuse par la moyenne du signal obtenue dans la région poreuse sans billes (eau seule). L'image de porosité est calculée suivant :

$$\varepsilon_{i,j} = \frac{I_{i,j}}{m_0} \quad (3.10)$$

### 3.5 Caractérisation des milieux poreux saturés

Nous avons calculé la moyenne de l'image de porosité pour la comparer à celle trouvée par pesée. Le tableau 3.1 résume les propriétés des lits de billes utilisés ainsi que la relaxation de l'eau dans ces empilements.

Tableau 3.1 : Propriétés des billes (en verre et en polymère) utilisées pour former les empilements ainsi que la relaxation de l'eau dans ces empilements.

Nature des billes	Diamètre (mm)	T <sub>1</sub> (ms)	T <sub>2</sub> (ms)
<b>Verre</b>	3 ± 0.1	2600	90
<b>Polyacétal</b>	3.175 ± 0.01	2725	624
<b>Verre</b>	0.25 ± 0.05	1000	9.9
<b>Polystyrène</b>	0.5 ± 0.1	1373	528

La mesure des temps de relaxation a été effectuée sur un spectromètre du laboratoire de méthodologie RMN équipé d'un aimant Oxford de 4.7 T (fréquence de résonance du proton : 200 MHz). Comme l'indique le tableau 3.1, la relaxation transversale est plus sensible à la composition et à la structure des milieux poreux que la relaxation longitudinale. Les temps de

relaxation sont beaucoup plus faibles dans les empilements de billes en verre que pour les billes en polymère. Cette diminution est due à la présence d'éléments ferro-magnétiques ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) à la surface des billes en verre. Les temps de relaxation de l'eau pure sont de l'ordre de 3 s. Nous remarquons que les temps de relaxation diminuent fortement avec la diminution de la taille des particules car le liquide confiné dans un pore est composé de deux phases : une phase de volume dont le temps de relaxation est de l'ordre de quelques secondes, et une phase affectée par l'interface solide-liquide dont le temps de relaxation est beaucoup plus court, et qui dépend essentiellement de l'interface étudiée. Nous observons cependant un seul temps de relaxation, malgré la présence des deux phases [17,18]. La mesure du temps de relaxation T2 est faite avec la séquence d'écho de spin (écho de Hahn) (chapitre 1).

Dans les expériences de vélocimétrie que nous souhaitons effectuer (chapitre 5), le temps d'écho minimal utilisable est tel que des milieux présentant des temps de relaxation transversale très courts ( $< 15$  ms) ne pourront pas être utilisés, le signal étant alors trop faible pour une mesure correcte de la vitesse.

## **3.6 Mesures de porosité dans des empilements de billes en polymère**

### ***3.6.1 Grosses billes et sélection de tranche fine***

La figure 3.8 montre le signal de l'eau dans la section poreuse du dispositif expérimental. Le tube central est rempli par un empilement de billes en polyacétal de 3.175 mm de diamètre. L'intensité dans la section poreuse est normalisée par l'intensité de l'eau dans la section annulaire. L'intensité du signal dans cette image varie entre 0 et 1, la valeur 0 (couleur bleue) correspond à l'absence de signal et les autres valeurs (couleur rouge) correspondent au signal de l'eau.

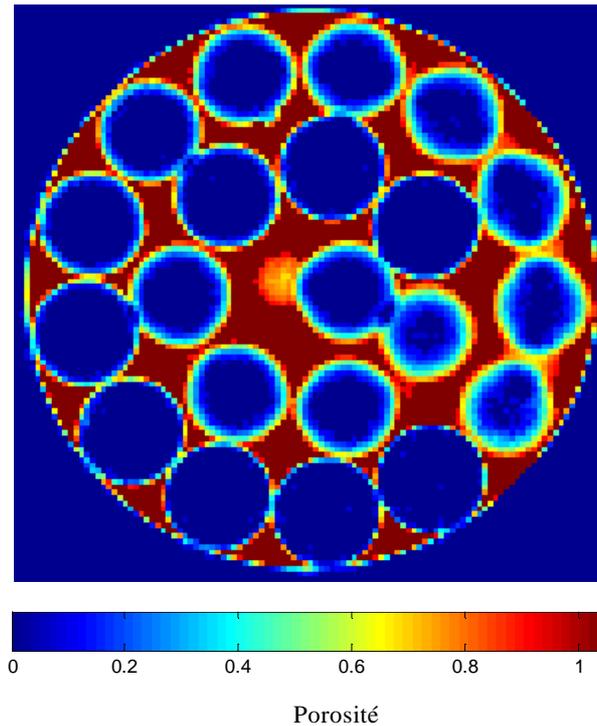


Figure 3.8 : Image d'intensité dans un empilement de billes en polyacétal. S.T. = 1mm. Le tube central est rempli par un empilement de billes en polyacétal de 3.175 mm de diamètre. Les voxels sont des parallélépipèdes de 0.156 mm \* 0.156 mm \* 1mm. Le temps de répétition (TR) était de 15 s et le temps d'écho de 14 ms. Les images ont été obtenues en cumulant 8 acquisitions de signal successives, le tout en un temps total d'expérience de 8 h 40 min. L'intensité dans la section poreuse est normalisée par l'intensité de l'eau dans la section annulaire.

Nous observons principalement en surface des grains des voxels qui possèdent des intensités plus faibles qu'au centre des pores. Ces voxels contiennent à la fois une phase solide (bille) et une phase liquide (eau).

Le tube central faisant 1.65 cm de diamètre, il y a donc au maximum 5 billes suivant un diamètre. La figure 3.8 montre clairement deux rangées de billes bien ordonnées de façon annulaire à partir du bord du tube, puis une bille dans l'espace central restant. La tache jaune au centre de l'image correspond vraisemblablement à la présence d'une bille qui intercepte partiellement la tranche.

La distribution radiale de l'intensité est obtenue en reportant l'intensité de chaque voxel de la partie poreuse de l'image 3.8 en fonction de la distance à l'axe du tube. Dans la figure 3.9, la moyenne glissante à 81 points sur les points expérimentaux est tracée en fonction du rapport  $x/d_p$  où  $x$  est la distance radiale à la paroi du tube et  $d_p$  le diamètre des particules (3.175 mm). Les points les plus à droite sur cette courbe sont donc ceux situés au voisinage du centre du tube contenant le milieu poreux.

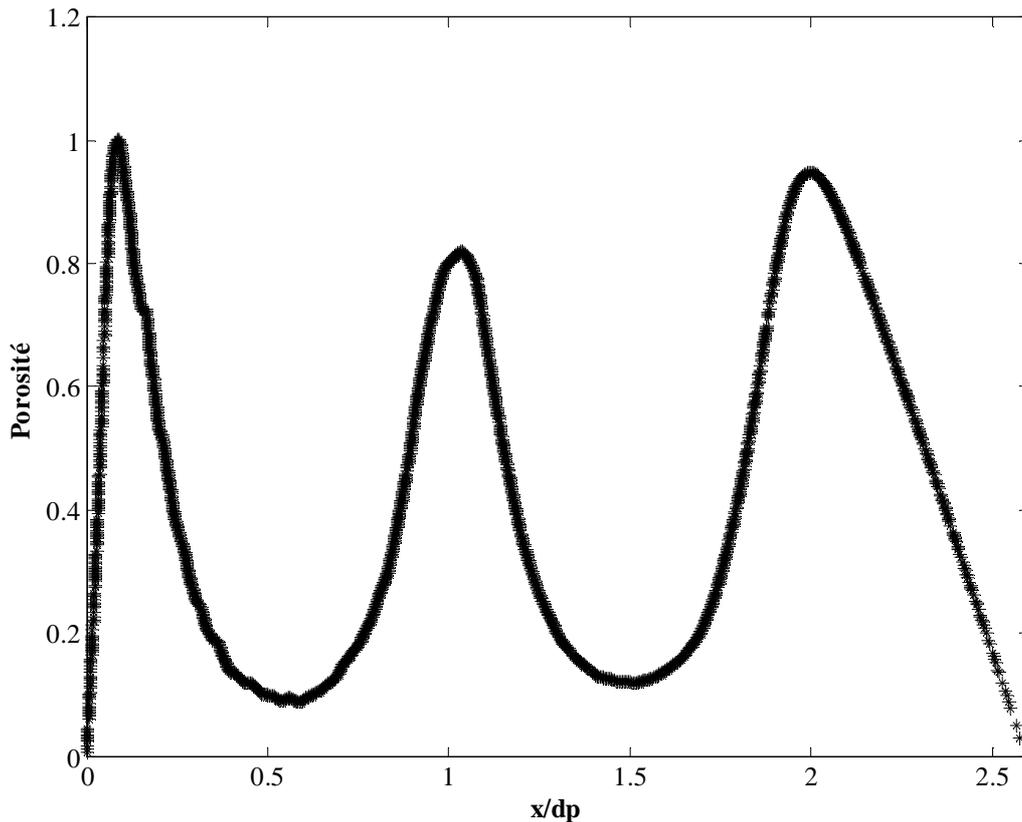


Figure 3.9 : La moyenne glissante à 81 points sur les points expérimentaux de l'intensité dans le tube central de la figure 3.8.

La courbe démarre en  $x/d_p = 0$  avec une valeur proche de 0. Ceci s'explique par l'imprécision qui existe dans la définition par IRM du bord du tube, le premier voxel chevauchant l'interface entre le tube et le milieu poreux. Le signal renvoyé par le tube étant nul il n'est pas étonnant d'obtenir une valeur de porosité proche de 0. Très rapidement, sur une distance inférieure ou égale à 2 voxels (ce qui permet de s'écarter suffisamment du bord du tube), la porosité atteint une valeur voisine de 1. Ce comportement est prévisible puisque, dans la partie poreuse, les billes sont en contact avec le tube en quelques points singuliers laissant de larges volumes de fluide autour de ces points de contact. La distribution de porosité montre ensuite une oscillation où le minimum se situe autour d'un demi-diamètre d'une particule. L'intensité diminue au niveau de la deuxième rangée et augmente à nouveau jusqu'à une valeur proche de 1 car l'espace disponible au centre du tube est légèrement supérieur au volume d'une bille. La diminution finale d'intensité au voisinage du centre du tube correspond à la rencontre avec la bille placée approximativement au centre de l'image 3.8.

Afin de bien visualiser l'arrangement des billes, nous avons augmenté la sélection de tranche. Quand le volume est grand par rapport à la dimension des pores, il englobe un certain nombre de pores et la valeur correspondante de la porosité totale peut être considérée comme représentative de la valeur moyenne de la porosité totale du milieu. En revanche, quand le volume diminue, la valeur de la porosité fluctue de plus en plus selon les portions du milieu qui se trouvent dans ce volume. On appelle « volume élémentaire représentatif (VER) » du milieu le volume au-delà duquel la porosité moyenne ne varie plus. Si le volume de mesure est très petit, il peut être entièrement situé dans un pore et la porosité est égale à 1. Il peut aussi être situé uniquement dans la phase solide et la porosité est égale à 0. Par contre, au fur et à mesure de l'augmentation du volume de mesure utilisé, la porosité mesurée tend vers sa valeur moyenne. C'est précisément ce que nous avons fait en augmentant la sélection de tranche pour une même taille de particules : l'image (figure 3.10) a été réalisée dans le même milieu mais avec une sélection de tranche de 20 mm. Cette figure fait clairement apparaître l'arrangement des billes à partir de la paroi du tube.

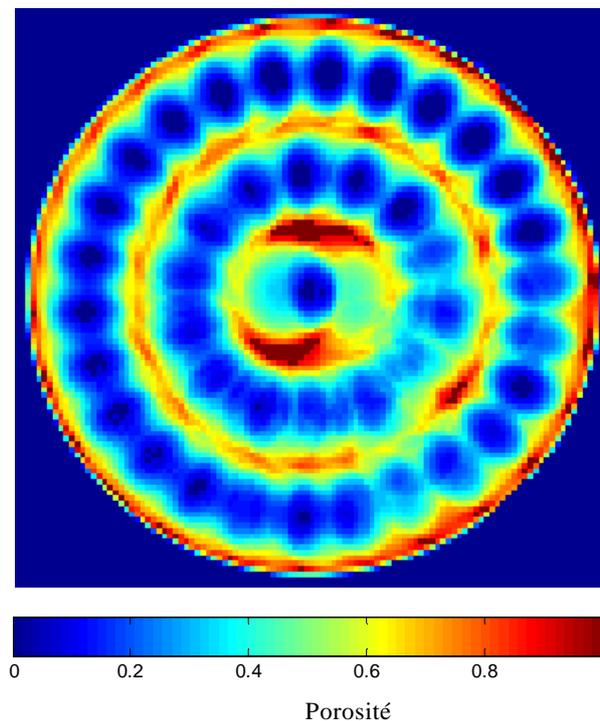


Figure 3.10 : Image d'intensité dans un empilement de billes en polyacétal. S.T. = 20 mm. Le tube central est rempli par un empilement de billes en polyacétal de 3.175 mm de diamètre. Les voxels sont des parallélépipèdes de 0.156 mm \* 0.156 mm \* 20 mm. Le temps de répétition (TR) était de 15 s et le temps d'écho de 14 ms. Les images ont été obtenues en cumulant 8 acquisitions de signal successives, le tout en un temps total d'expérience de 8 h 40 min. L'intensité dans la section poreuse est normalisée par l'intensité de l'eau dans la section annulaire.

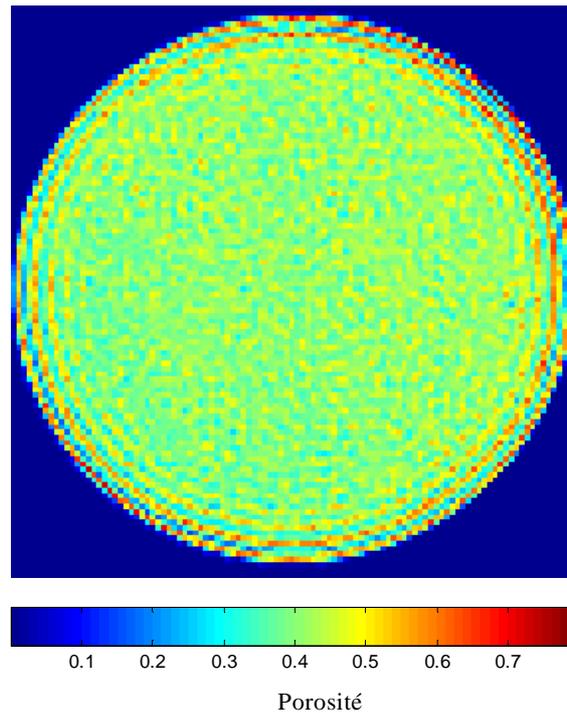
La mesure quantitative de porosité par pesée est égale à  $0.42 \pm 0.01$ . Nous avons mesuré la porosité par IRM, en faisant la moyenne sur une seule image pour toute la sélection de tranche (S.T. = 20 mm), en sachant toutefois que la condition de volume élémentaire représentatif n'est pas tout à fait respectée.

Nous trouvons une porosité moyenne de  $0.39 \pm 0.03$  par IRM. La porosité moyenne mesurée par IRM est proche de la porosité globale de  $0.42 \pm 0.01$  mesurée par pesée.

Afin de s'approcher du volume élémentaire représentatif, nous avons diminué la taille des billes et augmenté la sélection de tranche.

### ***3.6.2 Petites billes et sélection de tranche épaisse***

La figure 3.11 montre le signal de l'eau dans un empilement de billes de polystyrène de  $500 \mu\text{m}$  de diamètre. L'intensité dans la section poreuse est normalisée par l'intensité de l'eau dans la section annulaire. Le signal est fortement réduit par rapport au cas précédent en raison de l'effet de moyenne dans les voxels dû à l'utilisation d'une large sélection de tranche (S.T. = 20 mm). Les voxels de dimension  $0.156 \text{ mm} * 0.156 \text{ mm} * 20 \text{ mm}$  sont donc extrêmement allongés dans le sens de l'épaisseur avec un rapport de forme de l'ordre de 130. Nous distinguons trois rangées de billes ordonnées à partir du bord du tube. La distribution des billes devient ensuite aléatoire en allant vers le centre du tube.



*Figure 3.11 : Image de porosité dans un empilement de billes en polystyrène de  $500\ \mu\text{m}$ . S.T. = 20 mm. Le tube central est rempli par un empilement de billes en polystyrène de  $500\ \mu\text{m}$  de diamètre. Les voxels sont des parallélépipèdes de  $0.156\ \text{mm} * 0.156\ \text{mm} * 20\ \text{mm}$ . Le temps de répétition (TR) était de 15 s et le temps d'écho de 14 ms. Les images ont été obtenues en cumulant 8 acquisitions de signal successives, le tout en un temps total d'expérience de 8 h 40 min. L'intensité dans la section poreuse est normalisée par l'intensité de l'eau dans la section annulaire.*

L'image 3.11 montre que la porosité reste à un niveau intermédiaire, car chaque voxel contient à la fois du liquide et du solide, ce qui conduit à une réduction du signal RMN.

En principe, la distribution radiale de porosité doit présenter une porosité maximale au bord du tube et celle-ci doit ensuite diminuer vers la porosité moyenne [19, 20].

Nous avons représenté sur la figure 3.12 la distribution radiale de porosité de l'image 3.11. Les points gris (8600 points) représentent la porosité de chaque voxel en fonction du rapport  $x/d_p$  (distance au bord du tube / taille de particule). Les points noirs correspondent à une moyenne glissante sur 41 points des données expérimentales.

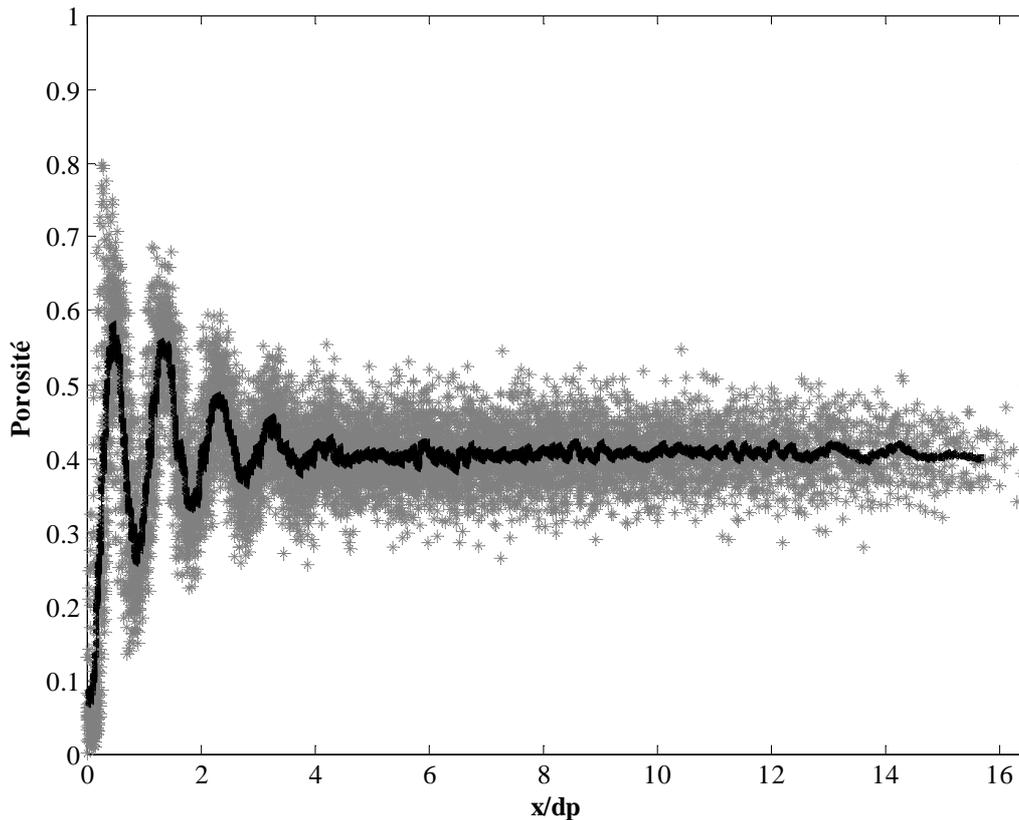


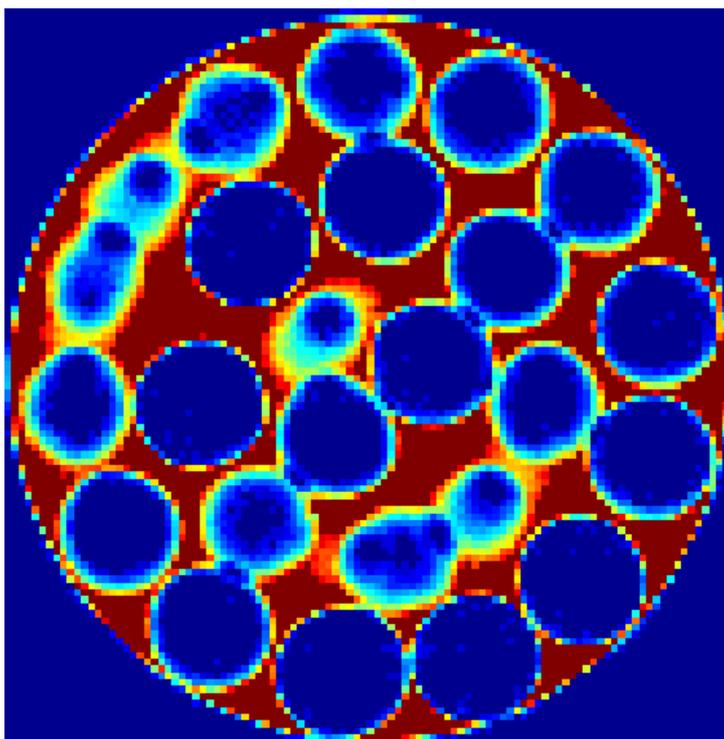
Figure 3.12 : Distribution radiale de la porosité dans un empilement de billes en polystyrène (500  $\mu\text{m}$  de diamètre). Les points gris représentent la porosité de chaque voxel en fonction du rapport  $x/d_p$ . Les points noirs correspondent à une moyenne glissante sur 41 points expérimentaux.

La distribution montre que la porosité est faible au contact du tube. Comme nous l'avons déjà dit, cette faible valeur est due à la taille finie des voxels (résolution) qui fait que les voxels limitrophes contiennent une partie non négligeable de solide (appartenant au tube extérieur). Une valeur maximale est ensuite atteinte proche du bord du tube. Le signal étant moyenné du fait de l'utilisation d'une large sélection de tranche (20 mm), la porosité dans les voxels est elle aussi moyennée et ne peut pas atteindre l'unité [21]. La porosité décroît du maximum vers un deuxième minimum après une distance d'un diamètre de bille. Elle oscille ensuite 3 à 4 fois jusqu'à tendre vers la porosité moyenne. La porosité obtenue par IRM vaut  $0.40 \pm 0.03$ , valeur comparable à celle globale mesurée par pesée,  $0.39 \pm 0.01$ .

## 3.7 Mesures de porosité dans des empilements de billes de verre

### 3.7.1 Mesures sur des empilements de billes de diamètre 3 mm

Les résultats utilisant les grosses billes en verre de diamètre 3 mm (figure 3.13) sont comparables au cas des billes en polyacétal.



*Figure 3.13 : Image de densité de spin dans un empilement de billes de verre de 3 mm. S.T. = 1 mm. Le tube central est rempli par un empilement de billes en verre de 3 mm de diamètre. Les voxels sont des parallélépipèdes de 0.156 mm \* 0.156 mm \* 1mm. Le temps de répétition (TR) était de 15 s et le temps d'écho de 14 ms. Les images ont été obtenues en cumulant 8 acquisitions de signal successives, le tout en un temps total d'expérience de 8 h 40 min. L'intensité dans la section poreuse est normalisée par l'intensité de l'eau dans la section annulaire.*

Cependant cette figure montre des artefacts au bord des billes en raison des éléments ferro-magnétiques présents dans le verre ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ).

### 3.7.2 Mesures sur des empilements de billes de diamètre 250 $\mu\text{m}$

La visualisation de la structure dans les petites billes en verre (250  $\mu\text{m}$  de diamètre) est différente du cas des petites billes en polymère. La figure 3.14 montre l'image de porosité dans un empilement de billes en verre de 250  $\mu\text{m}$  de diamètre. L'image a été réalisée avec une sélection de tranche de 20 mm. L'intensité dans la section poreuse est normalisée par l'intensité de l'eau dans la section annulaire.

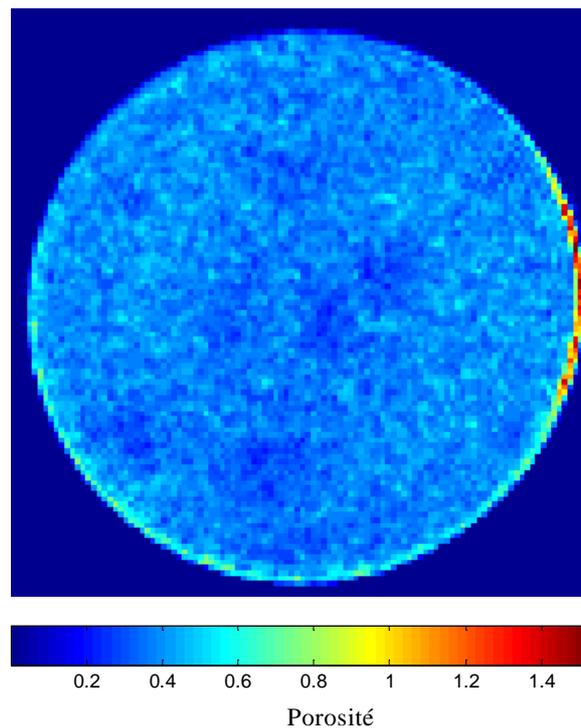


Figure 3.14 : Image de porosité dans un empilement de billes en verre de 250  $\mu\text{m}$ . S.T. = 20 mm. Le tube central est rempli par un empilement de billes en verre de 250  $\mu\text{m}$  de diamètre. Les voxels sont des parallélépipèdes de 0.156 mm \* 0.156 mm \* 20 mm. Le temps de répétition (TR) était de 15 s et le temps d'écho de 14 ms. Les images ont été obtenues en cumulant 8 acquisitions de signal successives, le tout en un temps total d'expérience de 8 h 40 min. L'intensité dans la section poreuse est normalisée par l'intensité de l'eau dans la section annulaire.

L'image montre un artéfact sur la droite qui est dû vraisemblablement à une inhomogénéité du champ magnétique. La résolution de l'image, compte tenu du faible diamètre des billes, ne permet pas de visualiser un arrangement particulier des billes en proche paroi. Nous observons cependant une porosité légèrement plus élevée au bord du tube, ce qui est cohérent avec un ordonnancement des billes. Les résultats sont plus dispersés (bruités) en raison de la présence d'éléments ferromagnétiques. La distribution radiale de la

porosité (figure 3.15) s'assimile davantage à une exponentielle décroissante qui tend vers une valeur moyenne. Nous avons exclu l'artéfact qui se trouve à droite de la figure 3.14 pour tracer cette distribution radiale de porosité. Nous trouvons par IRM une porosité de  $0.38 \pm 0.03$  comparable à la valeur globale  $0.37 \pm 0.01$  obtenue par pesée.

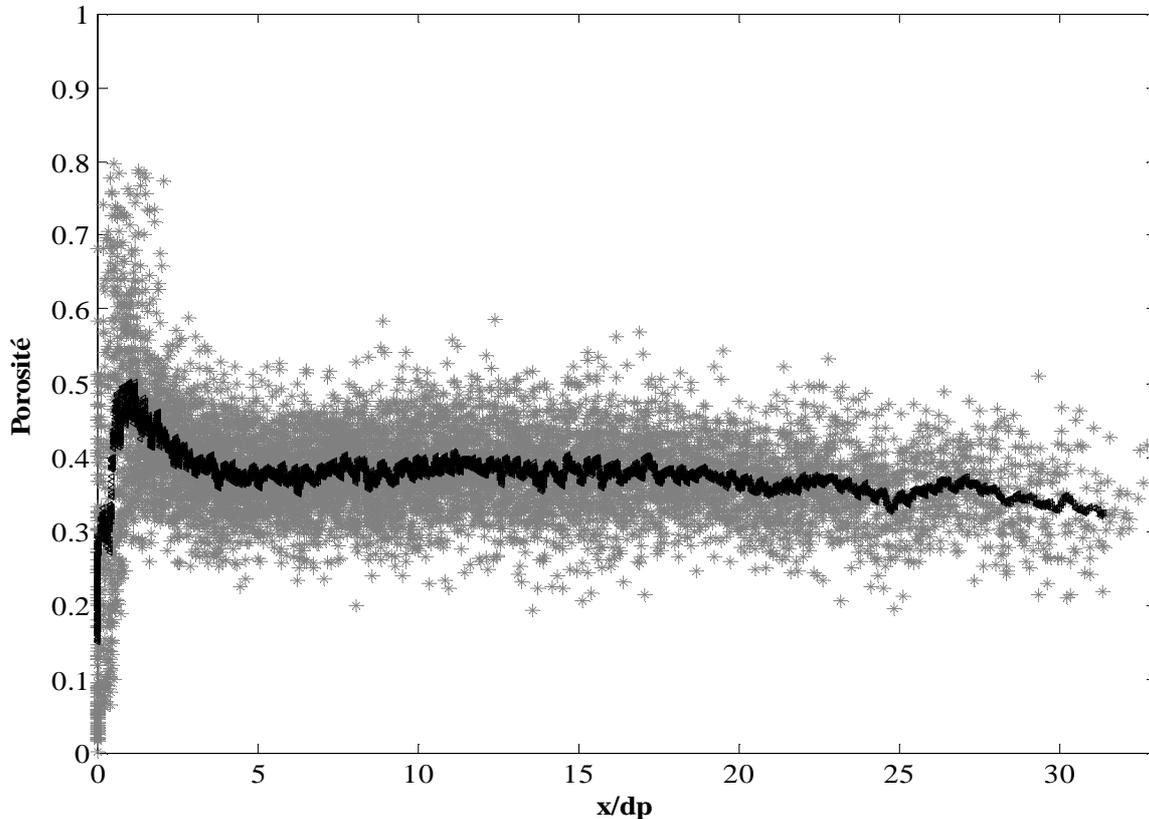


Figure 3.15: Distribution radiale de la porosité dans un empilement de billes en verre ( $250 \mu\text{m}$  de diamètre). Les points gris représentent la porosité de chaque voxel en fonction du rapport  $x/d_p$ . Les points noirs correspondent à une moyenne glissante sur 41 points expérimentaux.

Puisque la taille des particules est du même ordre de grandeur que la résolution des voxels, il est difficile de distinguer un ordre particulier comme dans le cas du polystyrène. Dans le cas du lot de billes en polystyrène ( $500 \mu\text{m}$ ), le diamètre des billes est décrit par environ 4 pixels tandis que dans le cas des billes en verre de diamètre  $250 \mu\text{m}$ , il correspond à moins de 2 pixels. De plus, l'effet de susceptibilité magnétique fait que les pics de porosité sont mélangés et ne sont pas directement discernables.

Ensuite, ce type de billes va nous poser des problèmes lors de la mesure de vitesse car elles possèdent un temps de relaxation transversale très faible, rendant difficile ce type de mesure.

Nous avons essayé de nous débarrasser des éléments ferro-magnétiques (Fer III) qui se trouvent à la surface des billes afin d'augmenter les temps de relaxation.

### 3.7.3 *Traitement chimique des billes de verre*

Nous avons préparé deux échantillons de billes de 3 mm de diamètre.

1. Nous mettons les deux échantillons dans de l'acide nitrique 10 M pendant 24 h en les agitant. Nous avons changé la solution d'acide toutes les 6 heures pour favoriser la réaction chimique.
2. Après 24 h, nous lavons les billes avec de l'eau distillée et nous les filtrons sur un entonnoir Büchner. Nous divisons la quantité de billes en deux : le premier échantillon ne subit pas de traitement supplémentaire.
3. Le deuxième échantillon est ensuite placé dans une solution d'EDTA (0.1 M) pour complexer les éléments ferro et para-magnétiques pouvant rester autour des billes. L'échantillon est laissé pendant 24 h en agitant et en changeant la solution d'EDTA toutes les 6 heures. Après 24h, les billes sont lavées à l'eau distillée et séchées.

La mesure du temps de relaxation  $T_2$  est faite avec la séquence d'écho de spin (chapitre 1). La figure 3.16 montre la mesure de relaxation de l'eau dans le deuxième échantillon.

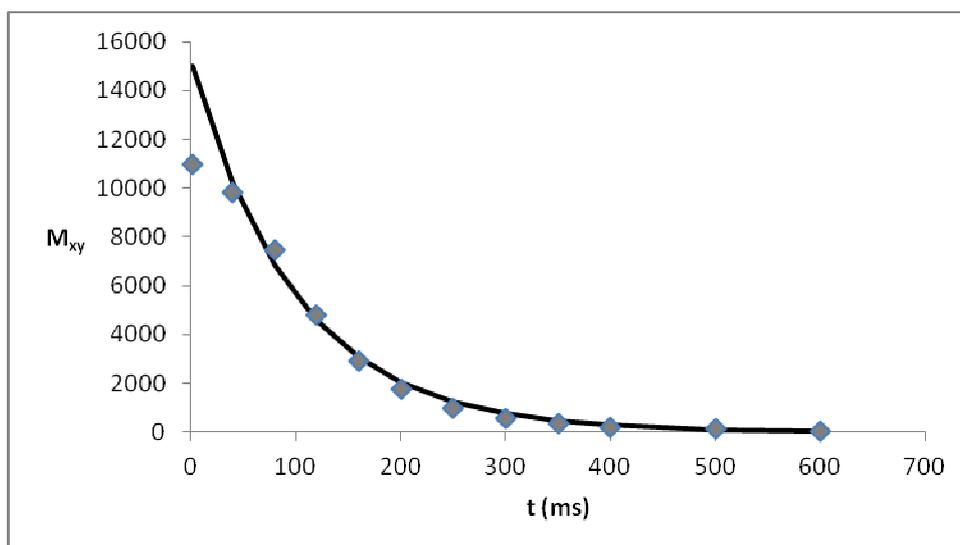


Figure 3.16 : Mesure de la relaxation transversale de l'eau dans les billes traitées à l'acide et l'EDTA

Nous avons trouvé que ce traitement n'a pas changé significativement le temps de relaxation  $T_2$ . Le temps de relaxation  $T_2$  avant le traitement était de 90 ms. Après traitement, nous avons obtenu pour le premier échantillon 98 ms et pour le second 99 ms. Nous en déduisons que le traitement chimique des billes de verre n'a pas permis d'éliminer l'effet des impuretés ferromagnétiques. Deux hypothèses peuvent alors être formulées. L'attaque chimique par l'acide permet d'éliminer les éléments ferromagnétiques en surface des billes mais découvre d'autres éléments ferromagnétiques plus en profondeur dans les billes.

La présence de traces ferromagnétiques à l'intérieur des billes, et pas uniquement en surface, modifie significativement le temps de relaxation transversale  $T_2$ .

La visualisation de la structure et la mesure de la porosité dans des empilements de billes qui ne contiennent pas d'éléments ferromagnétiques marche bien. Les résultats sont également fiables pour les billes en verre mais le faible temps de relaxation  $T_2$  risque de s'avérer gênant pour les mesures de vitesses.

### 3.8 Conclusion

Nous avons vu que la mesure de porosité par IRM nécessite de passer par plusieurs étapes :

- élimination du bruit de fond,
- correction de l'artéfact de mesure au niveau des interfaces solide-liquide,
- correction éventuelle d'artéfacts dus à l'inhomogénéité du champ magnétique,
- correction de la perte de signal dans les milieux poreux ayant pour origine la relaxation transversale.

Deux situations ont été abordées :

- d'une part des mesures IRM faites sur un empilement de billes de gros diamètre (autour de 3 mm) avec une sélection de tranche par IRM de faible épaisseur (1 mm). Dans cette situation, les voxels contiennent soit de l'eau soit du solide. Dans ce cas, le volume de mesure n'est pas un volume élémentaire représentatif. Les résultats obtenus en utilisant des billes en verre sont comparables à ceux obtenus avec des billes en polyacétal, mais les images présentent des artéfacts aux surfaces des billes causés par des éléments ferro-magnétiques.
- d'autre part des mesures faites sur un lit de billes de faible diamètre (inférieur à 1 mm) avec une large sélection de tranche (20 mm) de façon à accéder à des valeurs moyennes et à se rapprocher du VER. Les résultats ont montré que la porosité se trouve à un niveau intermédiaire par rapport aux grosses billes. La distribution radiale montre que la porosité oscille entre un maximum et un minimum puis tend vers la porosité moyenne après 3 à 4 fois le diamètre de bille. La porosité obtenue par IRM est comparable à celle globale mesurée par pesée.

Dans le cas des petites billes en verre, nous n'avons pas observé l'oscillation de la porosité comme dans le cas des petites billes en polystyrène. Nous aurions dû observer la moitié des oscillations présentes dans le cas des billes de polystyrène, mais les effets de susceptibilité magnétique à la surface des billes ont masqué ces oscillations.

## Bibliographie

1. Benenati R. F., Brosilow C. B. Void Fraction Distribution in Beds of Spheres. A.I.C.H.E. Journal, 8: 359-361, 1962.
2. Martin H. Low peclet number particle-to-fluid heat and mass transfer in packed beds. Chemical Engineering Science. 33: 913-919, 1978.
3. Buren V. Garnier A., Reimert R. Modeling of Droplet Separation Kinetics in Granular Bed Filters Based on MRI Measurements. Chem. Eng. Technol. 29 : 832-839, 2006.
4. Nguyen N. L., Buren V. V., Reimert R., Garnier A. V. Determination of porosity and flow distribution in packed beds by magnetic resonance imaging. 23 : 395-396, 2005.
5. Du Plessis J. P., Roos L. I. Numerical analysis of near – wall channeling in a packed bed. Engineering Computations. 12 : 357-371, 1995.
6. Nguyen N. L., Buren V. V., Garnier A. V., Hardy E.H., Reimert R. Application of Magnetic Resonance Imaging (MRI) for investigation of fluid dynamics in trickle bed reactors and of droplet separation kinetics in packed beds. Chemical Engineering Science, 60: 6289-6297, 2005.
7. Sederman A.J., Johns M. L., Bramley A.S., Alexander P., Gladden L. F. Magnetic resonance imaging of liquid flow and pore structure within packed beds. Chemical Engineering Science, 52 : 2239-2250, 1997.
8. Götz J., Zick K., Heinen C., König T. Visualisation of flow process in packed beds with NMR imaging: determination of the local porosity, velocity vector and local dispersion coefficients. Chemical Engineering and Processing, 41: 611-629, 2002.
9. Merrill M. R., Jin Z. velocity measurements in natural porous media. Magnetic Resonance Imaging, 12: 345-348, 1994.
10. Shattuck M., Behringer R. Geordiadis J., Johnson G. A. Magnetic Resonance Imaging of interstitial velocity distributions in porous media. American Society of Mechanical Engineers (ASME), Fluids Engineering Division (FED). 125:39-45, 1991.

11. Feinauer A., Altobelli S. A., Fukushima E. NMR measurements of flow profiles in a coarse bed of packed spheres. *Magnetic Resonance Imaging*. 15: 479-487, 1997.
12. Li L., Chen Q., Marble A. E., Romero-Zeron L., Newling B., Balcom B.J. Flow imaging of fluids in porous media by magnetization prepared centric-scan SPRITE. *AIChE Journal*. 197:1-8, 2009.
13. Shattuck M., Behringer R., Geordiadis J., Johnson, G. A. Magnetic Resonance Imaging of interstitial velocity distributions in porous media. *Fluids Engineering Division*, 125 : 39-45, 1991.
14. Gibbs S.J., Xing D., Ablett S., Evans I.D., Frith W.J., Haycock D.E., Carpenter T.A., Hall L.D. NMR flow imaging of aqueous polysaccharide solutions. *J. Rheol.* 38:1757-1767, 1994.
15. Gibbs S.J., Haycock D.E., Frith W.J., Ablett S., Hall D.H. strategies for rapid NMR Rheometry by Magnetic Resonance Imaging Velocimetry. *J. Magn. Res.* 125:43-51, 1997
16. Gibbs S.J., James K.L., Hall D.H., Haycock D.E., Frith W.J., Ablett S. Rheometry and detection of apparent wall slip for Poiseuille flow of polymer solutions and particulate dispersions by nuclear magnetic resonance velocimetry. *Journal of Rheology*. 40: 425-440, 1991.
17. Halperin, W. P., Bhattacharja, S., D'Orazio, F., Relaxation and Dynamical properties of water in partially filled porous materials using NMR techniques. *Magnetic Resonance Imaging*, **9**: 733-737, 1991.
18. Halperin W. P., Jehng J.-Y., and Song Y.-Q., Application of spin-spin relaxation to measurement of surface area and pore size distributions in a hydrating cement paste. *Magnetic Resonance Imaging*, **12**: 169-173, 1994.
19. Freund H., Bauer J., Zeiser T., Emig G. Detailed Simulation of Transport Processes in Fixed-Beds. *Ind. Eng. Chem. Res.* 44: 6423-6434, 2005.
20. Goodling J.S., Vachon R.I., Steppflug W. S. Radial porosity distribution in cylindrical beds packed with spheres. *Powder Technology*. 35: 23-29, 1983.

21. Kutsovsky Y. E., Scriven L. E., Davis H. T., Hammer B. E. NMR imaging of velocity profiles and velocity distributions in bead packs. *Physics of fluids*. 8: 863-871, 1996.
22. Bolinger L., Prammer M.Gg., Leigh J.S. , *J. Magn. Reson.* 81 , 162-166, 1988.



## **Chapitre 4 : Mise au point de la vélocimétrie IRM sur un écoulement de Poiseuille**



## Sommaire du chapitre 4

<b>4.1</b>	<b><i>Introduction</i></b> .....	<b>129</b>
<b>4.2</b>	<b><i>Dispositif expérimental</i></b> .....	<b>130</b>
<b>4.3</b>	<b><i>Traitement des images</i></b> .....	<b>132</b>
<b>4.4</b>	<b><i>Résultats</i></b> .....	<b>137</b>
<b>4.4.1</b>	<b><i>Écoulement de Poiseuille : longueur d'établissement</i></b> .....	<b>137</b>
<b>4.4.2</b>	<b><i>Étalonnage de vitesse</i></b> .....	<b>143</b>
<b>4.4.3</b>	<b><i>Comparaison des résultats obtenus par les séquences d'écho de spin et d'écho de gradient</i></b> ..	<b>148</b>
<b>4.5</b>	<b><i>Conclusion</i></b> .....	<b>151</b>
	<b><i>Bibliographie</i></b> .....	<b>152</b>



## 4.1 Introduction

La tomographie RMN permet non seulement une mesure de la densité des protons, mais aussi de leur mouvement. Il est possible de faire par IRM des cartographies de champ de vitesse et cela est utilisé, par exemple, dans le domaine médical pour mesurer des flux sanguins dans les vaisseaux (angiographie RMN).

Les techniques de vélocimétrie RMN ont été d'abord testées dans le cas d'un écoulement simple, à savoir l'écoulement de Poiseuille dans un tube. Dans ce cas, le profil de vitesse se calcule aisément et est de forme parabolique. Le profil n'est pas établi dès l'entrée du tube mais seulement à partir d'une distance appelée longueur d'entrée. Nous avons utilisé deux estimations pour calculer la longueur d'établissement. Nous avons réalisé des mesures de vitesse pour un écoulement de Poiseuille pour trois différentes longueurs de tube, afin de vérifier la qualité de nos mesures de vélocimétrie IRM.

L'objectif de ce travail est d'avoir des mesures quantitatives dans des milieux poreux en utilisant l'IRM. Comme nous avons vu au chapitre deux, la méthode de tagging n'est pas pertinente pour mesurer la vitesse en milieu poreux. C'est pourquoi nous avons utilisé la méthode de contraste de phase.

Pour mesurer par IRM la vitesse de l'écoulement dans un tube, nous avons utilisé 2 types de séquences :

- une séquence à base d'écho de spin et intégrant des gradients de marquage identiques à ceux utilisés pour les mesures de diffusion (séquence PGSE). Cette séquence d'impulsion n'est pas calibrée pour réaliser les mesures de flux et a donc nécessité une calibration pour relier le paramètre mesuré (la phase, exprimé en radian) et la vitesse.
- une séquence à base d'écho de gradient et utilisant un "gradient d'encodage bipolaire du flux". Cette séquence est déjà calibrée sur l'appareil utilisé et n'a nécessité que des vérifications.

Un phénomène "d'aliasing", ou repliement de phase, est rencontré avec les mesures réalisées par la séquence PGSE. La correction de ce phénomène dans le cas simple (ce chapitre) sera utilisée pour des cas plus compliqués (milieux poreux).

La constante d'étalonnage trouvée expérimentalement sera comparée à celle calculée théoriquement. Les résultats des deux séquences seront aussi comparés.

Tous ces calculs sont réalisés pour vérifier la qualité de nos mesures de vélocimétrie IRM et pour calculer la constante d'étalonnage entre la vitesse et la phase. Cette constante sera utilisée au chapitre suivant pour mesurer la vitesse en milieu poreux.

## 4.2 Dispositif expérimental

L'imageur par Résonance Magnétique (IRM) Bruker 24/40 utilisé (figure 4.1) possède un champ magnétique statique de 2,34 T, soit 100 MHz pour la résonance du proton (les caractéristiques de l'imageur sont détaillées dans le chapitre 3). L'écoulement est effectué dans l'axe du tunnel de l'aimant, c'est-à-dire horizontalement.



Figure 4.1: Imageur par Résonance Magnétique de type Bruker 24/40 fonctionnant à 100 Mhz (2.34 T).

Par ailleurs, le dispositif expérimental utilisé pour réaliser des expériences d'écoulement en conduite ou en milieu poreux est montré sur la figure 4.2. Dans ce chapitre, nous allons seulement montrer les expériences effectuées dans des conduites circulaires ne contenant pas de milieu poreux.

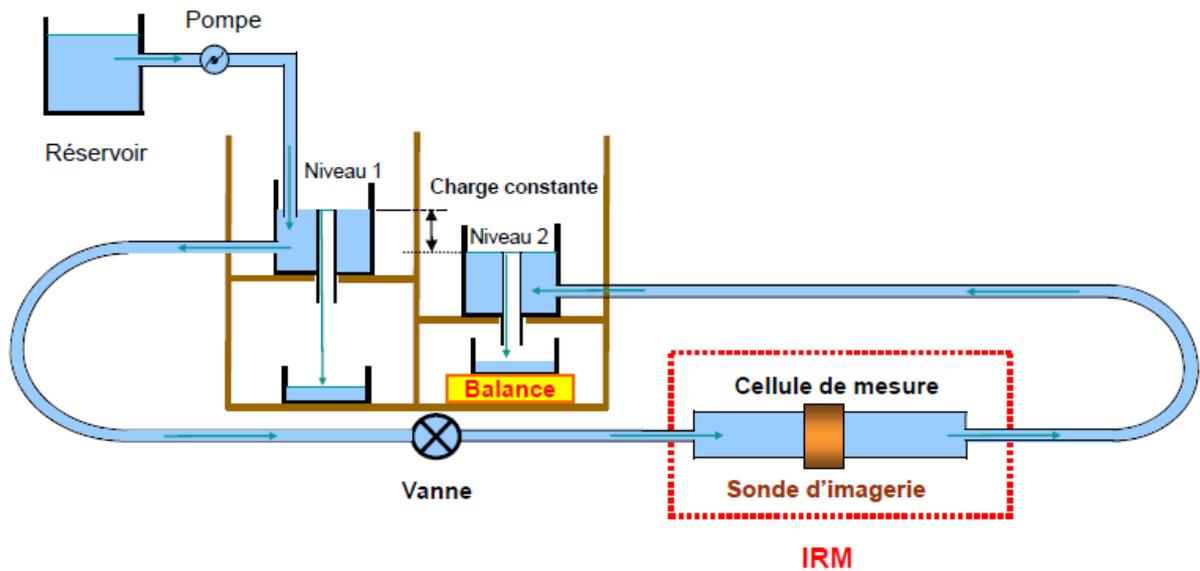


Figure 4.2: Dispositif expérimental utilisé pour réaliser un écoulement dans un tube et dans un milieu poreux. L'écoulement gravitaire est réalisé entre les deux réservoirs à niveau constant.

L'écoulement, purement gravitaire, est réalisé entre deux réservoirs à niveau constant. Nous maintenons le niveau d'eau constant dans le récipient supérieur (niveau 1) en y ajoutant continuellement de l'eau provenant d'un autre réservoir (extérieur au système) grâce à une pompe et en évacuant le surplus par un trop-plein. Après l'ouverture de la vanne, l'eau sort par un orifice pratiqué dans le bas du récipient pour circuler dans un tuyau d'une longueur de 150 cm puis dans le tube qui se trouve à l'intérieur de l'IRM (cellule de mesure) avant d'arriver dans le deuxième récipient par l'intermédiaire d'un autre tuyau de 150 cm de longueur. Nous mesurons la masse  $\Delta m$  de l'excès d'eau provenant du deuxième récipient pendant un temps  $\Delta t$ , ce qui permet de calculer le débit massique  $Q$  d'après l'équation suivante :

$$Q = \frac{\Delta m}{\Delta t} \quad (4.1)$$

Le temps  $\Delta t$  est mesuré à l'aide d'un chronomètre manuel.

Nous pouvons faire varier la charge entre les deux réservoirs et donc faire varier les débits, en modifiant la hauteur du premier réservoir. L'absence de pompe dans le circuit fait que l'écoulement ne subit aucune fluctuation temporelle.

### 4.3 Traitement des images

La méthode de contraste de phase consiste à faire deux images à deux gradients de polarités inversées ou deux valeurs de gradient différentes.

Toutes les images présentées dans ce chapitre possèdent :

- Un champ de vue (F.O.V.) de 4 cm,
- Une coupe (sélection de tranche, S.T.) de 20 mm,
- Une résolution (taille de l'image) de 256\*256 voxels,
- Des délais pour le codage de la vitesse respectivement de  $\delta = 2$  ms et  $\Delta = 12$  ms,
- Un temps d'écho (T.E.) de 20 ms,
- Un temps de répétition (T.R.) de 500 ms.

Les deux images dont il a été question précédemment sont obtenues simultanément en cumulant 4 acquisitions de signal successives, pour un temps total d'expérience de 102 minutes.

Les figures 4.3.a et 4.3.b sont deux images de phase (en radians) obtenues en utilisant respectivement une puissance de gradient de 9,86 mT/m et de -9,86 mT/m.

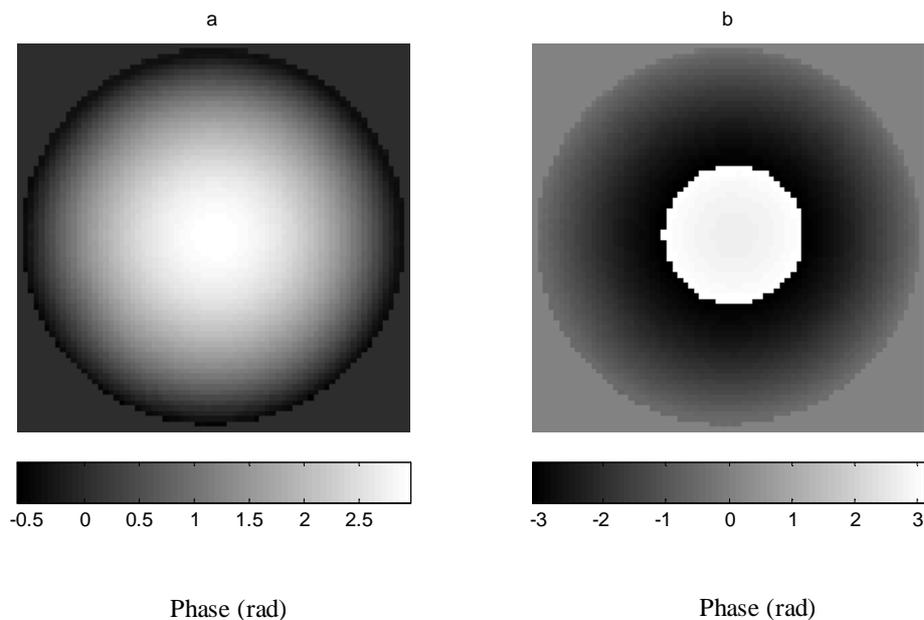


Figure 4.3: Image de phase (en rad) pour un écoulement, dans un tube rectiligne de diamètre intérieur 1.1 cm et de longueur 200 cm, à une vitesse de 3 cm/s. a) Gradient de 9.86 mT/m. b) Gradient de -9.86 mT/m.

L'écoulement est réalisé à une vitesse moyenne de 3 cm/s dans un tube rectiligne de 1,1 cm de diamètre intérieur et de 200 cm de longueur.

La figure 4.3 (b) montre le problème de repliement (aliasing) au centre du tube : la phase au centre du tube est décalée de  $2\pi$ . Pour corriger ce phénomène, il faut repérer les endroits où se situe le décalage de phase. Pour cela, nous avons développé un code qui permet de faire la différence entre deux pixels consécutifs en parcourant l'image  $M$  soit par ligne  $i$  soit par colonne  $j$ . Le résultat de ces différences est stocké dans une matrice  $D$ . Pour créer cette dernière  $D$ , nous utilisons l'une des équations suivantes :

- Parcours suivant les lignes  $i$  (figure 4.4 b) :

$$D(i, j) = M(i+1, j) - M(i, j) \quad (4.2)$$

- Parcours suivant les colonnes  $j$  (figure 4.4 a):

$$D(i, j) = M(i, j+1) - M(i, j) \quad (4.3)$$

En prenant l'exemple d'un parcours suivant les lignes, il existe trois situations pour la matrice  $D$  :

1. Si  $D(i, j)$  est proche de zéro, alors il n'y a pas de phénomène d'aliasing entre les voxels  $M(i, j)$  et  $M(i+1, j)$ .
2. Si  $D(i, j)$  est supérieur à  $\pi$ , nous avons un décalage de  $2\pi$  dans le voxel  $M(i+1, j)$ .
3. Si  $D(i, j)$  est inférieur à  $-\pi$ , nous avons un décalage de  $2\pi$  dans le voxel  $M(i, j)$ .

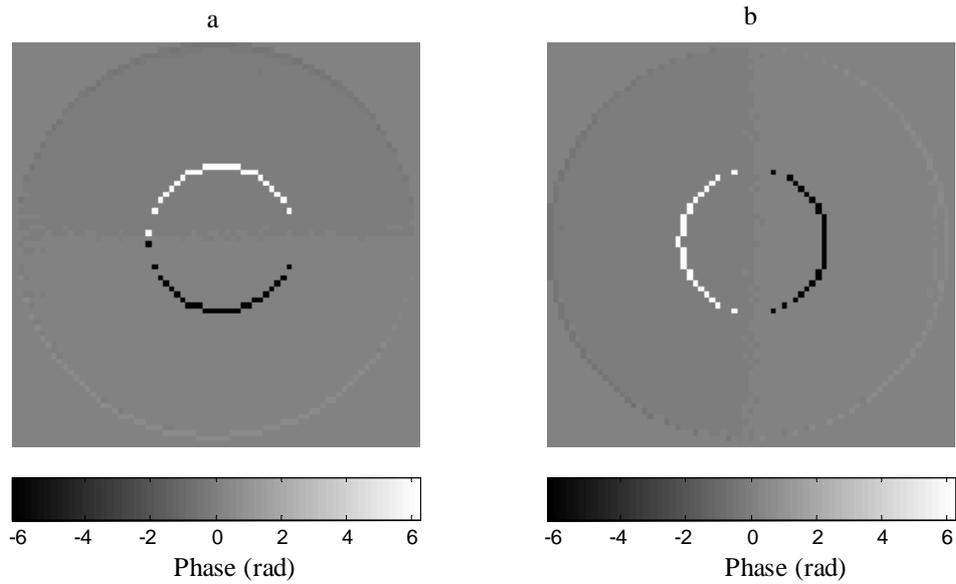


Figure 4.4: Différence entre deux pixels consécutifs de l'image  $M$  (figure 4.3 b).

a) suivant les colonnes. b) suivant les lignes.

Dans les deux dernières situations, nous soustrayons la valeur  $2\pi$  au voxel concerné de l'image  $M$ . Nous réitérons jusqu'à avoir tous les voxels de la matrice  $D$  proches de zéro. Nous obtenons ainsi l'image corrigée. L'image 4.5 montre les différentes étapes de la correction : a) l'image de départ, b) l'image après 10 itérations et c) l'image finale (corrigée).

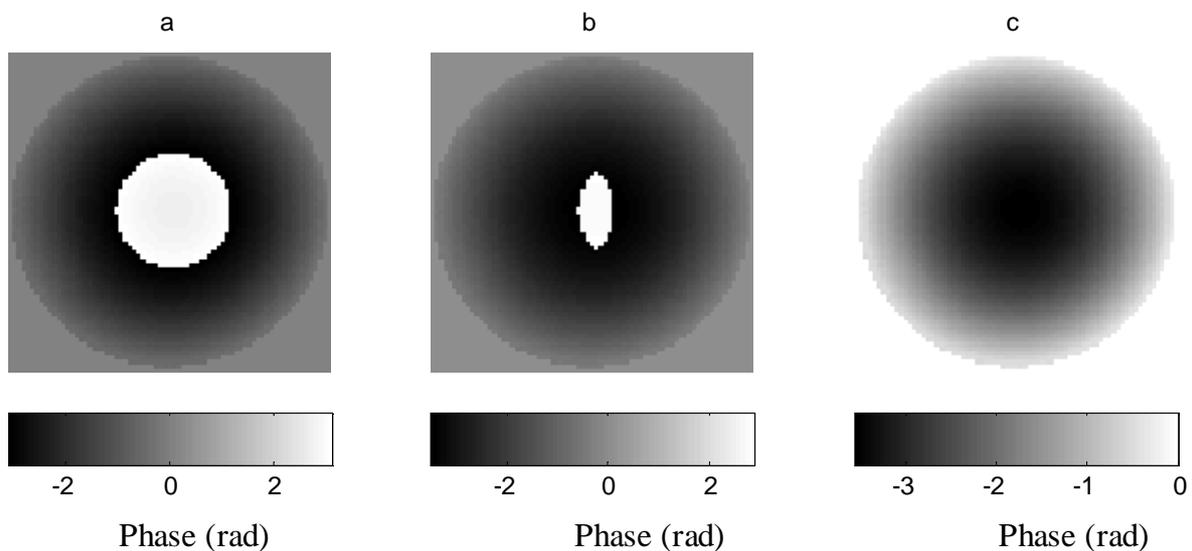


Figure 4.5: Les différentes étapes de la correction : a) l'image de départ, b) l'image après 10 itérations et c) l'image finale (corrigée).

Nous remarquons que l'échelle de phase est modifiée puisqu'elle s'étend dans l'image corrigée de 0 à -3.5 rad, alors qu'elle allait de  $-\pi$  à  $+\pi$  sur l'image de départ (figure 4.5 a).

Pour obtenir l'image de phase (figure 4.6), nous faisons la différence des deux images obtenues à différents gradients, après avoir corrigé le phénomène d'aliasing s'il y a lieu. Cette opération permet d'éliminer la dispersion de phase et le biais de mesure (offset, artéfact provenant de la sélection de tranche...).

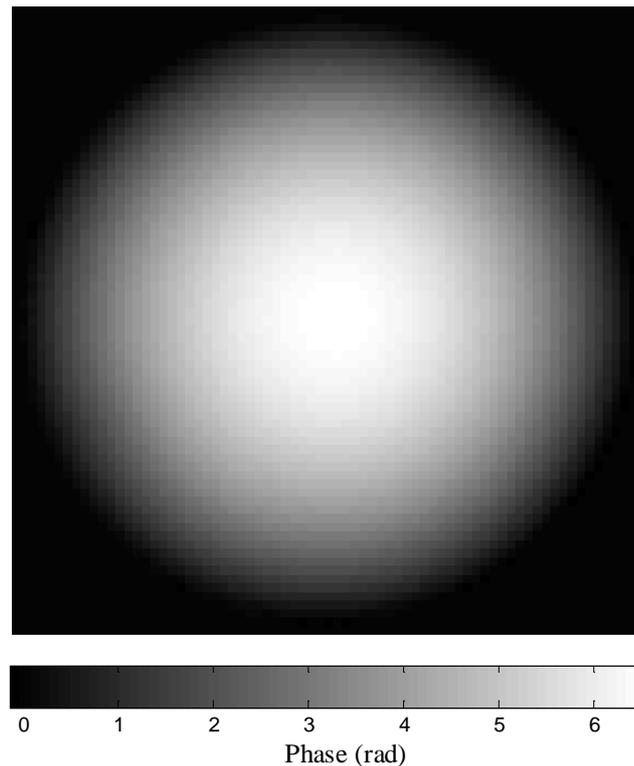


Figure 4.6: Image de phase obtenue par différence entre les deux images ayant un gradient opposé.

Nous cherchons ensuite le centre de l'image finale de phase afin de créer la matrice distance. Cette dernière contient la distance moyenne séparant chaque voxel du centre du tube [1, 2, 3]. Nous avons détaillé le calcul de la recherche du centre et la construction de la matrice distance dans le chapitre 3 (§ 3.4).

Nous représentons sur la figure 4.7 en rouge l'ensemble des points de mesure représentatifs de la section du tube (environ 3800 pixels) de l'image IRM en fonction de leur distance par rapport au centre du tube. Comme nous l'avons déjà mentionné, la vitesse (cm/s) est proportionnelle à la phase (rad) et nous établirons la conversion plus tard.

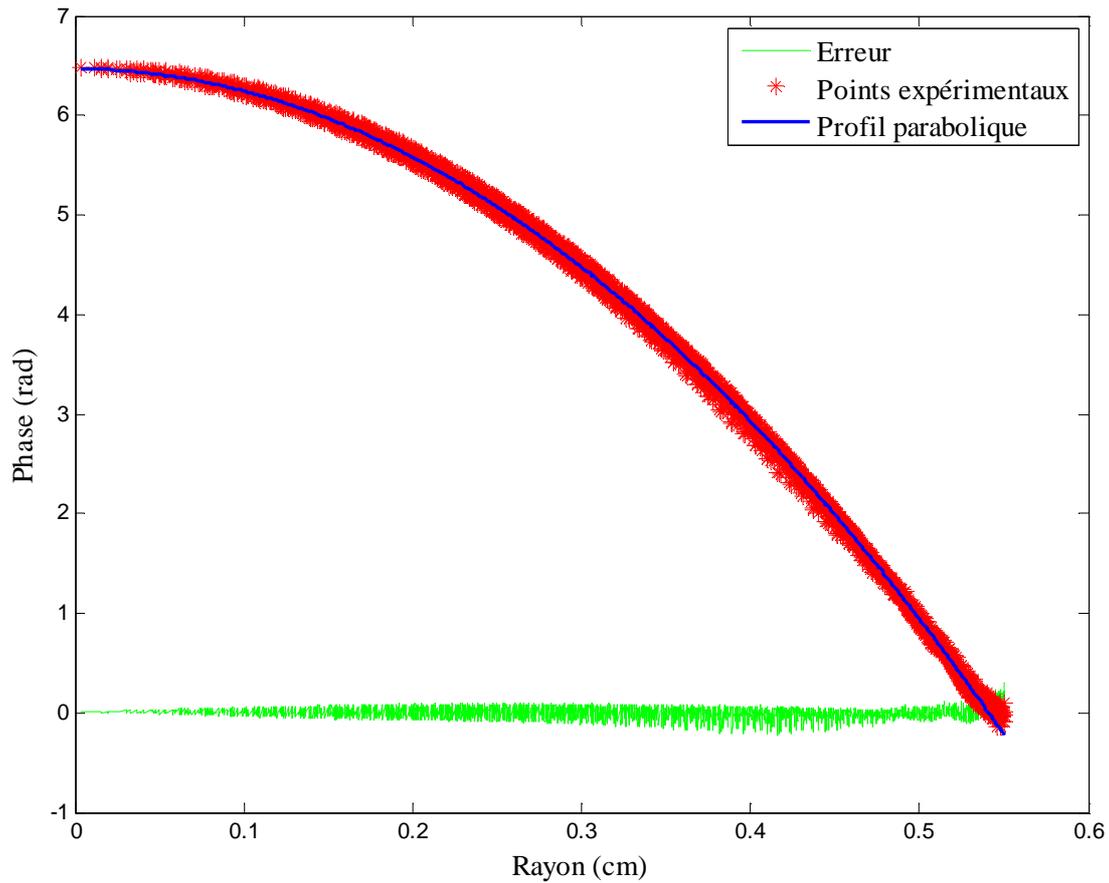


Figure 4.7: Profil de phase en fonction du rayon, le profil de phase parabolique identifié et l'erreur entre les deux profils.

Il est alors facile d'identifier le meilleur profil parabolique passant par le nuage de points (courbe bleue en trait continu). L'équation de la parabole est la suivante :

$$\phi = \phi_{\max} \left( 1 - \frac{r^2}{R^2} \right) \quad (4.4)$$

avec  $\phi$  la phase représentative de la vitesse,  $\phi_{\max}$  la phase maximale au centre du tube,  $R$  le rayon du tube et  $r$  la position radiale du voxel par rapport au centre du tube.

La courbe verte représente les résidus calculés entre les points de mesure et la parabole identifiée. Pour cet exemple, l'erreur relative moyenne (valeur moyenne des résidus) est égale à 1%.

## 4.4 Résultats

### 4.4.1 Écoulement de Poiseuille : longueur d'établissement

L'écoulement ne subit aucune fluctuation temporelle, le profil de vitesse est supposé être unidirectionnel, axisymétrique et parabolique (figure 4.8). Ce profil n'est pas établi dès l'entrée du tube mais seulement à partir d'une distance appelée longueur d'entrée. Nous considérons une vitesse uniforme à l'entrée du tube et un fluide à comportement newtonien. Il se forme alors une couche limite dont l'épaisseur  $\delta$  augmente au fur et à mesure que l'on s'éloigne de l'entrée du tube. Lorsque l'épaisseur  $\delta$  devient égale au rayon  $R$  du tube, l'écoulement peut être considéré comme établi.

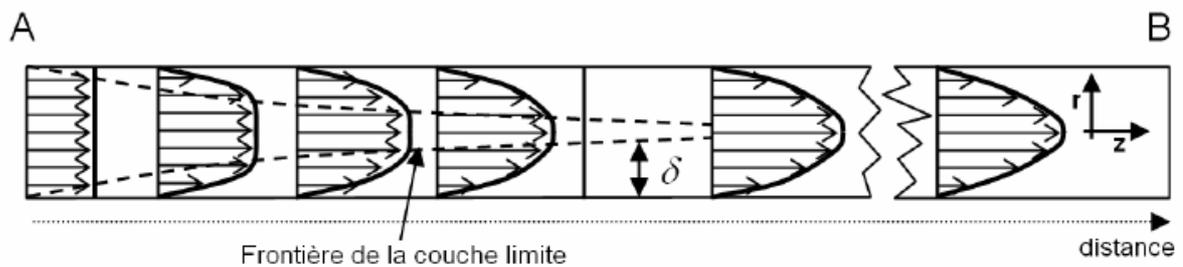


Figure 4.8: Etablissement du profil de vitesse parabolique dans un tube circulaire droit en fonction de la distance à l'entrée du tube. Le profil est établi (B) si la longueur du tube est suffisante.

Des travaux ont été faits pour estimer la longueur d'établissement  $L$  d'après le calcul de développement des couches limites [4]. Les corrélations sont pour la plupart de la forme :

$$L = C Re D \quad (4.5)$$

avec  $D$  le diamètre du tube,  $Re$  le nombre de Reynolds et  $C$  une constante qui est de l'ordre de 0.03.

Des résultats expérimentaux [4] montrent cependant des valeurs de  $C$  comprises entre 0.03 et 0.06.

Dans notre cas, l'écoulement a lieu dans un tube cylindrique de diamètre  $D = 1$  cm avec une vitesse débitante  $V$  variant entre 0 et 5 cm/s.

Le nombre de Reynolds est calculé à partir de la relation classique :

$$Re = \frac{VD}{\nu} \quad (4.6)$$

avec  $\nu$  la viscosité cinématique du fluide.

Le fluide étant de l'eau, sa viscosité cinématique  $\nu$  est égale à  $10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ . En prenant une valeur maximale  $Re = 500$  pour une vitesse proche de 5 cm/s, nous obtenons alors une longueur d'établissement de 15 cm.

Pour effectuer nos mesures de vitesse, nous avons d'abord utilisé un tube d'une longueur totale de 30 cm et la zone de mesure se situe à 20 cm à partir de l'entrée du tube cela en cohérence avec l'estimation précédente.

L'expérience nous a permis d'obtenir l'image de phase suivante (figure 4.9) pour une vitesse moyenne de 1.78 cm/s ( $Re = 178$ ) mesurée par gravimétrie.

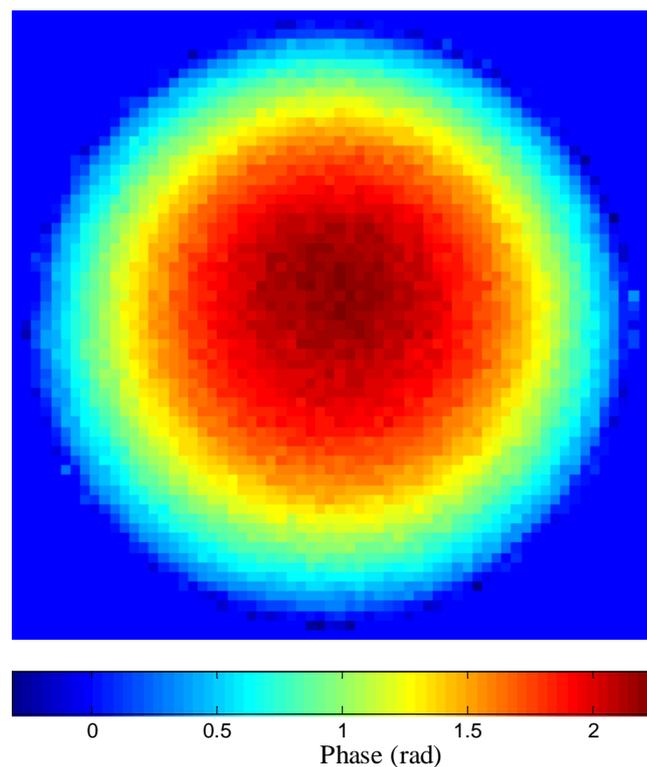


Figure 4.9: Cartographie de vitesse (en rad) pour un écoulement de 1.78 cm/s dans un tube de diamètre intérieur 1 cm et de longueur 30 cm.

Nous remarquons sur le bord du tube la présence d'un artéfact de phase : les phases des voxels du bord sont parfois négatives. Nous pouvons constater que la phase maximale ne

coïncide pas avec le centre du tube. L'écoulement n'est donc pas tout à fait axisymétrique. En représentant l'ensemble des points de l'image en fonction de leur distance au centre du tube (Figure 4.10), nous trouvons qu'il y a un décalage par rapport au profil théorique parabolique de Poiseuille.

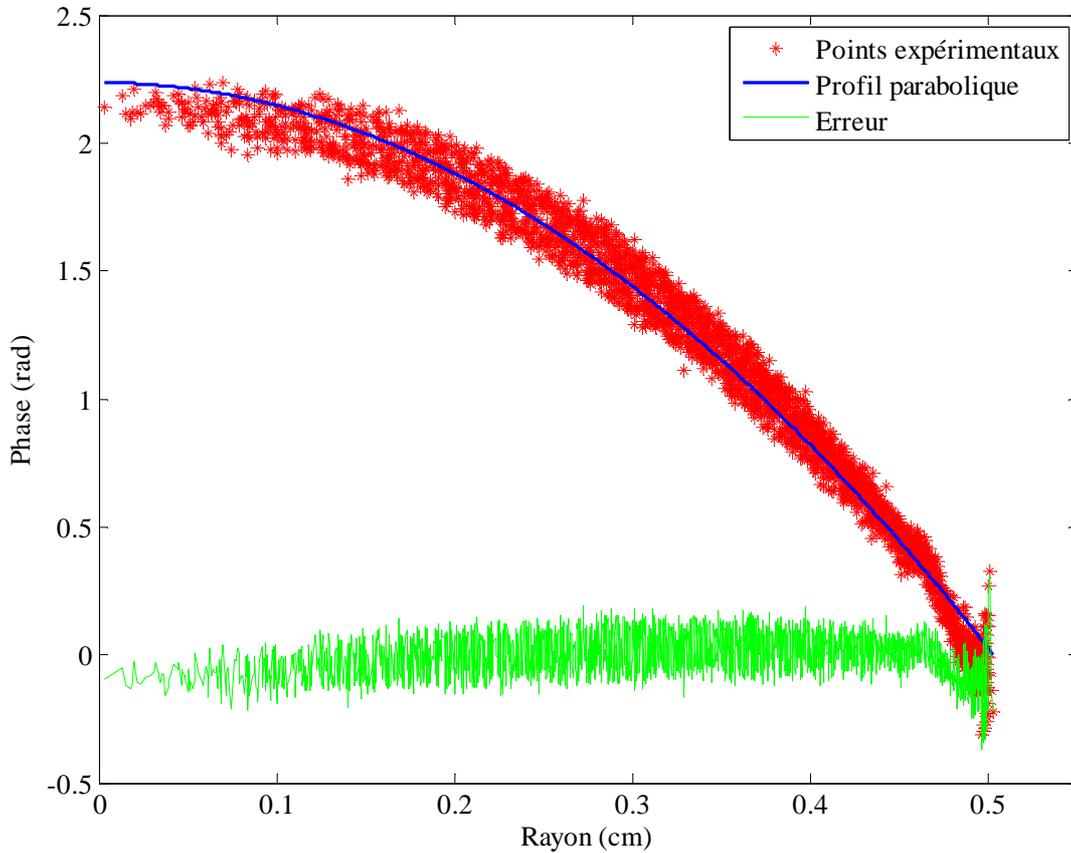


Figure 4.10: Profil de vitesse (phase) en fonction du rayon, profil parabolique identifié et erreur entre les deux profils précédents pour un tube de diamètre intérieur 1 cm et de longueur 30 cm.

Ce problème peut être expliqué de deux manières différentes :

1. Soit nous sommes proches de l'élargissement brusque (entrée du tube) à 20 fois le diamètre, c'est-à-dire que la longueur d'entrée (établissement) est trop courte.
2. Soit nous sommes proches du rétrécissement brusque (sortie du tube) à 10 fois le diamètre.

Siegel et al. [5] ont montré que le rétrécissement brusque influençait peu l'écoulement (3 fois le diamètre avant le rétrécissement). Par contre, en se plaçant à une distance de 6 fois le diamètre après un élargissement brusque ils n'ont pas obtenu un profil parabolique. C'est

pourquoi, nous pensons que le décalage entre les points expérimentaux et le profil théorique est due à une trop faible longueur d'entrée.

Nous constatons un léger aplatissement du profil au voisinage du centre du tube. Ceci nous montre que l'écoulement n'est pas tout à fait établi.

Comme la longueur d'établissement est fonction de la vitesse (ou encore de  $Re$ ), pour obtenir un profil parfaitement parabolique, il faut diminuer la vitesse ou augmenter la longueur du tube. Aux faibles vitesses, nous sommes perturbés par les effets de diffusion moléculaire. Comme nous voulons faire varier la vitesse, il est préférable d'augmenter la longueur du tube. La figure 4.11 montre un écoulement dans un tube de 1 cm de diamètre intérieur et 70 cm de longueur. La vitesse moyenne de l'écoulement est de 1,9 cm/s (débit mesuré par pesée). L'image a été obtenue à une distance de 50 cm de l'entrée afin d'être sûr que le régime d'écoulement soit parfaitement établi.

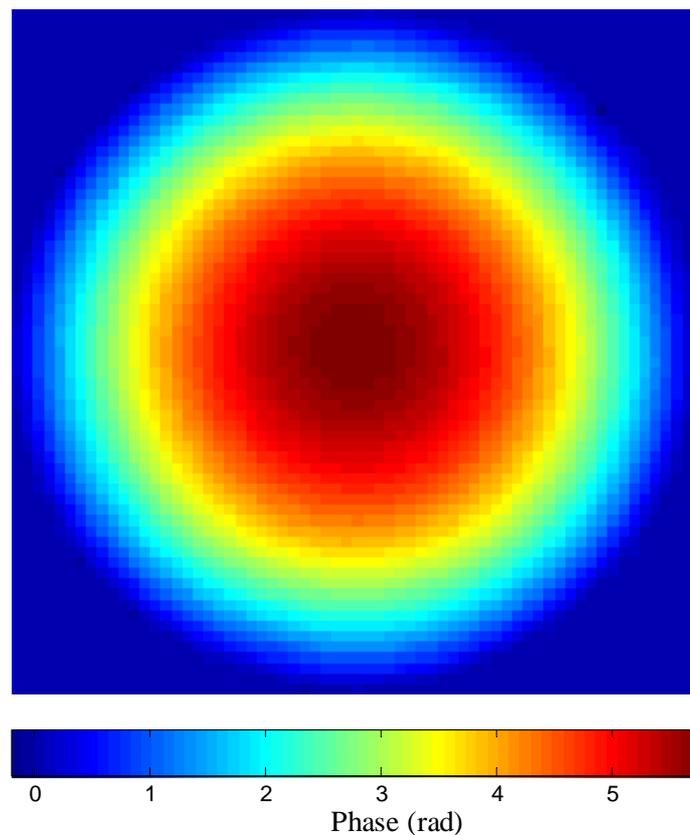


Figure 4.11: Cartographie de vitesse (phase en rad) pour un écoulement de 1,9 cm/s dans un tube de diamètre intérieur 1 cm et de longueur 70 cm.

L'image de vitesse semble assez bien axisymétrique. Par contre la représentation du profil radial de vitesse (figure 4.12) montre que les points expérimentaux sont légèrement décalés du profil théorique de Poiseuille. Nous remarquons toutefois que les points expérimentaux sont moins dispersés que dans le cas précédent. Les décalages entre les points expérimentaux et le profil théorique sont plus faibles mais toujours présents.

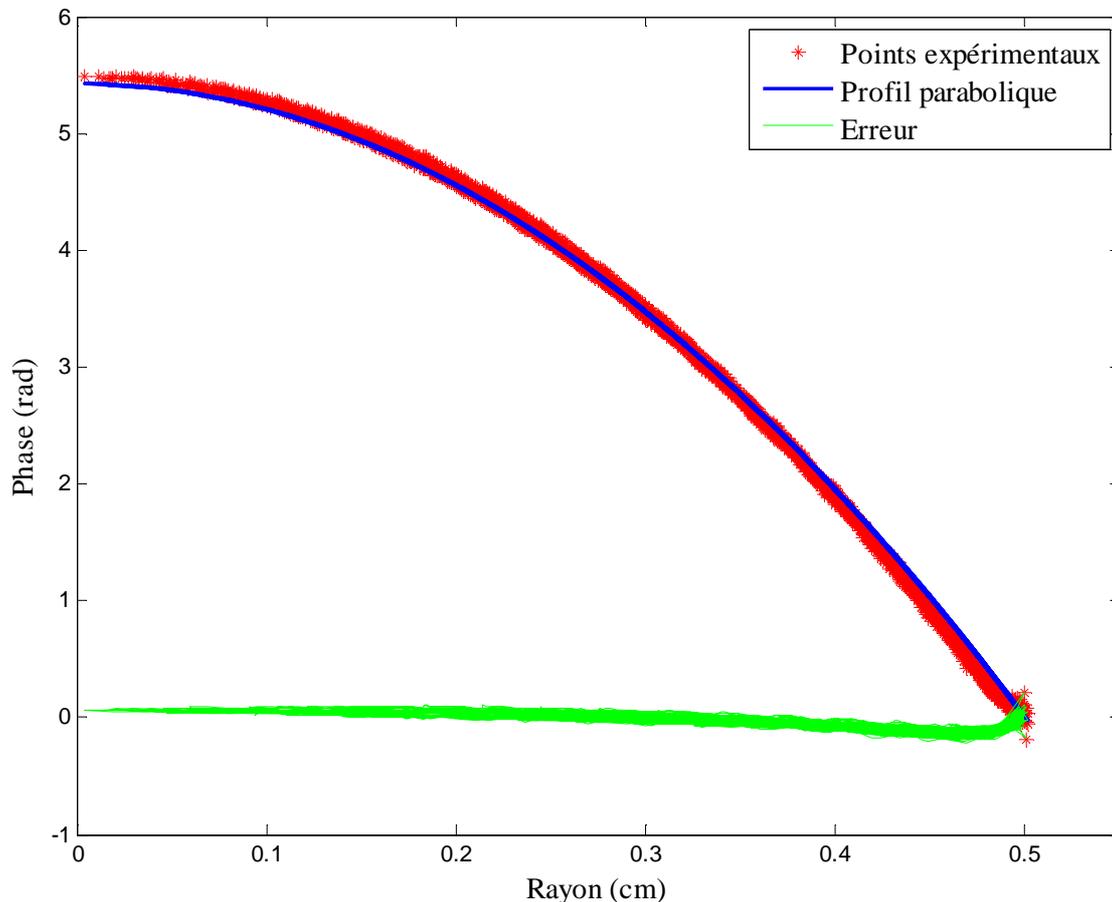


Figure 4.12: Profil de vitesse (phase) en fonction du rayon, profil parabolique identifié et erreur entre les deux profils précédents pour un tube de diamètre 1 cm et de longueur 70 cm.

Le décalage nous indique que l'écoulement n'est pas totalement établi. L'explication suivante peut être fournie, comme dans notre système, il existe des coudes en amont du tube d'expérience, le profil à l'entrée du tube peut être perturbé notamment par la présence de tourbillons transportés ensuite dans le tube. Il est prudent d'augmenter significativement la longueur du tube pour obtenir une disparition de ces vortex. Des expériences menées au laboratoire ont montré que les longueurs nécessaires étaient beaucoup plus grandes que les longueurs d'établissement calculées à partir des corrélations de couches limites. Typiquement on prendra :

$$L \cong \frac{1}{4} \text{Re} D \quad (4.7)$$

Dans la gamme de nombre de Reynolds choisie (jusqu'à  $\text{Re} = 500$ ), nous trouvons une longueur d'établissement  $L$  d'environ 150 cm. C'est pourquoi nous avons remplacé les tubes précédents par un tube de longueur 200 cm et de diamètre intérieur 1.1 cm.

La figure 4.13 montre une image de phase pour un écoulement avec une vitesse moyenne de 1.95 cm/s. La zone de mesure a été placée à 170 cm de l'entrée. Cette image est comparable à celle obtenue dans le tube de 70 cm de longueur et est parfaitement axisymétrique.

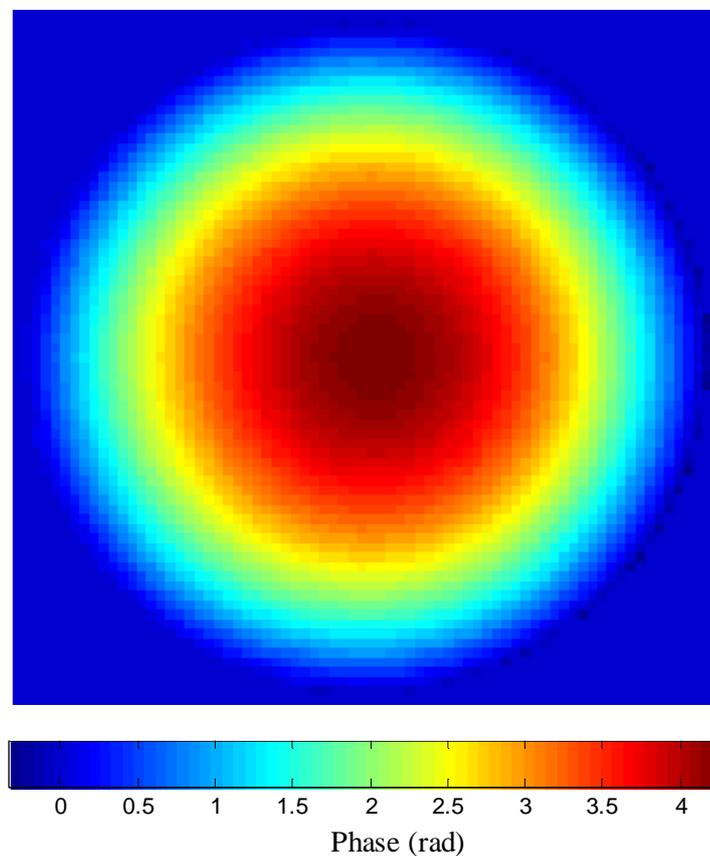


Figure 4.13: Cartographie de vitesse (phase en rad) pour un écoulement de 1,95 cm/s dans un tube de diamètre intérieur 1,1 cm et de longueur 200 cm.

Nous voyons très bien que la vitesse augmente en allant du bord du tube vers le centre. La représentation du profil radial de vitesse est illustrée sur la figure 4.14.

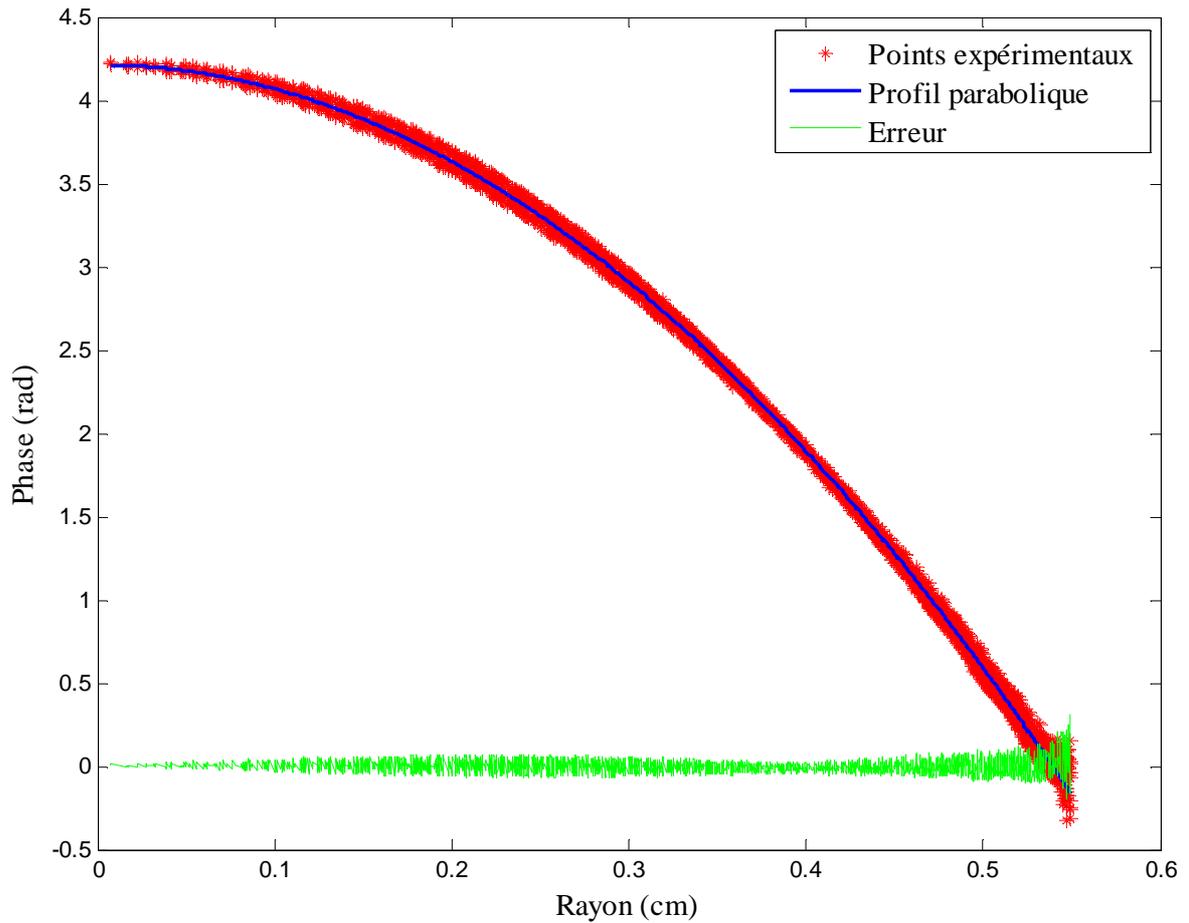


Figure 4.14: Profil de vitesse (phase) en fonction du rayon, profil parabolique identifié et l'erreur entre les deux profils précédents pour un tube de diamètre intérieur 1.1 cm et de longueur 200 cm.

Le profil théorique de Poiseuille passe au milieu du nuage de points et nous avons un très bon accord entre les deux courbes. L'erreur est très faible (environ 1%) entre les débits mesurés par pesée et ceux déduits par imagerie. L'erreur entre les points expérimentaux et la courbe théorique est proche de zéro et augmente très légèrement au bord du tube par la présence de l'interface solide-liquide.

#### 4.4.2 Etalonnage de vitesse

Nous avons fait varier la vitesse (figure 4.15) pour pouvoir construire avec une bonne précision la courbe d'étalonnage reliant le déphasage moyen en fonction de la vitesse débitante.

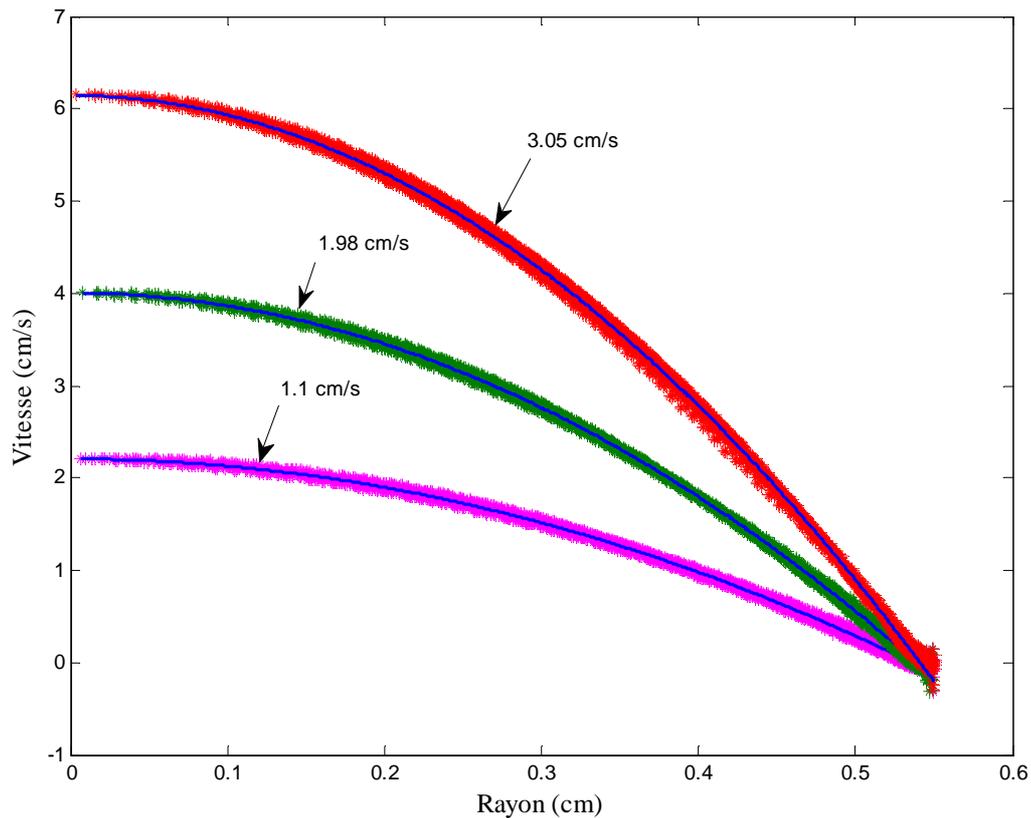


Figure 4.15 : Représentation du profil radial de vitesse pour différentes vitesses débitantes mesurées par pesée de (1.1, 1.98 et 3.05 cm/s) et profil théorique de Poiseuille.

D'après l'équation 2.10 (chapitre 2), le déphasage moyen obtenu à partir de l'image est proportionnel à la vitesse moyenne. Puisque  $\delta$ ,  $\Delta$ ,  $G$  et  $\gamma$  sont des constantes, la relation entre la vitesse et le déphasage peut s'écrire sous la forme :

$$\phi = K v \quad (4.8)$$

où  $K$  est une constante d'étalonnage.

Afin de déterminer d'une façon précise la constante d'étalonnage  $K$ , nous avons tracé la courbe (figure 4.16) qui relie le déphasage moyen à la vitesse moyenne mesurée par pesée. Il serait possible évidemment de tracer cette courbe à partir d'un simple profil de Poiseuille puisque toutes les vitesses entre 0 et la vitesse maximale au centre du tube sont représentées. Cependant il nous a semblé plus correct de faire varier le débit d'écoulement et de mesurer pour chaque débit la constante d'étalonnage.

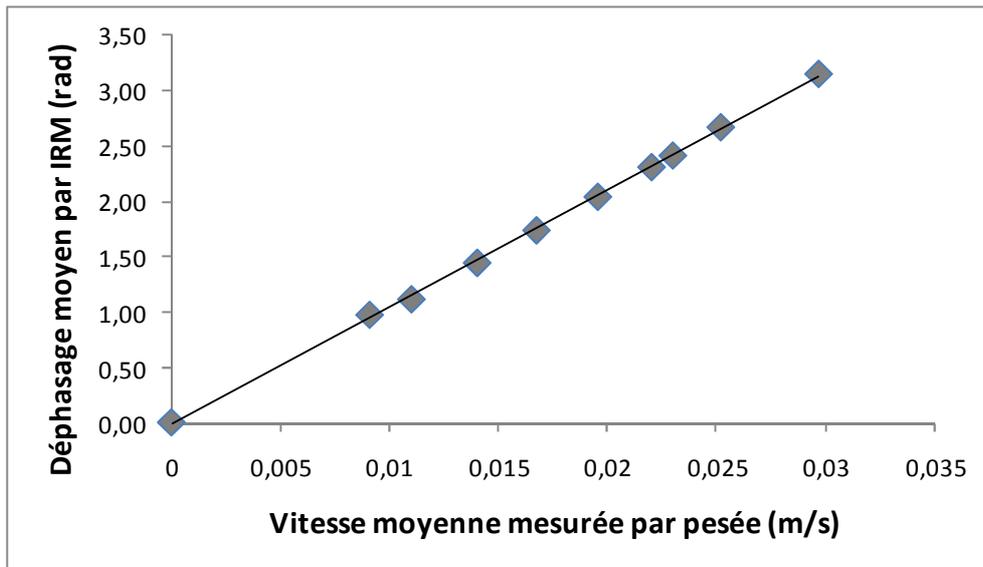


Figure 4.16: Etalonnage de vitesse. Courbe reliant le déphasage moyen (rad) mesuré par IRM à la vitesse moyenne mesurée par pesée.

La courbe obtenue est bien une droite passant par l'origine. Nous obtenons un coefficient de proportionnalité  $K$  entre la phase et la vitesse égal à  $105.18 \text{ rad.s.m}^{-1}$  et un coefficient de corrélation linéaire de 0.998.

A partir de l'équation 2.10 et des paramètres que nous avons utilisés dans toutes nos mesures, nous pouvons calculer la valeur théorique de la constante d'étalonnage  $K_{th}$  :

$$K_{th} = \gamma \delta \Delta G \quad (4.9)$$

Nous avons utilisé une durée d'application des gradients  $\delta = 2 \text{ ms}$  et une durée entre les deux gradients  $\Delta = 12 \text{ ms}$ . Le rapport gyromagnétique de l'hydrogène vaut  $\gamma = 26.75 \cdot 10^7 \text{ rad.T}^{-1}.\text{s}^{-1}$ . Comme nous avons utilisé deux gradients de polarité opposée et de même intensité  $9.86 \cdot 10^{-3} \text{ T.m}^{-1}$ , on a alors  $G = G_2 - G_1 = 2 * 9.86 \cdot 10^{-3} \text{ T.m}^{-1}$ .

La constante théorique peut donc être estimée à  $K_{th} = 126.6 \text{ rad.s.m}^{-1}$ . Nous remarquons que les deux constantes sont du même ordre de grandeur. La différence entre les deux valeurs peut s'expliquer par la forme des gradients qui est supposée être carrée mais qui a en réalité une forme plus compliquée pour optimiser les temps de montée et de descente.

Le tableau 4.1 indique après étalonnage, les vitesses débitantes obtenues par pesée et les vitesses débitantes moyennes obtenues par IRM pour différentes expériences menées sur le tube de longueur 200 mm.

Tableau 4.1 : Comparaison des mesures de vitesse par pesée et par IRM après étalonnage.

Débit par pesée (g/s)	Vitesse par pesée (cm/s)	Vitesse par IRM (cm/s)	Erreur relative IRM/pesée (%)
0,863	0,909	0,925	1,7%
1,045	1,100	1,059	-3,7%
1,332	1,402	1,371	-2,2%
1,590	1,674	1,651	-1,3%
1,858	1,956	1,940	-0,8%
2,091	1,981	2,014	-1,6%
2,184	2,300	2,295	-0,2%
2,393	2,519	2,540	0,8%
2,819	3,051	2,998	-1,7%

La comparaison des mesures de vitesse obtenues par pesée avec celles obtenues par IRM montre que l'erreur relative reste inférieure à 4%. Nous constatons que l'erreur a tendance à diminuer avec l'augmentation de la vitesse. Ceci est dû au fait qu'en augmentant la vitesse, l'influence de la diffusion moléculaire diminue.

La figure 4.17 nous montre la distribution de vitesse (histogramme) dans la section du tube pour différents débits. La distribution de vitesse nous permet de savoir le nombre de molécules  $f(v)$  qui se déplacent à une vitesse comprise entre  $v$  et  $v+dv$ . Les classes de vitesse sont définies par :

$$\Delta v = \frac{v_{\max} - v_{\min}}{n_c} \quad (4.10)$$

où  $v_{\max}$  et  $v_{\min}$  sont respectivement les vitesses maximale (positive) et minimale (négative) relevées sur l'image de vitesse et  $n_c$  le nombre des classes. On a fixé ici  $n_c$  égal à 31.

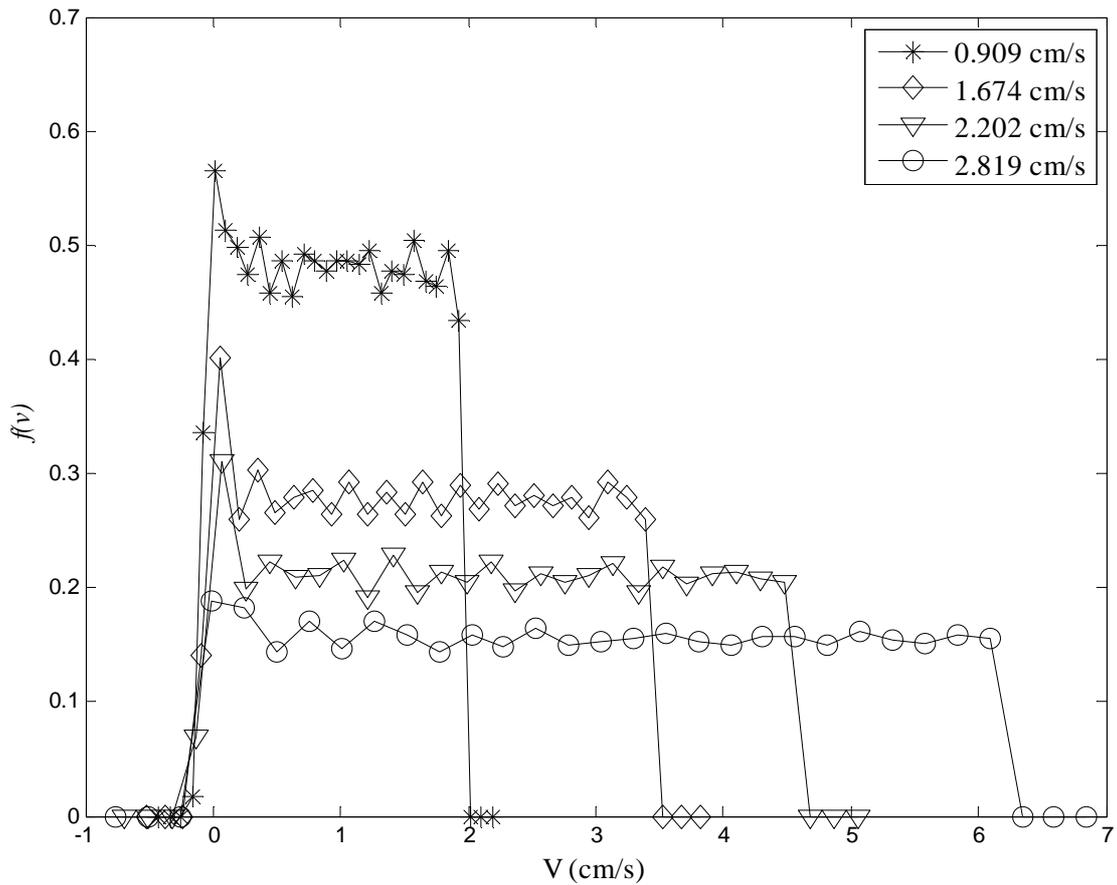


Figure 4.17 : Distribution de vitesse pour quatre débits différents.

Dans chaque classe, la fonction de distribution est calculée par :

$$f(v) = \frac{n}{N \Delta v} \quad (4.11)$$

où  $n$  est le nombre de voxels dont la vitesse  $v$  se trouve dans une classe donnée et  $N$  le nombre total de voxels de l'image (en prenant uniquement en compte les voxels appartenant à l'intérieur du tube).

Théoriquement, la distribution de vitesse pour un écoulement de Poiseuille dans un tube cylindrique est uniforme et vaut [6]:

$$f(V) = \frac{1}{V_{\max}} \quad (4.12)$$

Cette relation est approximativement respectée pour les données de la figure 4.17. Nous remarquons d'après la figure 4.17 que la distribution est élevée au bord du tube pour les 4

vitesse moyennes imposées. Cette augmentation est un artéfact dû à l'interface solide-liquide comme vu précédemment.

#### 4.4.3 Comparaison des résultats obtenus par les séquences d'écho de spin et d'écho de gradient

Afin de comparer les résultats des deux séquences : la séquence PGSE et la séquence par écho de gradient avec gradient bipolaire, nous avons réalisé un écoulement dans le tube de 200 cm de longueur. La figure 4.18 montre la carte du champ de vitesse dans une section du tube pour une vitesse moyenne de 2.1 cm/s.

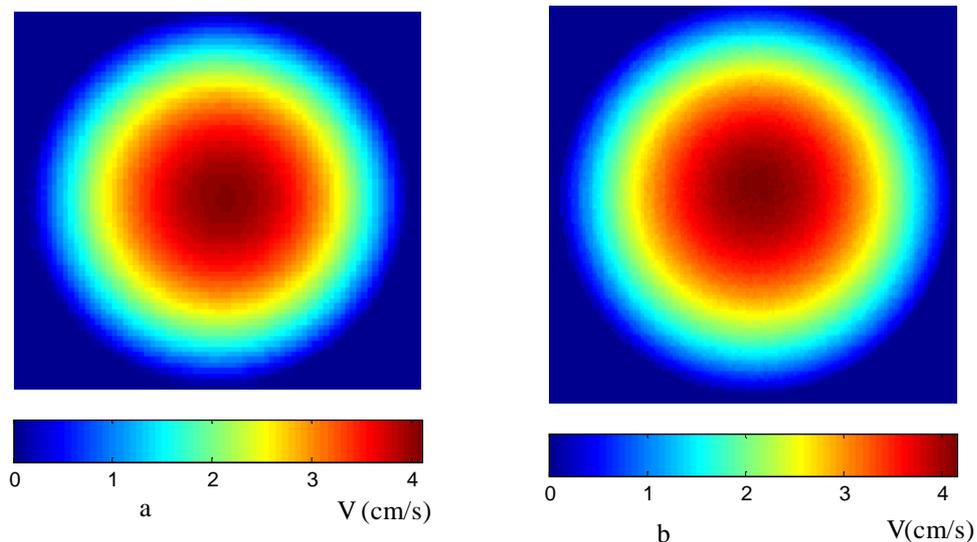


Figure 4.18 : Carte du champ de vitesse. Vitesse moyenne de 2.1 cm/s. a) Par la séquence PGSE. b) Par la séquence d'écho de gradient avec gradient bipolaire.

La figure 4.18(b) est plus lisse que la figure 4.18(a), car la séquence d'écho de gradient comporte un gradient de compensation de flux. La représentation du profil radial de vitesse obtenu par la séquence d'écho de gradient avec gradient bipolaire est illustrée sur la figure 4.19. Ce profil est à comparer au profil de vitesse obtenu par la séquence PGSE (figure 4.14).

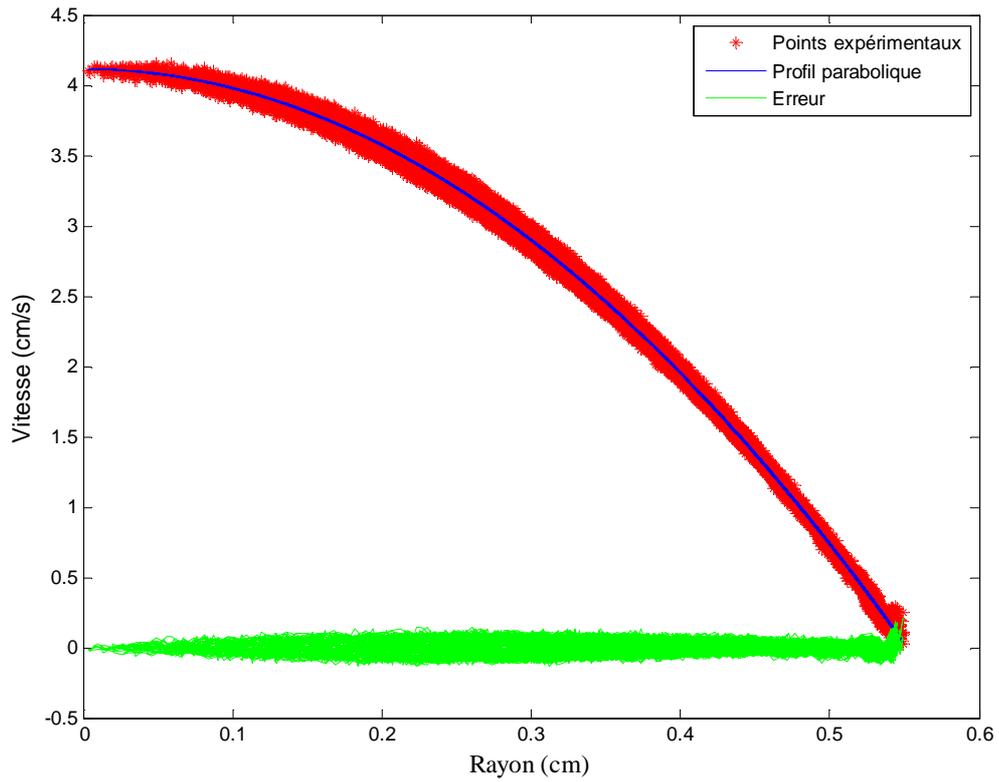


Figure 4.19 : Profil radial de vitesse obtenue à partir de la séquence d'écho de gradient. Profil parabolique identifié et erreur entre les points de mesure et le profil identifié.

La figure 4.20 montre la comparaison entre les profils paraboliques identifiés par chacune des séquences.

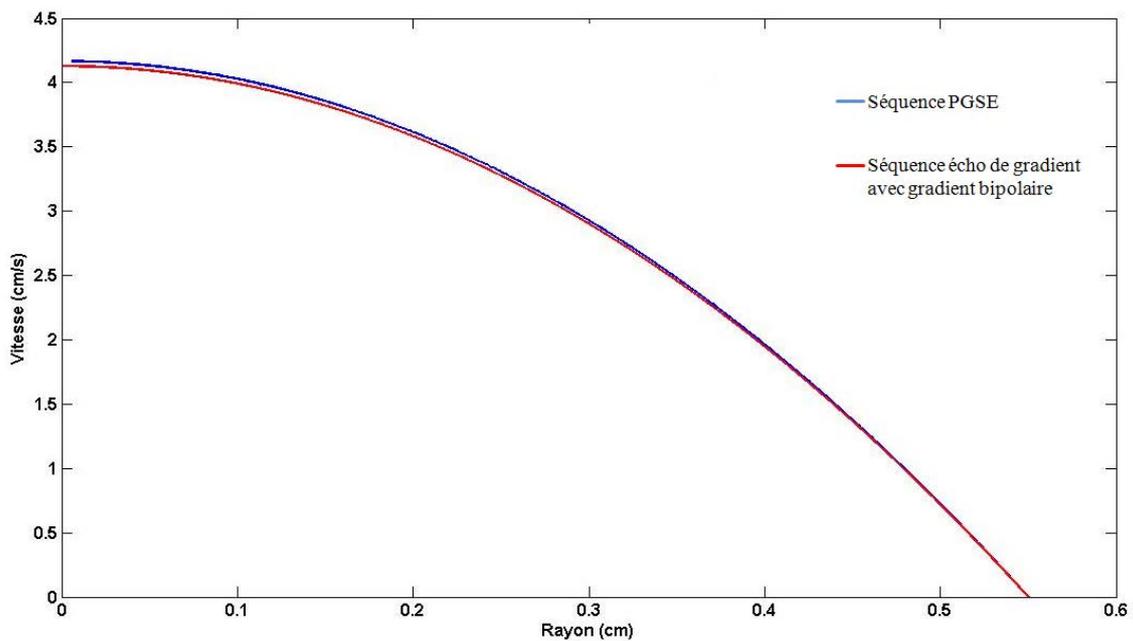


Figure 4.20: comparaison des 2 profils identifiés par chacune des séquences.

Nous pouvons remarquer que les profils de vitesses sont quasiment identiques. Par contre, l'erreur entre les points expérimentaux et le profil identifié est plus dispersée par la séquence d'écho de gradient avec gradient bipolaire que celle obtenue par la séquence PGSE.

Comme par la suite nous allons nous intéresser aux écoulements en milieux poreux pour lesquels il y a de nombreuses interfaces, nous privilégierons (comme déjà indiqué) la séquence PGSE basée sur un écho de spin, cette technique étant connue pour être moins sensible aux effets des gradients internes [7].

## 4.5 Conclusion

Ces différents travaux nous ont permis d'étudier quantitativement l'écoulement de Poiseuille dans un tube horizontal. Cet écoulement n'est pas établi dès l'entrée dans le tube mais après une certaine distance bien précise. Cette longueur est responsable du développement des couches limites, jusqu'à ce que l'épaisseur de la couche  $\delta$  devienne égale au rayon  $R$  du tube ; dans ce cas l'écoulement peut être considéré comme établi. L'écoulement étant fonction de la géométrie du système, la présence de coudes en amont du tube d'expérience peut former des vortex dans l'écoulement. Le profil peut alors être perturbé par la présence de ces tourbillons. Dans ce cas l'estimation de la longueur d'établissement à partir des corrélations de couches limites n'est pas suffisante et le profil parabolique de Poiseuille peut être légèrement perturbé.

La grandeur relative à une vitesse mesurée par l'IRM est la phase (rad). Lorsque la phase dépasse  $\pi$  rad, les valeurs de vitesse seront repliées avec une erreur de mesure de  $-2\pi$ . Il est alors aisé de corriger ce phénomène en ajoutant ou en soustrayant  $2\pi$  de façon à éliminer la discontinuité. Cependant, si cette correction s'avère facile dans ce cas simple, elle risque de s'avérer plus compliquée à mettre en œuvre pour les milieux poreux, la vitesse pouvant varier fortement au sein d'un même voxel.

La vélocimétrie par IRM s'est révélée robuste pour décrire un écoulement de Poiseuille très propre conduisant à des coefficients de corrélation très proche de 1 entre la vitesse réelle et la vitesse mesurée par IRM. Nous sommes donc capables de mesurer une vitesse en conduite avec une bonne précision (inférieure à 4%) par la technique d'IRM. L'erreur entre la vitesse mesurée par IRM et celle par pesée a tendance à diminuer avec l'augmentation de la vitesse en raison de l'atténuation des effets de diffusion moléculaire.

L'erreur sur la mesure des faibles vitesses (en paroi du tube) est plus importante que la mesure des vitesses élevées (au centre du tube). Ceci résulte de la présence simultanée de solide et de liquide dans les voxels de bord conduisant à un effet de "volume partiel". Ce mécanisme sera traité en détail au chapitre suivant.

## Bibliographie

1. Gibbs S.J., Xing D., Carpenter T.A., Hall L.D., Ablett S., Evans I.D., Frith W.J., Haycock D.E. NMR flow imaging of aqueous polysaccharide solutions. *J. Rheol.* 38:1757-1767, 1994.
2. Gibbs S.J., Haycock D.E., Frith W.J., Ablett S., Hall L.D. Strategies for rapid NMR Rheometry by Magnetic Resonance Imaging Velocimetry. *J. Magn. Res.* 125:43-51, 1997
3. Gibbs S.J., James K.L., Hall L.D., Haycock D.E., Frith W.J., Ablett S. Rheometry and detection of apparent wall slip for Poiseuille flow of polymer solutions and particulate dispersions by nuclear magnetic resonance velocimetry. 40: 425-440, 1996.
4. Durst F., Ray S., Ünsal B., Bayoumi O.A. The development lengths of laminar pipe and channel flows. *J. Fluids Eng., Trans ASME*, 127: 1154-1160, 2005.
5. Siegel J.M., Oshinski J.N., Pettigrew R.I., Ku D.N. The accuracy of Magnetic Resonance Phase Velocity measurements in stenotic flow. *J. Biomechanics.* 29: 1665-1672, 1996.
6. Kutsovsky Y. E., Scriven L. E., Davis H. T., Hammer B. E. NMR imaging of velocity profiles and velocity distributions in bead packs. *Physics of fluids.* 8: 863-871, 1996.
7. Matt A. Bernstein, Kevin F. King, Xiaohong Joe Zhou. *Handbook of MRI Pulse Sequences.* 2004. ISBN: 978-0-12-092861-3. 964 pages.





## **Chapitre 5 : Vélodimétrie de l'écoulement d'un fluide saturant un milieu poreux**



## Sommaire du chapitre 5

<b>5.1</b>	<b><i>Introduction</i></b> .....	<b>159</b>
<b>5.2</b>	<b><i>Etalonnage de vitesse</i></b> .....	<b>160</b>
<b>5.3</b>	<b><i>Traitement des images</i></b> .....	<b>164</b>
<b>5.4</b>	<b><i>Mesures de vitesse dans des billes en polymère</i></b> .....	<b>167</b>
5.4.1	<i>Grosses billes et faible sélection de tranche</i> .....	167
5.4.2	<i>Petites billes et large sélection de tranche</i> .....	174
<b>5.5</b>	<b><i>Mesures de vitesse dans des billes en verre</i></b> .....	<b>183</b>
<b>5.6</b>	<b><i>Conclusion</i></b> .....	<b>188</b>
	<b><i>Bibliographie</i></b> .....	<b>190</b>



## 5.1 Introduction

L'étude des écoulements monophasiques en milieu poreux est d'une importance considérable pour une variété d'applications dans le domaine de l'environnement, pour de nombreux systèmes ou opérations rencontrés en génie chimique ou encore pour une multitude de systèmes biologiques. Ainsi, les transferts de polluants dans les sols et aquifères, la récupération du pétrole au sein des formations rocheuses, le transport de chaleur et masse dans des réacteurs à lit fixe, ou aussi la circulation de l'eau dans les plantes n'en sont que quelques exemples.

Nous présentons dans ce chapitre des mesures faites par IRM dans des colonnes de billes de différentes granulométries. Les billes sont soit en polymère pour éviter l'influence des éléments paramagnétiques qui perturbent le champ magnétique, soit plus classiquement en verre mais avec des traces de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  en surface des billes propres à créer de nombreux artefacts dans les mesures. Les billes sont disposées dans le tube central du dispositif expérimental détaillé dans le chapitre 3. Le milieu poreux ainsi que l'espace annulaire sont ensuite saturés d'eau. La zone annulaire est utilisée pour étalonner le signal RMN de l'eau et pour vérifier par IRM la qualité des mesures de débit (le fluide étant incompressible, le débit d'eau dans une section poreuse doit être identique au débit d'eau dans une section de l'annulaire).

Les mesures IRM sont faites d'abord sur un empilement de billes en polymère (polyacétal) de gros diamètre (3.175 mm) avec une sélection de tranche de faible épaisseur (1 mm). Cette situation permet d'observer les écoulements interstitiels entre les grains de l'empilement et de minimiser les effets de volume partiel (voxels contenant à la fois du solide et du liquide). Dans ce cas, le phénomène d'aliasing est facile à corriger, comme dans le cas d'un écoulement de Poiseuille. Nous avons augmenté le nombre de Reynolds ( $\text{Re} > 1$ ) pour voir s'il apparaît une déviation de l'écoulement de Stokes vers un écoulement inertiel. Des mesures ont ensuite été réalisées sur un lit de billes en verre de gros diamètre (3 mm) afin de montrer l'influence des éléments ferro-magnétique ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) sur les résultats.

Ensuite, des mesures ont été effectuées sur un lit de billes en polymère (polyacétal) de faible diamètre (500  $\mu\text{m}$ ) avec une large sélection de tranche (20 mm) de façon à accéder à des valeurs moyennes et notamment des vitesses de Darcy. Dans cette situation, nous avons deux problèmes importants : le phénomène d'aliasing et l'effet de volume partiel. Nous allons

montrer comment nous pouvons corriger ou éliminer ces phénomènes afin de mesurer la vitesse moyenne avec une bonne précision. Les mesures par IRM des vitesses moyennes dans le milieu poreux et dans l'espace annulaire seront comparées aux vitesses débitantes mesurées par pesée de façon à apprécier la qualité des mesures par vélocimétrie IRM en milieu poreux.

## 5.2 Etalonnage de vitesse

Le dispositif expérimental utilisé pour visualiser les champs de vitesse en milieu poreux est le même que celui présenté dans le chapitre 3 (figure 3.1) pour visualiser la structure du milieu poreux. Le dispositif a été choisi pour mesurer le débit volumique de trois manières différentes et en faire la comparaison [1]. Le fluide étant supposé incompressible, le débit volumique dans le tube central est égal au débit volumique dans l'espace annulaire mais aussi au débit mesuré par pesée. La figure 5.1 montre les champs de vitesse obtenus par IRM dans le tube central et dans le tube annulaire en l'absence de milieu poreux.

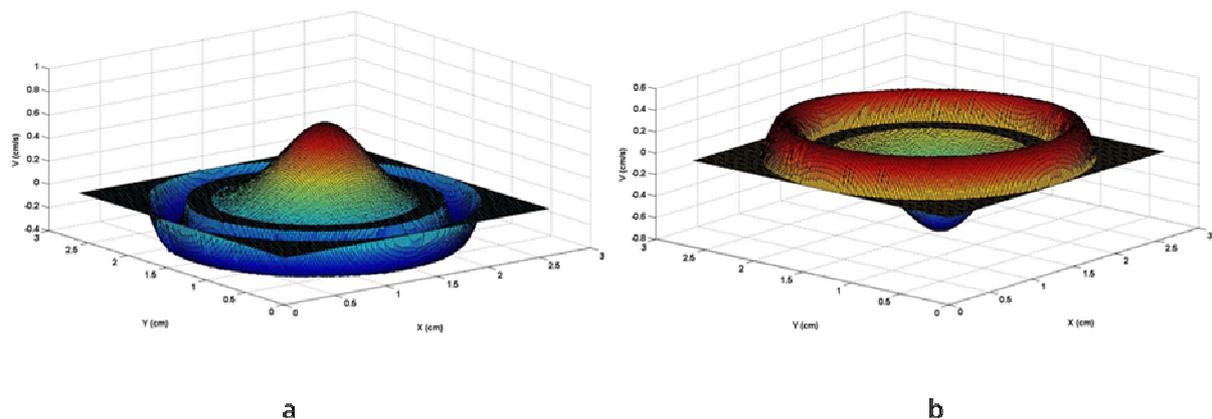


Figure 5.1 a et b : Image de vitesse dans le tube central de diamètre 16.5 mm (entrant) et le tube annulaire de diamètre intérieur 20 mm et extérieur 26 mm (sortant).  $TR = 3000$  ms,  $TE = 20$  ms,  $F.O.V = 4$  cm,  $S.T. = 20$  mm,  $G_1 = 19.7$  mT/m et  $G_2 = 9.86$  mT/m. Images réalisées avec la séquence PGSE. Le débit massique mesuré par pesée vaut 0.81 g/s. a) La vitesse est négative dans l'espace annulaire et positive dans le tube central, b) La vitesse est positive dans l'espace annulaire et négative dans le tube central, les deux images sont représentées afin visualiser correctement l'écoulement dans les deux parties du dispositif.

Le fluide (eau) traverse d'abord le tube central de diamètre de 16.5 mm et ensuite revient en sens inverse au travers de l'espace annulaire de diamètre intérieur 20 mm et extérieur 26 mm. Les deux images a. et b. de la figure 5.1 sont identiques mais la vitesse dans le tube annulaire est représentée négative dans la figure a et positive sur la figure b de façon à visualiser correctement l'écoulement dans les deux parties du dispositif. Le champ de vitesse

2D de l'écoulement, visualisé sur la figure 5.1, est représenté sous une autre forme sur la figure 5.2.

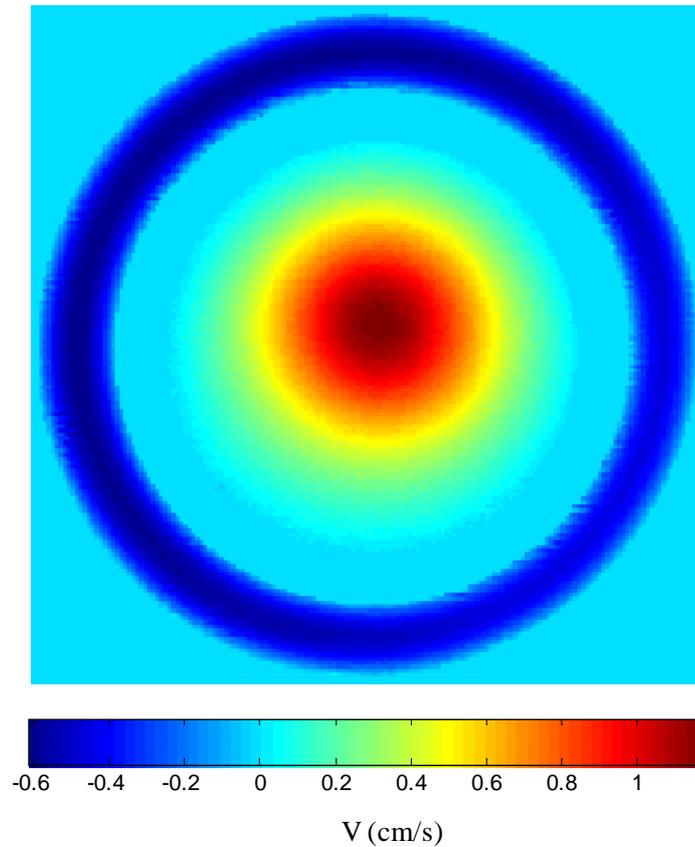


Figure 5.2 : Champ de vitesse (2D) de l'image 5.1.

L'image 5.2 montre que l'écoulement dans le tube central et dans l'espace annulaire n'est pas tout à fait centré. Cette asymétrie est due à la faible longueur de la cellule expérimentale, insuffisante pour obtenir un écoulement établi. Le but de ce chapitre étant de mesurer des vitesses en milieu poreux, et non pas dans un tube de Poiseuille (Ch. 4), cette anomalie n'influencera pas les mesures.

Comme nous l'avons vu dans le chapitre 4, le déphasage moyen  $\langle \phi \rangle$  pour l'écoulement d'un fluide seul est proportionnel à la vitesse moyenne  $\langle v \rangle$  de l'écoulement:

$$\langle \phi \rangle = K \langle v \rangle = \frac{1}{n_p} \sum_{i=1}^{n_p} \phi_i \quad (5.1)$$

avec  $n_p$  le nombre de voxels correspondant à la section de passage du fluide (section annulaire ou section poreuse) et  $\phi_i$  le déphasage mesuré dans chaque voxel.

La vitesse moyenne (débitante)  $\langle v \rangle$  est calculée à partir du débit massique  $Q$  (obtenu par pesée), de la section de passage  $A$  et la masse volumique du fluide  $\rho$ .

$$\langle v \rangle = \frac{Q}{A \rho} \quad (5.2)$$

Afin de calculer le débit dans le tube central et dans l'espace annulaire, il suffit d'introduire l'équation 5.2 dans l'équation 5.1. Nous obtenons ainsi une relation entre le débit  $Q$  et la somme des déphasages avec une constante de proportionnalité  $B$  :

$$\sum_{i=1}^{n_p} \phi_i = \frac{n_p K}{A \rho} Q = B Q \quad (5.3)$$

La section du tube peut être calculée de deux façons différentes :

- soit à partir de l'image :

$$A = n_p \left( \frac{F.O.V}{256} \right)^2 \quad (5.4)$$

- soit à partir de la géométrie réelle du tube :

$$A = \pi R^2 \quad (5.5)$$

avec  $R$  le rayon du tube considéré.

En utilisant l'équation 5.4, nous obtenons une constante  $B$  égale à  $2.15 \cdot 10^6 \text{ rad.s.kg}^{-1}$ . Par contre si nous utilisons l'équation 5.5, nous trouvons  $B = 2.03 \cdot 10^6 \text{ rad.s.kg}^{-1}$ . La différence entre ces deux valeurs provient principalement d'une légère sous-estimation du calcul de la surface  $A$  à partir de l'image par IRM. Finalement, nous avons calculé la constante  $B$  expérimentalement. Afin de déterminer d'une façon précise la constante d'étalonnage  $B$ , nous avons tracé la courbe (figure 5.3) qui relie la somme du déphasage au débit mesuré par pesée.

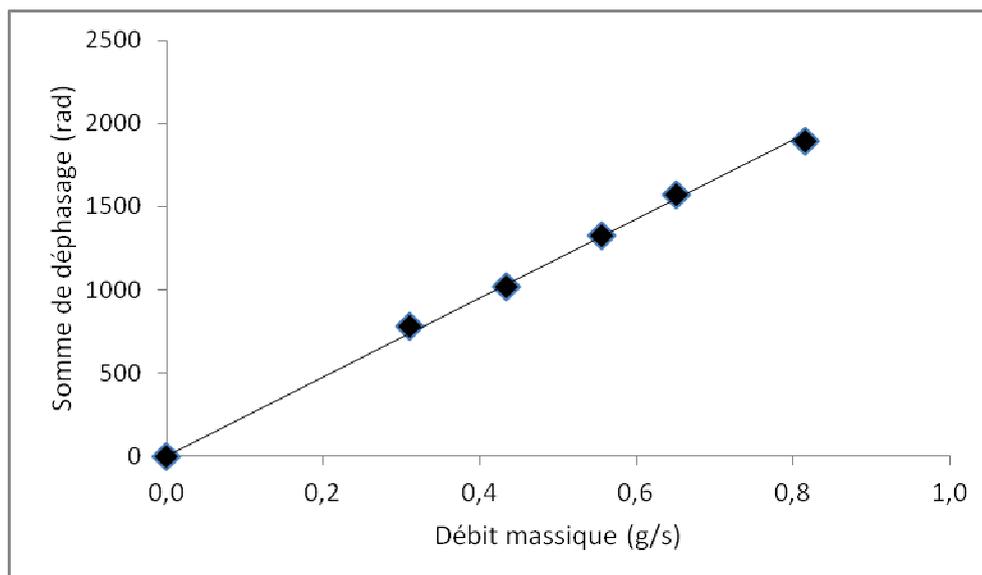


Figure 5.3 : Etalonnage de débit. Courbe reliant la somme des déphasages (rad) mesurés par IRM dans la section poreuse au débit massique mesuré par pesée.

La courbe obtenue est bien une droite passant par l'origine. Nous obtenons un coefficient de proportionnalité  $B$  entre la somme du déphasage et le débit égal à  $2.37 \cdot 10^6 \text{ rad.s.kg}^{-1}$  et un coefficient de corrélation linéaire de 0.998. Par la suite, nous utiliserons ce dernier coefficient dans nos calculs.

Nous avons fait varier le débit de l'écoulement pour comparer les mesures de débit données par les trois méthodes. Le tableau 5.1 résume les différentes mesures qui ont été faites dans le dispositif saturé en eau ainsi que les erreurs relatives entre les différentes techniques.

Tableau 5.1 : Mesures des débits (par pesée et par IRM) et les erreurs relatives

Débit par pesée (g/s)	Débit IRM Ann. (g/s)	Débit IRM M.P. (g/s)	Erreur relative (IRM M.P. / IRM Ann.) (%)	Erreur relative (IRM Ann. / pesée) (%)	Erreur relative (IRM M.P. / pesée) (%)
0,434	0,418	0,454	7,9	-4,5	3,7
0,555	0,517	0,589	12,2	-6,1	6,8
0,651	0,605	0,699	13,4	-7,3	7,0
0,815	0,802	0,842	4,8	-3,3	1,6

Nous obtenons des débits mesurés par IRM proches de ceux mesurés par pesée. L'erreur relative reste tout à fait raisonnable (7% maximum) bien que les conditions d'écoulement soient moins propres que pour l'écoulement de Poiseuille étudié au chapitre 4.

### 5.3 Traitement des images

Toutes les images présentées dans ce chapitre ont été réalisées avec la séquence PGSE. Le tableau 5.2 récapitule l'ensemble des paramètres qui restent identiques pour toutes ces images.

Tableau 5.2 : Paramètres de la séquence de diffusion qui sont identiques pour toutes les images de ce chapitre.

F.O.V (cm)	T.R. (ms)	T.E. (ms)	Résolution	$\delta$ (ms)	$\Delta$ (ms)	N.S.	Durée (min)
4	3000	20	256*256	2	12	4	102

- F.O.V : champ de vue (Field Of View).
- T.R. : Temps de répétition.
- T.E. : Temps d'écho.
- $\delta$  : temps d'application de l'impulsion de gradient.
- $\Delta$  : temps de diffusion, temps qui sépare deux impulsions de gradient, de même intensité  $G$  et de même durée  $\delta$ .

Les images sont traitées sous le logiciel Matlab 7.6. Les images brutes obtenues contiennent du bruit, et un seuillage est appliqué afin de diminuer ce bruit (cf. chapitre 3).

Comme nous l'avons vu dans le chapitre 4, les images récupérées sont des images de phase, la phase étant un angle compris entre  $+\pi$  et  $-\pi$ . Au-delà de  $+\pi$ , les valeurs de phase seront replacées sur le cercle avec une erreur de mesure de  $2\pi$  : alors il y a apparition du phénomène de repliement de phase et la nécessité de le corriger en ajoutant ou soustrayant  $2\pi$  à la phase. Dans le cas de l'écoulement de Poiseuille, les phénomènes de repliement

s'effectuent successivement lorsque, partant du bord du tube où la vitesse est nulle, on se rapproche du centre du tube où la vitesse est maximale. Dans ce cas, il n'existe donc pas de difficulté pour corriger les effets de repliement de phase (cf. chapitre 4). En revanche, dans le cas d'écoulements en milieu poreux, la vitesse du fluide varie d'une valeur nulle à une valeur maximale à l'échelle des pores. Du fait de la faible résolution de l'imagerie (certains pores sont représentés par quelques voxels seulement), il n'est alors plus possible de corriger de façon rigoureuse et automatique les effets de repliement. Pour illustrer ce problème, nous avons réalisé 8 images de phase (figure 5.4) en maintenant la vitesse du fluide constante et en augmentant progressivement la puissance des gradients de champ magnétique.

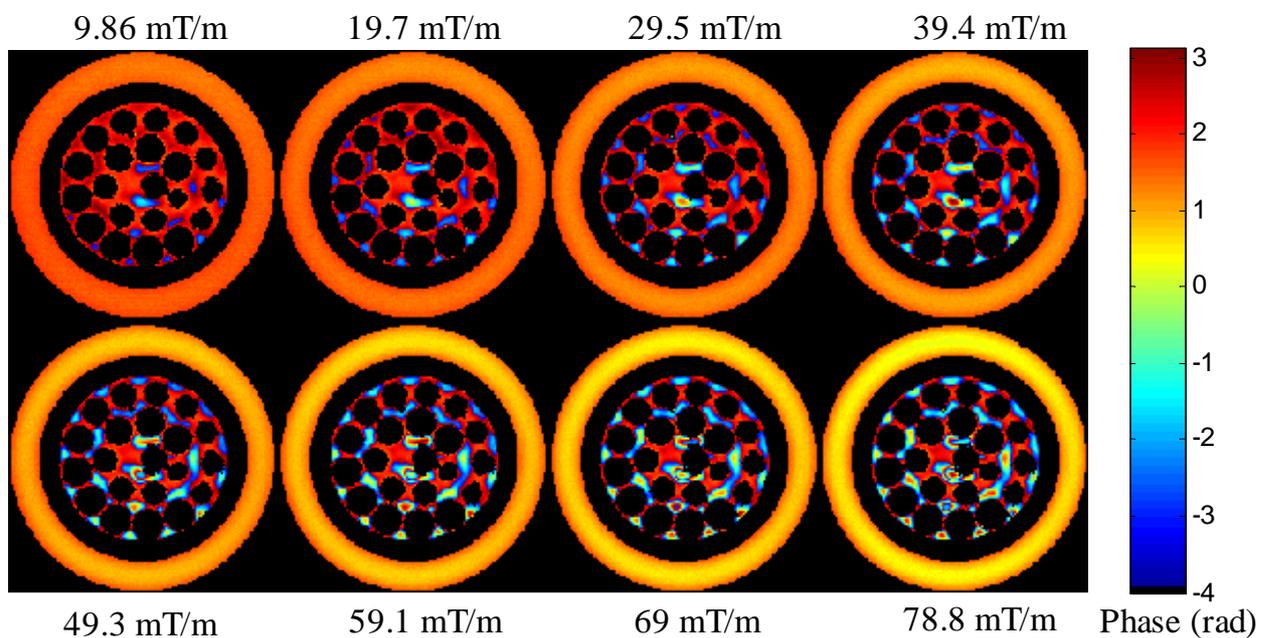


Figure 5.4 : Images de phase pour le même débit en changeant la puissance des gradients de champ magnétique. Le phénomène d'aliasing s'intensifie avec l'augmentation de la puissance des gradients.

Nous observons qu'en augmentant la puissance des gradients le phénomène de repliement s'intensifie et le nombre de repliement augmente. La figure 5.5 montre les 8 images (figure 5.4) après la correction du phénomène de repliement. Nous avons corrigé les images comme détaillée dans le chapitre 4.

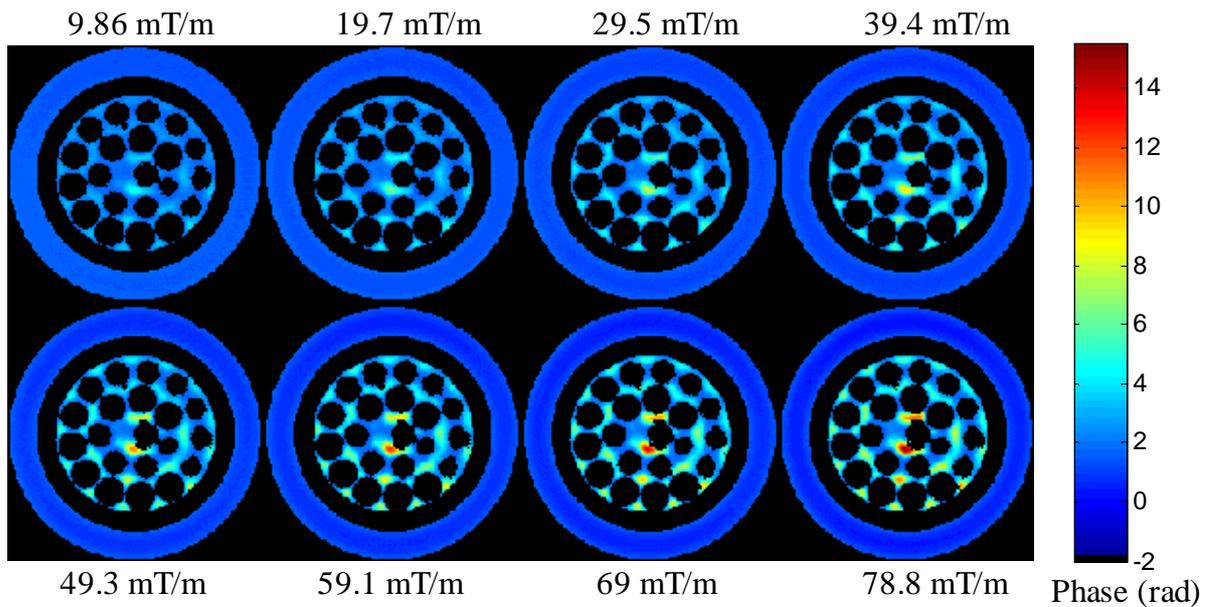


Figure 5.5 : Images de phase après la correction du phénomène d'aliasing qui existait sur les images de la figure 5.4.

L'image réalisée avec un gradient de 9.86 mT/m possède le même débit que l'image réalisée avec un gradient de 78.8 mT/m. La seule différence entre les deux images est un facteur 8 entre les deux puissances des gradients.

Lorsque la sélection de tranche est beaucoup plus grande que la taille des billes, le phénomène de repliement n'apparaît pas nécessairement sur l'image puisque le déphasage mesuré est une valeur moyenne du déphasage des spins contenus dans chaque voxel.

Après avoir traité deux images à deux gradients différents, il ne reste plus qu'à convertir l'image de phase en une cartographie de vitesse (vitesse locale en cm/s). Pour cela nous soustrayons les deux images afin d'éliminer les différents artefacts (flux, offset,...). La figure 5.6 représente la différence des deux images de phase. La couleur noire correspond à l'absence de signal.

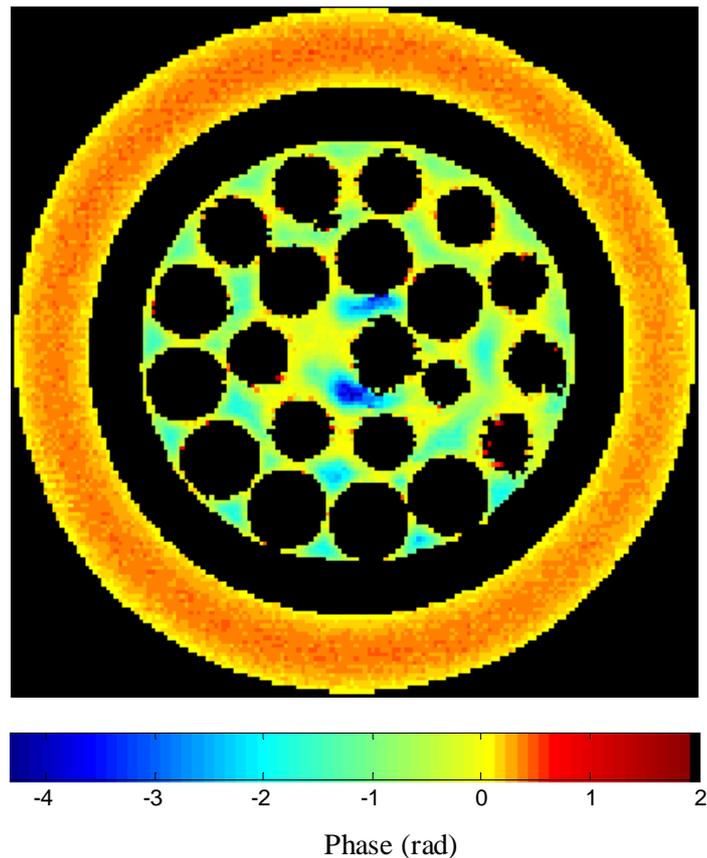


Figure 5.6 : Ecoulement dans un empilement de billes en polyacétal de 3.175 mm de diamètre et avec une S.T. de 1 mm. Image obtenue par différence des 2 images de phase données par la séquence PGSE avec 2 gradients différents.

Les mesures de vitesse ont été faites dans des empilements de billes. Nous avons travaillé avec des billes en verre et des billes en polymère (polyacétal et polystyrène).

## 5.4 Mesures de vitesse dans des billes en polymère

### 5.4.1 Grosses billes et faible sélection de tranche

Les images de vitesse en milieu poreux ont été obtenues de façon identique à celles réalisées pour l'écoulement de Poiseuille dans un tube. La figure 5.7 montre le champ de vitesse de l'eau s'écoulant dans un empilement de billes en polyacétal de diamètre 3.175 mm. Les images correspondent à une section d'épaisseur 1 mm du dispositif annulaire. Les zones en noir correspondent à l'absence de signal (notamment aux billes) et les zones colorées

représentent le champ de vitesse du fluide dans les pores. Comme nous l'avons déjà dit, le fluide (eau) traverse d'abord le cylindre poreux et revient ensuite en sens inverse au travers de l'espace annulaire. L'écoulement dans l'espace annulaire est donc en sens opposé de l'écoulement dans le milieu poreux. Le débit massique d'eau est de 0.914 g/s.

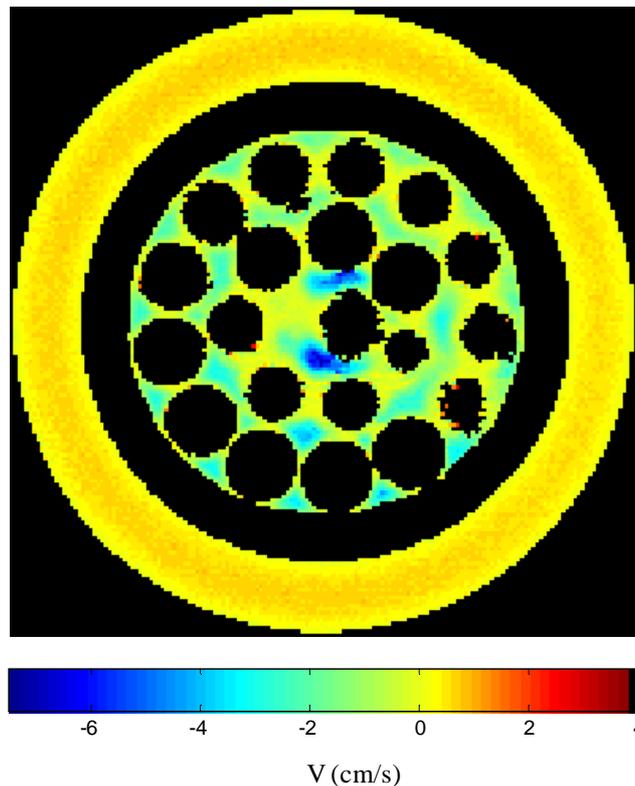


Figure 5.7 : Cartographie de vitesse obtenue avec une sélection de tranche de 1mm. La section poreuse contient un empilement de billes en polyacétal de diamètre 3.175 mm. Le débit est de 0.914 g/s.

L'image montre des écoulements préférentiels sur les parois du tube poreux (dans les pores formés par le bord du tube et deux billes en contact) et aussi quelques zones à vitesse plus élevée plus au centre entre les grains.

Les figures 5.8 B) - C) et D) représentent les lignes iso-vitesses, pour des débits de 0.358, 0.644 et 0.914 g/s respectivement, dans le pore qui est marqué d'un carré dans l'image 5.8 A. Les trois nombres de Reynolds correspondant aux trois débits étudiés sont égaux à 14, 25 et 35. Le nombre de Reynolds en milieu poreux est défini de la façon suivante :

$$\text{Re} = \frac{\langle v \rangle^F d_p \rho}{\mu} \quad (5.6)$$

$$\text{avec } \langle v \rangle^F = \frac{Q}{A \varepsilon \rho} \quad (5.7)$$

où  $\rho$  et  $\mu$  sont la masse volumique et la viscosité dynamique de l'eau,  $\langle v \rangle^F$  est la vitesse interstitielle moyenne du fluide (f) dans une section A du tube qui contient des billes de diamètre  $d_p$ . La figure 5.8 A a subi une rotation de  $\pi$  par rapport à la figure 5.7 pour une meilleur représentation.

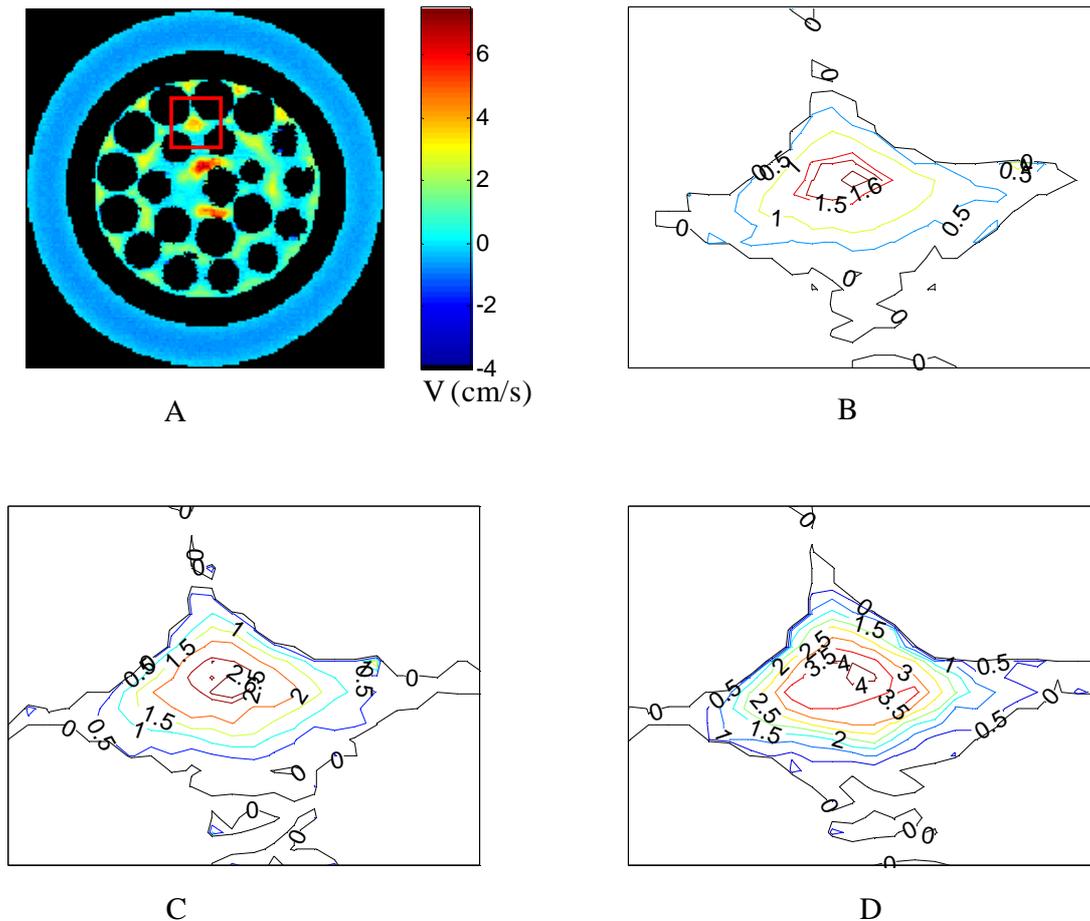


Figure 5.8 : A) Image de vitesse à un débit de 0.914 g/s. B), C) et D) Lignes iso-vitesse (en cm/s) dans le pore marqué en rouge sur la figure A pour des débits de 0.358, 0.644 et 0.914 g/s respectivement.

Nous remarquons que la vitesse augmente en allant de la surface des billes vers le centre du pore contrairement à ce qu'ont trouvé Nesbitt et al. [2] par la méthode de tagging. La vitesse maximale se situe au centre du pore et cela reste vrai en augmentant le débit de l'écoulement.

Nous observons des zones à vitesses légèrement négatives dans la section poreuse de l'image 5.8 A). Pour mieux visualiser ces vitesses, nous avons tracé la distribution de vitesse (histogramme) dans la section poreuse pour les trois débits (figure 5.9).

L'augmentation du nombre de Reynolds fait diminuer les zones stagnantes entre les billes et accroît les zones à vitesses positives [3 ; 4]. Dans l'espace des pores, nous trouvons des vitesses qui sont beaucoup plus élevées que la vitesse moyenne interstitielle. Par exemple, le débit 0.914 g/s correspond à une vitesse moyenne interstitielle de 1.2 cm/s, et nous constatons l'existence de vitesses 4 fois plus grandes (autour de 4 cm/s). De même pour le débit de 0.358 g/s (0.42 cm/s) nous trouvons des vitesses qui sont jusqu'à 6 fois plus importantes que la vitesse moyenne. Il s'agit d'un résultat important pour la suite de ce travail.

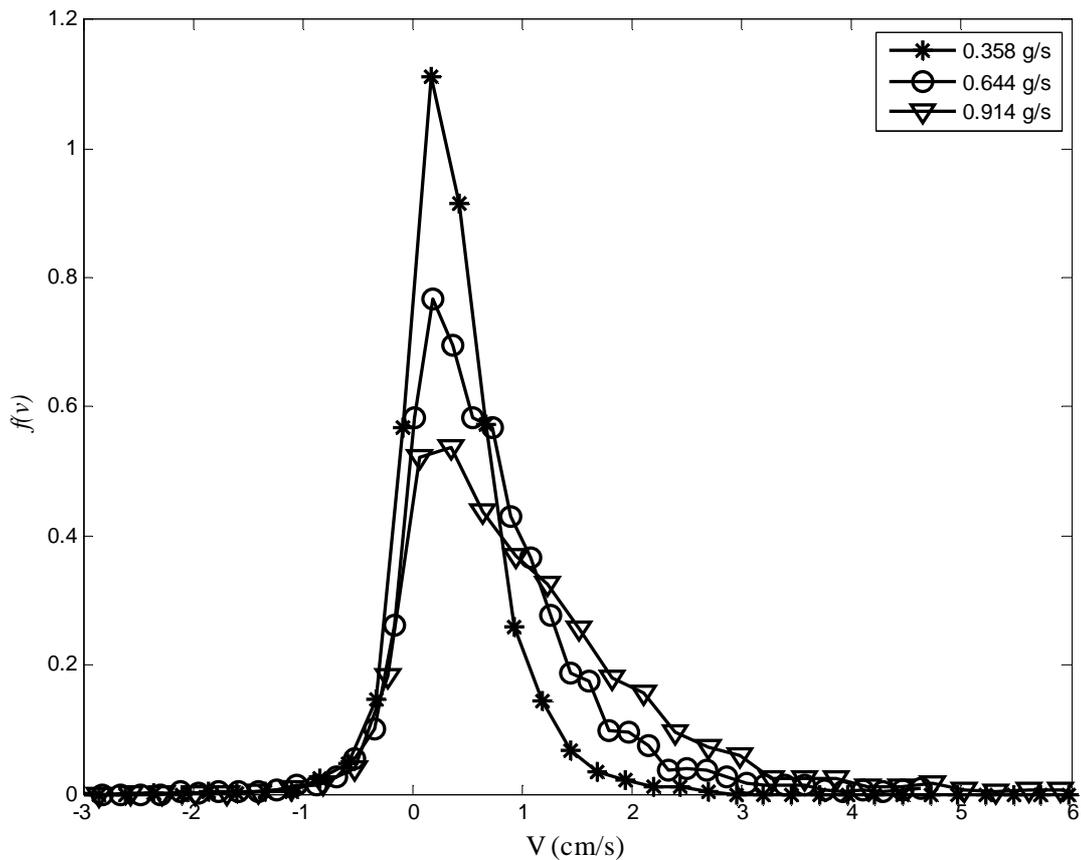


Figure 5.9 : Distribution de vitesse calculée à partir de l'image de vitesse dans des billes de 3.175 mm en polyacétal pour 3 débits différents. La distribution a été construite sur 50 classes. Le calcul de  $f(v)$  a été détaillé au chapitre 4 (§4.5).

Selon la valeur du nombre de Reynolds [5], on peut distinguer quatre régimes:

- 1) Ecoulement de Stokes (écoulement rampant) pour  $Re < 1$ .
- 2) Ecoulement inertiel pour  $1 < Re < 150$ .
- 3) Ecoulement turbulent pour  $150 < Re < 300$ .
- 4) Ecoulement fortement turbulent pour  $Re > 300$ .

Aux nombres de Reynolds (14, 25 et 35) où nous travaillons, les effets inertiels sont supposés devenir importants par rapport aux effets visqueux et il y a une déviation par rapport à l'écoulement de Stokes. Nous pouvons donc supposer que les vitesses négatives sont des recirculations autour des billes. Mais, d'après la distribution de vitesse (figure 5.9), on peut s'apercevoir que quel que soit le nombre de Reynolds, la distribution des vitesses négatives ne change pas. A supposer qu'il y ait une déviation vers un écoulement inertiel, il y aurait une augmentation des vitesses négatives lorsque nous faisons croître le nombre de Reynolds. Une explication possible est donc que nous n'observons pas la transition de l'écoulement de Stokes vers l'écoulement inertiel et que les faibles vitesses négatives observées correspondent plutôt à du bruit de mesure.

Dans un régime de Stokes, la vitesse locale est proportionnelle au débit d'écoulement. La représentation (figure 5.10) de la vitesse locale en fonction du débit d'écoulement montre une droite linéaire ce qui prouve que dans notre cas il n'y a pas une déviation par rapport à l'écoulement de Stokes et les vitesses négatives correspondent plutôt à du bruit de mesure.

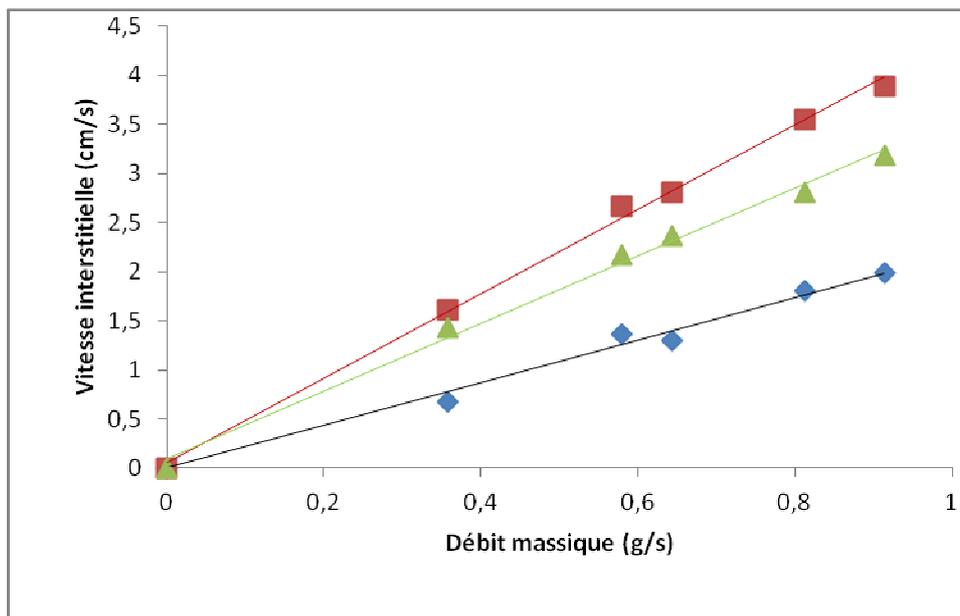


Figure 5.10 : Courbe reliant la vitesse interstitielle (cm/s) (locale) en fonction du débit d'écoulement (g/s) pour 3 voxels différents dans le pore marqué en rouge sur la figure 5.8A.

Le tableau 5.3 montre la comparaison entre les débits mesurés par IRM dans l'espace poreux, ceux mesurés par IRM dans l'espace annulaire et enfin ceux mesurés par pesée.

Tableau 5.3 : Comparaison des débits mesurés par IRM (milieu poreux et annulaire) et par pesée au travers d'un empilement de billes en polyacétal (diamètre 3,175 mm).

Débit par pesée (g/s)	Débit IRM M.P. (g/s)	Débit IRM ANN. (g/s)	Erreur relative (IRM M.P./ IRM ANN.) (%)	Erreur relative (IRM ANN./ pesée) (%)	Erreur relative (IRM M.P./ pesée) (%)
0,358	0,356	0,375	-5,1	4,7	-0,6
0,569	0,571	0,566	0,9	-0,5	0,4
0,644	0,656	0,646	1,5	0,3	1,9
0,813	0,808	0,809	-0,1	-0,5	-0,6
0,914	0,936	0,903	3,6	-1,2	2,4

Les résultats montrent que les débits calculés à partir des images de phase sont relativement proches des débits mesurés par pesée (l'erreur relative restant en dessous de 5%).

Nous remarquerons que les erreurs les plus élevées sont obtenues pour le plus faible débit. Ceci peut éventuellement s'expliquer par l'effet de la diffusion moléculaire qui vient perturber le mouvement cohérent des spins, cet effet étant plus sensible aux faibles vitesses.

Nous avons réalisé des mesures en utilisant une séquence d'écho de gradient avec gradient bipolaire pour un milieu formé par un empilement de billes en polyacétal de diamètre 3.175 mm. Comme nous l'avons déjà dit, cette séquence est beaucoup plus sensible aux variations de susceptibilité magnétique et par voie de conséquence aux interfaces solide-liquide.

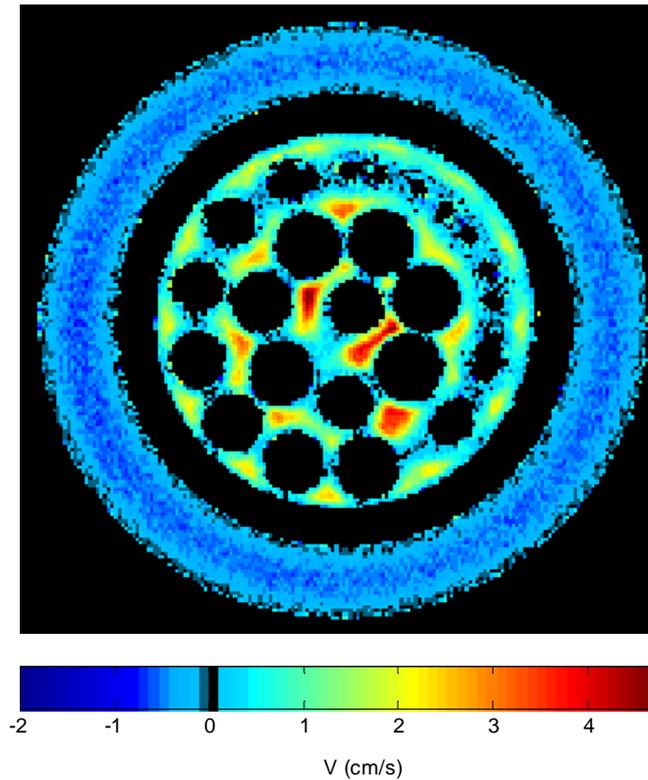


Figure 5.11 : Image de vitesse dans une section (sélection de tranche = 1 mm) du dispositif expérimental dont le tube central est rempli par un empilement de billes en polyacétal de diamètre 3.175 mm. La séquence utilisée est de type écho de gradient avec  $TR = 1000$  ms,  $TE = 7$  ms,  $N.S. = 4$ ,  $F.O.V = 4$  cm et une résolution de  $256 \times 256$ . Le débit d'écoulement est de 1.015 g/s.

La figure 5.11 montre l'existence de bruit de mesure à l'interface solide-liquide en raison de la plus forte sensibilité de cette séquence aux variations de susceptibilité magnétique. Le tableau 5.4 résume les mesures obtenues par IRM et par pesée ainsi que les erreurs relatives.

Tableau 5.4 : Comparaison des débits mesurés par IRM (Milieu poreux et Annulaire) et par pesée.

Débit par pesée (g/s)	Débit IRM Ann. (g/s)	Débit IRM M.P. (g/s)	Erreur relative (IRM ANN./ pesée) (%)	Erreur relative (IRM M.P. / pesée) (%)	Erreur relative (IRM Ann. / IRM M.P.) (%)
0,572	0,419	0,515	-26,7	-10,0	22,8
0,813	0,639	0,679	-21,4	-16,5	6,2
1,015	0,828	0,857	-18,4	-15,6	3,5
1,534	1,074	1,079	-30,0	-29,7	0,4

Nous remarquons que les erreurs obtenues par cette séquence sont de façon générale plus élevées que celles obtenues avec la séquence à base d'écho de spin (PGSE).

Lorsque nous avons utilisé cette séquence pour un écoulement de Poiseuille dans un tube l'erreur était de l'ordre de 5%. Nous nous attendions à ce que l'erreur entre la mesure par pesée et par IRM dans l'espace annulaire soit de l'ordre de 5 % mais ce n'est pas le cas. Cette erreur élevée a plusieurs origines :

- les interfaces solides-liquides sont plus nombreuses que dans le cas d'un tube simple ;
- comme nous l'avons déjà dit au chapitre 2, afin de mesurer la vitesse avec une bonne précision et éviter le phénomène d'aliasing en utilisant la séquence d'écho de gradient, il faut que la vitesse d'encodage ( $V_{enc}$ ) ne dépasse pas 25% de la vitesse maximale observable dans le tube. Dans le cas présent, la vitesse maximale peut atteindre 6 fois la vitesse moyenne dans le milieu poreux, et par ailleurs la vitesse moyenne dans l'annulaire est environ deux fois plus faible que la vitesse moyenne dans la partie poreuse. Il s'ensuit un rapport important entre la vitesse d'encodage  $V_{enc}$  et la vitesse moyenne dans l'espace annulaire. Ceci explique la perte de précision des mesures de vitesse dans la partie annulaire.

La diminution de la taille des particules entraîne une augmentation des interfaces solide-liquide. C'est pourquoi nous devons nous attendre à un résultat encore plus mauvais si nous utilisons la séquence d'écho de gradient avec des empilements de petites billes. Pour cette raison, nous avons réalisé toutes les autres mesures en utilisant la séquence à base d'écho de spin (séquence PGSE).

Nous avons mesuré des vitesses locales et les vitesses moyennes dans un milieu poreux avec la séquence PGSE dans une situation où la sélection de tranche est plus petite que la taille des billes. Nous allons maintenant étudier le problème inverse, c'est-à-dire la situation pour laquelle la sélection de tranche est beaucoup plus grande que la taille des billes.

#### ***5.4.2 Petites billes et large sélection de tranche***

Nous avons utilisé un milieu poreux formé par un empilement de billes de polystyrène de 500  $\mu\text{m}$  de diamètre. Le même protocole que dans les cas des billes en polyacétal a été utilisé pour mesurer la vitesse moyenne dans le milieu poreux. L'épaisseur de la coupe a été choisie grande par rapport à la taille des billes (sélection de tranche = 20 mm). Il en résulte que le champ de vitesse va être beaucoup plus uniforme dans la section poreuse puisqu'il s'agit d'un

champ moyen contrairement à ce qui a été obtenu dans le cas des grosses billes. La figure 5.12 A représente précisément une image de vitesse faites dans ces conditions avec les billes de polystyrène et la figure B est le profil radial de vitesse réalisé à partir de la lecture d'une ligne diamétrale (horizontale) de cette image. En dépit de la large épaisseur de tranche, le profil brut de vitesse est très perturbé dans la zone poreuse.

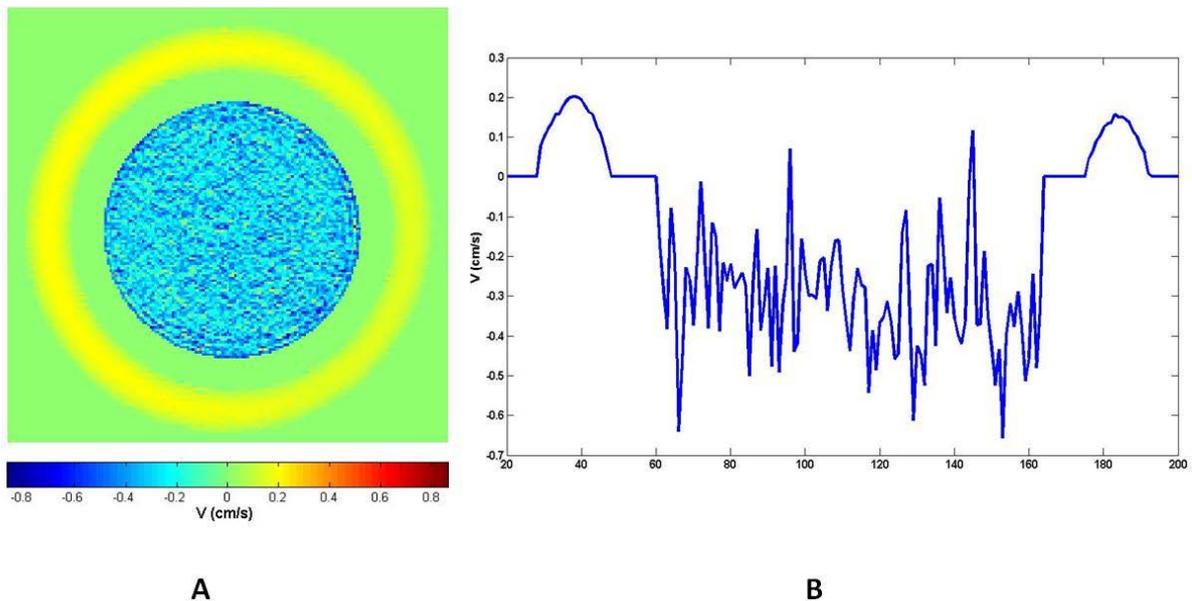


Figure 5.12 : A) Image de vitesse dans un empilement de billes de 500  $\mu\text{m}$  de diamètre.  
B) Profil de vitesse suivant une ligne diamétrale (horizontale) de l'image A

Nous avons fait varier le débit de l'écoulement dans le milieu, mais l'erreur relative entre le débit mesuré par pesée et celui calculé à partir de l'image IRM dans la section poreuse variait de 50 à 100%. Nous avons supposé que cette erreur était due au faible déphasage (faible marquages de spins) dans la section poreuse. Pour augmenter le marquage des spins, il est nécessaire d'augmenter l'écart entre les deux gradients de marquage. Nous avons réalisé plusieurs mesures en utilisant des écarts entre les gradients de 20%, 40% et 60% du gradient maximal. L'erreur relative entre les mesures par IRM et par pesée est restée élevée variant entre 10% et 110%.

Dans le cas où nous avons des grosses billes et une petite sélection de tranche, la plupart des voxels contenaient soit du solide soit du liquide. Ici, notre problème est différent, puisque les voxels contiennent tous une fraction de solide non-négligeable (autour de 60%) [6]. L'intensité du signal est atténuée en raison du mélange qui existe entre l'eau et les particules solides. Nous avons un effet de « *volume partiel* », ainsi que nommé dans la littérature.

Comme vu au chapitre 3, la fraction volumique d'eau est différente d'un voxel à un autre. Il reste donc une simple correction algébrique à effectuer. En raison de la différence de porosité entre chaque voxel, nous avons pondéré l'image de vitesse par l'image de porosité de façon à obtenir une vitesse au sens de la vitesse de Darcy. Pour cela nous avons utilisé l'équation suivante :

$$v_{li,j} = v_{i,j} \frac{S_{i,j}}{S_{eau}} \quad (5.8)$$

avec  $v_{i,j}$  la vitesse mesurée par IRM pour le voxel  $i,j$  de l'image principale,  $v_{li,j}$  la même vitesse (vitesse au sens de Darcy) pour le voxel  $i,j$  après correction,  $S_{i,j}$  le signal de l'eau dans le voxel  $i,j$  obtenu à partir de l'image de densité de spin et  $S_{eau}$  le signal de l'eau remplissant la totalité d'un voxel (voxel dans l'espace annulaire). Le rapport  $\frac{S_{i,j}}{S_{eau}}$  représente en fait la porosité du voxel  $i,j$  dans l'image de densité de spin. Nous avons utilisé l'image en densité de spin obtenue avec une simple séquence d'écho de spin, et non pas l'image obtenue à partir de la séquence PGSE, pour corriger l'image de vitesse car cette dernière séquence est sensible à la diffusion libre de l'eau et entraîne une perte de signal.

Afin de garder un bon marquage des spins en mouvement dans le milieu poreux, nous avons travaillé avec un grand écart entre les puissances des gradients. Malgré tout, l'erreur relative entre la pesée et l'IRM dans le milieu poreux est restée conséquente ; elle a varié entre 10% et 70% pour un même débit.

Nous avons vu (cas précédent avec des grosses billes et petites sélections de tranche) que des phénomènes « *d'aliasing* » peuvent apparaître sur l'image. Dans le cas des grosses billes avec une faible sélection de tranche, ces phénomènes sont simples à corriger puisque tous les spins d'un même voxel se déplacent sensiblement à la même vitesse. Nous avons montré que le phénomène d'aliasing s'intensifiait avec l'augmentation de la puissance des gradients et/ou de la vitesse d'écoulement. De plus, l'équation 2.10 (cf chapitre 2) montre une proportionnalité entre la phase et la puissance des gradients. Or la figure 5.13 nous montre qu'à partir d'un angle de déphasage moyen d'environ 30° (0.5 rad), cette proportionnalité disparaît : c'est le début du phénomène d'aliasing. En corrigeant les images (relatives aux grosses billes et petites sélection de tranche) par suppression du phénomène d'aliasing, nous retrouvons la linéarité entre le déphasage moyen et les puissances de gradients (étoiles).

Pour tracer les points sur la figure 5.13, nous avons fait la différence entre le déphasage moyen à différents gradients par rapport au déphasage moyen à gradient nul pour ramener les valeurs à 0. Nous nous apercevons que le déphasage moyen change de signe lorsque nous corrigeons ce phénomène. Le déphasage dans la section poreuse est positif mais la présence de ce phénomène implique des déphasages négatifs, ce qui fait que le déphasage moyen devient négatif. En corrigeant ce phénomène sur les voxels ayant basculé, le déphasage dans tous les voxels redevient positif, de même que le déphasage moyen.

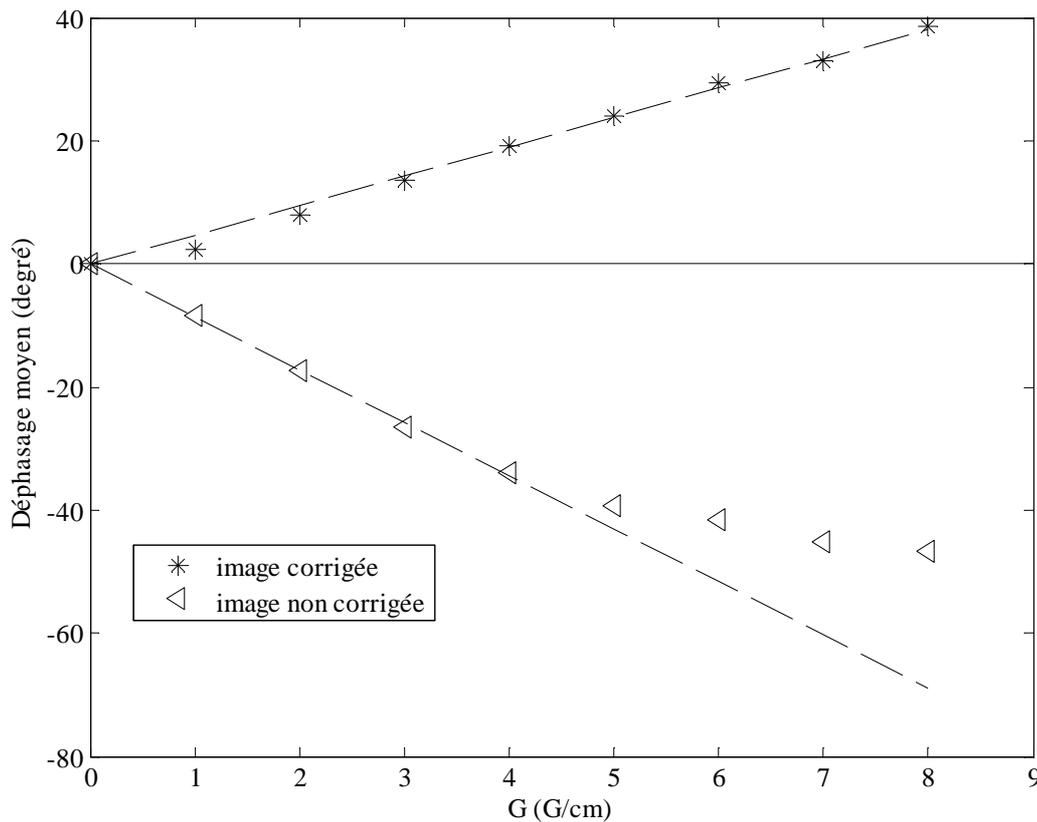


Figure 5.13 : Représentation du déphasage moyen (en degré) en fonction de la puissance des gradients (G/cm) dans la section poreuse avant (triangle) et après (étoile) correction du phénomène d'aliasing. La section poreuse est formée par des billes en polyacétal de diamètre 3.175 mm. Sélection de tranche = 1mm. Le débit est 0.36 g/s.

Dans le cas des petites billes et larges sélections de tranche, si le phénomène d'aliasing existe, nous ne pouvons pas l'apercevoir sur les images puisque le déphasage mesuré correspond à un déphasage moyen sur l'ensemble des spins en mouvement dans un voxel (sélection de tranche = 20 mm). En d'autres termes, certains spins au sein d'un voxel peuvent se déplacer à des vitesses allant de 4 à 6 fois la vitesse moyenne (comme vu au § 5.4.1) et subir un phénomène d'aliasing sans que cela apparaisse clairement sur le voxel tout entier.

Pour mettre en évidence ce phénomène, nous traçons comme précédemment le déphasage moyen en fonction de la puissance de gradient (figure 5.14). Nous avons effectué des mesures à deux débits différents (0.19 et 0.31 g/s) afin de voir à quel moment le débit (vitesse) favorise le développement de ce phénomène [7, 8]. Nous observons une déviation de la linéarité aux puissances de gradients élevées. Cette déviation se produit d'autant plus rapidement que le débit est élevé.

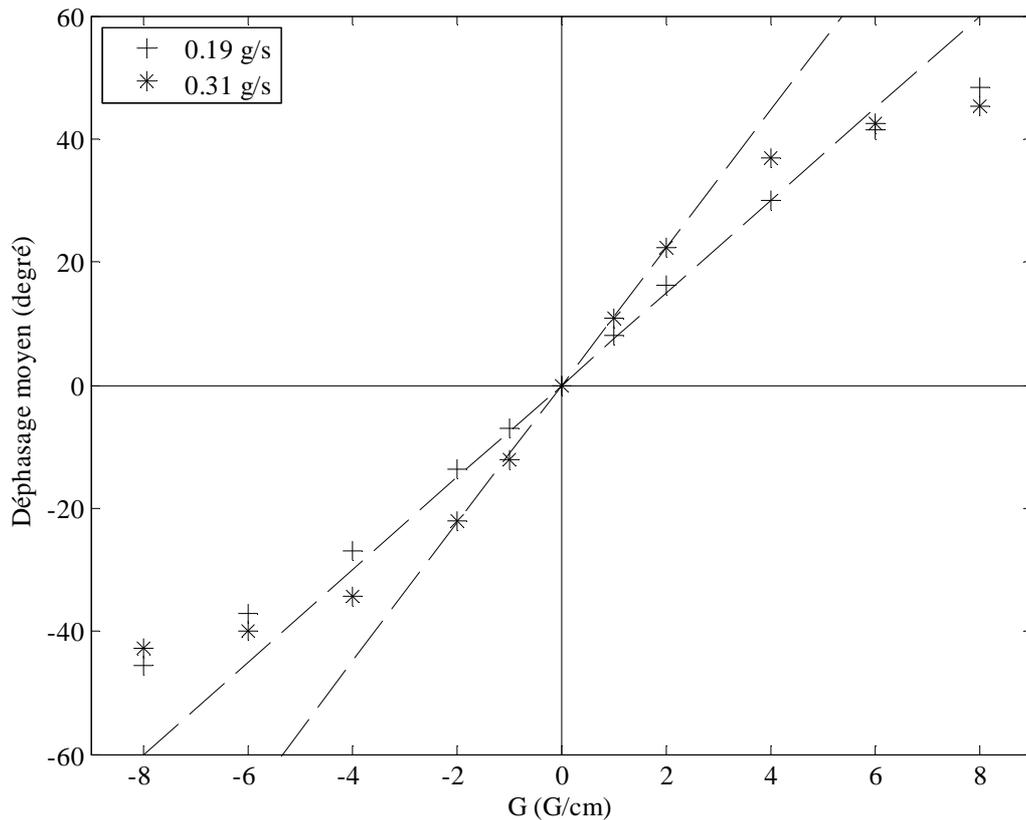


Figure 5.14 : Représentation du déphasage moyen (degré) en fonction de la puissance de gradient (G/cm) dans la section poreuse. La section poreuse est formée par des billes en polystyrène de diamètre 500  $\mu\text{m}$ . Sélection de tranche = 20mm. Les débits sont 0.19 et 0.31 g/s.

Nous avons vu auparavant, dans le cas des grosses billes et petite sélection de tranche (figure 5.9), qu'il existe des endroits où la vitesse est 4 à 6 fois plus grande que la vitesse moyenne. Nous avons observé aussi que la déviation à la linéarité apparaît au-delà d'un déphasage moyen d'environ 0.5 rad (figure 5.13). Nous pouvons en déduire que l'image correspondante contient des endroits où le déphasage peut atteindre  $\pi$  rad, c'est-à-dire la condition de repliement de phase.

Nous remarquons que pour les petites billes et larges sélections de tranche, la déviation à la linéarité a lieu aussi pour un déphasage moyen de 0.5 rad. Cette déviation est due au phénomène d'aliasing même si ce dernier n'apparaît pas clairement sur les images. En effet, même si le déphasage moyen d'un voxel est inférieur à  $\pi$  rad, certains spins présents pourront avoir une phase plus élevée que ces  $\pi$  rad, entachant d'erreur la moyenne.

Puisque nous ne pouvons pas corriger rigoureusement et de façon automatique cet effet qui dépend de la distribution de vitesse au sein de chaque voxel, il nous faut travailler dans la zone de linéarité, c'est-à-dire en faisant en sorte que le déphasage moyen au sein de chaque voxel ne dépasse pas 0.5 rad, ce qui laisse un coefficient de sécurité suffisant.

La figure 5.15 présente l'image de vitesse pour l'écoulement d'eau au travers d'un empilement de billes en polystyrène de diamètre 500  $\mu\text{m}$ . La séquence de mesure (séquence PGSE) a été réglée de manière à sélectionner une coupe de 20 mm et utilise les paramètres indiqués dans le tableau 5.2. Deux images de phase ont été réalisées en utilisant respectivement des gradients d'intensité de +9.86 mT/m et -9.86 mT/m. Le débit mesuré par pesée était 0.254 g/s.

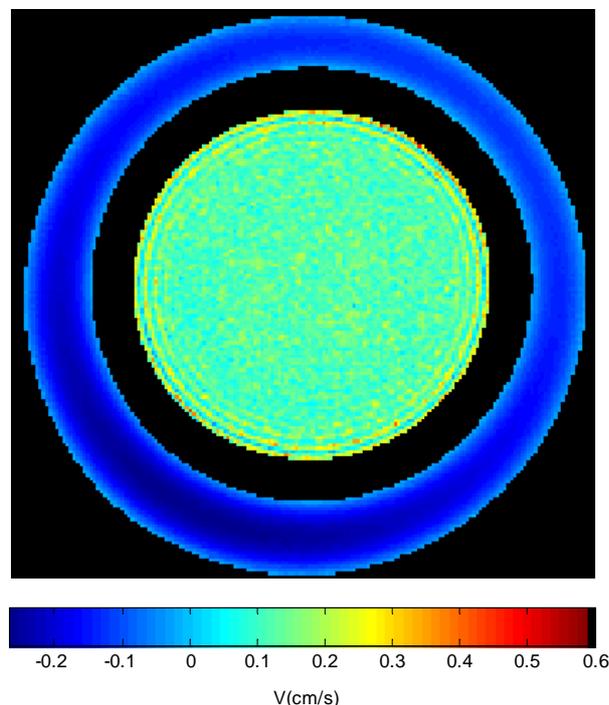


Figure 5.15 : Image de vitesse dans une section de dispositif expérimental. La partie poreuse contient des billes en polystyrène de 500  $\mu\text{m}$  de diamètre. Sélection de tranche = 20 cm. Le débit d'écoulement est de 0.254 g/s.

Nous remarquons que la zone annulaire est légèrement déformée. Ceci s'explique par le fait que, pour cet essai, le tube contenant le milieu poreux n'est pas parfaitement centré dans le grand tube. Cette déformation ne modifie pas les résultats car le débit massique reste inchangé (aire de la section de passage identique).

Etant donné que les vitesses des spins en mouvement sont moyennées dans chaque voxel, nous ne pourrions pas trouver des vitesses négatives et des zones stagnantes, contrairement à ce que nous avons vu dans le cas des grosses billes avec petites sélections de tranche.

La figure 5.16 montre la distribution radiale  $\frac{v}{\langle v \rangle}$  de la vitesse normalisée par la vitesse moyenne en fonction de la position des points à partir du bord du tube pour la section poreuse de la figure 5.15. Cette position est normalisée par rapport au diamètre  $d_p$  (500  $\mu\text{m}$ ) des particules. Rappelons que le diamètre du tube mesure 16.5 mm.

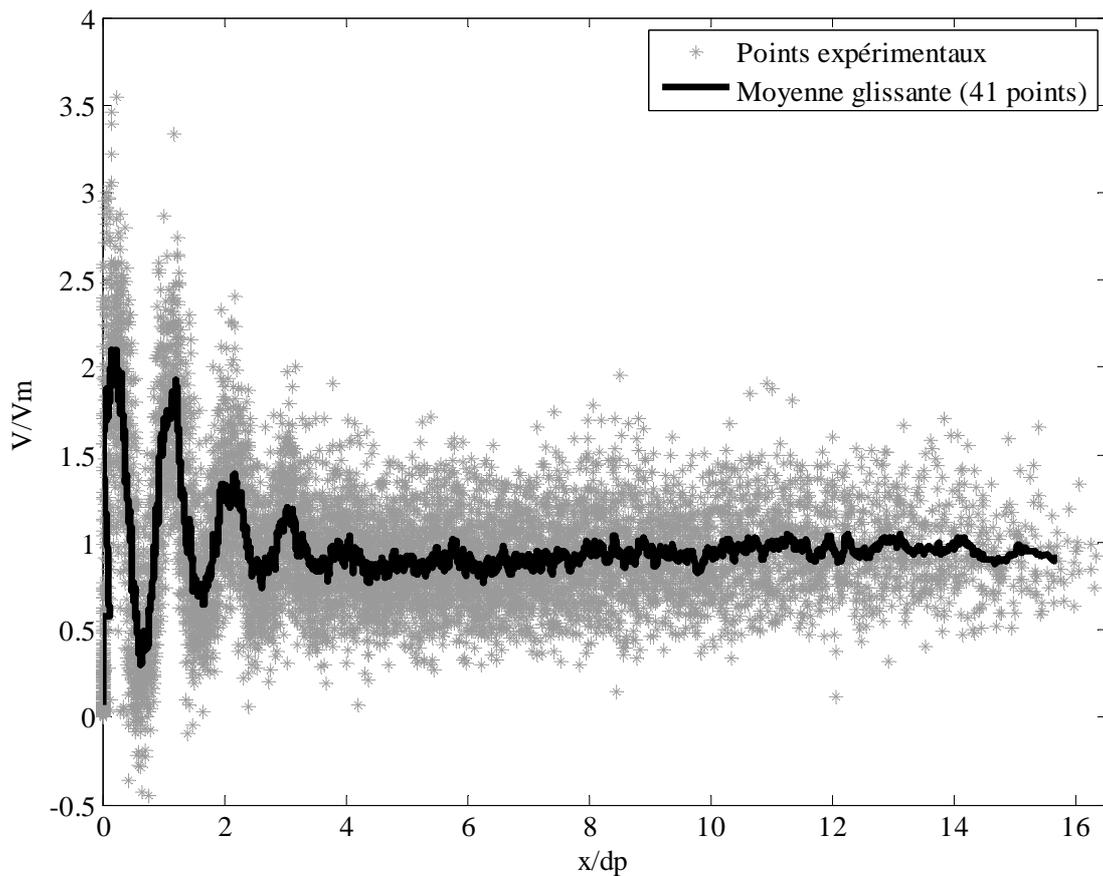


Figure 5.16 : Profil radial de la vitesse normalisée par la vitesse moyenne de l'écoulement ( $V/V_m$ ) en fonction du rapport  $x/d_p$ . La ligne représente la moyenne glissante sur 41 points.

Les points en gris sont les points expérimentaux obtenus dans la section poreuse. La ligne noire est la moyenne glissante calculée à partir de ces points (41 points). Nous constatons que les points sont dispersés autour de la moyenne mobile. Les vitesses les plus élevées se trouvent au bord du tube. Nous observons donc un écoulement privilégié au voisinage du tube avec des survitesses allant de 2 à 3 fois la vitesse moyenne. Nous apercevons des fluctuations de vitesse pour les 4 premières rangées de billes. La période spatiale de ces fluctuations correspond bien au diamètre des billes. Ces fluctuations s'atténuent après 4 tailles de billes et la vitesse tend alors vers la vitesse moyenne. Ces fluctuations de vitesse proviennent clairement de l'agencement des billes en proche paroi comme le montre l'évolution du profil de porosité (figure 5.17).

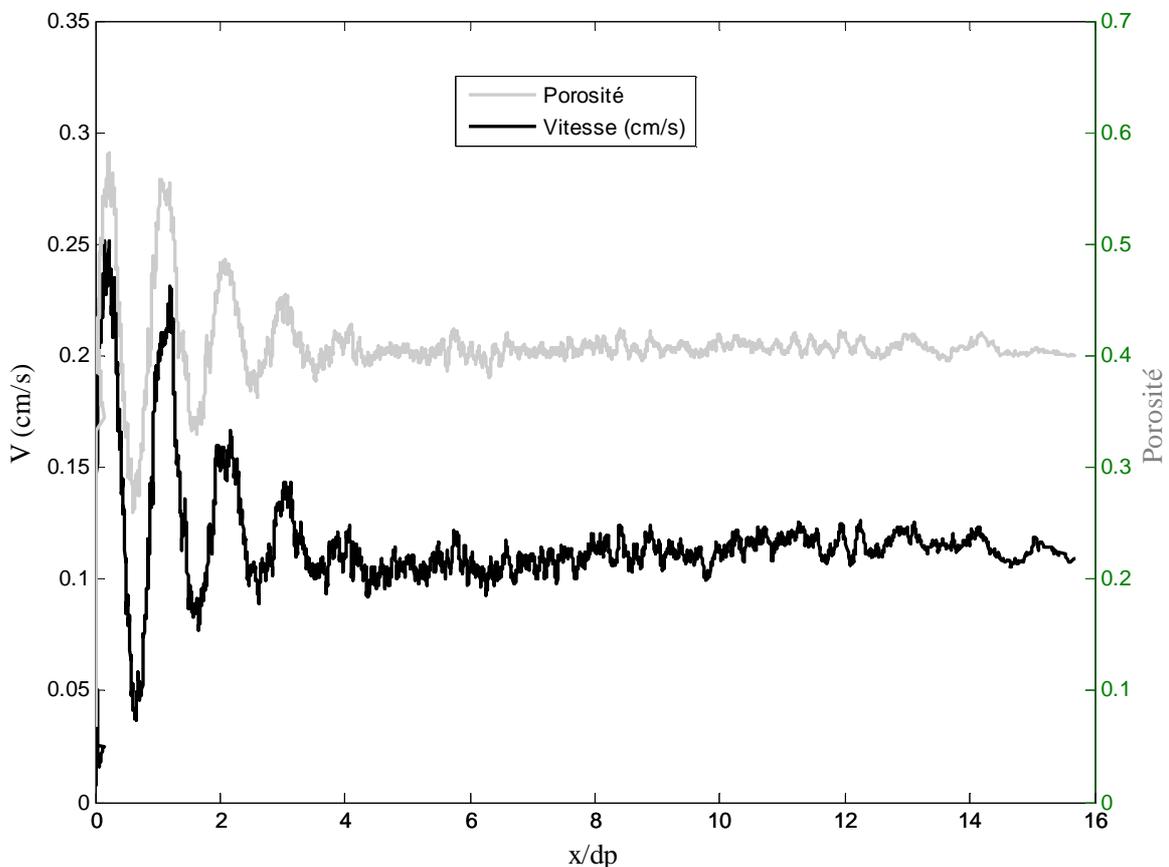


Figure 5.17 : Moyennes glissantes sur 41 points des profils radiaux de vitesse (courbe en noir) et de porosité (courbe en gris).

En raison de la forte fluctuation de la porosité (fraction volumique d'eau) en proche paroi, nous avons corrigé l'image de vitesse par l'image de porosité voxel par voxel et non pas en utilisant la porosité globale de l'image.

Nous avons fait varier le débit d'écoulement pour modifier le champ de vitesse. Le tableau 5.5 résume les résultats quantitatifs que nous avons obtenus en traitant les images IRM. Il précise également les erreurs relatives entre les mesures par IRM et celles par pesée.

Tableau 5.5 : Comparaison des débits mesurés par IRM (milieu poreux et annulaire) et par pesée au travers d'un empilement de billes en polystyrène (diamètre 500  $\mu\text{m}$ ).

Débit par pesée (g/s)	Débit IRM M.P. (g/s)	Débit IRM ANN. (g/s)	Erreur relative (IRM M.P./ IRM ANN.) (%)	Erreur relative (IRM ANN./ pesée) (%)	Erreur relative (IRM M.P./ pesée) (%)
0,180	0,173	0,188	-8,0	4,4	-3,9
0,254	0,248	0,259	-4,2	1,9	-2,4
0,276	0,268	0,277	-3,2	0,3	-2,9
0,333	0,320	0,334	-4,2	0,3	-3,9

Nous remarquons que l'erreur maximale entre le débit déterminée par IRM et celle mesurée par pesée n'excède pas 5%. Elle reste même en dessous de 4% pour la partie poreuse.

Nous avons vu dans le chapitre 2 que la correction de l'effet de volume partiel la plus utilisée consiste à corrélérer la vitesse à la porosité globale du milieu. Afin de comparer cette méthode à nos résultats (tableau 5.5), nous avons repris les mêmes données brutes et les avons corrigées par la porosité globale du milieu ( $\varepsilon = 0.39$ ). Le tableau 5.6 montre les erreurs relatives à cette méthode.

Tableau 5.6 : Comparaison des débits mesurés par IRM (milieu poreux et annulaire) et par pesée au travers d'un empilement de billes en polystyrène (diamètre 500  $\mu\text{m}$ ) en corrigeant l'image par la porosité globale.

Débit par pesée (g/s)	Débit IRM M.P. (g/s)	Débit IRM ANN. (g/s)	Erreur relative (IRM M.P./ IRM ANN.) (%)	Erreur relative (IRM ANN./ pesée) (%)	Erreur relative (IRM M.P./ pesée) (%)
0,180	0,167	0,188	-11,2	4,4	-7,2
0,254	0,238	0,259	-8,1	1,9	-6,3
0,276	0,258	0,277	-6,9	0,3	-6,5
0,333	0,308	0,334	-7,8	0,3	-7,5

Nous remarquons qu'il est préférable d'utiliser la cartographie voxel par voxel pour corriger l'effet de volume partiel que d'utiliser la porosité moyenne. La première méthode

donne des erreurs qui n'excèdent pas les 4% tandis qu'elles excèdent les 7% en utilisant la deuxième méthode.

En conclusion, pour calculer la vitesse moyenne dans un milieu poreux lorsque la sélection de tranche est large par rapport à la taille des grains, il est nécessaire de bien prendre en considération l'effet de volume partiel et d'éviter tout phénomène de repliement de phase.

## 5.5 Mesures de vitesse dans des billes en verre

Nous avons utilisé des billes de verre de grand et petit diamètres. Elles offrent l'avantage d'être facilement disponibles pour toutes les granulométries possibles (de 50  $\mu\text{m}$  à 1 cm). Cependant les billes en verre contiennent généralement des traces d'oxyde de fer ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ). Ces éléments ferromagnétiques modifient les temps de relaxation et la susceptibilité magnétique du verre.

La cartographie de la vitesse dans un empilement de billes en verre de diamètre 3 mm est montrée sur la figure 5.18. Cette image a été réalisée par la séquence PGSE avec une sélection de tranche de 1 mm, des puissances de gradient  $G_1 = 9.86 \text{ mT/m}$  et  $G_2 = 19.7 \text{ mT/m}$  et les paramètres indiqués dans le tableau 5.2.

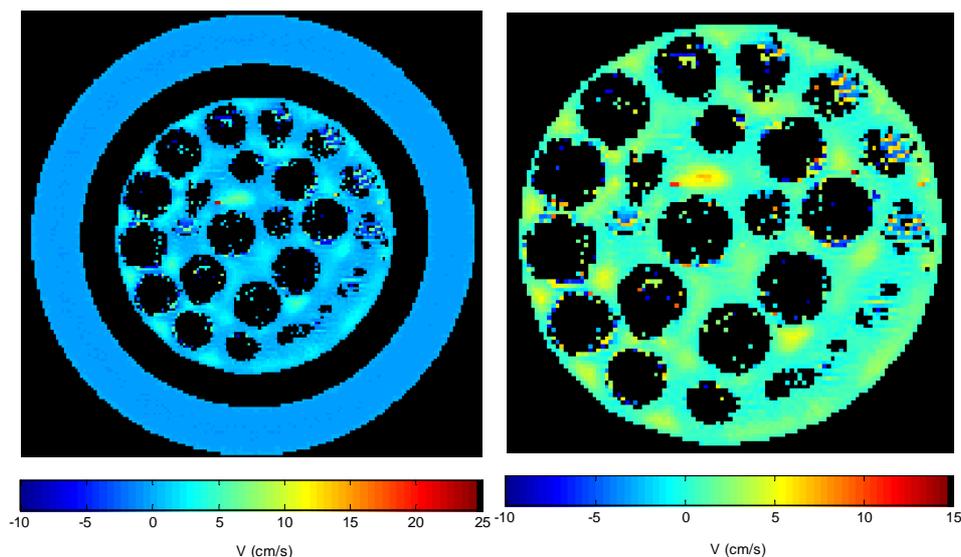


Figure 5.18 : A) Image de vitesse de l'écoulement d'eau au travers d'un empilement de billes de verre. Section d'épaisseur 1 mm du dispositif expérimental. B) Agrandissement de la partie poreuse de l'image A.

L'image 5.18 fait apparaître un bruit important à l'interface solide-liquide. Ce bruit résulte des éléments ferromagnétiques présents à la surface des billes de verre. Finalement nous obtenons des images assez similaires à celles recueillies pour les empilements de billes en polyacétal mais avec un signal contenant de nombreux artefacts en surface des billes.

L'analyse des images IRM donne des caractéristiques identiques à celles trouvées avec les billes en polymères :

1. Présence d'écoulements préférentiels en paroi du tube.
2. Présence de zones où la vitesse est 4 à 6 fois supérieure à la vitesse moyenne (figure 5.19).
3. Présence de zones stagnantes qui diminuent avec l'augmentation du débit (figure 5.19).
4. Bien que les nombres de Reynolds soient supérieurs à 1 (12, 20 et 37). Les vitesses négatives observées pour certains voxels, ne semblent pas provenir de recirculations, comme précédemment elles résultent plutôt du bruit de mesures (figure 5.19).

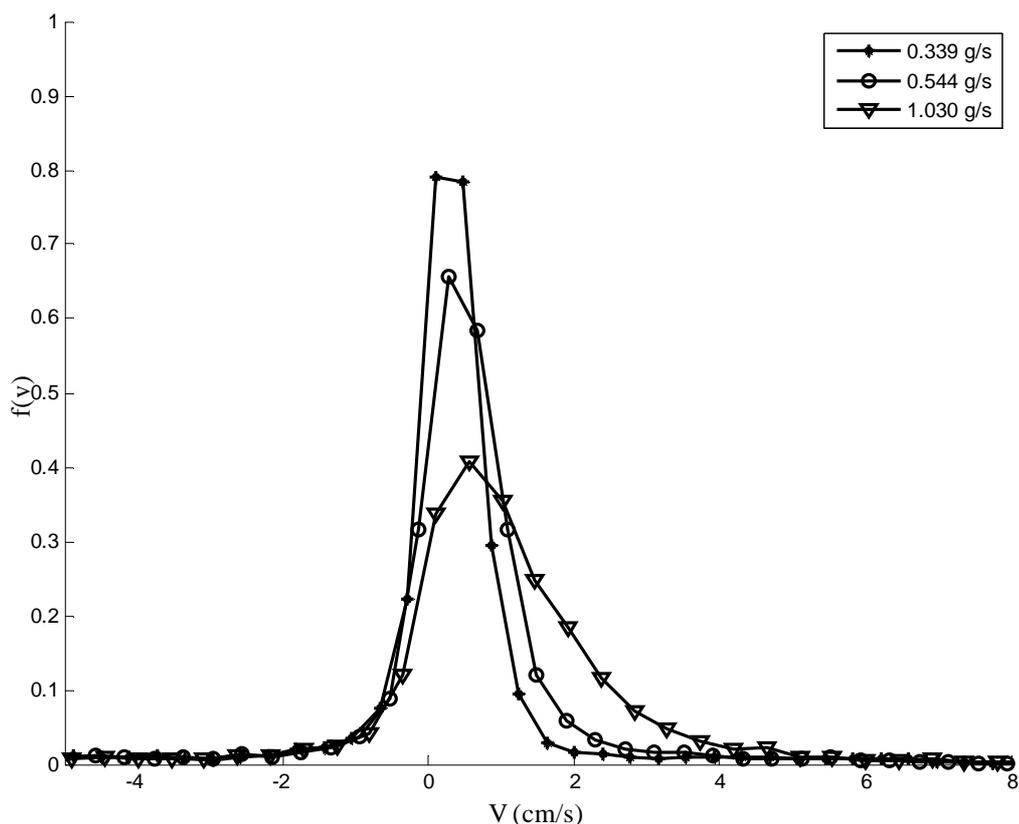


Figure 5.19 : Distribution de vitesse dans la section poreuse pour un empilement de billes de verre de 3 mm de diamètre.

L'analyse quantitative montre une dégradation des résultats par rapport à ceux obtenus avec les billes en polymère. Le tableau 5.7 résume les résultats quantitatifs obtenus à partir du traitement d'images et par pesée.

Tableau 5.7 : Mesures de débit au travers d'un empilement de billes de verre (3 mm) par pesée et par IRM. Erreur relative entre les mesures par IRM et par pesée.

Débit par pesée (g/s)	Débit IRM M.P. (g/s)	Débit IRM Ann. (g/s)	Erreur relative (IRM M.P / IRM Ann.) (%)	Erreur relative (IRM Ann. / pesée) (%)	Erreur relative (IRM M.P. / pesée) (%)
0,339	0,376	0,354	6,2%	4,4%	10,9%
0,544	0,585	0,560	4,5%	2,9%	7,5%
0,628	0,676	0,629	7,5%	0,2%	7,6%
0,793	0,896	0,794	12,8%	0,1%	13,0%
0,891	0,955	0,871	9,6%	-2,2%	7,2%
1,030	1,136	1,015	11,9%	-1,5%	10,3%

L'erreur relative entre le débit massique et le débit mesuré par IRM dans l'espace annulaire reste inférieure à 5%, ce qui indique que la présence du milieu poreux ne perturbe pas la mesure IRM au niveau de l'annulaire. En revanche, l'erreur entre le débit massique et le débit mesuré par IRM dans le milieu poreux atteint 13%.

En utilisant les grosses billes de verre, l'erreur reste acceptable comme l'ont fait remarquer Ren et al. ou Watson et Chang [9, 10]. Mais lorsque la taille des billes diminue, l'erreur relative augmente. Dans notre cas, nous avons utilisé des billes de verre de 250  $\mu\text{m}$  et l'erreur relative entre le débit massique et le débit mesuré par IRM dans le milieu poreux peut atteindre 90 %.

Cette erreur provient principalement du faible temps de relaxation  $T_2$  (10 ms, cf. tableau 3.1). Le facteur limitant pour la durée  $\Delta$  (le temps entre les deux gradients) est en effet le temps de relaxation  $T_2$ . D'une part, il faut que  $\Delta$  soit très petit par rapport à  $T_2$  pour éviter une perte du signal à cause de la relaxation [10]. Mais d'autre part, nous sommes

limités pour la valeur de  $\Delta$  car nous ne pouvons pas le diminuer en dessous de 6 ms pour des raisons instrumentales.

La figure 5.20 montre une image de vitesse dans une section du dispositif expérimental où la section poreuse est constituée par un empilement de billes de verre de diamètre 250  $\mu\text{m}$ . L'image a été réalisée avec la séquence PGSE en utilisant une sélection de tranche de 20 mm, des puissances de gradient  $G_1 = 19.7 \text{ mT/m}$  et  $G_2 = -19.7 \text{ mT/m}$  et les paramètres indiqués dans le tableau 5.2, exception faite de  $\Delta$  fixé à 6 ms.

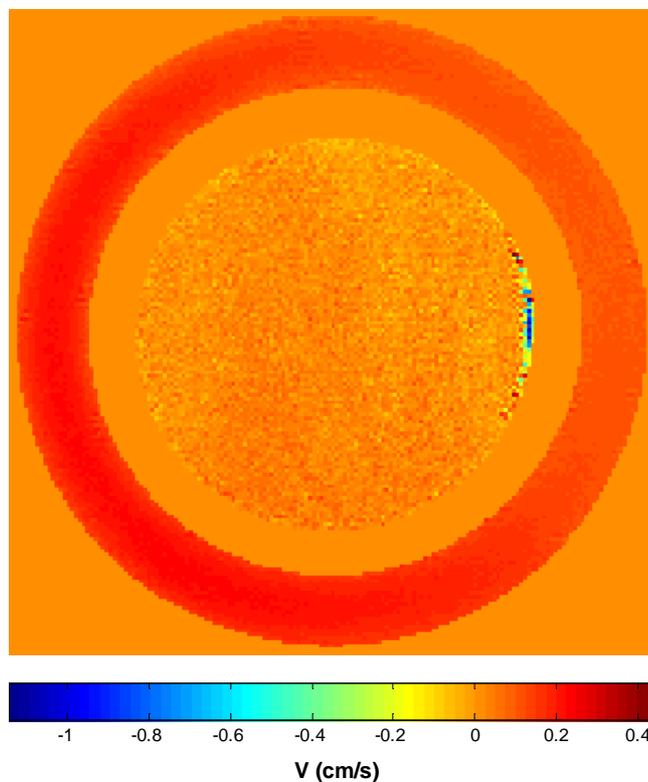


Figure 5.20 : Image de vitesse du fluide traversant un empilement de billes de verre de diamètre 250  $\mu\text{m}$ .  
Débit d'écoulement : 0.047 g/s

La figure 5.20 montre un artéfact sur la droite de l'image qui est dû vraisemblablement à une inhomogénéité du champ magnétique. En raison des limites que nous avons pour cette séquence, nous ne pouvons pas mesurer de façon correcte la vitesse lorsque le temps de relaxation  $T_2$  du milieu est proche de la durée séparant les impulsions de gradient  $\Delta$ .

Pour pouvoir mesurer des vitesses en milieu poreux lorsque le temps de relaxation  $T_2$  est faible, il faut utiliser d'autres types de séquence. Il existe dans la littérature des séquences

capables de mesurer la vitesse dans un milieu avec un faible temps de relaxation  $T_2$ , la séquence "Single Point Imaging", SPI par exemple [11, 12]. Nous n'avons cependant pas eu le temps de tester ces procédures au cours de la thèse.

## 5.6 Conclusion

La mesure des vitesses d'écoulement au travers un milieu poreux, qui ne possède pas d'éléments para- ou ferromagnétiques, donne d'assez bon résultats. L'erreur relative reste acceptable, inférieure à 5%.

Pour mesurer la vitesse au sein du milieu poreux, il est nécessaire d'être attentif aux phénomènes d'aliasing puisque la séquence PGSE mesure une phase (angle en rad). Il est aussi indispensable de corriger l'effet de volume partiel.

Dans le cas des grosses billes et petites sélections de tranche, il est possible de corriger voxel par voxel ce phénomène puisque les spins d'un même voxel se déplacent sensiblement à la même vitesse. Aux nombres de Reynolds (14, 25 et 35) où nous travaillons, les vitesses négatives observées ne semblent pas correspondre à des recirculations mais plutôt à du bruit de mesure.

Dans le cas de petites billes avec une large sélection de tranche, il est pratiquement impossible de corriger les phénomènes d'aliasing puisque les spins d'un même voxel ne se déplacent pas à la même vitesse. Il est donc préférable d'éviter ce phénomène en ajustant correctement la puissance des gradients. La méthode la plus sûre consiste, pour chaque milieu poreux, à tracer le déphasage moyen en fonction des puissances des gradients. Comme il existe en principe une relation linéaire entre le déphasage moyen et la puissance des gradients, on détermine la plage de linéarité ce qui permet de choisir la puissance de gradient optimale.

Il reste cependant à corriger l'effet de volume partiel important dans cette configuration puisque chaque voxel contient une quantité de solide non négligeable. Ceci peut se faire sans difficulté à partir des images de porosité obtenues conjointement. A cause de la différence de porosité d'un voxel à un autre et notamment en proche paroi, il est préférable de corriger l'image de vitesse voxel par voxel à partir de l'image de porosité.

Dans le cas des billes en verre, les erreurs restent acceptables (13%) pour les grosses billes mais sont plus élevées que dans le cas des billes en polyacétal (polymère) en raison des éléments ferro-magnétiques.

Nous ne sommes cependant pas en mesure de mesurer la vitesse dans les petites billes de verre. Cette erreur est due à la faible valeur du temps de relaxation  $T_2$  (10 ms). Le facteur

limitant pour  $\Delta$  (la durée entre les deux gradients) est le temps de relaxation  $T_2$ . D'une part, il faut que  $\Delta$  soit très petit par rapport à  $T_2$  pour qu'il n'y ait pas une perte du signal à cause de la relaxation. D'autre part, on est limité pour la valeur de  $\Delta$  car on ne peut pas le diminuer en dessous de 6 ms. Il faut utiliser une autre séquence d'imagerie plus rapide et qui sera moins perturbée par les effets de relaxation comme la séquence SPI.

## Bibliographie

1. Rajanayagam V., Yao S., Pope J.M., Quantitative magnetic resonance flow and diffusion imaging in porous media. *Magnetic Resonance Imaging*. 13:729-738, 1995.
2. Nesbitt G.J., de Groot A., Fens T.W., Bonnie J.H.M., Towards validation of porous media models using NMR imaging and image-analysis techniques. *Magnetic Resonance Imaging* .9: 779-787, 1991.
3. Kutsovsky Y.E., Scriven L.E., Davis H.T., Hammer B.E., NMR imaging of velocity profiles and velocity distributions in bead packs. *Physics of fluids*. 8: 863-871, 1996.
4. Johns M.L., Sederman A.J., Bramley A.S., Alexander P., Gladden L.F., Local transitions in flow phenomena through packed beds identified by MRI. *AIChE Journal*. 46: 2151-2161, 2000.
5. Suekane T., Yokouchi Y., Hirai S., Inertial flow structures in a simple – packed bed of spheres. *Fluid Mechanics and Transport Phenomena*, 49: 10-17, 2003.
6. Feinauer A., Altobelli S.A., Fukushima E., NMR measurements of flow profiles in a coarse bed of packed spheres. *Magnetic Resonance Imaging*. 15: 479-487, 1997.
7. Chang C.T.P., Watson A.T., NMR Imaging of flow velocity in porous media. *AIChE Journal*. 45: 437-444, 1999.
8. Scheven U. M., Verganelakis D., Harris R., Johns M. L., Gladden L. F. Quantitative nuclear magnetic resonance measurements of preasymptotic dispersion in flow through porous media. *Physics of fluids*. 17:1-7, 2005.
9. Ren X., Stapf S., Blümich B., NMR Velocimetry of flow in model fixed-bed reactors of low aspect ratio. *AIChE Journal* 51: 392-405, 2005.
10. Watson A. T, Chang C.T.P., Characterizing porous media with NMR methods. *Progress in Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy*. 31: 343-386, 1997.
11. Li L., Chen Q., Marble A. E., Romero-Zeron L., Newling B., Balcom B.J. Flow imaging of fluids in porous media by magnetization prepared centric-scan SPRITE. *Journal of Magnetic Resonance*. 197:1-8, 2009.
12. Mansfield P., Issa B., Fluid transport in porous rocks. I. EPI Studies and a stochastic model of flow. *Journal of Magnetic Resonance, Series A*. 122 : 137–148, 1996.





## Conclusion générale

Nous avons décrit dans ce mémoire une série d'expériences relative à la visualisation par IRM de la structure interne des milieux poreux et à la cartographie, toujours par IRM, des vitesses locales d'écoulement traversant ces mêmes milieux poreux.

La structure du milieu poreux a été observée grâce à des images en densité de spin obtenues à partir d'une séquence d'écho de spin. Cette séquence nous a permis de localiser directement l'eau au travers du milieu poreux et donc indirectement la structure de la matrice solide.

Les milieux poreux que nous avons utilisés sont des colonnes de billes toutes de même diamètre. Nous avons travaillé soit avec des billes en verre, soit avec des billes en polymère. L'avantage des billes en polymère est de ne pas contenir d'éléments ferro ou paramagnétiques (contrairement aux billes de verre). Dans les deux cas nous avons utilisé :

- tantôt des grosses billes (environ 3 mm de diamètre).
- tantôt des petites billes (diamètre inférieur à 1 mm) de façon à nous rapprocher de milieux poreux réels.

En diminuant la taille des particules, les temps de relaxation longitudinale et transversale diminuent à cause du confinement de l'eau dans les pores. Aussi ces temps de relaxation, et spécialement les temps de relaxation transversale, diminuent avec la présence d'éléments ferro-magnétiques en surface des billes de verre ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ).

Deux situations ont été analysées :

1. des mesures faites par IRM sur un empilement de billes de gros diamètre (autour de 3 mm) avec une sélection de tranche de faible épaisseur (1 mm). Cette situation permet d'observer le signal de l'eau entre les grains et aussi de localiser les grains. La plupart des voxels ne contiennent que de l'eau ou que du solide.
2. des mesures faites par IRM sur un empilement de billes de faible diamètre avec une large sélection de tranche (20 mm). Le signal de l'eau est réduit dans le voxel en fonction de l'effet de moyenne puisque chaque voxel contient à la fois de l'eau et du solide.

Les images IRM contiennent un bruit important, alors pour obtenir des mesures quantitatives sur la structure du milieu poreux (porosité par exemple) il est donc nécessaire de filtrer le signal. Nous avons appliqué des techniques de seuillage sur l'image IRM afin d'éliminer le bruit de fond et pour corriger les artefacts présents aux interfaces solide-liquide. Nous avons montré l'évolution spatiale de la porosité du milieu en proche paroi. Les mesures par IRM nous ont aussi donné des valeurs de porosité comparable à celles globales calculées par pesée.

La deuxième étape était de mesurer la vitesse d'écoulement de l'eau à travers ces milieux poreux par IRM. Pour calibrer la séquence de vélocimétrie par IRM nous avons réalisé des mesures de vitesse, dans un cas simple, l'écoulement de Poiseuille dans un tube. La seule limitation au niveau de la séquence d'imagerie est la grandeur mesurée (la phase en rad) qui est un angle compris entre  $\pi$  et  $-\pi$ . Lorsque la phase dépasse  $\pi$  rad les valeurs de vitesse sont repliées avec une erreur de mesure de  $-2\pi$  et nous obtenons un phénomène « *d'aliasing* ». Dans ce premier cas, la correction est facile à réaliser puisque les spins dans un même voxel se déplacent approximativement à la même vitesse. Cet écoulement réalisé dans des conditions très propres nous a permis de vérifier la qualité des mesures de vélocimétrie IRM. Nous avons obtenu des erreurs de mesure par IRM inférieure à 4%.

Une fois la séquence correctement calibrée, nous avons réalisé des mesures de vitesse en milieu poreux par IRM dans les deux configurations mentionnées auparavant. Dans le cas des grosses billes en polymère (3.175 mm) avec une petite sélection de tranche (1 mm), nous avons aperçu la présence d'écoulements préférentiels au niveau de la paroi de tube mais aussi des vitesses allant jusqu'à 6 fois la vitesse moyenne dans l'espace des pores. En milieu poreux, la déviation d'un écoulement de Stokes vers un écoulement inertiel est défini par un nombre de *Reynolds* plus grand que 1. Par contre, aux nombres de Reynolds ( $Re < 36$ ) où nous avons travaillé, nous n'avons pas véritablement observé une déviation par rapport à l'écoulement de Stokes. Nous pensons que les vitesses négatives trouvées entre les grains ne sont pas nécessairement des recirculations mais correspondent plutôt à du bruit de mesure. D'une façon générale, nous avons trouvé un bon accord (erreur  $< 5\%$ ) entre les débits mesurés.

Pour mesurer la vitesse dans le cas des petites billes en polymère (500  $\mu\text{m}$ ) avec une large sélection de tranche (20 mm), il faut tenir compte des effets de volume partiel et corrélérer l'image de vitesse par la porosité. En raison de l'effet de moyenne, le phénomène d'*aliasing*

n'apparaît pas sur les images malgré sa présence pour de fortes puissances de gradient. Comme il n'est pas possible de corriger ce phénomène, nous l'avons évité en veillant à ce que le déphasage moyen ne dépasse pas 0.5 rad. En prenant en compte toutes ces contraintes, nous avons obtenu une précision autour de 5% sur nos mesures de débit.

Dans le cas des empilements avec des billes en verre de 3 mm, nous arrivons à mesurer par IRM des vitesses avec une précision de 13%. Cette erreur élevée est due à la présence des éléments ferro-magnétiques à la surface des billes (contrairement aux billes en polymère). En raison de ces éléments, les images sont fortement bruitées aux interfaces solides-liquide par rapport aux billes en polymère. En revanche, nous ne sommes pas en mesure de mesurer la vitesse dans les petites billes de verre, avec une précision acceptable, car dans la séquence de vélocimétrie IRM, le paramètre  $\Delta$ , qui dépend du temps de relaxation  $T_2$ , devient trop faible.

Par la suite, différentes perspectives à ce travail sont envisagées :

1. les milieux poreux réels (roches, sables, matériaux de construction...) contiennent des éléments ferro-magnétiques et possèdent des faibles temps de relaxation transversale comme les petites billes de verre. Il faudra alors mettre en œuvre une séquence d'imagerie qui ne sera pas perturbée par le faible temps de relaxation pour pouvoir mesurer des vitesses d'écoulement dans ces milieux.
2. la mesure de vitesses dans des milieux poreux non saturés (écoulements eau-air et eau huile).
3. la mesure de la diffusion et de la dispersion en milieu poreux.



AUTORISATION DE SOUTENANCE DE THESE  
DU DOCTORAT DE L'INSTITUT NATIONAL  
POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

o0o

VU LES RAPPORTS ETABLIS PAR :

**Monsieur Dominique BERNARD, Directeur de Recherche, ICMCB, Bordeaux**

**Monsieur François MARIETTE, Directeur de Recherche, CEMAGREF, Rennes**

Le Président de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, autorise :

**Monsieur SALAMEH Wassim**

à soutenir devant un jury de l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE,  
une thèse intitulée :

**"Imagerie par Résonance Magnétique Nucléaire pour la vélocimétrie d'un écoulement  
en milieu poreux"**

en vue de l'obtention du titre de :

DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

Spécialité : « **Mécanique et Energétique** »

Fait à Vandoeuvre, le 30 mai 2011

Le Président de l'I.N.P.L.,

F. LAURENT









## **Imagerie par Résonance Magnétique pour la vélocimétrie d'un fluide en milieu poreux**

Cette étude présente la mise au point de mesures de porosité et de vitesse d'écoulement faites par IRM dans des colonnes de billes de verre et de polymère de différentes granulométries saturées en eau. L'avantage des billes en polymère est qu'elles ne contiennent pas d'éléments ferro ou paramagnétiques, contrairement aux billes de verre qui perturbent le champ magnétique créant des artefacts sur les images IRM. La séquence d'IRM utilisée pour l'étude des écoulements en milieu poreux a été préalablement paramétrée à l'aide d'une étude sur un écoulement de Poiseuille. Deux situations ont été examinées : d'une part, l'observation des écoulements interstitiels entre les billes permet de minimiser les *effets de volume partiel* et de faciliter la correction du phénomène de *repliement de phase*. D'autre part, la mesure de vitesses moyennes (Darcy) nécessite d'utiliser simultanément les images de vitesse et les images de porosité. Dans ce cas, il est préférable d'ajuster la puissance des gradients d'encodage de vitesse de façon à éviter tout phénomène de *repliement de phase*. La géométrie du dispositif utilisé a permis une comparaison rigoureuse des mesures de débit de façon intrinsèque uniquement par IRM (débit en milieu poreux et dans l'espace annulaire) et aussi à partir de la mesure directe du débit (pesée).

Magnétique Résonance – MRI – Milieux Poreux – Imagerie de vitesse – Flux – Porosité

### **Magnetic Resonance Imaging for velocimetry of a fluid in porous media**

This study presents the development of measurement of porosity and velocity of flow made by MRI in packed beds with glass and polymer beads of various size saturated in water. The advantage of polymer beads is that they do not contain elements ferro or paramagnetics, contrary to the glass beads which disrupt the magnetic field creating artifacts on the MRI images. The calibration of the MRI velocity measurements was achieved from Poiseuille flow in a tube at different flow rates. Two situations were examined: first, the observation of interstitial flows between the beads minimizes *partial*

*volume effects* and facilitates the correction of the phenomenon of *phase aliasing*. On the other hand, the measurement of average interstitial velocity (Darcy) requires using simultaneous velocity image and porosity image. In this case, it is preferable to adjust the strength of magnetic field gradient in the velocimetry sequence in a way to avoid any *phase aliasing*. The geometry of the flow cell was chosen to enable comparison by the MRI method between volume flow rates of water in the porous media and in the outer annulus.

Magnetic Resonance – MRI – Porous Media – Velocity imaging – Flow – Porosity

