CONTRIBUTION A L'AMELIORATION DE LA TECHNIQUE YSM

III.1 : Contribution portant sur le modèle du faisceau de capillaires parallèles

Comme il a été mentionné dès l'introduction de ce manuscrit, l'un des objectifs de ce travail est d'étudier l'impact de la forme des sections droites des capillaires sur les distributions en tailles de pores obtenues par YSM. Pour cette raison, le premier volet de ce travail a consisté à étudier l'écoulement des fluides à seuil dans des capillaires rectilignes de section droite noncirculaire. L'objectif de ce travail était d'établir des relations empiriques reliant le débit volumique d'écoulement au gradient de pression à travers les capillaires, et qui permettrait de se passer de simulations numériques coûteuses généralement effectuées pour obtenir de tels résultats (Malvault et al. 2017).

Le point de départ de ce volet a été le travail de Saramito et Roquet (2001), et leur équation (2.56) reliant la vitesse moyenne de l'écoulement \overline{U} au gradient de pression pour l'écoulement d'un fluide de Bingham dans un capillaire rectiligne de section droite carrée. Afin d'étendre leur approche à des sections droites triangulaires et rectangulaires, il est nécessaire de rappeler des résultats sur l'écoulement de fluides Newtoniens dans des capillaires de section droite non-circulaires.

III.1.1 : Écoulements de fluides Newtoniens dans des capillaires rectilignes

Patzek et Silin (2001) ont étudié ce type d'écoulements en résolvant les équations du mouvement dans des capillaires rectilignes ayant pour sections droites un rectangle ou encore un triangle équilatéral comme respectivement illustré par les figures 30 et 31. Pour ces deux géométries, ces auteurs rappellent que les expressions analytiques des profils de vitesse sont respectivement :

$$U_{x_{3}}(x_{1}, x_{2}) = \frac{\nabla P}{2\eta} \left[a^{2} - x_{2}^{2} + \frac{32a^{2}}{\pi^{3}} \sum_{j=0}^{\infty} \frac{(-1)^{j+1} \cosh\left(\frac{a_{j}x_{1}}{a}\right) \cos\left(\frac{a_{j}x_{2}}{a}\right)}{(2j+1)^{3} \cosh(\epsilon a_{j})} \right]$$
(3.1)

où $a_j = \left(\frac{\pi}{2}\right)(2j+1)$, et $\varepsilon = \frac{a}{b}$ est le rapport d'aspect de la section droite $(a \le b)$, et

$$U_{x_3}(x_1, x_2) = \frac{a^2 \cdot \nabla P}{12\eta} \left[\left(1 - \frac{x_1}{a} \right) \left(\frac{x_1}{a} - \sqrt{3} \frac{x_2}{a} + 2 \right) \left(\frac{x_1}{a} + \sqrt{3} \frac{x_2}{a} + 2 \right) \right]$$
(3.2)



Figure 30: Schéma de la section droite en forme de rectangle d'un capillaire rectiligne



Figure 31: Schéma d'une section droite en forme de triangle équilatéral d'un capillaire.

Ainsi, la relation $Q(\nabla P)$ entre le débit volumique et le gradient de pression d'un fluide Newtonien dans des capillaires rectilignes de sections droites rectangulaire et triangulaire, obtenues par l'intégration de ces profils de vitesse sur la section droite sont respectivement :

$$\overline{U} = \frac{Q}{S_{\text{pipe}}} = \frac{a^2 \nabla P}{8\eta} \left[\frac{8}{3} - 16 \varepsilon \sum_{j=0}^{\infty} \frac{\tanh(a_j)}{a_j^5} \right]$$
(3.3)

où S_{pipe} est la surface de la section droite, et :

$$\overline{U} = \frac{Q}{S_{\text{pipe}}} = \left(\frac{3}{20}\right) \frac{a^2 \nabla P}{\eta} = \frac{a^2 \nabla P}{8\eta} \left(\frac{6}{5}\right)$$
(3.4)

Rappelons ici que la relation de Poiseuille, qui donne la vitesse moyenne d'écoulement d'un fluide Newtonien dans un capillaire rectiligne de section circulaire s'écrit :

$$\overline{U} = \frac{Q}{S_{\text{pipe}}} = \frac{a^2 \nabla P}{8\eta}$$
(3.5)

Ainsi, les équations 3.3 et 3.4 montrent que le débit d'écoulement d'un fluide Newtonien dans un capillaire de section droite rectangulaire (triangulaire) est le produit entre le débit dans un capillaire de section droite circulaire, par un facteur indépendant de la rhéologie du fluide (ici sa viscosité dynamique η). Ci-après, pour les sections droites rectangulaires et triangulaires, ces deux facteurs de forme sont respectivement:

$$C_{\rm R}(\varepsilon) = \frac{8}{3} - 16 \varepsilon \sum_{j=0}^{\infty} \left(\frac{1}{a_j^5}\right) \left(\tanh\left(\frac{a_j}{\varepsilon}\right)\right)$$
(3.6)

et

$$C_{\rm T} = \frac{6}{5} \tag{3.7}$$

Pour une section droite carrée ($\epsilon = 1$), $C_R(\epsilon)$ se réduit au facteur de forme C_S utilisé par Saramito et Roquet (2001) et rappelé dans l'équation (2.57).

III.1.2 : Écoulement de fluides de type Bingham

Soit un fluide de Bingham en écoulement dans un capillaire de section droite circulaire de rayon a. Comme l'ont fait Saramito et Roquet (2001), il est possible de définir une vitesse caractéristique de cet écoulement U^{*} et le nombre de Bingham respectivement par :

$$U^* = \frac{a^2 \nabla P}{2k} = \frac{a \tau_w}{k} \quad \text{avec } \tau_w = \frac{a \nabla P}{2}$$
(3.8)

et

$$B_{i} = \frac{\tau_{0}}{\tau_{w}} = \frac{2\tau_{0}}{a\,\nabla P} \tag{3.9}$$

Avec ces notations, en partant de la formule de Rabinowitch-Mooney, l'expression de la vitesse moyenne adimensionnée du fluide peut alors s'écrire comme :

$$\frac{\overline{U}}{U^*} = \frac{1}{4} \left[1 - \frac{4}{3} B_i + \frac{1}{3} B_i^4 \right]$$
(3.10)

Ainsi l'analogie hydraulique (équation 2.56) faite par Saramito et Roquet (2001), consiste à exprimer le débit volumique d'un fluide de Bingham dans un capillaire de section droite carré comme le produit de deux termes :

- un facteur de forme C_{forme} qui tient compte de la non-circularité de la section droite ;
- un terme ayant une forme similaire au membre droit de l'équation (3.10), à la seule différence qu'il fait intervenir le nombre de Bingham critique à travers le quotient B_i/B_{ic}.

$$\frac{\overline{U}}{U^*} = \frac{C_{\text{forme}}}{4} \left[1 - \frac{4}{3} \frac{B_i}{B_{ic}} + \frac{1}{3} \left(\frac{B_i}{B_{ic}} \right)^4 \right]$$
(3.11)

 B_{ic} est la valeur limite de B_i au-delà de laquelle le fluide ne s'écoule plus dans le conduit, et a été évalué numériquement à 1.07 par Saramito et Roquet (2001) en réalisant plusieurs simulations numériques. Pour le cas d'un fluide Newtonion ($B_i = 0$), l'équation (3.11) devant être identique à l'équation 3.3 (pour $\varepsilon = 1$), il s'ensuit que pour une section droite carrée, la valeur de C_{forme} est égale à celle de C_s (équation 2.56).

Extension à d'autres formes de section droite

Dans cette étude, cette approche par analogie hydraulique est étendue à des sections droites triangulaires et rectangulaires. Les facteurs de forme étant déjà connus (équations 3.6 et 3.7), il reste à déterminer des nombres de Bingham critiques pour chacune de ces sections droites. Pour ce faire, au lieu de les évaluer en réalisant de nombreuses simulations numériques comme l'ont fait Saramito et Roquet (2001), ces deux facteurs sont déterminés de manière heuristique.

En effet, en partant de la condition générale d'écoulement des fluides à seuil (équation 2.55) analytiquement dérivée par Mosolov et Miasnikov (1965, 1966, 1967), et de la définition de B_i adoptée (3.9) par Saramito et Roquet (2001), le nombre de Bingham critique pour une section droite dont a est le rayon du cercle inscrit s'écrit :

$$B_{ic} = \frac{2l^*}{a} \tag{3.12}$$

où l'expression de l* a été analytiquement dérivée par Mosolov et Miasnikov (1965, 1966, 1967) pour différentes formes de sections droites. Pour les formes rectangulaires et triangulaires, l* vaut respectivement :

$$l^* = \frac{ab}{a+b+\sqrt{(a-b)^2 + \pi ab}}$$
(3.13)

$$l^* = \frac{3a}{3 + \sqrt{\pi\sqrt{3}}}$$
(3.14)

Ainsi,

$$B_{ic}^{R}(\varepsilon) = \frac{4}{1 + \varepsilon + \sqrt{\pi\varepsilon + (\varepsilon - 1)^2}}$$
(3.15)

$$B_{ic}^{T} = \frac{6}{3 + \sqrt{\pi\sqrt{3}}}$$
(3.16)

Sur la base de ces considérations, et en suivant la même analogie hydraulique de Saramito et Roquet (2001), les relations empiriques (3.17) et (3.18) sont proposées pour l'écoulement des fluides de type Bingham dans des capillaires rectilignes de sections droites rectangulaires et triangulaires.

$$\frac{\overline{U}}{U^*} = \frac{C_R(\varepsilon)}{4} \left[1 - \frac{4}{3} \frac{B_i}{B_{ic}(\varepsilon)} + \frac{1}{3} \left(\frac{B_i}{B_{ic}(\varepsilon)} \right)^4 \right]$$
(3.17)

$$\frac{\overline{U}}{U^*} = \frac{C_T}{4} \left[1 - \frac{4}{3} \frac{B_i}{B_{ic}^T} + \frac{1}{3} \left(\frac{B_i}{B_{ic}^T} \right)^4 \right]$$
(3.18)

Avant d'aborder la confrontation des prédictions de ces formules aux résultats de simulation numérique, soulignons que pour $\varepsilon = 1$, l'équation (3.17) redonne celle proposée et validée par Saramito et Roquet (2001) pour une section droite carrée (équation 2.56).

Évaluation par simulations numériques

Afin d'évaluer la fiabilité des formules (3.17) et (3.18), des simulations numériques d'écoulements de fluides de type Bingham dans des capillaires de section droite triangulaire et rectangulaires de différents rapports d'aspects ont été réalisées, et les résultats sont présentés dans cette section. Par ailleurs, pour la section droite triangulaire, les prédictions de la formule (3.18) sont comparées à des résultats présentés dans la littérature (Malvault et al., 2017).

Validation de la procédure de simulation

OpenFOAM est un logiciel de simulations numériques gratuit, et développé en langage de programmation C++. Ce code de calcul dispose de plusieurs solveurs permettant de traiter un très large éventail de problèmes de mécanique des fluides, en résolvant les équations du

mouvement par la méthode des volumes finis. Afin de simuler les écoulements stationnaires de fluides à seuil, le solveur simpleFOAM qui utilise l'algorithme SIMPLE (Semi-Implicit Pressure Linked Equations) a été choisi. Cet algorithme permet de résoudre les équations de Navier-Stokes et de continuité par un couplage itératif, jusqu'à ce que des critères de convergence préalablement fixés par l'utilisateur soient atteints (Patankar, 1980 ; Ferziger et Peric, 1997).

La résolution des équations du mouvement nécessite de choisir un solveur pour la résolution du champ de vitesse, et un autre pour le champ de pression. Vu le nombre très important de solveurs disponibles dans OpenFOAM (et donc de combinaisons de solveurs possibles), les choix des deux solveurs ont été faits en suivant les recommandations donnés dans des tutoriels et celles d'utilisateurs expérimentés sur le forum OpenFOAM. Ainsi, pour toutes les simulations réalisées, le champ de vitesse a été résolu par le solveur GAMG (Geometric Algebric Multigrid) associé à un smoother GaussSeidel, et celui de pression par le solveur PBiCG (Preconditioned Bi-Conjugate Gradient) en utilisant comme pré conditionneur DILU (Diagonal-based Incomplete LU). Pour la résolution du champ de pression, les tolérances absolues et relatives sont respectivement fixées à 10^{-6} et 10^{-3} . Quant à celles pour le champ de pression, elles sont respectivement fixées à 10^{-6} et 10^{-5} .

On considère l'écoulement isotherme, stationnaire, incompressible d'un fluide de Bingham à faibles nombre de Reynolds dans des capillaires rectilignes de section droite triangulaire et rectangulaire. Pour chaque géométrie, la condition de non-glissement du fluide aux parois des capillaires est appliquée ($\vec{U} = \vec{0}$). Une différence de pression constante est fixée entre l'entrée et la sortie du capillaire ($P_{inlet} = P_i$ and $P_{outlet} = 0$ Pa), et une condition de flux du vecteur vitesse nul est imposée à l'entrée et à la sortie du capillaire ($\nabla \vec{U} \cdot \vec{n}$), avec \vec{n} le vecteur unitaire dirigé vers l'extérieur du domaine. Dans ces conditions, l'écoulement est décrit par les équations de Navier-Stokes et celle de continuité qui, en négligeant les forces de gravité s'écrivent :

$$\begin{cases} \rho \vec{U} \cdot \nabla \vec{U} = \nabla \cdot \underline{\tau} - \nabla P \\ \nabla \cdot \vec{U} = 0 \end{cases}$$
(3.19)

où le tenseur des contraintes $\underline{\underline{\tau}}$ est donné par l'équation (2.26). Par ailleurs, comme dans l'étude de Saramito et Roquet (2001), le nombre de Reynolds est défini par :

$$\operatorname{Re} = \frac{\rho \overline{U}^{2-n} (2a)^n}{k} \tag{3.20}$$

Afin de modéliser le comportement rhéologique du fluide, le modèle régularisé de Papanastasiou (1987) est adopté (équation 2.31), et pour éviter tout problème de divergence, le taux de cisaillement $\dot{\gamma}_{min}$ intervenant dans l'équation (2.32) est fixé à 2.10⁻¹⁴. Ce modèle rhéologique a tout d'abord été implémenté dans OpenFOAM.

Afin de valider la procédure de simulation, les résultats théoriques connus pour l'écoulement des fluides à seuil dans des capillaires de section droite circulaire ont tout d'abord été vérifié. La figure 32 montre la comparaison entre profil de vitesse théorique et simulé, pour un fluide à seuil de type Herschel-Bulkley. Les paramètres rhéologiques utilisés pour ce cas sont ceux d'une solution de carbopol caractérisée par Chevalier et al. (2012), à savoir $\tau_0 = 78$ Pa, k = 33 Pa. s^{0.36} et n = 0.36 et le paramètre de régularisation m vaut 10000 s. Sur cette figure 32, la moyenne des erreurs relatives par rapport aux vitesses théoriques est de 0.04 %



Figure 32: Comparaison entre profiles de vitesse théoriques et simulés pour l'écoulement d'une solution de carbopol ($\tau_0 = 78$ Pa, n = 0.36 et k = 33 Pa. s^{0.36}) dans un capillaire de section droite circulaire.

Écoulements dans des capillaires de section droite non-circulaire

Dans cette section, on considère un fluide de type Bingham ayant comme paramètres rhéologiques $\tau_0 = 1$ Pa, n = 1 et k = 1 Pa.s. Comme il a été rappelé dans le chapitre 2, le choix de la valeur du paramètre de régularisation m est fondamental lorsqu'on utilise la régularisation de Papanastasiou (1987). Dans ce travail, ce choix a été fait en se basant sur l'approche de Tang et al. (2011). Pour les fluides de type Bingham, partant de l'expression régularisée de la viscosité effective (équation 2.35), ces auteurs suggèrent de définir la valeur de m en se basant sur le rapport M entre la limite de la viscosité effective du fluide quand le taux de cisaillement tend vers 0, et celle lorsque le taux de cisaillement tend vers ∞ :

$$M = \frac{m\tau_0}{k}$$
(3.21)

Compte tenu des définitions de B_i et R_e (équations 3.9 et 3.20) adoptées dans cette étude, l'équation 3.21 peut être réécrite comme :

$$m = M \frac{4 \rho \overline{U}}{B_i R_e \nabla P}$$
(3.22)

Suite à la phase de validation effectuée pour des capillaires de section droite circulaire, la valeur M=1000 a été retenue pour tous les résultats présentés ci-après. Pour toutes les géométries, le gradient de pression est fixé à $\nabla P = 5000 \text{ Pa. m}^{-1}$. Ainsi, différentes valeurs de B_i sont explorées en faisant varier la valeur de la contrainte seuil τ_0 . Cette approche est similaire à celle adoptée par Tang et al. (2011). Le tableau 1 présente les différentes valeurs de contraintes seuil du fluide, les valeurs de B_i correspondantes (équation 3.9) et celles de m calculées par l'équation (3.22). Les valeurs du nombre de Reynolds (équation 3.20) explorés en prenant ces valeurs de contraintes seuil vont de R_e = 1.3×10^{-3} (pour B_i = 0.02) à R_e = 2.57×10^{-5} pour B_i = 0.9.

τ_0 (Pa)	0.05	0.1	0.5	1	1.3	1.7	2	2.25
B _i	0.02	0.04	0.2	0.4	0.52	0.68	0.8	0.9
m (s)	20000	10000	2000	1000	769.231	588.235	500	444.44

Tableau 1 : Valeurs de contraintes seuil et du paramètre de régularisation correspondant pour les 8 valeurs du nombre de Bingham investiguées.

Par ailleurs, pour chaque géométrie, une étude de l'influence du maillage a été réalisée, et est présentée en Annexe D. Par conséquent, les résultats présentés dans les paragraphes suivants peuvent être considérés indépendants du maillage. Pour chaque géométrie, on s'intéresse principalement à la comparaison entre les valeurs des débits volumiques obtenues par simulations numériques, et les prédictions des formules empiriques 3.17 et 3.18. Pour ce faire, comme effectué par Malvault et al. (2017), tous les débits sont normalisés par la quantité $q_c = a^3 \left(\frac{\tau_0}{k}\right)^{\frac{1}{n}}$, et les gradients de pression par la quantité $\nabla P_c = \tau_0/a$.

Capillaires de section droite triangulaire

On considère premièrement l'écoulement dans des capillaires de sections droites triangulaires. La valeur de B_{ic}^{T} dans ce cas (équation 3.16) vaut environ 1.125. La figure 33 illustre la convergence du débit volumique pour chacune des valeurs de B_i (Tableau 1). Rappelons que dans ce travail, on s'intéresse principalement au débit volumique dans les capillaires, et non aux détails de la structure de l'écoulement telle que la topographie des surfaces limites d'écoulement. Toutefois il est utile d'illustrer cette structure et de rappeler son évolution en fonction de la valeur de B_i . Sur la figure 34, la zone bouchon centrale ($\dot{\gamma} = 0$ et $U = U_{max}$) et les zones mortes périphériques ($\dot{\gamma} = 0$ et U = 0) sont représentées en bleu, tandis que les zones de fluide cisaillé sont représentées en vert.



Figure 33: Courbes de convergence pour l'écoulement de fluides de Bingham (k = 1 Pa.s) dans un capillaire de section droite triangulaire, pour des valeurs de B_i allant de 0.02 à 0.9.

Il est important de rappeler qu'avec ce modèle rhéologique régularisé (équation 2.35), les zones mortes et la zone bouchon sont en réalité des zones très faiblement cisaillées dans lesquelles la viscosité du fluide est très grande (Zhu et al., 2005 ; Panaseti et Georgiou 2017).



Figure 34: Amplitude du taux de cisaillement (s⁻¹) lors de l'écoulement d'un fluide de Bingham (k = 1 Pa. s) dans un capillaire de section droite triangulaire, pour deux valeurs de Bi. En vert, les zones fortement cisaillées, et en bleu celles très faiblement cisaillées en translation linéaire (bouchon) ou au repos (mortes).

Cette figure 34 montre que lorsque la valeur de B_i croit, la zone fortement cisaillée se réduit au profit de celles très faiblement cisaillée, qui progressivement occupe une surface importante du conduit jusqu'à son obturation attendue pour $B_i = B_{ic}$.

La figure 35 présente une comparaison entre les prédictions de la formule empirique (3.18) en jaune, et les résultats de simulations récemment publiés par Malvault et al. (2017) en noir. Sur cette figure, les points rouges correspondent aux simulations effectuées lors de ce travail, marqués de A à H pour les valeurs de B_i allant de 0.02 à 0.9. Comme on peut le voir, la formule empirique proposée prédit bien ces résultats de simulation, et ce sur une large gamme de valeurs de B_i.



Figure 35: Débit volumique normalisé Q^+ en fonction du gradient de pression normalisé pour un fluide de Bingham fluid (k = 1Pa. s) en écoulement dans un capillaire rectiligne de section droite triangulaire. En noir: simulations de Malvault et al. (2017); en jaune, les prédictions de l'équation 3.17; et en rouge les résultats numériques obtenus lors de de la présente étude.

Le Tableau 2 présente la comparaison entre débits simulés lors de cette étude et ceux prédits par la formule (3.18) pour différentes valeurs de B_i. La valeur du nombre de Bingham critique et celle du facteur de forme y sont également rappelées.

$B_{ic}^{T} = 1.125$ $C_{T} = 1.2$								
B _i	0.02	0.04	0.2	0.4	0.52	0.68	0.8	0.9
Q ⁺ _{empirique}	38.05	18.56	2.97	1.035	0.598	0.274	0.1336	0.0606
Q ⁺ _{simulation}	37.52	18.34	2.94	1.021	0.591	0.27	0.1317	0.0597
Erreur	1.41	1.2	1.02	1.37	1.18	1.48	1.44	1.5
relative (%)								

Tableau 2 : Comparaison entre débits simulés normalisés et ceux prédits par la formule empirique (3.18) pour l'écoulement de fluides de type Bingham (k = 1 Pa.s) dans un capillaire rectiligne de section droite triangulaire.

Comme on peut le voir, les erreurs relatives (par rapport aux valeurs simulées) sont inférieurs à 2 % dans tous les cas, et permet de conclure que les prédictions de la formule proposée sont acceptables sur la gamme des B_i investigués.

Capillaires de section droite rectangulaire

Dans un second temps, on s'intéresse à l'écoulement de fluides de Bingham dans des capillaires rectilignes de sections droites rectangulaires. Cinq valeurs de ε ont été investiguées : 1/2, 1/3, 1/4, 1/7 et 1/10. Les figures 36 et 37 illustrent les courbes de convergence de débits volumiques respectivement obtenues pour $\varepsilon = 1/2$ et $\varepsilon = 1/3$.



Figure 36: Courbes de convergence pour l'écoulement de fluides de Bingham (k = 1 Pa.s) dans un capillaire de section droite rectangulaire ($\epsilon = 1/2$), pour des valeurs de B_i allant de 0.02 à 0.9.



Figure 37: Courbes de convergence pour l'écoulement de fluides de Bingham (k = 1 Pa.s) dans un capillaire de section droite rectangulaire ($\epsilon = 1/3$), pour des valeurs de B_i allant de 0.02 à 0.9.

Les figures 38 et 39 illustrent l'évolution de la structure de l'écoulement en fonction de B_i respectivement pour les rapports d'aspect $\varepsilon = 1/2$ et $\varepsilon = 1/4$. Le code de couleur étant le même que celui présenté avec des sections droites triangulaires. Ces figures illustrent bien les structures d'écoulement attendues pour ce type d'écoulement (Damianou et al., 2014, Damianou et Georgiou, 2014), c'est-à-dire des zones mortes et une zone de bouchon clairement identifiables, et dont l'étendue croit avec B_i jusqu'à l'obturation du conduit pour une valeur critique de B_i .



Figure 38 : Amplitude du taux de cisaillement (s⁻¹) lors de l'écoulement d'un fluide de Bingham (k = 1 Pa. s) dans un capillaire de section droite rectangulaire ($\varepsilon = 1/2$), pour deux valeurs de Bi. En vert, les zones fortement cisaillées, et en bleu celles très faiblement cisaillées en translation linéaire (bouchon) ou au repos (mortes).



Figure 39: Amplitude du taux de cisaillement (s-1) lors de l'écoulement d'un fluide de Bingham (k =1 Pa.s) dans un capillaire de section droite rectangulaire $\varepsilon = 1/4$, pour deux valeurs de Bi. En vert, les zones fortement cisaillées, et en bleu celles très faible faiblement cisaillées en translation linéaire (bouchon) ou au repos (mortes).

Les tableaux 3 à 7 comparent les prédictions de l'équation (3.17) aux résultats de simulation obtenus. Les valeurs du nombre de Bingham critique $B_{ic}^{R}(\epsilon)$ et du facteur de forme $C_{R}(\epsilon)$ respectivement calculées par les équations 3.15 et 3.6 y sont également mentionnées.

$B_{ic}^{R}(\epsilon = 1/2) = 1.4038$ $C_{R}(\epsilon = 1/2) = 1.8295$									
B _i	0.02	0.04	0.2	0.4	0.52	0.68	0.8	0.9	
Q ⁺ _{empirique}	44.868	21.99	3.705	1.4231	0.9014	0.501	0.314	0.204	
			6				8	8	
Q ⁺ simulation	44.878	22.00	3.705	1.4232	0.904	0.5023	0.316	0.206	
		4	8				4	7	
Erreur	0.02	0.063	0.005	0.007	0.3	0.26	0.508	0.919	
relative (%)		6	4						

Tableau 3 : Comparaison entre débits simulés normalisés et ceux prédits par la formule empirique (3.18) pour l'écoulement de fluides de type Bingham (k = 1 Pa.s) dans un capillaire rectiligne de section droite rectangulaire ($\epsilon = 1/2$).

	$B_{ic}^{R}(\epsilon = 1/3) = 1.5658$			$C_R \ (\epsilon = 1/3) = 2.1065$				
B _i	0.02	0.04	0.2	0.4	0.52	0.68	0.8	0.9
Q ⁺ _{empirique}	77.6484	38.151	6.5547	2.61	1.705	1.0055	0.6744	0.4739
Q ⁺ _{simulation}	77.6367	38.1296	6.5292	2.587	1.6855	0.9903	0.6625	0.465
Erreur	0.01507	0.0561	0.39	0.89	1.16	1.535	1.8	1.91
relative								
(%)								

Tableau 4 : Comparaison entre débits simulés normalisés et ceux prédits par la formule empirique (3.18) pour l'écoulement de fluides de type Bingham (k = 1 Pa.s) dans un capillaire rectiligne de section droite rectangulaire ($\epsilon = 1/3$).

$B_{ic}^{R}(\epsilon = 1/4) = 1.651$ $C_{R}(\epsilon = 1/4) = 2.2465$								
B _i	0.02	0.04	0.2	0.4	0.52	0.68	0.8	0.9
Q ⁺ _{empirique}	110.5196	54.357	9.4279	3.8171	2.5287	1.5293	1.0533	0.7627
Q ⁺ _{simulation}	110.48	54.43	9.3632	3.7589	2.4764	1.4865	1.0183	0.7343
Erreur	0.0358	0.13	0.69	1.55	2.11	2.87	3.32	3.86
relative								
(%)								

Tableau 5 : Comparaison entre débits simulés normalisés et ceux prédits par la formule empirique (3.18) pour l'écoulement de fluides de type Bingham (k = 1 Pa.s) dans un capillaire rectiligne de section droite rectangulaire ($\epsilon = 1/4$).

$B_{ic}(\epsilon = 1/7) = 1.7931$ $C_R(\epsilon = 1/7) = 2.4657$								
B _i	0.02	0.04	0.2	0.4	0.52	0.68	0.8	0.9
Q ⁺ _{empirique}	212.54	104.666	18.3675	7.5878	5.109	3.1808	2.2564	1.6873
Q ⁺ _{simulation}	209.02	102.82	17.8653	7.2734	4.8508	2.98	2.0924	1.5512
Erreur	1.68	1.79	2.81	4.32	5.32	6.74	7.83	8.77
relative								
(%)								

Tableau 6 : Comparaison entre débits simulés normalisés et ceux prédits par la formule empirique (3.18) pour l'écoulement de fluides de type Bingham (k = 1 Pa.s) dans un capillaire rectiligne de section droite rectangulaire ($\epsilon = 1/7$).

95

	$B_{ic}(\epsilon = 1/10) = 1.8516$				$C_R (\epsilon = 1/10) = 2.4986$			
B _i	0.02	0.04	0.2	0.4	0.52	0.68	0.8	0.9
Q ⁺ _{empirique}	307.827	151.6645	26.7359	11.1296	7.5394	4.7437	3.40	2.5717
Q ⁺ _{simulation}	307.82	151.66	26.3657	10.7869	7.2243	4.4733	3.1672	2.3697
Erreurs	0.0832	0.213	1.4	3.17	4.36	6.04	7.35	8.5
relatives								
(%)								

Tableau 7 : Comparaison entre débits simulés normalisés et ceux prédits par la formule empirique (3.18) pour l'écoulement de fluides de type Bingham (k = 1 Pa.s) dans un capillaire rectiligne de section droite rectangulaire ($\epsilon = 1/10$).

Comme le montrent ces Tableaux, les prédictions de la formule empirique sont en très bon accord avec les résultats de simulations obtenus. En effet les erreurs relatives obtenues (par rapport aux résultats de simulation) sont dans tous les cas inférieurs à 9 %. Pour une valeur de ε donnée, en général les erreurs sont plus importantes pour les grandes valeurs de B_i, c'est-à-dire lorsque la proportion de régions fortement cisaillées et donc le débit d'écoulement sont les plus faibles. Par ailleurs, ces erreurs semblent augmenter au fur et à mesure que le rapport d'aspect de la section droite diminue. Avant de conclure cette section il est important de rappeler que les équations 3.17 et 3.18 ne sont pas exactes, mais bien des approximations. Par conséquent, les erreurs calculées proviennent non seulement du fait que ces formules soient empiriques, mais aussi du fait que les résultats de simulations sont eux aussi entachés d'erreurs notamment liées à la discrétisation des équations sur le domaine de calcul, et aux schémas numériques utilisés (Jasak, 1996; Roache, 1997). Toutefois, les résultats obtenus montrent que cette extension de l'analogie hydraulique initialement proposée par Saramito et Roquet (2001) à des sections droites triangulaire et rectangulaire fournit des prédictions de précision acceptable en terme de débit d'écoulement des fluides de type Bingham. Par ailleurs au cours de cette étude la valeur de l'indice de consistance a été fixée à 1 Pa.s (valeur utilisée par Malvautlt et al. 2017). Comme perspective de ce travail de simulation, il serait intéressant d'explorer d'autres valeurs de k pour savoir comment les erreurs obtenues varient avec ce paramètre.

Conclusion partielle

Pour conclure cette section, rappelons que des formules empiriques ont été proposées pour l'écoulement de fluides de type Bingham dans des capillaires rectilignes de sections droites triangulaires et rectangulaires. Ces formules ont été dérivées en adoptant une approche par analogie hydraulique initialement proposée par Saramito et Roquet (2001) pour l'écoulement des fluides de même type dans des capillaires de section droite carrée. Cette approche consiste à écrire le débit volumique (ou la vitesse moyenne d'écoulement) comme le produit de deux

termes : un facteur de forme C_{forme} tenant compte de la non-circularité de la section droite ; et un terme regroupant la rhéologie et l'amplitude de l'écoulement à travers le quotient B_i/B_{ic}. Les facteurs de forme C_T et $C_R(\varepsilon)$ proviennent des solutions analytiques d'écoulement des fluides Newtoniens dans des capillaires de section circulaire et non-circulaire. Les expressions des nombres de Bingham critiques pour les sections droites triangulaires B_{ic}^T et rectangulaires ont été formulées $B_{ic}^{R}(\varepsilon)$ à partir du rayon de courbure caractéristique de l'écoulement l* analytiquement dérivé par Mosolov et Miasnikov (1965, 1966, 1967). La validité des relations empiriques $\overline{U}/U^*(B_i/B_{ic})$ proposées a ensuite été évaluée en effectuant des simulations numériques avec OpenFOAM. Dans le cas des sections droites rectangulaires, les résultats obtenus se sont révélé en bon accord avec les prédictions des formules proposées pour des faibles valeurs de B_i (erreurs relatives de l'ordre de 2 % par rapports aux simulations), et en moins bon accord pour les plus grandes valeurs de B_i (erreurs relatives par rapports aux simulations pouvant aller jusqu'à 9 %). Dans le cas d'une section droite triangulaire, les prédictions de la formule proposée se sont montrées en très bon accord avec des résultats obtenus par Malvault et al. (2017). Par conséquent, on peut avancer que les relations empiriques dérivées au cours de ce travail peuvent être utilisées pour estimer rapidement le débit volumique des fluides de Bingham dans ces géométries sans passer par des simulations numériques très couteuses en temps, à l'image de celles réalisées par Malvault et al. (2017).

III.1.3 : Écoulements de fluides de type Herschel-Bulkley

Cette section a pour objectif de proposer des relations $Q(\nabla P)$ empiriques pour l'écoulement de fluides à seuil de type Herschel-Bulkley dans des capillaires rectilignes dont la section droite est un carré et un triangle équilatéral. Pour des raisons de cohérences avec le cas des fluides de type Bingham, ces relations empiriques seront également exprimées sous la forme $\overline{U}/U^*(B_i/B_{ic})$.

Formulation des relations empiriques

Afin d'utiliser l'approche par analogie hydraulique décrite à la section précédente, et formuler des relations empiriques $\overline{U}/U^*(B_i/B_{ic})$ pour l'écoulement de fluides à seuil de type Herchel-Bulkley, il est nécessaire de disposer des valeurs du nombre de Bingham critique B_{ic} pour chaque section droite considérée. Pour ce faire, les travaux d'Huigol (2006) ont été utilisés comme point de départ.

En effet, en partant des travaux précurseurs de Mosolov et Miasnikov (1965, 1966, 1967), cet auteur a mathématiquement démontré que pour des capillaires rectilignes, lorsque la forme de la section droite admet un axe de symétrie, la valeur du rayon de courbure caractéristique l^{*} est indépendante du type de fluide à seuil considéré (Casson, Bingham ou Herschel-Bulkley). Ainsi, pour des capillaires dont la section droite est un carré ou un triangle équilatéral ou, les valeurs de B_{ic} sont prises identiques à celles utilisées pour les fluides de type Bingham, respectivement données par les équations 3.15 et 3.16. En effet dans cette approche empirique par analogie au cas circulaire, quelle que soit la forme de la section droite du capillaire, les valeurs de B_{ic} et de l^{*} sont reliées par l'équation 3.12.

Par ailleurs, la formule de Rabinowitch-Mooney (équation 2.52) permet d'obtenir la relation $q(\nabla P)$ bien connue pour l'écoulement d'un fluide à seuil de type Herschel-Bulkley dans un caillaire rectiligne de section droite circulaire. Pour ce type de fluides à seuil, la vitesse caractéristique de l'écoulement U^{*}et le nombre de Bingham B_i peuvent respectivement être définis par les expressions (Alexandrou et al., 2001) :

$$U^* = \frac{a\left(\frac{a\nabla P}{2}\right)^{\frac{1}{n}}}{k^{\frac{1}{n}}}$$
(3.23)

$$B_i = \frac{\tau_0 a^n}{k U^{*n}}$$
(3.24)

En partant de ces définitions, le débit $q(\nabla P)$ dans un capillaire de section droite circulaire peut s'écrire en termes de vitesse moyenne normalisée selon l'équation :

$$\frac{\overline{U}}{U^*} = (1 - B_i)^{\frac{1}{n} + 1} \left[\frac{(1 - B_i)^2}{3 + \frac{1}{n}} + \frac{2B_i(1 - B_i)}{3 + \frac{1}{n}} + \frac{B_i^2}{1 + \frac{1}{n}} \right]$$
(3.25)

Ensuite, en adoptant l'approche par analogie hydraulique introduite par Saramito et Roquet (2001) pour les fluides de type Bingham, l'équation 3.26 est proposée comme une généralisation empirique de l'équation (3.25) pour l'écoulement des fluides à seuil de type Herschel-Bulkley dans des capillaires de sections droites carrées et triangulaires :

$$\frac{\overline{U}}{U^*} = C_{\text{forme}} \cdot \left(1 - \frac{B_i}{B_{ic}}\right)^{\frac{1}{n} + 1} \left[\frac{\left(1 - \frac{B_i}{B_{ic}}\right)^2}{3 + \frac{1}{n}} + \frac{2\frac{B_i}{B_{ic}}\left(1 - \frac{B_i}{B_{ic}}\right)}{3 + \frac{1}{n}} + \frac{\left(\frac{B_i}{B_{ic}}\right)^2}{1 + \frac{1}{n}}\right]$$
(3.26)

où C_{forme} est le facteur de forme de la section droite considérée, et est égal à C_S pour la section droite carrée (équation 2.56), et à C_T pour une section droite triangulaire (équation 3.7). B_{ic} est le nombre de Bingham critique respectivement donné par les équations 3.15 et 3.16 pour les sections droites carrées et triangulaires.

Par ailleurs, pour $C_{forme} = 1$ et $B_{ic} = 1$, l'équation 3.26 redonne l'équation 3.25, et pour n=1, cette équation 3.26 pour une section droite carrée se réduit à celle proposée par Saramito et Roquet (2001) pour l'écoulement des fluides de type Bingham.

Simulations numériques

Comme pour les fluides de type Bingham, ces relations empiriques ont été évaluées en effectuant des simulations numériques avec le logiciel OpenFOAM. Ces simulations ont été effectuées dans des capillaires rectilignes de sections droites carrées et triangulaires, en résolvant les équations de Stokes et de continuité :

$$\begin{cases} \nabla \cdot \underline{\tau} - \nabla P = 0\\ \nabla \cdot \vec{U} = 0 \end{cases}$$
(3.27)

Tout comme pour les fluides de type Bingham, le solveur simpleFOAM a été utilisé, et la rhéologie du fluide a été modélisée en adoptant le modèle régularisé (équation 2.26).

Le champ de vitesse a été résolu avec le solveur "Smoothsolver" d'OpenFOAM associé au smoother GaussSeidel, et celui de pression par le solveur GAMG associé au smoother GaussSeidel. Pour la résolution du champ de pression, les tolérances absolues et relatives ont respectivement été fixées à 10^{-6} et 10^{-3} . Quant à celles pour le champ de pression, elles ont respectivement été fixées à 10^{-8} et 10^{-5} .

En outre, au cours de ces simulations, les propriétés rhéologiques du fluide ont été fixées à $\tau_0 = 1$ Pa, n = 0.6 et k = 1 Pa. s^{0.6}, et différents gradients de pression étaient imposés afin de faire varier la valeur du nombre de Bingham B_i (équation 3.24). La figure 40 montre la comparaison entre des rhéogrammes obtenus d'une part avec le modèle d'Herschel-Bulkley originel, et d'autre part avec le modèle régularisé (équation 2.31) pour différentes valeurs de m.



Figure 40: Influence de la valeur du paramètre de régularisation m (intervenant dans le modèle de Papanastasiou, 1987) sur le rhéogramme d'un fluide à seuil ($\tau_0 = 1$ Pa, n = 0.6 and k = 1 Pa. s^{0.6}).

Comme le montre cette figure 40, la valeur de m détermine la plage de taux de cisaillement sur laquelle le modèle d'Herschel-Bulkey (équation 2.26) est approximée de façon précise par le modèle régularisé (équation 2.31) pour un triplé de paramètres rhéologiques (τ_0 , k, n) donné. Par conséquent, en fonction de l'amplitude de l'écoulement dans un capillaire (qui est relié aux amplitudes des taux de cisaillement impliquées), différentes valeurs de m peuvent être adéquates pour correctement modéliser le comportement rhéologique du fluide à seuil.

Lors de l'écoulement des fluides à seuil, il est possible de définir les surfaces limites d'écoulement (ou enveloppes) comme l'ensemble des points pour lesquels $\tau = \tau_0$. Plusieurs auteurs ont rapporté que la valeur de m jouait un rôle important dans la précision de la position de ces surfaces (Damianou et al., 2014; Panaseti et Georgiou, 2017). D'autres auteurs ont montré que plus le nombre de Bingham était important, plus la valeur de m nécessaire à une reconstruction précise de la topographie des surfaces limites d'écoulement était grande (Damianou et Georgiou 2014). Contrairement au cas des fluides de type Bingham, pour les fluides à seuil de type Herschel-Bulkley, aucune méthodologie n'est disponible dans la littérature pour le choix de la valeur du paramètre de régularisation m. Par conséquent dans ce travail, une étude préliminaire a été menée sur les capillaires rectilignes de sections droites carrées, afin de déterminer la plus petite valeur de m nécessaire à la modélisation du seuil d'écoulement du fluide.

Pour chaque valeur de B_i , différentes simulations ont été effectuées avec des valeurs croissantes de m. Pour chacune de ces simulations, la convergence était prise lorsque les critères sur les résidus normalisés étaient atteints (moins de 10^{-7} pour la vitesse ainsi que la pression), et que la variation relative du débit volumique sur les 1000 dernières itérations était inférieure à 0.004 %. Puis, à un nombre de Bingham donné, la valeur finale de m a été sélectionnée lorsque l'erreur relative sur les débits volumiques convergés (par rapport au débit à la valeur précédente de m) était inférieure à 0.004 %. Suite à ces étapes, pour chaque valeur de B_i , la valeur finale de m a été utilisée pour effectuer les simulations dans des capillaires rectilignes de sections droites triangulaires.

Il est nécessaire de rappeler ici que l'objectif dans ce travail était de confronter les formules empiriques proposées aux résultats de simulation. Par conséquent, un autre critère important dans le choix des valeurs de mutilisées pour ces simulations était le temps de calcul nécessaire pour atteindre des valeurs stabilisées du débit volumique.

Concernant les domaines de calculs, comme avec les fluides de type Bingham, toutes les géométries ont été maillées en 3D. Afin de réduire le temps de calcul, et pour des raisons de symétrie, uniquement une fraction du domaine a été considérée. En outre, vu que la solution du problème ne varie pas dans la direction axiale des capillaires, le raffinement du maillage a été fait en augmentant le nombre de cellules dans la section droite des capillaires. Pour les sections droites carrées, le maillage final a été chois lorsque la variation relative du débit volumique entre deux maillage successif était inférieure à 0.1 %. Pour les sections droites triangulaires, le maillage final était pris lorsque cette variation relative était inférieure à 0.5 %.

Par ailleurs, vu que pour les sections droites carrée et triangulaire les valeurs des nombres de Bingham critiques sont respectivement 1.0603 (équation 3.15) et 1.1251 (équation 3.16), la valeur 0.9 a été choisie comme valeur maximale de Bi à investiguer. Ci-après, les valeurs des débits volumiques obtenues ont ensuite été comparées à celles empiriques obtenues par les équations (3.26). Pour ce faire, tous les débits volumiques ont été normalisés par la quantité $q_c = a^3 \left(\frac{\tau_0}{k}\right)^{\frac{1}{n}}$. Enfin, pour les deux formes de section droite, les valeurs de Bi ont été choisies pour que les nombres de Reynolds restent compris entre 0.01 et 10^{-7} .

Résultats de simulation

La figure 41 montre la structure de l'écoulement du fluide à seuil considéré ($\tau_0 = 1$ Pa, n = 0.6 and k = 1 Pa. s^{0.6}) dans un capillaire de section droite carrée pour deux valeurs distinctes de B_i. Les valeurs de m correspondantes sont également mentionnées. Cette figure 40 montre quantitativement l'évolution attendue de la structure de l'écoulement en fonction de la valeur de Bi (Damianou et al., 2014, Damianou et Georgiou, 2014) : une zone bouchon centrale (en bleu) entourée de zones fortement cisaillées (en vert) et une zone morte à l'angle droit de la section (en bleu). Lorsque la valeur de Bi croît, l'étendue des zones bouchon et morte augmente, tandis que celle de la zone fortement cisaillée diminue.



Figure 41: Amplitude du taux de cisaillement (s⁻¹) pour l'écoulement d'un fluide à seuil de type Herschel-Bulkley ($\tau_0 = 1$ Pa, n = 0.6 and k = 1 Pa. s^{0.6}) dans un capillaire de section droite carrée pour deux valeurs de B_i. Les zones très faiblement cisaillées et celles fortement cisaillées sont respectivement représentées en bleu et en vert.

Concernant la variation du débit volumique en fonction de Bi, les tableaux 8 et 9 montrent les comparaisons entre les valeurs $Q^+_{simul\acute{e}}$ simulées normalisées et les prédictions $Q^+_{empirique}$ des formulations empiriques 3.26 respectivement pour les sections droites carrées et triangulaires. Les valeurs de m utilisées pour ces simulations sont également reportées. Comme on peut le voir, pour les différentes valeurs de B_i investiguées, $Q^+_{empirique}$ et $Q^+_{simul\acute{e}}$ sont en bon accord.

B _i	0.25	0.4	0.6	0.725	0.825	0.9
m (s)	$40 imes 10^3$	55	$70 imes 10^3$	$80 imes 10^3$	$90 imes 10^3$	10 ⁵
		imes 10 ³				
Q ⁺ _{empirique}	5.4072	1.5503	0.3353	0.1123	0.0371	0.012
Q ⁺ _{simulé}	5.415	1.5528	0.3358	0.1125	0.0372	0.01203
Erreur	0.144	0.161	0.149	0.17	0.296	0.25
relative (%)						

Tableau 8 : Comparaison entre valeurs normalisées des débits volumiques simulés et empiriques pour l'écoulement d'un fluide à seuil de type Herschel-Bulkley dans un capillaire de section droite carrée, pour différentes valeurs de B_i .

B _i	0.25	0.4	0.6	0.725	0.825	0.9
m (s)	$40 imes 10^3$	55	$70 imes 10^3$	$80 imes 10^3$	$90 imes 10^3$	10 ⁵
		$ imes 10^3$				
Q ⁺ _{empirique}	7.7957	2.326	0.5535	0.2082	0.082	0.0342
Q ⁺ _{simulé}	7.852	2.342	0.5574	0.2097	0.08287	0.0346
Erreur	0.7722	0.688	0.705	0.72	1.061	1.17
relative (%)						

Tableau 9 : Comparaison entre valeurs normalisées des débits volumiques simulés et empiriques pour l'écoulement d'un fluide à seuil de type Herschel-Bulkley dans un capillaire de section droite triangulaire, pour différentes valeurs de B_i .

Cependant, quelle que soit la forme de la section droite, les erreurs entre simulations numériques et approximations empiriques varient en fonction de la valeur de Bi, mais restent globalement inférieures à 1 %. Cette variation est probablement due en partie à la reconstruction des structures d'écoulement, et donc aux valeurs de m utilisées lors de ce travail. Par ailleurs, il est nécessaire de souligner que les résultats de simulations sont eux-mêmes affectés par des imprécisions liées à la discrétisation des équations constitutives sur les domaines de calculs (Jasak 1996). Cette source d'incertitude pourrait également expliquer la variation avec la valeur de B_i des erreurs entre approches numériques et empiriques.

Ainsi, en se basant sur ces résultats de simulations, on peut avancer que les relations empiriques $\overline{U}/U^*(B_i/B_{ic})$ proposées fournissent une approximation acceptable du débit volumique des fluides à seuil de type Herschel-Bulkey dans des capillaires rectilignes de sections droites carrée et triangulaire, pour des écoulements rampants.

Néanmoins, il est important de souligner qu'un nombre limité de simulations a été réalisé lors de ce travail. Il serait intéressant d'effectuer un plus grand nombre de simulations numériques en utilisant par exemple des paramètres rhéologiques différents de ceux pris au cours de ce travail, et de confronter les résultats obtenus aux prédictions de ces formules empiriques. Dans la suite de ce travail, on considèrera que les formules empiriques (équations 3.26) fournissent une bonne approximation du débit volumique des fluides à seuil de type Herschel-Bulkey dans des capillaires rectilignes de sections droites carrée et triangulaire.

Exemple d'application en YSM

Comme mentionné dès l'introduction de ce manuscrit, la porosimétrie par injection de fluides à seuil (YSM) a été jusqu'ici basée sur une modélisation de l'espace poral comme un faisceau de capillaires parallèles de sections droites circulaires. Dans cette partie, les relations empiriques (3.26) sont utilisées pour modéliser l'écoulement des fluides à seuil dans des échantillons poreux comme des faisceaux de capillaires dont les sections droites sont soit toutes carrées, soit toutes triangulaires. Cette considération permettra d'évaluer l'impact de la forme des sections droites des capillaires sur les distributions en tailles de pores (PSD) obtenues par YSM.

Avant tout, il est nécessaire de souligner que modéliser un milieu comme un faisceau de capillaires ayant des sections droites circulaires, carrées ou triangulaires a un impact significatif sur les surfaces spécifiques développées. En effet, le rapport entre surface et volume de pore est directement proportionnel à la surface spécifique. En considérant des capillaires dont l'aire de la section droite est unitaire, ce rapport surface sur volume de pore diffère en fonction de la forme de la section droite. Pour des sections droites circulaires, carrées et triangulaires, ce rapport vaut respectivement $2\sqrt{\pi}$, 4 and $6/\sqrt[4]{3}$. Par conséquent les rapports entre les surfaces spécifiques de capillaires de section carrée et triangulaire et celle d'un capillaire de section droite circulaire valent respectivement $\frac{2}{\sqrt{\pi}} \cong 1.128$ et $\frac{3}{\sqrt{\pi\sqrt{3}}} \cong 1.286$. Or il est bien connu que la surface spécifique est un paramètre clé dans tous les phénomènes de surface tes que la rétention de polymère. Par conséquent, lorsqu'on souhaite modéliser les phénomènes de surface intervenant dans un milieu poreux, la fiabilité des PSDs obtenues par YSM peut-être mise en question si uniquement des pores de sections droites circulaires sont pris pour le faisceau de capillaires modèle.

Ci-après, un échantillon poreux virtuel de forme cylindrique est considéré. De longueur arbitraire, son diamètre vaut 2R = 5 cm et sa porosité $\varphi = 0.4$. Comme hypothèse de départ, l'espace poral de cet échantillon hypothétique peut être assimilé à un faisceau de capillaires dont les sections droites sont toutes circulaires, carrées ou triangulaires. De plus, ces trois milieux poreux modèles sont supposés avoir des pores dont les rayons des cercles inscrits a (figure 42) sont répartis selon une distribution bimodale p(a) donnée par l'équation 3.28.

$$p(a) = \left[\frac{w_1}{\sigma_1 \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(a-m_1)^2}{2\,\sigma_1^2}\right) + \frac{w_2}{\sigma_2 \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(a-m_2)^2}{2\,\sigma_2^2}\right)\right]$$
(3.28)

où $w_1 = \frac{2}{3}$, $w_1 = \frac{1}{3}$, $m_1 = 12 \ \mu m$, $m_2 = 24 \ \mu m$, $\sigma_1 = 3 \ \mu m$ and $\sigma_2 = 6 \ \mu m$.



Figure 42: Représentation schématique de sections droites de capillaires ayant le même rayon a du cercle inscrit. Pour une amplitude d'écoulement arbitraire d'un fluide à seuil, la zone bouchon centrale et les zones mortes sont représentées en bleu.

Afin que ces trois modèles de l'échantillon hypothétique aient la même porosité, le nombre de capillaires formant chaque faisceau est calculé comme suit :

$$N_{p} = \lambda \frac{\varphi R^{2}}{\int_{a_{\min}}^{a_{\max}} p(a)a^{2}da}$$
(3.29)

avec $\lambda = 1$ pour la forme circulaire, $\lambda = \frac{1}{4}$ pour la forme carrée, et $\lambda = \frac{\pi}{3\sqrt{3}}$ pour la forme triangulaire.

Ensuite, une expérience numérique est envisagée, au cours de laquelle un fluide à seuil de type Herschel-Bulkley définit par les paramètres $\tau_0 = 10$ Pa, n = 0.6 and k = 1 Pa. s^{0.6} est « injecté » à travers les trois modèles de milieux poreux. Pour ce faire, 50 gradients de pression préalablement calculés sont imposés. Ces gradients de pression sont calculés en se prenant 50 rayons de pores équidistants entre

 $a_{min} = m_1 - 3\sigma_1$ et $a_{max} = m_2 + 3\sigma_2$. Ces valeurs limites permettent de définir la plage des gradients de pression à imposer, et ceci par les valeurs $\nabla P_{min} = 2\tau_0/a_{max}$ et $\nabla P_{max} = 2\tau_0/a_{min}$. Les gradients de pression intermédiaires restant sont donnés par la relation $\nabla P_i = 2\tau_0/a_i$. Étant donné que la relation débit/gradient de pression est connue pour les fluides à seuil de type Herschel-Bulkley dans un capillaire isolé, il est désormais possible de calculer le débit volumique total à travers chacun des trois faisceaux modèles pour tous les gradients de pression imposes, et ceci par la relation :

$$Q(\nabla P) = N_p \int_{\frac{2}{B_i c}}^{a_{max}} q(\nabla P, a) p(a) da$$
(3.30)

où q $(\nabla P, a)$ est le debit volumique du fluide dans un capillaire dont le rayon du cercle inscrit vaut a.

La borne inférieure de l'intégrale dans l'équation 3.30 correspond à la valeur critique du rayon du cercle inscrit en deçà de laquelle le fluide ne s'écoule pas dans le capillaire pour le gradient de pression ∇P . Les courbes obtenues grâce aux équations 3.30, aussi appelées « courbes

caractéristiques » sont représentées sur la figure 43 pour les trois faisceaux de capillaires modèles. Cette figure montre que pour une porosité identique, la forme de la section droite des capillaires a un impact non négligeable sur les courbes $Q(\nabla P)$ obtenues.



Figure 43: Courbes caractéristiques pour l'écoulement d'un fluide à seuil de type Herschel-Bulkley ($\tau_0 = 10$ Pa, k = 1 Pa. s^{0.6} et n = 0.6) dans trois faisceaux de capillaires modélisant un même échantillon hypothétique de porosité $\varphi = 0.4$ %.

Les différences entre ces courbes caractéristiques sont principalement dues à la forme des capillaires (figure 42) constituant les trois faisceaux modèles ayant la même distribution p(a) des rayons des cercles inscrits dans les capillaires (équation 3.28). Par conséquent, pour un gradient de pression donné, le débit volumique à travers les capillaires de section droite triangulaire est plus grand que celui à travers les capillaires de section droite carrée, qui à son tour est supérieur à celui à travers les capillaires de section droite circulaire. De plus, la figure 44 montre que l'écart entre les trois courbes caractéristiques augmente avec le gradient de pression. Ceci est premièrement dû au fait que lorsque le gradient de pression croît, de plus en plus de capillaires participent à l'écoulement. Deuxièmement quand le gradient de pression croît, l'étendue des zones mortes et bouchons (figure 42) diminue, et par conséquent les régions de fluides en écoulement dans les capillaires de sections droites non-circulaires gagnent de l'ampleur (figure 42).

Par ailleurs, l'allure de ces courbes caractéristiques pour des gradients de pression vérifiant $\nabla P >> \frac{2 \tau_0}{a_{\min}}$ fournit également des informations importantes. En effet dans ce régime d'écoulement, et pour des capillaires de sections droites circulaires, on s'attend à ce que l'allure de la courbe Q(∇P) évolue en $\nabla P_n^{\frac{1}{n}}$ (Rodríguez de Castro et al. 2014). La figure 44 est une représentation en échelle log-log illustrant l'allure de ces courbes caractéristiques pour des



gradients de pression compris entre $\nabla P_A = 6.66 \times 10^7 \text{ Pa. m}^{-1}$ et $\nabla P_B = 6.66 \times 10^8 \text{ Pa. m}^{-1}$.

Figure 44: Zoom montrant l'allure des courbes caractéristiques de la figure 43 pour des gradients de pression plus importants ($\nabla P_A = 6.66 \times (10)^7 \text{ Pa.m}^{-1}$ et $\nabla P_A = 6.66 \times (10)^8 \text{ Pa.m}^{-1}$).

Cette figure 44 montre en effet que Q(∇P) évolue comme $\nabla P^{\frac{1}{n}}$ pour les trois faisceaux de capillaires modèles. Les pentes des droites obtenues valent respectivement 1.677 (sections droites triangulaires), 1.678 (sections droites carrées) et 1.678 (sections droites circulaires), et sont toutes très proches de la valeur attendue $\frac{1}{n} = \frac{1}{0.6} \sim 1.667$.

Enfin, en réalisant une expérience réelle de YSM sur un milieu poreux dont la distribution en taille de pores (PSD) est à priori inconnue, une seule courbe caractéristique est obtenue. Cette courbe est ensuite inversée en se basant sur un faisceau de capillaires modèle. Afin d'évaluer l'impact de la forme des sections droites des pores sur les PSDs obtenues après inversion, on considère la courbe caractéristique numérique précédemment obtenue à partir du faisceau de capillaires de sections droites circulaires (courbe rouge figure 44). Cette courbe Q(∇ P) est ensuite traitée en utilisant la méthode inversion proposée par Rodríguez de Castro et al. (2016, 2018), (voir plus loin) et en adoptant successivement les trois faisceaux de capillaires, cette inversion des données Q(∇ P) est rendue possible par l'utilisation des formules empiriques (équations 3.26) proposées au cours de ce travail. Les PSDs obtenues sont présentées sur la figure 45. Ces PSDs correspondent à la probabilité de chaque classe de pores représentative en termes de fréquences, définie p(r_i) = $n_i / \sum_{j=1}^N n_j$, où Nest le nombre total de classes de pore représentatives.



Figure 45: Comparaison entre PSD obtenues en par inversion d'une courbe caractéristique de YSM en adoptant des faisceaux de capillaires modèles de sections droites circulaires, carrées, et triangulaires.

Comme le montre cette figure 45, pour les trois formes de sections droites de pores considérées, la forme globale bimodale de la PSD initiale est entièrement reconstruite par le processus d'inversion. Logiquement, la PSD obtenue en se basant sur des capillaires de sections droites circulaires redonne exactement la PSD initiale. On remarque également que le modèle choisi pour effectuer l'inversion de ces données synthétiques de YSM a un impact non négligeable sur les PSDs obtenues. En effet, on observe qu'en utilisant des faisceaux de capillaires de sections droites carrées et triangulaires, les PSD obtenues par YSM présentent des pores de tailles légèrement plus petites que celles obtenues en utilisant l'habituel faisceau de capillaires à sections droites circulaires.

Ce constat peut être dû au fait que pour un gradient de pression quelconque, pour des capillaires ayant le rayon du cercle inscrit, le débit volumique augmente progressivement lorsqu'on passe de la section droite circulaire à la triangulaire en passant par celle de forme carrée (Fig. 43). Ainsi, étant donné que dans le processus d'inversion en YSM, la contribution à l'écoulement de chaque classe de pores représentative est exprimée par le produit n_i . q (∇P_i , r_i), avec des capillaires sections droites triangulaires et carrées les valeurs de n_i obtenues sont plus faibles que celles obtenues avec des capillaires de sections droites circulaires.

Conclusion partielle

Dans cette section, des relations empiriques débit/gradient de pression ont été proposées pour l'écoulement des fluides à seuil de type Herschel-Bulkley dans des capillaires ayant pour sections droites un carrée et un triangle équilatéral. Tout comme avec les fluides de type Bingham, ces formules ont été proposées en faisant une analogie avec la relation $q(\nabla P, r)$ bien

connue pour des capillaires rectilignes de sections droites circulaires. Cette analogie nécessite l'introduction d'un facteur de forme C_{forme} et du nombre de Bingham critique B_{ic} qui dépendent tous deux de la forme de section droite considérée et non du type de fluide à seuil étudié. En outre, pour une section droite carrée, et pour les fluides de type Bingham fluid (n = 1) la formule empirique (3.26) dérivée se réduit à celle proposée par Saramito et Roquet (2001) pour ce type d'écoulement.

Ces formules empiriques ont ensuite été confrontées aux résultats de simulation, pour des valeurs du nombre de Bingham B_i allant de 0.25 à 0.9. Pour des sections droites carrées et triangulaires, les résultats de simulation obtenus se sont révélés en bon accord avec les prédictions des formules empiriques proposées. En effet, pour les différentes valeurs de B_i investiguées, les erreurs relatives par rapport aux résultats de simulations étaient toujours inférieures à 2 %. Sur la base de ces résultats, dans ce travail, ces formules ont été considérées comme des approximations de précision acceptable du débit d'écoulement des fluides à seuil de type Herschel-Bulkley dans des capillaires rectilignes de sections droites carrée et triangulaire. Ces résultats de simulations ont malheureusement été supprimés au cours d'une période durant laquelle l'auteur ne souhaitait plus présenter ces formules empiriques dans son manuscrit, et ce dernier s'en excuse auprès des rapporteurs.

Par ailleurs dans cette section, un exemple concret d'utilisation de ces formules empiriques dans le cadre de la YSM a été présenté. Pour ce faire, des données synthétiques $Q(\nabla P)$ ont tout d'abord été générées en partant d'un faisceau de capillaires de sections droites circulaires, dont les rayons étaient distribués selon une PSD bimodale. Cette courbe caractéristique $Q(\nabla P)$ a ensuite été traitée en adoptant la méthode d'inversion discrète (Rodríguez de Castro 2014; Rodríguez de Castro et al. 2016), et en se basant sur trois faisceaux de capillaires modèles : à sections droites circulaires, carrées et triangulaires. Pour les trois modèles utilisés, la forme globale des PSDs obtenues par inversion a été cohérente avec celle de la PSD initiale, qui a été entièrement reconstruite en utilisant le faisceau de capillaires à sections droites circulaires.

Ainsi, les différences observées entre ces trois PSDs ont bien montré que la forme des sections droites des capillaires avait un effet non négligeable sur les PSDs obtenues par YSM. Ce constat a été fait en réalisant une expérience numérique d'injection de fluide à seuil à travers un échantillon virtuel. La question reste alors de savoir si les mêmes observations seraient faites avec des données expérimentales réelles. Dans cette perspective, il est important de souligner que pour exploiter des données réelles de YSM en adoptant un faisceau de capillaires de sections droites non-circulaires, il faudrait en toute rigueur disposer d'une information préalable sur la forme des pores du milieu poreux étudié, justifiant l'utilisation des sections droites carrées ou triangulaires. Une étude d'impact de la forme des sections droites des pores sera menée au chapitre IV de ce manuscrit.

La section III.2 portera sur les contributions en termes de méthode d'inversion des données de YSM qui ont été apportées au cours de ce travail.

III.2 : Contributions à l'inversion des données $Q(\nabla P)$ de YSM

Comme il a été mentionné dès l'introduction de ce mémoire, en porosimétrie par injection de fluides à seuil (YSM), le traitement des données expérimentales se fait par l'application d'une méthode d'inversion. Parmi les différentes méthodes d'inversion disponibles, celle retenue pour ce travail est une méthode discrète, à l'image de celle développée par Rodríguez de Castro (2014), et utilisée par Rodríguez de Castro et al. (2016, 2018). Pour éviter toute confusion entre la technique de porosimétrie (YSM) et la méthode d'inversion discrète proposée par ces auteurs, par la suite, leur méthode sera désignée par I-YSM (où « I » signifie Initiale). Dans le cadre de ce travail, une modification a été apportée à la I-YSM, et elle sera détaillée et justifiée dans les paragraphes suivants.

III.2.1 : Glissement des fluides à seuil en milieu poreux

Depuis son introduction par Ambari et al. (1990), une des hypothèses majeures faites en porosimétrie par injection de fluides à seuil (YSM) est qu'il n'y a pas de glissement du fluide aux parois des pores. Cette hypothèse simplificatrice se traduit par une vitesse nulle du fluide aux parois des capillaires, et par l'utilisation de la formule de Skelland (1967) pour le débit volumique dans un capillaire de section droite circulaire (équation 2.38).

Cependant plusieurs travaux ont révélé que lors de l'écoulement de fluides à seuil, le glissement aux parois des pores était très souvent présent (Yilmazer et Kaylon, 1989 ; Barnes 1995 ; Ballesta, 2012), voire inévitable (Brochard-Wyart et de Gennes, 1992). En effet, ce phénomène est lié à la formulation particulière de ces fluides, composés de particules en suspensions dans une phase liquide. Dès lors, en terme de méthode d'inversion des données Q(∇ P), la nouveauté apportée au cours de cette thèse consiste à prendre en compte le glissement des fluides à seuil sur les parois des pores.

Le glissement des fluides à seuil aux parois des pores

Observations et caractéristiques du phénomène

Lors de l'écoulement de fluides Newtoniens, ou non-Newtoniens dans des capillaires rectilignes manufacturés, plusieurs travaux expérimentaux ont révélé des vitesses de fluide nonnulles aux parois (Cohen et Metzner, 1986 ; Jiang et al., 1986 ; Chang et al., 2003 ; Kaylon et Cevgilili, 2003).

Ce phénomène de glissement a été observé au microscope pour la première fois par Green (1920) lors de l'écoulement de peintures, et est lié à la présence d'une fine couche de fluide (pouvant être du gaz) entre la paroi des pores et le fluide en écoulement. Ce film de fluide de très faible épaisseur souvent appelée couche de Vand (1948) agit alors comme un lubrifiant CHAPITRE III : Contribution à l'amélioration de la technique facilitant l'écoulement de la solution à travers l'espace poreux. On parle alors de couche « apparente » de glissement. Pour les fluides complexes généralement obtenus par solvatation d'un soluté dans un solvant, la présence de cette couche peut s'expliquer par deux mécanismes, soit une attraction entre les molécules de soluté et les parois du matériau, soit une répulsion des molécules par ces dernières. Dans le premier cas, les molécules sont adsorbées sur la surface des pores, créant alors un film lubrificateur sur lequel les autres molécules de soluté glissent. Lorsqu'il y'a répulsion des molécules par la paroi des pores, il existe une zone de faible concentration proche de la paroi appelée « couche déplétion ». Dans les deux cas, la viscosité apparente du fluide se trouve réduite par comparaison à la situation où il n y'a pas de glissement (Barnes, 1995, Zami et al., 2017).

Par ailleurs, les gradients de vitesse de fluide dans cette zone déplétée sont très importants, ce qui peut donner lieu à une amplification des comportements rhéologiques dépendants du taux de déformation tels que le caractère rhéofluidifiant ou rhéoépaissisant (Maciel et Salas, 2002).

Bien que ce phénomène soit également observé pour les fluides Newtoniens (Spikes et Granick, 2003 ; Neto et al., 2005), il est plus récurrent pour les fluides non-Newtoniens (Kountouriotis et al., 2016). Sochi (2011) a dressé une revue très exhaustive des travaux portant sur ce phénomène de glissement aussi bien pour les fluides Newtoniens que non-Newtoniens. De cette revue, il ressort qu'en général l'ampleur de ce phénomène dépend de la rhéologie du fluide, de sa concentration (pour les solutions de polymères ou les suspensions), du type d'écoulement en présence (laminaire, turbulent), du débit d'écoulement et de la température (Valdez et al., 1995 ; He et al., 2018). Comme rappelé par cet auteur, la rugosité de la surface des pores a également un impact non négligeable sur le glissement des fluides sur les parois de ces derniers.

Enfin ce phénomène de glissement a également une influence sur les mesures rhéologiques. Pour les fluides présentant un seuil d'écoulement, il peut conduire à une mauvaise estimation de la contrainte seuil du fluide (Barnes, 1995 ; Ovarlez et al., 2013 ; Marchesini et al., 2012, 2015). En effet, lorsque le taux de cisaillement subi par le fluide est très faible, l'écoulement de ce dernier peut-être essentiellement dû au glissement du fluide sur les parois des pores, et non à sa déformation. Il existe alors une contrainte seuil dite apparente τ_c très faible mais mesurable caractérisant le seuil de glissement du fluide (Barnes, 1999 ; de Souza Mendes et Thompson, 2013). Au cours des dernières décennies, de nombreuses approches ont d'ailleurs été proposées pour la prise en compte de ce phénomène de glissement afin de corriger les mesures rhéologiques (Yoshimura et Prud'homme, 1988 ; Roberts et Barnes, 2001 ; Stokes et Telford, 2004 ; Uhlherr et al., 2005).

Exemple de lois de glissement

Il existe plusieurs lois permettant de modéliser le phénomène de glissement. Hatzikiriakos (2012) a dressé une revue des modèles de glissement et les a classé en deux catégories, à savoir les modèles de glissement statiques (faibles amplitudes de glissement) et ceux dits dynamiques. Les lois de glissement classiques relient la contrainte à la paroi du pore et la vitesse de

glissement du fluide. Parmi ces lois, celle de Navier $\tau_w = \frac{1}{\kappa} U_w$ (équation 2.58) est couramment utilisée (Fortin et Tanguy, 1991 ; Daminanou et al., 2012). Le coefficient de glissement κ est fonction notamment de la température, la contrainte normale s'exerçant sur la paroi du capillaire, la pression, et des caractéristiques de l'interface fluide/paroi (Hatzikiriakos et Kazatchkov, 1997 ; Valdez et al., 1995). Le cas de non glissement est retrouvé lorsque $\kappa \rightarrow \infty$. Pour les fluides complexes tels que les solutions de polymères, les gels et suspensions colloïdales, la présence de glissement est souvent associée à l'existence d'une contrainte seuil de glissement τ_c , aussi appelé contrainte de friction ou contrainte interfaciale (Damianou et al., 2013). La valeur de cette contrainte dépend fortement du système considéré (Ramamurthy ,1986 ; Kaylon et Gevgilili, 2003).

Pour finir, il est nécessaire de noter que la loi de glissement linéaire de type Navier est un cas particulier de lois de glissement en loi puissance (Cohen et Metzner, 1985 ; Spikes and Granick, 2003 ; Piau 2007). Ces lois s'écrivent en général comme l'équation (2.59).

Les valeurs du coefficient κ et de l'exposant de glissement s dépendent du fluide utilisé, mais également des conditions expérimentales telles que la température (Hatzikiriakos et Dealy 1991; Damianou et al. 2013). La détermination de ces coefficients se fait généralement par régression de données expérimentales obtenues. A titre d'exemple, pour des solutions de Carbopol, Piau (2007) a reporté des valeurs de τ_c comprises entre [0.2 et 33 Pa], et des valeurs de s allant de 0.3 à 1. Cet auteur a par ailleurs remarqué que les valeurs de τ_c étaient toujours inférieures à celles de la contrainte seuil du fluide (Damianou et al. 2013).

Influence du glissement sur l'écoulement en milieux poreux

Plusieurs études d'écoulements de fluides dans des milieux poreux tels que les empilements de billes ont été réalisées afin d'évaluer l'effet du glissement sur les propriétés macroscopiques de l'écoulement (Marshall et Metzner, 1967; Kozicki et al., 1967; Fletcher et al., 1991; Chauveteau 1982; Huang et Sorbie, 1992). Toutefois, l'observation et la mesure de ce phénomène en milieux poreux est très difficile (Sorbie, 1990), et dans la plupart des cas, les observations faites lors des expériences sont interprétées en faisant des déductions, des analyses théoriques, et en se basant sur des résultats de simulations numériques dans des conditions semblables à celles expérimentales (Sorbie, 1990; Luk et Mutharasan, 1997).

De plus le phénomène de glissement est plus complexe à étudier en milieu poreux car son ampleur dépend également des caractéristiques du milieu étudié tels que la géométrie et la dimension des chemins percolant, la rugosité des surfaces des pores et leur mouillabilité (Sochi, 2011). Certains auteurs ont constaté que l'impact de ce phénomène semblait plus important dans les milieux de faible perméabilité (Sorbie, 1990), et que le fait qu'aucune réduction de perméabilité d'un milieu poreux ne soit observé après plusieurs expériences d'écoulements de fluides à travers ce dernier pouvait être attribué à la présence d'une couche de glissement (Chauveteau et Zaitoun, 1981).

Par ailleurs, des travaux expérimentaux ont révélé que dans les milieux ayant des pores de dimensions micrométriques et nanométriques, l'ampleur du phénomène de glissement pouvait être très importante, et conduire à des augmentations significatives de la perméabilité effective du milieu (Tretheway et Menhart, 2002, 2004 ; Craig et al., 2001). Pour finir, en milieu poreux, le glissement du fluide aux parois des pores a pour effet une diminution significative de la viscosité apparente du fluide par rapport à sa valeur effective mesurée à l'aide de rhéomètres, et un accroissement du débit volumique d'écoulement (Fletcher et al., 1991 ; Nguyen et Boger, 1992 ; Huang et Sorbie, 1992 ; Sanchéz et al., 2001).

Mécanismes de glissement et épaisseur de la couche de glissement

Pour décrire le glissement des fluides, plusieurs modèles ont été proposés dans la littérature, parmi lesquels celui à double viscosités introduit par Chauveteau (1982), et rappelé par le système (3.31). Ce modèle est basé sur l'idée que le glissement du fluide aux parois des pores peut être pris en compte en considérant que le fluide en écoulement présente deux régions de viscosités différentes : une zone centrale dont la viscosité est celle effectivement mesurée, et une zone annulaire dont la viscosité est beaucoup plus faible.

$$\eta(\mathbf{r}) = \begin{cases} \eta_{\text{layer}} & \text{si} & R - \delta \le \mathbf{r} \le R \\ \eta_0 & \text{si} & 0 \le \mathbf{r} \le R - \delta \end{cases}$$
(3.31)

où η_0 est la viscosité dynamique de la région au centre du capillaire, et η_{layer} celle de la couche déplétée ayant une épaisseur δ .

Il existe d'autres modèles de glissement comme celui de Kaylon (2005), qui sera présenté au paragraphe suivant. Mais quel que soit le modèle choisi, la détermination de la valeur de l'épaisseur δ est un challenge, d'autant plus qu'elle dépend fortement du système fluide/solide considéré (Sochi, 2011), et du type de molécules présentes en solution (semi-rigides ou flexibles). En effet, pour des molécules flexibles comme celles de polyacrylamides, il est inenvisageable que cette épaisseur soit constante dans tout le milieu poreux (Sochi, 2011 ; Zami et al., 2017). Pour des molécules semi-rigides comme celles de xanthane, cette épaisseur est très souvent prise constante. A titre d'exemple, Chauveteau (1982) a réalisé des expériences d'écoulements d'une solution de xanthane dans des empilements de billes de verre de différentes tailles et a reporté une épaisseur de couche déplétée de l'ordre de 0.575 μ m. Quant à eux Sorbie et Huang (1991), ont réalisé des expériences d'écoulements de divers solutions de xanthane dans un même empilement de billes de verre et ont reporté une épaisseur de l'ordre de 0.7 μ m.

Toutefois, pour des systèmes tels que les suspensions de particules de sulfate d'ammonium, de methyl metacrylate, plusieurs travaux (Yilmazer et Kaylon, 1989 ; Jana et al., 1995 ; Soltani et Yilmazer, 1998) ont révélé des épaisseurs de couche de glissement approximativement données par la relation $\delta \sim 0.07 d_m$, avec d_m le diamètre moyen des particules de la suspension. En fonction des particules considérées et de leurs proportions dans les suspensions caractérisées,

des épaisseurs comprise entre 2 μ m et 30 μ m ont été reportées par certains de ces auteurs (Kaylon, 2005). Pour finir, quel que soit le système considéré, des épaisseurs de couche de glissement de l'ordre du nanomètre sont des cas rares (Sochi, 2011). Cette observation importante sera prise en compte pour définir la plage de valeurs de δ à explorer lors de l'interprétation des résultats expérimentaux présentés à la section 3.

Ainsi, compte tenu de la grande variabilité de cette épaisseur de la couche de glissement en fonction du système fluide-solide en présence, et de son impact sur les propriétés macroscopiques de l'écoulement à travers le milieu poreux (Sorbie, 1991 ; Zami et al., 2017), dans cette étude, la valeur de cette épaisseur sera investiguée.

III.2.2 : Modèle de glissement de Kaylon

Dans ce travail, le modèle de Kaylon (2005) a été retenu pour tenir compte du glissement dans le processus d'inversion en YSM. Cet auteur a proposé un modèle de glissement apparent basé sur l'existence d'une couche de glissement d'épaisseur constante, sur laquelle les molécules de solution concentrée glissent lors de l'écoulement. Comme souligné par cet auteur, ce modèle est valable non seulement pour les suspensions fortement concentrées mais aussi pour les fluides à seuil tels que les polymères, les gels, les dispersions colloïdales, ou encore les émulsions (Kaylon 2005). Ce choix est motivé par le fait que selon plusieurs auteurs, ce modèle de glissement est le principal et pour certains le plus réaliste, car reposant sur le principe physique de migration des particules de la suspension loin des parois des pores (Cohen et Metzner, 1986 ; Barnes, 1995 ; Meeker et al., 2004).

Ce modèle de Kaylon (2005) est fondé sur les cinq hypothèses suivantes :

- La couche de glissement est uniquement constituée de la phase liante de la suspension ;
- L'épaisseur de la couche est suffisamment faible pour que la viscosité en cisaillement de la solution globale ne soit pas affectée par sa présence ;
- En régime d'écoulement stationnaire, l'épaisseur de cette couche est constante et est définie par les propriétés de la suspension ;
- L'épaisseur de la couche déplétée est indépendante du rayon du capillaire et du débit volumique ;
- La phase liante et la solution sont toutes les deux incompressibles.

Il est important de souligner que l'hypothèse concernant l'épaisseur constante de la couche déplétée avait déjà été utilisée bien avant notamment par Reiner (1960). De plus, cette hypothèse a été validée par des travaux expérimentaux portant sur l'écoulement de solutions de xanthane en l'absence d'adsorption (Omari et al., 1989). Ces auteurs ont également montré que l'épaisseur de cette couche était indépendante de la concentration en xanthane (ce qui est le résultat attendu pour des molécules semi-rigides de type molécule de xanthane), et qu'elle diminuait très faiblement lorsque le taux de cisaillement augmentait. La figure 46 illustre les trois régions de fluide impliquées dans ce modèle de glissement apparent.



Figure 46: Représentation schématique de l'écoulement sous l'effet d'un gradient de pression constant avec glissement, dans un capillaire rectiligne de rayon r (Kaylon 2005).

Cas du capillaire de section droite circulaire

D'après ce modèle, lors de l'écoulement stationnaire, incompressible et isotherme d'un fluide à seuil sous l'effet d'un gradient de pression constant, les expressions de la vitesse dans les trois zones I, II et III ainsi que celle du débit volumique dans un capillaire rectiligne de section droite circulaire sont respectivement données par les équations :

$$\begin{cases} V_{z}^{I} = \left(\nabla P \frac{1}{2 m_{b}}\right)^{\frac{1}{n_{b}}} \frac{r^{1+\left(\frac{1}{n_{b}}\right)}}{1+\frac{1}{n_{b}}} \left[\left(1-\frac{y}{r}\right)^{1+\left(\frac{1}{n_{b}}\right)} \right] \\ V_{z}^{II} = U_{s} + \frac{r}{\left(1+\frac{1}{n}\right)} \frac{1}{\left(\tau_{w} k^{\frac{1}{n}}\right)} \left(\tau_{w} \left(1-\frac{\delta}{r}\right) - \tau_{0}\right)^{1+\frac{1}{n}} - \left(\tau_{yz} - \tau_{0}\right)^{1+\frac{1}{n}} \\ V_{z}^{III} = U_{s} + \frac{r}{\left(1+\frac{1}{n}\right)} \frac{1}{\left(\tau_{w} k^{\frac{1}{n}}\right)} \left(\tau_{w} \left(1-\frac{\delta}{r}\right) - \tau_{0}\right)^{1+\frac{1}{n}} \end{cases}$$
(3.32)

où $\tau_{yz} = \frac{y \nabla P}{2}$, et :

$$\tilde{q} (\nabla P, r, \delta) = \pi r^{2} U_{S} \left[1 - \frac{\delta}{r} + \frac{1 - \frac{1}{n_{b}}}{3} \left(\frac{\delta}{r} \right)^{2} + \frac{\left(\frac{1}{n_{b}} \right) \left(\frac{1}{n_{b}} + 2 \right)}{12} \left(\frac{\delta}{r} \right)^{3} \right] + \left(\frac{\tau_{w}}{k} \right)^{\frac{1}{n}} \frac{\pi r^{3}}{1 + \frac{1}{n}} \left[\left(1 - \frac{\delta}{r} \right)^{2} \left(1 - \frac{\delta}{r} - \frac{\tau_{0}}{\tau_{w}} \right)^{1 + \frac{1}{n}} - \frac{2}{3 + \frac{1}{n}} \left(1 - \frac{\delta}{r} - \frac{\tau_{0}}{\tau_{w}} \right)^{3 + \frac{1}{n}} \right] - \frac{2}{2 + \frac{1}{n}} \frac{\tau_{0}}{\tau_{w}} \left(1 - \frac{\delta}{r} - \frac{\tau_{0}}{\tau_{w}} \right)^{2 + \frac{1}{n}} \right]$$
(3.33)

La vitesse U_S de glissement, la contrainte à la paroi $\tau_w = \frac{r \nabla P}{2}$ et le coefficient κ de glissement sont reliés par la relation :

$$U_{\rm S} = \kappa \tau_{\rm w}^{\frac{1}{n_{\rm b}}} \tag{3.34}$$

 U_S est la vitesse du fluide à l'interface entre la couche de glissement et la zone centrale d'écoulement (zone II sur la figure 46). Les coefficients n_b et m_b sont les paramètres rhéologiques de la phase liante de la suspension, telle que sa loi rhéologique en cisaillement simple s'écrive :

$$\tau = m_b \dot{\gamma}^{n_b} \tag{3.35}$$

Dans ces conditions, le coefficient de glissement κ est alors donné par l'équation :

$$\kappa = \frac{r}{m_{b}^{\frac{1}{n_{b}}}(1+\frac{1}{n_{b}})} \left[1 - \left(1 - \frac{\delta}{r}\right)^{1+\frac{1}{n_{b}}} \right]$$
(3.36)

Pour $\delta = 0$ et U_S = 0, l'équation (3.33) se réduit à l'équation (2.38) bien connue en l'absence de glissement.

L'un des avantages de ce modèle est qu'il fait directement intervenir d'une part les propriétés rhéologiques du fluide mesurées, et explicitement l'épaisseur de la couche déplétée, qui est l'inconnue cruciale dans ce modèle. Dans ce mécanisme de glissement, cette épaisseur supposée constante (pour des molécules rigides) apparait alors comme un paramètre englobant aussi bien les propriétés du milieu poreux que celles du fluide en écoulement.

Même s'il est difficile de connaitre cette épaisseur à priori, il existe un grand nombre d'études expérimentales réalisées avec différents types de suspensions (Yilmazer et Kaylon, 1989), de solutions de polymères (Chauveteau, 1982, 1984), et dans différentes conditions de température et d'écoulement au cours desquelles cette épaisseur a été mesurée ou estimée, et qui permettent donc d'avoir un ordre de grandeur de sa valeur.

Cas des slits

Les « slits » sont des pores représentés comme des capillaires rectilignes de section droite rectangulaire ayant un rapport d'aspect de la section droite très grand. En notant a, b et L les dimensions d'un slit comme illustrées par la figure 47, ces dernières vérifient la relation $2a \ll 2b \ll L$, et le rapport d'aspect du slit est défini par $\epsilon = a/b$.



Figure 47: Schéma illustrant le rapport d'aspect et les dimensions d'un slit.

Dans les mêmes conditions d'écoulement que celles évoquées avec des capillaires de section droite circulaire, Kaylon (2005) donne les équations des profils de vitesses dans les trois régions de conduit et du débit volumique d'un fluide à seuil dans un slit en présence d'une couche de glissement d'épaisseur δ .

$$\begin{cases} V_{z}^{I} = \left(\nabla P \frac{a}{m_{b}}\right)^{\frac{1}{n_{b}}} \frac{a}{1 + \frac{1}{n_{b}}} \left[\left(1 - \frac{y}{a}\right)^{1 + \left(\frac{1}{n_{b}}\right)} \right] \\ V_{z}^{II} = U_{s} + \frac{a}{\left(1 + \frac{1}{n}\right)} \frac{1}{\left(\tau_{w} k^{\frac{1}{n}}\right)} \left(\tau_{w} \left(1 - \frac{\delta}{r}\right) - \tau_{0}\right)^{1 + \frac{1}{n}} - \left(\tau_{w} \left(\frac{y}{a}\right) - \tau_{0}\right)^{1 + \frac{1}{n}} \\ V_{z}^{III} = U_{s} + \frac{a}{\left(1 + \frac{1}{n}\right)} \frac{1}{\left(\tau_{w} k^{\frac{1}{n}}\right)} \left(\tau_{w} \left(1 - \frac{\delta}{a}\right) - \tau_{0}\right)^{1 + \frac{1}{n}} \end{cases}$$
(3.37)

$$\tilde{q}_{slit} (\nabla P, r, \delta) = U_{s}.2a.b + \left[\frac{2 b (\frac{a}{2})^{2}}{\tau_{w}^{2} (1+\frac{1}{n})}\right] \left[\frac{(\tau_{w} - \tau_{0})^{1+\frac{1}{n}}}{\frac{1}{kn}}\right] \left[\frac{\tau_{w} (1+\frac{1}{n}) + \tau_{0}}{2+\frac{1}{n}}\right]$$
(3.38)

Comme il a été mentionné dans la section bibliographie, les solutions de xanthane sont adéquates pour caractériser des échantillons poreux par YSM. Selon plusieurs auteurs (Mongruel et Cloitre, 2003; Iijima et al., 2007), en solution, une molécule de xanthane a un diamètre caractéristique d'environ 2 nm et une longueur de 1 μ m. Compte tenu de ces

CHAPITRE III : Contribution à l'amélioration de la technique

YSM

dimensions, la valeur minimale de rayon de pores caractérisable par YSM est d'environ $\frac{1}{2}$. 1. sin($\pi/4$) = 0.35 µm. En effet, l'angle $\pi/4$ correspond à la déviation maximale par rapport à l'axe de l'écoulement qu'une molécule de xanthane puisse effectuer.

Par conséquent, afin de respecter l'hypothèse $\delta \ll r$ du modèle de glissement de Kaylon, et compte tenu des travaux expérimentaux portant sur l'écoulement de solutions de xanthane en milieux poreux (Chauvetau, 1982; Sorbie, 1991), les valeurs des épaisseurs de couche de glissement qui seront explorées dans ce travail seront comprises entre $\delta = 0.1$ nm et $\delta = 0.35 \mu m$. Pour finir, comme indiqué dans les hypothèses de Kaylon (2005), l'épaisseur de la couche de glissement sera toujours considérée constante dans tout le milieu poreux qu'il soit hypothétique ou réel.

Ce choix d'une couche de glissement d'épaisseur constante a déjà été utilisé par d'autres auteurs tels que Zami et al. (2017) pour étudier l'écoulement de solutions de xanthane en milieu poreux. Ces auteurs se sont intéressés à l'effet de cette couche déplétée sur les propriétés macroscopiques de l'écoulement en utilisant le modèle à double viscosité proposé par Chauveteau (1982). Les valeurs de δ prises au cours de cette étude étaient de l'ordre de 0.5 µm et 0.7 µm, valeurs provenant de la relation $\delta = 0.7 \text{ m}_1$ (où m₁ est la longueur de la molécule semi-rigide). En effet, d'après certains des travaux précurseurs (Chauveteau, 1984 ; Huang et Sorbie, 1992), cette relation est une bonne approximation de l'épaisseur de la couche déplétée aux faibles taux de cisaillement, lors de l'écoulement de solutions de xanthane dans des empilements de billes de verre.

III.2.3 : Inversion des données de YSM avec prise en compte du glissement

Dans ce travail, le glissement des fluides à seuil sur les parois des pores sera pris en compte dans la méthode d'inversion en adoptant le mécanisme de Kaylon (2005). Pour cette raison, cette approche d'inversion sera par la suite dénommée « MGK » (Mécanisme de Glissement de Kaylon). L'eau étant la phase liante des solutions de polymère utilisées pour caractériser les échantillons poreux en YSM, les paramètres n_b et m_b intervenant dans les équations 3.32 à 3.38 valent respectivement 1 et 10^{-3} Pa.s. Ci-après, pour des raisons de simplicité, le débit volumique d'un fluide à seuil dans un capillaire de rayon r comprenant une couche de glissement d'épaisseur δ sera noté \tilde{q} ($\nabla P, r, \delta$), invariablement pour les sections droites circulaires ou rectangulaire.

Formulation alternative de la méthode d'inversion discrète

Soit N + 1 le nombre de données $Q_i(\nabla P_i)$ obtenues par une expérience réelle ou numérique de YSM, et soit N le nombre de classes de pores qui seront caractérisées dans le milieu poreux réel ou synthétique. Tout comme avec la méthode d'inversion YSM, les propriétés d'écoulement des fluides à seuil permettent de formuler un système d'inéquations impliquant les débits

volumiques et les nombre de capillaires n_i présents dans chaque classe de pore r_i . Toutefois, après réflexion sur le système d'inéquations résolu en YSM (système 2.48), il semblait que toutes les équations de ce système soient des conditions nécessaires, mais pas forcément suffisantes. Pour cette raison, dans ce travail, l'inversion des données de YSM en utilisant l'approche MGK a originellement été formulée par un système d'inéquations sur-contraint, décrit ci-dessous :

$$\begin{array}{c} Q_{2} \geq n_{1} \, \tilde{q}(\nabla P_{2}, r_{1}, \delta) \\ Q_{3} \geq n_{1} \, \tilde{q}(\nabla P_{3}, r_{1}, \delta) + n_{2} \, \tilde{q}(\nabla P_{3}, r_{2}, \delta) \\ n_{1} \, \tilde{q}(\nabla P_{3}, r_{1}, \delta) \geq Q_{2} \\ & \cdots \\ Q_{j} \geq n_{1} \, \tilde{q}(\nabla P_{j}, r_{1}, \delta) + n_{2} \, \tilde{q}(\nabla P_{j}, r_{2}, \delta) + \cdots + n_{j-1} \, \tilde{q}(\nabla P_{j}, r_{j-1}, \delta) \\ n_{1} \, \tilde{q}(\nabla P_{j}, r_{1}, \delta) + n_{2} \, \tilde{q}(\nabla P_{j}, r_{2}, \delta) + \cdots + n_{j-2} \, \tilde{q}(\nabla P_{j}, r_{j-2}, \delta) \geq Q_{j-1} \\ & \cdots \\ Q_{N+1} \geq n_{1} \, \tilde{q}(\nabla P_{N+1}, r_{1}, \delta) + n_{2} \, \tilde{q}(\nabla P_{N+1}, r_{2}, \delta) + \cdots + n_{N-1} \, \tilde{q}(\nabla P_{N+1}, r_{N}, \delta) \\ cn_{1} \, \tilde{q}(\nabla P_{N+1}, r_{1}, \delta) + n_{2} \, \tilde{q}(\nabla P_{N+1}, r_{2}, \delta) + \cdots + n_{N-1} \, \tilde{q}(\nabla P_{N+1}, r_{N-1}, \delta) \geq Q_{N} \end{array}$$

Dans ce système (3.39), les inéquations en bleu sont des contraintes additionnelles assurant qu'au débit d'écoulement Q_{i+1} , la contribution de la classe de pore r_i soit plus grande que la valeur du débit Q_i sous-jacent. Ce qui revient à résoudre non plus un système à N inéquations, mais un système à 2N - 1 inéquations et N inconnues. Il existe plusieurs algorithmes pour résoudre ce type de problèmes dans Mathematica. En l'occurrence, la fonction NMinimize offre le choix entre quatre algorithmes : DifferentialEvolution, SimulatedAnnealing, NelderMead, et RandomSearch.

La validation de cette méthode d'inversion a tout d'abord été faite en l'absence de couche de glissement $\delta = 0$. Comme il sera détaillé dans le paragraphe suivant, valider une méthode d'inversion en YSM consiste tout d'abord à se donner un fluide à seuil hypothétique et un faisceau de capillaires dont les rayons sont répartis selon une distribution connue p(r). Ensuite à partir de cette distribution, un ensemble de données sont calculées numériquement grâce aux formules analytiques (2.39, 2.40), et la courbe caractéristique obtenue est inversée pour voir si la PSD initiale est retrouvée. En partant d'une distribution gaussienne définie par :

$$p(\mathbf{r}) = \left[\frac{1}{\sigma_1 \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(\mathbf{r}-\mathbf{m}_1)^2}{2\,\sigma_1^2}\right)\right]$$
(3.40)

avec $m_1 = 11 \ \mu m$ et $\sigma_1 = 1 \ \mu m$, l'approche d'inversion KSM originelle a été testée en résolvant le système (3.39) pour $\delta = 0$ avec la fonction NMinimize de Mathematica, et les quatre algorithmes précédemment cités. Après plusieurs essais, deux algorithmes permettaient toujours de reconstruire la PSD initiale: DifferentialEvolution et SimulatedAnnealing.

Pour chacun de ces algorithmes, la fonction objective (ou fonction coût à minimiser) était la somme des erreurs quadratiques commises par rapport aux valeurs pseudo-expérimentales $Q(\nabla P_i)$.

L'algorithme DifferentialEvolution est basé sur les principes génétiques que sont la sélection naturelle, les « cross over » et les mutations. L'algorithme SimulatedAnnealing est inspiré du processus industriel consistant à chauffer un matériau à une température très élevée, modifiant ainsi sa structure atomique, puis à le laisser refroidir pour obtenir un matériau plus résistant.

En utilisant ces deux approches avec des paramètres d'optimisation (telles que les tolérances) recommandés dans les documentations de Mathematica, la PSD initiale a été entièrement reconstruite comme illustré par la figure 48. Toutefois la résolution de ce système sur-contraint a été abandonnée en raison des temps de calcul extrêmement longs. Pour donner un ordre de grandeur, la reconstruction de la PSD de la figure 48 (N+1 = 41) avec chacun de ces deux algorithmes prend plus de 3 heures de temps, et ceci en n'explorant pour chaque cas que cinq valeurs du coefficient de seuil d'écoulement α comprises entre 1 et 1.2 (donc cinq PSD).



Figure 48: Validation de l'approche MGK initiale pour une PSD gaussienne en utilisant la fonction NMinimize de Mathematica, l'algorithme SimulatedAnnealing et les paramètres rhéologiques $\tau_0 = 10$ Pa, k = 0.2 Pa. s^{0.6} et n = 0.6.

La figure 49 est un deuxième exemple de la validation de l'approche MGK originelle avec une PSD bimodale.



Figure 49: Validation de l'approche MGK initiale pour une PSD bimodale en utilisant la fonction NMinimize de Mathematica, l'algorithme SimulatedAnnealing et les paramètres rhéologique $\tau_0 = 10$ Pa, k = 0.2 Pa. s^{0.6} et n = 0.6.

Comme le montre cette figure 49, pour un échantillon hypothétique, la résolution du système sur-contraint conduit à l'obtention de la PSD initialement imposée. Toutefois, les temps de calcul nécessaires à l'obtention du résultat sont très longs, et donc pour des raisons pratiques, ce système sur-contraint ne sera pas utilisé dans la suite de ce travail.

Formulation retenue pour l'inversion des données de YSM avec l'approche MGK

Compte tenu des remarques et observations précédentes le système d'inéquations (3.41) qui est la version simplifiée du système (3.39) a finalement été retenu pour l'approche d'inversion MGK. Ce système est résolu en se basant sur un faisceau composé uniquement de capillaires de sections droites circulaires, ou alors rectangulaires de rapport d'aspect ε fixé, et avec une épaisseur constante δ de la couche de glissement dans chaque cas.

$$\begin{cases} Q_{2} \geq n_{1} \tilde{q}(\nabla P_{2}, r_{1}, \boldsymbol{\delta}) \\ Q_{3} \geq n_{1} \tilde{q}(\nabla P_{3}, r_{1}, \boldsymbol{\delta}) + n_{2} \tilde{q}(\nabla P_{3}, r_{2}, \boldsymbol{\delta}) \\ \dots \\ Q_{j} \geq n_{1} \tilde{q}(\nabla P_{j}, r_{1}, \boldsymbol{\delta}) + n_{2} \tilde{q}(\nabla P_{j}, r_{2}, \boldsymbol{\delta}) + \dots + n_{j-1} \tilde{q}(\nabla P_{j}, r_{j-1}, \boldsymbol{\delta}) \\ \dots \\ Q_{N+1} \geq n_{1} \tilde{q}(\nabla P_{N+1}, r_{1}, \boldsymbol{\delta}) + n_{2} \tilde{q}(\nabla P_{N+1}, r_{2}, \boldsymbol{\delta}) + \dots + n_{N} \tilde{q}(\nabla P_{N+1}, r_{N}, \boldsymbol{\delta}) \end{cases}$$
(3.41)

Comme il a été rappelé dans la section bibliographique, chaque gradient de pression ∇P_i définit une taille de pore caractéristique du milieu, ayant un rayon $r_i = \alpha \frac{2\tau_0}{\nabla P_i}$.

Pour résoudre ce système, l'approche incrémentale suggérée par Rodríguez de Castro et al. 2014, 2016, 2018) est adoptée. Cette approche est basée sur la définition d'un pas de recherche pour chaque valeur de n_i , astucieusement choisi par la relation 2.47 rappelée ici.

$$\operatorname{step}_{i} = \zeta. \frac{q(\nabla P_{N+1}, r_{N})}{q(\nabla P_{N+1}, r_{i})} \quad \text{où} \quad \zeta \leq 0.05. \frac{\varphi R^{2}}{8 \kappa}$$

Dans la présente étude, ces pas de recherche sont volontairement pris encore plus faibles en choisissant comme facteur 0.01 au lieu de 0.05 dans la relation précédente. La procédure de résolution du système d'inéquations par incrémentation a été rappelée au chapitre II.

III.2.4 : Validation de la méthode d'inversion

Afin de valider l'inversion des données de YSM en utilisant l'approche MGK, un échantillon hypothétique de rayon R = 2.5 cm est considéré. Cet échantillon est assimilé à un faisceau de capillaires tous parallèles, et dont les rayons des pores sont distribués selon une distribution donnée par l'équation suivante :

$$p(r) = \left[\frac{w_1}{\sigma_1 \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(r-m_1)^2}{2\,\sigma_1^2}\right) + \frac{w_2}{\sigma_2 \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(r-m_2)^2}{2\,\sigma_2^2}\right) + \frac{w_3}{\sigma_3 \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(r-m_3)^2}{2\,\sigma_3^2}\right)\right] \quad (3.42)$$

où les w_i sont des coefficients de pondération, les σ_i sont des écarts types et les m_i sont des moyennes des gaussiennes pondérées. Les PSD initiales étant connues, N + 1 = 51 rayons de classes de pores sont choisis équidistants entre deux valeurs r_{min} et r_{max} délimitant les classes de pores qui seront caractérisées par la méthode d'inversion. Typiquement pour une distribution gaussienne, $r_{min} = m_1 - 3\sigma_1$ et $r_{max} = m_1 + 3\sigma_1$. Les gradients de pression à imposer sont alors déterminés par la relation $\nabla P_i = \frac{2\tau_0}{r_i}$. Ensuite pour chaque gradient de pression ∇P_i préalablement calculé, le débit volumique total à travers le faisceau de capillaire est calculé par la relation :

$$Q(\nabla P_i) = N_p \int_{\frac{2}{\tau_0}}^{r_{max}} \tilde{q}(\nabla P_i, r, \delta) p(r) dr$$
(3.43)

Par la suite le nombre $N_p = 500000$ de pores (ou de capillaires) est choisi pour générer les données synthétiques. Les paramètres rhéologiques du fluide à seuil hypothétique choisis sont respectivement $\tau_0 = 10$ Pa, k = 0.2 Pa. s^{0.6} et n = 0.6, qui sont des valeurs proches de celles généralement obtenues pour des solutions de xanthane (Rodríguez de Castro et al. 2016, 2018). Pour finir, dans chacun des cas (PSD gaussienne, bimodale et trimodale) qui sera étudié, l'erreur par rapport à la PSD initiale sera quantifiée par l'écart :

$$err = \sum_{i=1}^{N} \left| \frac{n_{io}}{\sum_{i=1}^{N} n_{io}} - \frac{n_{i}}{\sum_{i=1}^{N} n_{i}} \right|$$
(3.44)

où n_i et n_{io} sont respectivement les nombres de capillaires de rayon r_i de la PSD initiale, et de la PSD obtenue après inversion.

Pour cette phase de validation, pour chaque distribution imposée, deux épaisseurs de la couche déplétée seront considérées ($\delta = 0.1 \,\mu\text{m}$ et $\delta = 0.3 \,\mu\text{m}$), et pour les faisceaux de capillaires à sections droites rectangulaires, quatre valeurs arbitraires de rapports d'aspects seront investiguées ($\epsilon = 15, 25, 35$ et 50).

Cas d'une PSD gaussienne

Premièrement le cas d'une PSD gaussienne ayant pour paramètres $m_1 = 11 \,\mu m$ et $\sigma_1 = 1 \,\mu m$, $w_3 = w_2 = 0$ est traité. La figure 50 illustre la courbe caractéristique $Q_i(\nabla P_i)$ obtenue à travers cet échantillon hypothétique et pour trois valeurs non-nulles de l'épaisseur δ de la couche de glissement.



Figure 50: Courbes caractéristiques obtenues pour un fluide à seuil ($\tau_0 = 10$ Pa, k = 0.2 Pa. s^{0.6} et n = 0.6) à travers un échantillon hypothétique ayant une PSD gaussienne (m₁ = 11 µm et $\sigma_1 = 1$ µm), pour différentes épaisseurs de la couche de glissement.

Cette figure 50 illustre bien le fait que même aux plus faibles gradients de pression, le glissement du fluide a un effet non négligeable sur le débit volumique total à travers le milieu poreux hypothétique considéré.

La figure 51 montre qu'en prenant un faisceau de capillaires à sections droites circulaires, et pour deux épaisseurs de la couche déplétée différentes, la PSD initiale est bien reconstruite par le processus d'inversion. Dans ce cas, les différences entre PSDs initiales et obtenues (équation 3.44) avec les épaisseurs $\delta = 0.1 \,\mu\text{m}$ et $\delta = 0.3 \,\mu\text{m}$ valent respectivement 1.205×10^{-3} et 1.202×10^{-3} .



Figure 51: Comparaison entre PSD initiale gaussienne et PSD inversée pour deux valeurs de l'épaisseur de la couche de glissement, et pour des capillaires de sections droites circulaires.

Pour une section de capillaires rectangulaire, en considérant les quatre rapports d'aspects préalablement mentionnés, la PSD initiale est également reconstruite après inversion comme l'illustre la figure 52 obtenue pour $\delta = 0.3 \,\mu\text{m}$.



Figure 52: Comparaison entre PSD initiale gaussienne et PSD inversée pour deux valeurs de l'épaisseur de la couche de glissement, et pour des capillaires de sections droites rectangulaires.

Dans ce cas, les erreurs entre PSD initiales et obtenues pour les épaisseurs $\delta = 0.1 \,\mu\text{m}$ et $\delta = 0.3 \,\mu\text{m}$ valent respectivement 1.2×10^{-3} et 1.202×10^{-3} , pour toutes les valeurs de ϵ .

Première distribution Bimodale

Dans un deuxième temps, le cas d'une distribution bimodale est considéré, avec les paramètres $w_1 = \frac{2}{3}$, $w_1 = \frac{1}{3}$, $m_1 = 12 \mu m$, $m_2 = 24 \mu m$, $\sigma_1 = 3 \mu m$ et $\sigma_2 = 6 \mu m$. Les figures 53 et 54 présentent les résultats d'inversion respectivement obtenues pour des faisceaux de capillaires à sections droites circulaires et rectangulaires.



Figure 53: Comparaison entre PSD initiale bimodale et PSD inversée pour deux valeurs de l'épaisseur de la couche de glissement, et pour des capillaires de sections droites circulaires.

Comme on peut le voir sur ces deux figures 53 et 54, la PSD initiale est reconstruite de façon précise par le processus d'inversion. Pour les sections circulaires, les erreurs sur les PSDs en prenant $\delta = 0.1 \,\mu\text{m}$ et $\delta = 0.3 \,\mu\text{m}$ sont respectivement de 3.404×10^{-3} et 2.048×10^{-3} . Et pour les sections droites rectangulaires, ces erreurs valent respectivement 3.176×10^{-3} et 2.943×10^{-3} .



Figure 54: Comparaison entre PSD initiale bimodale et PSD inversée pour deux valeurs de l'épaisseur de la couche de glissement, et pour des capillaires de sections droites rectangulaires.

Lors de la validation de la I-YSM, les résultats d'inversion s'étaient révélés fortement dépendants d'une éventuelle erreur commise sur la valeur de l'indice de fluidité n. Pour évaluer si cette observation est également valable avec l'approche MGK, quatre valeurs erronées \tilde{n} sont utilisées pour essayer d'inverser des données générées en partant d'un faisceau de capillaires de sections droites circulaires, et avec la valeur initiale n = 0.6.

Les figures 55 et 56 présentent les résultats obtenues pour quatre valeurs $\tilde{n} = 0.95n$, 0.975n, 1.025n, 1.05n, et pour les deux épaisseurs de la couche déplétée. Les erreurs obtenues pour chaque cas sont reportées dans le tableau suivant :

	$\widetilde{\mathbf{n}} = 0.95\mathbf{n}$	$\widetilde{\mathbf{n}} = 0.975 \ \mathbf{n}$	$\widetilde{\mathbf{n}} = 1.025 \ \mathbf{n}$	$\widetilde{\mathbf{n}} = 1.05 \ \mathbf{n}$
$\delta = 0.1 \ \mu m$	err = 99.1 %	err = 60.1 %	err = 37.7 %	err = 55.9%
$\delta = 0.3 \ \mu m$	err = 48.5 %	err = 26.1 %	err = 15.9%	err = 26.3 %

Tableau 10 : Erreurs sur une PSD bimodale en fonction de l'épaisseur de la couche déplétée et de l'incertitude sur la valeur de n.

Ces deux figures confirment la forte dépendance des résultats d'inversion aux erreurs commises sur la valeur de n, même en présence d'une couche de glissement. Par ailleurs ces figures

révèlent que l'influence de l'erreur sur la valeur de n dépend de l'épaisseur de la couche de glissement en présence.



Figure 55: Impact des erreurs sur la valeur de n sur la détermination d'une PSD bimodale par inversion basée sur un faisceau de capillaires à sections droites circulaires, et avec $\delta = 0.1 \,\mu m$.



Figure 56: Impact des erreurs sur la valeur de n sur la détermination d'une PSD bimodale par inversion basée sur un faisceau de capillaires à sections droites circulaires, et avec $\delta = 0.3 \,\mu m$.

De plus, ces figures 55 et 56 montrent que les écarts entre PSDs initiales et PSDs obtenues par inversions sont plus importants pour les plus petits rayons de pores. Ces observations peuvent être expliquées par le fait que pour une épaisseur δ (constante dans tout le milieu poreux modèle), l'écoulement du fluide dans les capillaires de différents rayons est piloté par le rapport

 δ/r_i . Ainsi, la présence d'une couche de glissement impacte davantage la contribution à l'écoulement des petites tailles de pores (car δ/r_i est plus grand) que celle des plus grandes tailles de pores. Par conséquent, quelle que soit l'épaisseur δ , une incertitude sur la valeur de n aura plus d'influence sur les nombres de pores de plus petites taille, comme on peut le voir sur les figures 55 et 56. Ces observations confirment donc l'importance de la caractérisation rhéométrique des fluides à seuil en YSM, car même une incertitude relativement faible (2.5 %) sur la valeur de l'indice de fluidité n peut conduire à de grandes erreurs sur les PSDs obtenues.

Deuxième distribution bimodale

Une deuxième distribution bimodale a été investiguée au cours de cette phase de validation. Les paramètres de cette distribution sont les suivants $w_1 = \frac{1}{3}$, $w_1 = \frac{2}{3}$, $m_1 = 12 \mu m$, $m_2 = 24 \mu m$, $\sigma_1 = 3 \mu m$ et $\sigma_2 = 6 \mu m$. Comme pour la précédente PSD bimodale, pour les deux épaisseurs de glissement considérées, la PSD initiale a été intégralement reconstruite par le processus d'inversion. La figure 57 présente le cas des faisceaux de capillaires à sections droites rectangulaires, et avec une épaisseur de $\delta = 0.1 \mu m$. Dans ce cas, les erreurs sur les PSD correspondant aux épaisseurs $\delta = 0.1 \mu m$ et $\delta = 0.3 \mu m$ valent respectivement 3.17×10^{-3} et 2.57×10^{-3} .



Figure 57 : Deuxième comparaison entre PSD initiale bimodale et PSD inversée pour deux valeurs de l'épaisseur de la couche de glissement, et pour des capillaires de sections droites rectangulaires.

Pour clôturer cette phase de validation, le cas d'une PSD trimodale est traité. Les paramètres de cette distributions sont $w_1 = w_2 = w_3 = 1$, $m_1 = 12 \ \mu m$, $m_2 = 2m_1$, $m_3 = 3m_1$, $\sigma_2 = 4 \ \mu m$, $\sigma_1 = \frac{2}{3} \ \sigma_2$ et $\sigma_3 = 2\sigma_2$.

En prenant des capillaires de sections droites circulaires ou rectangulaires, la PSD initiale est entièrement reconstruite comme l'illustre les figures 58 et 59. Avec cette PSD trimodale, les erreurs sur les PSD pour $\delta = 0.1 \,\mu\text{m}$ et $\delta = 0.3 \,\mu\text{m}$ sont respectivement de 2.46×10^{-3} et 4.88×10^{-3} pour les sections droites circulaires, et respectivement de 4.31×10^{-3} et 3.67×10^{-3} avec des sections droites rectangulaires.



Figure 58: Comparaison entre PSD initiale trimodale et PSD inversée pour deux valeurs de l'épaisseur de la couche de glissement, et pour des capillaires de sections droites circulaires.



Figure 59: Comparaison entre PSD initiale trimodale et PSD inversée pour deux valeurs de l'épaisseur de la couche de glissement, et pour des capillaires de sections droites rectangulaires.

Pour conclure cette section, retenons que l'approche d'inversion MGK a été validée pour différents types de distributions en tailles de pores, et pour des sections droites de pores aussi bien circulaires que rectangulaires de différents rapports d'aspects. Comme avec la méthode I-YSM, il a été confirmé que les incertitudes sur la valeur de l'indice de fluidité n ont un impact considérable sur les PSDs obtenues par inversion des données expérimentales. Cette influence est en outre fonction de l'épaisseur de la couche de glissement en présence.

Cette approche d'inversion sera également utilisée pour exploiter les données expérimentales présentées dans la partie suivante. Enfin, si la valeur de δ a été fixée au cours de cette phase de validation, elle sera déterminée suite à des tests successifs lors du traitement des données expérimentales réelles présentées à la section III. En effet, pour des échantillons poreux consolidés tels que les grès, l'épaisseur de cette couche de glissement selon le modèle de Kaylon (2005) est à priori inconnue.