



**HAL**  
open science

# Etude expérimentale du mouvement d'une particule sphérique à l'approche d'une interface liquide/fluide

Yassine Ferchichi

► **To cite this version:**

Yassine Ferchichi. Etude expérimentale du mouvement d'une particule sphérique à l'approche d'une interface liquide/fluide. Autre. Ecole Centrale Paris, 2013. Français. NNT : 2013ECAP0040 . tel-01001954v2

**HAL Id: tel-01001954**

**<https://theses.hal.science/tel-01001954v2>**

Submitted on 10 Jun 2014

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

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

ÉCOLE CENTRALE DES ARTS ET MANUFACTURES  
« ÉCOLE CENTRALE PARIS »  
Laboratoire de Génie des Procédés et Matériaux

# THÈSE

Présentée par

**Yassine FERCHICHI**

Pour l'obtention du

**GRADE DE DOCTEUR**

Spécialité : Génie des Procédés

**"Étude expérimentale  
du mouvement d'une particule sphérique  
à l'approche d'une interface liquide/fluide"**

Soutenue publiquement le : 17/06/2013

**Membres du Jury**

<b>Rapporteurs</b>	M. Huai-Zhi LI, Professeur à l'ENSIC, Nancy M. Franck PIGEONNEAU, Chercheur associé HdR, Saint-Gobain/CNRS, Aubervilliers
<b>Examineurs</b>	Mme. Anne MONGRUEL, Maître de Conférences HdR à l'UPMC, Paris M. Jean-Pierre BELLOT, Professeur à l'EMN, Nancy M. Patrick PERRÉ, Professeur à l'ECP, Châtenay-Malabry (directeur) M. Hervé DUVAL, Chef de Travaux à l'ECP, Châtenay-Malabry (codirecteur)
<b>Invités</b>	M. François FEUILLEBOIS, Directeur de Recherches CNRS, Orsay M. Jean-Bernard GUILLOT, Professeur à l'ECP, Châtenay-Malabry



## Remerciements

Mes premiers remerciements vont tout naturellement à Hervé Duval pour m'avoir encadré tout au long de ce travail. Hervé, merci pour ta disponibilité et tes encouragements. Je te remercie de m'avoir autant appris. Je tiens également à remercier Jean-Bernard Guillot et Patrick Perré, directeurs successifs du LGPM, pour la confiance et la liberté qu'ils m'ont accordées pour préparer cette thèse dans les meilleures conditions. Je remercie également Anne Mongruel pour m'avoir accueilli au PMMH, et pour son aide et ses encouragements.

Je remercie l'ensemble des membres de mon jury de thèse, en particulier Huai-Zhi Li et Franck Pigeonneau pour avoir accepté d'être rapporteurs de ce travail. Je remercie aussi toutes les personnes qui ont contribué à l'avancement de mon travail. Merci Nicolas Péron pour m'avoir aidé à améliorer ma démarche expérimentale. Je suis reconnaissant aussi à François Feuillebois, Jean-Pierre Bellot, Dominique D'Humières, Pascal Giraud, Bogdan Cichocki, Maria Ekiel-Jeweska, Sylvie Cohen-Addad, Nicolas Dietrich, et tous les collègues du projet CIREM pour l'intérêt qu'ils ont montré à ma thèse et pour leurs avis et conseils qui ont enrichi mon travail.

Je remercie François Wenger pour m'avoir accordé sa confiance pour encadrer les Activités Expérimentales « matériaux et corrosion », et pour ses conseils et son soutien. Je remercie sincèrement aussi mes collègues au LGPM et à l'ECP, pour leurs aides, conseils et surtout leur amitié. Une mention spéciale pour mes partenaires de course : Carole, Si, Jules, Mustapha. Merci Annie, Jean, Jamila, Corinne, Arnaud, Nathalie, Catherine, Arunvady, Charles, Ai Wei, Sapideh, Nadine, Amaury, Vanessa, Héla, Amélie, Caroline, Émilie, Sandra, Rayen, Hicham, Emna, Aymen, Magalie, Joël, Floran, Barbara, Adel, Rémi, Fernando, Aurore, Stéphanie, Mauricio.

Je remercie mes parents, mes sœurs et mes frères, ma belle famille et mes amis pour leur soutien précieux, malgré la distance.

Enfin, je remercie mon épouse Khaoula pour son soutien, pour sa patience, pour ses encouragements, ses conseils et surtout pour sa présence.



## Résumé

Lors du traitement en poche de l'acier liquide, les inclusions (particules d'oxyde en suspension) sont transportées par flottation, convection et sédimentation vers l'interface métal liquide/laitier où elles sont capturées. Au voisinage de l'interface, le mouvement des inclusions est ralenti sous l'effet des interactions hydrodynamiques avec celle-ci. L'analyse dimensionnelle montre que la sédimentation d'une particule vers l'interface entre deux liquides stagnants immiscibles est contrôlée, en régime de Stokes, par trois paramètres : le rapport de différence de densités  $\beta = (\rho_p - \rho_1)/(\rho_2 - \rho_1)$  (1 désigne le liquide où la particule indiquée  $p$  est immergée), le nombre de Bond particulaire  $Bo_p$  (basé sur la différence de densité  $(\rho_p - \rho_1)$ ) et le rapport de viscosité des deux liquides  $\lambda = \mu_2/\mu_1$ . Afin d'étudier l'effet de ces paramètres sur les interactions hydrodynamiques entre les inclusions et l'interface, deux maquettes froides ont été mises en œuvre, où les inclusions sont modélisées par des billes millimétriques de densité intermédiaire entre celles de deux liquides transparents.

La première maquette, conçue et développée dans le cadre de cette thèse, utilise la vidéo rapide pour suivre le mouvement de billes de différentes tailles, en polyamide ou en polystyrène, à l'approche d'une interface glycérine/huile de silicone. Des huiles de différentes viscosités sont utilisées et un tensioactif est ajouté à la glycérine pour modifier la tension interfaciale du système. Les images obtenues sont traitées de façon automatique afin de déterminer la position instantanée de la particule : cette détermination est effectuée avec une résolution inférieure au pixel en ajustant un cercle sur le contour de la bille.

La deuxième maquette utilise l'interférométrie laser afin de suivre le mouvement de billes d'acier de différentes tailles à l'approche d'une interface huile de silicone/mercure. Le déplacement de la bille est mesuré avec une résolution de l'ordre de la longueur d'onde du laser.

Ces dispositifs nous ont permis de mesurer les variations du coefficient de frottement (qui traduit l'effet des interactions hydrodynamiques particule/interface) en fonction de la distance réduite à l'interface non perturbée pour différentes valeurs de  $Bo_p$ ,  $\beta$  et  $\lambda$ .  $Bo_p$  varie ici entre 0,17 et 6,7,  $\beta$  entre 0,37 et 0,72,  $\lambda$  entre  $10^{-5}$  et 100.

Deux régions peuvent être distinguées lors de l'approche de l'interface. Lorsque  $d/R > 2$  ( $d$  est la distance du centre de la bille à l'interface non déformée et  $R$  est le rayon de la bille), la déformation de l'interface sous l'effet de la pression visqueuse est faible. Les points expérimentaux sont en bon accord avec le modèle théorique de Bart pour une interface indéformable. Le coefficient de frottement dépend fortement du rapport de viscosité et faiblement de  $\beta$  et  $Bo_p$  :  $f$  est une fonction croissante de  $\lambda$  et une fonction décroissante de  $\beta$  et  $Bo_p$  en accord avec les prédictions théoriques de Leal *et al.*

Le domaine  $d/R \leq 2$  est associé à la relaxation de la bille vers sa position d'équilibre dynamique. D'après Hartland, cette position correspond à l'équilibre métastable entre le poids de la bille, la poussée d'Archimède et la force associée à la surpression dans le film supposé d'épaisseur négligeable qui sépare la bille de l'interface déformée. Elle ne dépend que des paramètres  $Bo$  (nombre de Bond basé sur la différence de densité  $(\rho_2 - \rho_1)$ ) et  $\beta$  : la bille s'enfonce d'autant plus profondément dans l'interface que  $Bo$  et  $\beta$  sont élevés. Dans le domaine

de validité de l'approximation de Ferguson (utilisée pour décrire le ménisque au bord de la bille), les positions d'équilibre mesurées sont en très bon accord avec le modèle théorique de Hartland. Suivant la valeur du nombre de Bond modifié, on distingue deux modes de relaxation vers l'équilibre. Lorsque  $Bo_p \ll 1$ , la déformation reste faible et le régime de Bart est suivi par le régime de Taylor où le coefficient de frottement varie théoriquement comme  $f \sim R/h$  où  $h$  est l'épaisseur du film de liquide séparant la particule de l'interface. Lorsque  $Bo_p \gtrsim 1$ , l'interface se déforme significativement sous l'effet de la pression visqueuse pour atteindre localement la courbure de la bille : dans ce cas, le drainage du film s'effectue en régime de Reynolds où  $f \sim (R/h)^3$ . Les variations de l'inverse du coefficient de traînée en fonction de l'écart à la position d'équilibre dynamique présentent un point d'inflexion que nous attribuons à la transition vers le régime de Reynolds. Cette inflexion apparaît d'autant plus tôt lors de la relaxation vers l'équilibre que le rapport de viscosité est élevé. Les expériences montrent que dans le régime de transition, le coefficient de frottement ne dépend que de l'écart à la position d'équilibre et du rapport de viscosité. Les effets de  $Bo_p$  et de  $\beta$  ne sont pas significatifs. En revanche, en régime de Reynolds (dans les essais où il est visible, c'est-à-dire pour les plus grandes valeurs de  $\lambda$ ), le coefficient de frottement dépend non seulement de  $\lambda$  mais également de  $Bo_p$  et de  $\beta$  :  $f$  est une fonction croissante de  $\lambda$ ,  $Bo_p$  et  $\beta$ , en accord avec les prédictions du modèle de drainage de Reynolds et Hartland.

## Summary

In liquid steel ladle treatment, inclusions (which are suspended oxide particles) are transported by flotation and convection towards the steel-slag interface before being captured. When they arrive near the interface, the inclusions rise up under the effect of gravity (their density is intermediate between the steel density and the slag one) but their movement is delayed by the hydrodynamic interaction with the steel-slag interface. Dimensional analysis shows that inclusion settling in creeping regime is governed by three dimensionless numbers: the density difference ratio  $\beta = (\rho_p - \rho_1)/(\rho_2 - \rho_1)$ , (the particle denoted  $p$  is immersed in liquid 1), the particle Bond number  $Bo_p$  (based on  $(\rho_p - \rho_1)$ ) and the viscosity ratio  $\lambda = \mu_2/\mu_1$ . An experimental study has been carried out, using two physical models in order to understand and quantify the effect of these parameters.

The first physical model uses a fast camera to film spherical polymer particles while they rise up towards an initially flat liquid/liquid interface. Glycerol is used as the heavy phase and silicone oil as the light phase. The density and the diameter of the particles as well as the viscosity of the silicone oil are varied. The particle center position is determined precisely by image analysis and the initial position of the interface is precisely determined thanks to the micrometric positioning of a plumb-line (the plumb-line is moved until its tip coincides with its reflection at the interface). The second model uses the laser interferometry technique to measure the motion of spherical steel particles in a viscous silicon oil phase towards an initially flat silicon oil/mercury interface. Particles are introduced into an interferometric system in such a way that their movement changes the interference. The displacement is measured with a precision of the order of the laser wavelength.

In both devices, the variations of the particle velocity are measured as a function of the distance  $d$  from the particle center to the non-deformed interface. Then, the friction coefficient  $f$  (*i.e.* the correction to the Stokes steady drag) is deduced. The dependence of  $f$  on the density difference ratio, on the particle Bond number, and on the viscosity ratio is examined:  $Bo_p$  is varied between 0,17 and 6,7,  $\beta$  between 0,37 and 0,72,  $\lambda$  between  $10^{-5}$  and 100. Results are compared with available theoretical models.

Two regions can be distinguished. In the first region characterized by  $d/R \gtrsim 2$ , the interface deformation (due to the viscous pressure) is negligible. The experimental results agree well with Bart's theoretical curves derived for a non-deformable interface. The friction coefficient essentially depends on the viscosity ratio and weakly depends on  $\beta$  and  $Bo_p$ :  $f$  is an increasing function of  $\lambda$  and a decreasing function of  $\beta$  and  $Bo_p$  in accordance with Leal et al.'s theoretical predictions.

The second region, *i.e.*  $d/R \lesssim 2$ , is associated with the drainage of the liquid separating the particle from the interface and the relaxation of the particle to its dynamic equilibrium position, *i.e.* the position of the particle in the limit of vanishing film thickness. The dynamic equilibrium position depends only on  $\beta$  and on the Bond number  $Bo$  (based on  $(\rho_2 - \rho_1)$ ). The final positions determined experimentally are in good agreement with Hartland's model of dynamic equilibrium as long as Ferguson's approximation (used to estimate the meniscus height along the particle) is valid.



Depending on the value of  $Bo_p$ , two relaxation modes can be distinguished. When  $Bo_p \ll 1$ , the deformation of the interface is weak and the Bart regime is followed by the Taylor regime. In this regime, the friction coefficient scales theoretically as  $f \sim (R/h)$  where  $h$  is the film thickness separating the particle from the interface. When  $Bo_p \gtrsim 1$ , the interface is significantly deformed by the viscous pressure and its curvature tends locally to the particle curvature. In this case, the film drains in the Reynolds regime characterized by  $f \sim (R/h)^3$ . The variations of the experimental friction coefficient as a function of the deviation from the dynamic equilibrium position have an inflection point: it is attributed to the transition to the Reynolds regime. This transition appears earlier when the viscosity ratio is higher. The experiments show that in the transition regime, the friction coefficient only depends on the equilibrium deviation and on the viscosity ratio. The effects of  $\beta$  and  $Bo_p$  are negligible. However, in the Reynolds regime (when it can be measured), the friction coefficient depends not only on  $\lambda$  but also on  $\beta$  and  $Bo_p$ : it is an increasing function of  $\lambda$ ,  $\beta$  and  $Bo_p$  as predicted by Reynolds and Hartland drainage model.



## LISTE DES TABLEAUX

Page Numéro et titre du tableau

- p.37 Tableau II.1 : Masses volumiques et viscosités des liquides.
- p.38 Tableau II.2 : Masses volumiques et tailles des sphères.
- p.56 Tableau III.1 : Valeurs approximatives du rapport de viscosité  $\lambda$  pour les différents couples de liquides utilisés.
- p.57 Tableau III.2 : Température et vitesse maximale mesurée pour chaque essai.
- p.60 Tableau III.3 : Coefficient multiplicatif permettant de ramener la vitesse mesurée à la température de référence  $T = 25^\circ\text{C}$ .
- p.61 Tableau III.4 : Valeurs de  $d_0$  et de  $d_0/R$  pour les particules en polyamide :  $\lambda = 1$ .
- p.62 Tableau III.5 : Position finale moyenne et vitesse maximale mesurée pour chaque bille.  $T = 25^\circ\text{C}$ .
- p.63 Tableau III.6 : Position finale moyenne.
- p.63 Tableau III.7 : Vitesses maximales mesurées et ramenées à une même température  $T = 25^\circ\text{C}$  et vitesses terminales calculées.
- p.68 Tableau III.8 : Synthèse des valeurs des positions finales réduites.
- p.71 Tableau III.9 : Vitesse maximale et vitesse de Stokes pour chaque bille : valeurs ramenées à une même température  $T = 25^\circ\text{C}$ .
- p.75 Tableau III.10 : Valeurs des vitesses maximales et des positions finales.
- p.78 Tableau III.11 : Vitesse maximale et vitesse de Stokes mesurée pour chaque bille.
- p.79 Tableau III.12 : Facteur de friction dû aux parois latérales de la cellule.
- p.83 Tableau IV.1 : Valeurs expérimentales de  $\beta$ ,  $Bo_p$  et  $Bo$ .
- p.89 Tableau IV.2 : Valeurs de  $r_c$  et de  $r_c/l_c$  calculée à l'aide du modèle de Hartland/Ferguson et estimée par l'équation de Kralchevsky *et al.*

## LISTE DES FIGURES

Page	Numéro et titre de la figure
p.5	Figure I.1 : Particule approchant une interface : définition des notations
p.14	Figure I.2 : $1/f_{\perp}$ en fonction de la distance réduite $d/R$
p.22	Figure I.3 : Variations du coefficient de frottement $f_{\perp}$ en fonction de $h/R$ : sphère solide, goutte et résultat théorique de Maude et Brenner pour une interface libre indéformable
p.23	Figure I.4 : Approche mutuelle de deux gouttelettes en suspension dans un liquide : schéma de principe et variables associées
p.23	Figure I.5 : Principales étapes de formation et d'évolution d'un film de liquide entre deux gouttelettes en suspension
p.26	Figure I.6 : Variation de la durée de vie d'une goutte coalescente sur une interface liquide/liquide en fonction du rayon de la goutte
p.27	Figure I.7 : Film liquide séparant une sphère solide et une interface liquide/liquide : présence d'un minimum d'épaisseur en périphérie
p.27	Figure I.8 : Évolution du profil d'une interface paraffine liquide / glycérine au cours de l'approche d'une sphère creuse en aluminium de rayon $R = 0,6325 \text{ cm}$
p.28	Figure I.9 : Équilibre dynamique de la sphère à l'interface
p.29	Figure I.10 : Franchissements d'interface dans la direction ascendante: a) drainage b) tailing
p.36	Figure II.1 : Schéma du montage expérimental
p.37	Figure II.2 : Variation de la viscosité dynamique de la glycérine en fonction de la température
p.39	Figure II.3 : Mesure de l'angle de parallaxe
p.40	Figure II.4 : Erreur de parallaxe
p.41	Figure II.5 : Pointe lestée pour la détermination de la position de l'interface

- p.42 Figure II.6 : Représentation sur Matlab d'un cercle interpolé à partir des points de contour
- p.44 Figure II.7 : Interféromètre de Michelson
- p.46 Figure II.8 : Schéma du montage interférométrique
- p.47 Figure II.9 : Montage interférométrique
- p.49 Figure II.10 : Exemple de signaux enregistrés lorsque la sphère est au centre de la cellule.  
L'origine du temps est arbitraire
- p.49 Figure II.11 : Exemple de signaux enregistrés lorsque la sphère arrive sur l'interface huile /  
mercure
- p.53 Figure II.12 : Exemple de variation de la vitesse en fonction de la distance en fixant  
l'origine au point de vitesse maximale. Cas d'une bille de rayon  $R = 8 \text{ mm}$
- p.56 Figure III.1 : Images de l'interface et d'une particule immergée dans la glycérine : a.  
grossissement faible b. grossissement fort
- p.57 Figure III.2 : Variation de la distance en fonction du temps pour trois billes de même nature  
et de même taille : PA8 1-3 : grossissement faible, I-III : grossissement élevé.  $\lambda = 0,01$
- p.57 Figure III.3 : Variation de la vitesse moyenne en fonction de la distance : six billes  
identiques,  $\lambda = 0$  : a. grossissement faible, b. grossissement fort, comparaison avec un essai  
en grossissement faible
- p.59 Figure III.4 : Variation de la vitesse en fonction de la distance pour les essais I et 1 en  
ajustant la température à  $T = 25^\circ\text{C}$
- p.61 Figure III.5 : Variation de  $d$  en fonction du temps pour les différentes particules en  
polyamide :  $\lambda = 1$
- p.61 Figure III.6 : Variation de la vitesse en fonction de la distance particule-interface pour les  
différentes particules en polyamide :  $\lambda = 1$   $T = 25^\circ\text{C}$
- p.62 Figure III.7 : Variation de  $d$  en fonction du temps pour les particules PA6 et PS6 :  $\lambda = 1$
- p.63 Figure III.8 : Variation de la vitesse en fonction de la distance particule-interface pour les  
particules PA6 et PS6,  $\lambda = 1$ ,  $T = 25^\circ\text{C}$
- p.64 Figure III.9 : Variation de la vitesse en fonction de la distance particule-interface  
pour  $\lambda \approx 0,01$  et  $\lambda \approx 100$  et pour des billes identiques PA8.  $T = 25^\circ\text{C}$
- p.65 Figure III.10 : Variation de la vitesse en fonction de la distance particule-interface pour  $\lambda \approx$   
 $0,01$  et  $\lambda \approx 0,1$  et pour des billes identiques PA8.  $T = 25^\circ\text{C}$

- p.65 Figure III.11 : Variation de la vitesse en fonction de la distance particule-interface pour  $\lambda \approx 10$  et  $\lambda \approx 100$  et pour des billes identiques PA8.  $T = 25^\circ\text{C}$
- p.66 Figure III.12 : Valeurs de  $d_0$  pour des particules identiques PA8 et pour les différentes valeurs de  $\lambda$
- p.67 Figure III.13 : Variation de la vitesse en fonction de la distance pour des particules PA8,  $\lambda \approx 10$  et deux valeurs différentes de la tension-interfaciale
- p.67 Figure III.14 : Effet du tensio-actif sur  $d_0/R$ , particules en polyamide PA8 et PA12
- p.69 Figure III.15 : Valeurs des vitesses maximales pour chaque type de particule et pour les différents systèmes étudiés. 1-5 :  $\lambda = 0, 0.1, 1, 10$  et  $100$  respectivement. 6 :  $\lambda = 10$  avec tensioactif
- p.70 Figure III.16 : Variation de la vitesse en fonction de la distance particule-interface pour des particules PA6 et PS6. Cas d'une paroi solide
- p.71 Figure III.17 : Vitesse en fonction de la distance pour une interface glycérine/paroi solide : a. PA6 ( $T = 26^\circ\text{C}$ ), b. PS6 ( $T=26,5^\circ\text{C}$ )
- p.72 Figure III.18 : Comparaison des valeurs mesurées et des valeurs calculés de la vitesse terminale aux valeurs de  $V_{max}$
- p.73 Figure III.19 : Valeurs théoriques de  $V_{max}/V_\infty$  pour le cas d'un cylindre infini (Bohlin *et al.*) comparées aux valeurs expérimentales.
- p.74 Figure III.20 : Vitesse en fonction de la distance pour deux essais avec la particule A5,5
- p.76 Figure III.21 : Variation de la vitesse en fonction de la distance pour les trois différentes billes d'acier.
- p.77 Figure III.22 : Variation de la distance en fonction du temps ; origine arbitraire du temps
- p.78 Figure III.23 : Vitesse normalisée en fonction de la distance  $\frac{h}{R} = \frac{d-d_0}{R}$
- p.78 Figure III.24 : Vitesses de Stokes, mesurées et calculées et vitesses maximales mesurées
- p.85 Figure IV.1 : Équilibre d'une sphère solide sur une interface liquide/liquide
- p.90 Figure IV.2 : Position d'équilibre réduite en fonction du nombre de Bond et pour différentes valeurs de  $\beta$ : valeurs expérimentales et résultats théoriques
- p.91 Figure IV.3 : Position d'équilibre réduite en fonction du nombre de Bond et pour différentes valeurs de  $\beta$ : valeurs expérimentales et résultats théoriques

- p.93 Figure IV.4 : Temps d'enregistrement (à partir de  $d_i = 1,2R$ ) et temps de drainage pour les particules d'acier, de polyamide et de polystyrène (entre  $h_i = 0,2R$  et  $h_f = 0,05R$ )
- p.94 Figure IV.5 : Variation de la vitesse réduite en fonction de la distance réduite à l'interface non perturbée : résultats numériques de Sellier et al. dans le cas d'une paroi solide (en  $d/R = 10$ ) et d'une interface libre indéformable (en  $d/R = 0$ ) séparées de  $2W/R = 10$  ; résultats expérimentaux obtenus sur le montage interférométrique avec la bille d'acier A6,35 pour laquelle  $2W/R = 9,8$
- p.96 Figure IV.6 : Ajustement de la courbe théorique de Bart à la courbe expérimentale
- p.96 Figure IV.7 : Positions d'équilibre réduites  $d_0/R$  en fonction du nombre de Bond : comparaison entre les valeurs obtenues par ajustement de la courbe théorique de Bart, les valeurs obtenues par mesure directe et les valeurs fournies par le modèle de Hartland-Ferguson.
- p.97 Figure IV.8 : Position d'équilibre en fonction du nombre de Bond - valeurs estimées à l'aide du modèle de Hartland-Deryaguin : cas des inclusions d'oxyde à l'interface acier liquide/laitier et des particules de polyamide à l'interface glycérine/huile de silicone
- p.99 Figure IV.9 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement en fonction de la distance réduite pour différentes valeurs du rapport de viscosité: courbes théoriques de Bart et de Brenner
- p.101 Figure IV.10 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement réduit en fonction de la distance réduite pour différentes valeurs du rapport de viscosité: points expérimentaux (particules PS6) et courbes théoriques de Bart
- p.102 Figure IV.11 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement réduit en fonction de la distance réduite pour différentes valeurs du rapport de viscosité: points expérimentaux (particules PA12) et courbes théoriques de Bart
- p.103 Figure IV.12 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement réduit en fonction de la distance réduite pour différentes valeurs du rapport de viscosité: points expérimentaux (a : PA8, b : PA6, c : PA4) et courbes théoriques de Bart.
- p.105 Figure IV.13 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement réduit en fonction de la distance réduite – influence de  $\beta$  : points expérimentaux et courbes théoriques de Bart. a.  $\lambda = 0,01$ . b.  $\lambda = 100$
- p.107 Figure IV.14 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement réduit en fonction de la distance réduite – influence de  $Bo_p$  : points expérimentaux associés aux billes de polyamide et courbe théorique de Bart. a.  $\lambda = 0,01$ . b.  $\lambda = 100$

- p.108 Figure IV.15 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement réduit  $f_3/f$  en fonction de la distance réduite  $d/R$  – influence du nombre de Bond modifié : points expérimentaux associées aux billes d'acier et courbe théorique de Bart ( $\lambda = 0$ )
- p.108 Figure IV.16 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement réduit en fonction de la distance réduite – influence de  $Bo_p$  : points expérimentaux associés à la bille PA8 avec et sans SLES (resp.  $\beta = 0,37$  et  $\beta = 0,45$ ) et courbe théorique de Bart ( $\lambda = 10$ )
- p.111 Figure IV.17 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement en fonction de l'épaisseur réduite  $h/R = \frac{d}{R} - 1$  pour quelques valeurs de  $\lambda$ : zoom sur le régime de Taylor
- p.111 Figure IV.18 : Variations du coefficient de proportionnalité  $a_\lambda$  en fonction du rapport de viscosité,  $\lambda$  : comparaison entre la loi proposée et les valeurs de Bart
- p.114 Figure IV.19 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre  $(d - d_0)/R$  pour différentes valeurs de rapport de viscosité  $\lambda$  : cas de la bille PA8
- p.114 Figure IV.20 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre  $(d - d_0)/R$  pour différentes valeurs de rapport de viscosité  $\lambda$  : cas de la bille PS6
- p.115 Figure IV.21 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre  $(d - d_0)/R$  pour différentes valeurs de rapport de viscosité  $\lambda$  : cas de la bille PA12
- p.115 Figure IV.22 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre  $(d - d_0)/R$  pour différentes valeurs de rapport de viscosité  $\lambda$  : cas de la bille PA6
- p.116 Figure IV.23 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre  $(d - d_0)/R$  pour différentes valeurs de rapport de viscosité  $\lambda$  : cas de la bille PA4
- p.117 Figure IV.24 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre  $(d - d_0)/R$  : effet de  $\beta$ .  $Bo_p = 1,53$  et  $\lambda \cong 0$ .
- p.118 Figure IV.25 : Variation de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre dynamique  $(d - d_0)/R$  : effet de  $\beta$ .  $Bo_p = 0,67$  et  $\lambda = 0,1$
- p.118 Figure IV.26 : Variation de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre dynamique  $(d - d_0)/R$  : effet de  $\beta$ .  $Bo_p = 0,67$  et  $\lambda = 10$
- p.119 Figure IV.27 : Variation de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre dynamique  $(d - d_0)/R$  : effet de  $\beta$ .  $Bo_p = 0,67$  et  $\lambda = 100$



- p.120 Figure IV.28 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre  $(d - d_0)/R$  : effet de  $Bo_p$ . Billes d'acier,  $\beta = 0,54$ ,  $\lambda \simeq 0$
- p.120 Figure IV.29 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre  $(d - d_0)/R$  : effet de  $Bo_p$ . Billes de polyamide,  $\beta = 0,45$  et  $\lambda \simeq 1$
- p.121 Figure IV.30 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre  $(d - d_0)/R$  : effet de  $Bo_p$ . Billes PA8 avec SLES et sans SLES,  $\beta = 37$  et  $\beta = 0,45$ .  $\lambda = 10$
- p.121 Figure IV.31 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre  $(d - d_0)/R$  : effet de  $Bo_p$ . Billes de polyamide,  $\beta = 0,45$  et  $\lambda \simeq 100$
- p.133 Figure P.1 : Suggestion d'un montage permettant d'utiliser la technique interférométrique pour suivre simultanément le mouvement de la sphère et celui de l'interface
- p.135 Figure P.2 : Bille de polystyrène (de type PS6) en équilibre à l'interface : a) avant rupture du film : équilibre dynamique b) après rupture du film : équilibre statique.

## NOMENCLATURE

Symboles latins :

<b>A</b>	Constante de Hamaker
<b>b</b>	Plus grande dimension d'une particule de forme quelconque
<b>C</b>	Un coefficient qui dépend du type de paroi mais ne dépend pas de la forme de la particule (éq. I.8)
<b><i>c</i></b>	la courbure locale de l'interface
<b><math>C_{MA}</math></b>	coefficient de masse ajoutée
<b><math>C_P</math></b>	Coefficient de portance
<b>d</b>	Distance entre le centre de la particule et la paroi ou l'interface non perturbée
<b><math>d_i</math></b>	Flèche de l'interface
<b><math>d_0</math></b>	Distance finale entre le centre de la particule et la paroi ou l'interface non perturbée
<b>F</b>	Résultante des forces volumiques subie par le fluide
<b>F</b>	Force motrice
<b><math>F_A</math></b>	Poussée d'Archimède
<b><math>F_{f/p}</math></b>	Résultante des forces hydrodynamiques et hydrostatiques exercées par le fluide sur la particule
<b><math>F_G</math></b>	Poids de la particule
<b><math>F_H</math></b>	Force d'histoire de Basset-Boussinesq
<b><math>F_{p/s}</math></b>	Résultante des interactions physico-chimiques entre la particule et l'interface liquide/fluide
<b><math>F_P</math></b>	Force de portance
<b><math>F_{MA}</math></b>	Force de masse ajoutée
<b><math>F_T</math></b>	Force de traînée stationnaire
<b><math>F_T^\infty</math></b>	Force de traînée qui s'exercerait sur la particule dans un milieu infini
<b><math>F_{Tchen}</math></b>	Force de Tchen
<b><math>F_{vdW}</math></b>	Résultante des forces de Van der Waals
<b>g</b>	$\approx 9,8 \text{ m.s}^{-2}$ , accélération de la pesanteur terrestre
<b>h</b>	Distance de séparation entre la surface de la particule et la paroi ou l'interface
<b><math>h_{cr}</math></b>	Epaisseur critique du film
<b><math>h_{inv}</math></b>	Distance d'inversion
<b><math>h_m</math></b>	Hauteur du ménisque formé quand la sphère est à l'équilibre sur l'interface liquide/liquide
<b><math>H_c</math></b>	Hauteur de la cellule cylindrique
<b>i</b>	Intensité lumineuse au centre de la figure d'interférence
<b>l</b>	Plus petite distance qui sépare le centre de la particule de la paroi du conteneur
<b><math>l_c</math></b>	$= \sqrt{\frac{\sigma_{12}}{ \rho_1 - \rho_2 g}}$ , longueur capillaire de l'interface liquide/liquide
<b><math>m_f</math></b>	Masse de fluide déplacé par la sphère
<b><math>m_p</math></b>	Masse de la sphère solide
<b><i>n</i></b>	Vecteur unitaire particule/interface, normal à l'interface
<b>n</b>	Indice de réfraction du milieu
<b><math>\tilde{p}</math></b>	$= p - \rho_f \mathbf{g} \cdot \mathbf{x}$ , pression motrice
<b><math>p^*</math></b>	$= \frac{\mu_f V_\infty}{R}$ , la pression caractéristique en régime visqueux

$p_f$	Pression dynamique ; pression thermodynamique diminuée de la pression hydrostatique
$P_{stat}$	Pression hydrostatique exercée sur la surface de la particule
$r_c$	Rayon de la calotte sphérique adjacente au film liquide séparant la surface de la particule et l'interface liquide/fluide
$R, R_p$	Rayon de la particule
$\bar{R}$	$= \frac{2R_1R_2}{R_1 + R_2}$
$R_c$	Rayon d'un cylindre infini, rayon de la cellule cylindrique
$R_{cr}$	Rayon critique en deçà duquel les sphères ne traversent plus l'interface en mode tailing
$R_1, R_2$	Rayons de deux gouttes
$S_p$	Surface de la particule
$S_{p2}$	Surface de la calotte sphérique adjacente au film
$T$	Température
$V_f$	Vitesse du fluide à la position occupée par le centre de la particule
$V_{max}$	Vitesse maximale mesurée
$V_p$	Vitesse de la particule
$V_{Ta}$	Vitesse d'approche en régime de Taylor
$V_{Re}$	Vitesse d'approche en régime de Reynolds
$Vol_p$	$= \frac{4}{3}\pi R^3$ , volume de la particule
$Vol_{p2}$	Volume de la calotte sphérique en contact avec le film
$Vol_{p1}$	$= Vol_p - Vol_{p2}$
$V_\infty$	Vitesse terminale de la particule
$V_{\infty\_calculée}$	Vitesse terminale calculée par la formule de Stokes
$V_{\infty\_estimée}$	Vitesse terminale estimée expérimentalement par l'approche d'une surface solide par une particule
$W$	Potentiel d'interaction par unité de surface lié aux forces de Van der Waals
$W$	Distance de séparation entre la paroi supérieure et l'interface déformable (ou interface libre)

Symboles grecs :

$\delta$	Différence de marche entre deux faisceaux
$\delta_{inf}$	valeur de $(d - d_0)/R$ associée au point d'inflexion qui caractérise la transition entre le régime de Bart et le régime de Reynolds
$\Delta P_{Laplace}$	surpression de Laplace
$\lambda_{laser}$	Longueur d'ordre de la source Laser
$\lambda_S$	Longueur d'onde d'une onde plane monochromatique
$\mu_f$	Viscosité du fluide
$\mu_1$	Viscosité du fluide dans lequel la particule est immergée
$\mu_2$	Viscosité du fluide vers lequel la particule s'approche
$\theta_c$	angle du cône qui intercepte la calotte sphérique immergée dans le liquide 2 d'une particule en équilibre à l'interface liquide/liquide
$\rho_f$	Masse volumique du fluide
$\rho_p$	Masse volumique de la particule
$\rho_1$	Masse volumique du fluide dans lequel la particule est immergée
$\rho_2$	Masse volumique du fluide vers lequel la particule s'approche
$\sigma_{12}$	Tension interfaciale acier liquide/latier (liquide/fluide dans le cas général)
$\tau$	Temps de drainage
$\tau_c$	$= \frac{R}{V_\infty}$ , temps caractéristique associé au mouvement de la particule
$\tau_{def}$	temps caractéristique associé à la déformation de l'interface
$\tau_{diff}$	temps caractéristique associé à la diffusion de la quantité de mouvement
$\overline{\tau_f}$	le tenseur des contraintes visqueuses
$\tau_p$	$= \frac{2}{9} \frac{R^2}{\mu_f} (\rho_p + \rho_f/2)$ , temps de relaxation de la particule
$\omega$	pulsation

## Grandeurs adimensionnelles

$a_\lambda$	coefficient de proportionnalité de $\frac{V}{V_\infty}$ en fonction de $\frac{h}{R}$ en régime de Taylor
$Bo$	$\frac{R^2 \rho_1-\rho_2 g}{\sigma_{12}}$ , nombre de Bond
$Bo_p$	$= \frac{R^2 \rho_1-\rho_p g}{\sigma_{12}}$ , nombre de Bond modifié
$Bo_{p,cr}$	$= \left( \frac{R_{cr}^2 \rho_1-\rho_p g}{\sigma_{12}} \right)$ , nombre de Bond critique
$C'$	$= RC$ , courbure locale réduite
$Ca$	$= \frac{\mu_1 V_\infty}{\sigma_{12}}$ , nombre capillaire
$Cg$	$= \frac{\mu_1 V_\infty}{ \rho_1-\rho_2 gR^2}$ , nombre gravitationnel
$Ca_{eff}$	valeur effective de $Ca$ défini à partir de la vitesse instantanée de la particule
$Cg_{eff}$	valeur effective de $Cg$ défini à partir de la vitesse instantanée de la particule
$\overline{\mathbf{f}_1}$ et $\overline{\mathbf{f}_2}$	coefficients de frottement, tenseurs du second ordre
$f_{\parallel}$	coefficient de frottement, composante parallèle à la paroi ou à l'interface
$f_{\perp}$	coefficient de frottement, composante perpendiculaire à la paroi ou à l'interface
$f_3, f_4, f_8$	Valeur du coefficient de frottement à une distance égale à 3R, 4R et 8R respectivement
$N_{St}$	$= \frac{2R(\rho_p + \frac{1}{2}\rho_f)\ V_p - V_f\ }{9\mu_f}$ , nombre de Stokes.
$Re_p$	$= \frac{2R\rho_f V_\infty}{\mu_f}$ , nombre de Reynolds particulaire.
$T$	$= \tau_{def}/\tau_c$ , rapport d'échelles temporelles de Lee et Leal.
$\beta$	$= \frac{(\rho_1 - \rho_p)}{(\rho_1 - \rho_2)}$ , rapport des différences de densité
$\gamma_e$	$\cong 1,781$ , constante d'Euler
$\varepsilon$	$= 1/(Ca^{-1} + Cg^{-1})$ , paramètre composite de Berdan et Leal
$\lambda$	$= \frac{\mu_2}{\mu_1}$ , rapport des viscosités dynamiques



# TABLE DES MATIERES

Remerciements.....	i
Résumé.....	iii
Liste des tableaux.....	viii
Liste des figures.....	ix
Nomenclature.....	xv
<b>INTRODUCTION GÉNÉRALE.....</b>	<b>1</b>
<b>I. BASES THEORIQUES ET REVUE BIBLIOGRAPHIQUE.....</b>	<b>4</b>
I.1 Introduction.....	4
I.2 Les forces mises en jeu.....	5
I.2.1. Forces hydrostatiques et hydrodynamiques.....	6
I.2.2. Forces de surface.....	10
I.2.3. Conclusion.....	11
I.3 Mouvement au voisinage d'une paroi solide.....	12
I.3.1. Mouvement parallèle à une paroi solide.....	12
I.3.2. Mouvement perpendiculaire à une paroi solide.....	13
I.4 Mouvement au voisinage d'une interface liquide/fluide.....	15
I.4.1. Nombres adimensionnels.....	15
I.4.2. Approche d'une interface liquide/fluide : revue de la littérature.....	18
I.4.3. Franchissement d'une interface liquide/liquide : revue de la littérature.....	28
I.5 Conclusion.....	31
<b>II. METHODES EXPERIMENTALES.....</b>	<b>34</b>

II.1 Introduction.....	34
II.2 Montage photographique : interface glycérine/huile de silicone.....	35
II.2.1.Dispositif et matériaux.....	35
II.2.2.Procédure.....	39
II.2 Montage interférométrique : interface huile de silicone/mercure.....	43
II.3.1.La technique interférométrique.....	44
II.3.2.Montage optique.....	45
II.3.3.Procédure expérimentale.....	50
<b>III. RESULTATS EXPERIMENTAUX.....</b>	<b>55</b>
III.1 Introduction.....	55
III.2 Interface glycérine/huile de silicone – méthode photographique.....	56
III.2.1. Répétabilité.....	56
III.2.2. Effet de la taille de la sphère.....	60
III.2.3 Effet de la masse volumique.....	62
III.2.4 Effet de la viscosité de l’huile de silicone.....	64
III.2.5 Effet du tensioactif.....	67
III.2.6 Synthèse et valeurs moyennes.....	68
III.2.7.Mesure de la vitesse de Stokes.....	70
III.3 Comportement de particules en acier au voisinage d’une interface huile de silicone/mercure.....	74
III.4 Synthèse et conclusion.....	79
<b>IV. DISCUSSION.....</b>	<b>82</b>
IV.1 Valeurs des nombres adimensionnels.....	83
IV.2 Équilibre dynamique à l’interface.....	84
IV.2.1 Modélisation de l’équilibre dynamique.....	84



IV.2.1.1 Cas où $h_m = 0$ .....	86
IV.2.1.1 Cas où $h_m \neq 0$ .....	88
IV.2.2 Comparaison avec les résultats expérimentaux.....	88
IV.2.3 Application au cas des inclusions à l'interface métal liquide/laitier	97
IV.3 Interactions hydrodynamiques particule/interface pour $d \geq 2R$ .....	98
IV.4 Relaxation vers la position d'équilibre dynamiquement ( $d/R \lesssim 2$ ) .....	109
<b>CONCLUSION GENERALE</b> .....	125
<b>PERSPECTIVES</b> .....	132
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES</b> .....	137
<b>ANNEXE I</b> : Fonctions incluses dans l'expression de Bart.....	143
<b>ANNEXE II</b> : Points expérimentaux obtenus par le montage photographique.....	144
<b>ANNEXE III</b> : Coefficient de frottement $f_{//}$ calculées pour le montage photographique..	157
<b>ANNEXE IV</b> : Relaxation vers la position d'équilibre dynamiquement ( $d/R \lesssim 2$ ), figures supplémentaires.....	158



# INTRODUCTION GÉNÉRALE

La maîtrise de la propreté inclusionnaire représente un enjeu majeur pour les producteurs d'aciers, car elle conditionne la qualité du métal produit. En effet, la réduction du nombre et de la taille des inclusions permet de garantir de meilleures propriétés mécaniques et/ou surfaciques du produit final. Le contrôle de l'état inclusionnaire se fait à l'étape de métallurgie en poche, en aval du réacteur principal : convertisseur à oxygène ou four à arc (voir figure 1). À cette étape, l'amélioration de l'état inclusionnaire se fait par voie chimique afin de contrôler la composition et la taille des inclusions et par voie mécanique : transport des inclusions par flottation et par convection vers l'interface acier liquide/laitier, où elles sont capturées (voir figure 2).

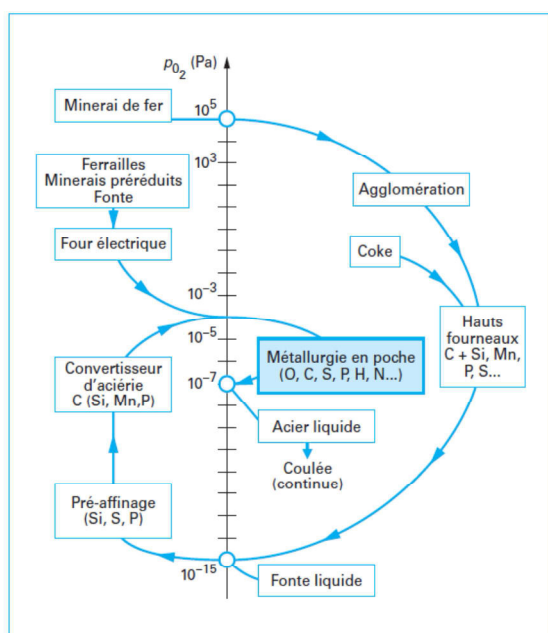


Figure 1 : Localisation de la métallurgie en poche dans l'enchaînement des procédés sidérurgiques. <sup>(1)</sup>

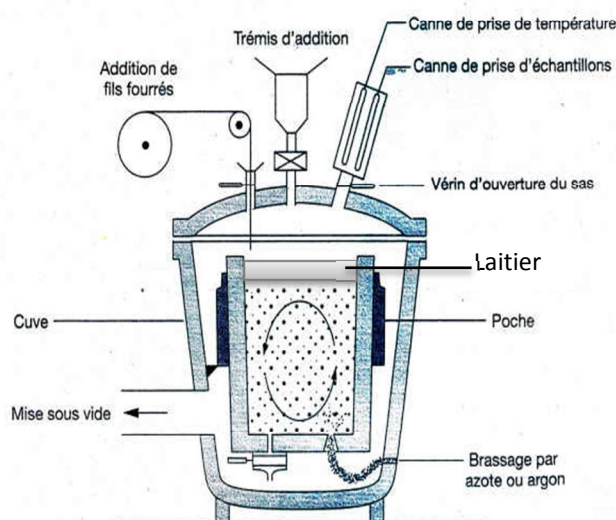


Figure 2 : Schéma d'une installation d'affinage en poche. <sup>(2)</sup>

Dans le cadre du projet CIREM<sup>1</sup> (Comportement des Inclusions dans le Réacteur Métallurgique), le LGPM<sup>2</sup> s'est essentiellement intéressé au transport et la capture des inclusions aux interfaces métal liquide/laitier ou métal liquide/atmosphère. Trois échelles interfaciales peuvent être distinguées : l'échelle mésoscopique associée à la *couche de surface*, l'échelle microscopique (de l'ordre de la taille des inclusions) associée aux *interactions hydrodynamiques* entre les inclusions et l'interface (*drainage du film* de métal liquide séparant l'inclusion du laitier ou du gaz) et l'échelle nanoscopique des interactions de surface qui conduisent à la rupture du film et à la capture proprement dite de l'inclusion à l'interface.

Le présent travail s'inscrit dans le cadre de l'étude à l'échelle microscopique associée à l'approche de l'interface par une inclusion et au drainage subséquent du film. Au voisinage de l'interface les inclusions poursuivent leur mouvement d'ascension sous l'effet de la gravité, étant moins denses que l'acier liquide, avant d'être ralenties par les interactions hydrodynamiques dues à la présence de l'interface. L'objectif de cette étude est de caractériser ces interactions hydrodynamiques par le biais d'une étude expérimentale à température ambiante utilisant des fluides transparents, afin de mettre en évidence l'effet des différents paramètres du système : viscosité des fluides, tension interfaciale, taille et densité des particules.

Dans un premier chapitre nous présenterons les bases théoriques de cette étude ainsi qu'une revue bibliographique.

Le deuxième chapitre est dédié à la description des dispositifs utilisés et les protocoles expérimentaux que nous avons suivis.

Les résultats bruts obtenus seront présentés au troisième chapitre avec une première analyse.

Le quatrième chapitre est une analyse approfondie des données expérimentales à la lumière des bases théoriques et en comparaison avec les travaux antécédents.

---

<sup>1</sup> Projet soutenu par l'Agence Nationale de la Recherche (projet : ANR06 MATPRO 0005)

<sup>2</sup> Laboratoire de Génie des Procédés et Matériaux, École Centrale Paris.



# CHAPITRE I

## BASES THÉORIQUES ET REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

### I.1. Introduction

Dans ce chapitre nous commençons par rappeler quelques bases théoriques : nous présentons tout d'abord les différentes forces subies par une particule en suspension dans un fluide et nous identifions celles qui ont un rôle prépondérant dans le système inclusion/acier liquide/laitier qui nous intéresse ; nous introduisons ensuite le coefficient de frottement qui intervient dans la force de traînée subie par une particule au voisinage d'une surface et nous présentons le cas particulier d'une paroi solide ; enfin, nous donnons le système d'équations qui régit le mouvement d'une particule au voisinage d'une interface déformable en régime de Stokes et nous en déduisons par une analyse dimensionnelle les nombres adimensionnels d'intérêt pour notre étude.

Dans un deuxième temps, nous effectuons une revue bibliographique concernant le comportement de particules au voisinage d'une interface liquide/fluide : mis à part quelques travaux liés au traitement en poche des métaux liquides, la plupart concerne le procédé de flottation en phase aqueuse (système solide/liquide/air).

Nous rappelons que la flottation est une technique de séparation utilisée couramment en minéralurgie et dans le traitement des eaux usées afin de séparer ou d'éliminer des particules en suspension. Cela se fait grâce à la capture des particules par les bulles de gaz (injectées dans le liquide ou formées *in situ*) et à leur transport jusqu'à l'interface liquide/fluide où les particules s'accumulent. La flottation a fait l'objet de nombreuses études qui ont permis, entre autres, de décrire le comportement d'une particule au fur et à mesure qu'elle s'approche d'une bulle<sup>(3) (4) (5)</sup>. La capture d'une particule par flottation se décompose en plusieurs étapes : (i) le ralentissement du mouvement relatif de la particule sous l'effet des interactions hydrodynamiques particule/bulle, (ii) le drainage du film liquide qui sépare la particule de la bulle, cette étape s'accompagnant d'un glissement de la particule à la surface de la bulle, enfin

(iii) la rupture du film sous l'action des forces de surface et la capture proprement dite de la particule.

Nous rapportons également des travaux liés à la coalescence des gouttes dans les émulsions. En effet, les phénomènes mis en jeu sont identiques. Le système solide/liquide/fluide qui nous intéresse est simplement remplacé par le système huile/eau/huile dans le cas d'une émulsion « huile dans eau ».

## I.2. Les forces mises en jeu:

Nous nous intéressons ici au cas d'une particule isolée s'approchant d'une paroi ou d'une l'interface liquide/fluide (voir Figure I.1). Les fluides considérés ont un comportement newtonien. La particule est solide et sphérique. On note  $V_p$  la vitesse de la particule,  $V_f$  la vitesse du fluide à la position occupée par le centre de la particule,  $d$  la distance entre le centre de la particule et la paroi ou l'interface non perturbée,  $h$  la distance de séparation entre la surface de la particule et la paroi ou l'interface.

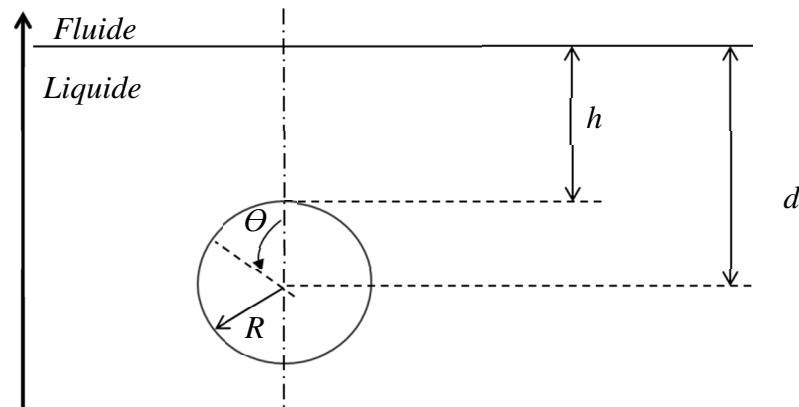


Figure I.1 : Particule s'approchant d'une interface : définition des notations.

La relation fondamentale de la dynamique pour une particule solide sphérique s'écrit dans le cas général:

$$\text{Équation I.1} \quad m_p \frac{dV_p}{dt} = \mathbf{F}_G + \mathbf{F}_{f/p} + \mathbf{F}_{p/s}$$

où les vecteurs sont désignés par des caractères gras,  $\mathbf{F}_G = m_p \mathbf{g}$  est le poids de l'inclusion,  $m_p = \frac{4}{3} \pi \rho_p R^3$  est la masse de la particule,  $\mathbf{F}_{f/p}$  est la résultante des forces hydrodynamiques et hydrostatiques (forces exercées par le fluide sur la particule),  $\mathbf{F}_{p/s}$  est la résultante des interactions physico-chimiques entre la particule et l'interface liquide/fluide.

Par la suite, nous introduisons plus précisément chaque force et nous les quantifions dans le cas du système inclusion/métal liquide/laitier. Pour ce faire, nous supposons que le métal liquide est stagnant ( $\mathbf{V}_f = \mathbf{0}$ ). La masse volumique des inclusions est de l'ordre de celle de l'alumine soit  $\rho_p \cong 3000 \text{ kg m}^{-3}$ . Industriellement, leur taille varie de moins d'un micromètre à quelques millimètres : nous nous intéresserons ici aux inclusions dont le diamètre équivalent est inférieur à 20 micromètres et les estimations seront faites avec  $R = 10 \text{ }\mu\text{m}$ . La masse volumique et la viscosité de l'acier liquide sont prises respectivement égales à  $\rho_f = \rho_1 \cong 7000 \text{ kg m}^{-3}$  et  $\mu_f = \mu_1 \cong 6 \cdot 10^{-3} \text{ Pa s}$  (ces ordres de grandeurs sont donnés par plusieurs auteurs pour des cas industriels : Strandh *et al.* <sup>(6)</sup>, Hassal et Mills (7), Valdez *et al.* <sup>(8)</sup>), la masse volumique et la viscosité du laitier à  $\rho_2 \cong 2500 \text{ kg m}^{-3}$  et  $\mu_2 = 0,2 \text{ Pa s}$  et la tension interfaciale acier liquide/laitier à  $\sigma_{12} = 1,3 \text{ N m}^{-1}$ .

### I.2.1. Forces hydrostatiques et hydrodynamiques :

La résultante des actions hydrostatiques et hydrodynamiques peut être décomposée en plusieurs contributions :

Équation I.2

$$\mathbf{F}_{f/p} = \mathbf{F}_A + \mathbf{F}_T + \mathbf{F}_{Tchen} + \mathbf{F}_P + \mathbf{F}_{MA} + \mathbf{F}_H$$

où  $\mathbf{F}_A$  est la poussée d'Archimède,  $\mathbf{F}_T$  est la force de traînée stationnaire,  $\mathbf{F}_{Tchen}$  est la force de Tchen,  $\mathbf{F}_P$  est la force de portance,  $\mathbf{F}_{MA}$  est la force de masse ajoutée et  $\mathbf{F}_H$  est la force d'histoire de Basset-Boussinesq. Nous allons exprimer ces différentes contributions en fonction des caractéristiques de l'écoulement non perturbé et préciser celles qui sont prédominantes.

*Poussée d'Archimède :*

La poussée d'Archimède est la résultante des forces de pression hydrostatique exercées par le fluide sur la particule. L'expression de cette force pour une sphère complètement immergée est équivalente au poids du volume de fluide déplacé :

Équation I.3

$$\mathbf{F}_A = -\frac{4}{3}\pi R^3 \rho_f \mathbf{g}$$

On appelle flottabilité, la résultante du poids et de la poussée d'Archimède s'exerçant sur la particule. La flottabilité constitue la force motrice de notre système.



*Force de traînée visqueuse stationnaire :*

Il s'agit de la résultante des forces de frottement visqueux exercées par le fluide sur la surface de la particule, dans le cas d'un écoulement permanent uniforme.

$$\mathbf{F}_T = \int_{S_p} (-p_f \mathbf{n} + \overline{\boldsymbol{\tau}}_f \mathbf{n}) dS$$

Où  $p_f$  est la pression dynamique que nous définissons ici comme la pression thermodynamique diminuée de la pression hydrostatique et  $\overline{\boldsymbol{\tau}}_f$  est le tenseur des contraintes visqueuses. L'expression mathématique de la force de traînée dépend du régime d'écoulement autour de la particule. Il est caractérisé par le nombre de Reynolds particulaire  $Re_p = 2R\rho_f \|\mathbf{V}_p - \mathbf{V}_f\| / \mu_f$ . En régime dit visqueux ou de Stokes, caractérisé par  $Re_p \ll 1$ , la résolution des équations de Stokes permet d'établir l'expression de la force de traînée pour une sphère solide :

$$\text{Équation I.4} \quad \mathbf{F}_T = -6\pi\mu_f R (\mathbf{V}_p - \mathbf{V}_f)$$

On peut définir alors la vitesse de Stokes,  $V_\infty$ , comme la vitesse de sédimentation de la particule isolée dans un fluide stagnant infini.  $V_\infty$  est donnée par :

$$V_\infty = \frac{2R^2(\rho_f - \rho_p)g}{9\mu_f}$$

Pour des inclusions de 10  $\mu\text{m}$  de rayon, la vitesse de Stokes théorique est égale à  $V_\infty \cong 0,1 \text{ mm/s}$ . On en déduit que le nombre de Reynolds particulaire associé,  $Re_p = \frac{2R\rho_f V_\infty}{\mu_f}$ , reste inférieur à  $3 \cdot 10^{-3}$ . Dans ces conditions, la force de traînée subie par les inclusions est convenablement décrite par la loi de Stokes (Eq. I.4).

Au voisinage d'une paroi ou d'une interface, la force de frottement visqueux exercée par le fluide augmente lorsque la particule s'approche de la paroi ou de l'interface (à vitesse relative fixée). Ce phénomène est lié au confinement de l'écoulement imposé par la paroi ou l'interface. L'augmentation du frottement est prise en compte en introduisant les coefficients de frottement  $\overline{\mathbf{f}}_1$  et  $\overline{\mathbf{f}}_2$  dans l'expression de la force de traînée :

$$\text{Équation I.5} \quad \mathbf{F}_T = -6\pi\mu_f R \overline{\mathbf{f}}_1 \mathbf{V}_p + 6\pi\mu_f R \overline{\mathbf{f}}_2 \mathbf{V}_f$$

$\overline{\mathbf{f}}_1$  et  $\overline{\mathbf{f}}_2$  sont des tenseurs du second ordre. Ils sont fonction de la distance réduite de la particule à la paroi (rapport de la distance à la taille de la particule). En absence de mouvement du fluide, seul le coefficient  $\overline{\mathbf{f}}_1$  est à prendre en compte. Lorsqu'il est exprimé

dans un repère cartésien d'axes normal et parallèles à la paroi ou l'interface, celui-ci s'écrit sous la forme simple suivante :

$$\overline{\mathbf{f}}_1 = \begin{pmatrix} f_{\parallel} & 0 & 0 \\ 0 & f_{\parallel} & 0 \\ 0 & 0 & f_{\perp} \end{pmatrix}$$

On peut remarquer que, dans le cas général, la force de traînée n'est pas colinéaire à la vitesse de particule sauf si son mouvement est strictement parallèle ou strictement perpendiculaire à la paroi.

*Force d'histoire :*

La force de Basset-Boussinesq, ou force d'histoire, traduit l'effet du retard provoqué par la diffusion visqueuse de la quantité de mouvement. En effet, la particule déplace une quantité de fluide, ce qui perturbe l'écoulement établi et un temps est donc nécessaire pour que le régime stationnaire soit retrouvé. Cette force s'exprime sous une forme intégrale retenant toute l'histoire de l'accélération de la particule, et donne une forme intégral-différentielle à l'équation du mouvement :

$$\mathbf{F}_H = 6\pi\mu_f R \int_0^t K(t-t') \left[ \frac{\partial}{\partial t'} \mathbf{V}_f + \mathbf{V}_p \cdot \nabla \mathbf{V}_f - \frac{d}{dt'} \mathbf{V}_p \right] dt'$$

Pour des nombres de Reynolds faibles ( $Re_p < 1$ ) :  $K(t-t') = \frac{R}{\sqrt{\pi \frac{\mu_f}{\rho_f} (t-t')}}.$

Dans le cas d'un liquide stagnant, la force de Basset se réduit à :

$$\mathbf{F}_H = -6\pi\mu_f R \int_0^t \frac{R}{\sqrt{\pi \frac{\mu_f}{\rho_f} (t-t')}} \frac{d}{dt'} \mathbf{V}_p dt'$$

Pour les inclusions en suspension dans l'acier liquide, le temps caractéristique associé à la diffusion de la quantité de mouvement est égal à :  $\tau_{diff} = \frac{R^2 \rho_f}{\mu_f} \cong 10^{-4} s$ . Le temps caractéristique d'approche d'une inclusion s'écrit  $\tau_c = \frac{R}{V_{\infty}}$ . Sachant que  $\frac{\tau_{diff}}{\tau_c} \approx Re_p \ll 1$ , on en déduit que la force d'histoire a une influence négligeable sur le mouvement des inclusions.

*Forces liées à l'inertie du fluide :*

*Force de masse ajoutée :*

Au cours de son mouvement, la particule déplace du fluide, une inertie supplémentaire provient donc de l'accélération de la masse de fluide déplacée. Cette inertie se traduit par la

force de masse ajoutée dont l'expression dans le cas général est donnée par l'équation suivante :

$$\mathbf{F}_{MA} = C_{MA} m_f \left( \frac{\partial}{\partial t} \mathbf{V}_f + \mathbf{V}_f \cdot \nabla \mathbf{V}_f - \frac{d}{dt} \mathbf{V}_p \right)$$

où  $C_{MA}$  est le coefficient de masse ajoutée et est égal à  $\frac{1}{2}$  pour une sphère en mouvement dans un milieu infini, et  $m_f = \frac{4}{3} \pi \rho_f R^3$  est la masse de fluide déplacé par la sphère.

En absence de mouvement du fluide, l'expression devient donc :

$$\mathbf{F}_{MA} = -\frac{1}{2} m_f \frac{d}{dt} \mathbf{V}_p$$

Le nombre de Stokes,  $N_{St}$ , permet de comparer les effets inertiels aux effets visqueux. Il s'écrit comme le rapport du temps de relaxation des particules,  $\tau_p = \frac{2R^2}{9\mu_f} (\rho_p + \rho_f/2)$ , au temps caractéristique d'approche,  $\tau_c$ .

$$\text{D'où : } N_{St} = \frac{2R(\rho_p + \frac{1}{2}\rho_f) \|\mathbf{V}_p - \mathbf{V}_f\|}{9\mu_f}$$

Dans le cas des inclusions sédimentant dans un métal liquide stagnant,  $\|\mathbf{V}_p - \mathbf{V}_f\| = V_\infty$  et le nombre de Stokes  $N_{St}$  est de l'ordre de  $3 \cdot 10^{-3}$ . On en déduit que l'inertie des inclusions et la force de masse ajoutée sont négligeables dans l'équation de la dynamique.

*Force de Tchen :*

Cette force représente l'action exercée par l'écoulement non perturbé sur le volume de fluide occupée par l'inclusion. Elle est calculée en intégrant les forces de pression exercée par le fluide non perturbé sur le volume de l'inclusion et en retranchant la contribution hydrostatique (qui correspond à la poussée d'Archimède). Ce terme ne fait intervenir que les caractéristiques du fluide et s'exprime comme suit :

$$\mathbf{F}_{Tchen} = m_f \left( \frac{\partial}{\partial t} \mathbf{V}_f + \mathbf{V}_f \cdot \nabla \mathbf{V}_f \right)$$

Dans le cas d'un fluide stagnant, la force de Tchen est nulle.

*Force de portance :*

La force de portance apparaît quand il existe un gradient de pression dans la direction orthogonale à celle du mouvement de l'inclusion. Ce gradient de pression peut provenir d'un mouvement de rotation de l'inclusion ou d'un écoulement cisailé du fluide porteur.

$$\mathbf{F}_P = C_P m_f (\mathbf{V}_f - \mathbf{V}_p) \wedge (\nabla \wedge \mathbf{V}_f)$$

où  $C_P$  est le coefficient de portance.  $C_P$  est toujours nul pour un écoulement de Stokes :  $Re_p = 0$ . Lorsque le fluide est stagnant, la force de portance est également nulle.

### I.2.2. Forces de surface :

Les forces dites de surface agissent quand la distance séparant la particule de l'interface liquide/fluide devient faible. Ces interactions peuvent provenir de plusieurs contributions dont nous présenterons deux principales : les forces de Van der Waals et la force de double couche<sup>(9)(10)(11)</sup>.

*Les forces de Van der Waals :*

Il s'agit essentiellement de la combinaison de trois types de forces distinctes :

- Forces de Keesom : interactions entre molécules polaires ; interactions de type dipôle permanent/dipôle permanent.
- Forces de Debye : interactions entre molécules polaires et molécules initialement apolaires ; interactions de type dipôle permanent/dipôle induit.
- Forces de London : interactions entre tous types de molécules, en particulier entre molécules apolaires ; interactions de type dipôle induit/dipôle induit.

Les interactions de Van der Waals entre une sphère et une surface plane donnent lieu à un potentiel d'interaction par unité de surface qui s'écrit pour  $h \ll R$  :  $W = \frac{-AR}{6h}$  où  $A$  est la constante de Hamaker, en Joules, qui dépend des matériaux mis en jeu<sup>(12)</sup>. La résultante des forces de Van der Waals peut donc s'écrire :

$$\mathbf{F}_{vdw} = \frac{-AR}{6h^2} \mathbf{n}$$

où  $\mathbf{n}$  est le vecteur unitaire particule/interface, normal à l'interface.

Le transfert d'une particule d'un milieu à un autre fait intervenir trois phases dont la nature détermine la valeur et le signe de la constante de Hamaker. Selon ce signe, la résultante des forces de Van der Waals peut être attractive ou répulsive. Dans le cas où les trois phases mis en jeu sont toutes différentes,  $A$  peut être positive ou négative. Dans le cas du traitement en poche de l'acier, deux parmi les phases présentes, à savoir les phases constituant l'inclusion et

le laitier, sont pratiquement de même nature chimique. Le transfert des inclusions du métal vers le laitier est dans ce cas énergétiquement favorisé et la constante de Hamaker est positive<sup>(12)</sup>. La force de Van de Waals entre la surface de l'inclusion, immergée dans l'acier liquide, et l'interface acier/laitier est attractive. La constante de Hamaker a été estimée à  $10^{-19}$  J dans le cas silice-métal-silice (Eichenlaub *et al*<sup>(13)</sup>), et alumine-métal-alumine (Gruy<sup>(14)</sup>). Notons que pour le système inclusion/acier liquide/laitier, les effets des forces de Van der Waals deviennent comparables aux effets gravitationnels pour des distances de séparation  $h$  inférieures à quelques dizaines de nanomètres.

#### *Force de double couche :*

La force de double couche est la résultante des interactions électrostatiques entre les charges présentes à la surface de la particule et à l'interface liquide/liquide. Il s'agit d'une force répulsive dont l'intensité est d'autant plus élevée que la charge de surface est grande. Dans un système aqueux, la portée de cette force, ou « épaisseur de double couche », est de l'ordre de la longueur de Debye, qui est une fonction croissante de la permittivité diélectrique du milieu et une fonction décroissante de la concentration en ion de ce dernier. Dans l'eau pure, cette longueur aurait une valeur de quelques dixièmes de micromètre. Cette valeur décroît rapidement quand le milieu est concentré en éléments porteurs de charges ; les effets électrostatiques sont alors écrantés par ces charges. Dans un métal liquide, milieu riche en électrons libres, la portée des forces de double couche est de l'ordre de la distance dite distance d'écrantage de Thomas-Fermi, c'est-à-dire de l'Angstrom<sup>(15)</sup>. Des charges électriques d'excès aux interfaces oxyde/métal liquide n'auront donc aucune incidence sur la dynamique de l'amincissement du film de métal liquide.

Les seules forces s'exerçant entre les deux faces d'un film de métal liquide seront les forces de Van der Waals. Celles-ci étant attractive, la rupture du film se fait dès que la portée de forces de Van der Waals est atteinte. Ainsi un film de métal liquide d'une épaisseur d'environ 50 nm se perce spontanément en quelques  $\mu\text{s}$ <sup>(16)</sup>.

### **I.2.3. Conclusion**

L'équation du mouvement d'une inclusion sédimentant dans un métal liquide stagnant se réduit à:

$$\text{Équation I.6} \quad \mathbf{0} = -6\pi\mu f_{\perp} R V_p - \frac{4}{3}\pi R^3 (\rho_f - \rho_P) g$$

tant que la distance de séparation entre l'inclusion et l'interface métal liquide/laitier reste supérieure à la portée des forces de surface (soit au plus quelques dizaines de nanomètres). Dans un milieu infini ou loin de toute paroi ou interface,  $f_{\perp} = 1$ . On retrouve alors l'expression de la vitesse terminale de Stokes,  $V_p = V_{\infty}$ . Lorsque l'inclusion s'approche d'une paroi ou d'une l'interface, le coefficient de frottement,  $f_{\perp}$ , croît et il diverge lorsque  $h \rightarrow 0$ . Expérimentalement, les variations de  $f_{\perp}$  peuvent être identifiées à l'aide d'un système modèle en mesurant  $V_p$  à différentes valeurs de la distance réduite  $h/R$  et en connaissant  $V_{\infty}$  :

Équation I.7 
$$f_{\perp} = \frac{V_{\infty}}{V_p}$$

### I.3. Mouvement au voisinage d'une paroi solide

Dans les cas réels, les fluides sont en général contenus dans un récipient : une particule en suspension interagit donc toujours même faiblement avec des parois. Dans les paragraphes suivants, nous donnons l'expression des coefficients de frottement,  $f_{\parallel}$  et  $f_{\perp}$ , dans des configurations de parois proches de notre dispositif expérimental, ce qui nous permettra par la suite de quantifier l'impact de la présence des parois sur la force de traînée subie par la particule.

#### I.3.1. Mouvement parallèle à une paroi solide

Des travaux théoriques donnent les variations de  $f_{\parallel}$  avec des conditions de validité différentes ; certains se limitent à des distances très faibles entre l'interface et la sphère (citons en particulier Haberman et Sayre <sup>(17)</sup>, Goldman *et al.* <sup>(18)</sup>, Chaoui et Feuillebois <sup>(19)</sup>). Une première équation pour des distances réduites supérieures à 1,04 a été donnée par Faxen et Dahl <sup>(20)</sup>. Ces différents travaux sont cités par Elimelech *et al.* <sup>(21)</sup> et de façon plus exhaustive par Happel et Brenner <sup>(22)</sup>. Nous retenons une formule « générale » présentée par Happel et Brenner <sup>(22)</sup> et par Clift *et al.* <sup>(23)</sup> donnant le coefficient de frottement dans le cas d'une particule de forme quelconque se déplaçant dans un fluide au repos avec une vitesse parallèle à la fois à l'un de ses axes principaux et à l'un des axes principaux du conteneur :

Équation I.8 
$$f_{\parallel} = \left[ 1 - \frac{CF_T^{\infty}}{6\pi\mu_f V_p l} + O\left(\frac{b}{l}\right)^3 \right]^{-1}$$

$F_T^\infty$  est la force de traînée qui s'exercerait sur la particule dans un milieu infini,  $b$  est la plus grande dimension de la particule,  $l$  est la plus petite distance qui sépare le centre de la particule de la paroi du conteneur et  $C$  est un coefficient qui dépend du type de paroi mais ne dépend pas de la forme de la particule. Ainsi, par exemple,  $C = 1,004$  pour une particule se déplaçant sur le plan médian entre deux parois planes parallèles,  $C = 0,6526$  pour une particule se déplaçant à un quart de la distance de séparation entre les deux parois planes et  $C = 2,10444$  pour une particule se déplaçant sur l'axe d'un cylindre

Dans notre étude, pour estimer l'influence des parois latérales du conteneur, nous suivrons les travaux de Nicolas Lecoq et nous utiliserons la formule plus précise de Bohlin qui donne le coefficient de frottement associée à une sphère se déplaçant sur l'axe d'un cylindre infini de rayon  $R_c$  <sup>(24)</sup>:

$$f_{\parallel} = 1 - \left[ 2,10444 \frac{R}{R_c} + 2,08877 \left( \frac{R}{R_c} \right)^2 - 6,94813 \left( \frac{R}{R_c} \right)^5 - 1,372 \left( \frac{R}{R_c} \right)^6 + 3,87 \left( \frac{R}{R_c} \right)^8 - 4,19 \left( \frac{R}{R_c} \right)^{10} \right]^{-1}$$

### I.3.2. Mouvement perpendiculaire à une paroi solide

Une paroi solide est une surface dite rigide du point de vue hydrodynamique, c'est-à-dire caractérisée par une condition de non-glissement du fluide : soit  $V_f(z = 0) = 0$  dans la cas d'une paroi d'équation  $z = 0$ . Pour ce cas particulier, Brenner <sup>(25)</sup> et Maude <sup>(26)</sup> ont établi une équation décrivant l'évolution du facteur de friction  $f_{\perp}$  au fur et à mesure que la sphère s'approche d'une interface indéformable rigide. Ceci est effectuée en résolvant l'équation de Stokes, avec la condition de non glissement, en coordonnées bipolaires. L'Équation I.9 donne la variation de  $f_{\perp}$  en fonction de la distance réduite particule-interface.

Équation I.9 
$$f_{\perp} = \frac{4}{3} \sinh \alpha \sum_{n=1}^{\infty} \frac{n(n+1)}{(2n-1)(2n+3)} C(n, \alpha)$$

où : 
$$C(n, \alpha) = \frac{2 \sinh((2n+1)\alpha) + (2n+1)^2 \sinh(2\alpha)}{4 \sinh^2((n+\frac{1}{2})\alpha) - (2n+1)^2 \sinh^2(\alpha)} - 1$$

et  $\alpha = \cosh^{-1} \left( \frac{d}{R} \right)$ .

Nous avons calculé les valeurs de  $f_{\perp}$  en fonction de la distance réduite à l'aide du logiciel MATLAB. La Figure I.2 présente la variation de  $1/f_{\perp}$  en fonction de la distance réduite  $d/R$ .

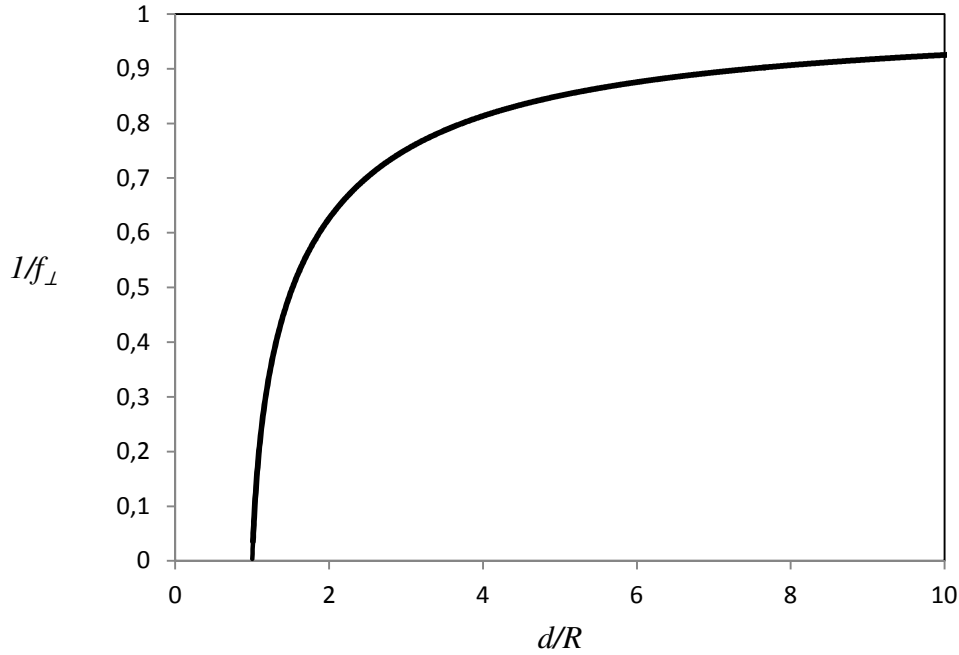


Figure I.2 :  $1/f_{\perp}$  en fonction de la distance réduite  $d/R$

Loin de l'interface (*i.e.* quand  $d \rightarrow \infty$ ) le coefficient  $f_{\perp}$  tends vers l'unité. Quand  $d/R$  tend vers 1, soit quand  $h/R = (d - R)/R$  tend vers 0,  $f_{\perp}$  tends vers  $\frac{1}{\frac{d}{R}-1}$ . Cette formule asymptotique est en accord avec le résultat obtenu dans l'approximation de la lubrification. Elle est généralement appelée loi de Taylor<sup>(9)</sup>. Notons que cette loi fournit un moyen de mesurer expérimentalement la vitesse de Stokes  $V_{\infty}$  en étudiant les variations de la vitesse de la particule près d'une paroi solide : dans la limite  $h/R \rightarrow 0$ , la vitesse de la particule varie linéairement avec  $h/R$  et le coefficient de proportionnalité est égal à  $V_{\infty}$ . Cette méthode est plus fiable que la mesure directe de la vitesse terminale de la particule placée dans un conteneur. En effet, la présence des parois (une distance particule/paroi supérieure à  $80R$  est nécessaire pour obtenir une erreur inférieure à 1%) et la convection naturelle ont très souvent un effet significatif sur la vitesse terminale qui est alors différente de  $V_{\infty}$ .

L'Équation I.9 a été validée expérimentalement par Adamczyk *et al.*<sup>(27)</sup> pour des distances  $\frac{d}{R}$  entre 1,05 et 10 à l'aide d'un montage permettant de photographier une particule solide sphérique au cours de son mouvement de translation, en particulier au voisinage d'une surface plane solide. Plus récemment Assou et Lecoq<sup>(28) (29) (30)</sup> ont utilisé une technique expérimentale basée sur l'interférométrie permettant de suivre le mouvement d'une sphère jusqu'à des distances très courtes ( $1 < \frac{d}{R} < 1,05$ ). Le principe de cette technique est décrit



dans le prochain chapitre. L'équation de Taylor pour une interface rigide est vérifiée jusqu'à des distances de l'ordre de la rugosité de la surface. Notons que l'Équation I.9 prévoit une traînée infinie aux faibles distances ce qui impliquerait que la particule ne touche jamais la surface. Dans la réalité, la rupture du film a lieu sous l'effet de la rugosité et/ou des forces de surface.

## I.4. Mouvement au voisinage d'une interface liquide/fluide

### I.4.1. Nombres adimensionnels

Nous allons déduire les nombres adimensionnels du système d'équations gouvernant le mouvement des fluides. Le mouvement d'un fluide newtonien incompressible est décrit par l'équation de Navier Stokes et l'équation de la continuité, respectivement

Équations I.10 a et b

$$\text{a) } \rho_f \left( \frac{\partial \mathbf{V}_f}{\partial t} + \mathbf{V}_f \cdot \nabla \mathbf{V}_f \right) = -\nabla p + \mathbf{F} + \mu_f \nabla^2 \mathbf{V}_f$$

$$\text{b) } \nabla \cdot \mathbf{V}_f = 0$$

L'indice  $f = 1$  désigne arbitrairement le fluide dans lequel se déplace la particule lors de son approche de l'interface, ce qui correspond à l'acier liquide dans le cas industriel et l'indice  $f = 2$  désigne le second fluide. La tension interfaciale entre les deux fluides est notée  $\sigma_{12}$ .

La première équation n'est autre que la relation fondamentale de la dynamique appliquée à une particule fluide, et la deuxième équation est l'équation de conservation de la matière.  $\mathbf{F}$  est la résultante des forces volumiques subie par le fluide. En régime visqueux, pour des nombres de Reynolds tendant vers 0 et pour un écoulement stationnaire, la première équation se réduit à l'équation de Stokes :

$$0 = -\nabla p + \rho_f \mathbf{g} + \mu_f \nabla^2 \mathbf{V}_f$$

où la force volumique subie par le liquide est ici son poids.

Afin que la gravité n'apparaisse que dans les conditions aux limites, on introduit la pression motrice  $\tilde{p} = p - \rho_f \mathbf{g} \cdot \mathbf{x}$ . On définit les variables adimensionnées  $\mathbf{x}' = \mathbf{x}/R$ ,  $t' = \frac{tV_\infty}{R}$ ,  $\mathbf{V}'_f = \frac{\mathbf{V}_f}{V_\infty}$

et  $p' = \frac{\tilde{p}}{p^*}$  où  $p^* = \frac{\mu_f V_\infty}{R}$  est la pression caractéristique en régime visqueux. Les équations de Stokes et de continuité s'écrivent alors :

$$\begin{aligned} \text{Équations I.11 a et b} \quad & \text{a) } \quad 0 = -\nabla p' + \nabla^2 \mathbf{V}'_f \\ & \text{b) } \quad \nabla \cdot \mathbf{V}'_f = 0 \end{aligned}$$

*Conditions aux frontières :*

On traduit tout d'abord que le fluide est immobile loin de l'interface. L'équation de l'interface non perturbée est  $x_3 = 0$ . Dans ces conditions, les conditions aux limites s'écrivent :

$$\lim_{x_3 \rightarrow +\infty} \mathbf{V}'_f = 0 \text{ et } \lim_{x_3 \rightarrow -\infty} \mathbf{V}'_f = 0$$

À la surface de la particule supposée « rigide » d'un point de vue hydrodynamique c'est-à-dire parfaitement adhérente, on écrit la condition de non pénétration et de non glissement du fluide par rapport à la surface de la particule soit, en l'absence de rotation de la particule :

$$\mathbf{V}'_f = \mathbf{V}'_p$$

À l'interface entre les deux liquides, les conditions de continuité de la contrainte tangentielle et de discontinuité de la contrainte normale liée à la loi de Laplace se résument en notation d'Einstein :

$$\left[ -p\delta_{ij} + \mu_1 \left( \frac{\partial V_i}{\partial x_j} + \frac{\partial V_j}{\partial x_i} \right) \right]_2 n_j - \left[ -p\delta_{ij} + \mu_2 \left( \frac{\partial V_i}{\partial x_j} + \frac{\partial V_j}{\partial x_i} \right) \right]_1 n_j = \sigma_{12} \mathcal{C} n_i$$

où  $\mathcal{C}$  est la courbure locale de l'interface et  $\mathbf{n}$  est le vecteur unitaire normal à l'interface sortant du fluide 1.

Notons que le cas où la viscosité  $\mu_2$  est nulle correspond au cas de la surface dite libre.

La relation précédente s'écrit en variables réduites :

$$\left[ -p'\delta_{ij} + \left( \frac{\partial V'_i}{\partial x'_j} + \frac{\partial V'_j}{\partial x'_i} \right) \right]_2 n_j - \left[ -p'\delta_{ij} + \lambda \left( \frac{\partial V'_i}{\partial x'_j} + \frac{\partial V'_j}{\partial x'_i} \right) \right]_1 n_j = \left[ \frac{1}{\text{Ca}} \mathcal{C}' + \frac{1}{\text{Cg}} z' \right] n_i$$

où  $\lambda = \frac{\mu_2}{\mu_1}$  est le rapport des viscosités dynamiques,  $z' = \frac{x_3}{R}$  est la coordonnée réduite dans la direction normale à l'interface non déformée et  $C' = RC$ .

On voit apparaître le nombre capillaire,  $Ca$  :

$$\text{Équation I.12} \quad Ca = \frac{\mu_1 V_\infty}{\sigma_{12}}$$

Et le nombre gravitationnel,  $Cg$  :

$$\text{Équation I.13} \quad Cg = \frac{\mu_1 V_\infty}{|\rho_1 - \rho_2| g R^2}$$

La vitesse  $V_\infty$  n'étant pas arbitraire mais égale à la vitesse de sédimentation de Stokes, on remarque que le nombre capillaire devient alors (en omettant le coefficient 2/9) un nombre de Bond, noté ici  $Bo_p$ , construit sur la différence de densité entre la particule et le liquide 1 :

$$Bo_p = \frac{R^2 |\rho_1 - \rho_p| g}{\sigma_{12}}$$

En outre, le nombre gravitationnel devient (en omettant le coefficient 2/9) le rapport de différence de densité,  $\beta$  :

$$\beta = \frac{(\rho_1 - \rho_p)}{(\rho_1 - \rho_2)}$$

La combinaison des nombres  $Ca$  et  $Cg$  permet de définir un deuxième nombre de Bond qui compare les effets gravitationnels aux effets capillaires lorsque l'interface entre les deux liquides est déformée d'une longueur caractéristique,  $R$ .

$$\text{Équation I.14} \quad Bo = \frac{R^2 |\rho_1 - \rho_2| g}{\sigma_{12}}$$

Une autre écriture possible de ce nombre est :  $Bo = \frac{R^2}{l_c^2}$ , où  $l_c$  est la longueur capillaire qui est la distance caractéristique en deçà de laquelle les phénomènes capillaires sont prépondérants

devant les phénomènes gravitationnels :  $l_c = \sqrt{\frac{\sigma_{12}}{|\rho_1 - \rho_2| g}}$ .

En analyse dimensionnelle, le théorème de Vaschy-Buckingham, ou théorème  $\Pi$  permet de prévoir le nombre de groupes adimensionnels permettant de décrire un système physique. Ce théorème s'énonce comme suit : « un système physique est régi par un nombre  $p$  de paramètres physiques (ici  $p = 7$  :  $(\rho_1 - \rho_p)g$ ,  $(\rho_1 - \rho_2)g$ ,  $R$ ,  $\sigma_{12}$ ,  $\mu_1$ ,  $\mu_2$  et  $d$ ), dépendant de

n unités fondamentales (ici  $n = 3$  : kg, m, s), peut être décrit à l'aide de  $k = p - n$  groupes adimensionnels ». Dans notre cas, on retrouve les  $k = 4$  nombres adimensionnels identifiés précédemment, qui sont :  $Bo_p$  (ou  $Bo$ ),  $\beta$ ,  $\lambda$ , et la distance réduite  $\frac{d}{R}$ .

#### I.4.2. Approche d'une interface liquide/fluide : revue de la littérature :

Nous nous attarderons dans ce qui suit, sur les principaux résultats des travaux portant sur l'approche et/ou la traversée d'une interface fluide/fluide, en particulier en régime visqueux, par une particule sphérique solide. Une première partie se focalisera sur l'étape de ralentissement de la particule sous l'effet des interactions hydrodynamiques et la suivante sur le drainage du film liquide. Parmi les rares modèles existant de comportement des inclusions à l'interface métal liquide/ laitier, ceux développés par Bouris et Bergeles<sup>(31)</sup> d'une part et Strandh *et al.*<sup>(6)</sup> d'autre part ne seront pas présentés ici car ils ne prennent pas en compte les interactions hydrodynamiques entre les inclusions et l'interface et ne décrivent pas le drainage du film.

##### *Ralentissement sous l'effet des interactions hydrodynamiques particule-interface :*

Une étude numérique en coordonnées bipolaires, similaire à celle de Brenner et Maude, a été effectuée par Bart (32). Les viscosités des phases présentes (la goutte sphérique indéformable, le fluide 1 et le fluide 2) sont variables et l'interface est considérée plane et indéformable. Une équation sous forme d'une série infinie a été établie exprimant la variation de  $f_{\perp}$  en fonction de la distance particule/interface et des viscosités des différentes phases. Le résultat obtenu pour une viscosité infinie de la particule (sphère solide) et des viscosités quelconques des deux autres phases est le suivant :

$$\text{Équation I.15} \quad f_{\perp} = \frac{4}{3} \sinh \alpha \sum_{n=1}^{\infty} \frac{n(n+1)}{(2n-1)(2n+3)} \left\{ \frac{X_n + \lambda Y_n}{V_n + \lambda T_n} - 1 \right\}$$

Avec  $X_n$ ,  $Y_n$ ,  $V_n$  et  $T_n$  des fonctions de  $n$  et de  $\alpha$ , données en Annexe I. Dans la limite  $\lambda \rightarrow +\infty$ , ce résultat est équivalent au résultat de Brenner et Maude pour une sphère solide approchant une surface adhérente indéformable présenté au paragraphe I.3.2. Également, en remplaçant  $\lambda$  par 0, le résultat de Bart permet de retrouver une autre équation établie par Brenner et Maude pour le cas d'une sphère solide approchant une surface libre indéformable<sup>(25) (26)</sup>. Dans ce cas, quand  $(d - R)/R$  tends vers 0,  $f_{\perp}$  tends vers  $\frac{1}{4\left(\frac{d}{R}-1\right)}$ . Les variations de  $f_{\perp}$  pour différentes valeurs du rapport de viscosité, calculées à partir de l'équation de Bart, seront

présentées dans le quatrième chapitre de cette thèse. Bart a noté un accord satisfaisant entre ses résultats théoriques (donnés par l'Équation I.15) et ses résultats expérimentaux à l'exception de (i) la bulle de gaz approchant une interface libre et de (ii) la particule solide approchant une paroi solide. Les écarts observés sont attribués respectivement à la déformation de l'interface et à la convection naturelle. Notons ici que les résultats de Bart permettent de conclure que le coefficient de frottement  $f_{\perp}$  augmente fortement quand la particule se rapproche de l'interface quel que soit le rapport de viscosité. De plus, la portée des interactions hydrodynamique particule/interface est d'autant plus grande que le rapport de viscosité est élevé.

Ces conclusions sont confirmées par des calculs analytiques menés ultérieurement par Lee *et al.* (33). Notons qu'ils étudient non seulement les mouvements de translation d'une sphère perpendiculairement et parallèlement à une interface fluide/fluide mais examinent également son mouvement de rotation. Cependant, la méthode utilisée est différente : les solutions proposées sont établies via le théorème de réciprocité de Lorentz<sup>(34)</sup> et ne sont valables que dans la limite  $\frac{d}{R} \gg 1$ . Les résultats obtenus dans le cas du mouvement normal à l'interface sont comparés à ceux de Bart et un bon accord est observé pour  $\frac{d}{R} \gtrsim 5$ .

Plusieurs travaux de Leal *et al.* ont succédé, cherchant à examiner des situations où la déformation de l'interface à l'approche de la sphère est de plus en plus importante. Les études traitant des plus fortes déformations de l'interface, seront présentées spécifiquement dans le prochain paragraphe. Nous rapportons tout d'abord les travaux de Berdan et Leal<sup>(35)</sup> dans lesquels les auteurs établissent des expressions semi-analytiques du coefficient de frottement dans la limite  $d/R \gtrsim 1$  et dans l'approximation des faibles déformations de l'interface. Dans leur étude, la vitesse de la particule est imposée. Dans ces conditions, les nombres adimensionnels du problème sont le nombre capillaire ( $Ca$ ), le nombre gravitationnel ( $Cg$ ) et le rapport de viscosité ( $\lambda$ ). Ils définissent un paramètre composite  $\varepsilon = 1/(Ca^{-1} + Cg^{-1})$ , d'autant plus faible que la déformation de l'interface est faible, et effectuent un développement asymptotique en  $\varepsilon$  de la déformation locale de l'interface et des champs de vitesse, de pression et de contraintes du fluide. Ils en déduisent des expressions semi-analytiques au premier ordre de la déformation de l'interface et des coefficients de frottement (pour les mouvements de translation parallèle ou perpendiculaire à l'interface et pour le mouvement de rotation). Les auteurs montrent que l'amplitude de la déformation de l'interface dépend peu du rapport de viscosité  $\lambda$  et qu'elle est en revanche très sensible à la

valeur du nombre de Bond ( $Bo = Ca/Cg$ ) (à valeur de  $\varepsilon$  fixée) : elle augmente quand le nombre de Bond diminue. Ils concluent que la différence de densité entre les deux fluides est plus efficace pour maintenir l'interface plane que la tension de surface. Corrélativement, une variation de la tension de surface conduit plutôt à un changement de la courbure de l'interface qu'à une augmentation de l'amplitude de la déformation.

Dans un second article<sup>(36)</sup> accompagnant le précédent, Lee et Leal étudient le mouvement (à vitesse imposée) d'une sphère normal à une interface déformable sans restriction sur l'amplitude de la déformation. Le mouvement de l'interface peut être instationnaire en ce sens que sa vitesse normale peut être non nulle et sa forme peut dépendre à tout instant de l'histoire des déformations. L'approche numérique utilisée s'appuie sur les potentiels hydrodynamiques de Ladyzhenskaya. Les auteurs examinent le cas où les forces de gravité sont les forces de rappel dominantes ( $Ca = \infty$ ) et montrent que le coefficient de frottement décroît lorsque  $Cg$  croît à valeurs de  $\lambda$  et  $d$  (distance à la position initiale de l'interface) fixées : ceci est dû à la plus grande déformation de l'interface (l'espace entre la sphère et l'interface est plus grand), ce qui facilite le drainage du film de liquide. Pour la même raison, à valeur de  $Cg$  fixée (égale à  $Cg = 1$ ), le coefficient de frottement décroît lorsque  $Ca$  croît. Les auteurs notent que pour  $Ca \geq Cg$ , la forme de l'interface dépend faiblement de la valeur de  $Ca$ . En revanche, lorsque  $Ca < Cg$ , le mécanisme de rappel dominant de l'interface est lié à la tension interfaciale et la forme de l'interface peut devenir très sensible aux variations de  $Ca$ . Notons que pour un grand nombre de leurs simulations, les auteurs ne présentent pas de résultats lorsque  $d/R$  devient inférieur à 1. Les auteurs introduisent ensuite un temps caractéristique associé à la déformation de l'interface que nous notons ici  $\tau_{def}$  (égal au rapport de la déformation maximale à la vitesse normale maximale de l'interface) et définissent le rapport d'échelles temporelles  $T = \tau_{def}/\tau_c$ . Les auteurs notent que  $T$  décroît lorsque  $d^{-1}$ ,  $\lambda$ ,  $Ca$  ou  $Cg$  décroît. Ils examinent les comportements limites lorsque  $T \ll 1$  (déformation quasistationnaire, vitesse normale de l'interface nulle) et  $T \gg 1$  (déformation nulle et vitesse normale de l'interface non nulle) : La comparaison avec les résultats prenant en compte les déformations instationnaires de l'interface montre que ces deux cas limites conduisent à une approximation satisfaisante de la force de traînée subie par la sphère bien qu'ils ne décrivent pas correctement la déformation de l'interface.

Plus récemment, Shannon *et al.*<sup>(37) (38)</sup> ont étudié spécifiquement le cas du mouvement d'une inclusion approchant une interface métal liquide/laitier. Contrairement aux travaux

précédents de Leal *et al.*, la particule subit une force constante et non plus une vitesse constante. L'approche est divisée en trois étapes auxquelles correspondent trois modèles : (i) loin de l'interface, l'inclusion n'interagit pas hydrodynamiquement avec l'interface et suit la loi de Stokes puis (ii) elle est ralentie sous l'effet des interactions hydrodynamique sans que l'interface soit déformée de façon significative, dans ce cas, le coefficient de frottement est décrit par la loi de Brenner et Maude. Enfin (iii) lorsque l'inclusion est très près de l'interface, la déformation de l'interface est prise en compte et le drainage du film de liquide est décrit dans l'approximation de la lubrification. Notons que la vitesse du fluide tangentielle à l'interface est supposée nulle (condition d'adhérence). Les résultats montrent que les inclusions sont d'autant plus retardées que leur taille est petite (donc que le nombre de Bond diminue). De plus, les auteurs notent que le retard est légèrement augmenté lorsque la tension interfaciale est diminuée. Cependant, les écarts observés (de l'ordre du pourcent voire inférieur) ne nous semblent pas significatifs (compte tenu des approximations effectuées).

De Villeneuve *et al.* <sup>(39)</sup> ont étudié expérimentalement le comportement d'une sphère solide et d'une goutte de même taille ( $R \approx 10\mu m$ ), au voisinage d'une interface liquide/liquide, en régime visqueux. La sphère solide et la goutte sont soumises à une force constante égale à la flottabilité. Le nombre de Bond « particulière »,  $Bo_p$ , est de l'ordre de 1 ou inférieur. Dans ces conditions, la sphère solide ou la goutte ne traverse l'interface qu'après drainage du film. Les variations de  $f_{\perp}$  en fonction de la distance réduite sont représentées sur la Figure I.3. Notons que  $h/R$  est la distance réduite séparant la sphère ou la goutte de l'interface déformée (respectivement non-déformée) dans le cas des données expérimentales (respectivement dans le cas de la courbe théorique). On observe que loin de l'interface, la vitesse de la goutte est légèrement supérieure à celle de la sphère solide en accord avec la loi de Rybczynski-Hadamard (qui prend en compte la circulation à l'intérieure de la goutte). Au voisinage de l'interface, les coefficients de frottement tendent vers le coefficient de frottement de Brenner et Maude dans le cas d'une surface libre. Ainsi, la nature de l'interface de la sphère en mouvement (rigide ou libre) semble peu affecter le coefficient de frottement (en revanche, il y a un facteur 4 entre le coefficient de frottement d'une particule rigide approchant une surface libre indéformable et une particule rigide approchant une surface rigide indéformable, lorsque  $h/R$  tend vers 0).

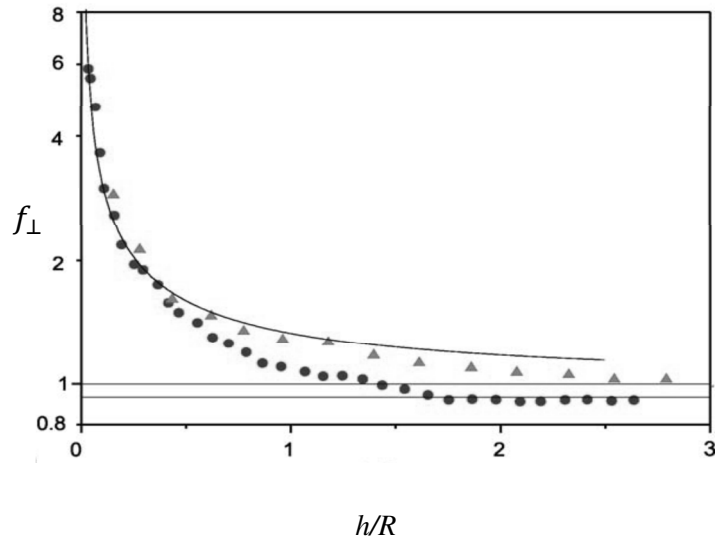


Figure I.3 : Variations du coefficient de frottement  $f_{\perp}$  en fonction de  $h/R$  : sphère solide (triangle pleins), goutte (disques pleins) et résultat théorique de Maude et Brenner pour une interface libre indéformable (ligne continue).<sup>(39)</sup>

#### *Drainage du film :*

Le drainage d'un film liquide séparant deux interfaces a été particulièrement étudié dans le contexte des émulsions puisque le drainage précède la coalescence proprement dite des gouttes. L'école bulgare de physicochimie colloïdale, autour d'Ivanov à l'Université de Sofia, a beaucoup travaillé sur ces phénomènes. Nous rapportons tout d'abord brièvement le scénario relatif à la coalescence de deux gouttelettes de liquide indicé 2 séparées par un liquide indicé 1 (voir Figure I.4). Ivanov<sup>(40)</sup> distingue 5 étapes (voir Figure I.5) : (i) mouvement des gouttelettes sans interaction entre elles (leur vitesse est alors donnée par la loi de Stokes) ; (ii) interaction hydrodynamique entre les gouttelettes faiblement déformées ; (iii) forte déformation des gouttelettes et, à partir de  $h_{inv}$ , distance dite d'inversion, formation d'un « dimple » (creux) dont le rayon croît ; (iv) disparition du dimple et formation d'un film de liquide quasi-plan ; (v) à une distance critique  $h_{cr}$ , rupture du film (formation d'un trou dans le film et expansion de ce trou jusqu'à coalescence) si les forces attractives (de type Van der Waals) l'emportent sur les forces répulsives (de type double-couche).



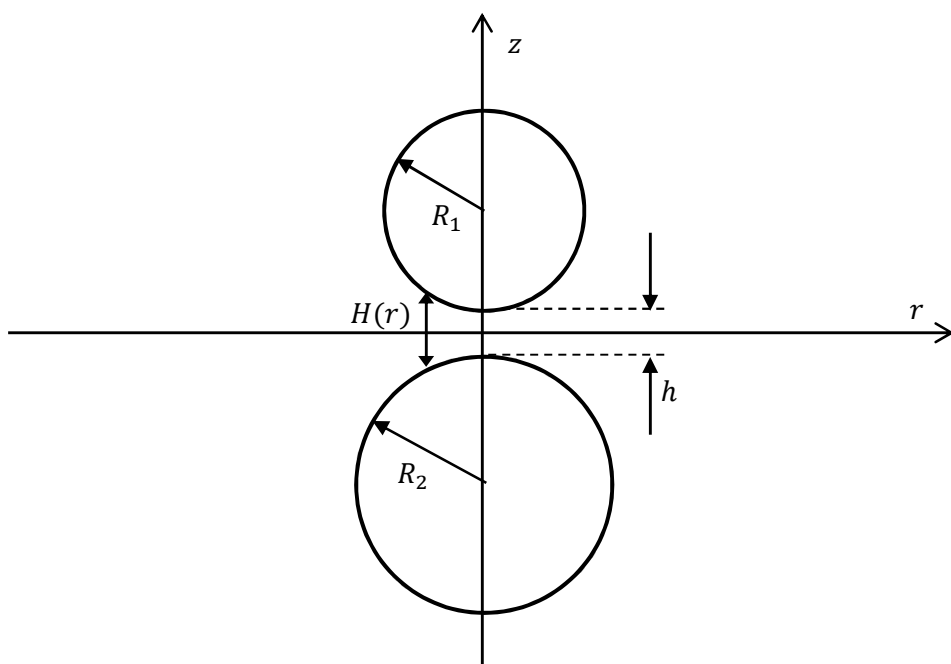


Figure I.4 : Approche mutuelle de deux gouttelettes en suspension dans un liquide : schéma de principe et variables associées.

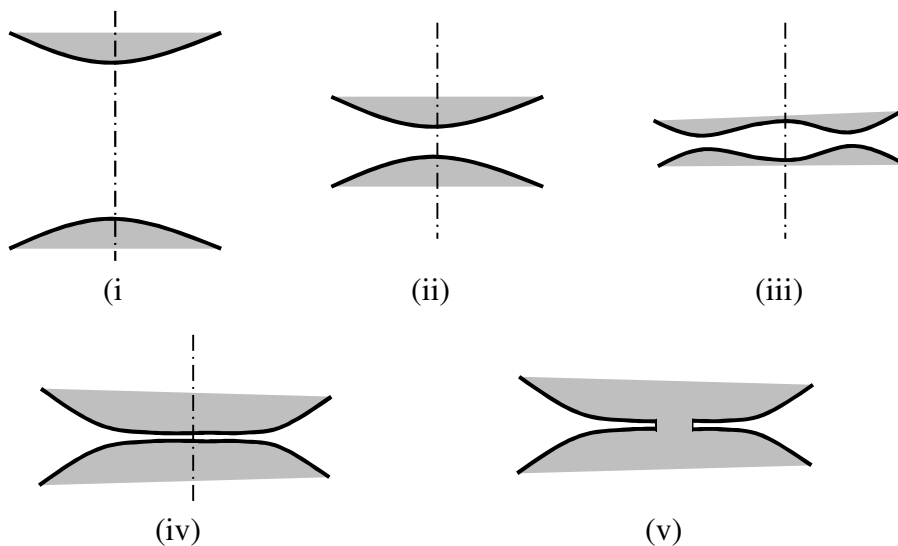


Figure I.5 : Principales étapes de formation et d'évolution d'un film de liquide entre deux gouttelettes en suspension – (i) approche des gouttes sans interaction hydrodynamique ; (ii) interaction hydrodynamique avec faible déformation des gouttes ; (iii) forte déformation et formation d'un dimple (creux au niveau de chaque goutte) ; (iv) disparition du dimple et drainage d'un film quasi-plan ; (v) rupture du film.

Lorsque la distance  $h$  entre les surfaces des gouttes est faible, soit  $h \ll R_1, R_2$  où  $R_1, R_2$  sont les rayons des gouttes, Kralshvsky et Nagayama <sup>(9)</sup> distinguent deux régimes de drainage, le régime de Taylor et le régime de Reynolds, selon que  $h$  est respectivement nettement supérieure ou nettement inférieure à l'épaisseur d'inversion  $h_{inv}$ . Notons que cette dernière est définie comme la distance à partir de laquelle la courbure des interfaces change. Plus précisément,  $h_{inv}$  est la distance de séparation pour laquelle  $\frac{\partial^2 H}{\partial r^2} = 0$  en  $r = 0$ ,  $H$  étant l'épaisseur locale du film de liquide séparant les deux gouttelettes (voir Figure I.4). Une estimation de  $h_{inv}$  est donnée par l'expression :  $h_{inv} = \frac{F}{2\pi\sigma_{12}}$  (Ivanov *et al.* <sup>(40)</sup>) où  $\sigma_{12}$  est la tension interfaciale des gouttes. Lorsque  $h$  est supérieure à  $h_{inv}$ , les gouttes sont faiblement déformées et la vitesse d'approche mutuelle  $(\frac{dh}{dt})$  est donnée par la loi de Taylor (les sphères sont supposées rigides au sens hydrodynamique du terme) :

$$\text{Équation I.16} \quad V_{Ta} = \frac{2hF}{3\pi\mu_1\bar{R}^2}$$

Où  $\mu_1$  désigne la viscosité de phase continue (dans laquelle baigne les gouttes) et  $\bar{R}$  est défini par  $\bar{R} = \frac{2R_1R_2}{R_1+R_2}$ .

Notons que dans notre cas, l'une des interfaces a un rayon infini, ce qui implique que  $\bar{R} = 2R$ . La force motrice est la flottabilité,  $\mathbf{F} = \frac{4}{3}\pi R^3(\rho_p - \rho_1)\mathbf{g}$ . On retrouve alors l'équation de Taylor présenté précédemment pour une sphère de rayon  $R$  approchant une interface plane rigide indéformable :  $V_{Ta} = \frac{hV_\infty}{R}$ .

Lorsque  $h \leq h_{inv}$ , les gouttelettes se déforment : un dimple (creux) apparaît, son rayon croît (les bords du dimple sont repoussés vers l'extérieur) et, enfin, il disparaît. Les gouttelettes sont alors séparées par un film quasi-plan d'épaisseur uniforme. Le drainage de ce film est bien représenté par la loi de Reynolds (établie dans la cadre de la théorie de la lubrification et décrivant le drainage d'un liquide « pressé » entre deux disques parallèles) et la vitesse d'amincissement du film  $(\frac{dh}{dt})$  est donnée par l'expression :

$$\text{Équation I.17} \quad V_{Re} = \frac{2h^3F}{3\pi\mu_1r_c^4}$$

On note que la vitesse est proportionnelle à la puissance cubique de la distance  $h$ .  $r_c$  est le rayon du disque formé par le film liquide séparant les deux interfaces. Un ordre grandeur

de  $r_c$  est donné par :  $r_c = \left(\frac{F\bar{R}}{2\pi\sigma_{12}}\right)^{1/2}$

Dans le cas où la résultante des forces de surface est attractive, le drainage (en régime de Reynolds) s'effectue jusqu'à rupture. Une estimation de l'épaisseur critique de rupture est donnée par : <sup>(41) (42)</sup>

$$h_{cr} = 0,268 \left( \frac{36\pi^3 A^2 r_c^4}{6.5F\sigma_{12}} \right)^{1/7}$$

Où  $A$  est la constante de Hamaker relative aux interactions de Van der Waals qui s'exercent entre les gouttes à travers la phase continue.

Lorsqu'on s'intéresse non plus à l'approche mutuelle de deux gouttelettes mais au cas d'une gouttelette de rayon  $R$  pressée contre une interface de grand rayon de courbure, on distingue deux scénarii limites de coalescence : <sup>(42)</sup>

(i) les petites gouttes (micrométriques) se déforment faiblement et conservent approximativement leur forme sphérique jusqu'à la coalescence. Dans ce cas, le drainage du film est bien décrit par la loi de Taylor et le temps de drainage,  $\tau$ , est obtenu facilement par l'intégration de l'Équation I.16 entre une épaisseur initiale  $h_0$  et l'épaisseur critique  $h_{cr}$  :

$$\tau = \frac{6\pi\mu_1 R^2}{F} \ln \left( \frac{h_0}{h_{cr}} \right)$$

Dans le cas où  $F$  est la flottabilité ( $F = \frac{4}{3}\pi R^3(\rho_2 - \rho_1)g$ ),  $\tau$  devient :

Équation I.18 
$$\tau = \frac{9\mu_1}{2|\rho_1 - \rho_2|gR} \ln \left( \frac{h_0}{h_{cr}} \right)$$

Où l'indice 1 désigne la phase continue et l'indice 2 la phase dispersée. On note que  $\tau$  est essentiellement inversement proportionnel à  $R$  (sachant que le terme logarithmique varie lentement avec  $R$ ).

(ii) Les grosses gouttes (submillimétriques) se déforment et un film quasi-plan d'épaisseur constante intervient. Le drainage est décrit par la loi de Reynolds et le temps de drainage est obtenu par l'intégration de l'Équation I.17, soit :

Équation I.19 
$$\tau = \frac{3\pi\mu_1 r_c^4}{4F} \left( \frac{1}{h_{cr}^2} - \frac{1}{h_0^2} \right)$$

En exprimant  $h_{cr}$ ,  $r_c$  en fonction de  $R$ , dans le cas où  $F$  est la flottabilité on obtient :

$$\tau = 4,088\mu_1\sigma_{12}^{-8/7}A^{-4/7}(|\rho_1 - \rho_2|g)^{5/7}R^{25/7}$$

Ainsi le temps de drainage d'une goutte est une fonction décroissante de son rayon,  $R$ , aux petites valeurs de  $R$  et une fonction croissante de son rayon au grandes valeurs de  $R$ .

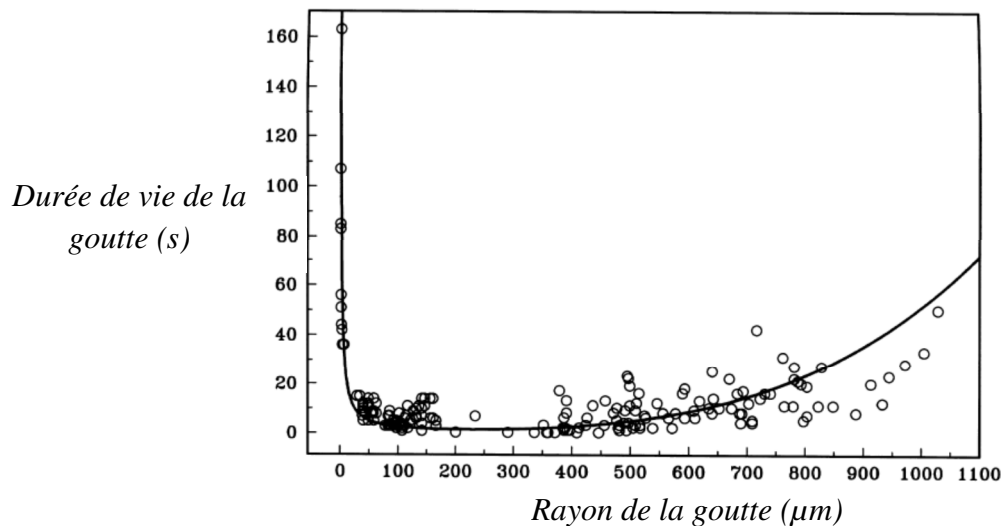


Figure I.6 : Variation de la durée de vie d'une goutte coalescente sur une interface liquide/liquide en fonction du rayon de la goutte (9).

Ce comportement non monotone a été confirmé expérimentalement par Basheva *et al.* <sup>(42)</sup> en mesurant la durée de vie de gouttes liquides au niveau d'une interface eau-huile. La durée de vie d'une goutte peut être assimilée au temps  $\tau$  défini précédemment nécessaire pour drainer le film d'eau séparant la goutte de la phase huileuse. Les variations de la durée de vie des gouttes d'huile en fonction de leur rayon sont représentées sur la Figure I.6. On note que pour des rayons inférieurs à 10  $\mu m$ , le temps de drainage croît rapidement quand le rayon diminue. Ceci correspond au régime de Taylor (sans déformation de l'interface). Quand  $R$  est supérieur à 300  $\mu m$ , le temps de drainage est une fonction croissante du rayon : c'est le régime de Reynolds. Enfin, un régime intermédiaire est visible où la durée de vie varie lentement avec le rayon.

Le cas particulier d'une sphère solide approchant une interface de grand rayon de courbure (une interface liquide/fluide initialement plane) a été essentiellement étudié par Hartland et ses collaborateurs. Plus précisément, ces auteurs ont examiné la phase de drainage dans le cas de sphères millimétriques. Pour ce faire, ils ont mis en œuvre deux méthodes : une méthode photographique, moyennant une adaptation d'indice de réfraction des deux liquides,

et une technique capacitive en mesurant la capacité électrique entre la surface de la particule et l'interface liquide/liquide. <sup>(43)</sup> <sup>(44)</sup> Il apparaît que le profil du film de liquide séparant la sphère rigide de l'interface liquide/liquide est symétrique par rapport à l'axe de translation (vertical) de la sphère. Il est plus fin sur le bord extérieur (voir figure I.7 et I.8) de façon analogue au « dimple » apparaissant entre deux gouttelettes approchant mutuellement. Le film peut également présenter un minimum secondaire se développant sur l'axe de translation. Notons que des profils analogues (« dimple ») ont été observés expérimentalement par Klaseboer *et al.* dans le cas de l'approche mutuelle de deux gouttes <sup>(45)</sup>.



Figure I.7 Film liquide séparant une sphère solide et une interface liquide/liquide : présence d'un minimum d'épaisseur en périphérie. <sup>(43)</sup>

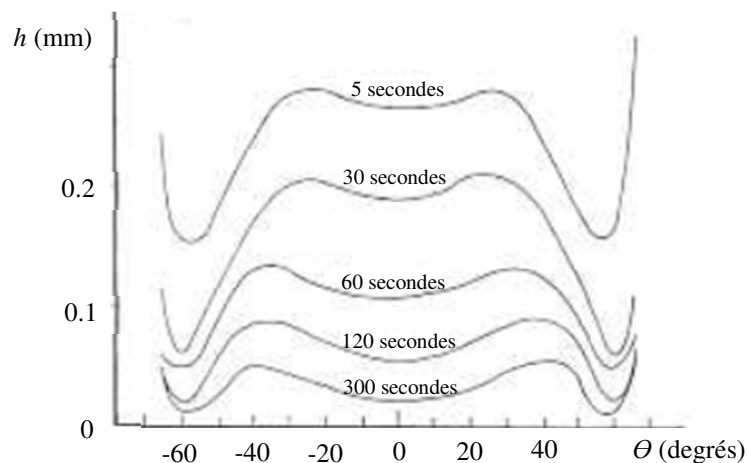


Figure I.8 : Évolution du profil d'une interface paraffine liquide / glycérine au cours de l'approche d'une sphère creuse en aluminium de rayon  $R = 0.6325 \text{ cm}$ . <sup>(43)</sup>

Hartland a développé un modèle qui permet de déterminer (i) la position dite d'« équilibre dynamique » de la sphère à l'interface (c'est-à-dire la position de la sphère lorsque le film est d'épaisseur négligeable devant le rayon de la sphère) (ii) la vitesse d'amincissement du film (hypothèse de film d'épaisseur constante, calcul en géométrie sphérique). Cette approche fournit une loi identique à la loi de Reynolds (Equation I.17) où l'aire du disque  $\pi r_c^2$  est remplacée par l'aire de la calotte sphérique englobant le film soit

$2\pi R^2(1 - \cos \theta_c)$ .  $\theta_c$  est l'angle du cône qui intercepte la calotte sphérique (voir figure ci-dessous).

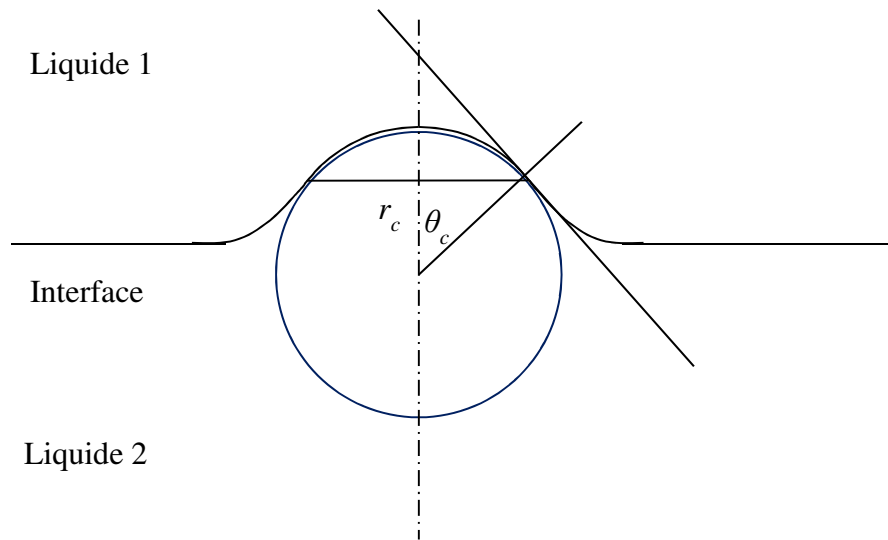


Figure I.9 : équilibre dynamique de la sphère à l'interface.

### I.4.3. Franchissement d'une interface liquide/liquide : revue de la littérature

Dans le cas où la sphère a une masse volumique inférieure (ou supérieure) à celles des deux liquides, elle peut traverser l'interface liquide/liquide. Il existe deux configurations possibles pour la traversée d'une interface par une particule sphérique: le 'drainage' et le 'tailing', schématisés sur la Figure I.10. La première configuration consiste en l'amincissement du film séparant la sphère de l'interface jusqu'à atteindre une épaisseur assez faible pour que le film se rompe (sous l'effet des forces de surface et des fluctuations de surface) et qu'une ligne triple se forme. Celle-ci se déplace ensuite à la surface de la sphère : démouillage du liquide 1 au profit du liquide 2. Ainsi, la particule franchit l'interface en étant finalement complètement mouillée par le liquide 2. Dans le deuxième cas, la ligne triple ne se forme pas, la particule reste enrobée d'un film du premier liquide et entraîne une colonne de ce liquide derrière elle (cette colonne peut se fragmenter ensuite en gouttelettes sous l'effet du développement d'une instabilité de type Plateau-Rayleigh).

Grossièrement, le mode de drainage a lieu lorsque le nombre de Bond modifié  $Bo_p$  est inférieur à 1, c'est-à-dire lorsque les forces de capillarité dominent. Le mode de « tailing » a

lieu lorsque  $Bo_p > 1$ , c'est-à-dire lorsque les forces de gravité (flottabilité de la particule) dominent.

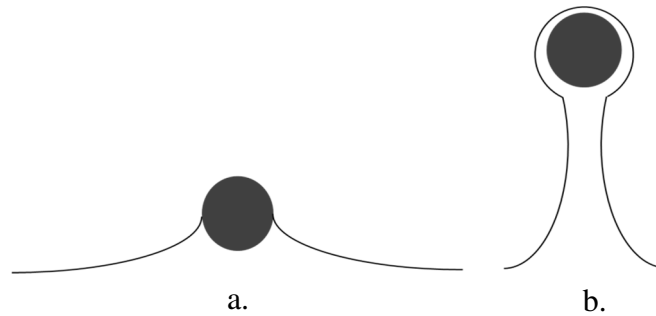


Figure I.10 : Franchissements d'interface dans la direction ascendante: a) drainage b) tailing.

Expérimentalement, le franchissement en mode de 'tailing' a été observé en régime inertiel ou faiblement inertiel par Maru *et al.* <sup>(46)</sup> et par Dietrich <sup>(47) (48)</sup> et en régime visqueux ( $Re_p \ll 1$ ) par Manga *et al.* <sup>(49) (50)</sup>, Pitois *et al.* <sup>(51)</sup> et Folter *et al.* <sup>(52)</sup>. Dans le cas spécifique de l'acier liquide, Larsen et Sordahl ont observé que les bulles entraînent une colonne de métal quand elles passent de l'acier vers le laitier <sup>(53)</sup>. Notons que dans leur étude mentionnée ci-dessus, Pitois *et al.* ont aussi examiné et quantifié le phénomène d'enrobage de la sphère (en mode de 'tailing') : il apparaît que la durée du franchissement et le volume de liquide emporté par la particule sont proportionnels à  $1/\ln(Bo_p)$  et  $\ln(Bo_p)$  respectivement.

Maru *et al.* ont étudié expérimentalement la transition entre les modes de drainage et de tailing : ils ont examiné la sédimentation de sphères (téflon, verre, aluminium ...) de taille millimétrique dans une phase légère (de type huile minérale) vers une phase lourde (mélange eau-glycérine). Ils observent l'existence d'un rayon critique,  $R_{cr}$ , en deçà duquel les sphères ne traversent plus l'interface en mode tailing et restent « bloquées » en mode de drainage au niveau de l'interface (position métastable analogue à l'équilibre « dynamique » défini par Hartland *et al.* <sup>(54)</sup>). Ils proposent la loi suivante pour rendre compte de leurs résultats

$$\text{expérimentaux : } Bo_{p,cr}^{1/2} = \left( \frac{R_{cr}^2 |\rho_1 - \rho_p| g}{\sigma_{12}} \right)^{1/2} = \frac{1.27}{(\beta - 1)^{1/2}}.$$

La transition entre les modes de drainage et de tailing a été étudiée numériquement en régime visqueux par Geller *et al.* <sup>(55)</sup>. Ils ont examiné d'une part le problème à vitesse constante imposée, d'autre part le problème à force imposée (sédimentation par exemple). Les simulations réalisées à vitesse imposée montrent que, lorsque les forces de rappel d'origine gravitationnelle et capillaire, qui tendent à maintenir l'interface plane, sont grandes, soit  $Ca$ ,  $Cg \ll 1$ , le franchissement s'effectue en mode de drainage. Lorsque  $Ca$  et  $Cg$  sont de l'ordre

de 0,1 ou supérieurs, le franchissement se produit en mode de tailing. Les auteurs notent que le rapport de viscosité  $\lambda$  ne joue pas sur le rappel de la surface mais essentiellement sur la vitesse de drainage du film liquide. Les simulations à force imposée montrent que la transition entre les modes de drainage et de tailing se produit à des valeurs de  $Ca$  et  $Cg$  plus élevées que celles correspondant au problème à vitesse imposée : les valeurs de  $Ca$  et  $Cg$  sont plutôt de l'ordre de 1. Geller *et al.* expliquent le décalage de la transition vers des valeurs plus élevée de  $Ca$  et  $Cg$  par le fait que la vitesse de la particule diminue à l'approche de l'interface : dans ces conditions, les valeurs effectives  $Ca_{eff}$  et  $Cg_{eff}$  définies à partir de la vitesse instantanée de la particule peuvent devenir inférieures à 0,1 alors même que les valeurs de  $Ca$  et  $Cg$  caractéristiques du système et définies avec la vitesse de Stokes de la particule (donc loin de l'interface) est de l'ordre de 1. Les auteurs notent également un effet du rapport de viscosité sur la transition : ainsi, le mode de tailing est observé pour le cas défini par  $Ca = 1$ ,  $Cg = 1$  et  $\lambda = 10$  alors que le mode de drainage est observé pour le cas défini par  $Ca = 1$ ,  $Cg = 1$  et  $\lambda = 1$ . La loi proposée par Maru *et al.* ne permet pas de rendre compte d'un tel effet et prévoit que le mode de drainage ne peut pas être observé si  $Ca = 1$  et  $Cg = 1$ . Les auteurs notent enfin que lorsque la masse volumique de la particule est intermédiaire entre celle des deux liquides, le mode de franchissement (en régime de visqueux et force imposée) est nécessairement le drainage.

Les prédictions de Geller *et al.* sont partiellement confirmées par les résultats expérimentaux obtenus ultérieurement par Folter *et al.* <sup>(52)</sup> dans le cas de particules plus lourdes que les deux liquides. Dans leurs expériences, l'interface est obtenue par démixtion d'un mélange colloïde/polymère en une phase riche en polymère et pauvre en colloïde (phase colloïdale « gazeuse») et une phase pauvre en polymère et riche en colloïdes (phase colloïdale « liquide »). Il faut noter que lorsque les particules sphériques (de l'ordre de quelques micromètres de rayon) sédimentent dans la phase colloïdale gazeuse, elles sont couvertes d'un film de phase colloïdale liquide. Les auteurs observent le mode de drainage pour  $Bo_p < 1$  et le mode de tailing pour  $Bo_p > 4$ . Ils définissent en outre un nouveau mode dit « V » pour des valeurs modérées du nombre de Bond modifié  $Bo_p$ , de l'ordre de 2 à 3 : dans ce cas, la particule n'entraîne pas de colonne de la première phase derrière elle. Cependant, la particule emporte à sa surface des gouttes de la première phase (gaz de colloïdes). Ces gouttes se séparent ultérieurement de la particule lors de son mouvement dans la deuxième phase.



## I.5. Conclusion :

Dans ce chapitre, nous avons tout d'abord présenté les différentes forces subies par une particule sphérique en suspension dans un liquide. Nous avons montré que pour des inclusions non browniennes de diamètre inférieur à 20  $\mu\text{m}$ , les effets inertiels sont négligeables et l'écoulement à l'échelle de la particule est visqueux (régime de Stokes,  $Re_p \ll 1$ ). Dans ces conditions, les forces prépondérantes sont la flottabilité, la force de traînée et éventuellement les forces de Van der Waals si la distance de séparation inclusion/laitier est de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres ou inférieure. Loin de l'interface, la force de traînée est décrite par la loi de Stokes. Près de l'interface, les interactions hydrodynamiques particule/interface modifient la force de traînée. Nous nous intéressons précisément à la région de l'espace où la particule interagit hydrodynamiquement avec l'interface alors que les forces de surface restent négligeables.

Les nombres adimensionnels qui caractérisent une inclusion sédimentant vers l'interface métal liquide/laitier sont le nombre de Bond modifié,  $Bo_p$ , le rapport des différences de densité,  $\beta$  et le rapport de viscosité  $\lambda$ . Les inclusions ayant une masse volumique intermédiaire entre celle du métal liquide et celle du laitier ( $\beta < 1$ ), elles traversent a priori l'interface après drainage du film de métal liquide qui les sépare du laitier : c'est le mode de drainage par opposition au mode de « tailing » où l'inclusion entrerait dans le laitier, enrobée d'une couche de métal liquide. Pour la gamme de taille d'inclusions étudiée ( $Bo_p \ll 1$ ), le drainage du film s'effectue essentiellement en régime de Taylor puisque l'épaisseur d'inversion (définissant la transition entre le régime de Taylor et le régime de Reynolds) est très inférieure à l'épaisseur critique de rupture du film. Le temps de drainage estimé à partir de l'Équation I.18 est de l'ordre de 0,5 s.

Les interactions hydrodynamiques particule/interface sont souvent prises en compte en introduisant dans la loi de Stokes un coefficient de frottement. On a montré que dans le cas spécifique d'une particule sédimentant vers l'interface, les variations de sa vitesse sont étroitement liées aux variations du coefficient de frottement avec la distance de séparation particule/interface. L'objectif du chapitre suivant est donc de (i) définir un système modèle transparent opérant à température ambiante et représentatif du système métallurgique, (ii) développer un dispositif permettant de mesurer les variations de vitesse d'une particule sédimentant vers une interface pour en déduire les variations du coefficient de frottement,  $f_L$ , en fonction de la distance de séparation particule/interface,  $d/R$ . Le système modèle choisi

doit vérifier les conditions  $Re_p \ll 1$  et  $\beta < 1$  et permettre d'étudier l'effet des paramètres  $Bo_p$ ,  $\beta$  et  $\lambda$  sur les variations de  $f_{\perp}$  en fonction de  $d/R$ .



## CHAPITRE II

### MÉTHODES EXPÉRIMENTALES

#### II.1 Introduction

L'approche d'une interface liquide/liquide initialement plane par une sphère solide est étudiée en utilisant deux dispositifs différents et complémentaires. Le premier dispositif est l'outil expérimental principal de ce travail. Son principe consiste à filmer le mouvement de la particule à l'aide d'une caméra rapide et d'un objectif Macro et d'analyser les images obtenues pour en déduire la variation de la vitesse en fonction de la distance particule-interface.

Le deuxième montage est un moyen supplémentaire qui a été exploité au laboratoire de Physique et Mécanique des Milieux Hétérogènes de l'ESPCI<sup>1</sup>. La technique employée consiste à insérer la particule dans un système interférométrique de telle sorte que son déplacement change l'état d'interférence observé. Un viseur optique permet de transformer le signal lumineux en un signal électrique périodique dont la fréquence varie proportionnellement à la vitesse instantanée de la particule.

Nous décrivons en détail ces deux dispositifs et les procédures expérimentales correspondantes dans les deux paragraphes de ce chapitre. Le premier système sera désigné par « montage photographique » et le second par « montage interférométrique ».

---

<sup>1</sup> Ecole Supérieure de Physique et Chimie Industrielle

## II.2 Montage photographique : interface glycérine / huile de silicone

Le dispositif et la procédure expérimentale décrits dans cette section ont été conçus et développés au sein du LGPM avec comme objectif d'avoir un moyen expérimental permettant de faire varier plusieurs paramètres tout en respectant la condition d'un faible nombre de Reynolds et en ayant la possibilité de faire varier un seul nombre adimensionnel à la fois, parmi ceux que nous avons établi au chapitre précédent.

Plusieurs travaux nous ont servi de références pour le développement de ce montage, notamment les travaux de Huai Zhi Li et *al.*<sup>(48)(56)</sup> sur le franchissement d'une interface liquide-liquide par une sphère solide. Néanmoins, le montage et le protocole expérimental que nous présentons ici sont inédits à notre connaissance. De nombreuses modifications successives ont permis d'améliorer progressivement la répétabilité des résultats avec une connaissance quantitative des diverses sources d'erreur.

Nous présenterons d'abord le montage et la nature des particules et des liquides utilisés. Ensuite nous décrirons la procédure expérimentale et la méthode de traitement des données. Bien que l'objet principal soit l'étude du mouvement d'une sphère au voisinage d'une interface liquide/liquide, nous avons aussi fait des essais dans le cas de l'approche d'une paroi solide afin d'en déduire une mesure précise de la vitesse terminale  $V_\infty$  des particules.

### II.2.1. Dispositif et matériaux

Le cœur du montage expérimental est une colonne en verre à section carrée de 150 *mm* de côté et de 250 *mm* de hauteur, contenant deux liquides immiscibles (Voir le schéma du montage expérimental sur la Figure II.1). Un tube d'introduction fixe, contenant uniquement du liquide inférieur, permet d'introduire les sphères au fond de la colonne, sans qu'elles ne soient mouillées par le liquide supérieur. Le mouvement ascendant des sphères, sous l'effet de la gravité, est suivi à l'aide d'une caméra rapide. Celle-ci est placée latéralement au niveau de l'interface.

#### Dimensionnement :

La largeur de la colonne est telle que la distance particule – paroi latérale soit supérieure à  $10 \times R$ , qui est une condition permettant de réduire l'effet des parois latérales sur le mouvement des sphères.

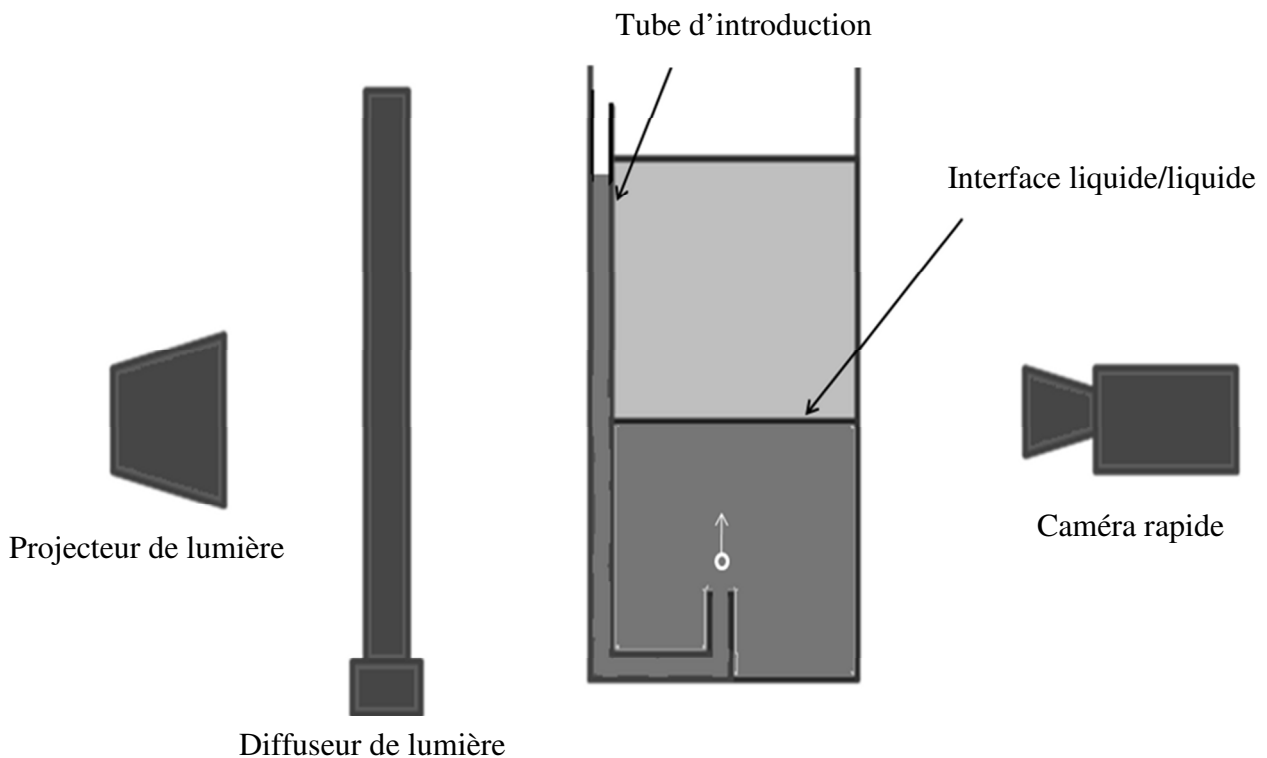


Figure II.1 : Schéma du montage expérimental.

La hauteur de la phase lourde permet de garantir pour toutes les particules d'atteindre leur vitesse terminale d'ascension, avant de ralentir sous l'effet des interactions hydrodynamiques avec l'interface liquide/liquide ; ceci revient à une longueur de parcours totale supérieure à  $20 \times R$  dans la phase lourde (cette condition est vérifiée pour tous les cas à l'exception des particules de rayon  $R = 6 \text{ mm}$ ). Par ailleurs, la hauteur de la phase légère est supérieure à  $10 \times R$  afin de réduire toute contribution éventuelle de l'interface libre (liquide/air).

### Liquides

La phase lourde est la glycérine (Glycérol 98% de Carl Roth), et la phase légère est de l'huile de silicone : plusieurs huiles avec différentes viscosités ont été utilisées (Huiles de silicone M3, M100, M1000, M10000 et M100000 de Carl Roth). Nous avons ainsi la possibilité de faire varier le rapport de viscosité  $\lambda$  sans modifier la nature du liquide inférieur, ce qui nous permet notamment de maintenir une valeur faible du nombre de Reynolds.

Les valeurs de viscosité et de masse volumique à  $25^\circ\text{C}$  des huiles utilisées et de la glycérine sont présentées dans le Tableau II.1 ci-dessous. On suppose que les deux liquides sont parfaitement immiscibles et que la viscosité de chaque phase est identique à celle du liquide seul.

Les huiles de silicones ont une excellente stabilité thermique de la viscosité (une variation de 5°C entraîne une variation relative de la viscosité de moins de 5%) tandis que la viscosité de la glycérine dépend fortement de la température. En effet, une augmentation de 5°C engendre une diminution de la viscosité de 35%. La variation de la viscosité de la glycérine en fonction de la température, représentée sur la Figure II.2 a été mesurée à l'aide d'un rhéomètre à rotation (Rotovisco1, THERMO HAAKE).

Liquide		Masse volumique à 25°C ( $kg\ m^{-3}$ )	Viscosité dynamique à 25°C ( $Pa\ s$ )
Huiles de silicone	M3	910	$3,3\ 10^{-3}$
	M100	980	0,098
	M1000		0,98
	M10000		9,8
	M100000		98,0
Glycérine		1260	1,1

Tableau II.1 : Masses volumiques et viscosités des liquides.

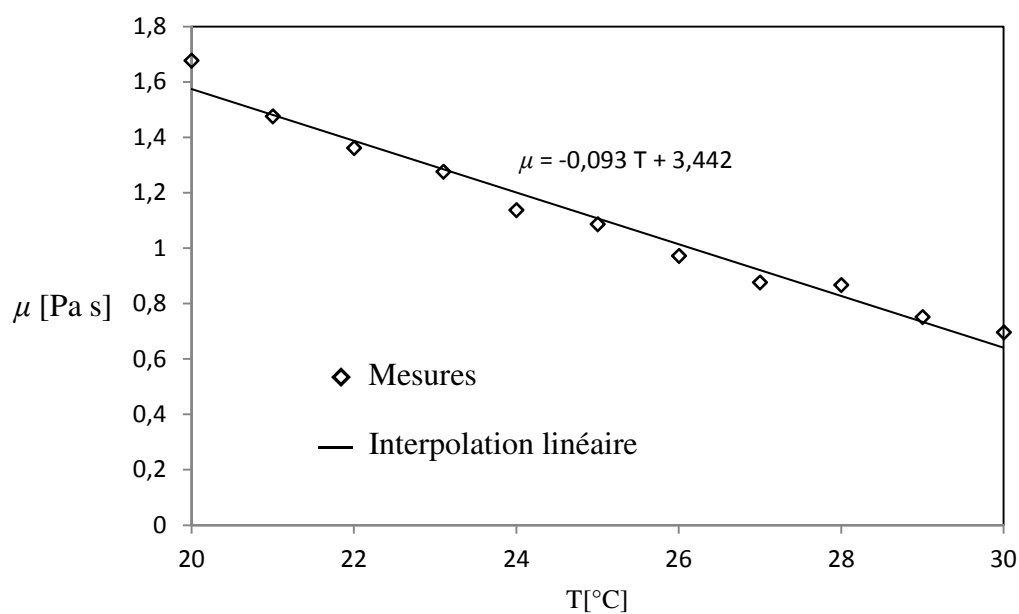


Figure II.2 : Variation de la viscosité dynamique de la glycérine en fonction de la température.

Par ailleurs, pour faire varier la tension interfaciale, nous avons utilisé le tensio-actif anionique SLES (STEOL CS-170 UB de Stepan Company) qui est un tensio-actif très visqueux et miscible avec la glycérine. Mélangé avec celle-ci, le SLES (Sodium Lauryl Ether Sulfate) permet d'avoir une phase transparente avec une viscosité proche de celle de la glycérine (à 25°C  $\mu'_1 = 0,9 Pa s$  pour un mélange à 5% de SLES et  $\mu'_1 = 1,1 Pa s$  pour 20% de SLES) tout en réduisant considérablement la tension interfaciale huile de silicone/glycérine : 3000 ppm en masse de SLES, permettent de réduire la tension interfaciale de 45% (Manglik *et al.*<sup>(57)</sup>). Notons que le mélange transparent est obtenu en chauffant la solution à 50°C et que la phase obtenue reste transparente et homogène après refroidissement. La masse volumique du mélange glycérine-SLES5% est également proche de celle de la glycérine pure et vaut :  $\rho'_1 = 1225 Kg m^{-3}$ .

La tension interfaciale huile de silicone/glycérine est supposée indépendante de la viscosité de l'huile de silicone et a été mesurée à l'aide d'un tensiomètre à goutte Tracker, par la méthode de la goutte ascendante. La valeur de la tension interfaciale huile de silicone/glycérine mesurée est  $\sigma_{12} = 19,30 mN m^{-1} \pm 0,76 mN m^{-1}$ . Tandis que la tension interfaciale huile de silicone/mélange glycérine-SLES 5% vaut  $\sigma'_{12} = 5,29 mN m^{-1} \pm 0,30 mN m^{-1}$ .

### Les particules

Les particules utilisées sont des sphères en polymère de taille millimétrique (diamètres variant de 4 mm à 12 mm) en polyamide (Tardy-Rollet) ou en polystyrène (Polyscience). Ces particules étant de densités intermédiaires entre celles des deux liquides, elles suivent un mouvement vertical ascendant dans la glycérine sous l'effet de la poussée d'Archimède avant de ralentir au voisinage de l'interface et de s'immobiliser entre les deux phases. Les particules ont été pesées à l'aide d'une balance précise et leurs rayons mesurés à l'aide d'un pied à coulisse. Les masses volumiques et les rayons mesurés sont donnés au Tableau II.2 ci-dessous. Chaque bille est désignée par sa nature (PA ou PS) et son diamètre. Nous utiliserons cette notation tout le long de cette thèse.

	PA12	PA8	PA6	PA4	PS6
$\rho_p (kg m^{-3})$	1130				1050
$R (mm)$	6	4	3	2	3,15

Tableau II.2 : Masses volumiques et tailles des sphères.



## La Caméra

Nous utilisons une caméra rapide (Phantom v310 de Vision Research) dont on peut ajuster la fréquence d'acquisition en fonction de la vitesse des particules et de la précision voulue. La caméra rapide permet d'obtenir des images de grande résolution (environ  $50 \mu\text{m}/\text{pixel}$ ) grâce à un objectif Macro (AF Micro 70-180 mm f/4.5-5.6 ED-IF). Sa fréquence d'acquisition pouvant atteindre 1000 images par secondes, on obtient des séquences d'images avec une grande sensibilité au mouvement des particules.

Pour des vitesses d'acquisition élevées (condition favorisant la précision des résultats), le besoin en éclairage devient important, d'où l'utilisation d'un projecteur de lumière assez puissant et d'un diffuseur permettant d'homogénéiser la luminosité.

### **II.2.2. Procédure**

#### Approche d'une interface liquide-liquide

Après un remplissage soigneux de la colonne, nous plaçons la caméra de telle sorte que son axe optique coïncide approximativement avec le plan de l'interface. L'horizontalité de la caméra est réglée à l'aide d'un niveau à bulle. Une mesure de l'erreur de parallaxe, erreur due à l'inclinaison résiduelle de la caméra, est faite préalablement. Il s'agit de mesurer l'angle que fait l'axe optique de la caméra avec l'horizontale. Pour cela, nous observons le niveau de l'eau dans deux tubes communicants situés à distances différentes de la caméra et séparés d'une distance  $D$  connue (Figure II.3).

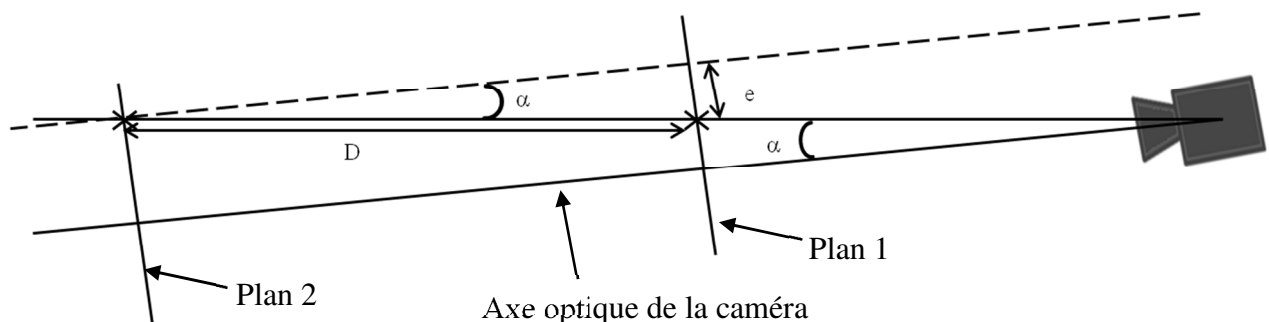


Figure II.3 : Mesure de l'angle de parallaxe.

Sur la Figure II.3 le niveau de l'eau dans les deux tubes (non représentés) est indiqué par deux croix à l'intersection de la ligne horizontale et des plans d'observation 1 et 2.

En mesurant la différence de niveau,  $e$ , nous obtenons un angle  $\alpha$  tel que  $\sin \alpha = e/D = 2 \cdot 10^{-4}$ . Ainsi, nous pouvons avoir une mesure de l'erreur de parallaxe en comparant la valeur réelle de la distance séparant le centre de la sphère à l'horizontale,  $d_1$ , à la valeur mesurée  $d_2$  (Figure II.4). Sachant que  $\cos \alpha = d_1 / (d_2 - y) \approx 1$ , l'erreur de parallaxe  $d_2 - d_1$  est donc égale à  $y$ . Comme  $\sin \alpha = y/\Delta$  nous pouvons estimer  $y$  à  $0,08 \text{ mm}$ .

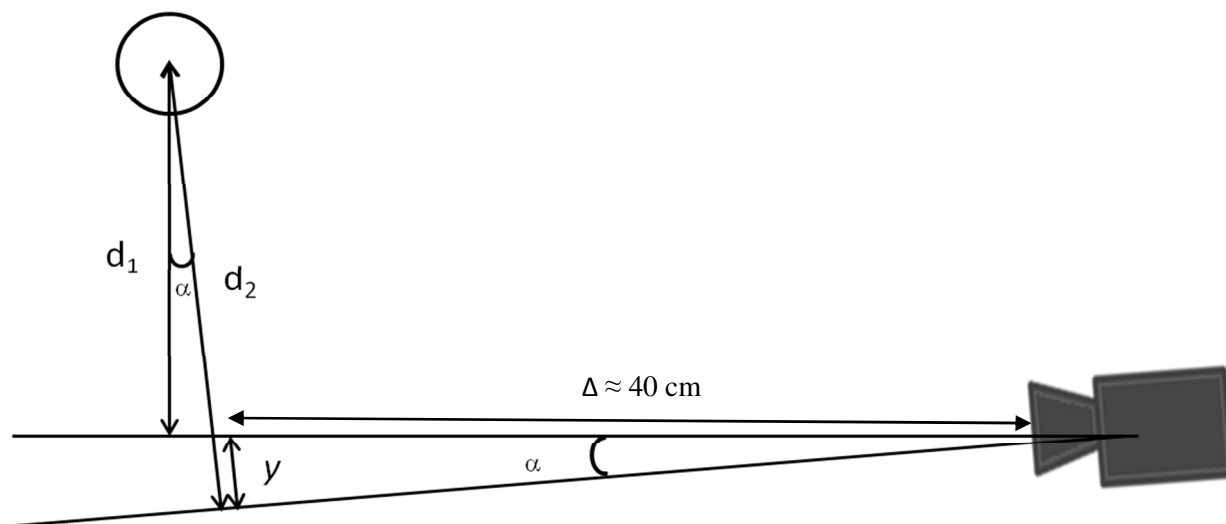


Figure II.4 : Erreur de parallaxe.

Par ailleurs, l'observation de l'interface horizontalement ne permet pas de connaître précisément sa position à cause de la présence d'un ménisque au niveau de la paroi. Par conséquent, nous mesurons préalablement la position initiale de l'interface. Pour cela nous utilisons une pointe lestée reliée à une vis micrométrique. La pointe est surmontée par une sphère servant de référence pour cette mesure (Figure II.5).

Tout d'abord, une image est prise avant le contact de l'interface ; la pointe n'étant pas masquée par le ménisque à ce stade. La distance,  $l$ , entre le centre de la sphère et la pointe est mesurée sur cette première image avec une précision de  $\varepsilon_2 = \pm 1 \text{ pixel}$  ( $\approx \pm 42 \mu\text{m}$ ). Ensuite nous déplaçons la pointe lestée verticalement jusqu'à l'interface. Le contact entre la pointe et l'interface est repéré en observant l'extrémité et son reflet à l'aide d'une seconde caméra (Dantec Dynamics) munie d'un objectif Macro (AF Micro Nikkor 60mm f/2,8) placée à un niveau en dessus de celui du ménisque et légèrement inclinée. L'incertitude liée à ce positionnement est estimée à  $\varepsilon_1 = \pm 1 \text{ pixel}$  ( $\approx \pm 42 \mu\text{m}$ ). Une fois que la pointe est en contact avec l'interface, une deuxième image est prise à l'aide de la caméra horizontale. On mesure cette fois-ci la position du centre de la sphère  $y_1$  qui nous permet de déduire la position de l'interface  $y_{int} = y_1 + l$ . La pointe lestée est retirée après cette mesure.

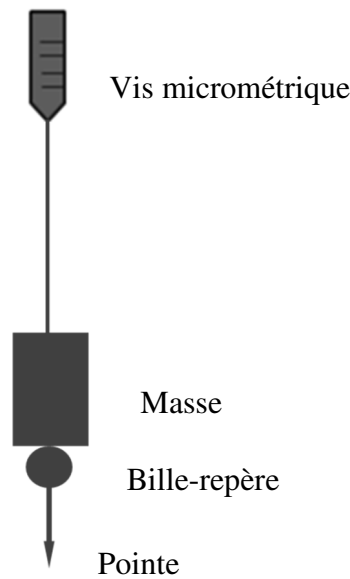


Figure II.5 : Pointe lestée pour la détermination de la position de l'interface.

La précision sur la position du centre de la sphère étant sub-pixel, l'erreur systématique sur la position de l'interface est :  $\Delta d = \varepsilon_1 + \varepsilon_2 = 84 \mu\text{m}$ . Signalons que cette valeur peut varier en fonction de l'échelle (qui dépend du grossissement utilisé et de la distance entre la caméra et le système). Nous tiendrons compte de cette variation dans la présentation des résultats au prochain chapitre.

Les particules sont introduites individuellement par l'intermédiaire du tube d'introduction et sont poussées jusqu'au fond de la colonne. L'introduction de chaque bille entraîne un déplacement de l'interface d'une hauteur liée au volume du fluide déplacé par la bille. Cette hauteur varie entre  $1,5 \mu\text{m}$  et  $10 \mu\text{m}$  pour la plupart des sphères, et est égale à  $40 \mu\text{m}$  pour les billes de type PA12.

Pour chaque série d'essais, nous avons utilisés deux grossissements différents, l'un permettant d'observer la totalité du parcours des sphères et le deuxième, plus fort, permettant de se focaliser sur le voisinage de l'interface. Chaque essai est répété deux à trois fois pour chaque grossissement. Pour les billes de plus grande taille, seul le grossissement faible a été utilisé car il a suffit pour avoir assez de sensibilité et de précision au voisinage de l'interface. L'intérêt principal du faible grossissement est de repérer le palier de vitesse maximale atteinte par la sphère.

### Approche d'une interface liquide-solide

Nous avons effectué des essais supplémentaires en remplaçant le liquide supérieur par une paroi solide horizontale. Ces essais ont pour objectif de mesurer précisément la vitesse terminale de des particules en se basant sur la relation de Taylor <sup>(9)</sup> présentée au chapitre précédent. Une plaque en verre est maintenue horizontale au contact de la glycérine. Le mouvement ascendant des sphères est filmé avec un fort grossissement au voisinage de l'interface liquide/solide. La position de la surface est déterminée à partir de la position finale des particules (*i.e.* quand la distance entre le centre de la particule et la paroi est égale au rayon de celle-ci).

Les valeurs obtenues par cette méthode expérimentale sont plus précises que celles obtenues par la formule de Stokes à cause de l'incertitude sur les propriétés physico-chimiques des liquides et des billes. Par ailleurs, une mesure précise directe de la vitesse terminale nécessiterait d'utiliser un récipient dont la largeur est supérieure ou égale à  $80 \times R$ , et d'éliminer tout autre complication éventuelle comme la convection naturelle par exemple.

### Traitement des images

Le traitement des séquences d'images a pour objectif de déterminer la position du centre de la sphère avec une précision sub-pixel sur chacune des images. Connaissant la durée séparant deux positions successives ( $< 0,5 \text{ ms}$ ), nous pouvons ainsi calculer la vitesse instantanée en fonction du temps. Pour cela nous utilisons deux programmes différents sur le logiciel Matlab.

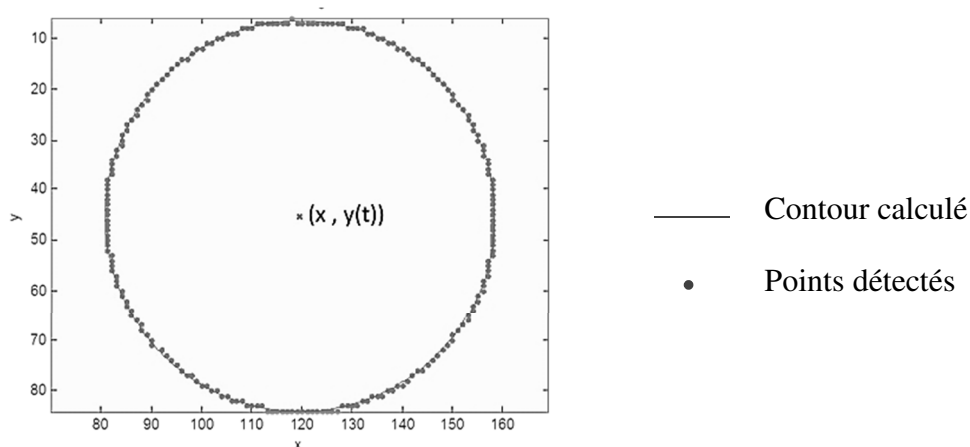


Figure II.6 : Représentation sur Matlab d'un cercle interpolé à partir des points de contour.

Le premier programme permet de mesurer précisément, dans un premier temps, le rayon de la sphère : ce traitement est effectué sur une partie des images où la particule est observée totalement, *i.e.*, avant son arrivée à l'interface. Les images étant en niveaux de gris et les sphères étant opaques, les points du contour sont déterminés par la méthode de Sobel. Ensuite, un cercle est ajusté sur ces points et la position du centre de la particule est ainsi déduite. La Figure II.6 montre une superposition du contour calculé sur les points détectés.

Le deuxième code permet de déterminer la position de la sphère au cours du temps en précisant un intervalle étroit pour la valeur de  $R$ , autour de la valeur obtenue par le premier programme. Cette seconde étape utilise la transformée de Hough. Notons qu'à la fin de son mouvement, la particule est partiellement masquée par l'interface et que, dans ce cas, le traitement est effectué sur la partie apparente, ce qui explique l'importance de fixer un intervalle précis pour la valeur du rayon.

Connaissant la position de l'interface, nous obtenons ainsi la variation de la distance,  $d$ , entre le centre de la sphère et l'interface non-perturbée, en fonction du temps. Ensuite, la variation de la vitesse est obtenue par régression linéaire sur des intervalles de temps courts. L'incertitude statistique liée à cette régression est calculée systématiquement en calculant l'intervalle de confiance à 60% de la pente obtenue. Les formules utilisées sont données par la Statistique Inférentielle (M. Tennenhaus<sup>(58)</sup>). Suite à ce calcul, nous obtenons une erreur relative variant de 0.1% à 1% de la vitesse mesurée.

### **II.3 Montage interférométrique : interface huile de silicone / mercure**

Le montage que nous décrivons dans cette section met en œuvre une technique développée initialement par D. Joyeux et utilisée successivement par Y. Assou<sup>(30)</sup> et N. Lecoq<sup>(29)</sup>. Le dispositif que nous avons utilisé est similaire à celui que Nicolas Lecoq a développé pour ses travaux sur l'approche d'une paroi solide par des particules sphériques, lisses ou rugueuses.

Nous décrivons d'abord brièvement le principe de la technique interférométrique avant de décrire le montage optique que nous avons utilisé. Ensuite nous décrivons la procédure expérimentale et la méthode d'acquisition et de traitement du signal.

### II.3.1. La technique interférométrique

L'interférence de deux faisceaux lumineux monochromatiques et de même longueur d'onde se manifeste par des franges sombres et claires alternées. L'intensité lumineuse,  $i$ , en un point de la figure d'interférence est liée à la différence de chemin optique (ou différence de marche,  $\delta$ ) des deux faisceaux. Le principe de base de la technique interférométrique est le même que celui de l'interféromètre de Michelson représenté sur la Figure II.7.

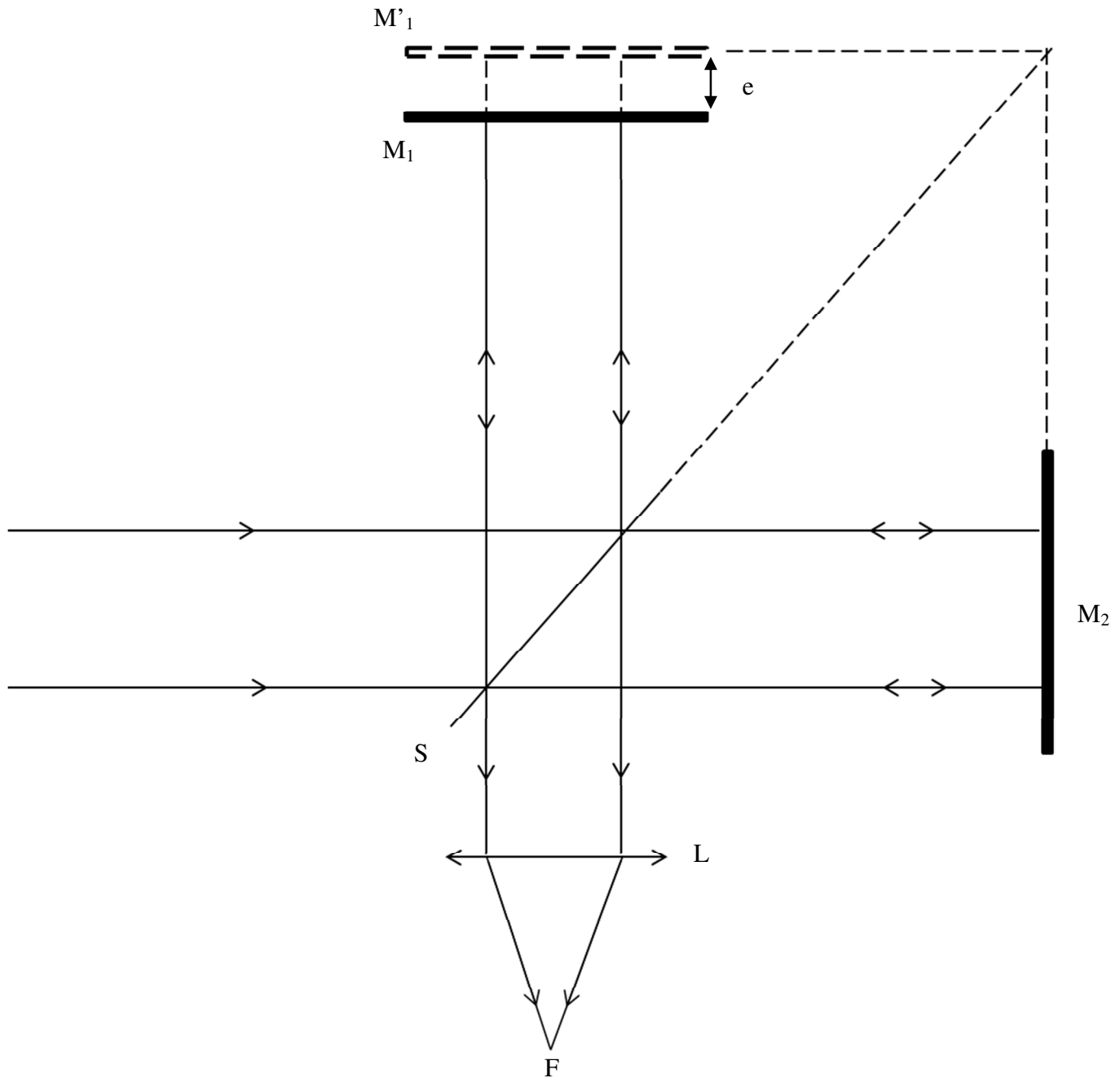


Figure II.7 : Interféromètre de Michelson.

Une onde plane monochromatique de longueur d'onde  $\lambda_S$  est divisée, à l'aide de la séparatrice S, en deux faisceaux qui sont réfléchis par les miroirs M1 et M2 et qui se superposent au niveau de la séparatrice. La lentille L, permet de focaliser le faisceau résultant et on obtient une figure d'interférence centrée en F. La différence de distance des deux miroirs par rapport à la séparatrice L est égale à  $e$  ce qui implique que la différence de marche entre les deux faisceaux qui interfèrent est  $\delta = 2e$  dans le cas d'une propagation dans le vide. L'intensité lumineuse au point F varie en fonction de la différence de marche  $\delta$  selon l'Équation II.1.

$$i = i_0 \cos^2 \frac{\pi \delta}{\lambda_S} = i_0 \cos^2 \frac{2\pi e}{\lambda_S} \quad \text{Équation II.1}$$

Le miroir M1 peut être remplacé par une sphère réfléchissante animée d'une vitesse  $V$  et se déplaçant dans un liquide d'indice de réfraction  $n$ . Dans ce cas, l'intensité lumineuse au point F, qui sera au centre de la figure d'interférence, s'écrit

$$i = i_0 \cos^2 \left( \frac{2\pi n e}{\lambda_S} + \varphi \right) \quad \text{Équation II.2}$$

Où  $e$  est une fonction du temps et  $\varphi$  est une constante. On en déduit que l'intensité lumineuse varie avec une pulsation  $\omega = \frac{2\pi n}{\lambda_S} V$  où  $V = \frac{de}{dt}$ . Ainsi, la pulsation du signal est proportionnelle à la vitesse instantanée de la sphère réfléchissante. Il est donc possible de suivre les variations de vitesse de la sphère en mesurant la pulsation du signal au cours du temps.

La technique interférométrique développée par D. Joyeux, permet d'utiliser de mauvais miroirs en filtrant le signal obtenu. Appliquée dans (29) et dans (30), cette technique permet de suivre le déplacement d'un corps réfléchissant en se basant sur le fait qu'une variation de  $\delta$  se traduit sur la figure d'interférence par une variation de la luminosité d'un point de la figure.

D'autres travaux ont aussi utilisé le même principe de cette technique. Citons notamment E. Klaseboer qui a utilisé l'interférométrie pour suivre le drainage d'un film liquide séparant deux interfaces déformables. <sup>(45)</sup>

### II.3.2. Montage optique

Le schéma du montage expérimental et une photographie de l'interféromètre sont présentés sur la Figure II.8 et la Figure II.9 respectivement.

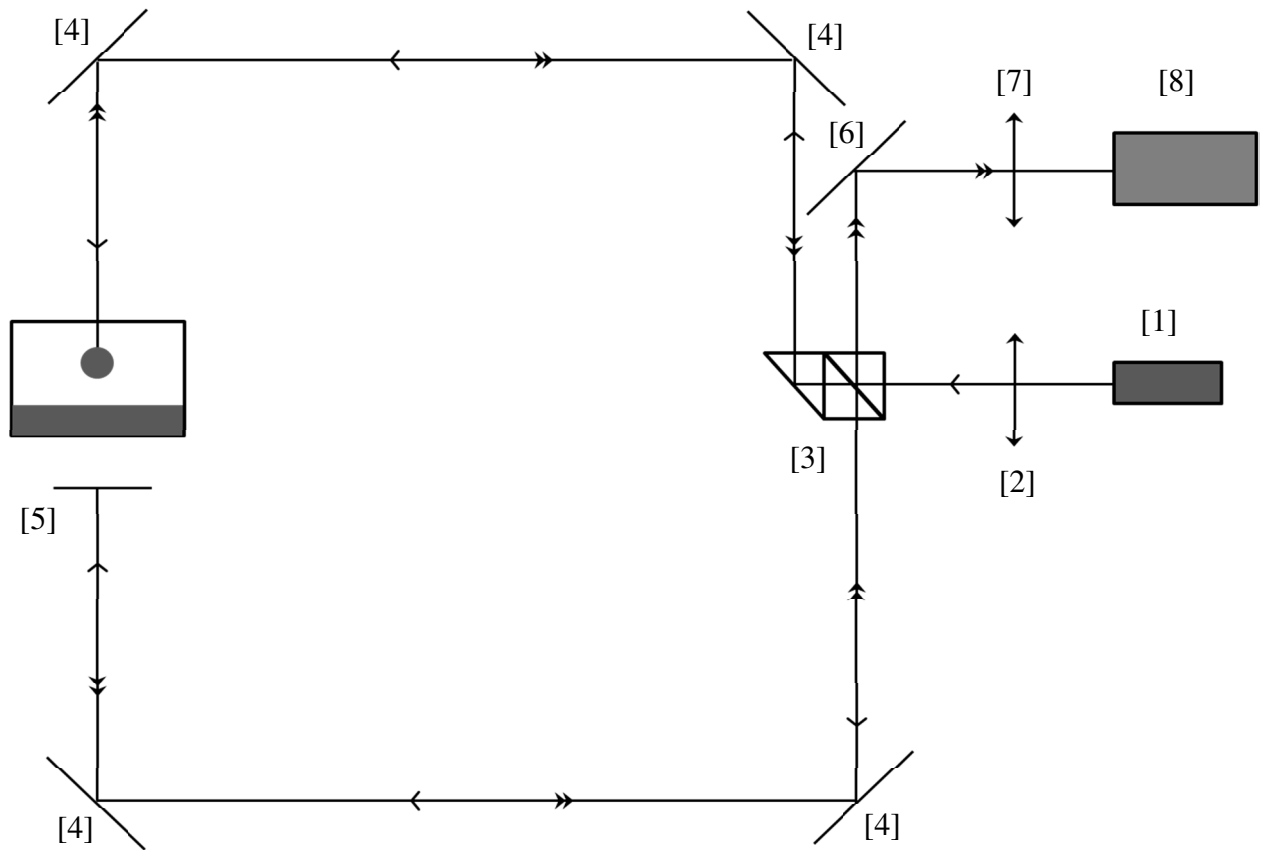


Figure II.8 : Schéma du montage interférométrique.

1. Laser He-Ne
2. Lentille
3. Bloc de séparation
4. Miroirs
5. Surface de référence
6. Miroir de réflexion finale
7. Lentille
8. Acquisition et transformation du signal



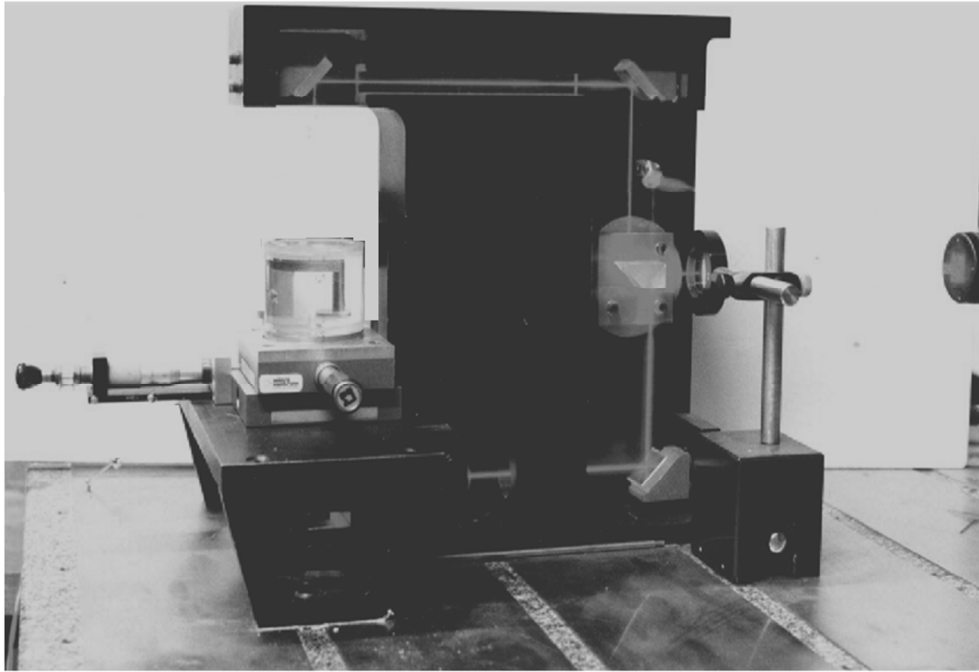


Figure II.9 : Montage interférométrique.

Un faisceau laser He-Ne [1], de longueur d'onde  $\lambda_{laser} = 632,8 \text{ nm}$  dans le vide, est focalisé à l'aide de la lentille [2] au milieu d'un bloc séparateur [3] et est divisé à l'aide de celui-ci en deux faisceaux de puissance à peu près égale. Les deux faisceaux sont ensuite déviés par réflexions successives sur les miroirs [4]. Le faisceau supérieur est réfléchi par la calotte sphérique supérieure de la particule en mouvement tandis que le faisceau inférieur est réfléchi par une surface réfléchissante [5] qui constitue une référence immobile. Au cas où la cellule ne contient qu'un seul liquide, la surface [5] est retirée et le faisceau inférieur est réfléchi par la calotte sphérique inférieure de la particule. Cette dernière situation correspond au cas où nous nous sommes intéressés au mouvement d'une sphère au voisinage d'une paroi solide.

L'axe de propagation du premier faisceau dans la dernière partie de l'interféromètre, doit être parfaitement confondu avec la verticale. Cette condition est indispensable pour suivre le mouvement d'une sphère de courbure quelconque sur plusieurs centimètres. Par ailleurs, les deux ondes réfléchies par le réflecteur mobile et la surface de référence doivent être d'amplitudes très proches afin d'obtenir des franges d'interférences suffisamment contrastées. Afin de satisfaire cette condition, la surface [5] est une surface métallique courbée.

Les rayons réfléchis par la particule et par le miroir [5] suivent les mêmes trajets que précédemment mais en sens contraire jusqu'au séparateur où ils vont se superposer pour

former des franges d'interférence. Les rayons qui interfèrent, réfléchis par le miroir de renvoi [6], fortement focalisés par la lentille [7] sur l'entrée d'une fibre optique sont transmis à un photomultiplicateur relié à un oscilloscope.

Dans le cas d'une sphère fixe, on observe des franges immobiles sous forme d'anneaux alternativement clairs et sombres centrés sur le faisceau incident (réflexion parasite). Lors de la réflexion sur une sphère en mouvement, le chemin optique parcouru par le faisceau supérieur varie continûment ; ceci se traduit par le défilement des anneaux interférométriques. Ainsi, un signal électrique sinusoïdal est récupéré à la sortie du photomultiplicateur et affiché sur l'écran de l'oscilloscope tout au long du mouvement de la sphère. Une courbe complète décrivant le mouvement total de la sphère est formée par trois parties :

- une première partie où la période est élevée et décroissante, ce qui correspond à l'accélération de la sphère au début du mouvement. Cette partie est très difficile à obtenir dans notre cas car, au début du mouvement, la sphère n'est pas placée exactement sur le même axe que le faisceau incident (voir §II.2.2 Procédure expérimentale);
- une deuxième partie où la période est faible et quasiment constante, ce qui traduit la vitesse maximale atteinte par la sphère au milieu de la cellule (Figure II.10) ;
- une troisième partie où la période est croissante, ce qui correspond au ralentissement de la sphère au voisinage de l'interface huile de silicone/mercure (Figure II.11).

Sur cette figure, nous remarquons que le bruit augmente au voisinage de l'interface, ce que nous pouvons attribuer à un déplacement latéral de la particule, engendrant une mauvaise superposition du faisceau incident et du faisceau réfléchi à cause du déplacement du point de réflexion sur la surface de la bille.

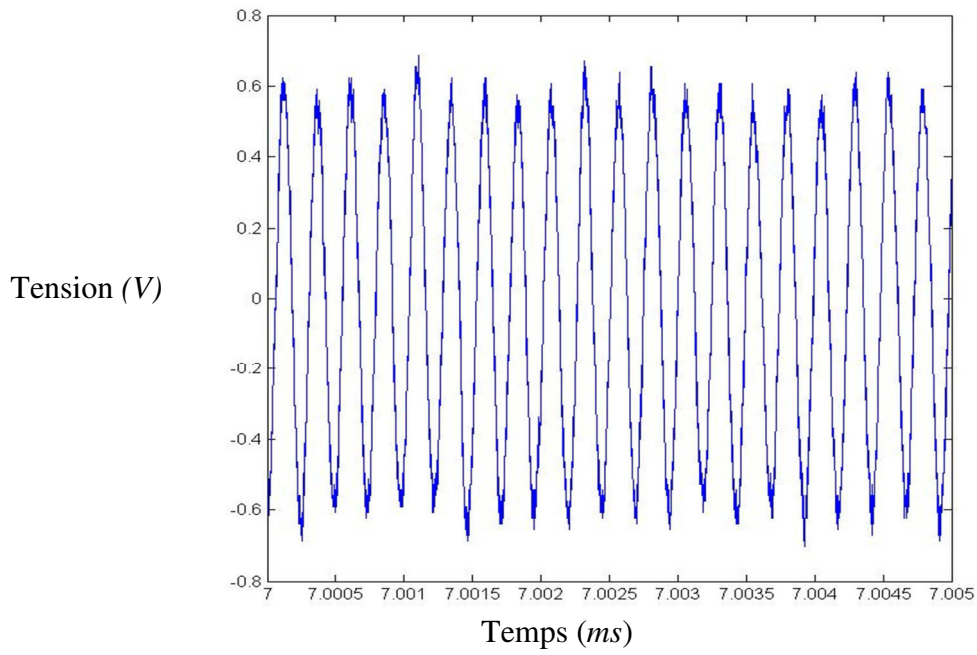


Figure II.10 : Exemple de signaux enregistrés lorsque la sphère est au centre de la cellule. L'origine du temps est arbitraire.

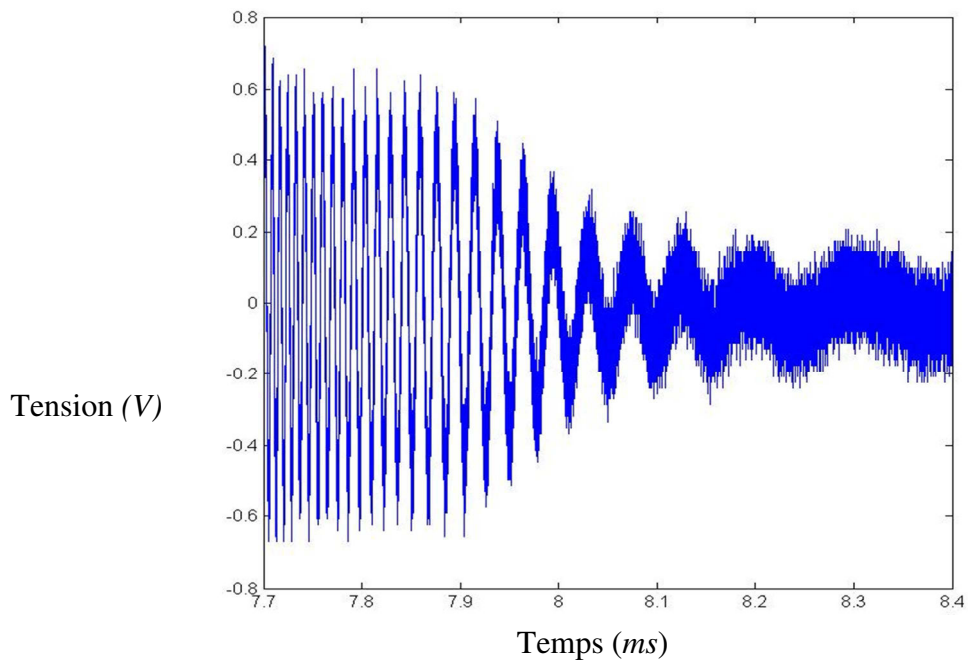


Figure II.11 : Exemple de signaux enregistrés lorsque la sphère arrive sur l'interface huile / mercure.

### La cellule, les liquides et les sphères

La cellule utilisée est un cylindre fermé en verre, de 80 mm de diamètre et de 40 mm de hauteur. L'une des bases du cylindre est démontable pour l'introduction des liquides et des particules. Une vis de purge latérale permet d'éliminer les bulles après remplissage de la cellule.

Les deux liquides utilisés sont le mercure (OPHRAM laboratoire,  $\rho = 13500 \text{ kg.m}^{-3}$ ,  $\mu = 1,55 \text{ mPa.s}$ ) en tant que phase lourde et l'huile de silicone M100000 en tant que phase légère. La hauteur de la phase inférieure est de 10 mm approximativement ce qui laisse une hauteur de 30 mm d'huile de silicone. La tension interfaciale huile de silicone/mercure est  $\sigma_{12} = 0,425 \text{ N m}^{-1}$  <sup>(59)</sup>. L'indice de réfraction de l'huile a été mesuré à l'aide d'un réfractomètre de table d'Abbe (EUROMEX). La valeur obtenue est  $n = 1,404$ .

Les sphères utilisées sont des billes d'acier de différentes tailles ( $\rho = 7800 \text{ kg.m}^{-3}$ ,  $R = 2,75 \text{ mm}$ ,  $3,175 \text{ mm}$  et  $4 \text{ mm}$ ). Elles sont suivies au cours de leur mouvement descendant dans l'huile de silicone. Comme pour le premier dispositif, la densité des sphères est intermédiaire entre celles des deux liquides : elles s'immobilisent à leur arrivée à l'interface. Le choix de l'acier comme matériau est lié à la nécessité d'avoir des sphères magnétisables, en plus d'être réfléchissantes. En effet, nous avons maintenu l'utilisation d'un aimant comme moyen de manipulation des billes, similairement au travail de Nicolas Lecoq. Néanmoins, nous avons utilisé un aimant ordinaire afin de pouvoir déplacer les billes manuellement. L'utilisation d'un électroaimant par Lecoq a l'avantage de permettre le positionnement précis de la sphère au centre de la paroi supérieure de la cellule avant de la libérer, ce qui permet de s'assurer que le démarrage de la chute se fait bien sur l'axe des faisceaux. Dans notre situation, ceci n'est pas faisable en raison de la présence du mercure qui empêche d'avoir un faisceau incident sur la partie inférieure de la sphère.

### **II.3.3. Procédure expérimentale**

#### Alignement du système optique

La particule sédimente le long de l'axe vertical de l'interféromètre sous l'effet de la pesanteur. Il est nécessaire que l'alignement sur ce même axe des faisceaux incidents et

réfléchis de la partie supérieure de l'interféromètre soit parfait de manière à suivre la sphère sur toute la hauteur de la cellule.

Le réglage de l'interféromètre s'effectue en agissant sur l'horizontalité du laser, sur la position du séparateur et des différents miroirs. Le protocole de réglage, avant de placer la cellule, est le suivant :

- le faisceau laser (cylindrique de section  $0,5 \text{ mm}^2$ ) est d'abord observé sur une grande distance ; la hauteur est repérée sur deux distances différentes. Avec un niveau à bulle de précision, on vérifie l'horizontalité de ce faisceau. Ensuite celui-ci est fortement diaphragmé par la lentille [2] de manière à améliorer le réglage final ;
- le faisceau doit entrer perpendiculairement à la face d'entrée du séparateur. Une partie de la lumière incidente étant réfléchi par cette même face, le réglage consiste à superposer les rayons incident et réfléchi (méthode d'autocollimation) en agissant sur l'orientation du séparateur ;
- puis à l'aide d'un miroir plan horizontal placé au niveau de la cellule, on oriente grossièrement les miroirs de la partie supérieure de l'interféromètre. Ensuite, par autocollimation du faisceau descendant sur un bain de mercure, nous affinons le réglage de cette partie.
- le chemin du bas est d'abord réglé de façon grossière, puis nous faisons coïncider le faisceau ascendant avec le faisceau descendant, en supprimant la surface de référence [5]. L'introduction d'une particule sphérique réfléchissante de diamètre  $30 \text{ mm}$  sur le trajet des faisceaux permet d'obtenir des franges d'interférences et d'affiner le réglage. Les faisceaux supérieur et inférieur sont parfaitement superposés lorsqu'un état d'interférence à peu près uniforme est obtenu dans le plan du détecteur.

Cette dernière étape est notamment utile pour des essais avec une cellule entièrement remplie d'huile de silicone afin de pouvoir suivre le mouvement des sphères au voisinage de la paroi inférieure de la cellule dans le but de mesurer précisément la vitesse de Stokes de façon similaire au premier dispositif.

Suite à ce réglage, la cellule contenant les deux liquides et la sphère est placée de telle sorte que son axe soit très proche de celui du faisceau incident supérieur. La particule est placée manuellement à l'aide d'un aimant au centre de la paroi supérieure de la cellule, sur l'axe du faisceau incident. Quand l'aimant est retiré, la sphère commence lentement à

sédimenter et n'est pas exactement sur l'axe du faisceau incident. Nous réglons alors la position de la cellule à l'aide d'un support micrométrique jusqu'à ce que nous obtenions l'autocollimation.

### Acquisition et traitement du signal

L'acquisition du signal est assurée à l'aide d'un viseur et d'une fibre optique reliée à un photomultiplicateur. Ce dernier permet la transformation de l'intensité lumineuse mesurée en signal électrique qui est affiché et enregistré sur un oscilloscope. Les courbes obtenues sont visualisées sur l'écran de l'oscilloscope et transférées, par un support amovible, sur un ordinateur.

Ensuite, nous utilisons un programme sur le logiciel Matlab pour repérer les pics de la courbe sinusoïdale et en déduire la variation de la fréquence du signal en fonction du temps. Une origine arbitraire est donnée à l'échelle du temps. La fréquence du signal étant proportionnelle à la vitesse instantanée de la particule, la connaissance de la valeur de la longueur d'onde et de l'indice de réfraction de l'huile de silicone permettent de calculer la vitesse instantanée de la particule en fonction du temps avec une précision de l'ordre de la longueur d'onde du laser. En effet, dans le cas d'un seul faisceau, la sensibilité des mesures est égale à  $\lambda_{\text{laser}}/2n$  ( $\approx 225\text{nm}$ ). Cette valeur est encore plus faible quand les deux faisceaux sont réfléchis par la particule en mouvement :  $\lambda_{\text{laser}}/4n$ .

Nous pouvons ainsi représenter la variation de la vitesse en fonction de la distance avec une origine arbitraire de celle-ci dans un premier temps. La courbe obtenue est en forme de cloche, un exemple est présenté à la Figure II.12 en fixant l'origine au point de vitesse maximale. Contrairement au premier montage, nous ne mesurons pas préalablement la position initiale de l'interface.

La procédure expérimentale que nous venons de décrire ne permet pas de connaître directement la position de la sphère par rapport à l'interface non-perturbée, et a fortiori, nous ne connaissant sa position par rapport à l'interface déformée. Dans les prochains chapitres nous tenterons d'obtenir par une modélisation la position relative initiale de l'interface par rapport à la particule.

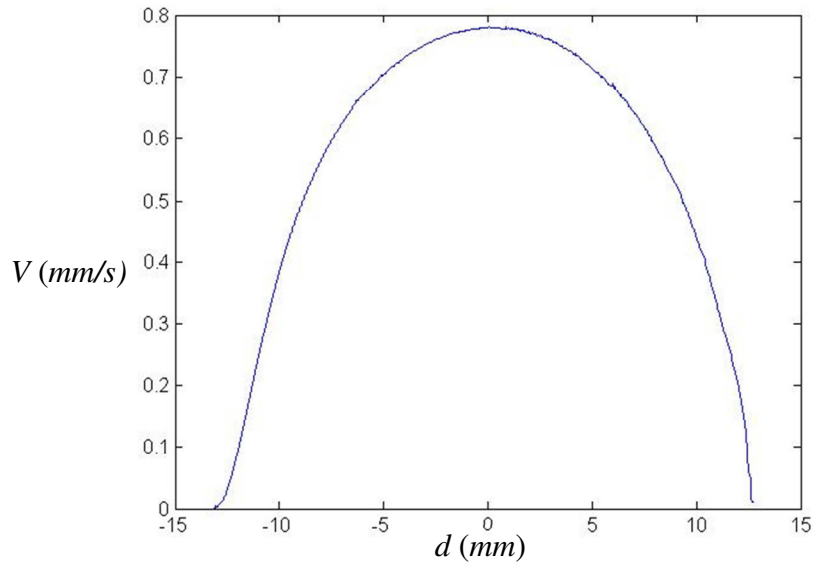


Figure II.12 : Exemple de variation de la vitesse en fonction de la distance en fixant l'origine au point de vitesse maximale. Cas d'une bille de rayon  $R = 8$  mm.

Mesure de la position finale par la méthode photographique

Nous avons complété les mesures obtenues par cette technique, par des mesures de position finale en photographiant chaque particule d'acier à l'état statique au niveau de l'interface huile de silicone/mercure. Nous avons respecté les mêmes conditions pour ces mesures, en utilisant la même cellule avec la même quantité de chacun des fluides. Pour ces essais, nous avons utilisé une pointe lestée, selon la procédure décrite pour le dispositif photographique, afin de mesurer préalablement la position initiale de l'interface.





## CHAPITRE III

### RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

#### III.1. Introduction

Les résultats bruts obtenus par les deux montages expérimentaux décrits précédemment seront présentés dans ce chapitre avec comme objectif de mettre en évidence les effets éventuels des différentes variables sur le comportement des particules, en particulier leurs interactions hydrodynamiques avec l'interface déformable. Nous nous intéresserons aussi à un aspect important de notre étude qui est la mesure de la position finale des particules, *i.e.*, quand elles se sont immobilisées à l'interface.

Ces résultats nous permettront d'introduire le prochain chapitre dont l'objet sera une analyse plus approfondie en lien avec les aspects théoriques présentés au premier chapitre de cette thèse, en particulier les effets des nombres adimensionnels établis précédemment et l'étude des régimes de Taylor et de Reynolds (respectivement sans ou avec déformation de l'interface).

Étudier expérimentalement les interactions particule/interface déformable nécessite de quantifier l'effet des parois latérales : nous comparerons à cet effet la vitesse maximale atteinte par chaque particule à sa vitesse terminale en milieu infini. Celle-ci sera obtenue par le calcul et par l'expérience suivant la procédure décrite au chapitre précédent. Nous pourrons comparer les effets des parois ressentis expérimentalement aux prévisions théoriques, sans nous attarder longuement sur ces aspects qui ne représentent pas l'objet principal de notre travail.

Nous commencerons par présenter les résultats correspondant au montage photographique. Une sélection représentative des résultats obtenus sera présentée, organisée en fonction du paramètre varié. Les données sont disponibles de manière plus exhaustive en Annexe II.

### III.2. Interface glycérine/huile de silicone – méthode photographique

Les liquides utilisés ainsi que les différentes valeurs du rapport de viscosité sont rappelés dans le Tableau III.1. Rappelons aussi que pour chaque valeur de  $\lambda$ , des billes de deux natures différentes (en polyamide ou en polystyrène) ont été utilisées, avec quatre tailles différentes pour les billes en polyamide. Pour  $\lambda = 10$ , deux valeurs différentes de la tension interfaciale ont été étudiées grâce à l'emploi de l'agent de surface SLES. À titre indicatif deux images correspondant aux deux grossissements employés sont présentées à la Figure III.1.

Phase légère	Huile M3	Huile M100	Huile M1000	Huile M10000	Huile M100000
Phase lourde	Glycérine 98%				
$\lambda$	0,01	0,1	1	10	100

Tableau III.1 : Valeurs approximatives du rapport de viscosité  $\lambda$  pour les différents couples de liquides utilisés.

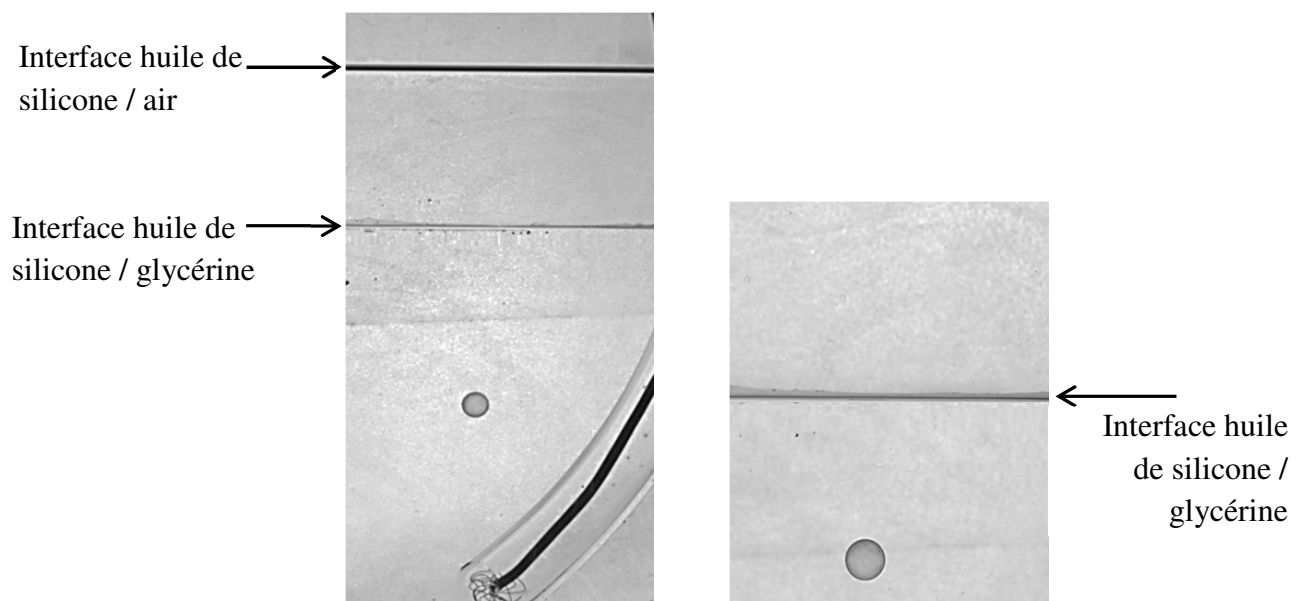


Figure III.1 : Images de l'interface et d'une particule immergée dans la glycérine : a. grossissement faible b. grossissement fort.

#### III.2.1. Répétabilité

En premier lieu, nous allons étudier la répétabilité des résultats obtenus. La Figure III.2 présente les points expérimentaux décrivant la variation de la distance  $d$  en fonction du temps pour des particules PA8, pour les deux différents grossissements et pour  $\lambda \approx 0,01$ . La distance

de départ est fixée à 3,5 cm pour le grossissement fort et 5 cm pour le grossissement faible. Les valeurs reportées sur ces courbes sont celles obtenues directement à partir du traitement des images sur le logiciel Matlab et prennent en compte les mesures de la position de l'interface et de l'échelle.

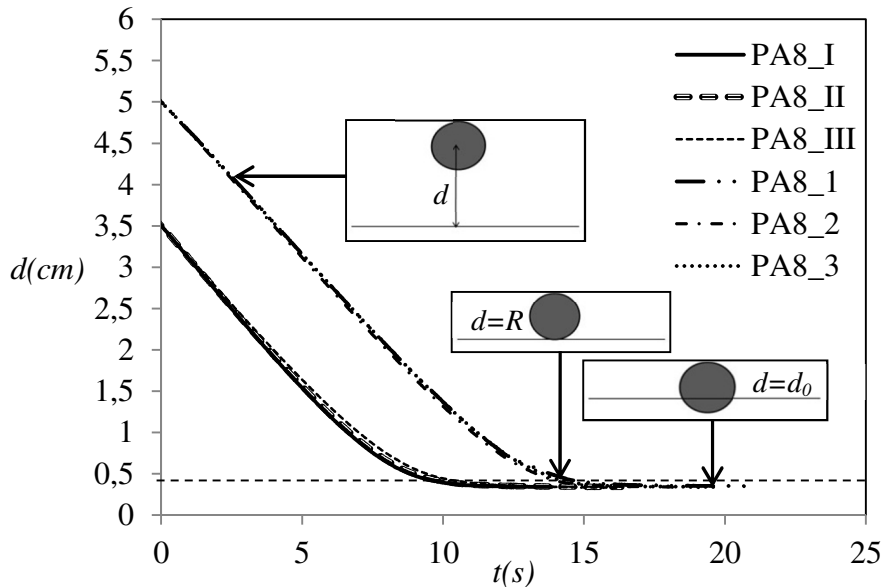
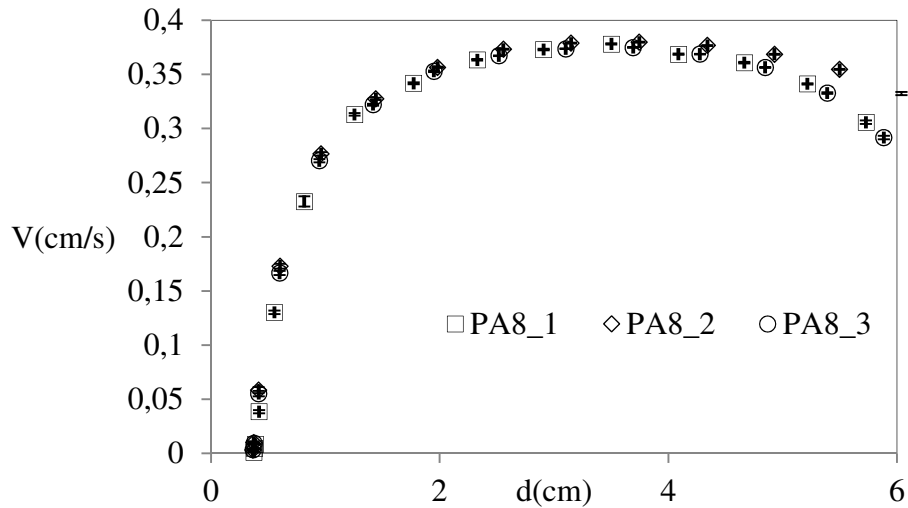


Figure III.2 : Variation de la distance en fonction du temps pour trois billes de même nature et de même taille : PA8 1-3 : grossissement faible, I-III : grossissement élevé.  $\lambda = 0,01$ .

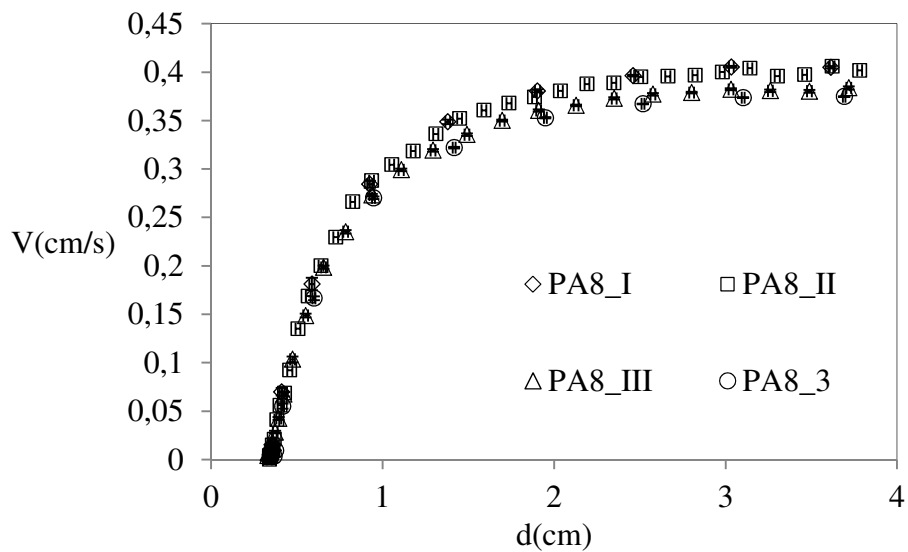
Pour les mêmes particules que précédemment, nous obtenons les points décrivant la variation de la vitesse en fonction de la distance présentés à la Figure III.3. Les courbes correspondant au faible grossissement permettent de décrire la totalité du parcours des particules et de mettre en évidence la présence d'une région de vitesse constante précédée par un régime transitoire au départ des particules. La durée de ce régime est de l'ordre de 5,5 s. Il s'agit d'un retard dû aux interactions hydrodynamiques entre la particule et la paroi inférieure du récipient et non pas au temps de relaxation. Ce dernier étant défini comme le temps nécessaire à une particule pour atteindre sa vitesse terminale, il est calculé à l'aide de la formule :  $\tau_p = \frac{2R^2}{9\mu_f} \left( \rho_p + \frac{\rho_l}{2} \right) \simeq 5,7 \cdot 10^{-3} s \ll 5,5 s$ .

Par ailleurs, un écart entre les valeurs des vitesses maximales mesurées est observé pour les essais I et II, par rapport aux autres essais. L'incertitude sur la taille des particules et leur masse volumique est assez faible et n'est pas à l'origine de la variation de la vitesse. Afin d'expliquer cet écart le Tableau III.2 présente les valeurs de la température mesurée pour chaque essai, ainsi que la valeur maximale de la vitesse. Les particules sont désignées par leur

type et par leur diamètre comme au chapitre précédent, les essais sont numérotés différemment selon le grossissement utilisé : les chiffres romains désigneront les essais avec grossissement élevé.



a.



b.

Figure III.3 : Variation de la vitesse moyenne en fonction de la distance : six billes identiques,  $\lambda = 0,01$  : a. grossissement faible, b. grossissement fort, comparaison avec un essai en grossissement faible.

Particule	I	II	III	1	2	3
T (°C)	25,5		(Non mesurée)	25		
$V_{\max}$ (cm/s)	0,405	0,401	0,381	0,378	0,38	0,375

Tableau III.2 : Température et vitesse maximale mesurée pour chaque essai.

La vitesse maximale est plus élevée quand la température augmente. Ceci peut s'expliquer par la diminution de la viscosité. En effet, en régime de Stokes, la vitesse de sédimentation est inversement proportionnelle à la viscosité du fluide environnant. Or, à partir de la mesure de variation de la viscosité de la glycérine en fonction de la température on déduit que  $\frac{\mu_1(25,5^\circ C)}{\mu_1(25^\circ C)} \simeq 0,95$  (Cf. figure II.2 au chapitre précédent), à comparer au rapport des vitesses  $\frac{V_{max}(25^\circ C)}{V_{max}(25,5^\circ C)} \simeq 0,94$  : les écarts observés sont étroitement corrélés aux variations de viscosité du fluide environnant, ces variations étant une conséquence ici de l'échauffement du fluide. Nous pouvons ramener les différents essais à une même température, égale à 25°C, en multipliant les valeurs des essais I et II par le rapport des viscosités  $\frac{\mu_1(25,5^\circ C)}{\mu_1(25^\circ C)}$ , soit 0,95. Les valeurs obtenues sont présentées sur la figure suivante.

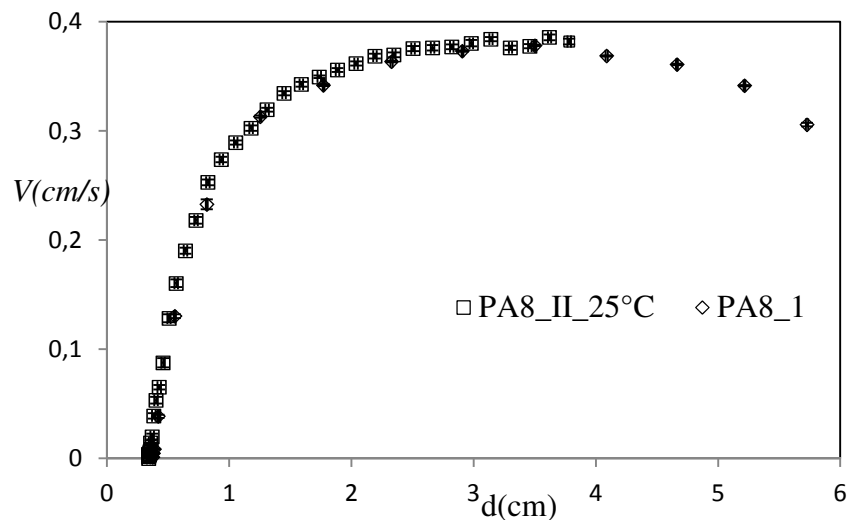


Figure III.4 : Variation de la vitesse en fonction de la distance pour les essais I et 1 en ajustant la température à  $T = 25^\circ C$ .

Une bonne cohérence entre les résultats est ainsi obtenue grâce à cet ajustement. Dans la suite de cette section, les données expérimentales sont ramenées à la température de référence  $T = 25^\circ C$ . À titre indicatif une sélection des coefficients d'ajustement de la température utilisés est présentée au Tableau III.3.

D'autre part, les barres d'erreurs montrent une assez bonne précision de nos mesures expérimentales. Désormais les barres d'erreurs ne seront pas présentées systématiquement sur les graphes par soucis de clarté.

T(°C)	$\mu_1(T)$	$\alpha$
22	1,396	1,25
24,5	1,1635	1,04
26	1,024	0,92

Tableau III.3 : Coefficient multiplicatif permettant de ramener la vitesse mesurée à la température de référence T = 25°C.

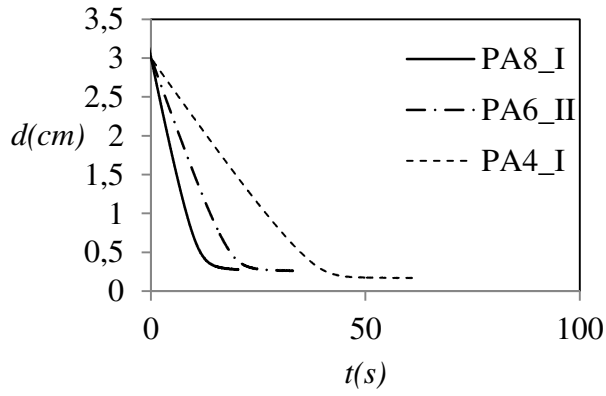
### III.2.2. Effet de la taille de la sphère

Nous présentons ici les résultats correspondant à une valeur constante de  $\lambda = 1$ , et pour des billes de même nature mais de différentes tailles. Les points expérimentaux représentant la variation de la distance au fur et à mesure que la particule s'approche de l'interface sont représentés sur la Figure III.5. Par soucis de clarté, ces résultats sont présentés en deux graphes différents selon le grossissement employé.

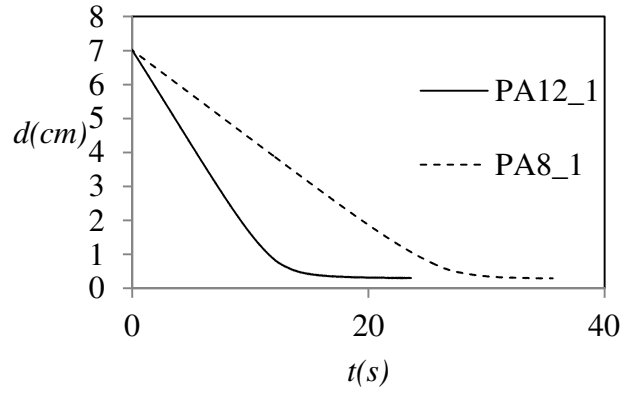
Les variations de la vitesse en fonction de la distance sont présentées sur la Figure III. 6. Un essai à chaque grossissement est représenté pour chaque taille de bille, sauf pour  $2 \times R = 12 \text{ mm}$  où seul le grossissement élevé a été utilisé. Nous avons représenté sur la Figure III. 6.b. les points expérimentaux aux plus petites distances pour deux particules : PA12 et PA6.

À partir de ces données nous obtenons une mesure de la position finale de la particule. Nous désignons par « position finale » la plus faible valeur de  $d$  mesurée. À cette distance, la vitesse instantanée est de l'ordre de 1% de la vitesse maximale. Cette position est différente de la « position d'équilibre » obtenue après le drainage et la rupture du film de liquide 1 (séparant la particule du liquide 2) et l'établissement d'un contact triphasique. La position finale sera notée  $d_0$ . Les mesures expérimentales obtenues pour  $\lambda = 1$  sont présentées dans le Tableau III.4 et montrent que  $d_0/R$  est une fonction décroissante du rayon de la sphère.

La Figure III. 6.b. permet d'apercevoir une variation quasiment linéaire de la vitesse en fonction de la distance (partie encerclée par un trait continu pour la particule PA6) suivie par un début de changement de courbure (encerclé par un trait discontinu). Nous examinerons au chapitre IV si ces deux régimes peuvent être assimilés aux régimes de Taylor et de Reynolds définies par Kravtsov et Nagayama<sup>(9)</sup> et présentés au Chapitre I de cette thèse.

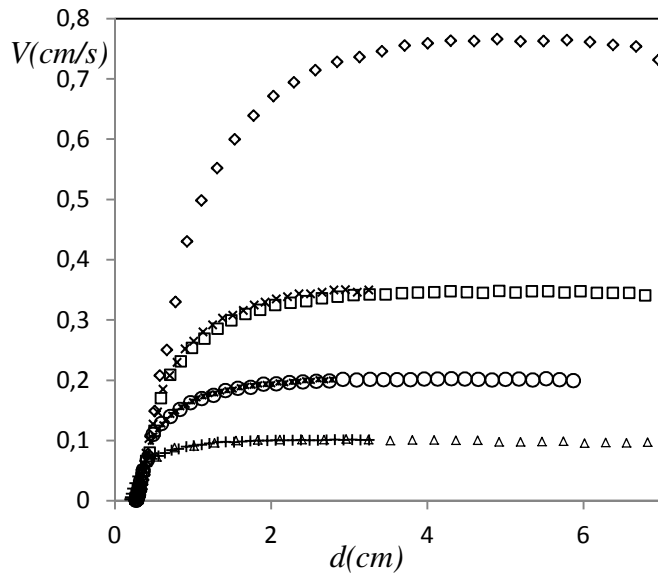


a)



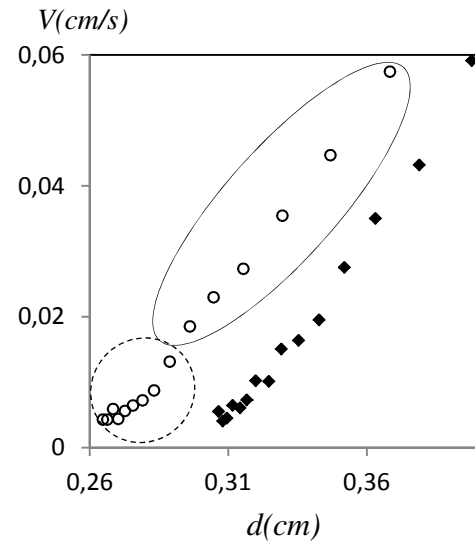
b)

Figure III.5 a) et b) : Variation de  $d$  en fonction du temps pour les différentes particules en polyamide :  $\lambda = 1$ .



△ PA4\_1      + PA4\_III      \* PA6\_I      ○ PA6\_1  
 □ PA8\_1      × PA8\_I      ◇ PA12\_1

a)



○ PA6\_I      ◆ PA12\_1

b)

Figure III. 6 : Variation de la vitesse en fonction de la distance particule-interface pour les différentes particules en polyamide :  $\lambda = 1$  T = 25°C.

Particule	PA12	PA8	PA6	PA4
$d_0$ (mm)	$3,07 \pm 0,23$	$2,76 \pm 0,05$	$2,61 \pm 0,05$	$1,93 \pm 0,05$
$d_0/R$	$0,51 \pm 0,04$	$0,69 \pm 0,01$	$0,87 \pm 0,02$	$0,965 \pm 0,025$

Tableau III.4 : Valeurs de  $d_0$  et de  $d_0/R$  pour les particules en polyamide :  $\lambda = 1$ .

Par ailleurs, nous obtenons également une mesure de la vitesse maximale  $V_{max}$  : les valeurs mesurées sont présentées au Tableau III.5 et comparées aux valeurs calculées par l'Équation I.1 (vitesse terminale dans un milieu infini).

Particule	PA12	PA8	PA6	PA4
$V_{max}$ (cm/s)	$0,764 \pm 0,001$	$0,347 \pm 0,001$	$0,202 \pm 0,001$	$0,102 \pm 0,001$
$V_{\infty\_calculée}$ (cm/s)	0,926	0,412	0,232	0,103

Tableau III.5 : Position finale moyenne et vitesse maximale mesurée pour chaque bille.  
T = 25°C.

La vitesse maximale atteinte par la particule est une fonction croissante de la taille et est systématiquement inférieure à la valeur de  $V_{\infty}$  obtenue par le calcul, sauf pour la particule de plus petite taille où  $V_{max} \approx V_{\infty\_calculée}$ . Ceci est lié à l'effet des parois latérales. La comparaison de ces valeurs aux mesures expérimentales de  $V_{\infty}$  sera faite plus tard dans cette section.

### III.2.3. Effet de la masse volumique

Nous allons maintenant comparer les résultats obtenus pour les particules de type PA6 et PS6, de rayon pratiquement égal (3 mm pour les billes en polyamides et 3,15 mm pour les billes en polystyrène). Comme au paragraphe précédent, la Figure III.7 et la Figure III. 8 présentent les résultats obtenus.

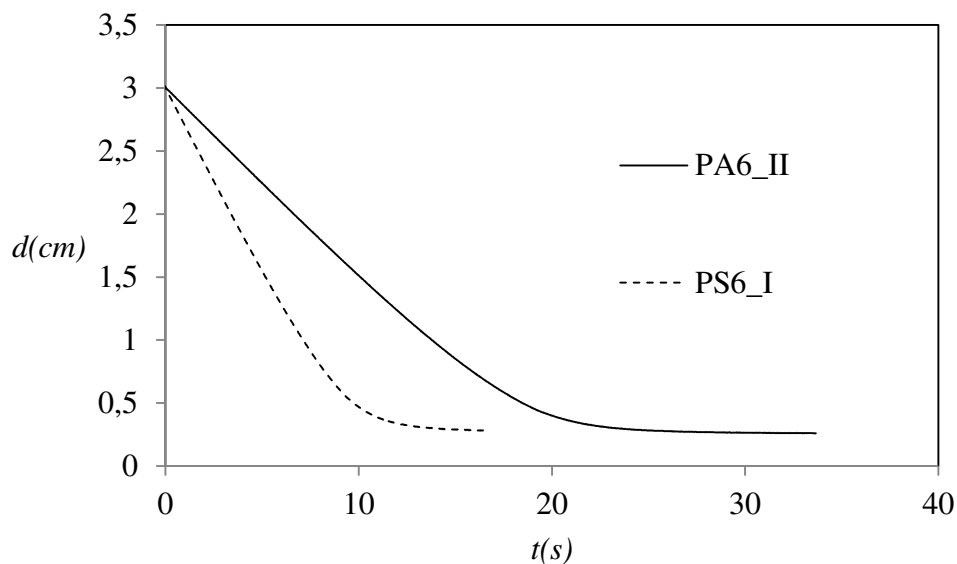


Figure III.7: Variation de  $d$  en fonction du temps pour les particules PA6 et PS6 :  $\lambda = 1$ .



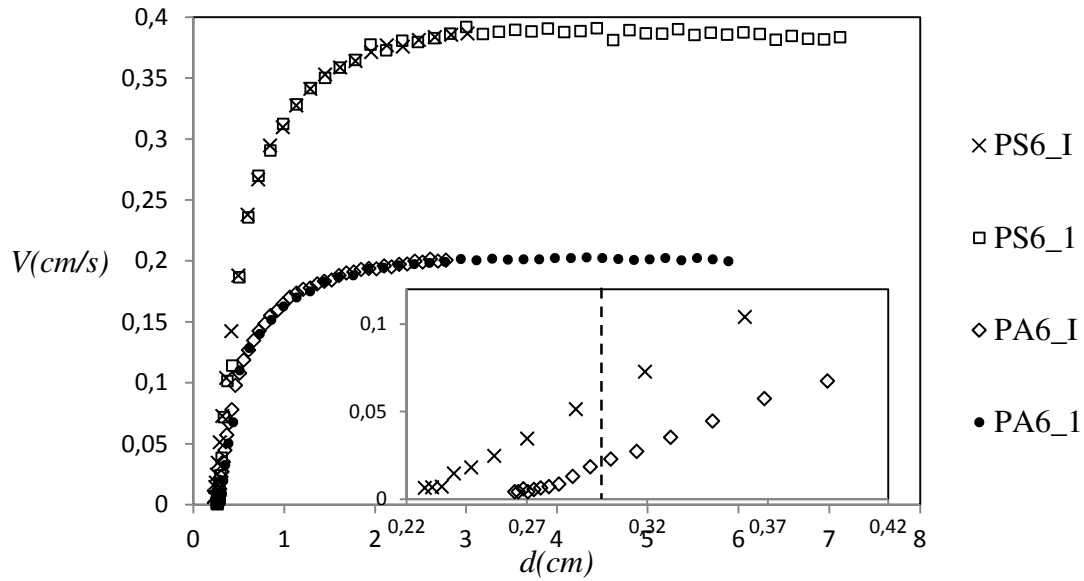


Figure III. 8 : Variation de la vitesse en fonction de la distance particule-interface pour les particules PA6 et PS6,  $\lambda = 1$ ,  $T = 25^\circ\text{C}$ .

La droite discontinue verticale sur la figure ci-dessus désigne la position finale qu'auraient les particules en absence de déformation de l'interface. Les valeurs de  $d_0$  et de  $d_0/R$  obtenues sont données dans le Tableau III.6. À taille égale, la distance finale atteinte par la particule est plus faible quand sa densité est plus faible. Ceci s'explique par l'augmentation de la résultante du poids et de la poussée d'Archimède subie par la particule, quand la densité de celle-ci diminue.

Particule	PA6	PS6
$d_0$ (mm)	$2,61 \pm 0,05$	$2,19 \pm 0,05$
$d_0/R$	$0,87 \pm 0,02$	$0,695 \pm 0,016$

Tableau III.6: Position finale moyenne.

D'autre part, les valeurs de  $V_{max}$  données au Tableau III.7 montrent que la particule en polystyrène, de plus faible densité, atteint une vitesse maximale supérieure à celle de la particule de polyamide. Comme précédemment, ces valeurs sont inférieures à celles obtenues par le calcul en conséquence du confinement du système.

Particule	PA6	PS6
$V_{max}$ (cm/s)	$0,202 \pm 0,001$	$0,388 \pm 0,003$
$V_{\infty\_calcul}$ (cm/s)	0,232	0,413

Tableau III.7 : Vitesses maximales mesurées et ramenées à une même température  $T = 25^\circ\text{C}$  et vitesses terminales calculées.

On remarque qu'à taille égale, l'effet des parois semble plus important pour la particule en polyamide (écart de 13% par rapport à la vitesse en milieu infini) que pour celle en polystyrène (écart de 6%). Ceci est en contradiction avec le résultat prévu par la théorie car, en régime de Stokes ( $Re_p = 0$ ) et quand la taille du récipient est fixe, l'effet des parois ne devrait dépendre que de la taille de la sphère. De plus, la taille de la bille PS6 étant légèrement supérieure à celle de la particule PA6 (respectivement  $R = 3,15$  et  $R = 3$  mm), son mouvement devrait être plus affecté par les effets des parois. Or ici on observe le contraire. Ce constat peut être expliqué par l'incertitude sur la densité des particules (incertitude de quelques dizaines de  $kg/m^3$  d'une particule à l'autre et d'une taille à l'autre) et celle de la glycérine ce qui induit une incertitude sur la valeur de  $V_{\infty\_calcul}$ . Ceci sera confirmé plus tard grâce à la mesure expérimentale de la vitesse terminale. Cette incertitude est de l'ordre de  $0,3\text{ mm/s}^{-1}$ .

### III.2.4. Effet de la viscosité de l'huile de silicone :

La Figure III.9 présente les résultats obtenus pour les deux valeurs extrêmes de  $\lambda$  et pour des particules identiques PA8.

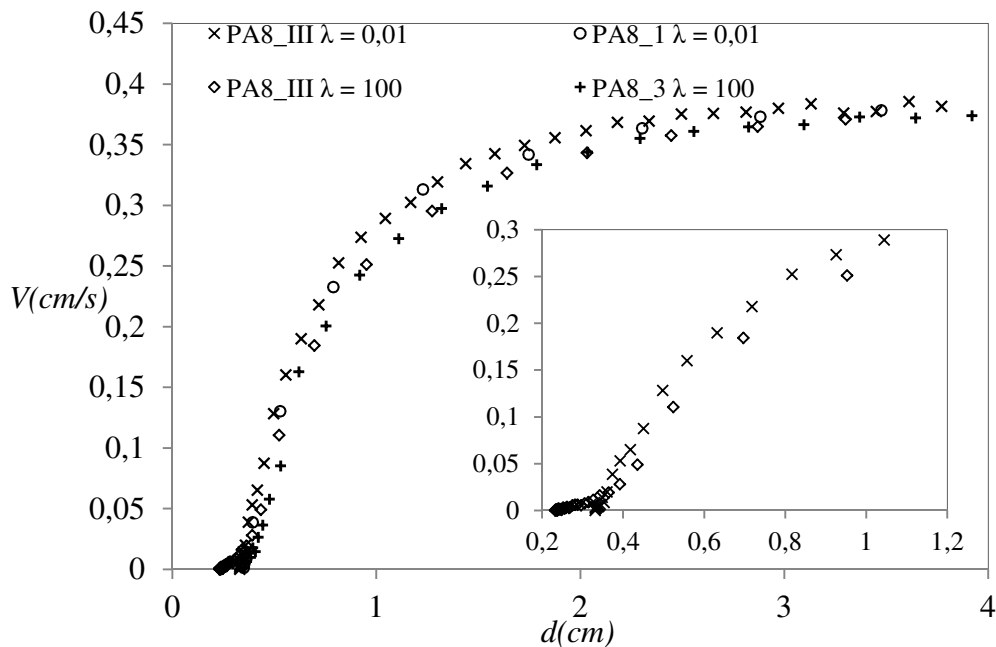


Figure III.9 : Variation de la vitesse en fonction de la distance particule-interface pour  $\lambda \approx 0,01$  et  $\lambda \approx 100$  et pour des billes identiques PA8.  $T = 25^\circ C$ .

On constate que le ralentissement débute à une distance plus élevée pour  $\lambda = 100$  que pour  $\lambda = 0,01$ , ce qui signifie que l'augmentation de la viscosité du second fluide entraîne l'augmentation de la portée des interactions hydrodynamiques entre la particule et l'interface. D'autre part, on peut remarquer pour  $\lambda = 100$  l'existence d'une « zone d'inflexion » précédant le régime qu'on identifiera au régime de Reynolds. Pour cette valeur de  $\lambda$ , la présence de ce régime est en fait constatée nettement pour toutes les particules, sauf pour les billes PA4, où seule le régime linéaire est observé (courbes en Annexe II).

La Figure III.10 et la Figure III.11 comparent les résultats pour deux petites valeurs de  $\lambda$  et pour les valeurs supérieures à 10 respectivement. Nous observons que l'écart entre les points expérimentaux est très réduit. Cependant, nous pouvons constater, comme précédemment, que la portée des interactions hydrodynamiques est croissante avec  $\lambda$ .

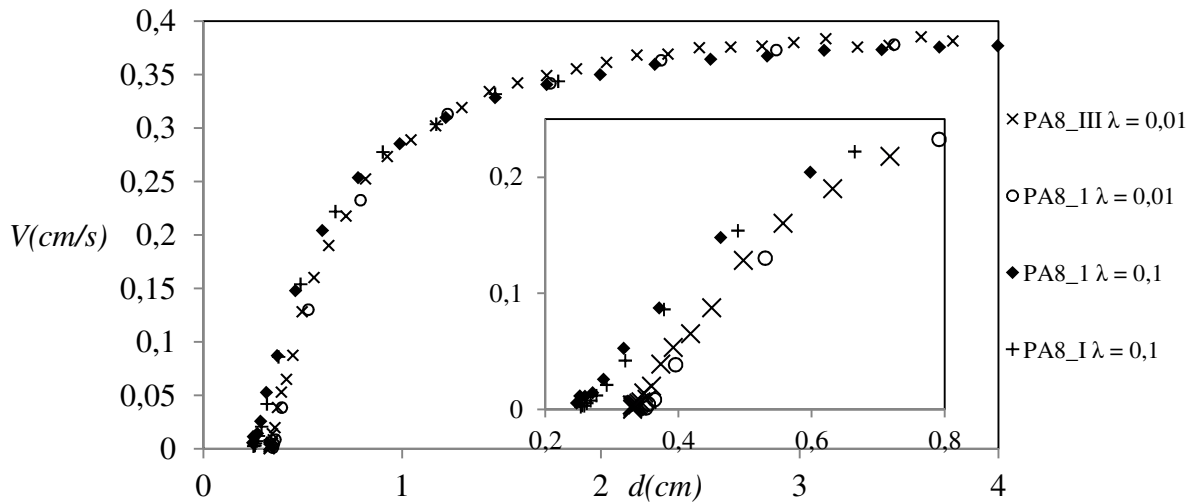


Figure III.10 : Variation de la vitesse en fonction de la distance particule-interface pour  $\lambda \approx 0,01$  et  $\lambda \approx 0,1$  et pour des billes identiques PA8.  $T = 25^\circ\text{C}$ .

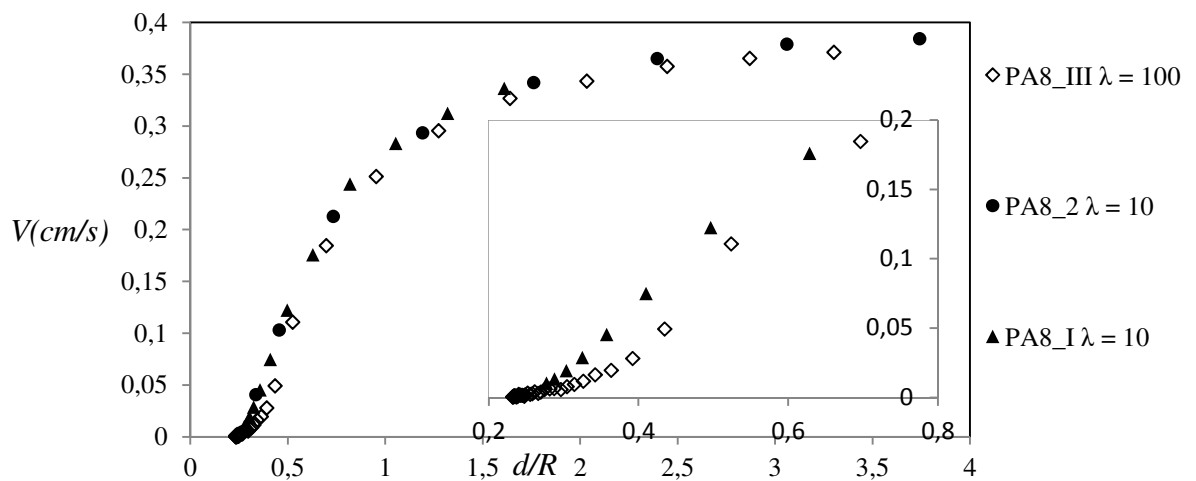


Figure III.11 : Variation de la vitesse en fonction de la distance particule-interface pour  $\lambda \approx 10$  et  $\lambda \approx 100$  et pour des billes identiques PA8.  $T = 25^\circ\text{C}$ .

Par ailleurs, on observe une différence de position finale : pour l'huile de silicone de plus faible viscosité (cas  $\lambda = 0,01$ ), la position finale de la particule se situe à une distance plus élevée que pour les autres essais. Cette huile étant moins dense que les autres huiles de silicones utilisées, la poussée d'Archimède qu'elle exerce sur la particule est plus faible : la résultante du poids et de la poussée d'Archimède est donc plus faible (en module), ce qui entraîne une augmentation de  $d_0$ .

La Figure III.12 représente les mesures de  $d_0$  obtenues pour les particules PA8 pour les différentes valeurs du rapport de viscosité. Les barres d'erreurs représentent l'incertitude sur la mesure de la position de l'interface.

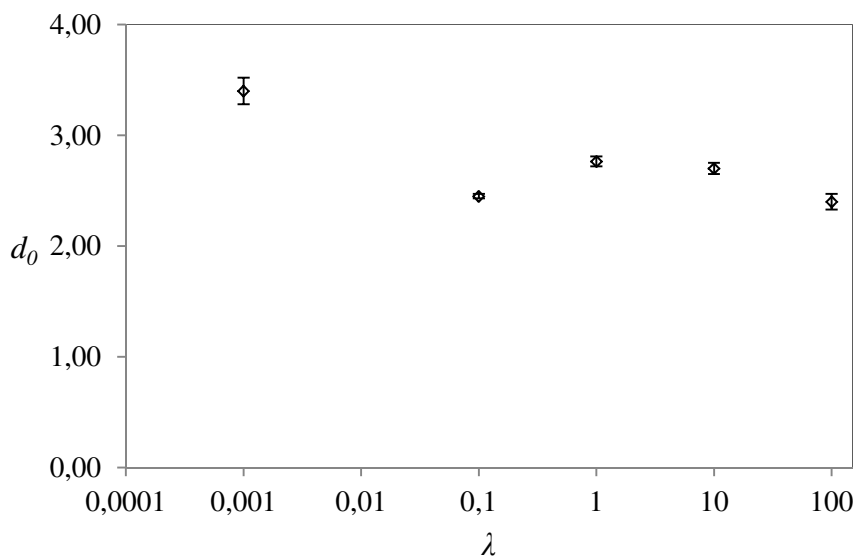


Figure III.12 : Valeurs de  $d_0$  pour des particules identiques PA8 et pour les différentes valeurs de  $\lambda$ .

Il apparaît clairement que  $d_0(\lambda = 0,01)$  est supérieure à toutes les autres valeurs. Ceci ne traduit pas une dépendance vis-à-vis de  $\lambda$ , mais plutôt vis-à-vis de  $\rho_2$  comme nous venons de le signaler. D'autre part, les mesures obtenues pour les valeurs supérieures de  $\lambda$  sont assez proches. La valeur de  $d_0$  que nous prenons en compte sera la plus faible parmi les valeurs mesurées, ce qui correspond donc à une mesure plus proche de la position d'équilibre dynamique. Les écarts observés sont liés à l'épaisseur du film du liquide séparant la particule de l'interface : cette épaisseur varie sensiblement d'un essai à l'autre et dépend de la viscosité des phases en présence et du temps d'observation. Ainsi, dans certains essais, un arrêt prématuré de l'enregistrement des images n'a pas permis un drainage suffisant du film.

D'un point de vue théorique, la distance finale  $d_0$  (correspondant à l'équilibre dit « dynamique » décrit par Hartland, qui diffère de l'équilibre dit « statique » où est établie le contact triphasique) est indépendante de  $\lambda$ .

### III.2.5. Effet du tensio-actif :

Les points expérimentaux pour des billes identiques, avec un rapport de viscosité quasiment constant, avec et sans présence de l'agent tensioactif sont représentés ci-dessous sur la Figure III.13. Le comportement des particules dans les deux situations est identique sauf pour les plus faibles distances où  $d$  tend vers une valeur de  $d_0$  plus faible en présence de tensio-actif. Un constat similaire est observé pour les particules PA12 (voir Figure III.14).

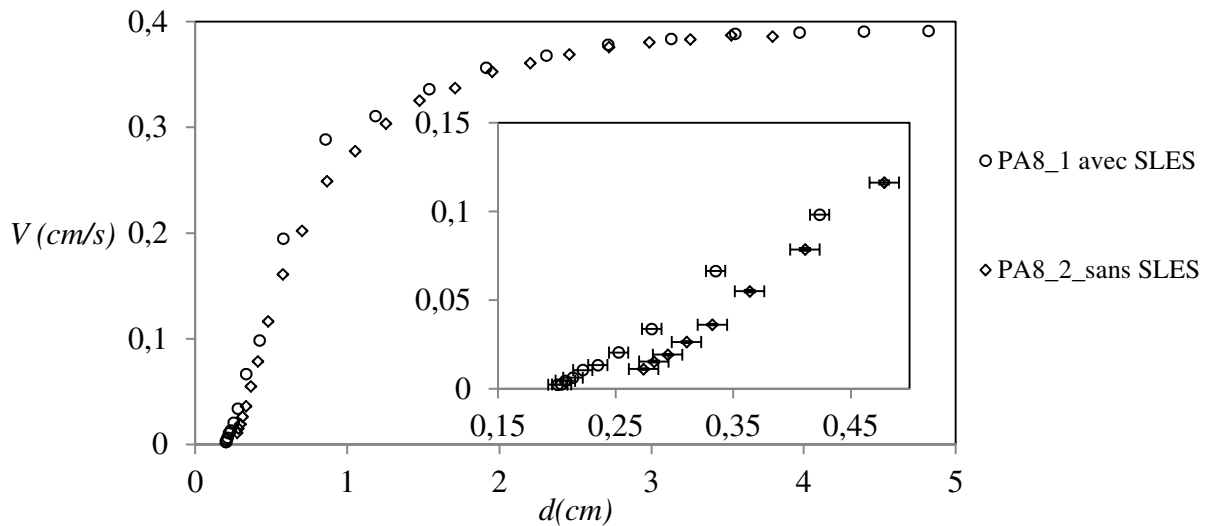


Figure III.13 : Variation de la vitesse en fonction de la distance pour des particules PA8,  $\lambda \approx 10$  et deux valeurs différentes de la tension-interfaciale.

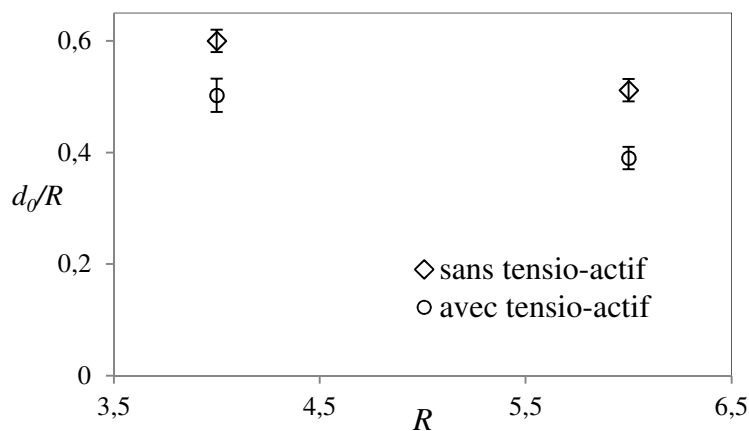


Figure III.14 : Effet du tensioactif sur  $d_0/R$ , particules en polyamide PA8 et PA12.

Cette différence s'explique par le fait que la diminution de la tension interfaciale permet une plus grande déformation de l'interface. Ainsi, la particule s'immobilise à une position telle que son centre est plus proche de la position initiale de l'interface.

Signalons que l'addition du tensio-actif SLES n'a pas pour seul effet, la diminution de la tension interfaciale. En effet, la densité de la phase lourde est diminuée par l'ajout du tensio-actif. Ceci devrait avoir un effet opposé à celui de la tension interfaciale. Le résultat expérimental signifierait que l'effet de la diminution de la tension interfaciale l'emporte sur l'effet de la diminution de la masse volumique de la phase lourde.

### III.2.6. Synthèse et valeurs moyennes :

Les différentes valeurs obtenues de  $d_0/R$  sont représentées sur le Tableau III.8 en fonction de  $R$ . Suite aux observations faites précédemment, nous distinguons le cas  $\lambda = 0,01$  des autres cas. Rappelons que les valeurs retenues pour  $\lambda \in [0,1 ; 100]$  sont celles qui correspondent aux essais où l'enregistrement a permis d'arriver à un stade plus avancé du drainage du film.

	PA12	PA8	PA6	PA4	PS6
$R$ (mm)	6	4	3	2	3,15
$\lambda = 0,01$	0,58	0,85	-	-	-
$0,1 \leq \lambda \leq 100$	0,51	0,60	0,74	0,97	0,61
$\lambda = 10$ avec tensio-actif	0,39	0,50	-	-	-

Tableau III.8 : Synthèse des valeurs des positions finales réduites.

Nous avons sur ce tableau une indication sur l'effet de trois propriétés physiques, la densité de la bille, la densité de la phase légère et la tension interfaciale entre les deux liquides, et d'une propriété géométrique, le rayon de la sphère. La position finale réduite est une fonction décroissante de  $R$  et de la densité du second liquide  $\rho_2$ , et est une fonction croissante de la densité de la particule et de la tension interfaciale  $\sigma$ . La diminution de la distance finale réduite quand le rayon augmente est vérifiée pour deux valeurs de  $\rho_2$  et deux valeurs de  $\sigma_{12}$ . Ces différentes propriétés définissent deux nombres adimensionnels que nous avons introduits précédemment qui sont le nombre  $\beta$  (rapport des différences de densités entre la bille et le premier liquide d'une part et les deux liquides d'autre part) et le nombre Bond qui compare les effets gravitationnels à la tension interfaciale.

Les valeurs de vitesse maximale mesurées sont rassemblées sur la Figure III.15 où l'on peut constater que la vitesse maximale atteinte loin de l'interface, à taille de particule donnée,

ne dépend pas des propriétés du deuxième liquide. Ces valeurs tiennent compte de l'ajustement de la température à 25°C. Les différentes configurations expérimentales sont numérotées en respectant un ordre croissant des valeurs de  $\lambda$ , la configuration 6 désigne le cas  $\lambda = 10$  avec tensioactif.

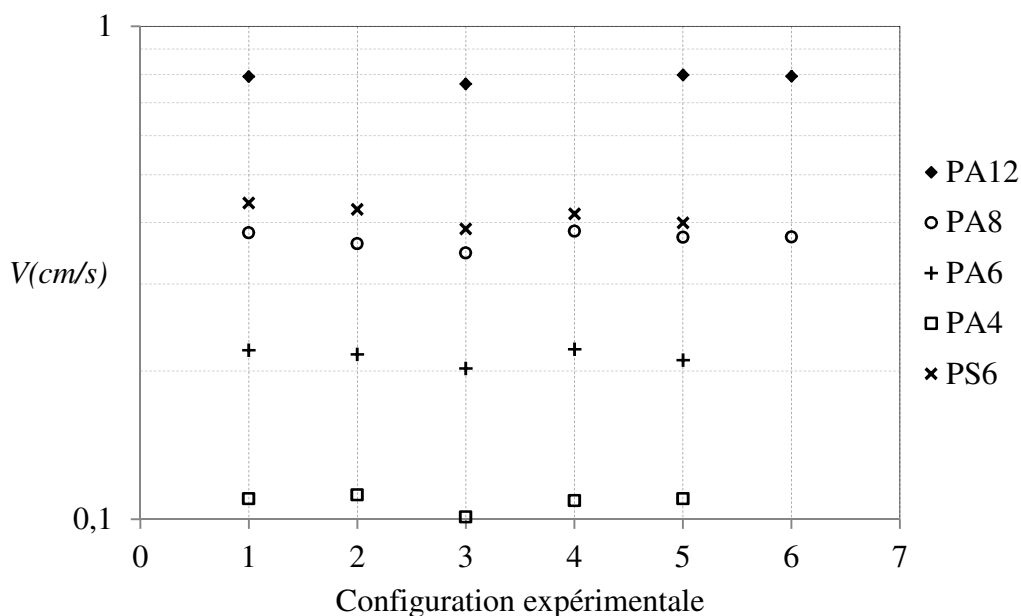


Figure III.15 : Valeurs des vitesses maximales pour chaque type de particule et pour les différents systèmes étudiés. 1-5 :  $\lambda = 0.01, 0.1, 1, 10$  et  $100$  respectivement. 6 :  $\lambda = 10$  avec tensioactif.

Dans ce qui suit, on désignera par  $V_{max}$  la valeur moyenne de la vitesse maximale calculée à partir des mesures obtenues pour chaque essai. Les valeurs correspondant au troisième essai ( $\lambda = 1$ ) sont systématiquement inférieures à celles des autres situations. Ceci peut résulter d'une erreur de mesure de la température et par conséquent,  $V_{max}(25^\circ\text{C})$  serait calculée par un coefficient d'ajustement erroné. Aussi, les moyennes ne tiennent pas compte de ces valeurs. Les données correspondant au sixième essai ne seront pas utilisées non plus car la masse volumique et la viscosité de la phase lourde sont modifiées par l'addition du tensioactif SLES, même si cette modification ne semble pas avoir un effet significatif sur la valeur de  $V_{max}$ .

### III.2.7. Mesure de la vitesse de Stokes :

À présent nous allons présenter les résultats relatifs à la mesure de la vitesse de Stokes à l'aide du suivi du mouvement des particules au voisinage d'une paroi solide, tel que nous l'avons décrit au chapitre précédent. Le grossissement utilisé dans ces essais est plus élevé encore que ceux utilisés précédemment. Ainsi, le suivi est fait sur le dernier centimètre avant la paroi. La totalité des points expérimentaux est présentée sur la Figure III.16. Pour cette mesure, la vitesse est représentée en fonction de la distance séparant la surface de la particule et la paroi solide qui n'est autre que l'épaisseur du film liquide. La partie linéaire que nous pouvons distinguer (Figure III.17) correspond à des distances  $h = d - R$  inférieures à  $0,3 \text{ mm}$  ( $\simeq 0,1R$ ). La régression linéaire est donc faite uniquement pour ce domaine.

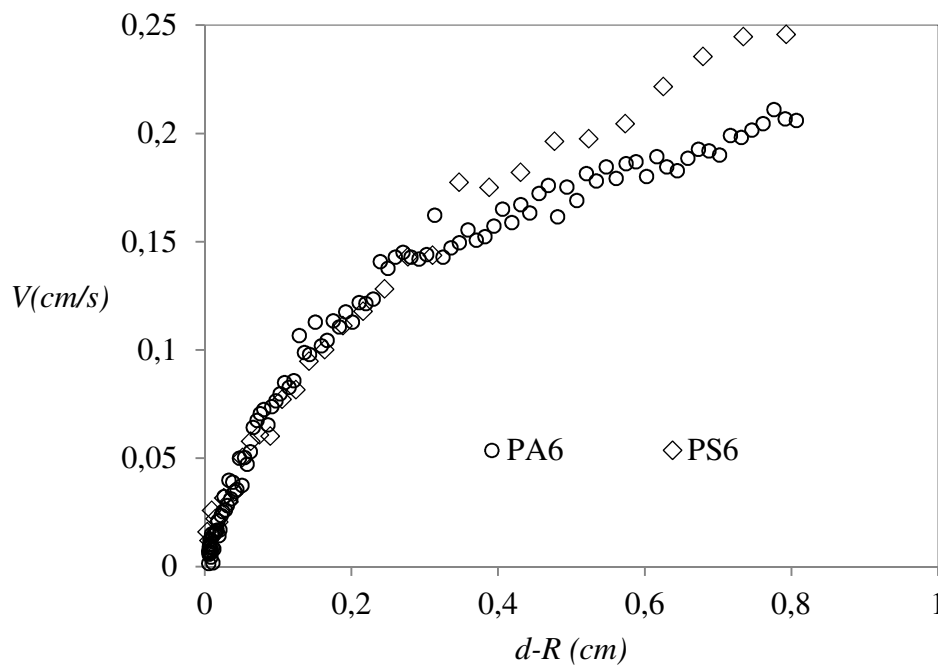


Figure III.16 : Variation de la vitesse en fonction de la distance particule-interface pour des particules PA6 et PS6. Cas d'une paroi solide.



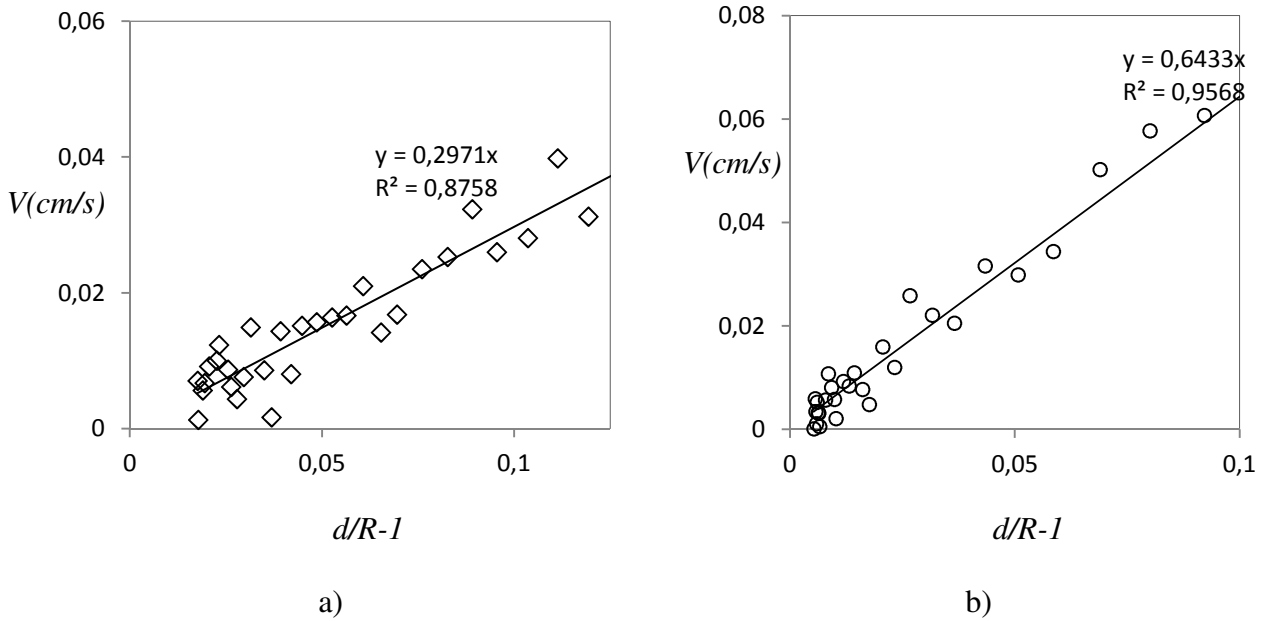


Figure III.17 : Vitesse en fonction de la distance pour une interface glycérine/paroi solide :  
a. PA6 (T = 26°C), b. PS6 (T=26,5°C).

Cependant, la plus petite valeur mesurée de  $h$  est supérieure à  $0,03 \text{ mm}$  ( $\approx 0,01R$ ). Tandis que le régime de Taylor correspond à des distances inférieures à  $0,01R$ . La pente ainsi mesurée permet donc d'obtenir la vitesse terminale avec une erreur de l'ordre de 15%. Notons que cette erreur est du même ordre de grandeur que l'incertitude sur la masse volumique. Cette valeur a été estimée à partir de la courbe théorique de Brenner<sup>(25)</sup> pour le cas d'une paroi rigide (figure I.2 de cette thèse). Cette méthode de mesure de la vitesse terminale, initialement conçue pour le montage interférométrique, sera plus précise dans le cas de ce dernier, grâce à sa forte sensibilité.

La valeur de la vitesse correspond à la pente mesurée pour la bille PA6 et la bille PS6, tandis que pour le reste des particules, les valeurs sont estimées à partir des rayons en considérant :  $\frac{V_{\infty}(R_1)}{V_{\infty}(R_2)} = \left(\frac{R_1}{R_2}\right)^2$ . Ces résultats sont représentés sur le Tableau III.9 et comparées aux vitesses maximales mesurées.

	PA12	PA8	PA6	PA4	PS6
$V_{\infty\_estimée} \text{ (cm/s)}$	1,089	0,484	0,272	0,121	0,567
$V_{\max}/V_{\infty\_estimée}$	0,73	0,77	0,80	0,91	0,74

Tableau III.9 : Vitesse maximale et vitesse de Stokes pour chaque bille : valeurs ramenées à une même température T = 25°C.

Notons que le rapport  $\frac{V_{max}}{V_{\infty}}$  diminue avec le rayon de la particule pour les billes en polyamide, ceci est lié à l'effet croissant des parois lorsque le rapport entre la distance aux parois et le rayon de la particule diminue. Cependant, les particules PS6 subissent un ralentissement plus grand que celui que subissent les particules PA6. Ceci revient à des phénomènes parasites, tels que la convection naturelle ou les écoulements résiduels.

La Figure III.18 compare les valeurs de  $V_{max}$  et de  $V_{\infty\_estimée}$  aux vitesses terminales calculées à partir des propriétés des particules et de la glycérine. On constate que  $V_{max}$  est toujours inférieure aux deux autres valeurs. Ces dernières sont différentes dans la plupart des cas à cause de l'incertitude sur les propriétés des particules et de la glycérine. L'erreur relative est de l'ordre de 14% pour les billes en polyamide et de l'ordre de 26% pour la bille PS6.

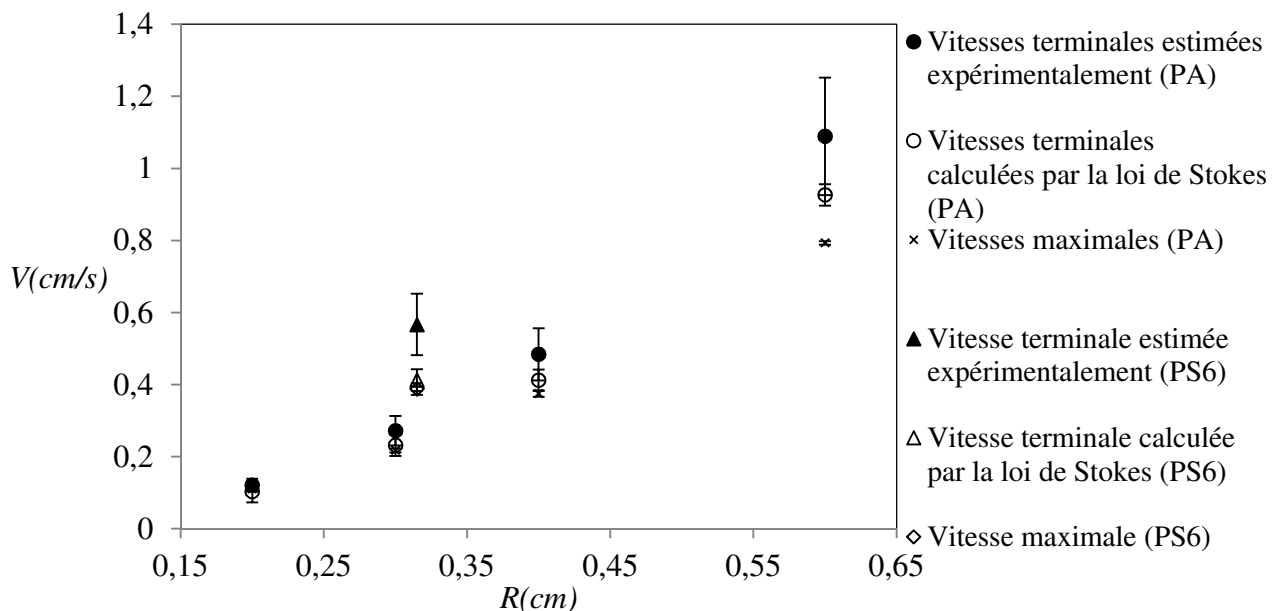


Figure III.18 : Comparaison des valeurs mesurées et des valeurs calculées de la vitesse terminale aux valeurs de  $V_{max}$ .

En tenant compte de la variation de la viscosité avec la température, nous allons comparer ces résultats aux effets des parois sur la vitesse terminale en estimant  $f_{||}$  en fonction de la taille du récipient et de la taille des particules. Nous allons estimer la valeur de ce coefficient à l'aide des valeurs théoriques données pour une particule en mouvement sur l'axe d'un cylindre infini, en considérant une moyenne entre le cylindre inscrit dans le parallélépipède et le cylindre circonscrit. La formule de Bohlin <sup>(24)</sup> donnée au premier chapitre de cette thèse a

été utilisée. Les valeurs obtenues sont données en Annexe III et représentées ci-dessous sur la Figure III.19.

En se référant à la vitesse terminale estimée, on peut remarquer que les effets prévus par cette équation sont inférieures aux effets réels ressentis dans le cas expérimental. Ceci s'explique par le confinement plus important dû à la présence de la paroi inférieure ainsi que la présence de l'interface liquide/liquide. Néanmoins, dans la plupart des cas, la valeur théorique moyenne est en accord avec l'observation expérimentale ayant pour référence la valeur calculée de la vitesse terminale. Il s'agirait d'une coïncidence due au fait que les valeurs expérimentales seraient surestimées à cause de l'imprécision sur les propriétés des particules, et que les valeurs théoriques également surestimée à cause d'un confinement moins important.

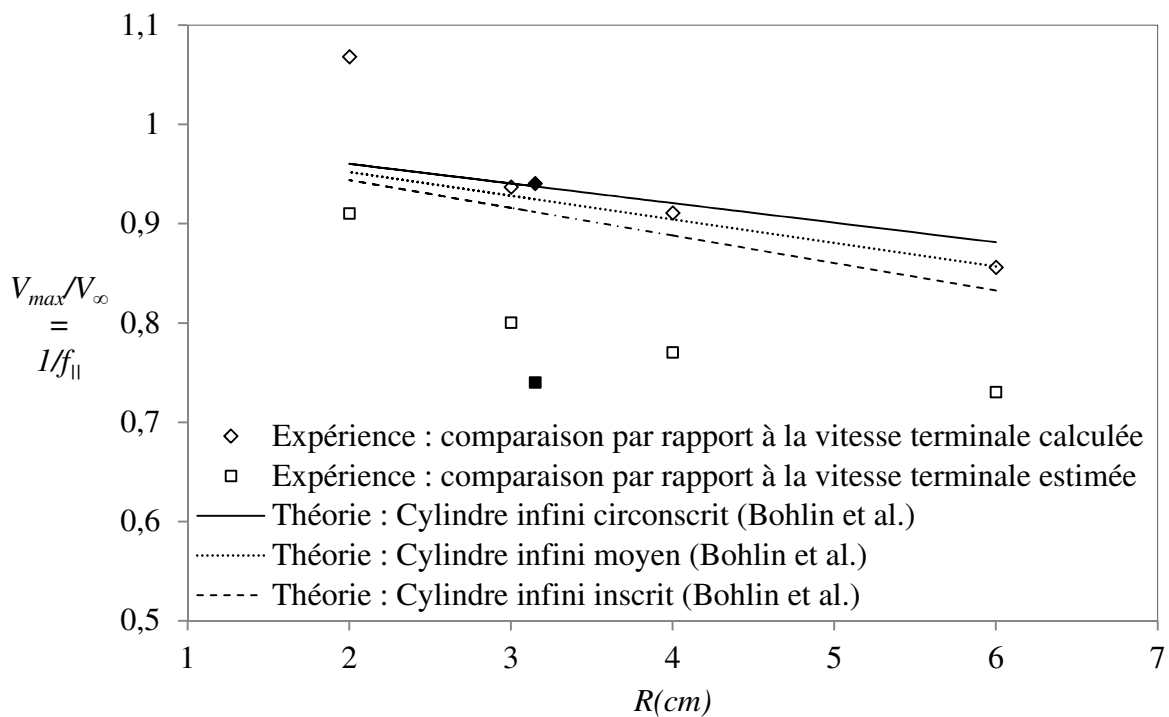


Figure III.19 : Valeurs théorique de  $V_{max}/V_{\infty}$  pour le cas d'un cylindre infini (Bohlin *et al.*<sup>(24)</sup>) comparées aux valeurs expérimentales. Les symboles pleins représentent le cas de la particule PS6.

Les particules PA4 semblent suivre un régime différent des autres particules : l'effet des parois est relativement faible. Le point correspondant à  $V_{max}/V_{\infty\_calculée}$  est un point aberrant car il dépasse 1, ce qui est impossible. Par ailleurs, ce graphe confirme l'observation faite précédemment concernant la particule PS6 :  $f_{||}$  varie de façon régulière en fonction du rayon,

en revanche  $f_{||}$  varie aussi avec la densité ce qui va à l'encontre de la théorie. Ceci revient à une erreur de mesure.

### III.3. Comportement de particules en acier au voisinage d'une interface huile de silicone/mercure :

D'une manière similaire au paragraphe précédent, nous présentons ici les résultats obtenus à l'aide du dispositif interférométrique. Tout d'abord, la Figure III.20 met en évidence la répétabilité des essais. Ici l'origine des distances est fixée au niveau de la position finale de la particule car la position de l'interface n'est pas mesurée expérimentalement. Par ailleurs, aucun ajustement de température n'est effectué pour ces résultats car la viscosité de l'huile de silicone peut être considérée constante dans nos expériences (elle est peu affectée par une éventuelle variation de la température).

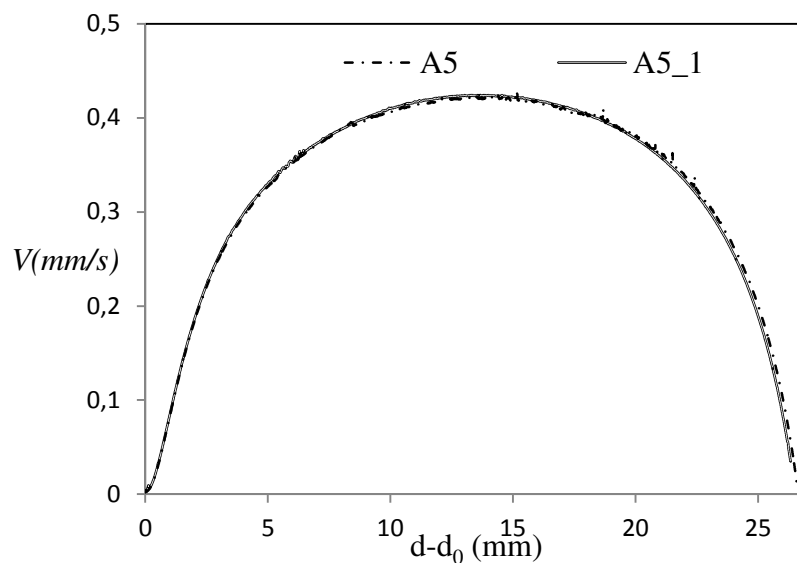


Figure III.20 : Vitesse en fonction de la distance pour deux essais avec la particule A5,5.

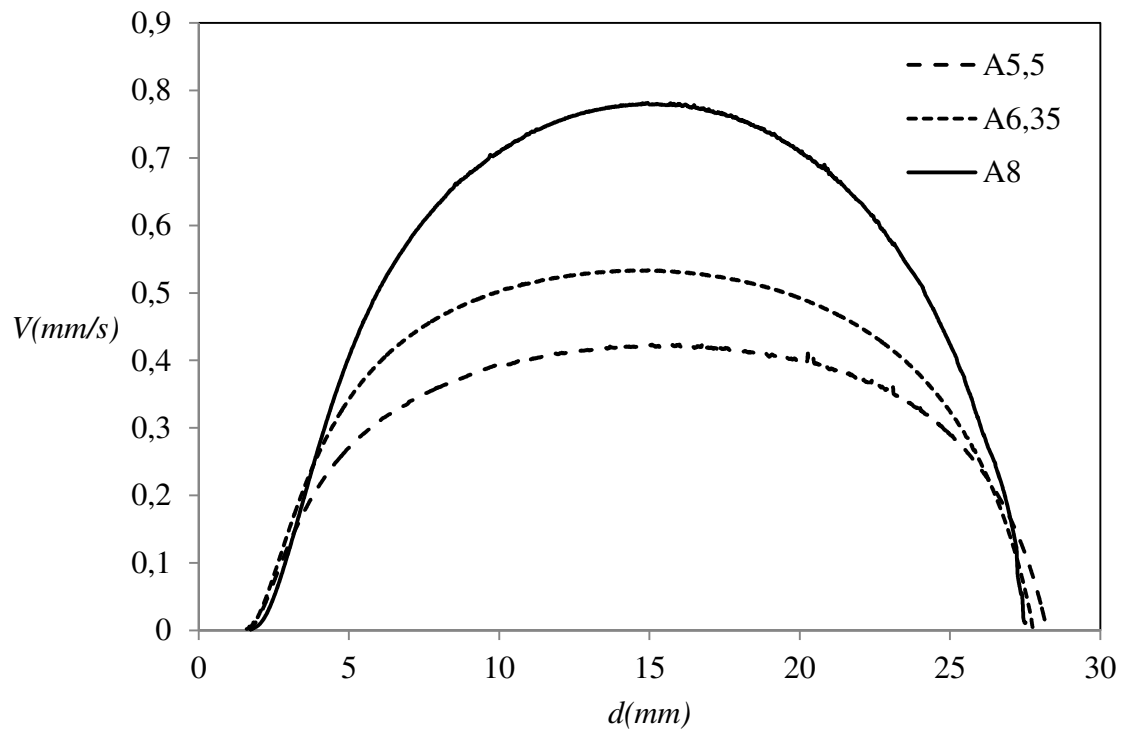
Dans un premier temps, nous estimons la position de l'interface en effectuant la symétrie par rapport à l'abscisse du point de vitesse maximale. Cette hypothèse revient à considérer qu'à une distance  $d$  de l'ordre de  $3 \times R$ , l'interface liquide/liquide se comporte comme une interface indéformable rigide. Cette hypothèse sera étudiée de plus près dans le chapitre IV de cette thèse.

Les courbes obtenues pour les trois particules sont représentées sur la Figure III.21. À partir de ces courbes nous pouvons obtenir les valeurs des vitesses maximales ainsi que les positions finales (Tableau III.10). Les valeurs obtenues par la méthode photographique telle que nous l'avons décrite au chapitre précédent sont également présentées sur le même tableaux et notées  $\frac{d_0^*}{R}$ . Également, la variation de la distance en fonction du temps est calculée à partir de ces données de variation de la vitesse. Les courbes représentant ces résultats sont présentées sur la Figure III.22.

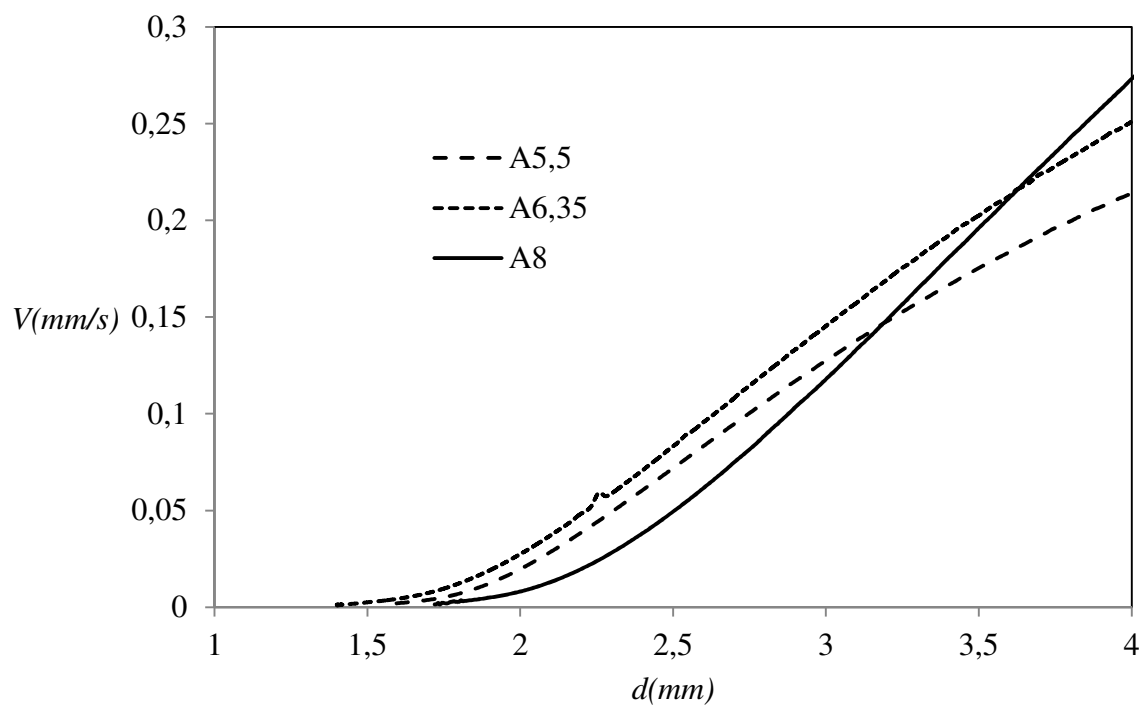
Les mesures de  $\frac{d_0^*}{R}$  s'avèrent nettement inférieures aux valeurs déduites des courbes obtenues par le montage interférométriques. Il est possible que cela soit dû à une erreur due à la dissymétrie par rapport au point de vitesse maximale, ou à une interruption prématurée de l'enregistrement. Nous allons examiner ces deux explications possibles dans le prochain chapitre.

Particule	A8	A6,35	A5,5
$R$ (mm)	4	3,18	2,75
$V_{max}$ (mm/s)	$0,779 \pm 0,002$	$0,521 \pm 0,001$	$0,427 \pm 0,001$
$d_0$ (mm)	1,72	1,4	1,595
$\frac{d_0}{R}$	0,43	0,44	0,58
$\frac{d_0^*}{R}$	$0,17 \pm 0,01$	$0,22 \pm 0,01$	$0,27 \pm 0,01$

Tableau III.10 : Valeurs des vitesses maximales et des positions finales.



a)



b)

Figure III.21 a) et b) : Variation de la vitesse en fonction de la distance pour les trois différentes billes d'acier.

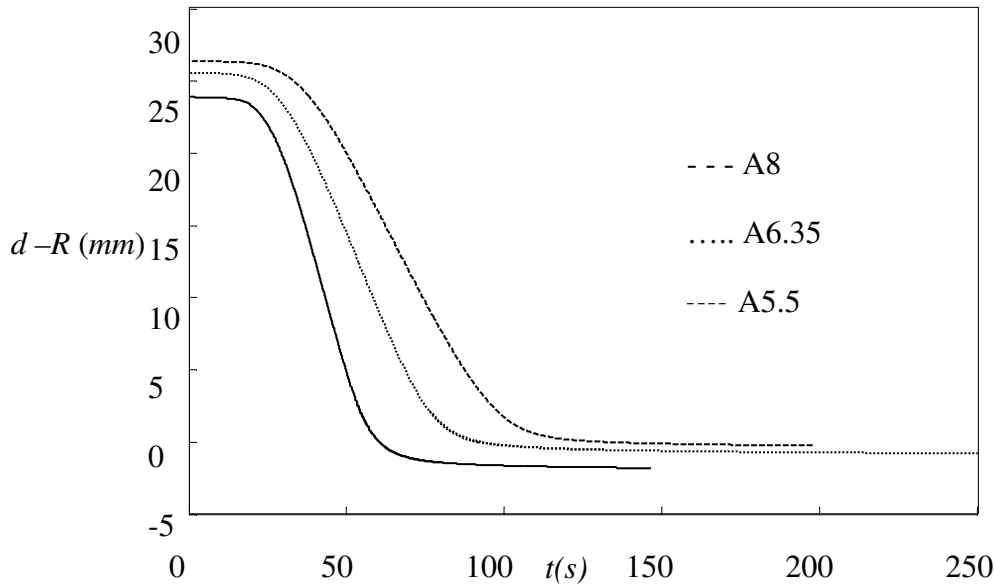


Figure III.22 : Variation de la distance en fonction du temps ; origine arbitraire du temps.

#### Mesure de la vitesse terminale de Stokes :

Pour les essais effectués avec une paroi solide, les points expérimentaux correspondant à la variation de la vitesse en fonction de la distance sont présentés en variables réduites dans la Figure III.23. Les valeurs de la vitesse terminale des trois particules sont présentées au Tableau III.11 où on peut constater que le rapport  $\frac{V_{max}}{V_{\infty}}$  est toujours inférieur à 1 et est décroissant avec le rayon de la particule. La Figure III.24 représente les valeurs des vitesses terminales calculées et les valeurs expérimentales de  $V_{max}$  et de  $V_{\infty}$ . Par ailleurs, l'erreur liée au calcul de la vitesse terminale est de l'ordre de 12% et varie très peu d'une particule à l'autre.

Connaissant le rayon de la cellule cylindrique et sa hauteur ( $R_c = 40 \text{ mm}$ ,  $H_c=40\text{mm}$ ), nous pouvons estimer les effets des parois latérales sur la vitesse de la particule. Le Tableau III.12 présente les valeurs du coefficient de friction pour les trois tailles de bille, en utilisant la formule de Bohlin <sup>(24)</sup> pour un cylindre infini et la formule de Sano <sup>(60)</sup> pour un cylindre fini avec un rapport hauteur/diamètre du cylindre égal à  $H_c/2R_c = 0,5$  (Équation III.2).

Équation III.2 :

$$f_{||} = 1 + k \frac{R_p}{R_c} + O\left(\frac{R_p}{R_c}\right)$$

Où  $k$  est une fonction de la position de la particule et du rapport  $H_c/R_c$ . Dans le cas qui nous intéresse cas, et pour une sphère située au centre du cylindre :  $k \simeq 1,47$ . <sup>(60)</sup>

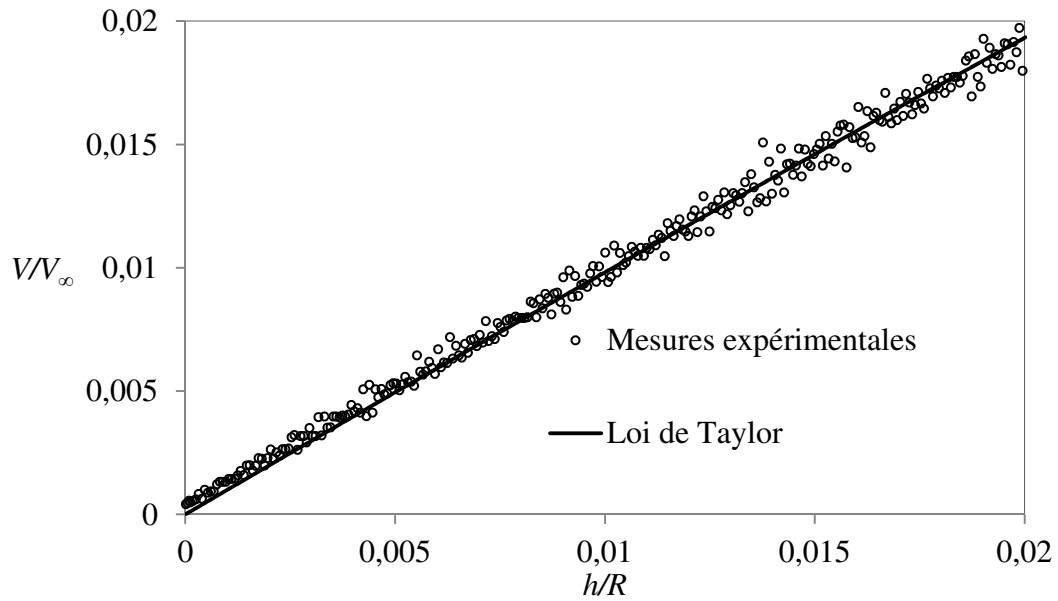


Figure III.23 : Vitesse normalisée en fonction de la distance  $\frac{h}{R} = \frac{d-d_0}{R}$ .

Particule	A8	A6,35	A5,5
$V_\infty$ (mm/s)	1,11	0,70	0,53
$\frac{V_{max}}{V_\infty}$	0,70	0,74	0,81

Tableau III.11 : Vitesse maximale et vitesse de Stokes mesurée pour chaque bille.

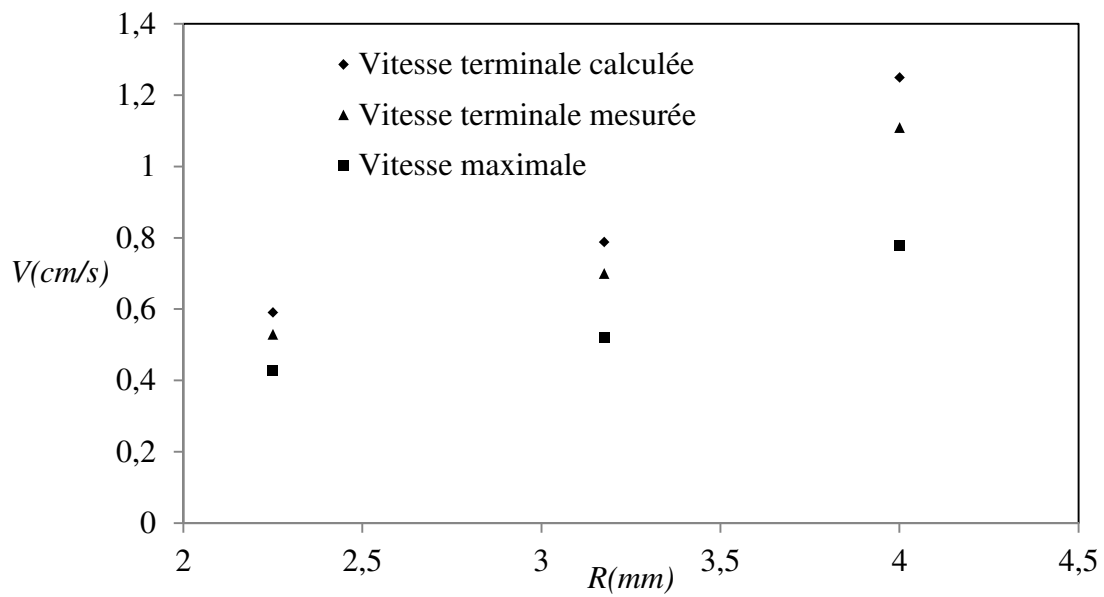


Figure III.24 : Vitesses de Stokes, mesurées et calculées et vitesses maximales mesurées.



Particule	$R_c/R_p$	$1/f_{  }$ Cylindre infini (Bohlin <i>et al.</i> )	$1/f_{  }$ Cylindre fini (Sano)	$\frac{V_{max}}{V_{\infty}}$
A8	5	0,60	0,77	0,70
A6,35	6,30	0,67	0,81	0,74
A5,5	7,27	0,72	0,83	0,81

Tableau III.12 : Facteur de friction dû aux parois latérales de la cellule.

Contrairement au premier montage,  $1/f_{||}$  pour un cylindre infini est inférieur au rapport  $\frac{V_{max}}{V_{\infty}}$ . Cela signifie que la vitesse maximale est supérieure à celle prévue pour un cylindre infini. Le confinement étant plus important pour le dispositif interférométrique que pour le dispositif photographique, ce résultat semble contre-intuitif, mais rejoint les conclusions de Mongruel *et al.*<sup>(61)</sup>. Les valeurs expérimentales sont cependant inférieures à celle prévues par l'équation de Sano. Ceci peut être expliqué par le fait que les résultats de Sano sont établis pour une particule ponctuelle.

#### III.4. Synthèse et conclusions :

Le mouvement des particules dans les deux dispositifs passe par une étape d'accélération jusqu'à atteindre une vitesse maximale  $V_{max}$  dont la valeur dépend de la taille et de la nature de la particule. Il s'agit d'une valeur inférieure à la vitesse terminale de Stokes à cause de l'effet des parois du récipient. La vitesse maximale est d'autant plus diminuée par la présence des parois que le rapport  $R_c/R_p$  est faible.

Le mouvement est ensuite ralenti sous l'effet des interactions hydrodynamiques entre la particule et l'interface liquide/liquide. Cette étape de ralentissement se termine, dans certains cas, par un régime de Reynolds, caractérisé par l'existence d'un point d'inflexion dû à la déformation de l'interface. Ce régime de Reynolds est d'autant plus remarquable que la taille de la particule est grande et que le rapport de viscosité est élevé, la viscosité de la première phase étant fixée. L'effet du rayon de la particule s'explique par le fait que ce régime ait lieu quand le rayon de courbure de l'interface devient égal au rayon de la particule.

Et l'effet du rapport de viscosité peut être expliqué par la résistance au drainage du film, qui augmente avec la viscosité de la deuxième phase, ce qui favoriserait la déformation de l'interface au cours du mouvement de la particule.

Nous avons donné également dans ce chapitre, les résultats des mesures des vitesses terminales. Ces mesures sont très précises dans le cas du montage interférométrique, cependant l'erreur faite pour le cas du premier montage étant du même ordre de grandeur que l'incertitude sur les masses volumiques des particules et de la glycérine, la valeur que nous allons utiliser dans la suite sera la valeur estimée expérimentalement  $V_{\infty\_estimée}$  pour les résultats des deux techniques.



## CHAPITRE IV

### DISCUSSION

Dans ce chapitre, nous commençons par rapporter les domaines de variation des nombres adimensionnels caractérisant la sédimentation d'une particule vers une interface liquide/liquide, soit le nombre de Bond modifié,  $Bo_p$ , le rapport de différence de masse volumique,  $\beta$ , et le rapport de viscosité,  $\lambda$ .

Puis, nous discutons les positions d'équilibre dynamique mesurées expérimentalement et nous les comparons aux prédictions fournies par différents modèles : (i) le modèle gravitaire, (ii) un modèle prenant en compte les effets gravitaires et la surpression de Laplace et (iii) le modèle de Hartland.

Ensuite, nous étudions l'effet de  $Bo_p$ ,  $\beta$  et  $\lambda$  sur les variations du coefficient de frottement  $f_{\perp}$  à l'approche de l'interface. Nous rappelons que le coefficient de frottement se déduit facilement de la vitesse de la particule puisque  $V = V_{\infty}/f_{\perp}$ . Par la suite, nous utilisons le plus souvent la notation simplifiée  $f$  pour désigner le coefficient de frottement dans la direction normale à l'interface.

Nous distinguons deux régions différentes selon que la distance  $(d - R)$  séparant la surface de la particule et l'interface liquide/liquide non perturbée est supérieure ou inférieure à  $R$ , soit  $d/R \gtrsim 2$  et  $d/R \lesssim 2$  respectivement.

Pour  $d/R \gtrsim 2$ , les variations du coefficient de frottement seront représentées en fonction de la distance réduite  $d/R$  et comparées aux courbes théoriques de Bart à la valeur correspondante du rapport de viscosité,  $\lambda$ , pour une interface indéformable.

Quand la sphère est proche de l'interface, la distance pertinente qui entre en jeu dans les interactions hydrodynamiques particule/interface n'est plus la distance  $d$  mais l'épaisseur du film liquide séparant la sphère de l'interface déformée. Cependant, la position instantanée de l'interface déformée n'étant pas mesurée expérimentalement, nous ne pouvons pas connaître

l'épaisseur du film. Nous avons par conséquent choisi de représenter les variations du coefficient de frottement (au voisinage de l'interface) en fonction de l'écart à la position finale dite d'équilibre dynamique ( $d - d_0$ ) et d'étudier la relaxation de la sphère vers sa position d'équilibre dynamique.

#### IV.1. Valeurs des nombres adimensionnels :

Les démarches expérimentales ont été organisées de telle sorte que l'on puisse faire varier séparément chacun des nombres  $Bo_p$ ,  $\beta$  et  $\lambda$  afin d'étudier leurs éventuels effets sur la variation du coefficient de frottement, et de manière à ce que le nombre de Reynolds particulière  $Re_p$  reste inférieur à  $10^{-1}$  (voire  $10^{-2}$  dans la majorité des cas).

Ainsi, dans le cas des billes de polyamide, il est possible de faire varier  $\lambda$  de 0,1 à 100 indépendamment de  $Bo_p$  et  $\beta$  (voir Tableau IV.1). Notons que dans le cas où  $\lambda = 10^{-2}$ ,  $\beta$  varie puisque l'huile de silicone correspondante (M3) a une masse volumique plus faible.

	$\beta (= \frac{9}{2} Cg)$			$Bo_p (\frac{9}{2} Ca)$		$Bo (= \frac{9 Ca}{2 \beta})$	
	$\lambda \approx 10^{-2}$	$\lambda \geq 0,1$		Sans SLES	Avec SLES	Sans SLES	Avec SLES
		Sans SLES	Avec SLES				
PA12	0,37	0,45	0,37	<u>1,53</u>	6,70	3,41	18,12
PA8				<u>0,67</u>	2,97	1,51	8,03
PA6				0,391	-	0,87	-
PA4				0,171		0,38	
PS6	0,60	0,72	0,69	<u>0,67</u>		0,94	
A8	0,54			2,47		4,63	
A6,35				<u>1,57</u>		2,92	
A5,5				1,17		2,19	

Tableau IV.1: Valeurs expérimentales de  $\beta$ ,  $Bo_p$  et  $Bo$ .

La variation de la taille des particules de polyamide ou d'acier permet de faire varier le nombre capillaire en gardant les nombres  $\beta$  et  $\lambda$  constants. Notons que l'ajout de tensio-actif (SLES) ne permet pas

de faire varier indépendamment le nombre capillaire puisque l'addition de SLES modifie non seulement la tension interfaciale mais également la masse volumique du liquide 1, ce qui conduit à une variation du nombre  $\beta$ .

Enfin, on remarque que les particules de type PS6 et PA8 (valeurs soulignées), ainsi que les particules de type PA12 et A6,35 (valeurs doublement soulignées) ont des valeurs de nombre de Bond modifié très proches, ce qui nous permettra d'étudier l'effet de  $\beta$  indépendamment des nombres  $Bo_p$  et  $\lambda$ .

## IV.2. Equilibre dynamique à l'interface

Nous nous intéressons ici à la position de la particule sphérique lorsque le film de liquide qui la sépare de l'interface est d'épaisseur négligeable (devant le rayon  $R$  de la particule). Dans ces conditions (avant la rupture éventuelle du film et l'établissement d'un contact triphasique), la particule est dans une position d'équilibre dit « dynamique » selon la terminologie employée par Hartland et Robinson <sup>(54)</sup> puisque le drainage du film n'est pas achevé.

Dans un premier temps, nous présentons plusieurs modèles permettant d'estimer cette position puis nous les appliquons aux systèmes étudiés expérimentalement dans le chapitre précédent. Enfin, nous utilisons la modélisation pour estimer la position d'équilibre dynamique dans le cas des inclusions à l'interface métal liquide/laitier.

### IV.2.1 Modélisation de l'équilibre dynamique

En suivant Hartland et Robinson nous allons à présent établir le bilan des forces régissant l'équilibre d'une sphère solide de rayon  $R$  au niveau d'une interface liquide/liquide. La Figure IV.1 présente les notations que nous allons utiliser. L'axe vertical est orienté du liquide 1 vers le liquide 2 et son origine est prise à l'intersection avec la position de l'interface non déformée.

$d_0$  est une grandeur algébrique définie comme la différence de position entre l'interface non déformée et le centre de la particule (à sa position finale). En d'autres termes  $d_0$  est l'opposé de la coordonnée du centre de la bille sur l'axe vertical.  $r_c$  est la rayon de la calotte sphérique où est localisé le film de liquide.  $\theta_c$  est la valeur de l'angle zénithal associé à la transition entre le film et le ménisque de hauteur  $h_m$ .

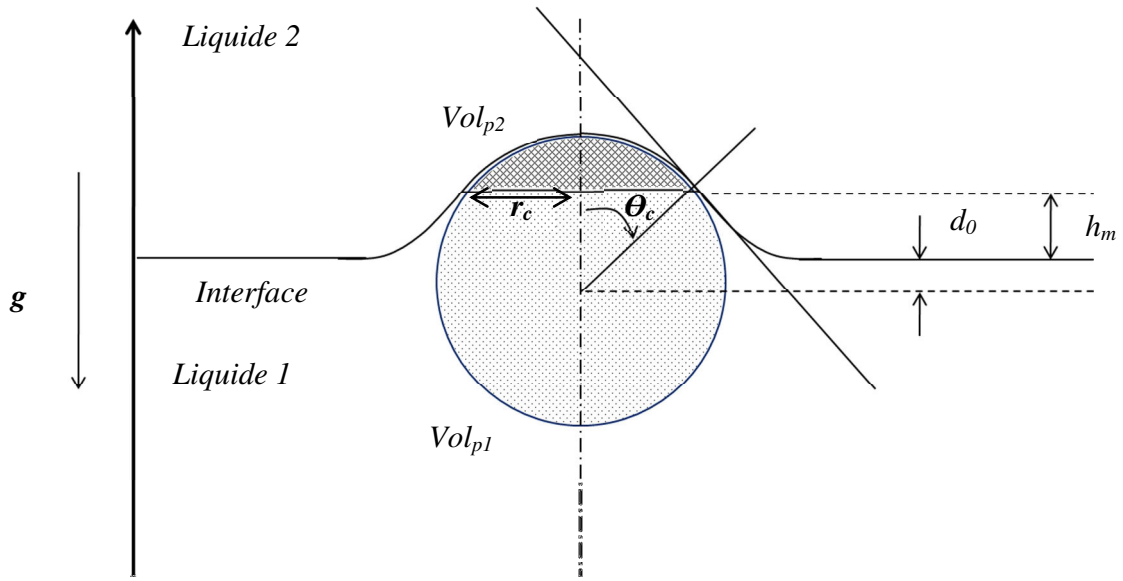


Figure IV.1 : Équilibre d'une sphère solide sur une interface liquide/liquide.

On définit également :

- le volume total de la sphère :

$$Vol_p = \frac{4}{3}\pi R^3$$

- le volume de la calotte sphérique en contact avec le film (volume virtuellement immergé dans le liquide 2)

$$Vol_{p2} = \frac{\pi}{3}R^3(1 - \cos\theta_c)^2(2 + \cos\theta_c)$$

- le volume restant :

$$Vol_{p1} = Vol_p - Vol_{p2} = \frac{\pi}{3}R^3(1 + \cos\theta_c)^2(2 - \cos\theta_c)$$

La hauteur du ménisque,  $h_m$ , peut être calculée, selon le cas, à partir des approximations de Deryaguin ou de Ferguson.

L'approximation de Deryaguin<sup>(9)</sup> est valable quand  $Bo \ll 1$  (i.e.  $R \ll l_c$  où  $l_c = \sqrt{\frac{\sigma_{12}}{|\rho_1 - \rho_2|g}}$ ). Elle

s'écrit en fonction des variables introduites précédemment :

$$\text{Équation IV.1} \quad h_m = -R \sin \theta_c \ln \left( \frac{R \sin \theta_c}{4l_c} \gamma_e (1 + \cos \theta_c) \right)$$

$\gamma_e$  étant la constante d'Euler ( $\gamma_e \cong 1,781$ ). La condition  $Bo \ll 1$  est vérifiée dans le cas des inclusions d'oxydes dans une poche d'acier. Les applications numériques seront présentées au paragraphe IV.2.3.

L'approximation de Ferguson<sup>(62)</sup> est valable quand  $r_c \gtrsim l_c$  :

$$\text{Équation IV.2} \quad \frac{y^2}{2} - \frac{4}{3x} \left( \left( 1 - \frac{y^2}{4} \right)^{1,5} - 1 \right) + \cos \theta_c - 1 = 0$$

où  $y = \frac{h_m}{l_c}$  et  $x = \frac{r_c}{l_c} = \frac{R}{l_c} \sin \theta_c$ .

Par ailleurs, un calcul plus précis et plus général de  $h_m$  a été effectué numériquement par Huh et Scriven<sup>(63)</sup>. Dans cet article sont tabulées les caractéristiques géométriques du ménisque pour différentes configurations et différents jeux de valeurs de paramètres. En outre, il est confirmé que l'approximation de Ferguson est pertinente dans la limite  $r_c \gtrsim l_c$ . Notons que nous n'avons pas pu utiliser les travaux de Huh et Scriven pour traiter les cas sortant des domaines de validité des approximations de Deryaguin ou de Ferguson. En effet, les jeux de valeurs de paramètres sélectionnés dans l'article ne correspondaient pas aux cas qui nous intéressaient et les tables complètes établies par Huh *et al.* ne sont plus disponibles.

Dans la suite de cette section, le bilan des forces sera écrit en premier lieu pour le cas où  $h_m$  est négligée. Ensuite nous établirons l'équation d'équilibre qui tient compte du ménisque.

#### IV.2.1.1 Cas où $h_m = 0$

##### Effet de la seule gravité :

Si on considère l'action du poids et de la poussée d'Archimède uniquement, le bilan des forces s'écrit :

$$\rho_p Vol_p \vec{g} - \oint_{S_p} P_{stat} \vec{n}_{ext} dS = 0$$



où  $P_{stat}$  est la pression hydrostatique et  $S_p$  est la surface de la particule. En utilisant l'identité

$$\int_{S_p} P_{stat} \vec{n}_{ext} dS = \int_{Vol_p} \vec{\nabla} P_{stat} dV, \text{ l'équation devient :}$$

$$\rho_p Vol_p \vec{g} - \rho_1 Vol_{p1} \vec{g} - \rho_2 Vol_{p2} \vec{g} = 0$$

D'où l'équation adimensionnée :

$$\text{Équation IV.3} \quad -\beta + \frac{1}{4} (1 - \cos \theta_c)^2 (2 + \cos \theta_c) = 0$$

Sachant que  $\frac{d_0}{R} = \cos \theta_c$ , le calcul de la position d'équilibre est ainsi possible en fonction du nombre  $\beta$ . Notons que dans cette condition la position d'équilibre réduite  $\frac{d_0}{R}$  ne dépend pas du rayon de la sphère, mais uniquement de sa densité et des densités des liquides.

#### Effet de la gravité et de la surpression de Laplace dans le film :

La courbure du film induit une surpression de Laplace dans le film. En prenant en compte cet effet capillaire, le bilan d'équilibre devient (A. Mongruel <sup>(64)</sup>) :

$$\rho_p Vol_p \vec{g} - \rho_1 Vol_{p1} \vec{g} - \rho_2 Vol_{p2} \vec{g} - \int_{S_{p2}} \Delta P_{Laplace} (\vec{n}_{ext} \cdot \vec{k}) \vec{k} dS = 0$$

$\Delta P_{Laplace}$  est la surpression de Laplace.  $S_{p2}$  est la surface de la calotte en contact avec le film. Dans l'hypothèse où l'épaisseur du film est faible, le rayon de courbure de l'interface est égale en première approximation au rayon de la particule (on suppose implicitement que la pression dynamique dans le film modifie peu la courbure). Dans ces conditions, la surpression de Laplace est donnée par  $\Delta P_{Laplace} = 2 \frac{\sigma_{12}}{R}$ . D'où :

$$\int_{S_{p2}} \Delta P_{Laplace} (\vec{n}_{ext} \cdot \vec{k}) \vec{k} dS = 2\pi R \sigma_{12} \sin^2 \theta_c \vec{k}$$

En variables adimensionnées, l'équation régissant la position d'équilibre de la sphère :

$$\text{Équation IV.4} \quad -\beta + \frac{1}{4} (1 - \cos \theta_c)^2 (2 + \cos \theta_c) + \frac{3}{2} \frac{1}{Bo} \sin^2 \theta_c = 0$$

En plus du nombre  $\beta$  nous voyons apparaître le nombre de Bond,  $Bo = R^2/l_c^2$ , comparant le rayon de la sphère à la longueur capillaire caractéristique de l'interface liquide 1/liquide 2.

#### IV.2.1.2 Cas où $h_m \neq 0$

Au niveau du ménisque, il y a un saut de pression hydrostatique de part et d'autre de l'interface. La différence de pression entre le liquide 2 et le liquide 1 vaut en haut du ménisque  $\Delta P = (\rho_1 - \rho_2)h_m g$ . Dans ces conditions l'expression de la poussée d'Archimède est modifiée par rapport aux cas précédents sans ménisque et s'écrit :

$$-\oint_{S_p} P_{stat} \vec{n}_{ext} dS = -\rho_1 Vol_{p1} \vec{g} - \rho_2 Vol_{p2} \vec{g} + (\rho_1 - \rho_2) \pi r_c^2 h_m \vec{g}$$

où le terme  $(\rho_2 - \rho_1) \pi r_c^2 h_m \vec{g}$  est lié à la différence de pression hydrostatique de part et d'autre de la surface virtuelle de rayon  $r_c$  séparant les volumes  $Vol_{p1}$  et  $Vol_{p2}$ . L'équation d'équilibre de la particule à l'interface devient :

$$-\rho_1 Vol_{p1} \vec{g} - \rho_2 Vol_{p2} \vec{g} + (\rho_1 - \rho_2) \pi r_c^2 h_m \vec{g} - 2\pi R \sigma_{12} \sin^2 \theta_c \vec{k} = 0$$

Soit sous forme adimensionnée :

$$\text{Équation IV. 5} \quad -\beta + \frac{1}{4} (1 - \cos \theta_c)^2 (2 + \cos \theta_c) + \left( \frac{3}{2} \frac{1}{Bo} + \frac{3}{4} \frac{h_m}{R} \right) \sin^2 \theta_c = 0$$

Notons que les équations IV.3, IV.4 et IV.5 sont valables aussi bien dans le cas où la sphère se situe en dessous de l'interface que dans le cas contraire. L'équation IV.5 constitue le modèle de Hartland. Suivant l'approximation utilisée pour décrire le ménisque, le modèle sera dénommé par la suite Hartland/Ferguson ou bien Hartland/Deryaguin.

Remarque : Du point de vue du bilan de forces, la position d'équilibre dynamique est équivalente à la position d'équilibre statique qu'aurait la particule si l'angle de contact du liquide 2 (sur la particule) était égal à  $\pi$ .

## IV. 2.2 Comparaison avec les résultats expérimentaux

La mise en œuvre du modèle de Hartland présenté précédemment nécessite d'estimer la hauteur du ménisque. Le tableau IV.1 montre que le nombre de Bond,  $Bo$ , n'est jamais très petit

devant 1 dans les systèmes que nous avons étudiés expérimentalement. Dans ces conditions, l'approximation de Deryaguin ne peut pas être utilisée. L'estimation du rayon  $r_c$  par la relation de Kralchevsky et Nagayama <sup>(9)</sup> soit  $r_c = \sqrt{\frac{RF}{2\pi\sigma_{12}}}$  (où  $F$  est la flottabilité de la particule) montre que la condition de validité de l'approximation de Ferguson, *i.e.*,  $\frac{r_c}{l_c} \gtrsim 1$ , est *a priori* satisfaite dans plusieurs configurations (voir le Tableau IV.2).

Nous rapportons dans le Tableau IV.2 les estimations plus précises du rayon  $r_c$  et du rapport  $\frac{r_c}{l_c}$  calculées à partir de l'équation  $r_c = R \sin \theta_c$  et des valeurs de  $\theta_c$  satisfaisant l'Équation IV. 5. Nous constatons que la condition de validité de l'approximation de Ferguson, *i.e.*,  $\frac{r_c}{l_c} \gtrsim 1$ , est vérifiée pour les trois tailles de bille d'acier dans le cas de l'interface huile de silicone/mercure (montage interférométrique) et uniquement pour les particules PA12 dans le cas de l'interface glycérine/huile de silicone (montage photographique).

	$R(mm)$	$r_c(mm)$	$\frac{r_c}{l_c}$	$r_c(mm)$ Kralchevsky <i>et al.</i>	$\frac{r_c}{l_c}$
PA12	6	4,76	1,46	6,06	1,86
PA8	4	2,56	0,78	2,69	0,82
PA6	3	1,56	0,46	1,51	0,46
PA4	2	0,72	0,22	0,73	0,21
PS6	3	1,13	0,34	1,92	0,59
A8	4	3,34	1,80	5,18	2,79
A6,35	3,17	2,42	1,30	3,27	1,76
A5,5	2,75	1,95	1,05	2,45	1,32

Tableau IV.2 : Valeurs de  $r_c$  et de  $r_c/l_c$  calculée à l'aide du modèle de Hartland/Ferguson et estimée par l'équation de Kralchevsky et Nagayama<sup>(9)</sup>

La Figure IV.2 présente les courbes théoriques  $\frac{d_0}{R} = \frac{d_0}{R}(Bo)$  calculées avec les différents modèles introduits précédemment (modèle purement gravitaire, modèle avec surpression de Laplace et modèle de Hartland) pour deux valeurs de  $\beta$ ,  $\beta = 0,45$  et  $\beta = 0,72$ , ainsi que les distances réduites finales mesurées pour les particules de polyamide ( $\beta = 0,45$ ) et de polystyrène

( $\beta = 0,72$ ). Nous rappelons que dans le cas d'un mouvement ascendant (resp. descendant),  $d_0$  est positif lorsque le centre de la particule est situé sous le niveau de l'interface non perturbée (resp. au-dessus) et  $d_0$  est négatif lorsque le centre de la particule est situé au-dessus du niveau de l'interface non perturbée (resp. en dessous).

Tout d'abord, les résultats théoriques et expérimentaux montrent que la particule pénètre d'autant plus profondément l'interface que le nombre de Bond,  $Bo$ , et le nombre  $\beta$  sont élevés. Le nombre  $\beta$  quantifie la force motrice d'origine gravitationnelle qui tend à déplacer la particule vers le fluide 2. Le nombre de Bond quantifie la force de réaction d'origine capillaire qui s'oppose à la déformation de l'interface : la pression de Laplace à vaincre est d'autant plus grande que le rayon de la particule est faible.

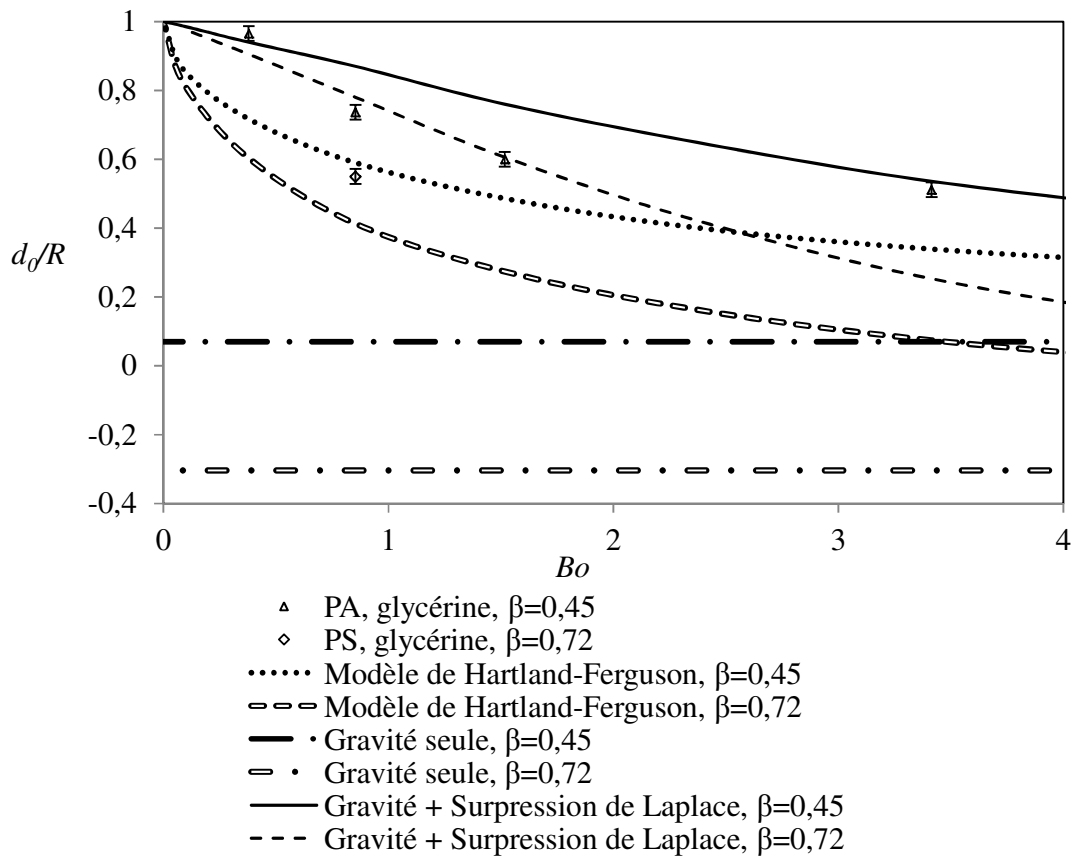


Figure IV.2 : Position d'équilibre réduite en fonction du nombre de Bond et pour différentes valeurs de  $\beta$ : valeurs expérimentales et résultats théoriques.

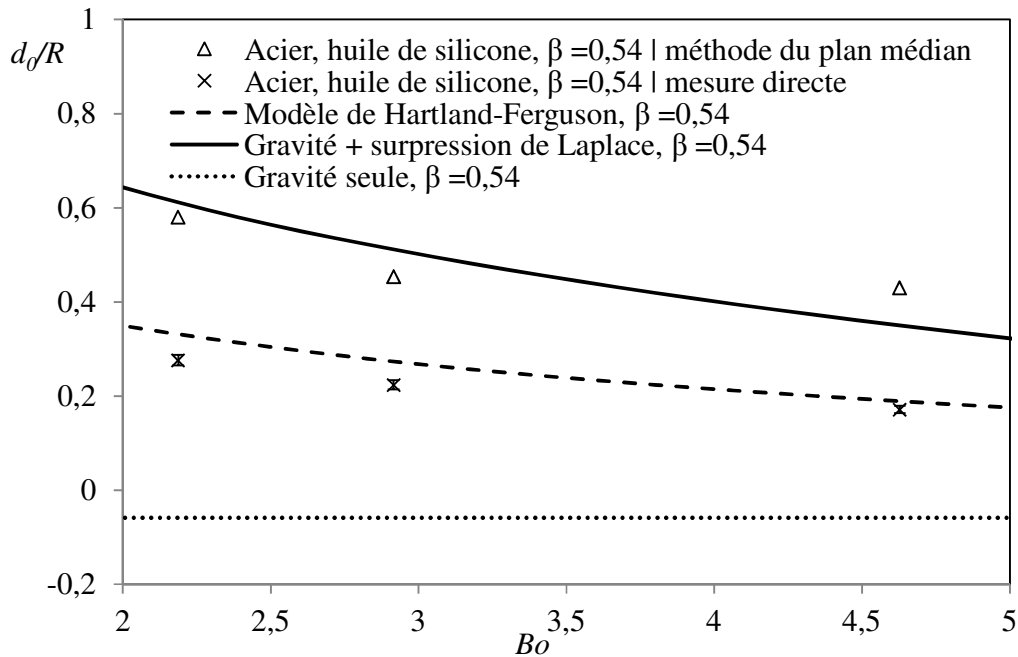


Figure IV.3 : Position d'équilibre réduite en fonction du nombre de Bond et pour différentes valeurs de  $\beta$ : valeurs expérimentales et résultats théoriques.

Nous remarquons que les valeurs expérimentales de la distance finale réduite sont nettement supérieures aux valeurs théoriques données par le modèle où seule la gravité est prise en compte. Cela témoigne du rôle de la force capillaire qui s'oppose à la déformation de l'interface et repousse la particule vers le liquide 1, ce qui conduit avec la convention de signe choisie à une position d'équilibre plus élevée.

Nous observons que les positions d'équilibre sont systématiquement supérieures aux valeurs théoriques données par le modèle d'Hartland/Ferguson. Dans le cas des plus faibles valeurs du nombre de Bond, cela peut s'expliquer par le fait que l'approximation de Ferguson, qui n'est pas valable pour les billes PA4, PA6, PA8 et PS6 (les 4 points situés à gauche du graphe), surestime alors la hauteur du ménisque. Ainsi les points expérimentaux représentatifs des billes PA6, PA8 et PS6 sont-ils compris entre la courbe associée au modèle de Hartland/Ferguson et celle associée au modèle prenant en compte la gravité et la surpression de Laplace et négligeant le ménisque. La position d'équilibre expérimental de la bille PA4 (caractérisée par la plus petite valeur de nombre de Bond) est quant à elle bien décrite par le modèle prenant seulement en compte la gravité et la surpression de Laplace. Concernant la bille PA12, caractérisée par la plus grande valeur du

nombre de Bond, l'approximation de Ferguson est *a priori* valable. Pourtant, on note un écart significatif entre le modèle et la mesure. Une explication possible est que la position de la bille relevée à la fin de l'enregistrement n'est pas la position d'équilibre dynamique parce que le film de liquide qui la sépare de l'interface est insuffisamment drainé. Pour vérifier cette hypothèse, nous avons estimé le temps nécessaire pour réduire l'épaisseur du film de  $h_i = 0,2R$  à  $h_f = 0,05R$  et nous l'avons comparé au temps écoulé entre l'instant où la bille est en  $d = R + 0,2R = 1,2R$  et la fin de l'enregistrement. Le temps de drainage théorique a été estimé avec l'équation de drainage de Hartland (établie en coordonnées sphériques pour un film d'épaisseur constante sur une calotte sphérique tel que présenté sur la figure IV.1) :

Équation IV.6 
$$\tau = \frac{3n^2\mu_1 S_{p2}^2}{4\pi F} \left( \frac{1}{h_f^2} - \frac{1}{h_i^2} \right)$$

Où  $n$  est le nombre d'interfaces immobiles bordant le film ( $n = 1$  lorsque l'interface liquide/fluide est parfaitement glissante,  $n = 2$  lorsque l'interface liquide/fluide est solide, vérifiant une condition de non-glissement),  $S_{p2}$  est l'aire de la calotte sphérique adjacente au film égale à  $S_{p2} = 2\pi R^2(1 - \cos \theta_c)$ , et  $\theta_c$  est l'angle caractéristique de la position d'équilibre dynamique qui satisfait l'équation IV.5.

Cette équation est formellement identique au temps de drainage de Reynolds présenté au premier chapitre : l'aire de la calotte sphérique est simplement substituée à l'aire du disque.

Les résultats sont rassemblés sur la figure IV.4 pour toutes les billes de polyamide et de polystyrène. Notons que les valeurs calculées à l'aide de la loi de Hartland surestiment très certainement le temps de drainage réel puisque le mode de Reynolds proprement dit n'apparaît que pour les épaisseurs de film de l'ordre de  $0,01R$  (Hartland <sup>(44)</sup>).

On constate que pour les particules PA4, PA6, PA8 et PS6, le temps d'enregistrement (écoulée à partir de l'instant où le centre de la bille est en  $d = 1,2R$ ) est nettement supérieur au temps de drainage théorique. Dans ces conditions, on peut supposer que l'épaisseur du film en fin d'enregistrement est négligeable et que la position mesurée est très proche de la position d'équilibre dynamique. En revanche, pour la particule PA12, les temps sont très proches : il est donc possible qu'à la fin de l'enregistrement, l'épaisseur du film ne soit pas négligeable.

La Figure IV.3 présente les courbes théoriques  $\frac{d_0}{R} = \frac{d_0}{R}(Bo)$  calculées avec chaque modèle pour  $\beta = 0,54$  ainsi que les distances réduites finales des billes d'acier ( $\beta = 0,54$ ) estimées expérimentalement selon deux méthodes : la première, dite méthode du plan médian s'appuie sur les courbes de vitesse en fonction du déplacement obtenues avec le montage interférométrique et sur l'hypothèse selon laquelle la particule atteint son maximum de vitesse à égale distance entre la paroi solide et l'interface non perturbée (voir les détails de la méthode dans le chapitre 2). La deuxième méthode est une mesure directe de la position finale selon un protocole analogue à celui utilisé dans le montage photographique (essais réalisés au LGPM, hors du montage interférométrique).

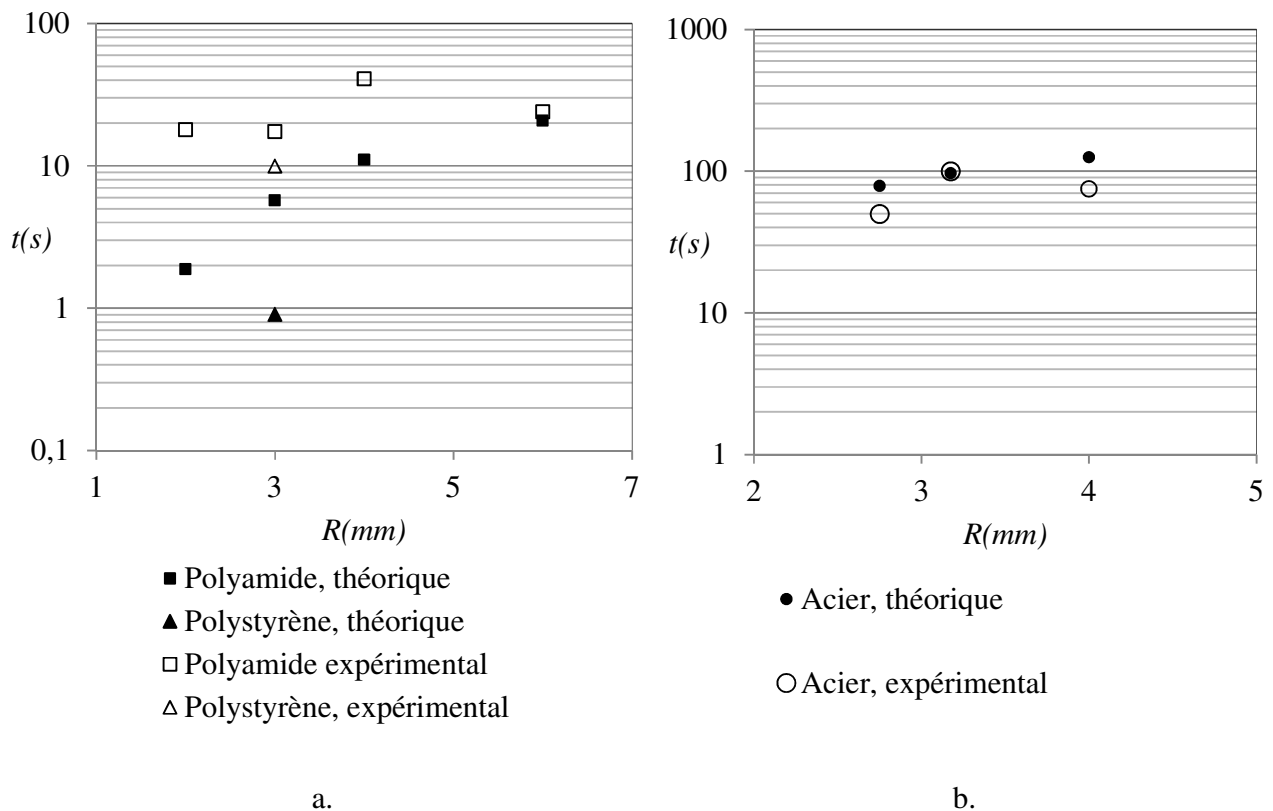


Figure IV.4 : Temps d'enregistrement (à partir de  $d_i = 1,2R$ ) et temps de drainage pour les particules d'acier, de polyamide et de polystyrène (entre  $h_i = 0,2R$  et  $h_f = 0,05R$ ).

Dans le cas des billes d'acier, l'approximation de Ferguson est *a priori* valide. On constate effectivement un bon accord entre le modèle de Hartland-Ferguson et les mesures directes. En revanche, les positions estimées par la méthode du plan médian sont significativement plus

élevées. Deux explications sont possibles : soit le drainage du film est insuffisant lorsque les essais sont arrêtés dans le montage interférométrique soit l'hypothèse sur laquelle repose la méthode du plan médian n'est pas satisfaite. La figure IV.4 montre que la première explication ne peut pas être exclue : le temps de drainage théorique est soit voisin soit plus grand que le temps d'enregistrement.

Pour confirmer ou infirmer l'hypothèse de base de la méthode du plan médian, nous nous sommes appuyés sur les travaux de Sellier et Pasol<sup>(65)</sup>. Ces derniers ont calculé numériquement les variations de la vitesse d'une sphère solide sédimentant entre une paroi solide et une interface libre indéformable (en l'absence de parois latérales). La Figure IV.5 présente d'une part les résultats numériques de Sellier et Pasol pour une distance de séparation entre la paroi solide et l'interface libre égale à  $2W/R = 10$ , d'autre part les résultats expérimentaux pour la bille d'acier A6,35 pour laquelle la distance de séparation réduite est estimée à  $2W/R \cong 9,8$ .

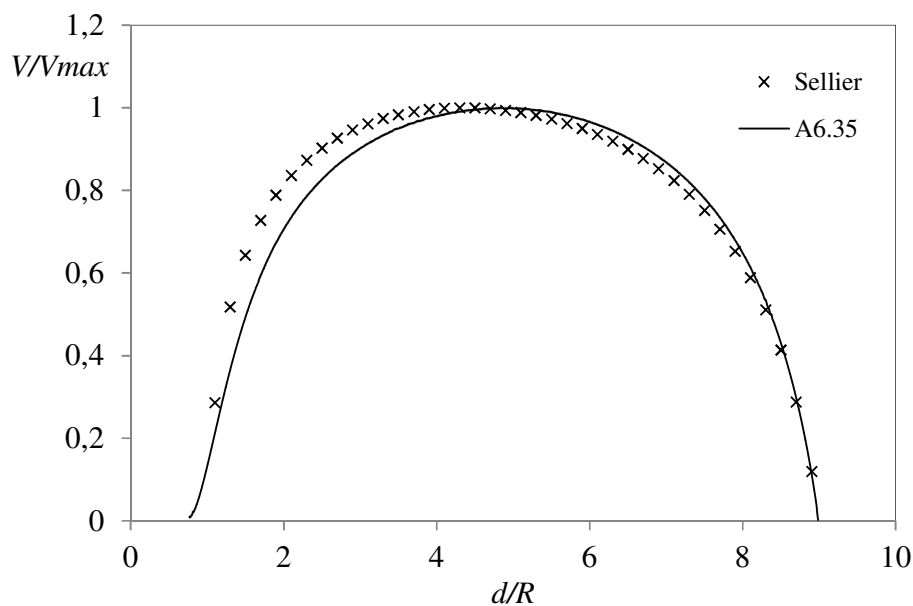


Figure IV.5 : Variation de la vitesse réduite en fonction de la distance réduite à l'interface non perturbée : résultats numériques de Sellier et Pasol<sup>(65)</sup> dans le cas d'une paroi solide (en  $d/R = 10$ ) et d'une interface libre indéformable (en  $d/R = 0$ ) séparées de  $2W/R = 10$  ; résultats expérimentaux obtenus sur le montage interférométrique avec la bille d'acier A6,35 pour laquelle  $2W/R = 9,8$ .



Les résultats de Sellier *et al.* montrent que les variations de la vitesse présentent une assez forte asymétrie par rapport au plan médian ( $d/R = 5$ ). En  $d/R = 5$ , la bille est plus affectée par la présence de la paroi solide que par l'interface libre. Ainsi, une bille sédimentant de la paroi solide vers l'interface libre atteindra son maximum de vitesse plus tard soit à la distance  $d/R = 4,3$  : l'hypothèse d'égale distance par rapport à la paroi solide et l'interface liquide/liquide indéformée n'est donc pas vérifiée. Sur la base des calculs de Sellier *et al.*, l'erreur sur l'estimation de la position de l'interface serait de l'ordre de  $1,4R$ . Ceci peut donc expliquer l'écart observé entre l'estimation de la position d'équilibre par la méthode du plan médian et les valeurs obtenues par mesure directe.

Pour déterminer la position de l'interface libre non déformée à partir des courbes de vitesses issues du dispositif interférométrique, Bogdan Cichocki<sup>1</sup> nous a proposé une autre hypothèse de travail : on suppose l'existence d'une zone où (i) la bille est essentiellement affectée par la présence de l'interface liquide/liquide, (ii) les interactions avec la paroi solide supérieure et les parois latérales sont négligeables, (iii) la déformation de l'interface liquide/liquide reste négligeable. Dans cette zone, le coefficient de frottement devrait être bien décrit par la loi de Bart. Dans ces conditions, la courbe expérimentale devrait être confondue avec la courbe théorique de Bart (pour le rapport de viscosité  $\lambda = 0$ ). La figure IV.6 montre qu'une telle région est nettement identifiable pour la plus petite bille d'acier (A5,5 soit  $2W/R \cong 11,3$ ) si on prend soin de représenter  $f_4/f$  (et non  $1/f$ ) en fonction de  $d/R$  afin de s'affranchir des interactions avec les parois latérales (nous reviendrons sur ce point plus tard dans ce chapitre).

Cependant, dans le cas des billes A6,35 ( $2W/R \cong 9,8$ ) et A8 ( $2W/R \cong 7,8$ ), la méthode basée sur l'ajustement de la courbe de Bart ne donne pas de résultats satisfaisants : l'estimation de la position de l'interface non déformée est proche de celle donnée par la méthode du plan médian et les positions d'équilibre trouvées ne concordent pas avec les positions déterminées par mesure directe. Nous attribuons l'échec de la méthode d'ajustement de la courbe de Bart au fait que dans le cas des plus grandes billes d'acier, il n'existe pas de région satisfaisant aux conditions (i), (ii) et (iii) citées plus haut : lorsque les interactions hydrodynamiques de la bille avec la paroi solide deviennent négligeables devant les interactions avec l'interface liquide/liquide, l'interface s'est déformée de façon significative.

---

<sup>1</sup> Université de Varsovie, Pologne.

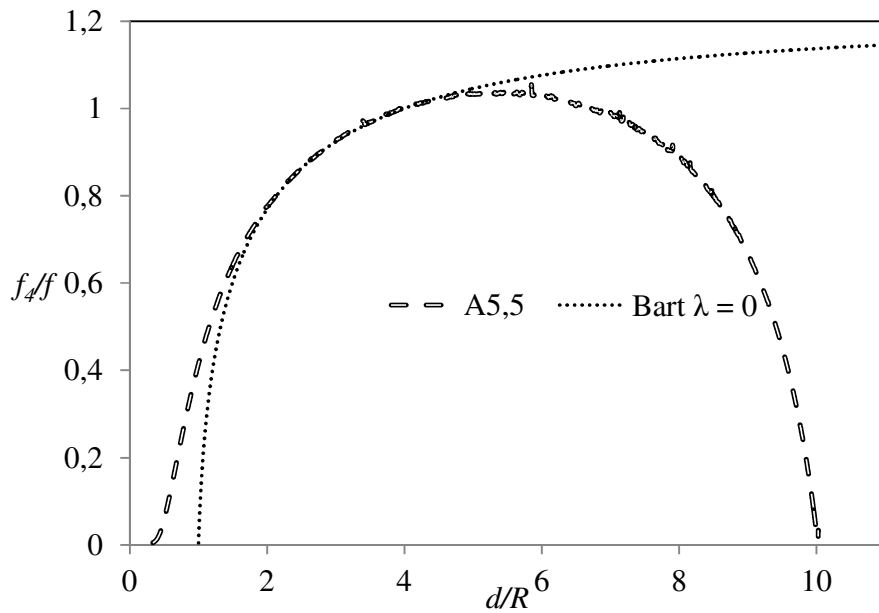


Figure IV.6 : Ajustement de la courbe théorique de Bart à la courbe expérimentale.

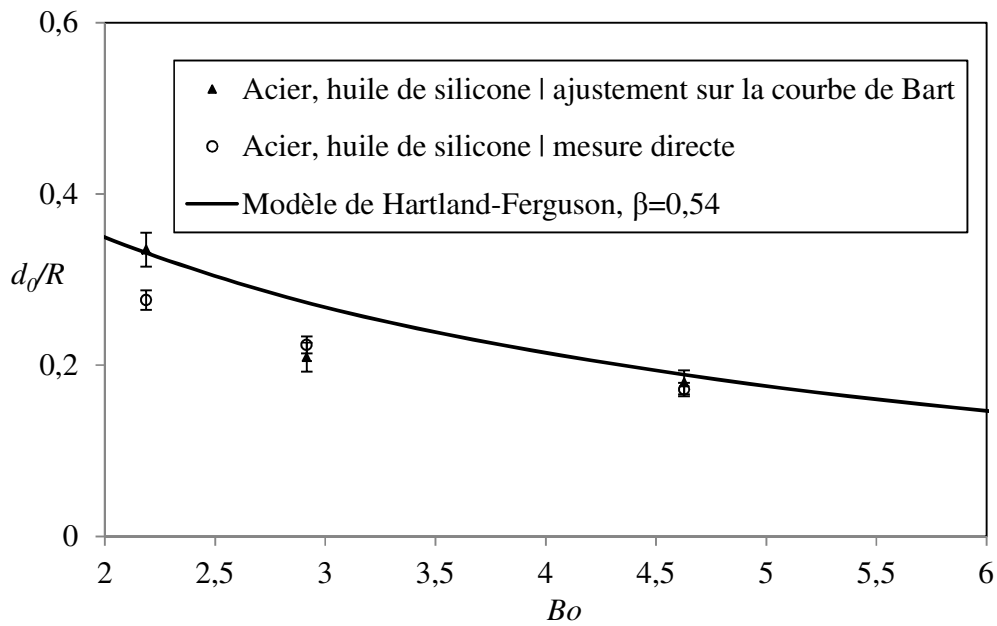


Figure IV.7 : Positions d'équilibre réduites  $d_0/R$  en fonction du nombre de Bond : comparaison entre les valeurs obtenues par ajustement de la courbe théorique de Bart, les valeurs obtenues par mesure directe et les valeurs fournies par le modèle de Hartland-Ferguson.

La position de l'interface libre non déformée par rapport à la paroi solide supérieure est déterminée à partir de la figure IV.6. On suppose ensuite que cette valeur est identique pour les essais réalisés avec les trois tailles de bille (essais effectués avec la même cellule et le même volume de mercure). Nous en déduisons une nouvelle estimation des distances finales présentée sur la Figure IV.7 où les barres d'erreur représentent l'incertitude liée à l'ajustement de la courbe de Bart à la courbe expérimentale. On note un bon accord entre ces valeurs, celles obtenues par mesure directe et celles fournies par le modèle de Hartland-Ferguson.

### IV.2.3 Application au cas des inclusions à l'interface métal liquide/laitier

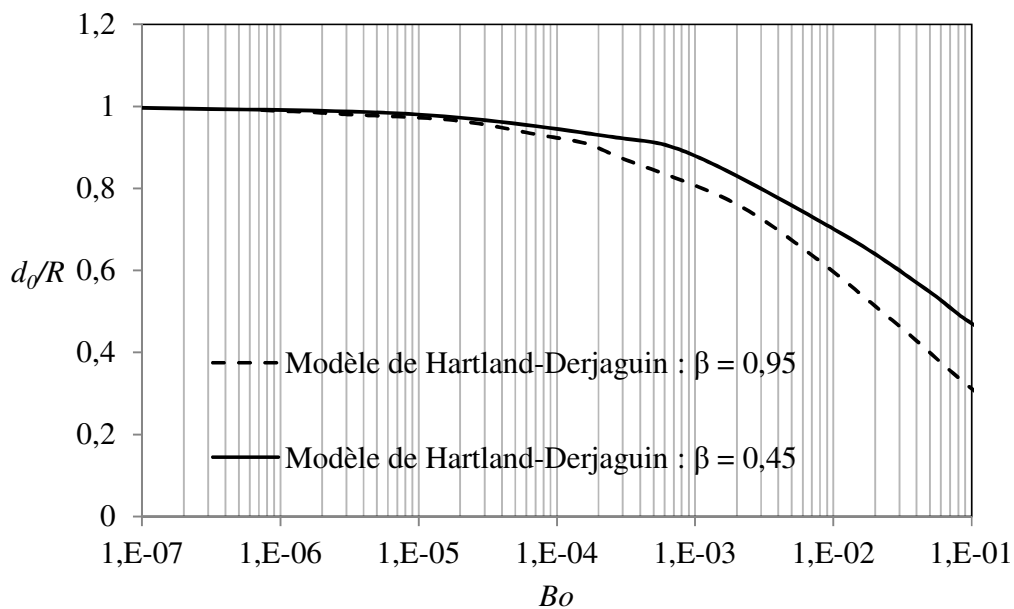


Figure IV.8 : Position d'équilibre en fonction du nombre de Bond - valeurs estimées à l'aide du modèle de Hartland-Deryaguin : cas des inclusions d'oxyde à l'interface acier liquide/laitier et des particules de polyamide à l'interface glycérine/huile de silicone.

Le rayon caractéristique des inclusions qui nous intéressent (voir Chapitre I) est égal à  $10\mu\text{m}$ . Dans ces conditions, le nombre de Bond est de l'ordre de  $3 \times 10^{-6}$  : l'approximation de Deryaguin est donc valide et peut être utilisée pour estimer la hauteur du ménisque. La Figure IV.8 présente la courbe théorique aux inclusions à l'interface acier liquide/laitier ( $\beta = 0,95$ ). A titre de comparaison, nous présentons en outre la courbe théorique relative à des particules de polyamide à l'interface glycérine/huile de silicone ( $\beta = 0,45$ ). De même que précédemment, la position

d'équilibre réduite est une fonction décroissante du nombre de Bond et du nombre  $\beta$ . Néanmoins, nous n'avons pas pu valider expérimentalement ces résultats car les valeurs expérimentales de  $Bo$  ne se situent pas dans ce domaine.

### IV.3. Interactions hydrodynamiques particule/interface pour $d \geq 2R$ :

Nous nous intéressons ici au mouvement de la particule lorsque la distance qui la sépare de l'interface est de l'ordre de son rayon,  $R$ , soit  $d \gtrsim 2R$ . Dans cette région, les interactions hydrodynamiques avec les parois latérales peuvent être du même ordre de grandeur que les interactions avec l'interface liquide/liquide. Afin de s'affranchir autant que faire se peut de l'effet des parois latérales, nous adimensionnons la vitesse locale par la vitesse mesurée dans le même essai à une distance fixée de l'interface indéformée. La distance choisie est celle pour laquelle les particules commencent à être significativement affectées (ralentissement) par la présence de l'interface liquide/liquide. Dans le cas du montage photographique et des billes PA4, PA6, PA8 et PS6, les vitesses sont adimensionnées par la vitesse à  $d = 8R$ . Dans le cas des billes PA12, de plus grande taille, les vitesses sont adimensionnées par la vitesse à  $d = 4R$  puisqu'à  $d = 8R$ , les billes PA12 n'ont pas encore atteint leur vitesse maximale et subissent encore l'effet de la paroi solide inférieure. Pour une raison analogue (effet de la paroi solide supérieure), dans le cas du montage interférométrique, les vitesses sont adimensionnées par la vitesse à  $d = 3R$  (la distance séparant la paroi solide supérieure de l'interface liquide/liquide varie suivant les billes entre  $7,8R$  et  $11,3R$ ).

Ainsi, au lieu d'examiner les variations de  $f_{\perp}^{-1} = V/V_{\infty}$  en fonction de  $d/R$ , nous allons analyser les variations, en fonction de  $d/R$ , du coefficient de frottement réduit soit  $f_8/f = V/V_8$  pour PA4, PA6, PA8 et PS6, de  $f_4/f = V/V_4$  pour PA12 et de  $f_3/f = V/V_3$  pour les billes d'acier A5,5, A6,35 et A8.  $f_8$ ,  $f_4$  et  $f_3$  sont les valeurs du coefficient de frottement à  $d = 8R$ ,  $d = 4R$  et  $d = 3R$ , respectivement.

Dans la suite, nous étudions successivement l'influence (i) du rapport de viscosité,  $\lambda$ , (ii) du rapport de différence de masse volumique,  $\beta$ , et (iii) du nombre de Bond modifié,  $Bo_p$ , sur le coefficient de frottement réduit et nous confrontons nos résultats expérimentaux aux résultats théoriques de Bart <sup>(32)</sup> obtenus dans le cas d'une interface indéformable.

### Influence du rapport de viscosité $\lambda$

Avant d'analyser les résultats expérimentaux, nous présentons sur la Figure IV.9 les variations du coefficient de frottement en fonction de la distance réduite données par le modèle de Bart valable pour une interface liquide/liquide indéformable. On constate que la portée des interactions hydrodynamiques augmente avec le rapport de viscosité : l'augmentation de la viscosité du liquide 2 se traduit par une diminution de la vitesse du liquide 1 à l'interface, ce qui gêne l'écoulement du liquide 1 déplacé par la particule en mouvement et conduit à une augmentation du coefficient de frottement.

L'effet est particulièrement sensible entre  $\lambda = 0,1$  et  $\lambda = 10$ . En deçà de  $\lambda = 0,1$  et au-delà de  $\lambda = 10$ , les courbes sont très proches des courbes théoriques de Brenner correspondant respectivement aux cas d'une surface libre ( $\lambda = 0$ ) indéformable et d'une surface solide indéformable ( $\lambda = \infty$ ), avec une condition de non-glissement.

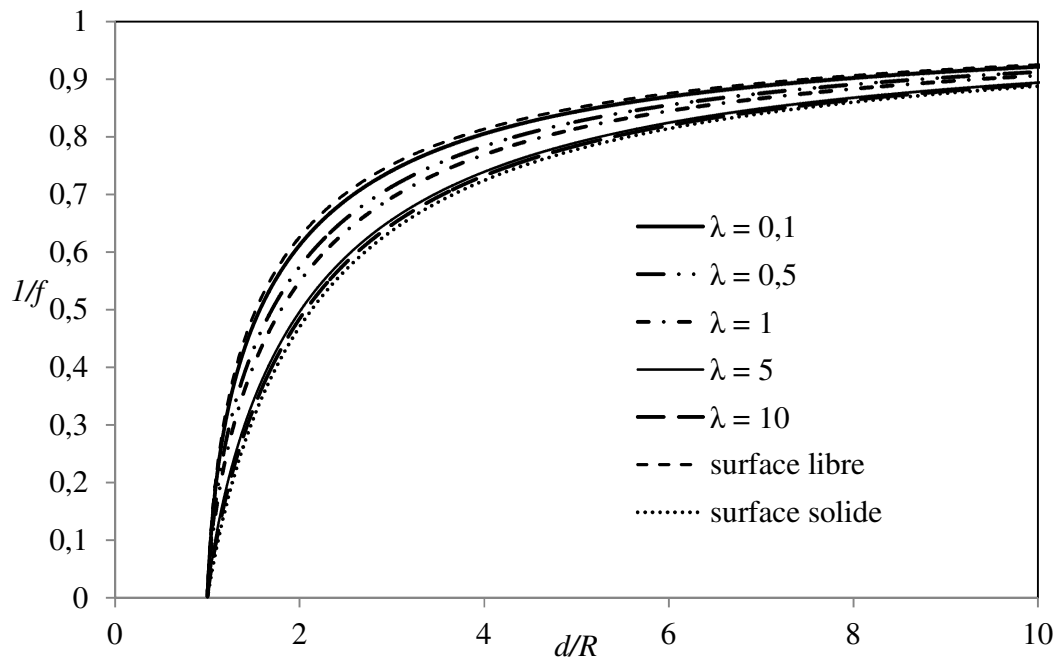


Figure IV.9 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement en fonction de la distance réduite pour différentes valeurs du rapport de viscosité: courbes théoriques de Bart et de Brenner.

Les figures IV.10, IV.11 et IV.12 (a, b et c) présentent les variations de l'inverse du coefficient de frottement réduit en fonction de la distance réduite à l'interface non déformée pour

les billes PS6, PA12, PA8, PA6 et PA4 et différentes valeurs du rapport de viscosité. Ces figures comparent les résultats expérimentaux obtenus à l'aide du montage photographique et les courbes théoriques de Bart. Notons que dans chaque figure,  $\lambda$  varie à valeurs de  $Bo_p$  et  $\beta$  constantes à l'exception du cas  $\lambda \approx 10^{-2}$  pour lequel  $\beta$  diffère sensiblement.

Les figures montrent un bon accord entre les valeurs expérimentales et le modèle de Bart pour les billes PS6, PA12 et PA8. On remarque que pour les plus grands rapports de viscosité ( $\lambda = 100$ ) l'accord est observé jusqu'à des valeurs de  $d/R$  très proches de 1. Pour les faibles rapports de viscosité, le désaccord peut commencer dès  $d/R = 1,5$  à 2. Ce désaccord est attribué à la (plus grande) déformation de l'interface (à  $d/R$  donnée) alors que le modèle de Bart suppose que l'interface est indéformable.

Pour justifier cela, nous nous appuyons sur les analyses de Berdan et Leal<sup>(35)</sup> et Geller *et al.*<sup>(55)</sup> rapportés dans le premier chapitre : on suppose que la déformation de l'interface est quasi-stationnaire et on définit le paramètre composite  $\varepsilon = 1/(Ca_{eff}^{-1} + Cg_{eff}^{-1})$ . Le nombre capillaire effectif  $Ca_{eff} = \mu_1 V / \sigma_{12}$  compare les effets visqueux qui tendent à déformer l'interface aux effets capillaires qui s'y opposent. Notons que  $Ca_{eff}$  est construit sur la vitesse instantanée  $V$  de la particule alors que le nombre  $Ca$  introduit précédemment est construit sur la vitesse de Stokes  $V_\infty$  de la particule. Le nombre gravitationnel effectif  $Cg_{eff} = \mu_1 V / (|\rho_1 - \rho_2| g R^2)$  compare les mêmes effets visqueux aux effets gravitationnels qui s'opposent à la déformation de l'interface. La « flèche » de l'interface comptée ici positivement et noté  $d_i$  s'écrit au premier ordre en  $\varepsilon$  :  $d_i/R = \varepsilon d_i^1 + o(\varepsilon^2)$  où  $d_i^1$  est une fonction sans dimension qui dépend de la distance  $d/R$  séparant la particule de l'interface non déformée et dépend faiblement du rapport de viscosité  $\lambda$  (Berdan et Leal, (35)). On retiendra donc la loi d'échelle suivante :  $d_i/R \sim 1/(Ca_{eff}^{-1} + Cg_{eff}^{-1})$ .

Les faibles valeurs (de l'ordre de  $10^{-1}$ ) du paramètre composite  $\varepsilon$  lorsque les billes sont à  $d/R = 1,5$  de l'interface laissent supposer que la déformation de l'interface reste faible à cette distance, ce explique le bon accord (dans la plage de  $d/R$  comprise entre 8 et 1,5) entre les données expérimentales et les courbes de Bart.

Lorsque le rapport de viscosité augmente, le coefficient de frottement qui s'applique à la particule augmente (à  $d/R$  donné) conduisant à une diminution de sa vitesse (puisque la force extérieure appliquée à la particule est constante). La vitesse instantanée de la particule étant plus faible, la force motrice associée à la pression visqueuse est plus faible (les forces de rappel de l'interface sont quant à elles inchangées),  $Ca_{eff}$  et  $Cg_{eff}$  diminuent, ce qui conduit à une déformation moindre de l'interface, d'où un meilleur accord avec les courbes théoriques de Bart.

Dans le cas des plus petites billes soit PA6 et PA4, on peut observer qualitativement un effet du rapport de viscosité sur le coefficient de frottement. En revanche, il n'est pas possible de faire une analyse quantitative. La mauvaise qualité des résultats peut être attribuée (i) à l'incertitude des mesures qui croît lorsque la taille des billes diminue et (ii) à la plus grande sensibilité des petites billes aux mouvements de convection naturelle dans les liquides (ainsi qu'aux mouvements résiduels des liquides après les manipulations : introduction des billes par exemple).

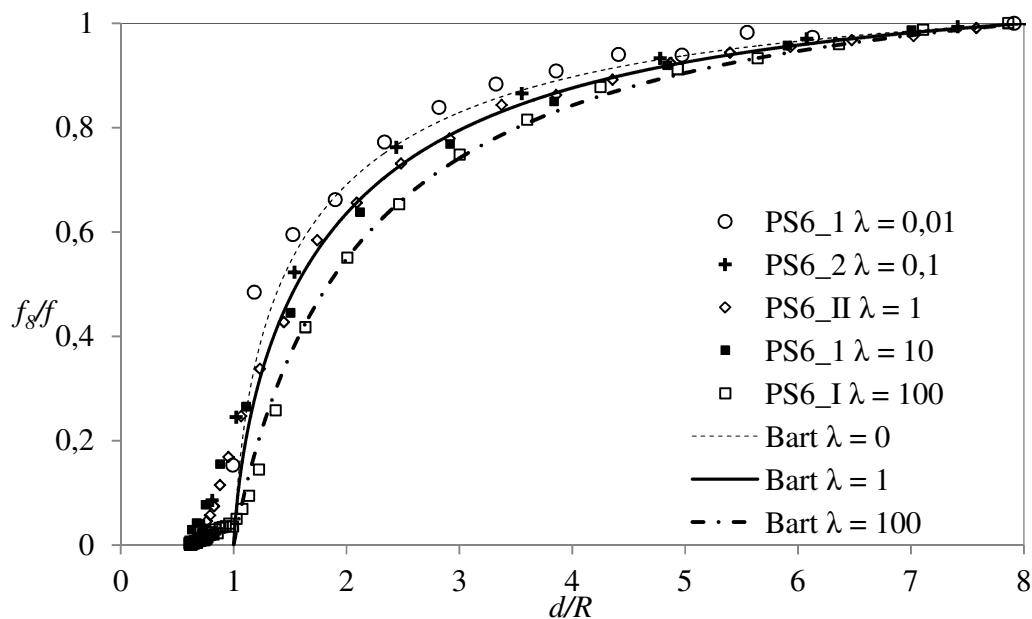


Figure IV.10 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement réduit en fonction de la distance réduite pour différentes valeurs du rapport de viscosité: points expérimentaux (particules PS6) et courbes théoriques de Bart.

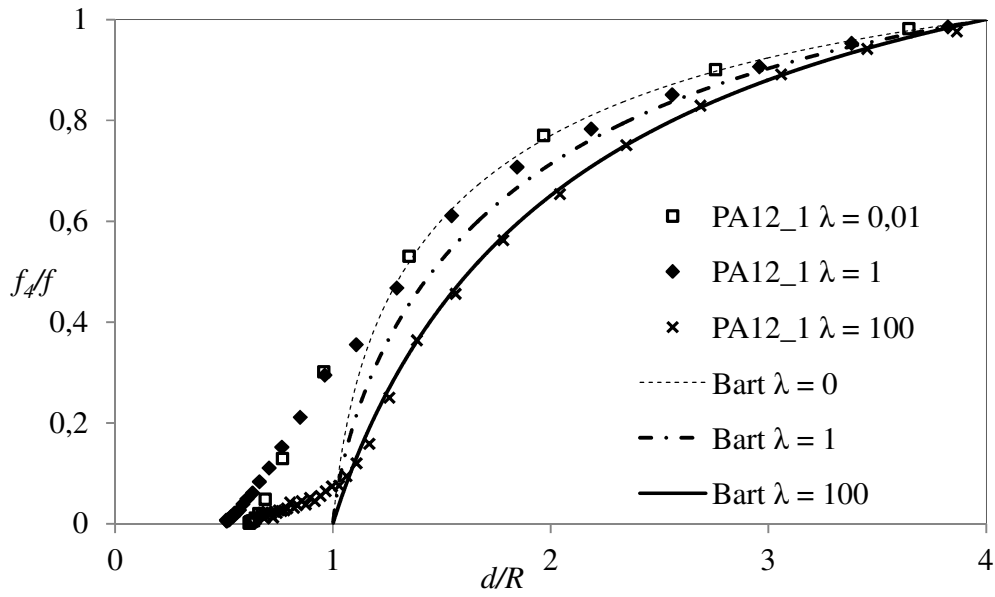
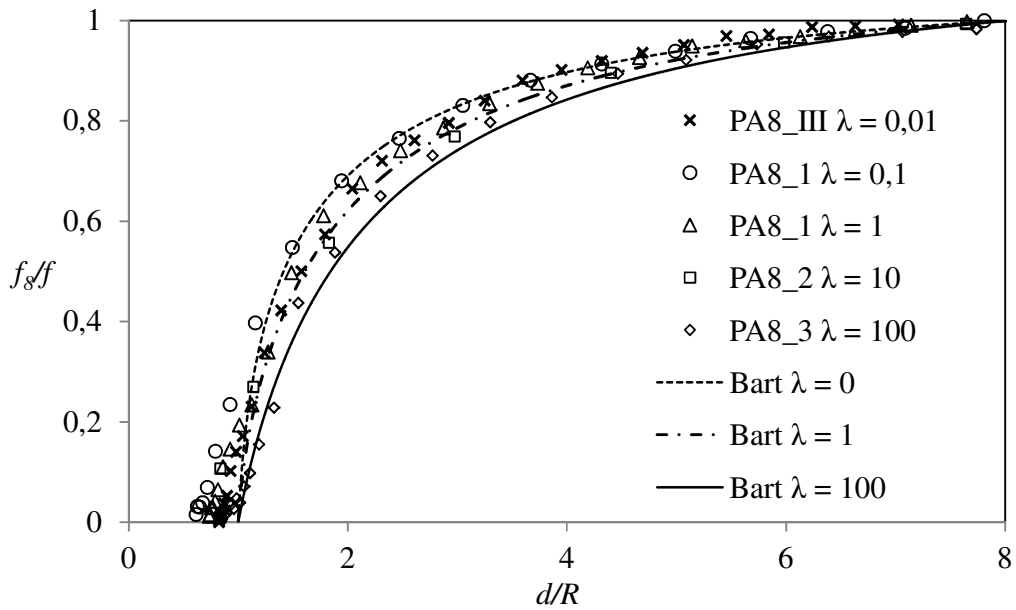
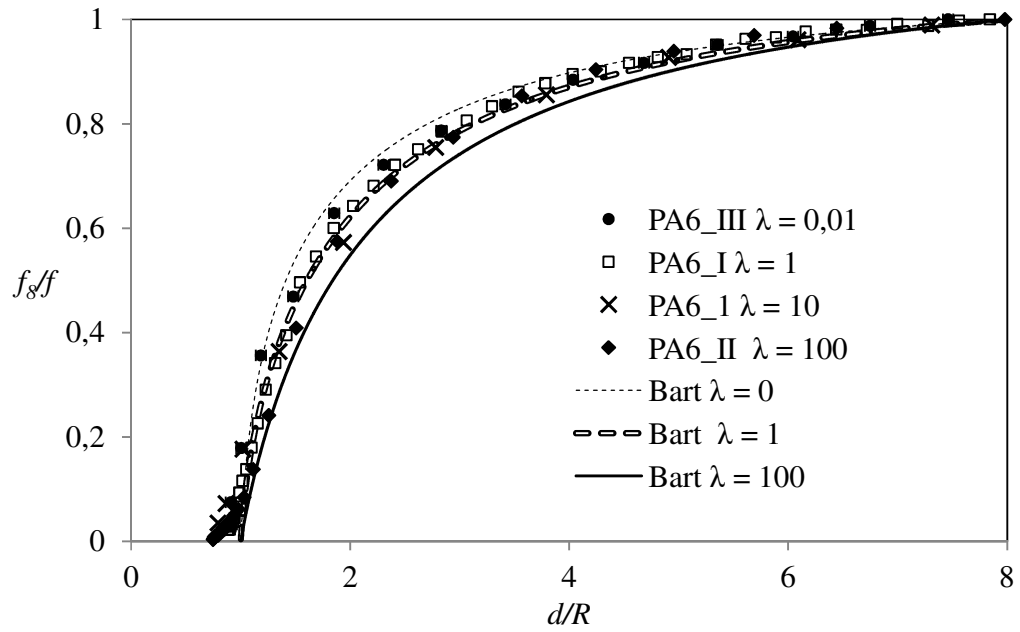


Figure IV.11 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement réduit en fonction de la distance réduite pour différentes valeurs du rapport de viscosité: points expérimentaux (particules PA12) et courbes théoriques de Bart.

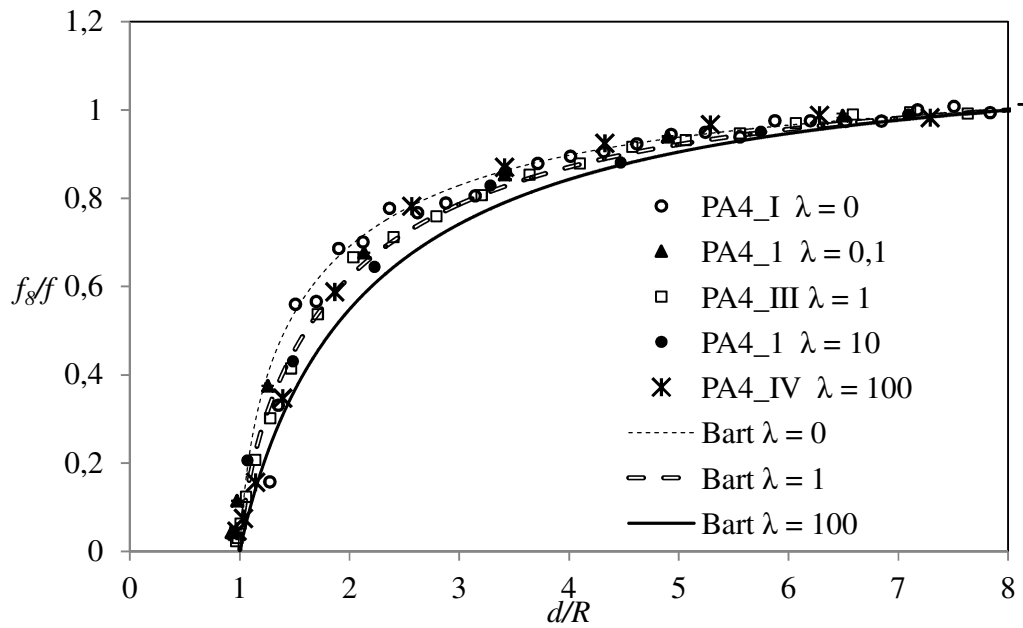


a.





b.



c.

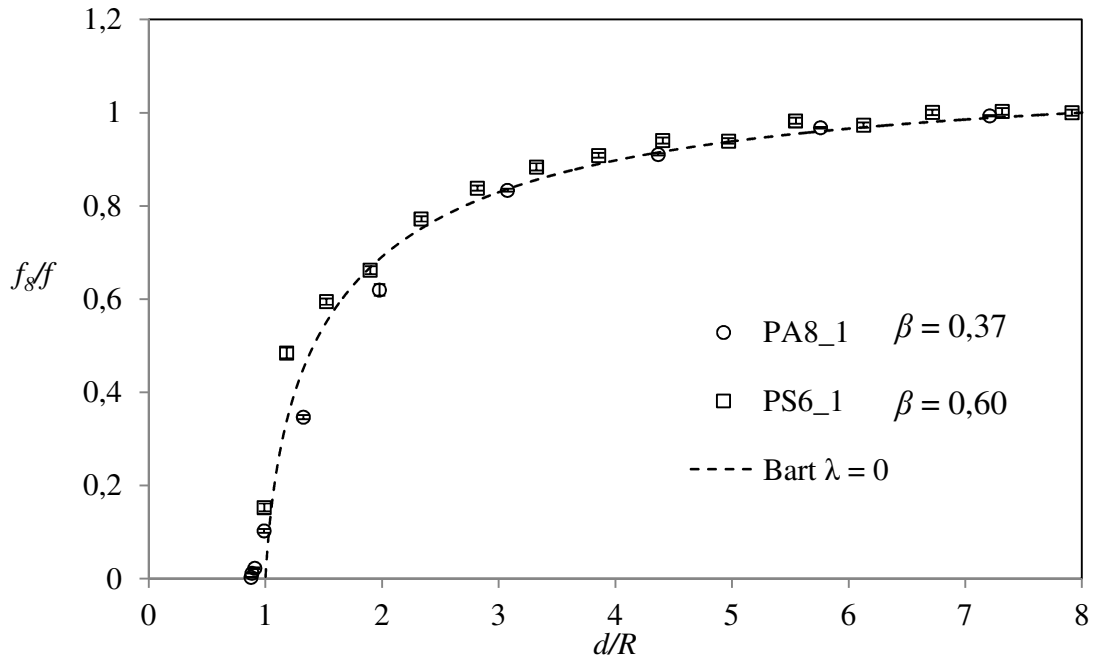
Figure IV.12 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement réduit en fonction de la distance réduite pour différentes valeurs du rapport de viscosité: points expérimentaux (a : PA8, b : PA6, c : PA4) et courbes théoriques de Bart.

### Influence du rapport de différence de densité $\beta$ :

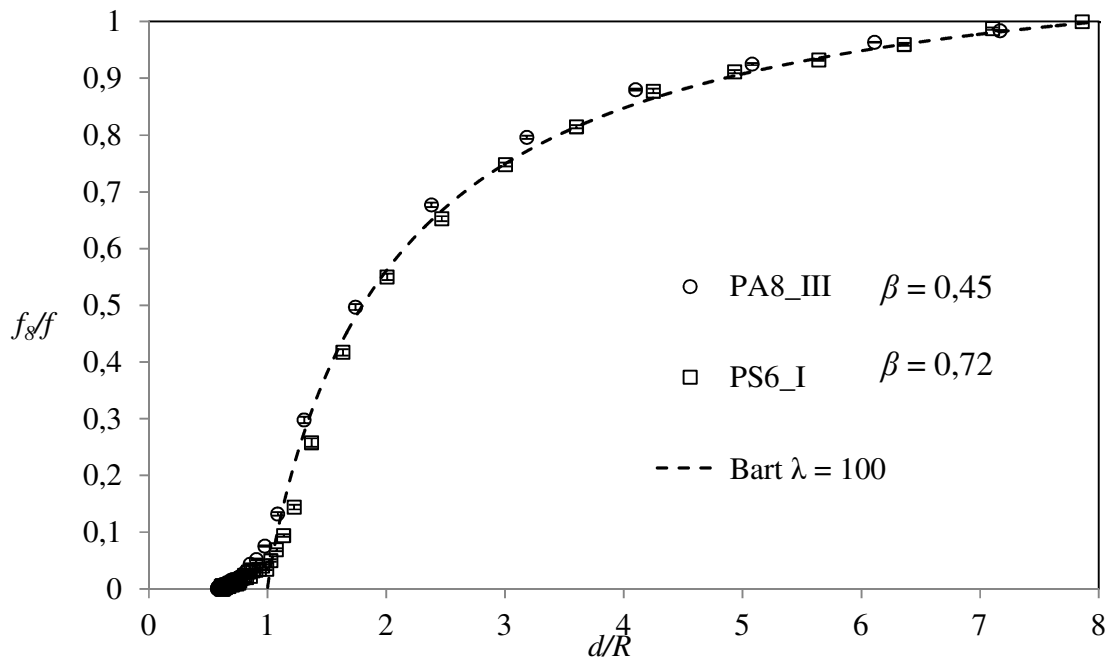
Pour mettre en évidence l'effet éventuel du nombre  $\beta$ , nous comparons les résultats obtenus pour les particules PA8 et PS6 pour lesquelles le nombre de Bond modifié est égal à  $Bo_p = 0,67$  (en l'absence de SLES). La Figure IV.13 présente les résultats correspondant à ces deux particules, pour les deux valeurs extrêmes du rapport de viscosité. Pour  $\lambda \approx 10^{-2}$  (resp.  $\lambda = 100$ ), le rapport de différence de densité varie de  $\beta = 0,37$  (resp. 0,45) dans le cas de la bille PA8 à  $\beta = 0,60$  (resp. 0,72) dans le cas de la bille PS6.

On s'attend à ce que la particule soit ralentie plus tard dans son approche lorsque  $\beta$  est plus grand. En effet, lorsque  $\beta$  augmente, le rapport entre la force motrice qui permet la déformation de l'interface (la flottabilité de la particule) et la force de rappel d'origine gravitationnelle (la différence de masse volumique entre les deux liquides) augmente, ce qui conduit à une déformation plus grande de l'interface : l'écoulement du liquide 1 déplacé par la bille en mouvement en est facilité, ce qui se traduit par une diminution du coefficient de frottement. Cet effet est a priori d'autant plus sensible que le rapport de viscosité est faible parce que dans ce cas, la vitesse des particules à position réduite donnée est plus grande, ce qui conduit à une plus grande valeur du nombre gravitationnel effectif,  $Cg_{eff}$ , donc à une plus grande valeur du paramètre composite  $\varepsilon$  et à une déformation plus grande de l'interface.

Sur la Figure IV.13.a correspondant au plus faible rapport de viscosité soit  $\lambda \approx 10^{-2}$ , on constate effectivement que la bille associée à la plus grande valeur de  $\beta$  est ralentie plus tard dans son approche. Les barres d'erreur représentées ici permettent de confirmer que l'écart entre les deux essais n'est pas dû aux erreurs expérimentales. En revanche, cet effet n'est pas visible sur la Figure IV.13.b correspondant à  $\lambda = 100$ . Ces observations sont cohérentes avec les prédictions précédentes. Cependant, on remarque sur la Figure IV.13.a que la courbe associée à la plus petite valeur de  $\beta$  est aussi celle qui est la plus éloignée de la courbe de Bart alors que ce devrait être le contraire. Ce manque de consistance entre les données nous empêche de conclure sur la mise en évidence dans nos essais d'un effet de  $\beta$  sur le coefficient de frottement.



a.



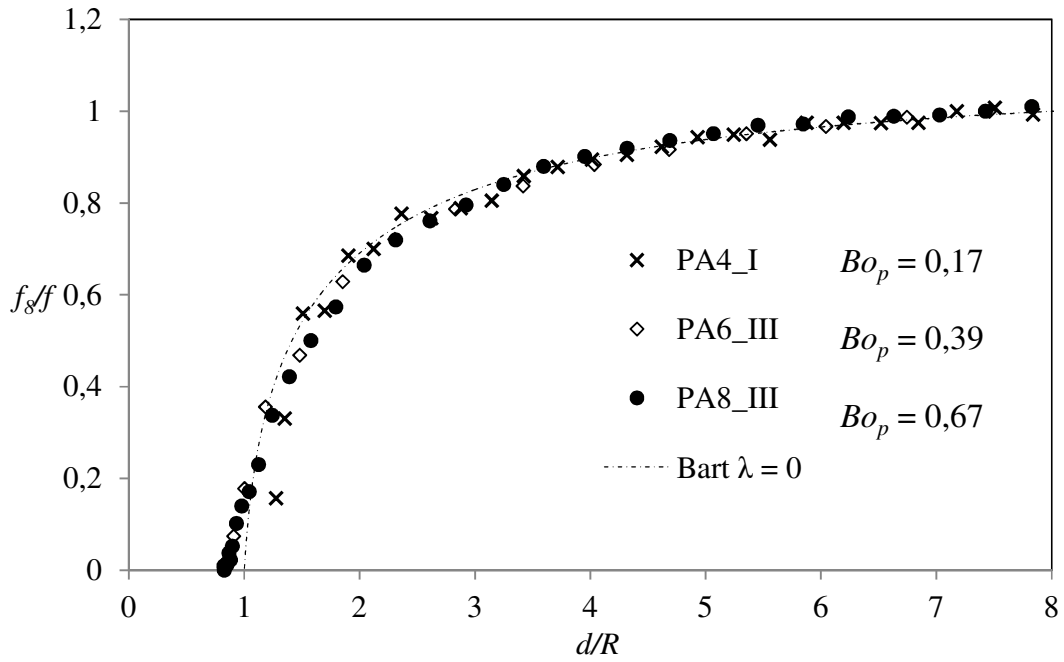
b.

Figure IV.13 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement réduit en fonction de la distance réduite – influence de  $\beta$  : points expérimentaux et courbes théoriques de Bart. a.  $\lambda = 0,01$ . b.  $\lambda = 100$ .

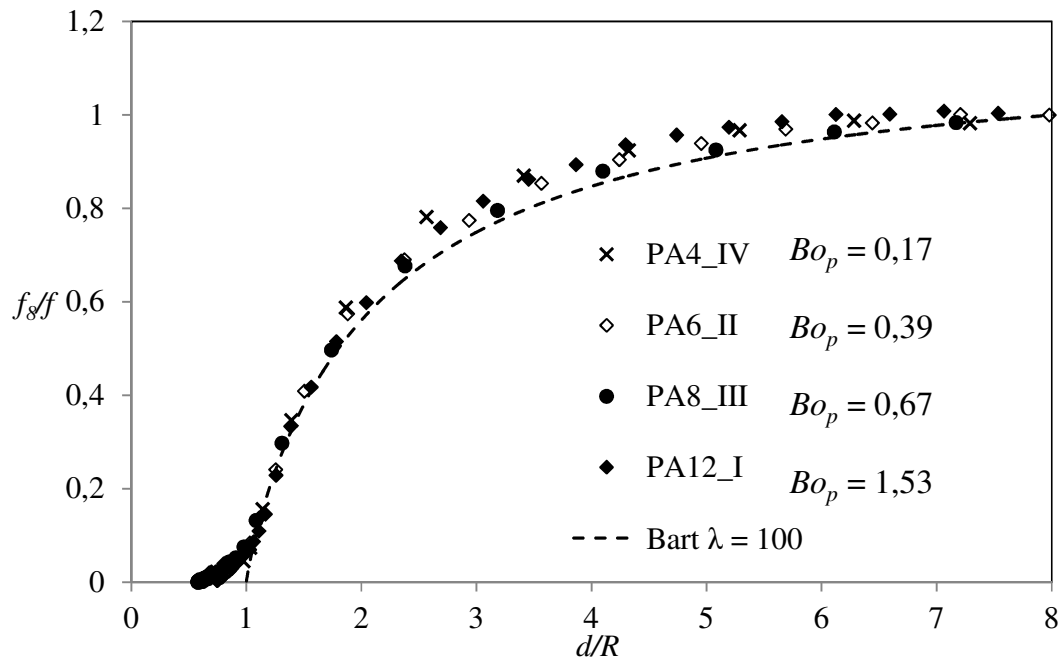
### Influence du nombre de Bond modifié $Bo_p$

Nous avons étudié l'effet du nombre de Bond modifié sur les variations du coefficient de frottement en fonction de la distance réduite en jouant sur deux paramètres : le diamètre des billes et la tension interfaciale entre les liquides 1 et 2. Ainsi la Figure IV.14 présente pour deux valeurs extrêmes de  $\lambda$  les résultats correspondant aux billes de polyamide de différent diamètre (PA4, PA6, PA8 et PA12). La Figure IV.15 présente les résultats correspondant aux billes d'acier (A5,5, A6,35 et A8). Enfin, la Figure IV.16 compare les résultats obtenus avec des particules de polyamide PA8 avec ou sans tensio-actif ajouté au liquide 1. Il faut noter que l'addition de tensio-actif (SLES) modifie fortement la valeur du nombre de Bond modifié ( $Bo_p$  varie de 0,68 à 2,97) mais qu'elle modifie également sensiblement la valeur du rapport de différence de masse volumique ( $\beta$  varie de 0,45 à 0,37). Notons que sur les différentes figures est également tracée la courbe de Bart à la valeur correspondante du rapport de viscosité.

On s'attend à ce que les billes soient ralenties plus tard dans leur approche lorsque le nombre de Bond modifié augmente. En effet, lorsque  $Bo_p$  augmente, le rapport entre la force motrice d'origine gravitationnelle (flottabilité de la bille) et la force de rappel d'origine capillaire augmente, ce qui conduit à une déformation plus grande de l'interface : l'écoulement du liquide 1 déplacé par la bille en mouvement en est facilité, ce qui se traduit par une diminution du coefficient de frottement. Cet effet est a priori d'autant plus sensible que le rapport de viscosité est faible parce que dans ce cas, la vitesse des particules à position réduite donnée est plus grande, ce qui conduit à une plus grande valeur du nombre capillaire effectif,  $Ca_{eff}$ , donc à une déformation plus grande de l'interface.



a.



b.

Figure IV.14 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement réduit en fonction de la distance réduite – influence de  $Bo_p$  : points expérimentaux associés aux billes de polyamide et courbe théorique de Bart. a.  $\lambda = 0,01$ . b.  $\lambda = 100$ .

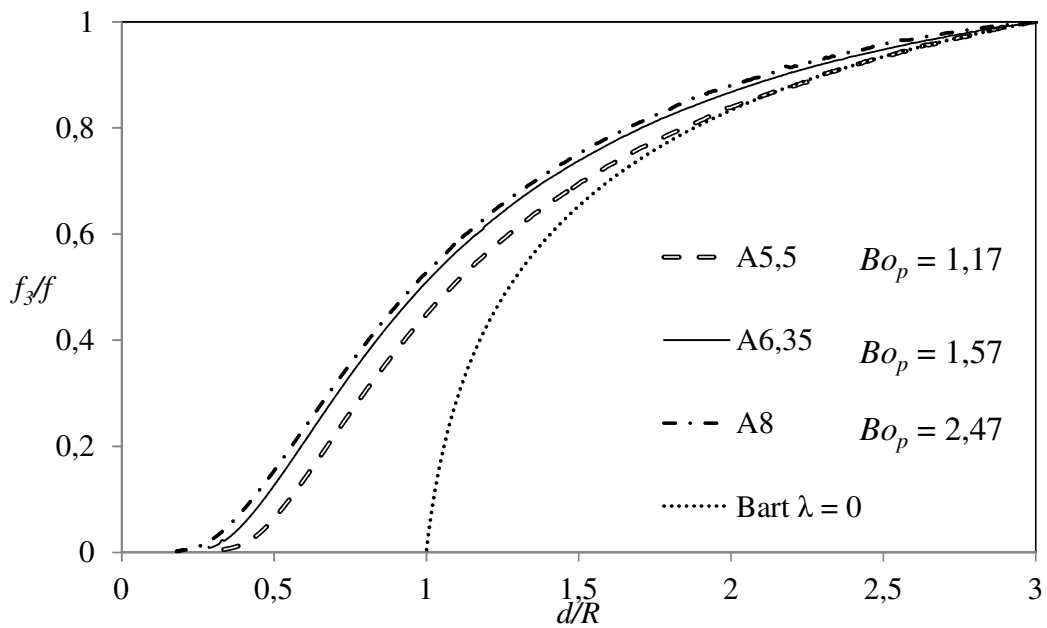


Figure IV.15 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement réduit  $f_3/f$  en fonction de la distance réduite  $d/R$  – influence du nombre de Bond modifié : points expérimentaux associées aux billes d'acier et courbe théorique de Bart ( $\lambda = 0$ ).

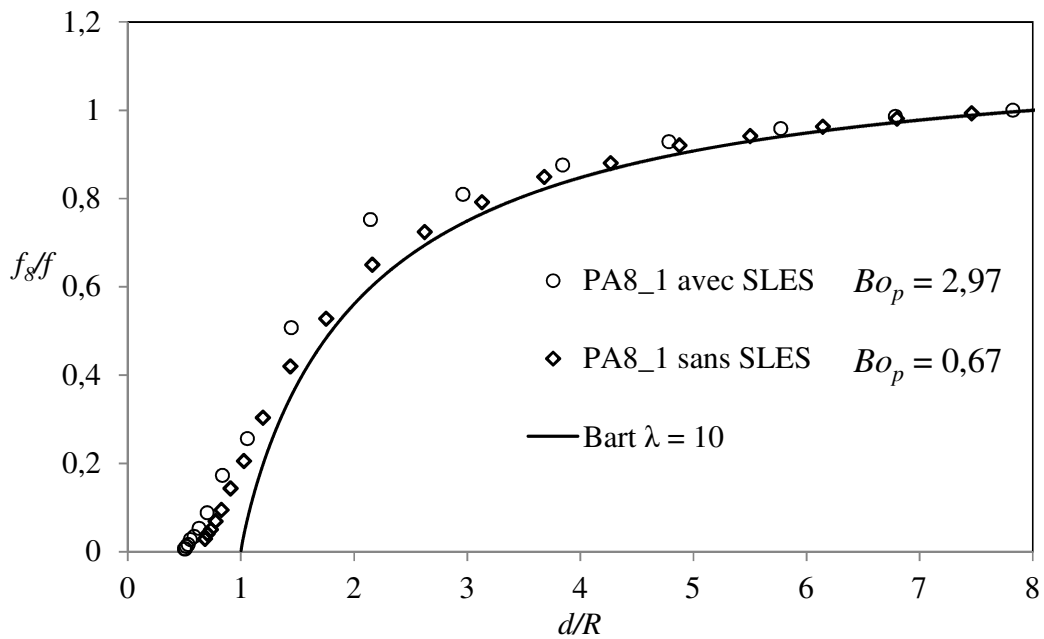


Figure IV.16 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement réduit en fonction de la distance réduite – influence de  $Bo_p$  : points expérimentaux associées à la bille PA8 avec et sans SLES (resp.  $\beta = 0,37$  et  $\beta = 0,45$ ) et courbe théorique de Bart ( $\lambda = 10$ ).

Dans le cas des billes de polyamide de différents diamètres, on n'observe pas d'effet significatif du nombre de Bond modifié sur les variations du coefficient de frottement en fonction de la distance à l'interface lorsque  $d/R \gtrsim 2$ . Ceci est attribué à la résolution insuffisante du montage photographique ainsi qu'aux erreurs associées à des phénomènes parasites tels que les mouvements de convection naturelle dans les liquides 1 et 2.

Dans le cas des billes d'acier, on observe en revanche l'effet attendu du nombre de Bond modifié sur le coefficient de frottement. Ceci est rendu possible par la résolution plus grande du montage interférométrique et par le confinement plus grand qui réduit certainement les effets de convection naturelle dans le liquide 1.

On note que loin de l'interface, dans le cas de la bille A5,5 ( $Bo_p = 1,17$ ), les variations du coefficient de frottement sont en accord jusqu'à  $d/R = 2$  avec la courbe théorique de Bart à rapport de viscosité nul. Dans le cas des billes d'acier A6,35 et A8, les courbes ne se superposent pas à la courbe théorique de Bart (toutes les courbes passent par construction par le point de coordonnées ( $d/R = 3; f_3/f = 1$ )). Cet écart est attribué à la déformation de l'interface donc à un effet de  $Bo_p$ .

Enfin, dans le cas des essais où on fait varier  $Bo_p$  en modifiant la tension interfaciale (billes PA8 avec ou sans tensio-actif SLES), on observe un effet significatif du nombre de Bond modifié dont l'augmentation se traduit effectivement par une diminution du coefficient de frottement. L'effet observé ne peut pas être attribué à la variation du nombre  $\beta$  entre les configurations avec et sans SLES puisque l'effet attendu de la variation de  $\beta$  serait inverse. De plus, on note que les points expérimentaux associés à la plus petite valeur de  $Bo_p$  sont aussi les points les plus proches de la courbe théorique de Bart. Les données expérimentales sont donc consistantes.

#### **IV.4. Relaxation vers la position d'équilibre dynamiquement ( $d/R \lesssim 2$ )**

La relaxation de la particule vers sa position d'équilibre dynamique s'achève par le drainage du film de liquide 1 qui la sépare du liquide 2. Si on note  $h$  l'épaisseur du film de liquide 1 sur l'axe de symétrie, l'étape de drainage correspond au cas  $h/R \ll 1$ . Dans cette région, le coefficient de frottement est alors essentiellement contrôlé par le phénomène de drainage.

Nous avons recensé au premier chapitre deux modes de drainage associés à deux cas limites. Dans la limite des faibles valeurs du nombre de Bond modifié soit  $Bo_p \ll 1$ , la déformation de l'interface est négligeable et le drainage s'effectue en mode de Taylor. Dans ce cas, la vitesse d'amincissement du film varie linéairement avec son épaisseur.

Dans la limite des grandes valeurs du nombre de Bond modifié, soit  $Bo_p \gg 1$ , l'interface se déforme significativement (rayon de courbure de l'ordre du rayon de la particule) et le drainage s'effectue en mode de Reynolds. Dans ce cas, la vitesse d'amincissement du film varie en loi de puissance de l'épaisseur ( $\sim h^3$ ).

Près de l'interface, le rapport de la vitesse de Stokes à la vitesse locale mesurée soit  $V_\infty/V$  constitue a priori une bonne approximation du coefficient de frottement  $f$  associé à la seule présence de l'interface. En effet, dans cette région, les interactions hydrodynamiques particule/interface dominent les interactions avec les parois latérales ou avec la paroi solide horizontale. Par la suite, nous examinons les variations de  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre dynamique  $(d - d_0)/R$  et nous étudions l'effet des nombres  $\lambda$ ,  $\beta$  et  $Bo_p$  sur ces variations. Les valeurs de la position d'équilibre dynamique  $d_0$  utilisées sont les valeurs expérimentales obtenues par mesure directe et données au chapitre précédent.

#### Influence du rapport de viscosité $\lambda$ :

Nous rapportons tout d'abord les résultats théoriques attendus dans la limite  $h/R = (d - R)/R \rightarrow 0$  pour une interface indéformable et un rapport de viscosité quelconque. Les courbes théoriques de Bart tracées sur la Figure IV.17 pour différentes valeurs de  $\lambda$  mettent en évidence l'existence d'un régime linéaire quand  $h/R = (d - R)/R \rightarrow 0$ . Ce régime est similaire au régime de Taylor, établi dans l'approximation de lubrification pour les deux cas particuliers d'une surface rigide (absence de glissement) et d'une surface libre (absence de cisaillement). Pour un rapport de viscosité quelconque,  $\lambda$ , l'équation de Taylor peut donc s'écrire  $\frac{V}{V_\infty} = a_\lambda \left( \frac{d}{R} - 1 \right)$ , où le coefficient de proportionnalité  $a_\lambda$  varie entre 1 pour une interface rigide ( $\lambda = \infty$ ) et 4 pour une interface libre ( $\lambda = 0$ ). Nous avons estimé  $a_\lambda$  pour plusieurs valeurs de  $\lambda$  : pour ce faire, nous avons effectué une régression linéaire sur les résultats fournis par l'équation de Bart à différentes valeurs de  $(d - R)/R$  inférieures à  $5 \cdot 10^{-3}$ . Les résultats obtenus sont représentés sur



la Figure IV.18. Il apparaît que les variations de  $a_\lambda$  en fonction de  $\lambda$  sont décrites de façon satisfaisante par la loi  $a_\lambda = \frac{12}{4+\lambda} + 1$  (qui vérifie les conditions  $a_\lambda(\lambda = 0) = 4$  et  $\lim_{\lambda \rightarrow \infty} a_\lambda = 1$ ).

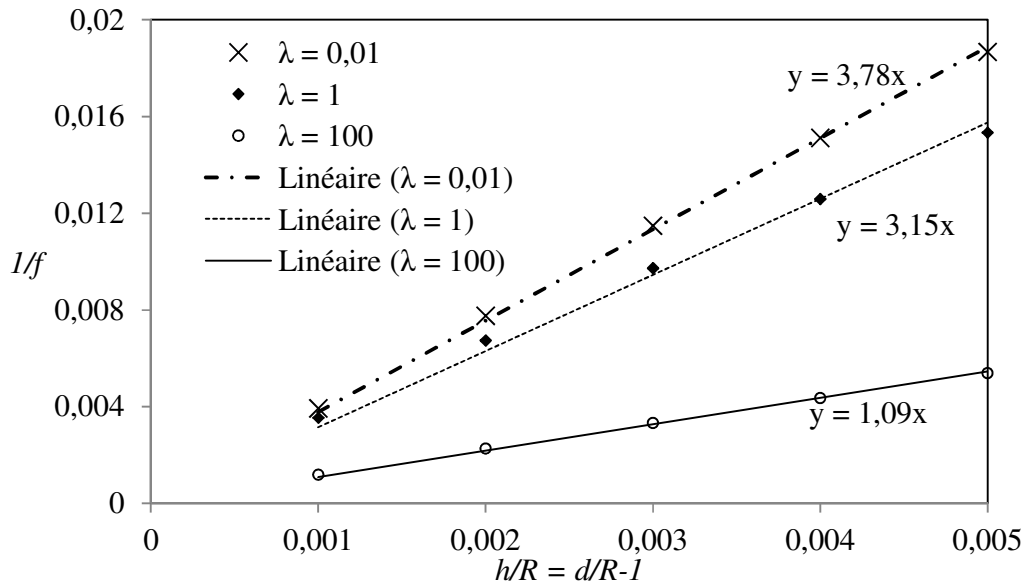


Figure IV.17 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement en fonction de l'épaisseur réduite  $h/R = \frac{d}{R} - 1$  pour quelques valeurs de  $\lambda$ : zoom sur le régime de Taylor.

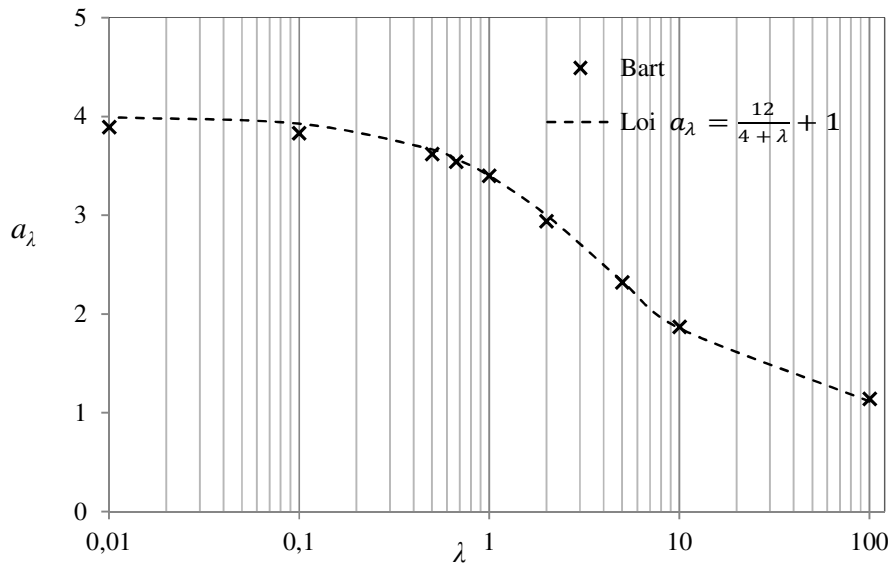


Figure IV.18 : Variations du coefficient de proportionnalité  $a_\lambda$  en fonction du rapport de viscosité,  $\lambda$  : comparaison entre la loi proposée et les valeurs de Bart.

Dans le cas du régime de Reynolds, l'équation de Hartland (Équation IV.6) montre que le temps de drainage varie d'un facteur 4 entre le cas de la surface libre et celui de la surface solide (sans glissement). En d'autres termes, la vitesse d'amincissement du film en régime de Reynolds est 4 fois plus élevée à  $\lambda = 0$  qu'à  $\lambda = \infty$  : c'est le même facteur que pour le régime de Taylor. Nous n'avons pas trouvé dans la littérature de généralisation de la loi de Reynolds à des valeurs de  $\lambda$  quelconques.

Nous présentons sur les figures IV.19 à IV.23 les variations de l'inverse du coefficient de frottement en fonction de l'écart à la position d'équilibre dynamique pour les billes PA12, PA8, PA6, PA4 et PS6 et pour différentes valeurs du rapport de viscosité.

On constate tout d'abord une différence de comportement près de l'interface entre la bille PA4 et les autres. Ainsi, dans le cas de la bille PA4, on n'observe pas d'inflexion de la courbe  $1/f$  versus  $(d - d_0)/R$  quel que soit le rapport de viscosité. En revanche, pour les autres billes, il existe une valeur de rapport de viscosité au-delà de laquelle, une inflexion est nettement visible. Dans ce cas, la courbe semble présenter une tangente horizontale à l'origine.

Le comportement de la bille PA4 peut être expliqué de la façon suivante : la bille PA4 est associée à la plus petite valeur du nombre de Bond modifié soit  $Bo_p = 0,171$ . Or la courbure de l'interface au voisinage de l'équilibre dynamique est d'autant plus faible que  $Bo_p$  est petit. On peut donc supposer que dans le cas de la bille PA4, la déformation de l'interface est suffisamment faible pour que le régime de Taylor existe. Malheureusement, le montage photographique utilisé pour étudier les billes de polyamide n'a pas la sensibilité suffisante pour suivre le mouvement des particules à des distances de l'ordre de 1% du rayon ou inférieures. Le domaine de Taylor proprement dit n'est donc pas visible sur la figure IV.23. On peut cependant constater que la pente estimée près de l'origine augmente lorsque  $\lambda$  diminue, en accord qualitatif avec les prédictions de Bart en régime de Taylor.

Notons que le montage interférométrique aurait la sensibilité suffisante pour étudier le régime de Taylor. Cependant, dans le cas des billes d'acier étudiées, les valeurs du nombre de Bond modifié ne sont pas assez faibles : on observe très près de l'interface un régime non linéaire (Figure III.23) qui résulte de la déformation de l'interface.

Le point d'inflexion présent sur certaines courbes des figures IV.19 à IV.22 caractérise selon nous un changement de régime dans les interactions hydrodynamiques particule/interface. On note  $\delta_{inf}$  la valeur de  $(d - d_0)/R$  associée à ce point (distincte de l'épaisseur du film). Pour  $(d - d_0)/R \gtrsim \delta_{inf}$ , les interactions hydrodynamiques s'apparentent à celles d'une bille avec une interface plane (plus exactement, de courbure négligeable devant  $R^{-1}$ ), éventuellement décalée par rapport à sa position initiale parce qu'elle est déformée (faiblement) sous l'effet de la pression visqueuse. Pour  $(d - d_0)/R \lesssim \delta_{inf}$ , les interactions hydrodynamiques sont essentiellement liée au drainage du film de liquide 1 compris entre la bille et l'interface déformée (dont la courbure n'est plus négligeable devant  $R^{-1}$ ). Les variations de  $1/f$  deviennent alors très lentes lorsque la bille relaxe vers sa position d'équilibre. Ce régime correspond selon nous à la transition vers le régime de Reynolds puis au régime de Reynolds proprement dit lorsque l'épaisseur du film devient très faible. Nous n'avons pas ici les moyens de vérifier si la vitesse d'amincissement du film satisfait ou non à la loi de Reynolds puisque que nous ne connaissons pas l'épaisseur du film.

Les figures IV.19 à IV.22 montrent que  $\delta_{inf}$  est d'autant plus grand, donc le domaine de Reynolds (comprenant la transition et le régime de Reynolds proprement dit) d'autant plus large, que le rapport de viscosité est élevé. En effet lorsque  $\lambda$  croît, les courbes théoriques de Bart montrent que le coefficient de frottement augmente. Par conséquent, à force imposée (flottabilité de la particule), la vitesse de la particule est inférieure. Le nombre capillaire effectif,  $Ca_{eff}$ , et le nombre gravitationnel effectif,  $Cg_{eff}$ , sont donc plus faibles, ce qui se traduit par une plus faible déformation de l'interface. Cependant, lorsque la particule est suffisamment près de l'interface, la pression visqueuse vainc nécessairement la surpression de Laplace requise pour déformer l'interface et l'amener à un rayon de courbure de l'ordre de  $R$  (en effet, si on néglige la déformation de l'interface, la pression visqueuse estimée dans l'approximation de la lubrification est de l'ordre de  $\mu_1 V_\infty/h$ , qui diverge lorsque l'épaisseur du film tend vers 0). Le mouvement de la particule se poursuit alors en mode de Reynolds. La particule et l'interface se déplacent jusqu'à la position d'équilibre dynamique. Ainsi la largeur spatiale du domaine de Reynolds est au plus égale à  $(R - d_0)$ , la flèche de l'interface lorsque la particule est dans sa position d'équilibre dynamique. Lorsque  $\lambda$  est faible, la particule déforme l'interface plus tôt dans sa course et donc

entre en régime de Reynolds plus tard en considérant que l'épaisseur du film  $h$  en régime de Reynolds est très petite devant  $R$ .

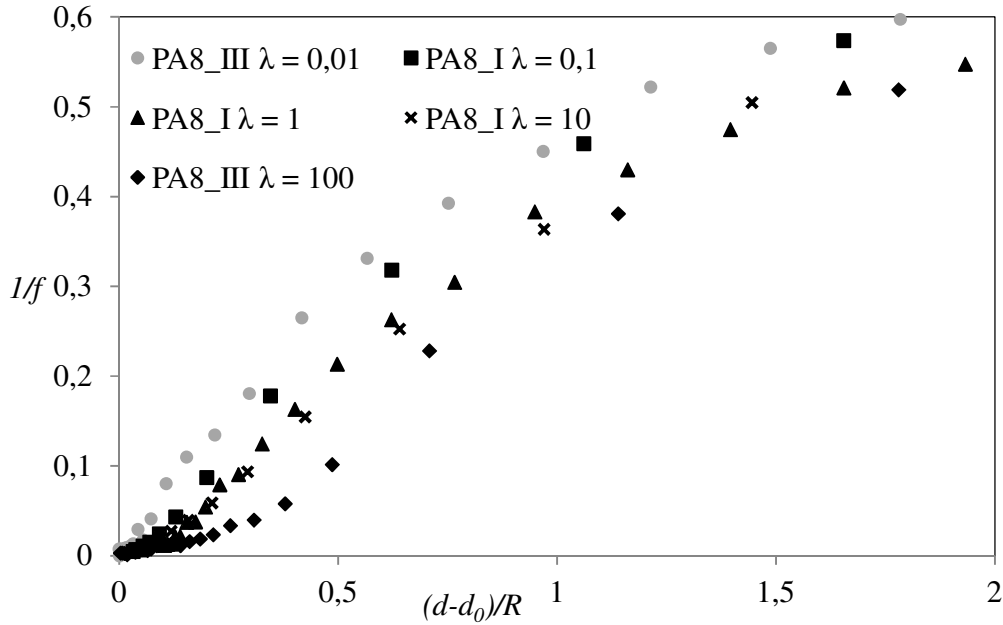


Figure IV.19 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre  $(d - d_0)/R$  pour différentes valeurs de rapport de viscosité  $\lambda$  : cas de la bille PA8.

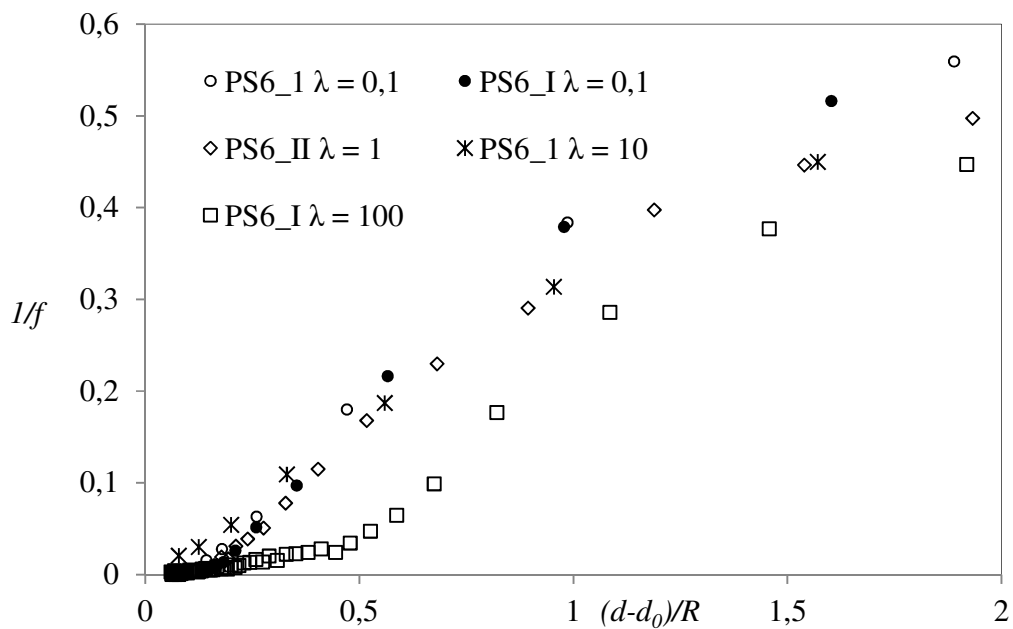


Figure IV.20 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre  $(d - d_0)/R$  pour différentes valeurs de rapport de viscosité  $\lambda$  : cas de la bille PS6.

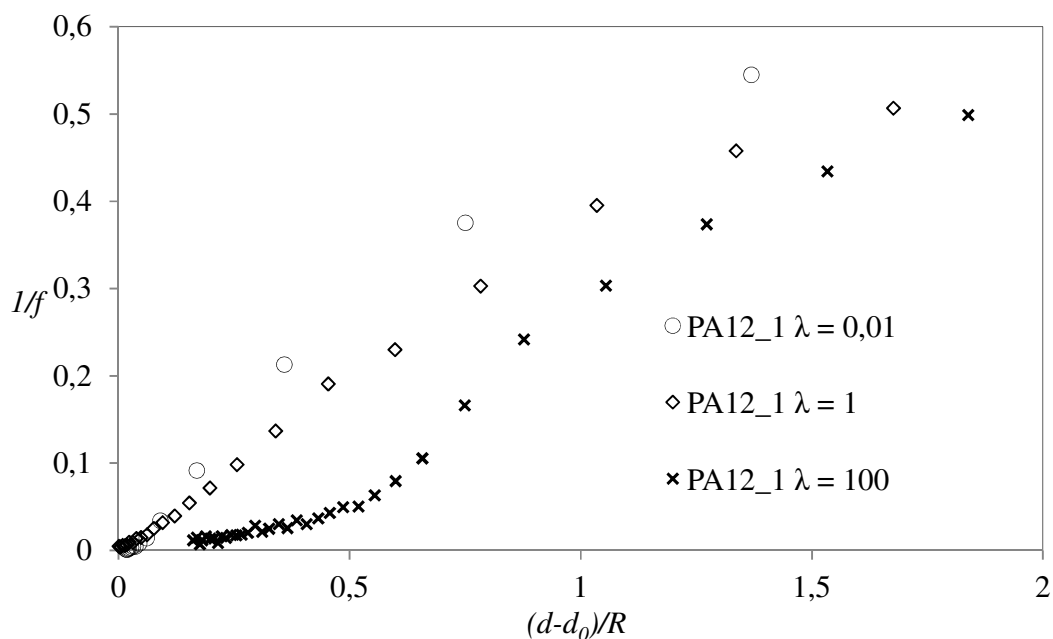


Figure IV.21 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre  $(d - d_0)/R$  pour différentes valeurs de rapport de viscosité  $\lambda$  : cas de la bille PA12.

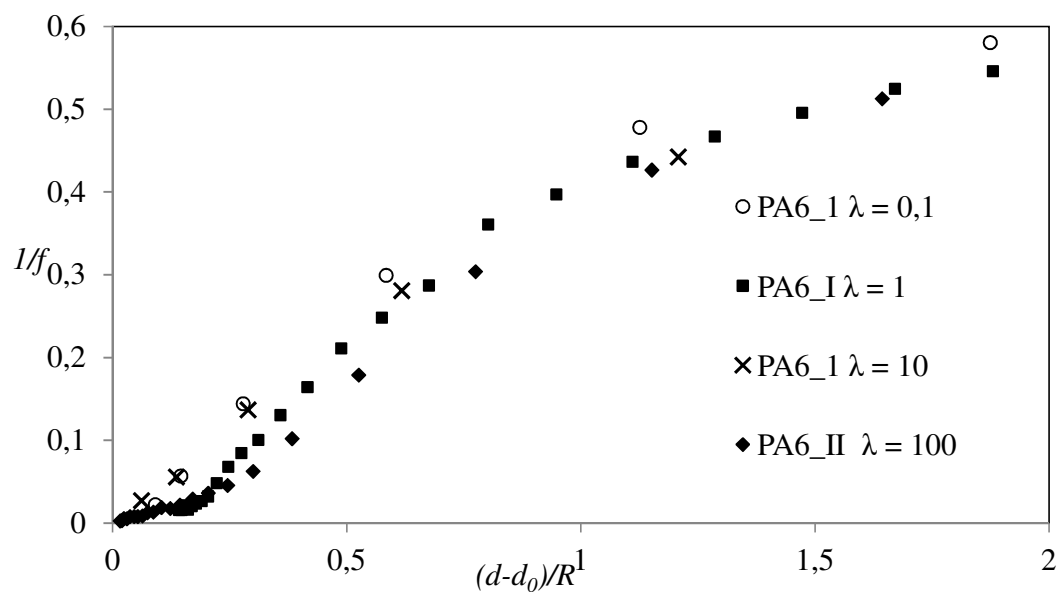


Figure IV.22 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre  $(d - d_0)/R$  pour différentes valeurs de rapport de viscosité  $\lambda$  : cas de la bille PA6.

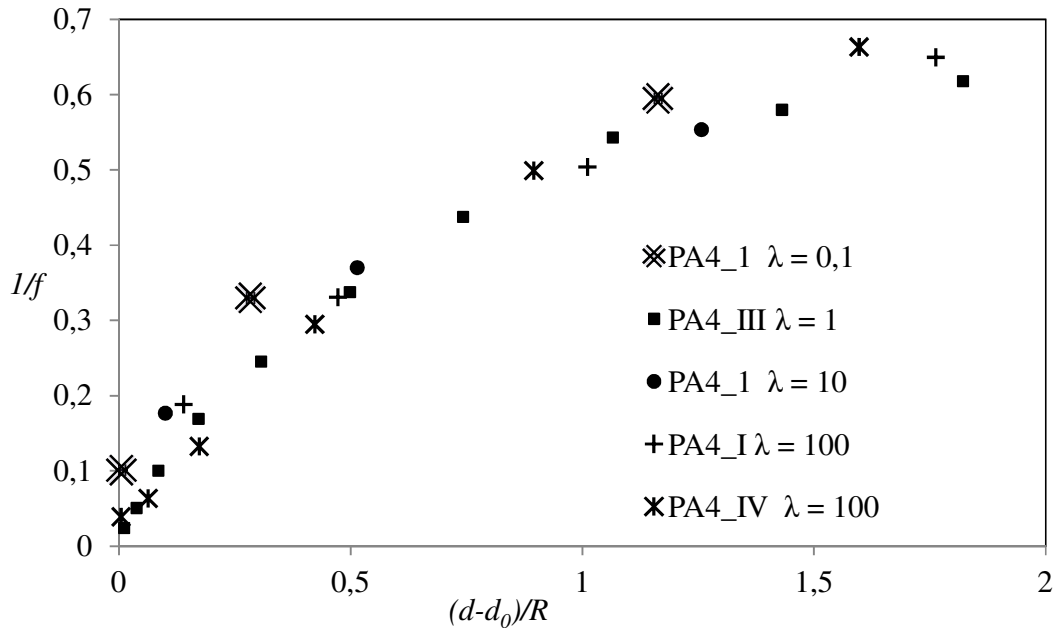


Figure IV.23 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre  $(d - d_0)/R$  pour différentes valeurs de rapport de viscosité  $\lambda$  : cas de la bille PA4.

Influence du rapport de différence de densité  $\beta$  :

L'effet du rapport de différence de densité,  $\beta$ , peut être étudié à l'aide de deux couples de configurations, chaque couple étant caractérisé par une même valeur de  $Bo_p$  : (i) les billes de polyamide PA8 ( $\beta = 0,45$ ,  $Bo_p = 0,67$ , interface glycérine/huile de silicone et montage photographique) et PS6 ( $\beta = 0,72$ ) et (ii) la bille de polyamide PA12 ( $\beta = 0,37$ ,  $Bo_p = 1,53$ , interface glycérine + SLES/huile de silicone et montage photographique) et la bille d'acier A6,35 ( $\beta = 0,54$ , interface huile de silicone/mercure et montage interférométrique).

Les figures IV.24 à IV.27 présentent l'effet de  $\beta$  sur les variations de l'inverse du coefficient de frottement en fonction de l'écart à la position d'équilibre dynamique, pour des valeurs croissantes du rapport de viscosité (d'autres figures sont rapportées dans l'annexe IV). Il apparaît que dans l'intervalle de  $\beta$  étudié, l'effet de  $\beta$  est relativement faible, mais reste significatif. On constate qu'une augmentation de  $\beta$  conduit à une augmentation du coefficient de frottement. Cet effet est opposé à celui observé lorsque  $d/R \gtrsim 2$ . Pour expliquer cela, il est intéressant de

remarquer que l'effet de  $\beta$  est le plus marqué pour  $\lambda = 100$ , où le domaine Reynolds est visible et relativement large. D'après le premier chapitre, le coefficient de frottement en régime de Reynolds est de l'ordre de  $f \sim r_c^4 / h^3 R$  où  $r_c$  dépend  $\beta$ . D'après le modèle d'équilibre simplifié prenant en compte la gravité et la surpression de Laplace (Équation IV.4) et les résultats correspondants rapportés dans la figure IV.2, on déduit que  $r_c$  est une fonction croissante de  $\beta$  : ceci peut donc expliquer l'augmentation du coefficient de frottement avec  $\beta$ .

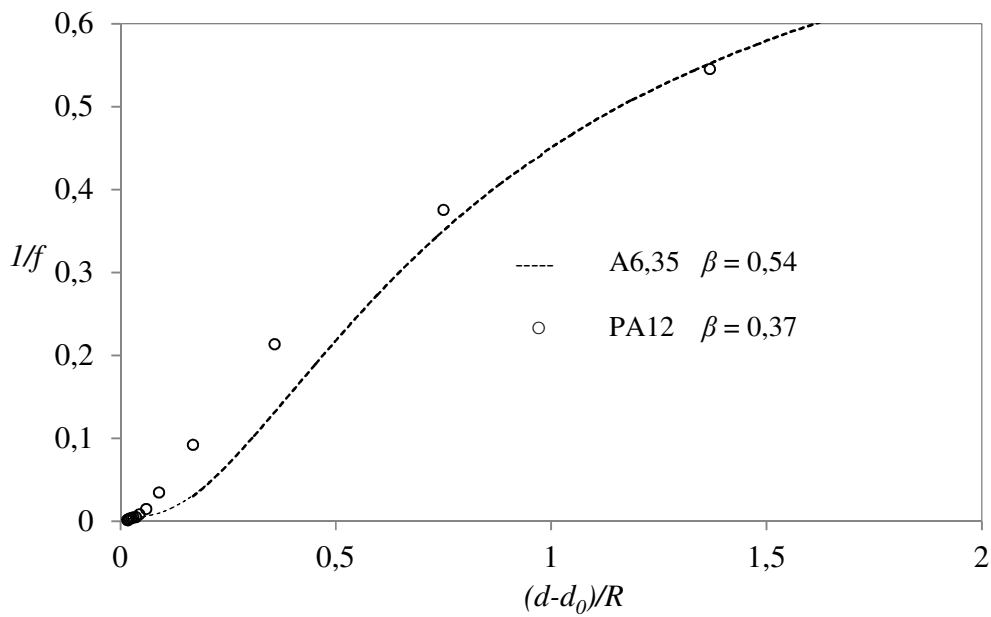


Figure IV.24 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre  $(d - d_0)/R$  : effet de  $\beta$ .  $Bo_p \cong 1,55$  et  $\lambda \cong 0$ .

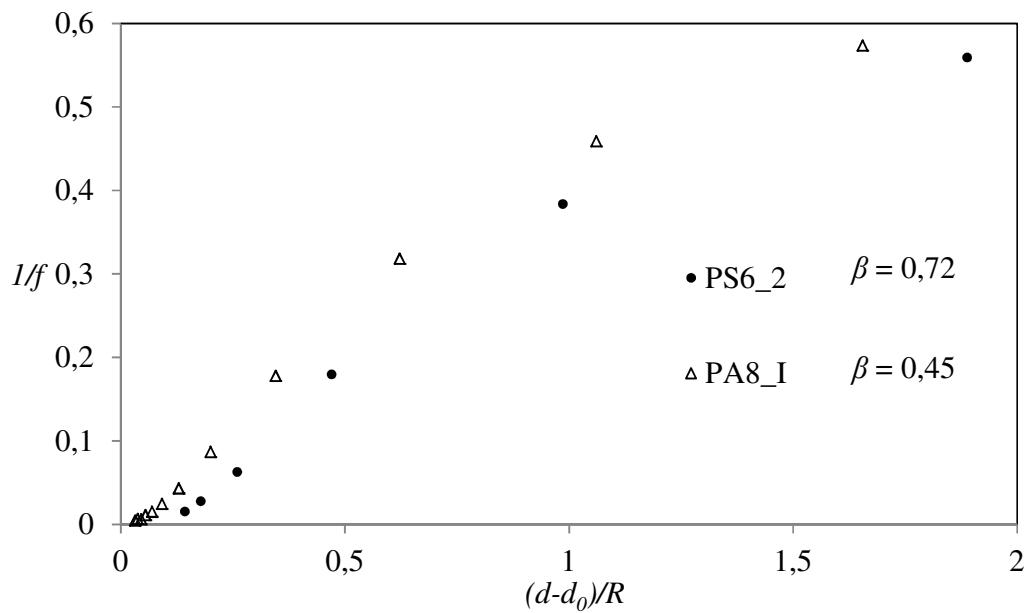


Figure IV.25 : Variation de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre dynamique  $(d - d_0)/R$  : effet de  $\beta$ .  $Bo_p = 0,67$  et  $\lambda = 0,1$ .

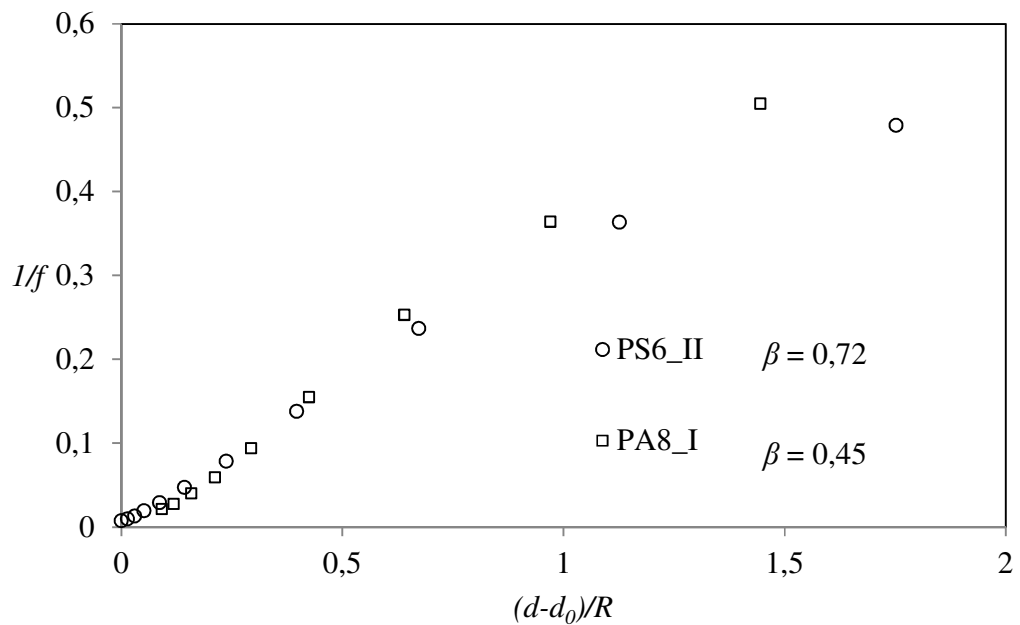


Figure IV.26 : Variation de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre dynamique  $(d - d_0)/R$  : effet de  $\beta$ .  $Bo_p = 0,67$  et  $\lambda = 10$ .



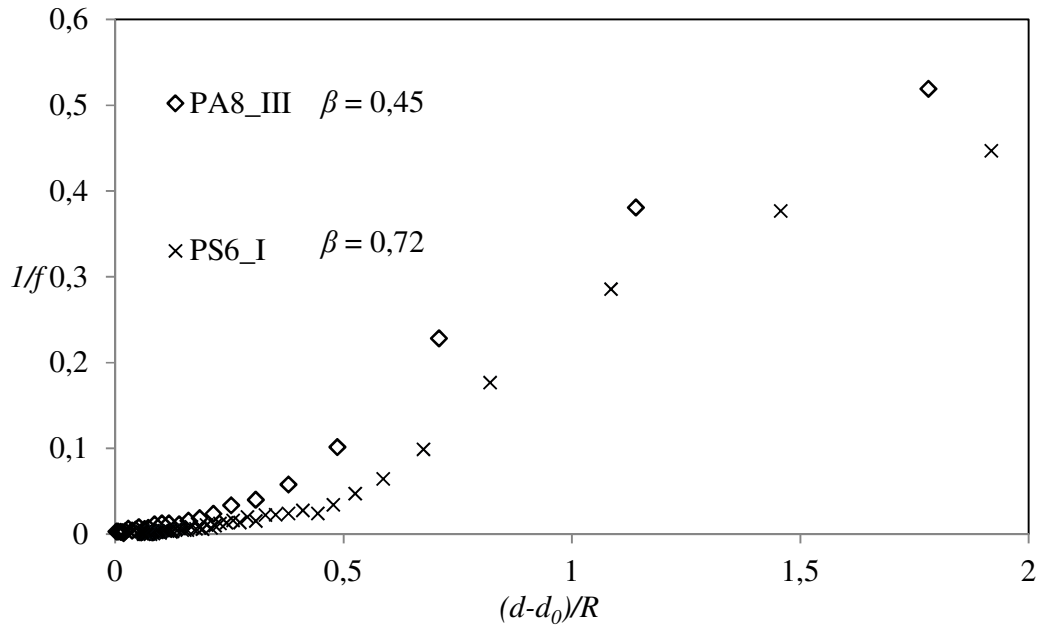


Figure IV.27 : Variation de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre dynamique  $(d - d_0)/R$  : effet de  $\beta$ .  $Bo_p = 0,67$  et  $\lambda = 100$ .

#### Influence du nombre de Bond modifié $Bo_p$

Le nombre de Bond modifié est varié indépendamment des autres paramètres en jouant sur deux grandeurs : le diamètre des billes et la tension interfaciale entre les liquides 1 et 2. Les figures IV.28 à IV.31 présentent l'effet du nombre de Bond modifié  $Bo_p$  sur les variations de l'inverse du coefficient de frottement en fonction de l'écart à la position d'équilibre dynamique (d'autres figures sont rapportées dans l'annexe IV). Les figures sont numérotées par rapport de viscosité croissant. La Figure IV.15 présente les résultats obtenus avec les billes d'acier (A5,5, A6,35 et A8). Les figures IV.29 et IV.31 présentent pour deux valeurs de  $\lambda$  les résultats obtenus avec les billes de polyamide de différent diamètre (PA4, PA6, PA8 et PA12). La Figure IV.16 compare les résultats obtenus avec des particules de polyamide PA8 avec ou sans tensio-actif ajouté au liquide 1. On rappelle que l'addition de tensio-actif (SLES) modifie fortement la valeur du nombre de Bond modifié ( $Bo_p$  varie de 0,68 à 2,97) et qu'elle modifie faiblement la valeur du rapport de différence de masse volumique ( $\beta$  varie de 0,45 à 0,37).

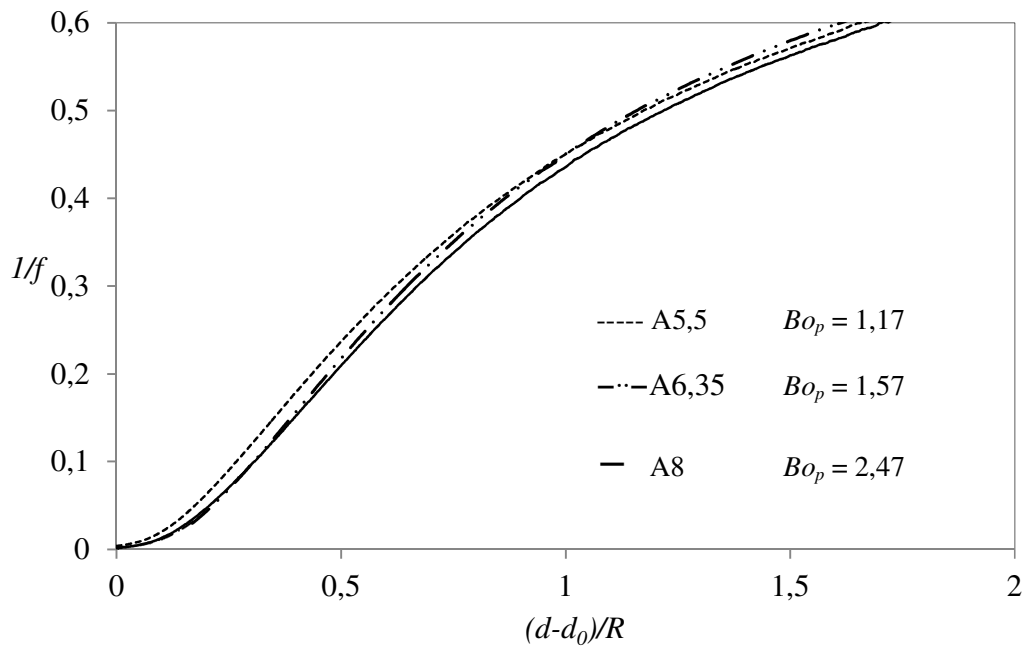


Figure IV.28 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre  $(d - d_0)/R$  : effet de  $Bo_p$ . Billes d'acier,  $\beta = 0,54$ ,  $\lambda \simeq 0$ .

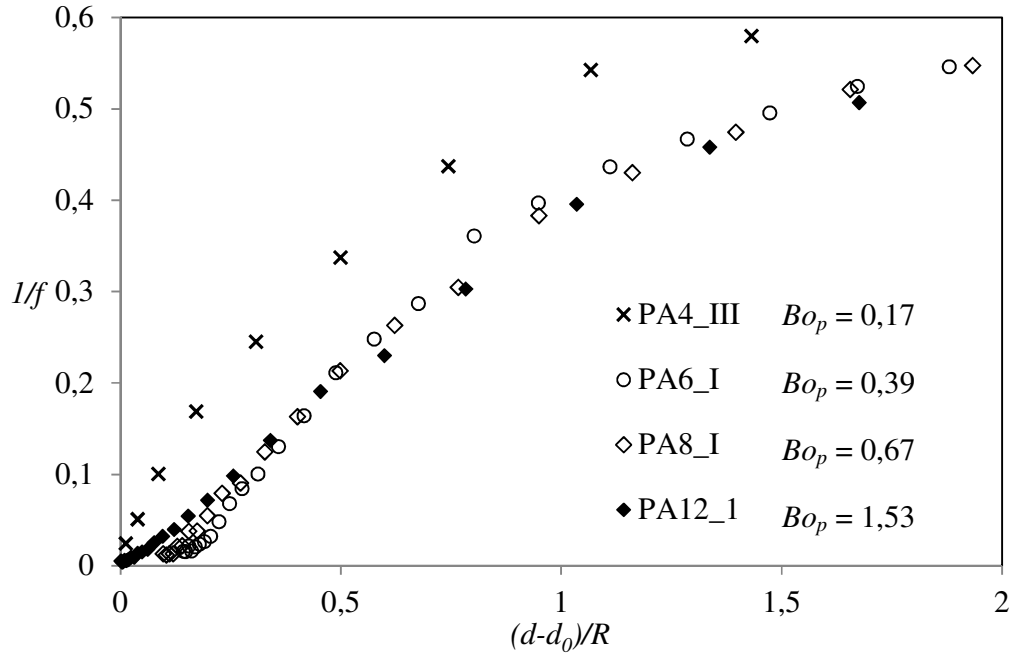


Figure IV.29 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre  $(d - d_0)/R$  : effet de  $Bo_p$ . Billes de polyamide,  $\beta = 0,45$  et  $\lambda \simeq 1$ .

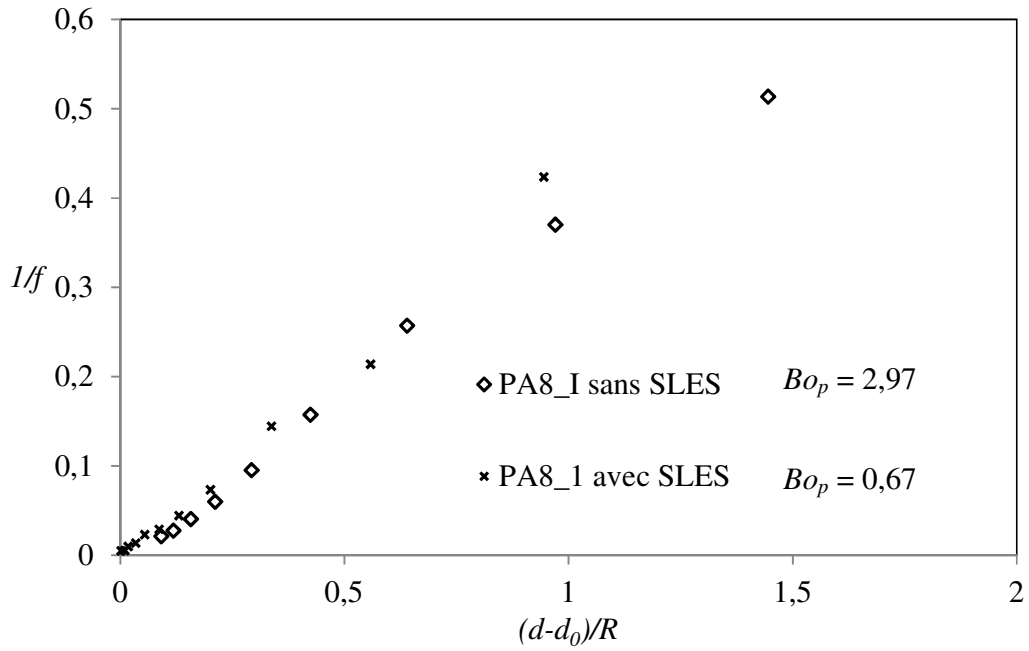


Figure IV.30 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre  $(d - d_0)/R$  : effet de  $B_{o_p}$ . Billes PA8 avec SLES et sans SLES,  $\beta = 37$  et  $\beta = 0,45$ .  $\lambda = 10$ .

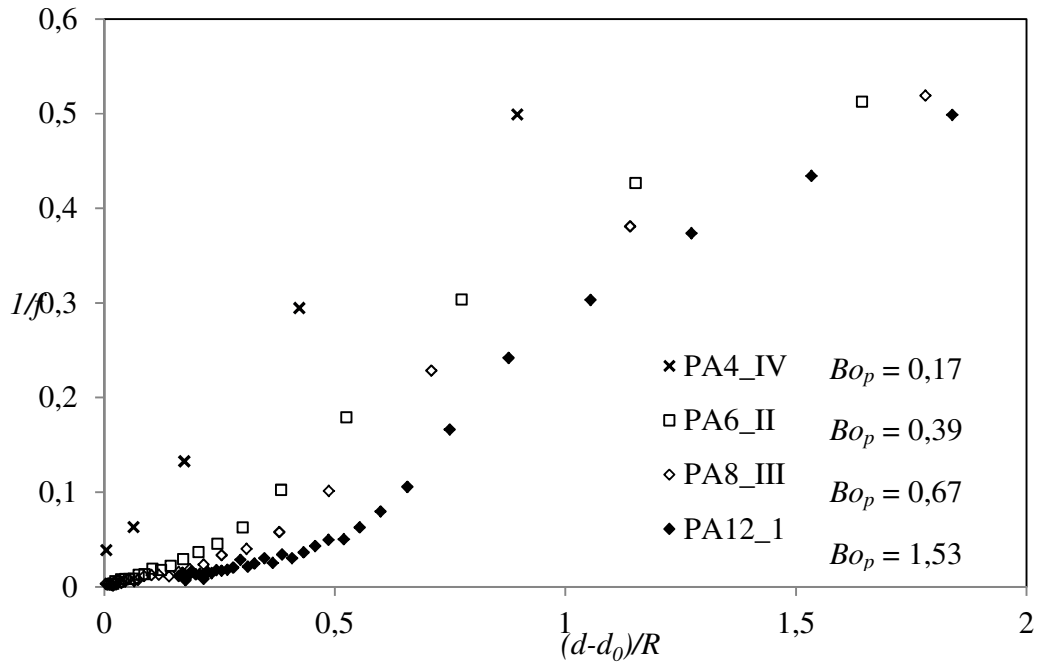


Figure IV.31 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre  $(d - d_0)/R$  : effet de  $B_{o_p}$ . Billes de polyamide,  $\beta = 0,45$  et  $\lambda \approx 100$ .

Tout d'abord, les figures IV.29 et IV.31 montrent une nouvelle fois le comportement singulier de la bille PA4 caractérisée par la plus faible valeur de nombre de Bond modifié soit  $Bo_p = 0,171$ . Ainsi, dans le cas de PA4, on n'observe pas d'inflexion sur la courbe de  $1/f$  : il n'y a donc pas de transition visible vers le régime de Reynolds. Il semble plutôt que la bille PA4 entre en régime de Taylor aux faibles valeurs de  $(d - d_0)/R$ . Cependant, il faut noter que le régime de Taylor précède très certainement le régime de Reynolds d'après le scénario avancé par Ivanov *et al.* dans le cas de la coalescence des gouttes d'émulsion (décrit dans le premier chapitre) : les pressions visqueuses atteintes dans le régime de Taylor permettront de vaincre la surpression de Laplace nécessaire à la transition vers le régime de Reynolds.

Pour les valeurs plus élevées du nombre de Bond modifié, on observe une inflexion sur la courbe de  $1/f$ . Nous avons vu précédemment que l'inflexion est située d'autant plus loin de la position d'équilibre dynamique que le rapport de viscosité est élevé. Il apparaît d'après les figures IV.29 et IV.30 caractérisées par un rapport de viscosité  $\lambda \leq 10$  que le nombre de Bond modifié a un effet faible voire négligeable sur les variations du coefficient de frottement. En revanche, pour  $\lambda = 100$ , on observe un effet significatif de  $Bo_p$  : le coefficient de frottement augmente lorsque  $Bo_p$  est plus élevé. Cette tendance est opposée à celle qui était attendue lorsque  $d/R \gtrsim 2$  (Cf travaux de Berdan et Leal <sup>(34)</sup>). Pour expliquer cela, on s'appuie de nouveau sur l'expression du coefficient de frottement en régime de Reynolds soit  $f \sim r_c^4/h^3R$ . On exprime  $r_c$  à l'aide de la formule simplifiée de Kralchevsky qui devient en faisant apparaître le nombre de Bond modifié :  $r_c \sim R Bo_p^{1/2}$ . Le coefficient de frottement en régime de Reynolds s'écrit donc :

$$f \sim \left(\frac{R}{h}\right)^3 Bo_p^2$$

On en déduit qu'en régime de Reynolds, le coefficient de frottement est une fonction croissante de  $Bo_p$ . Il semble que le régime de Reynolds proprement dit ne soit atteint que pour la plus grande valeur de  $\lambda$ . Pour les autres valeurs, seul le régime de transition qui précède le régime de Reynolds est visible. Enfin, il semble que dans le régime de transition, les variations du coefficient de frottement en fonction de l'écart à l'équilibre dynamique soient indépendante de  $\beta$  et de  $Bo_p$ . Ceci nous semble cohérent avec les résultats de de Villeneuve *et al.* <sup>(39)</sup> présentés dans le premier chapitre qui montrent que jusque très près de l'interface, le coefficient de frottement

est bien décrit par le modèle théorique de Brenner, Maude et Bart (où le coefficient de frottement ne dépend que de  $h/R$  et de  $\lambda$ ) sous réserve de remplacer la distance de séparation adimensionnée entre la particule et l'interface indéformable par la distance instantanée adimensionnée entre la particule et l'interface déformée. Ceci suggère que le modèle de Brenner, Maude et Bart est robuste vis-à-vis de la déformation de l'interface.



## CONCLUSION GENERALE

L'objectif de ce travail était d'étudier les interactions hydrodynamiques subies par une inclusion à l'approche de l'interface acier liquide/laitier par le biais de systèmes modèles mis en œuvre dans une maquette froide transparente.

Dans le chapitre I, nous avons tout d'abord présenté les forces subies par une particule en suspension dans un liquide. Puis, nous avons identifié les forces prédominantes subies par une inclusion qui sédimente vers l'interface métal liquide/laitier. Dans le cas d'une inclusion de rayon  $R \approx 10\mu\text{m}$ , les forces prédominantes sont le poids, la poussée d'Archimède et la force de traînée visqueuse stationnaire. Les effets inertiels sont négligeables. En outre, à l'échelle de l'inclusion, l'écoulement du métal est en régime de Stokes.

Lorsque la particule s'approche de l'interface, elle interagit hydrodynamiquement avec elle : ces interactions sont prises en compte en introduisant dans l'expression de la force de traînée de Stokes le coefficient de frottement  $f$ . Ce coefficient est une fonction décroissante de la distance qui sépare la particule de l'interface. Dans le cas d'une particule sédimentant en régime de Stokes vers une interface horizontale, ce coefficient peut être déduit de la mesure de la vitesse instantanée,  $V$ , de la particule sachant que  $V = f V_\infty$  où  $V_\infty$  est la vitesse de sédimentation de Stokes.  $V_\infty$  peut être mesurée en suivant le mouvement de la particule quand elle sédimente vers une paroi solide horizontale. Dans ce cas, le rapport de la vitesse instantanée à la vitesse de Stokes,  $V/V_\infty$ , tend asymptotiquement vers  $h/R$  dans la limite où l'épaisseur  $h$  de liquide qui sépare la particule de la paroi tend vers 0.

L'analyse dimensionnelle basée sur les équations de Navier-Stokes et les conditions aux interfaces liquide/fluide et liquide/solide, nous a permis d'établir que la sédimentation d'une particule vers une interface liquide/fluide est contrôlée, en régime de Stokes, par le nombre de Bond modifié  $Bo_p$ , par le rapport de différence de densité  $\beta$  et par le rapport de viscosité  $\lambda$ . Le coefficient de frottement est donc une fonction de la distance réduite  $d/R$  et des nombres  $Bo_p$ ,  $\beta$  et  $\lambda$ .

Les démarches expérimentales ont été organisées de telle sorte que l'on puisse faire varier séparément chacun des nombres  $Bo_p$ ,  $\beta$  et  $\lambda$  afin d'étudier leurs éventuels effets sur les variations du coefficient de frottement en fonction de la distance réduite.  $Bo_p$  varie entre 0,17 et 6,7,  $\beta$  entre 0,37 et 0,72,  $\lambda$  entre  $10^{-5}$  et 100.

La présentation des méthodes expérimentales a fait l'objet du chapitre II. Deux montages expérimentaux ont été utilisés. Le principe est à chaque fois de suivre le mouvement de translation d'une particule sphérique sous l'effet de la seule gravité, perpendiculairement à une interface liquide/fluide initialement plane.

Le premier montage, désigné par dispositif photographique dans ce mémoire, est un outil expérimental conçu et développé dans le cadre de cette thèse. Son principe consiste à filmer à l'aide d'une caméra rapide et d'un objectif Macro, le mouvement de particules sphériques de différentes tailles, en polyamide ou en polystyrène, au voisinage d'une interface glycérine/huile de silicone. La viscosité de l'huile de silicone est variée ainsi que la tension interfaciale glycérine/huile de silicone (par l'ajout d'un tensioactif, le SLES). Les images obtenues permettent de déduire la variation de la vitesse en fonction de la distance particule-interface. La position de l'interface est mesurée à l'aide d'une pointe lestée avec une précision de l'ordre de  $80 \mu m$  et la position du centre de la sphère est mesurée par analyse d'image par le logiciel Matlab avec une précision de l'ordre de  $10 \mu m$ . Le montage photographique et le protocole expérimental associé sont inédits et constituent la principale originalité de ce travail.

Le deuxième montage est un moyen supplémentaire qui a été exploité au laboratoire de Physique et Mécanique des Milieux Hétérogènes de l'ESPCI<sup>1</sup>. La technique employée consiste à insérer une particule d'acier dont on fait varier la taille, dans un système interférométrique de telle sorte que son déplacement change l'état d'interférence observé. Les particules se déplacent dans de l'huile de silicone très visqueuse qui surmonte une phase de mercure. Un viseur optique permet de transformer le signal lumineux mesuré sur la figure d'interférence obtenue en un signal électrique périodique dont la fréquence varie proportionnellement à la vitesse instantanée de la particule. Le déplacement des sphères est mesuré avec une précision inférieure à la longueur d'onde du laser ( $0,63 \mu m$ ). Cependant, la position de l'interface n'est pas mesurée directement.

---

<sup>1</sup> Ecole Supérieure de Physique et de Chimie Industrielles



Nous l'avons déduite par deux approches différentes : la première est basée sur l'ajustement de la courbe théorique de Bart (pour une interface indéformable) sur une portion de la courbe expérimentale, la seconde repose sur la mesure directe de la position d'équilibre dynamique à l'aide du même protocole utilisé pour le montage photographique (qui permet d'en déduire la position de l'interface non déformée dans le montage interférométrique connaissant la position finale de la particule dans ce même montage).

Les résultats expérimentaux obtenus avec chaque dispositif puis leur analyse ont fait l'objet des chapitres III et IV.

Il apparaît que le mouvement des particules dans les deux dispositifs passe par une étape d'accélération jusqu'à atteindre une vitesse maximale  $V_{max}$  dont la valeur dépend de la taille et de la nature de la particule. Il s'agit d'une valeur inférieure à la vitesse de sédimentation de Stokes à cause de l'effet des parois du récipient. La vitesse maximale est d'autant diminuée par la présence des parois que le rapport  $R_c/R$  est faible ( $R_c$  est le rayon du récipient). Le mouvement est ensuite ralenti sous l'effet des interactions hydrodynamiques entre la particule et l'interface liquide/liquide.

Deux régions peuvent être distinguées lors de l'approche de l'interface. Lorsque  $d/R \gtrsim 2$ , la déformation de l'interface sous l'effet de la pression visqueuse est faible. Lorsque  $d/R \lesssim 2$ , la déformation de l'interface peut être significative : cette région est associée à la relaxation de la particule vers sa position d'équilibre dynamique  $d_0$ . D'après Hartland, cette position correspond à l'équilibre métastable entre le poids de la bille, la poussée d'Archimède et la force associée à la surpression dans le film supposé d'épaisseur négligeable qui sépare la bille de l'interface déformée. Elle ne dépend que des paramètres  $Bo$  (nombre de Bond basé sur la différence de densité  $(\rho_2 - \rho_1)$ ) et  $\beta$  : la bille s'enfonce d'autant plus profondément dans l'interface que  $Bo$  et  $\beta$  sont élevés. Dans le domaine de validité de l'approximation de Ferguson (utilisée pour décrire le ménisque à la périphérie de la bille), les positions d'équilibre mesurées sont en très bon accord avec le modèle théorique de Hartland : c'est le cas des billes d'acier à l'interface huile de silicone/mercure.

Lorsque  $d/R \gtrsim 2$ , les interactions hydrodynamiques avec les parois latérales peuvent être du même ordre de grandeur que les interactions avec l'interface liquide/liquide. Afin de s'affranchir autant que faire se peut de l'effet des parois latérales, les vitesses instantanées mesurées ont été

adimensionnées par la vitesse mesurée dans le même essai à une distance fixée de l'interface indéformée. La distance choisie est celle pour laquelle les particules commencent à être significativement affectées (ralentissement) par la présence de l'interface liquide/liquide. Il apparaît que les variations du coefficient de frottement réduit en fonction de la distance  $d$  à l'interface non déformée sont en bon accord avec le modèle théorique de Bart pour une interface indéformable. Le coefficient de frottement dépend essentiellement du rapport de viscosité et faiblement de  $\beta$  et  $Bo_p$  :  $f$  est une fonction croissante de  $\lambda$  et une fonction décroissante de  $\beta$  et  $Bo_p$  en accord avec les prédictions théoriques de Leal *et al.*

Dans le domaine  $d/R \lesssim 2$ , la distance pertinente qui entre en jeu dans les interactions hydrodynamiques particule/interface n'est plus la distance  $d$  mais l'épaisseur  $h$  du film liquide séparant la sphère de l'interface déformée. N'ayant pas accès à l'épaisseur du film (ou à la position instantanée de l'interface déformée), nous avons choisi d'étudier les variations du coefficient de frottement (au voisinage de l'interface) en fonction de l'écart à la position d'équilibre dynamique,  $(d - d_0)/R$ .

Nous avons constaté une différence de comportement près de l'interface entre la bille caractérisée par la plus petite valeur de nombre de Bond modifié ( $Bo_p = 0,17$ ) et les autres. Ainsi, pour  $Bo_p = 0,17$ , on n'observe pas d'inflexion de la courbe  $1/f$  versus  $(d - d_0)/R$  quel que soit le rapport de viscosité et la pente estimée près de l'origine augmente lorsque  $\lambda$  diminue. En revanche, pour les valeurs supérieures de  $Bo_p$ , il existe une valeur de rapport de viscosité au-delà de laquelle, une inflexion est nettement visible. Dans ce cas, la courbe semble présenter une tangente horizontale à l'origine. L'inflexion apparaît d'autant plus tôt lors de la relaxation vers l'équilibre que le rapport de viscosité est élevé.

L'interprétation proposée est la suivante. Lorsque  $Bo_p \ll 1$ , la déformation reste faible et la relaxation s'effectue en régime de Taylor (pour des valeurs de  $h$  suffisamment petites). Dans ce cas, l'inverse du coefficient de frottement varie théoriquement comme  $1/f \sim h/R$  où le coefficient de proportionnalité décroît de 4 à 1 lorsque  $\lambda$  varie de  $\lambda = 0$  à  $\lambda = \infty$ . Notons que le régime de Taylor est *a priori* lui-même suivi par le régime de Reynolds si on se réfère au scénario proposé par Ivanov *et al.* pour décrire la coalescence des gouttes d'émulsion : les pressions visqueuses atteintes dans le régime de Taylor permettent de vaincre la surpression de Laplace nécessaire à la transition vers le régime de Reynolds.

Lorsque  $Bo_p \gtrsim 1$ , l'interface se déforme significativement (avant même que  $h/R \ll 1$ ) sous l'effet de la pression visqueuse pour atteindre localement la courbure de la bille : dans ce cas, le drainage du film s'effectue en régime de Reynolds où  $1/f \sim (h/R)^3$  et le coefficient de proportionnalité est une fonction décroissante de  $\lambda$ ,  $Bo_p$  et  $\beta$ . Le point d'inflexion de la courbe  $1/f$  versus  $(d - d_0)/R$  se situe dans le régime de transition entre le régime où la déformation de l'interface est négligeable et le régime de Reynolds.

Les expériences montrent que dans le régime de transition, le coefficient de frottement ne dépend que de l'écart à la position d'équilibre et du rapport de viscosité. Les effets de  $Bo_p$  et de  $\beta$  sont faibles voire non significatifs. Ceci semble cohérent avec les résultats de Aarts *et al.* qui montrent que jusque très près de l'interface, le coefficient de frottement est bien décrit par le modèle théorique de Bart sous réserve de remplacer la distance de séparation adimensionnée entre la particule et l'interface indéformable par la distance instantanée adimensionnée entre la particule et l'interface déformée.

En revanche, dans le domaine que nous identifions au régime de Reynolds proprement dit (dans les essais où il est visible, c'est-à-dire pour les plus grandes valeurs de  $\lambda$ ), le coefficient de frottement dépend non seulement de  $\lambda$  mais également de  $Bo_p$  et de  $\beta$  :  $f$  est une fonction croissante de  $\lambda$ ,  $Bo_p$  et  $\beta$ , en accord avec les prédictions du modèle de drainage de Reynolds et Hartland.

Dans le contexte industriel qui nous intéresse, l'interface métal/laitier se caractérise par un rapport de viscosité élevé ( $\lambda \simeq 100$ ), ce qui favorise à première vue l'existence d'un domaine où le mouvement de l'inclusion se fait en régime de Reynolds. Cependant, les inclusions ayant un nombre de Bond très faible ( $Bo_p \sim 10^{-5}$ ), nous pouvons conclure que le temps de drainage est lié principalement au régime de Taylor. Nous avons estimé ce temps de drainage à 0,5 s.

Concernant la position d'équilibre dynamique des inclusions d'oxyde à l'interface acier liquide/laitier, le modèle de Hartland dans l'approximation de Derjaguin nous permet de prévoir une position  $d_0/R$  très proche de 1. Ceci signifie que tant que le film de métal liquide (séparant l'inclusion du laitier) n'est pas rompu, la pénétration de l'inclusion reste négligeable. Ceci augmente le risque de son réentrainement sous l'effet des bouffées turbulentes du métal liquide au voisinage de l'interface.

Cependant, la nature chimique des inclusions étant proche de celle du laitier, la résultante des forces de Van der Waals est attractive. Les forces répulsives de double couche étant très

écrantées dans le métal liquide, nous pouvons conclure que les forces de surfaces favorisent la rupture du film et la capture des inclusions, dès que l'épaisseur du film devient de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres.



## PERSPECTIVES

Nous présentons dans ce qui suit, diverses perspectives de recherche permettant de compléter les travaux réalisés dans cette étude ou d'envisager de nouvelles voies afin d'améliorer la compréhension des interactions hydrodynamique particule/interface.

### *Optimisation du montage photographique*

Afin de limiter l'effet des parois latérales (et nous rapprocher du milieu infini ou semi-infini), nous avons conçu le montage photographique tel que la contrainte que le rapport du rayon du récipient au rayon des billes vérifie  $R_c/R \gg 1$ . Cependant, pour les plus petites billes, les résultats expérimentaux obtenus étaient souvent affectés par des phénomènes parasites tels que la convection naturelle et les mouvements résiduels du fluide liés à l'introduction des billes. Ceci nous conduit à recommander d'utiliser un système plus confiné (plus proche des dimensions du montage interférométrique) et tirer au contraire parti des parois pour amortir ou bloquer les mouvements de convection parasites.

### *Mesure de la position instantanée de l'interface ou de l'épaisseur du film*

Nous avons vu que près de l'interface, la dynamique de la particule est contrôlée par l'épaisseur du film liquide qui la sépare de l'interface. Il apparaît donc essentiel pour la suite de mesurer la position instantanée de l'interface en plus de celle de la bille ou bien de mesurer directement l'épaisseur du film.

Dans le cas du montage photographique, nous pourrions immerger une fibre optique afin de suivre le mouvement de l'interface (en s'affranchissant en particulier de la présence du ménisque sur les bords du récipient) indépendamment du mouvement de la bille qui nous pourrions suivre avec les moyens déjà utilisés dans le cadre de ce travail.

Dans le cas du montage interférométrique, il est possible de mesurer directement l'épaisseur du film sous réserve de trouver deux liquides transparents avec des indices de réfraction

suffisamment différents. Le principe serait d'obtenir une interférence entre la partie réfléchiée par la particule et la partie réfléchiée par l'interface. Le schéma de la Figure P.1 présente le dispositif qui pourrait être utilisé pour cette méthode. La différence de marche entre les deux faisceaux réfléchis est égale à la distance  $h$  séparant la surface de la sphère et l'interface liquide/fluide multipliée par l'indice de réfraction du liquide de la phase légère.

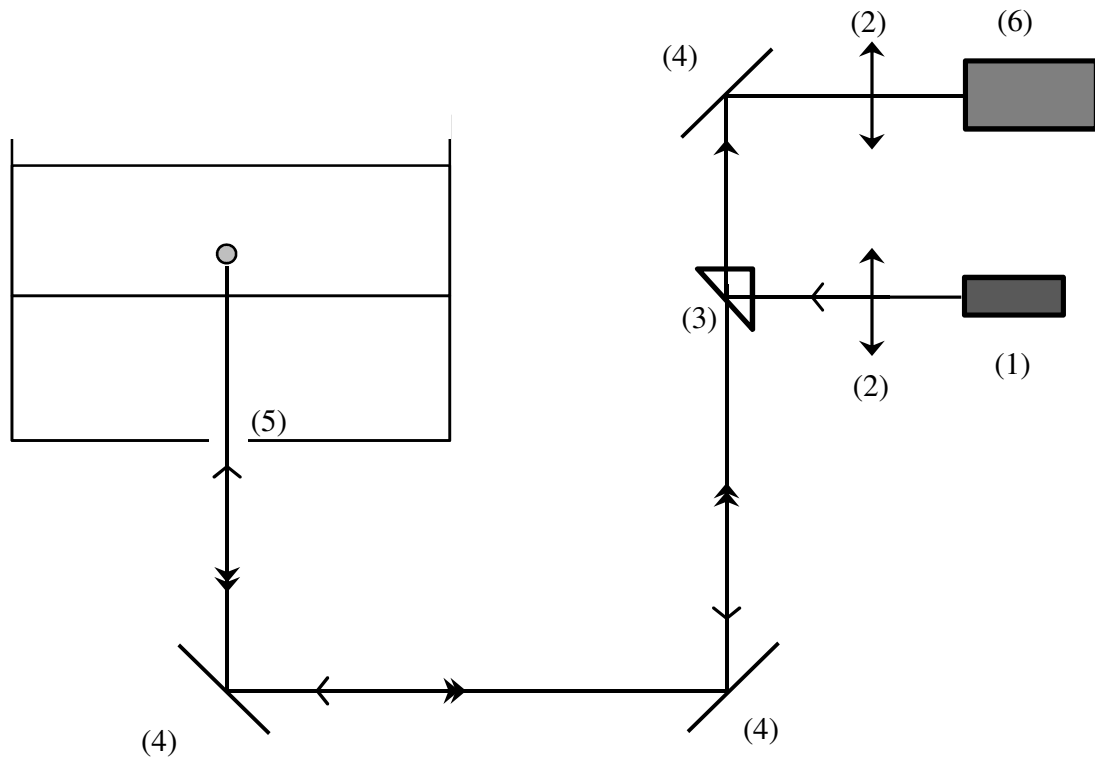


Figure P.1 : Suggestion d'un montage permettant d'utiliser la technique interférométrique pour suivre simultanément le mouvement de la sphère et celui de l'interface.

1. Source monochromatique
2. Lentilles
3. Bloc de séparation
4. Miroirs
5. Fenêtre optique
6. Acquisition et transformation du signal

### *Effet de l'inertie :*

Nous nous sommes intéressés dans ce travail à la sédimentation d'une particule en régime de Stokes avec la condition  $\beta < 1$  (densité de la sphère intermédiaire entre celles des deux fluides). L'approche de l'interface dans cette situation passe par une étape de ralentissement suivie par une étape de drainage. Il serait intéressant d'étudier le cas où la particule s'approche de l'interface avec une inertie non négligeable, tout en restant dans la condition  $\beta < 1$ . L'inertie pourrait donner lieu à une oscillation de la sphère au niveau de l'interface, avant son immobilisation, ou à un franchissement de l'interface en mode de « tailing ». Ce franchissement serait suivi par un retour de la sphère au niveau de l'interface, sous l'effet de son poids et de la poussée d'Archimède. Cela suppose de concevoir un dispositif immergé permettant de projeter la bille.

### *Etude dans le cas $\beta > 1$*

Le mode de tailing a fait l'objet de quelques études, parfois en régime de Stokes, plus souvent en régime inertiel : ces études ont été rapportées dans la bibliographie du chapitre I. Cependant, la transition proprement dite entre le mode de drainage et le mode de tailing (pour une particule qui sédimente en régime de Stokes) a été peu examinée d'un point de vue expérimental. En particulier, on ne connaît pas précisément les conditions sur les nombres adimensionnels permettant d'obtenir l'un ou l'autre des deux régimes.

### *Démouillage :*

Nous avons étudié dans cette thèse les deux premières étapes de la capture d'une particule par une interface liquide/fluide : le ralentissement du mouvement relatif de la particule sous l'effet des interactions hydrodynamiques particule/interface et le drainage du film liquide qui sépare la particule de l'interface. La troisième étape est la rupture du film sous l'action des forces de surface et la capture proprement dite de la particule. Nous avons constaté expérimentalement la rupture du film suite à un drainage relativement long pour les particules de polystyrène. En effet, après une durée de quelques dizaines de minutes pendant lesquelles elles sont immobiles, les particules de type PS6 franchissent l'interface et se stabilisent dans une nouvelle position



d'équilibre (voir Figure P.2). Tandis que pour les particules de polyamide, ce franchissement n'a jamais été observé, même après plusieurs jours.

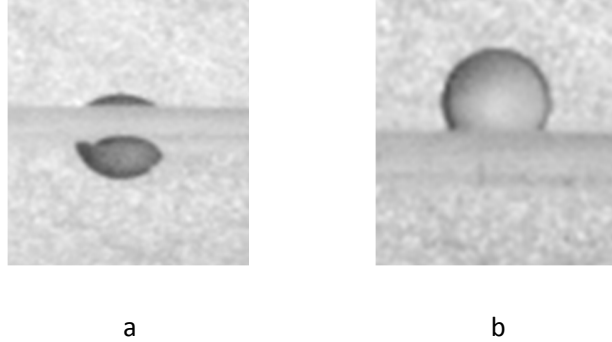


Figure P.2 : Bille de polystyrène (de type PS6) en équilibre à l'interface : a) avant rupture du film : équilibre dynamique b) après rupture du film : équilibre statique.

Il serait intéressant d'étudier plus précisément la rupture et le démouillage du film sur la sphère en contrôlant l'état de surface des billes et les forces de surface bille/liquide 1/ liquide 2 (force de Van der Waals et force de double couche).



## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. **Olette, M., Gatellier, C., Lamarque, G., Ruby-Meyer, F.** Métallurgie secondaire. *Techniques de l'Ingénieur Aciéries : traitement et procédés*. 2008, m7750.
2. **Bellot, J-P.,** *Rapport final*. Projet CIREM. 2012.
3. **Nguyen, A. V., Evans, G. E.** Movement of fine particles on an air bubble surface studied using high-speed video microscopy. *J. Colloid. Int. Sci.* 2004, 273, pp. 271-277.
4. **Nguyen, A. V.,** New method and equations for determining attachment tenacity and particle size limit in flotation. *Int. J. Miner. Process.* 2003, 68, pp. 167– 182.
5. **Nguyen, A. V., Schulze, H. J., Stechemesser, H., Zobel, G.** Contact time during impact of a spherical particle against a plane gas-liquid interface: theory. *Int. J. Miner. Process.* 1997, Vol. 50, pp. 97-111.
6. **Strandh, J., Nakajima, K., Erikson, R., Jonsson, P.** Solid inclusion transfer at a steel-slag interface with focus on tundish conditions. *ISIJ International*. 2005, Vol. 45, 11, pp. 1597-1606.
7. **Hassal, G., Mills, K.** *Fundamental studies related to the mechanisms of inclusion removal from steel*. s.l. : Office for Official Publications of The European Community, 1998. 198.
8. **Valdez, M., Shannon, G.S., Sridhar, S.** The ability of slags to absorb solid oxide inclusions. *ISIJ International*. 2005, Vol. 46, 3, pp. 450-457.
9. **Kralshevsky, P. A., Nagayama, K.** *Particles at Fluid Interfaces and Membranes*. s.l. : Elsevier Science, 2001.
10. **Ivanov, I. B., Danov, K. D., Kralshevsky, P. A.** Flocculation and coalescence of micron-size emulsion droplets. *Colloids and Surfaces A*. 1999, Vol. 152, pp. 161-182.
11. **Nguyen, A. V., Evans, G. M., Schulze, H. G.** Prediction of Van der Waals interaction in bubble-particle attachment in flotation. *Int. J. Miner. Process.* 2001, Vol. 61, pp. 155–169.
12. **Israelachvili, J.** *Intermolecular and Surface Forces*. s.l. : Academic Press, Elsevier, 1991.
13. **Eichlaub, S., Chan, C., Beaudoin, S. P.** Hamaker constant in integrated circuit metallization. *J. Colloid Interface Sci.* 2002, Vol. 248, pp. 389-397.
14. **Gruy, F.** *Rapport Technique IRSID*. 1997.
15. **Kittel, C.** *Physique de l'état solide*. s.l. : Dunod, 2007.

16. **Bischof, J., Scherer, D., Herminghaus, S., Leiderer, P.** Dewetting modes of thin metallic films : nucleation of holes and Spinodal dewetting. *Phys. Rev. Lett.* 1996, 77, pp. 1536-1539.
17. **Haberman, W.L., Sayre, R.M.,** U.S. Navy Department. 1958. David Taylor Model Basin Report No. 1143.
18. **Goldmann, A.J.** New York University. 1966. Thèse de doctorat.
19. **Chaoui, M., Feuillebois, F.** Creeping Flow around a Sphere in a Shear Flow Close to a Wall. *Q. J. Mechanics Appl. Math.* 2003, Vol. 3, 56, pp. 381-410.
20. **Faxen, H., Dahl, H.** *Astron. Phys.* 1925, Vol. 19A, 13.
21. **Elimelech, M., Gregory, J., Jia, X., Williams, R. A.,** *Particle Deposition and Aggregation. Measurement, Modelling and Simulation.* s.l. : Butterworth Heinmann, 1995.
22. **Happel, J., Brenner, H.** *Low Reynolds number hydrodynamics.* s.l. : Kluwer Academic Publishers, 1983.
23. **Clift, R., Grace, J. R., Weber, M. E.** *Bubbles, Drops and Particles.* s.l. : Dover Publications, INC., 1978.
24. **Bohlin, T.,** *On the drag on rigid spheres moving in a viscous liquid inside cylindrical tubes.* 155, Stockholm : s.n., 1960, Trans. Roy. Inst. Technol., Vol. 167, p. 146.
25. **Brenner, H.** The slow motion of a sphere through a viscous fluid towards a plane surface. *Chem. Eng. Sci.* 1961, Vol. 16, pp. 242-251.
26. **Maude, A. D.** End effects in a falling-sphere viscometer. *Brit. J. Appl. Sci.* 1961, Vol. 12, pp. 293-295.
27. **Adamczyk, Z., Adamczyk, M., Van de Ven, T. G. M.** Resistance Coefficient of a Solid Sphere Approaching Plane and Curved Boundaries. *J. Colloid Interface Sci.* 1983, Vol. 96, 1, pp. 204-213.
28. **Lecoq, N.** *Etude des interactions hydrodynamiques particule-parois par interférométrie laser.* Université de Rouen. 1994. Thèse de doctorat.
29. **Lecoq, N., Feuillebois, F., Anthore, N., Anthore, R., Bostel, F., Petipas, C.** Precise measurement of particle-wall hydrodynamic interactions at low Reynolds number using laser interferometry. *Phys. Fluids.* 1993, Vol. 5, 1, pp. 3-12.
30. **Assou, Y., Joyeux, D., Azouni, A., Feuillebois, F.** Mesure par interférométrie laser du mouvement d'une particule proche d'une paroi. *J. Phys.* 1991, III 1, pp. 315-330.
31. **Bouris, D., Bergeles, G.** Investigation of Inclusion Re-Entrainment from the Steel-Slag Interface. *Met. Mat. Trans. B.* 1998, Vol. 29B, pp. 641 - 694.

32. **Bart, E.** The slow unsteady settling of a fluid sphere toward a flat fluid interface. *Chem. Eng. Sci.* 1968, Vol. 23, pp. 193-210.
33. **Lee, S. H. , Chadwick, R. S., Leal, L. G.** Motion of a sphere in the presence of a plane interface. Part 1. An approximate solution by generalization of the method of Lorentz. *J. Fluid Mech.* 1976, Vol. 93, pp. 705-726.
34. **Lorentz, H. A.** A general theory concerning the motion of a viscou fluid. *Abhandl. Theoret. Phys.* 1907, 1, p. 23.
35. **Berdan, C., Leal, L. G.** Motion of a sphere in the presence of a defromable interface. I. Perturbation of the interface from flat : The effect on drag and torque. *J. colloid Int. Sci.* 1982, Vol. 87, 1, pp. 62-80.
36. **Lee, S. H., Leal, L. G.** Motion of a sphere in the presence of deformable interface. II. A numerical study of the translation of a sphere normal to an interface. *J. Colloid Int. Sci.* 1982, Vol. 87, 1, pp. 81-106.
37. **Shannon, G., White, L., Sridhar, S.** Modeling inclusion approach to the steel/slag interface. *Mat. Sci. Eng. A.* 2008, 495, pp. 310-315.
38. **Shannon, G. N.** *Oxide Inclusion Behavior at the Steel/Slag Interface.* Carnegie Institute of Technology. 2007. Thèse.
39. **de Villeneuve, V.W. A. , Aarts, D. G. A. L., Lekkerkerker, H. N. W.** Comparing the approach of a rigid sphere and a deformable droplet towards a deformable fluid surface. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects.* 2006 , Vol. 282–283, pp. 61–67.
40. **Ivanov, I. B.** Effect of surface mobility on the dynamic behavior of thin liquid films. *Pure Appl. Chem.* 1980, 52, p. 1241.
41. **Donners, W.A.B., Vrij, A.** The critical thickness of thin liquid films. *Colloid & Polymer Sci.* 1978, Vol. 256, pp. 804-813.
42. **Basheva, E.S., Gurkov, T.D., Ivanov, I.B., Bantchev, G.B., Campbell, B., Borwankar, R.P.** Size dependence of the stability of emulsion drops pressed against a large interface. *Langmuir.* 1999, 15, pp. 6764-6769.
43. **Hartland, S.** The Approach of a Rigid Sphere to a Deformable Liquid/Liquid Interface. *J. Colloid Interface Sci.* 1967, Vol. 26, 4, pp. 383-394.
44. —. The profile of the draining film between a rigid sphere and a deformable fluid-liquid interface. *Chem. Eng. Sci.* 1969, Vol. 24, pp. 987-995.
45. **Klaseboer, E., Chevaillier, J. Ph., Gourdon, C., Masbernat, O.** Film drainage between colliding drops at constant Approach velocity : Experiment and Modeling. *J. Colloid Interface Sci.* 2000, 229, p. 274.

46. **Maru, H. C., Wasan, T. D., Kintner, R. C.** Behavior of a rigid sphere at a liquid-liquid interface. *Chem. Eng. Sci.* 1971, Vol. 26, pp. 1615-1628.
47. **Dietrich, N., Poncin, S., Li, H.-Z.** Dynamical deformation of a flat liquid/liquid interface. *Exp Fluids*. Vol. 50, 2011, pp. 1293-1303.
48. **Dietrich, Nicolas.** *Etude locale et expérimentale des phénomènes interfaciaux*. Institut National Polytechnique de Lorraine. 2008.
49. **Manga, M., Stone, H. A.** Low Reynolds number motion of bubbles, drops and rigid spheres through fluid-fluid interfaces. *J. Fluid Mech.* 1995, Vol. 287, pp. 279-298.
50. **Manga, M.** *The motion of deformable drops and bubbles at low Reynolds numbers : application to selected problems in geology and geophysics*. Université de Harvard. 1994. Thèse de doctorat.
51. **Pitois, O., Moucheront, P., Weill, C.** Franchissement d'interface et enrobage d'une sphère. *C. R. Acad. Sci. Paris*. 1999, Vol. t. 327, Série II b, pp. 605-611.
52. **de Folter, J.W.J, de Villeneuve, V.W.A, Aarts, D.G.A.L., Lekkerkerker, H.N.W.** Rigid sphere transport through a colloidal gas-liquid interface. *New J. Phy.* 2010, 12.
53. **Larsen, B. M., Sordahl, L. O.** *Met. Soc. Conf.* 1961, Vol. 8, p. 1141.
54. **Hartland, S., Robinson, S. D.** The dynamic equilibrium of a rigid sphere at a deformable liquid-liquid interface. *J. Colloid Int. Sci.* 1971, Vol. 35, 3, pp. 372-378.
55. **Geller, A. S., Lee, S. H., Leal, L. G.** The creeping motion of a spherical particle normal to a defromable interface. *J. Fluid. Mech.* 1986, Vol. 169, pp. 27-69.
56. **Kemiha, M.** *Étude expérimentale des écoulement polyphasiques : phénomènes interfaciaux*. Institut National Polytechnique de Lorraine. 2006.
57. **Manglik, R. M., Wasekar, V., M., Zhang, J.,** Dynamic and equilibrium surface tension of aqueous surfactant and polymeric solutions. *Exp. Therm. Flu. Sci.* 2001, 25, pp. 55-64.
58. **Tennenhaus, M.,** *Statistique : Méthodes pour décrire, expliquer et prévoir*. Dunod, 2007.
59. **Reiter, G., Schwerdtfeger, K.** Characteristics of Entrainment at Liquid Liquid Interfaces Due to Rising Bubbles. *ISIJ Int.* 1992, 32, 50– 56.
60. **Sano, O.,** Mobility of a Small Sphere in a Viscous Fluid Confined in a Rigid Circular Cylinder of Finite Lenght., *J. Phys. Soc. Japan*, 1987, Vol. 56, 8, pp. 2713-2720.

61. **Mongruel, A., Lecoq, N., Wajnryb, E., Cichocki, B., Feuillebois, F.**, Motion of a sphero-cylindrical particle in a viscous fluid in confined geometry, *Eur. J. Mech. Fluids*, 2011, Vol. 30, 4, pp. 405-408.
62. **Ferguson, A.**, On the shape of the capillary surface formed by the external contact of a liquid with a cylinder of large radius. *Philos. Mag.* 1912, Vol. 24, 144, pp. 837-844.
63. **Huh, C., Scriven, L. E.** Shapes of axisymmetric fluid interfaces of unbounded extent. *J. Colloid Int. Sci.* 1969, Vol. 30, 3, pp. 323-337.
64. **Mongruel, A.** [Communication privée].
65. **Sellier, A., Pasol, L.**, Sedimentation of a Solid Particle Immersed in a Fluid Film. *Comp. Model. Eng. Sci.* 2006, Vol. 16, 3, pp. 187-196.





## Annexe I :

### Fonctions incluses dans l'expression de Bart (Équation I.15)

$$X_n = (2n + 1)^2 \sinh^2 \alpha + 4 \cosh^2 \left( n + \frac{1}{2} \right) \alpha$$

$$Y_n = 2 \sinh(2n + 1)\alpha + (2n + 1) \sinh 2\alpha$$

$$V_n = 2 \sinh(2n + 1)\alpha - (2n + 1) \sinh 2\alpha$$

$$T_n = 4 \sinh^2 \left( n + \frac{1}{2} \right) \alpha - (2n + 1)^2 \sinh^2 \alpha$$

## Annexe II :

### Points expérimentaux obtenus par le montage photographique

$\lambda = 0,01$

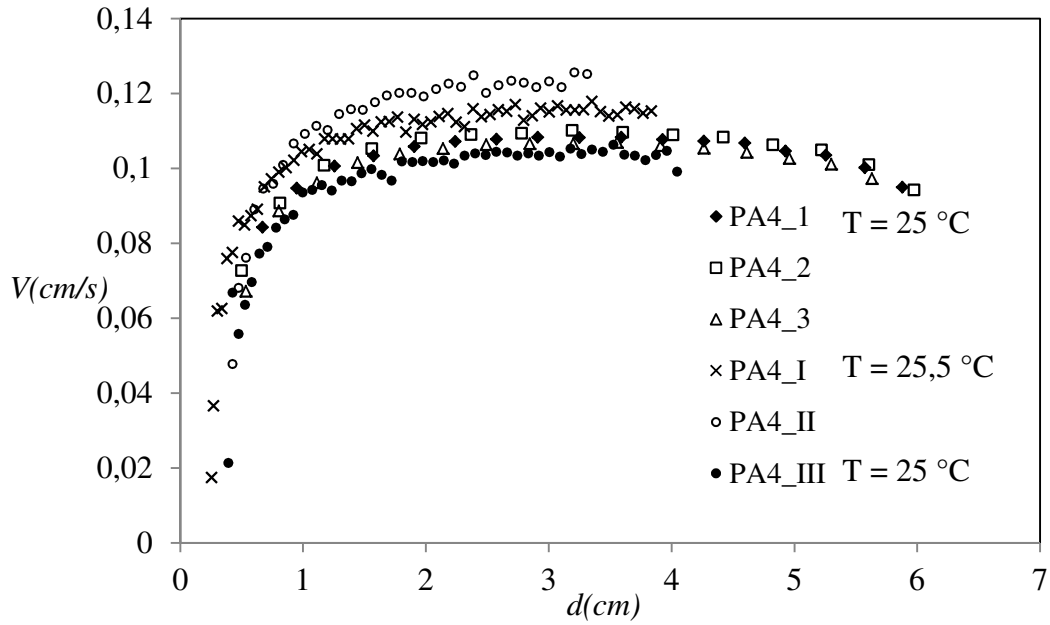


Figure A1.1 : Billes de type PA4,  $\lambda = 0,01$ .

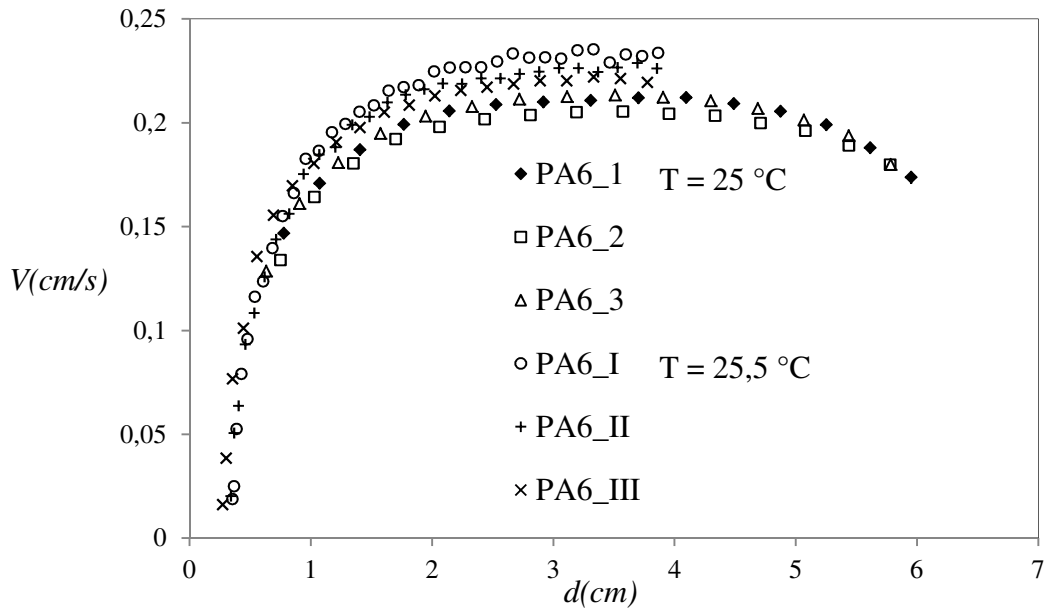


Figure A1.2 : Billes de type PA6,  $\lambda = 0,01$ .

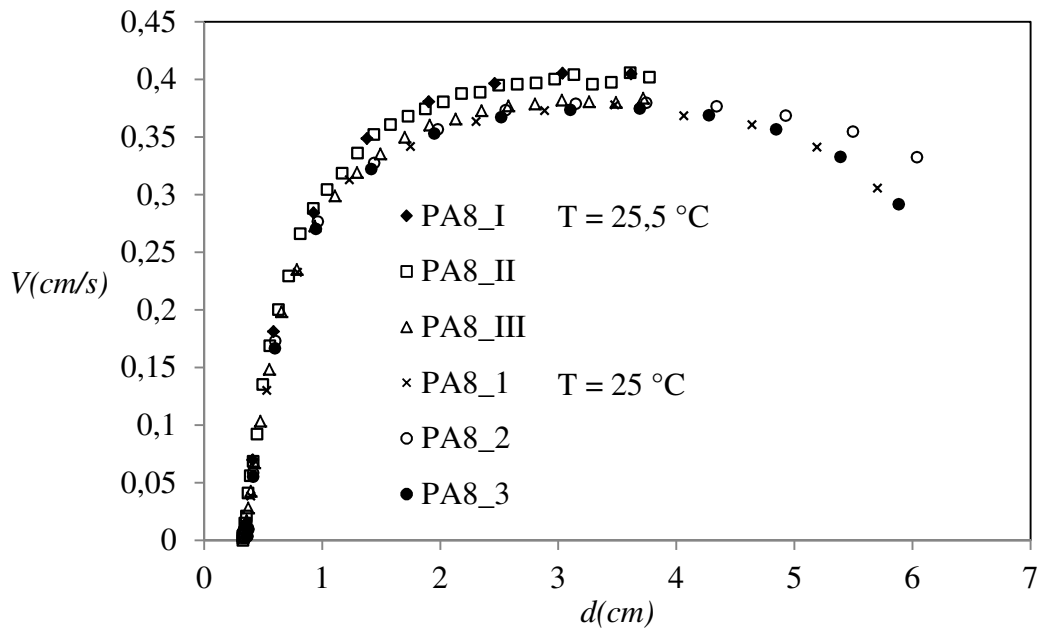


Figure A1.3 : Billes de type PA8,  $\lambda = 0,01$ .

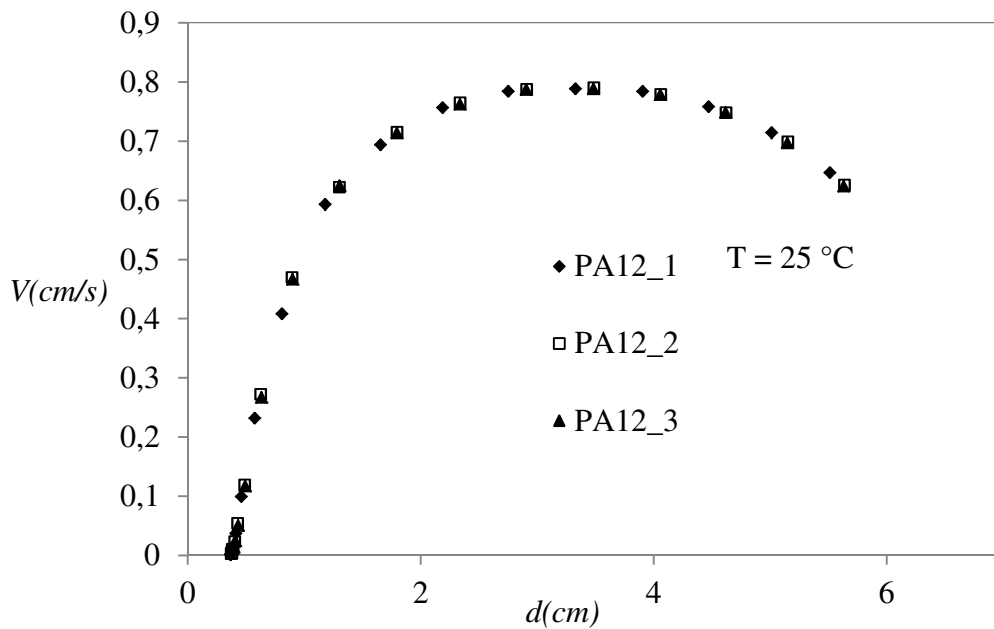


Figure A1.4 : Billes de type PA12,  $\lambda = 0,01$ .

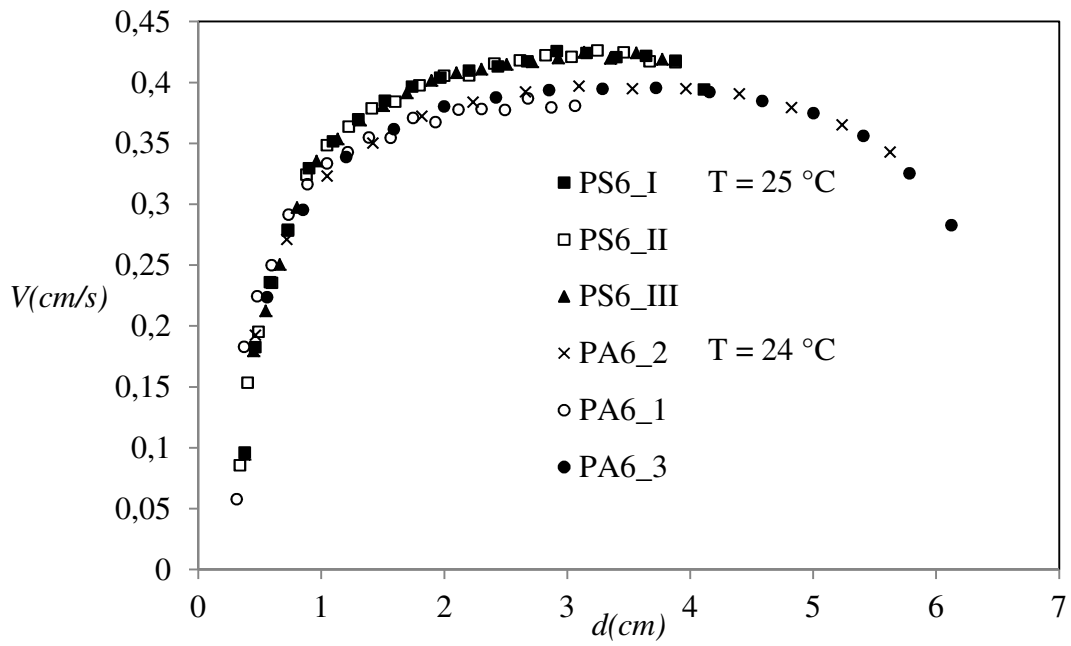


Figure A1.5 : Billes de type PS6,  $\lambda = 0,01$ .

$\lambda = 0,1$

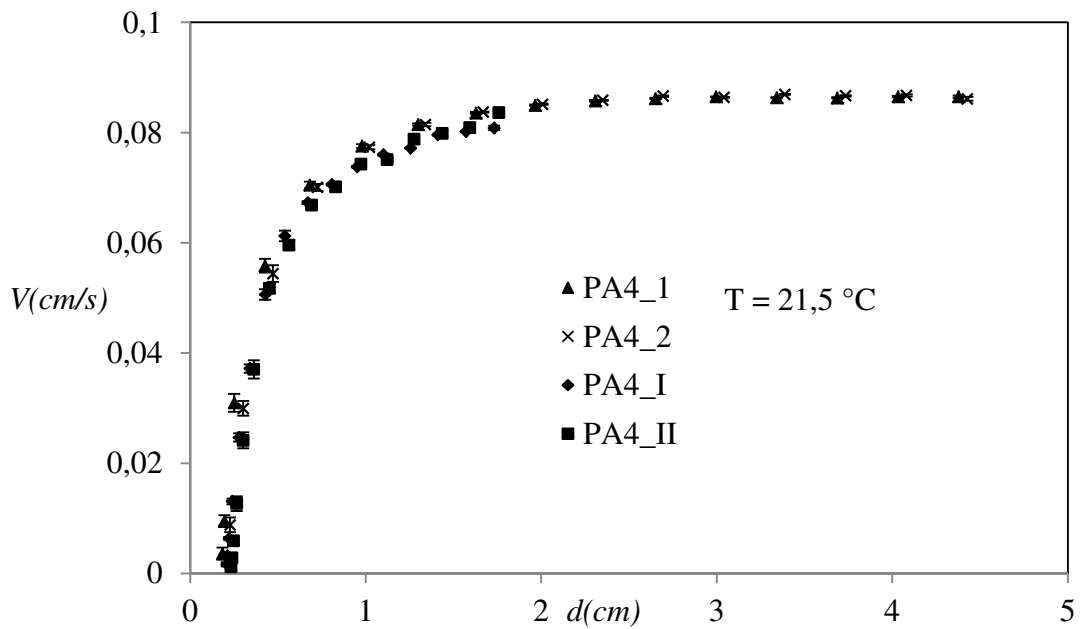


Figure A1.6 : Billes de type PA4,  $\lambda = 0,1$ .

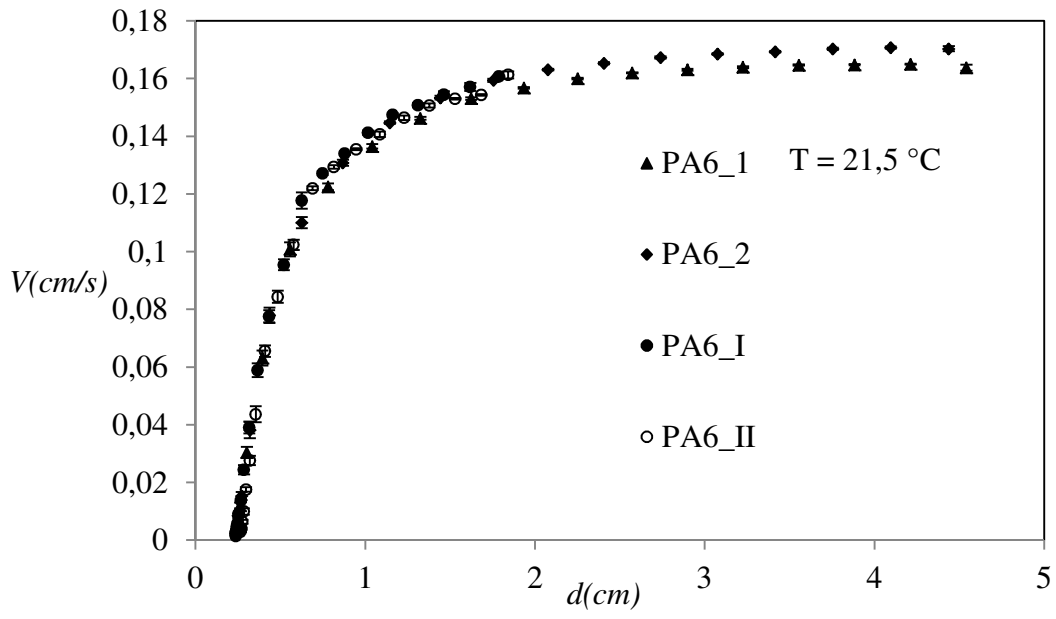


Figure A1.7 : Billes de type PA6,  $\lambda = 0,1$ .

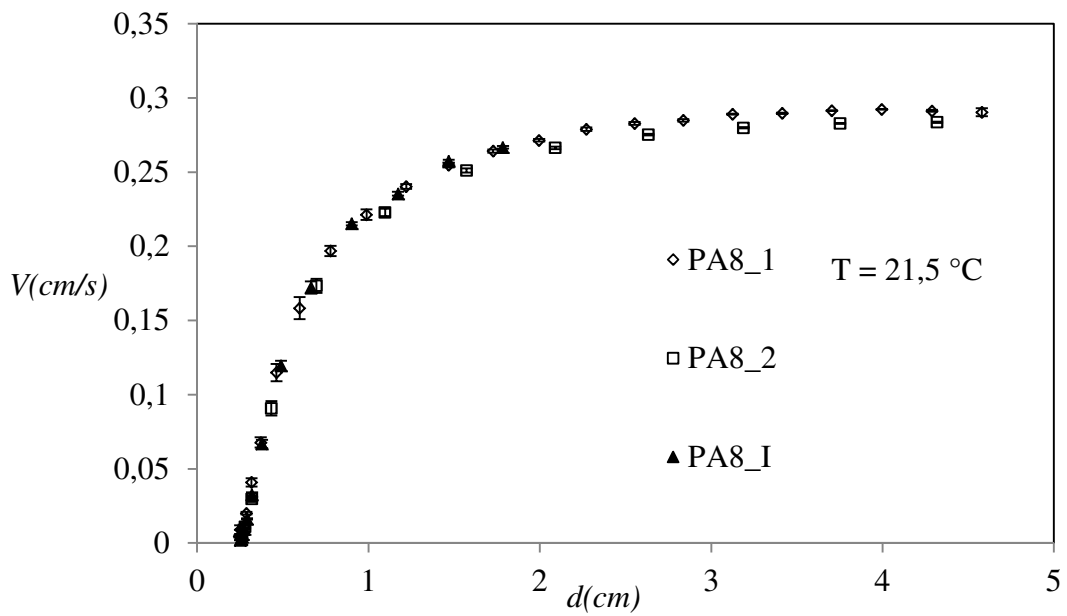


Figure A1.8 : Billes de type PA8,  $\lambda = 0,1$ .

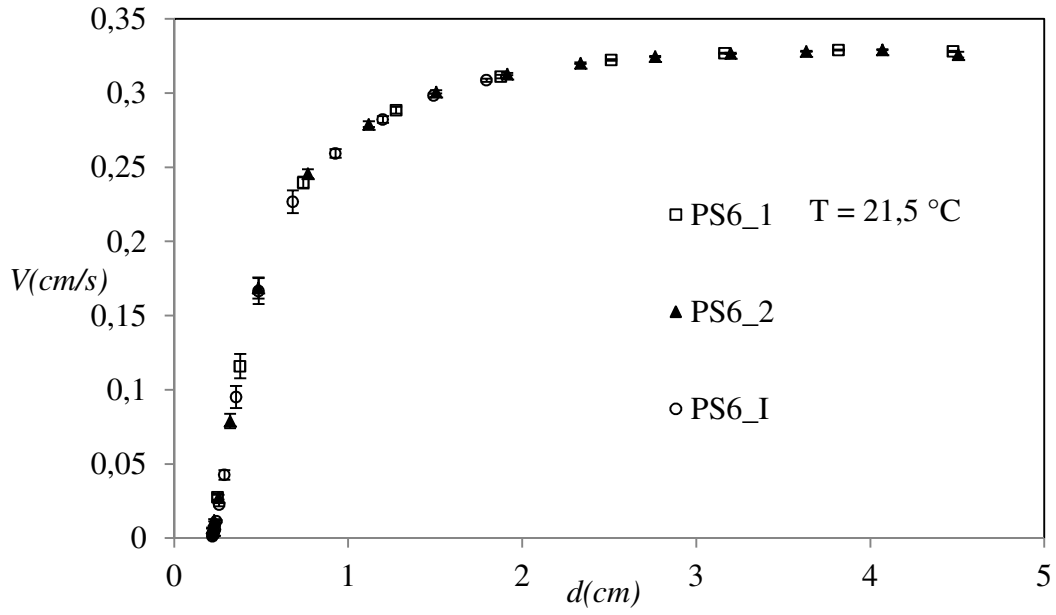


Figure A1.9 : Billes de type PS6,  $\lambda = 0,1$ .

$\lambda = 1$

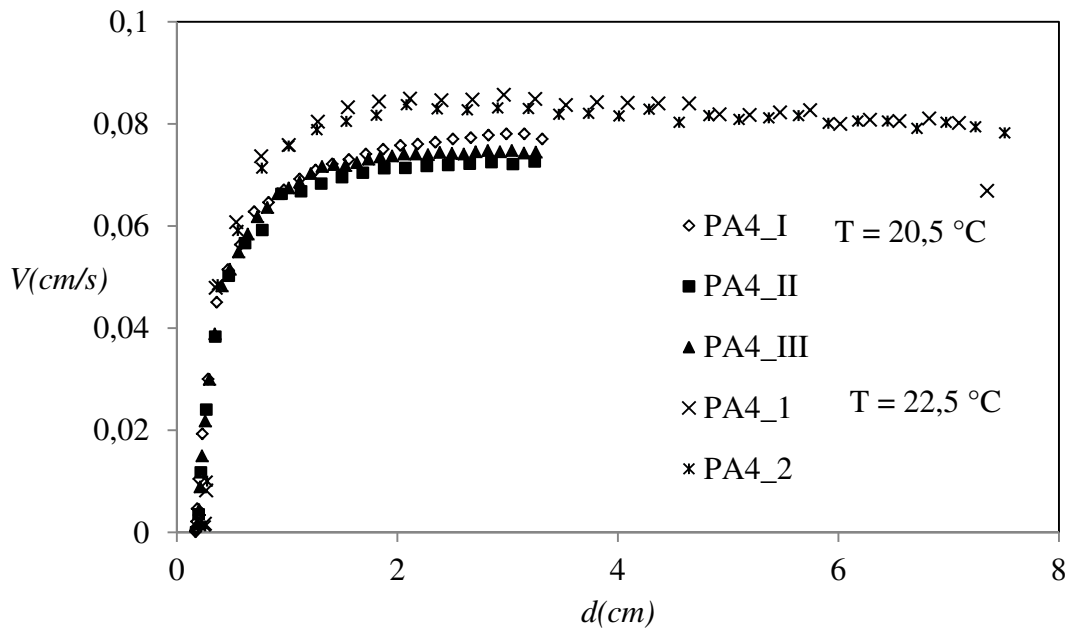


Figure A1.10 : Billes de type PA4,  $\lambda = 1$ .

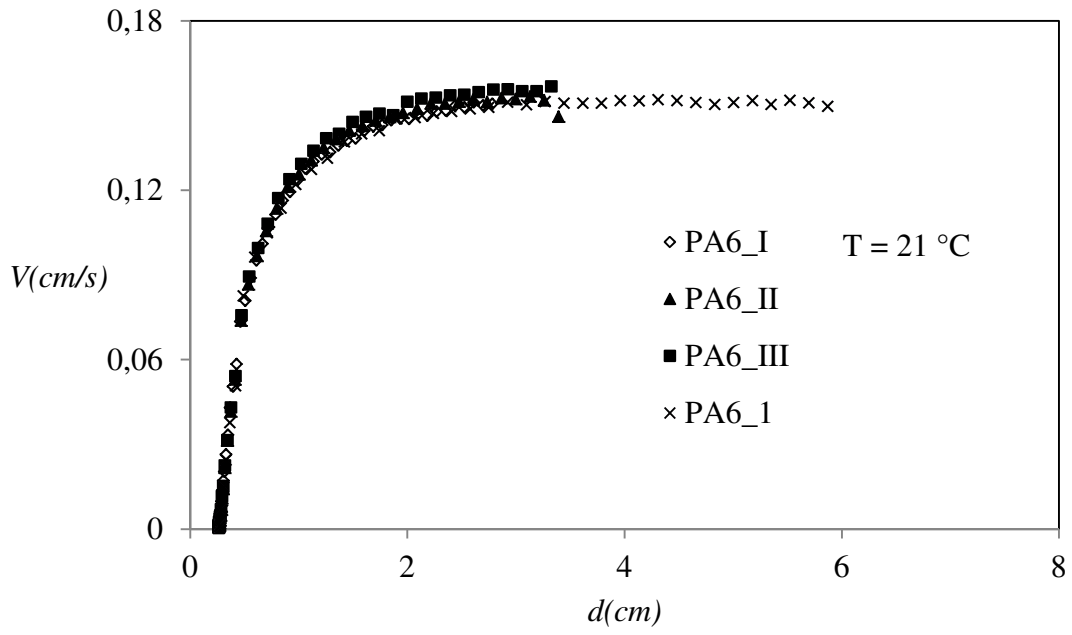


Figure A1.11 : Billes de type PA6,  $\lambda = 1$ .

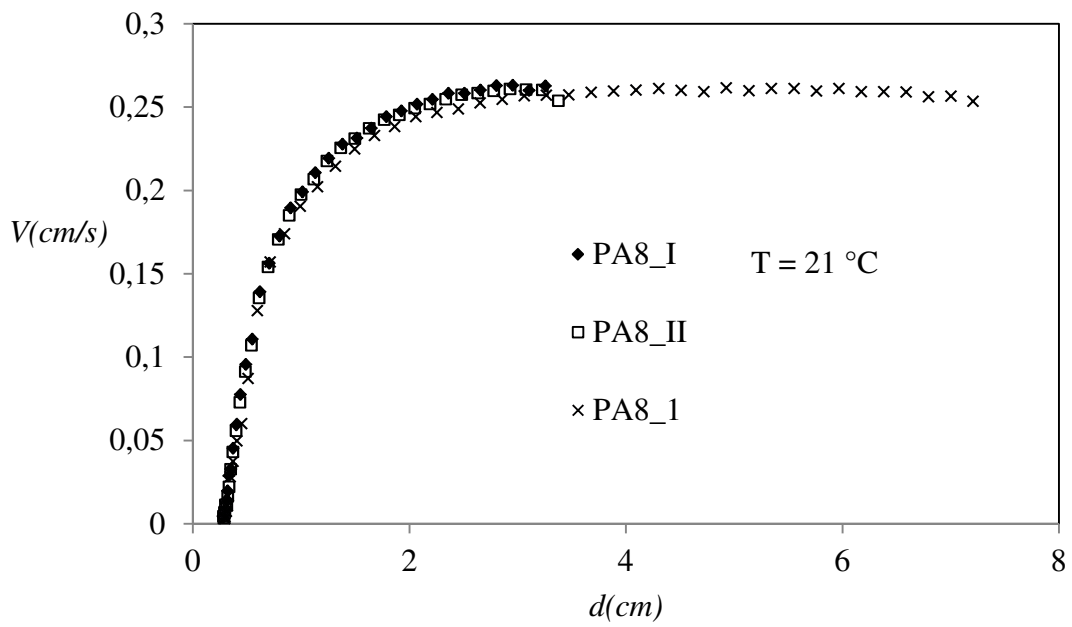


Figure A1.12 : Billes de type PA8,  $\lambda = 1$ .

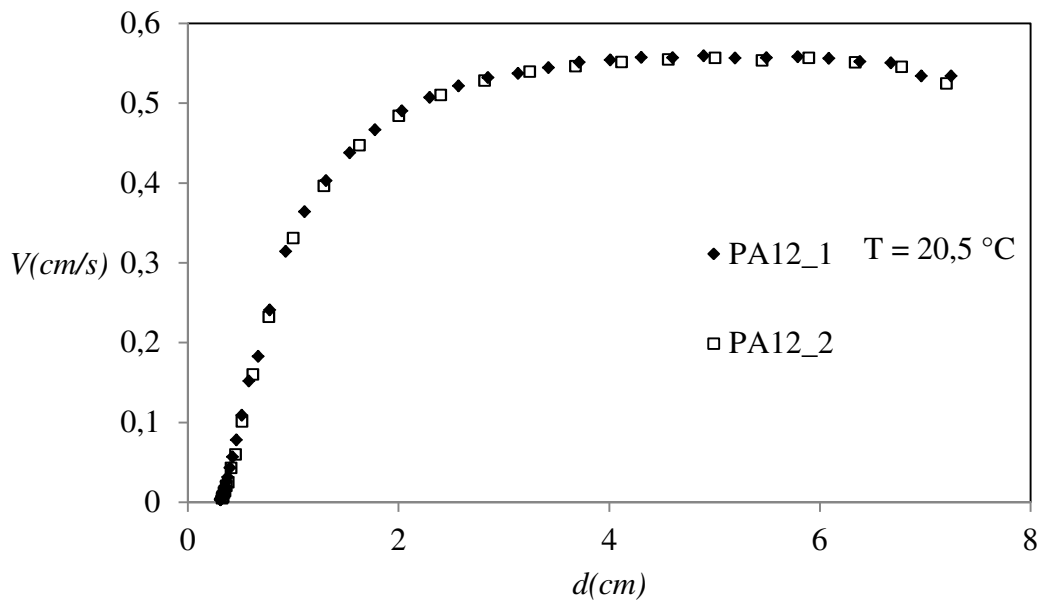


Figure A1.13 : Billes de type PA12,  $\lambda = 1$ .

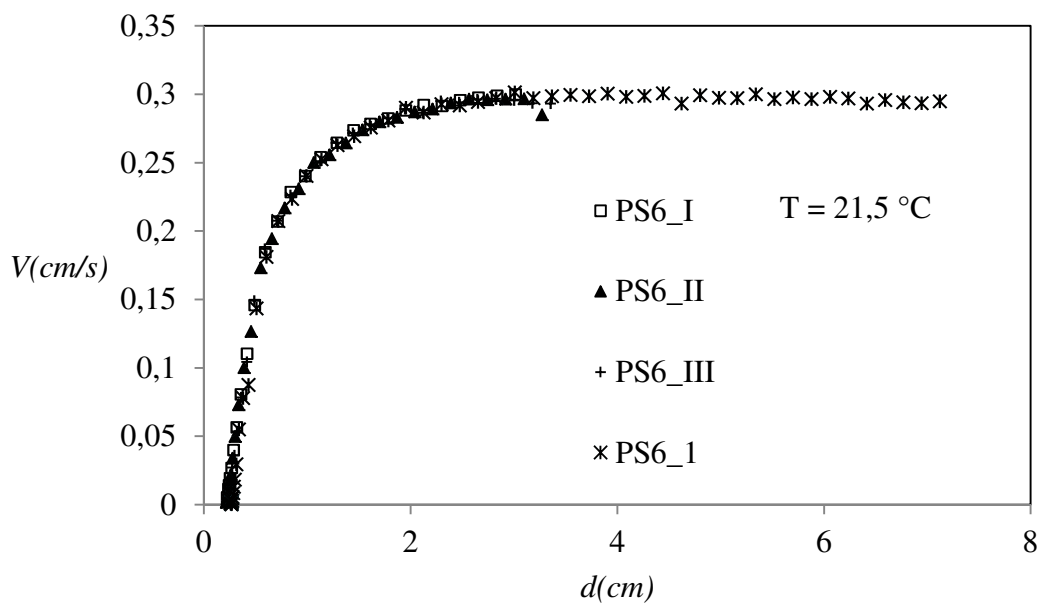


Figure A1.14 : Billes de type PS6,  $\lambda = 1$ .



$\lambda = 10$

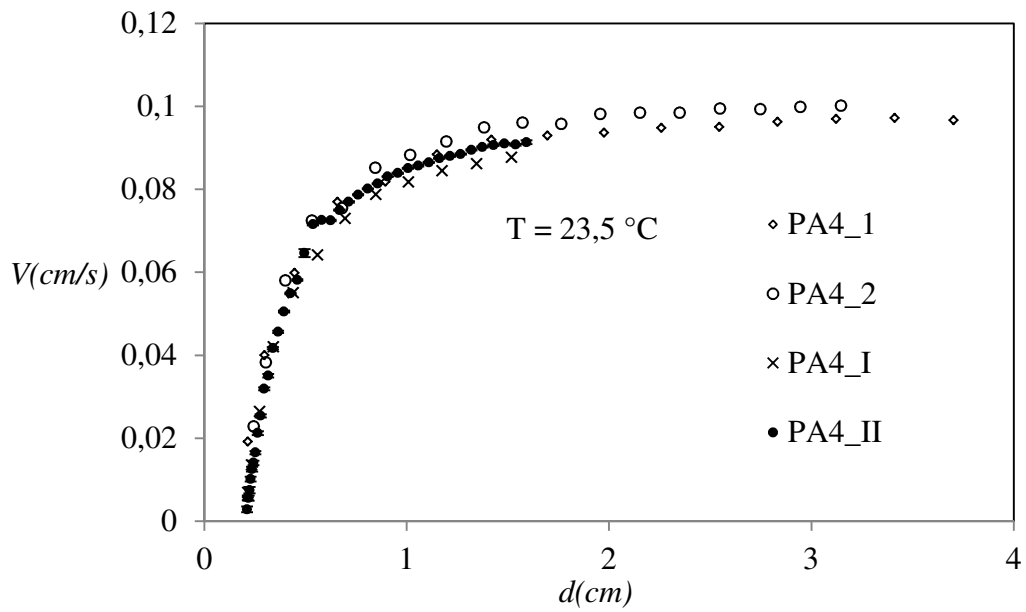


Figure A1.15 : Billes de type PA4,  $\lambda = 10$ .

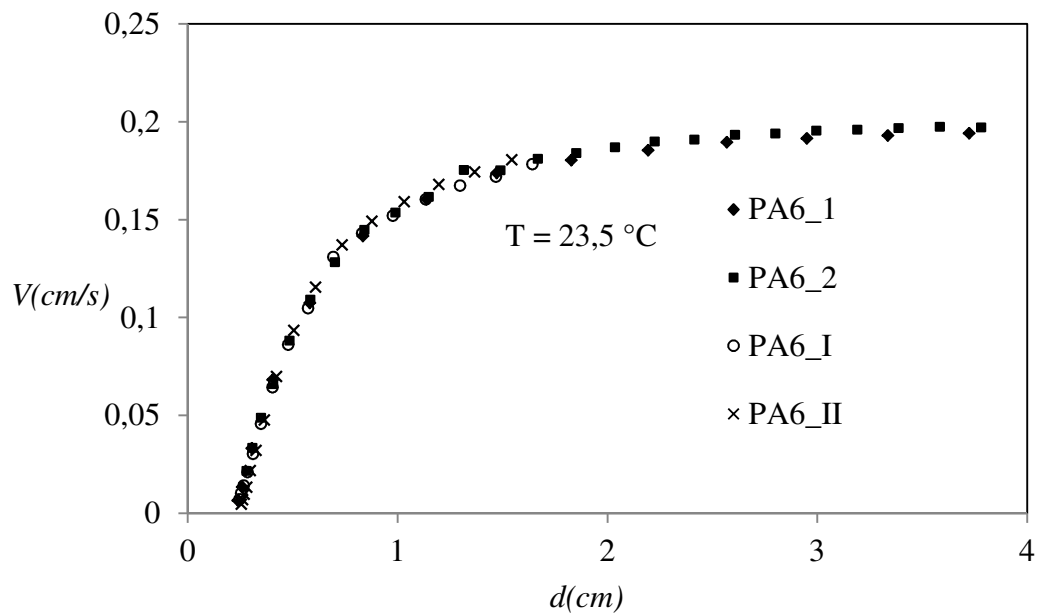


Figure A1.16 : Billes de type PA6,  $\lambda = 10$ .

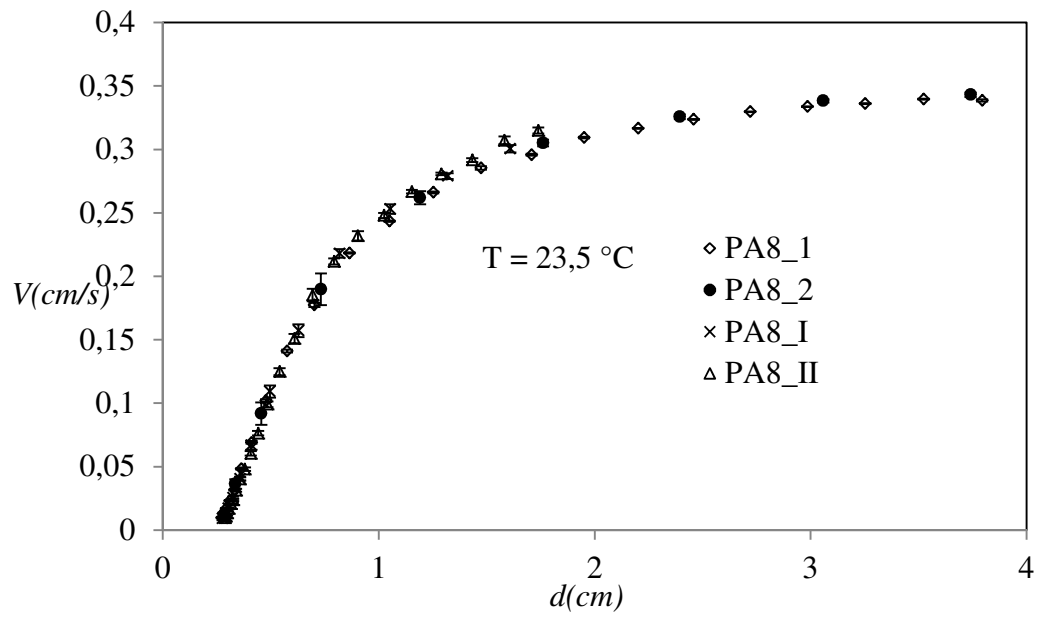


Figure A1.17 : Billes de type PA8,  $\lambda = 10$ .

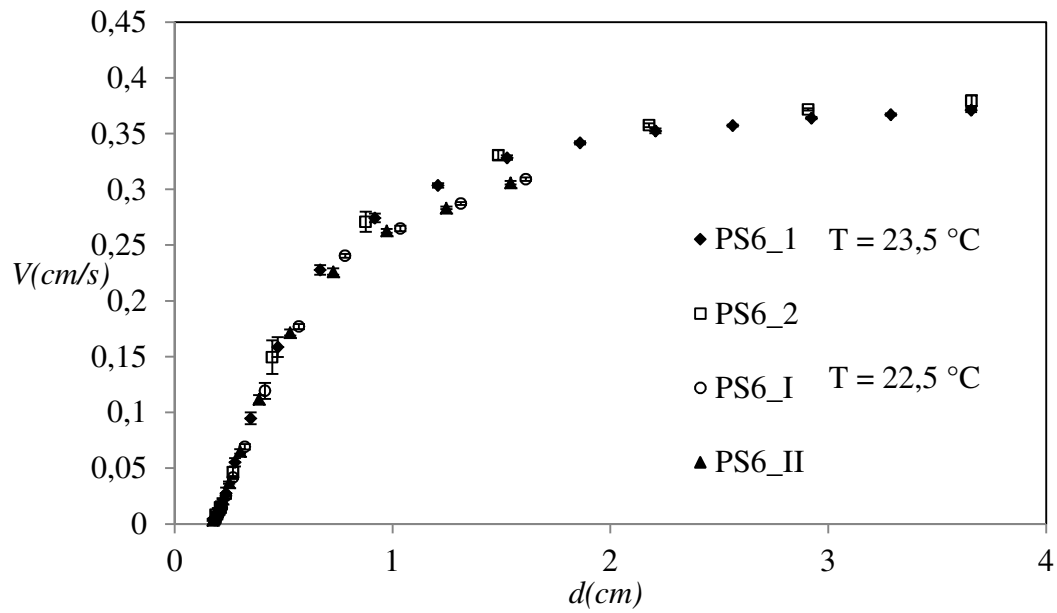


Figure A1.18 : Billes de type PS6,  $\lambda = 10$ .

$\lambda = 100$

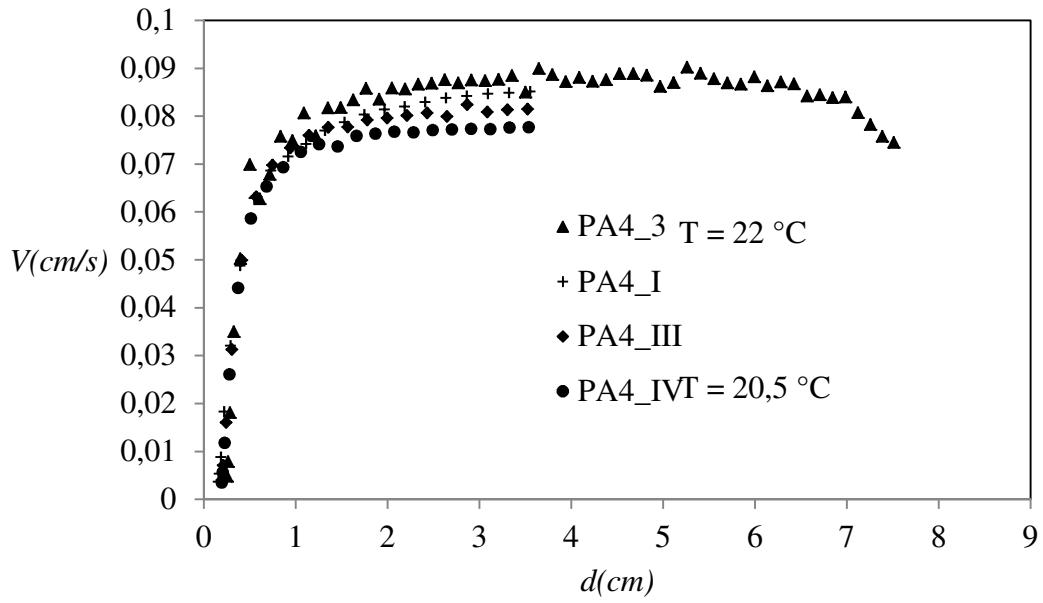


Figure A1.19 : Billes de type PA4,  $\lambda = 100$ .

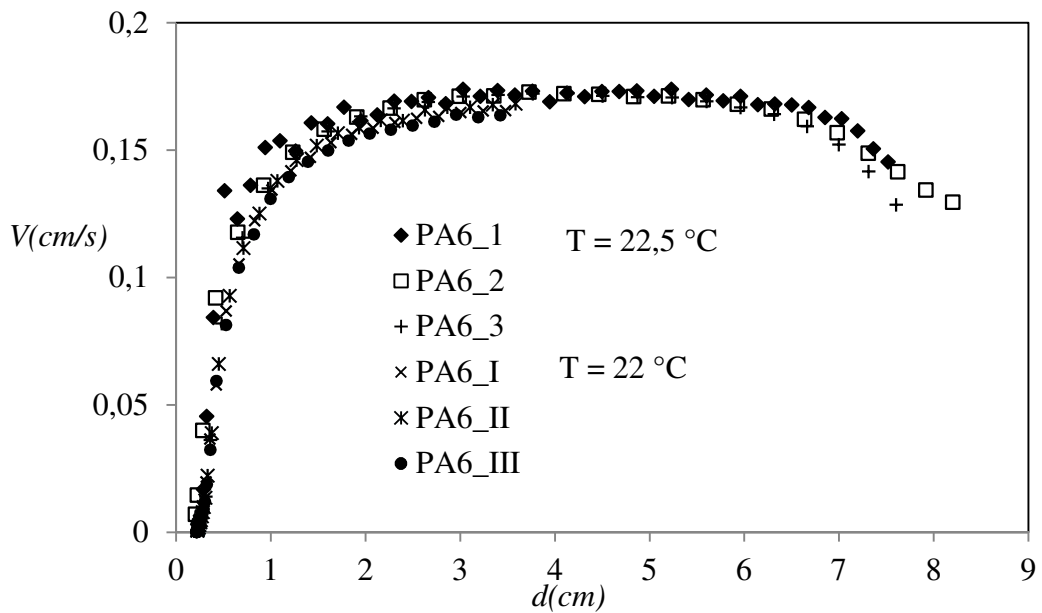


Figure A1.20 : Billes de type PA6,  $\lambda = 100$ .

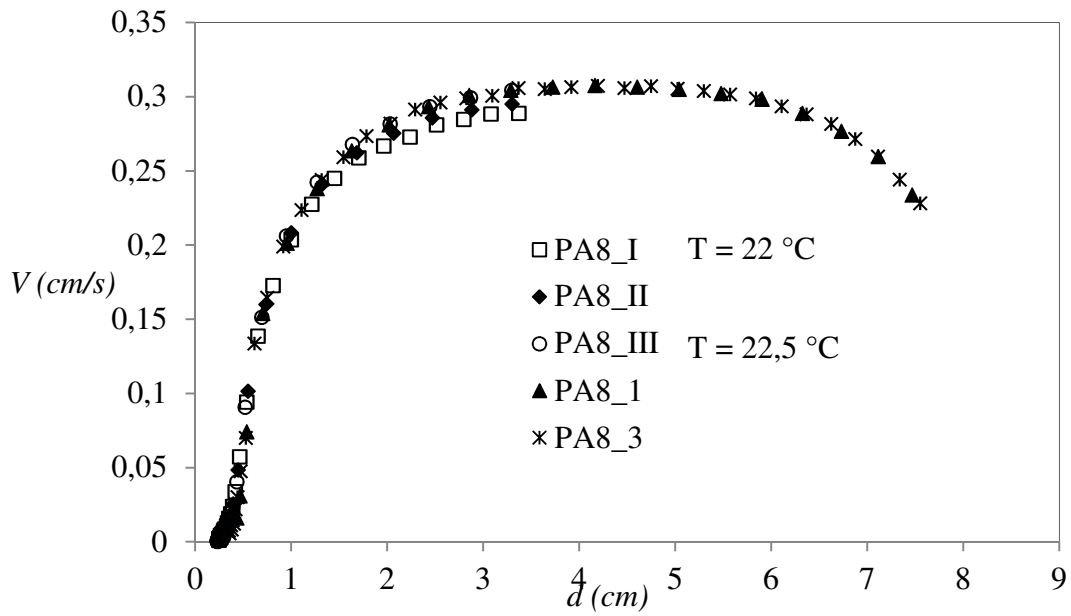


Figure A1.21 : Billes de type PA8,  $\lambda = 100$ .

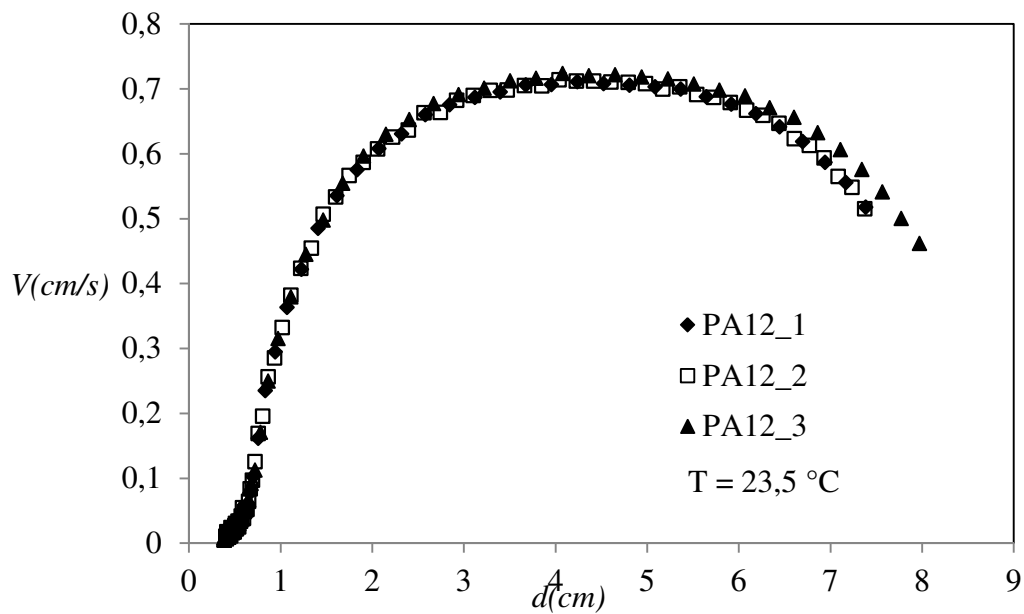


Figure A1.22 : Billes de type PA12,  $\lambda = 100$ .

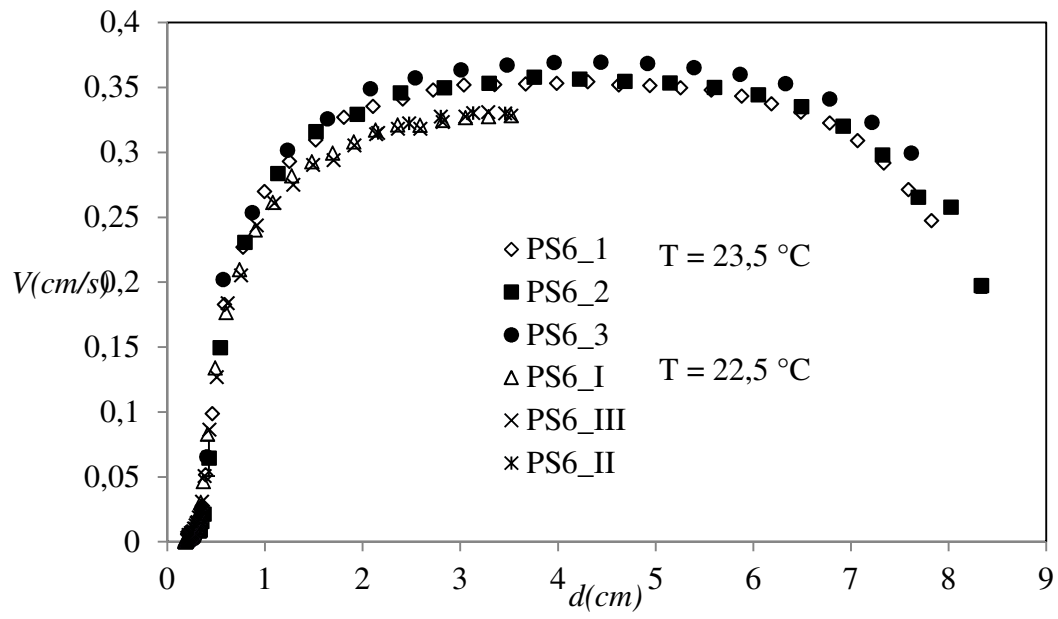


Figure A1.23 : Billes de type PS6,  $\lambda = 100$ .

$\lambda = 10$  avec SLES

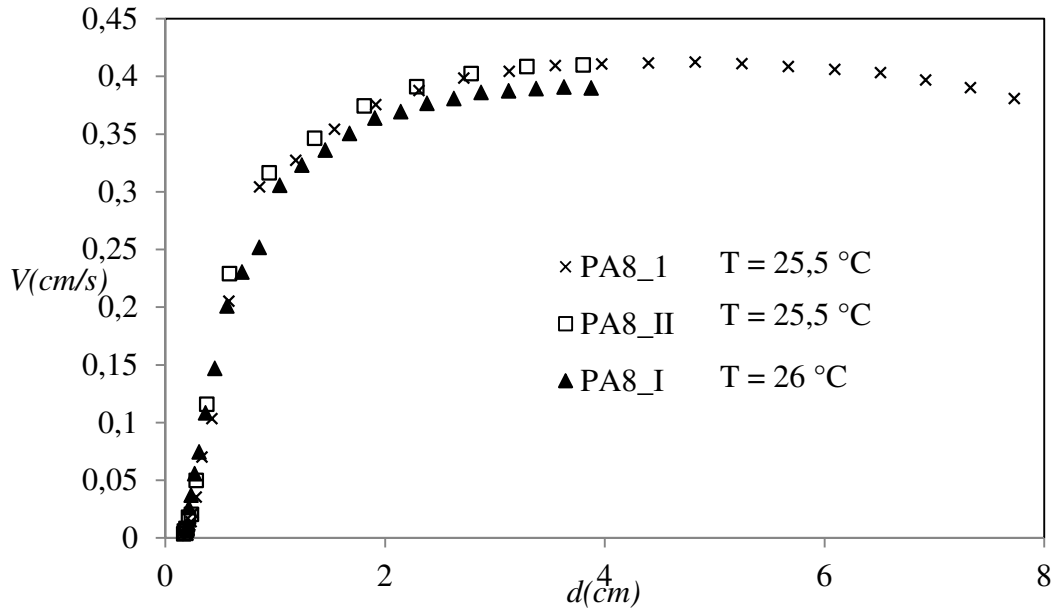


Figure A1.24 : Billes de type PA8,  $\lambda = 10$  avec SLES.

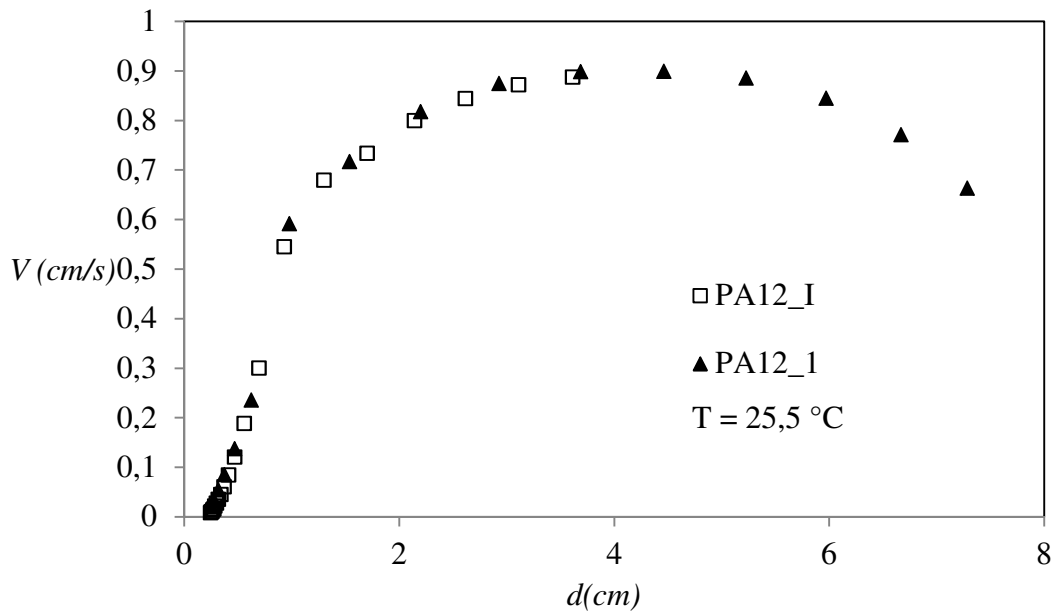


Figure A1.25 : Billes de type PA12,  $\lambda = 10$  avec SLES.

### Annexe III

Particule	R(cm)	$R_p/R_c$	$R_c/R_p$	$f_{//min}$	$f_{//max}$	$f_{//moyen}$	$1/f$
PA12	0,6	12,5	17,67766953	0,83271159	0,88133	0,857022	1,166831
PA8	0,4	18,75	26,51650429	0,88808017	0,92075	0,904415	1,105688
PA6	0,3	25	35,35533906	0,91595638	0,94052	0,928241	1,077307
PA4	0,2	37,5	53,03300859	0,94392146	0,96033	0,952127	1,05028
PS6	0,315	23,8095	33,67175149	0,91176856	0,93756	0,924662	1,081476

Tableau A.II.1 : Coefficient de frottement dû aux parois latérales de la colonne du montage photographique. Valeurs correspondant au cylindre circonscrit  $f_{//min}$  et au cylindre inscrit  $f_{//max}$  calculées par l'équation de Bohlin<sup>(23)</sup> et valeurs moyennes.

**Annexe IV :**  
**Relaxation vers la position d'équilibre dynamiquement ( $d/R \lesssim 2$ ),**  
**figures supplémentaires**

Influence du rapport de différence de densité  $\beta$  :

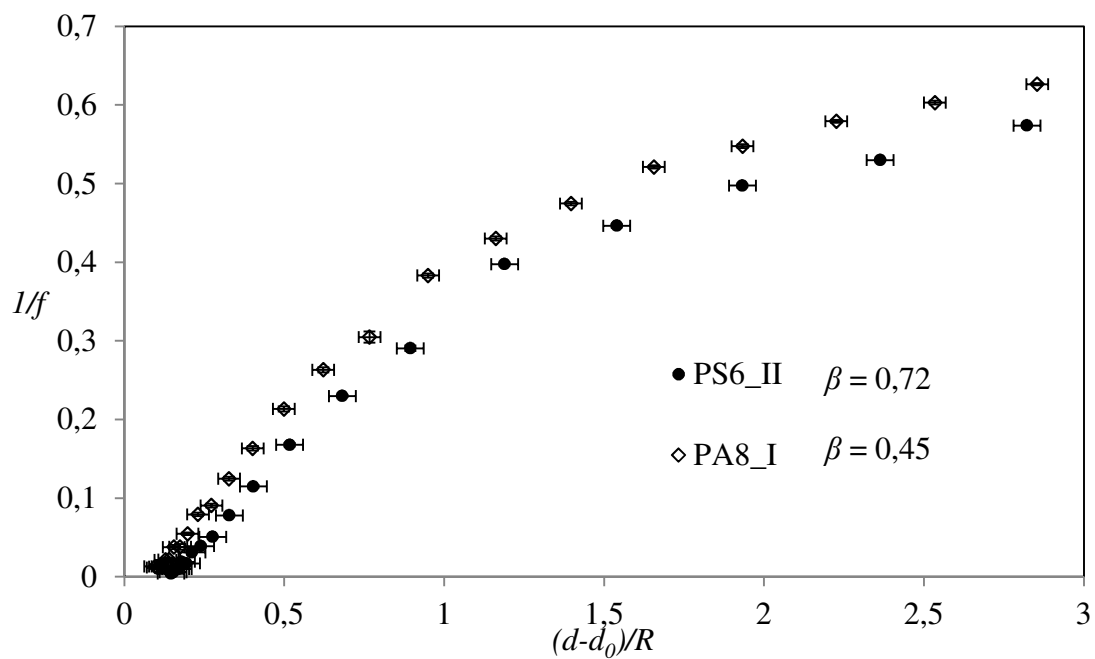


Figure A3.1 : Variation de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre dynamique  $(d - d_0)/R$  : effet de  $\beta$ .  $Bo_p = 0,67$  et  $\lambda = 1$ .



Influence du nombre de Bond modifié  $Bo_p$

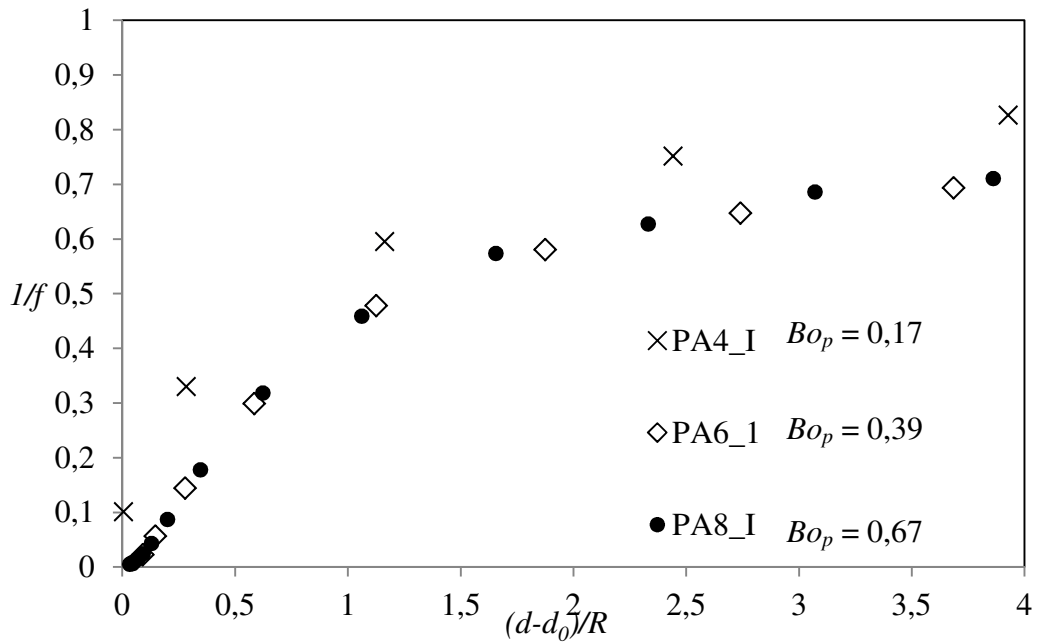


Figure A3.2 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre  $(d - d_0)/R$  : effet de  $Bo_p$ . Billes de polyamide,  $\beta = 0,45$  et  $\lambda \approx 0,1$ .

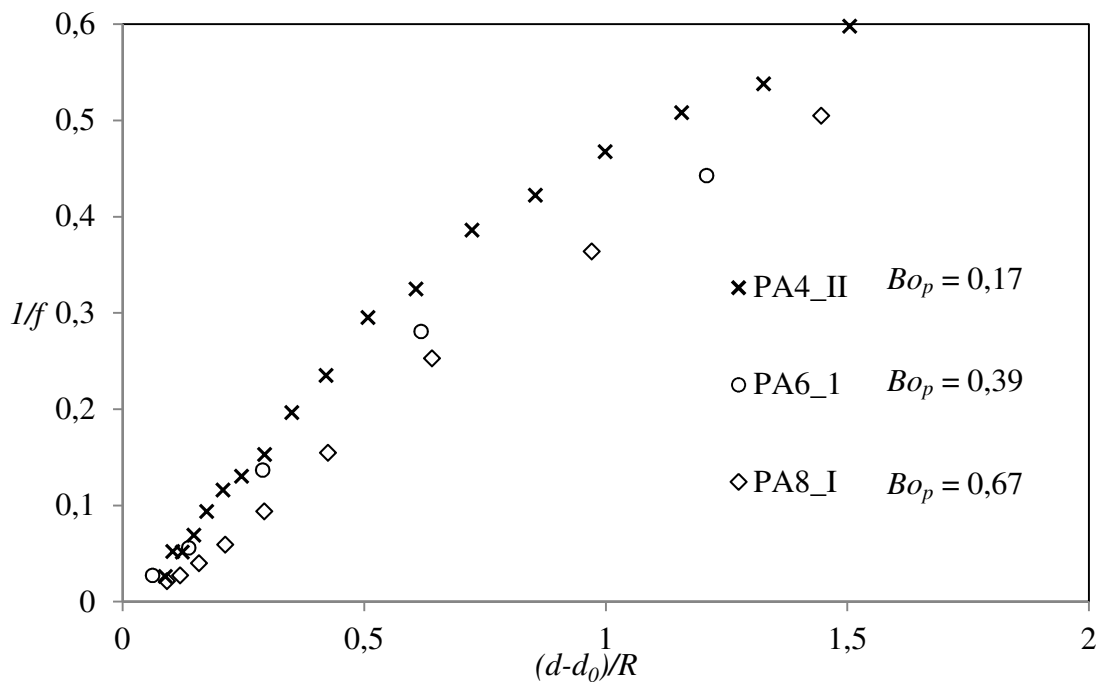


Figure A3.3 : Variations de l'inverse du coefficient de frottement  $1/f$  en fonction de l'écart à la position d'équilibre  $(d - d_0)/R$  : effet de  $Bo_p$ . Billes de polyamide,  $\beta = 0,45$  et  $\lambda \approx 10$ .