



HAL
open science

Etude des propriétés de transport de mousse dans des modèles de milieux poreux

Alexis Mauray

► **To cite this version:**

Alexis Mauray. Etude des propriétés de transport de mousse dans des modèles de milieux poreux. Génie des procédés. Université Grenoble Alpes, 2017. Français. NNT: 2017GREAI120. tel-01808768

HAL Id: tel-01808768

<https://theses.hal.science/tel-01808768v1>

Submitted on 11 Jul 2018

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

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

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE LA COMMUNAUTE UNIVERSITE GRENOBLE ALPES

Spécialité : **Mécanique des fluides, procédés, énergétique**

Arrêté ministériel : 25 mai 2016

Présentée par

Alexis MAURAY

Thèse dirigée par **Hugues BODIGUEL**, Professeur des
universités, Grenoble-INP, et
codirigée par **Max CHABERT**, Ingénieur-Chercheur, Solvay

préparée au sein du **Laboratoire Rhéologie et Procédés**
dans l'**École Doctorale I-MEP2 – Ingénierie – Matériaux,
Mécanique, Environnement, Énergétique, Procédés,
Production**

Etude des propriétés de transport de mousse dans des modèles de milieux poreux

Study of foam flow properties in model porous media

Thèse soutenue publiquement le **07 Décembre 2017**,
devant le jury composé de :

Mr Yves MEHEUST

Maître de conférence, Université de Rennes 1, Rennes (Rapporteur)

Mr Denis BARTOLO

Professeur des universités, ENS Lyon, Lyon (Rapporteur)

Mr Souhail YOUSSEF

Ingénieur-Chercheur, IFPEN, Paris (Examinateur)

Mme Elise LORENCEAU

Directeur de recherche, CNRS, Grenoble (Présidente du jury)

Mme Eloïse CHEVALLIER

Ingénieure-Chercheuse, Solvay, Bordeaux (Examinatrice)

Mr Hugues BODIGUEL

Professeur des universités, Grenoble-INP, Grenoble (Directeur de thèse)



A mes parents, Eric et Jacqueline,

A ma sœur, Clémence,

Remerciements.

J'aimerais, dans un premier temps, adresser mes remerciements aux différents membres du jury qui ont accepté de participer à ma soutenance de thèse, à savoir, Elise Lorenceau, Souhail Youssef, Eloïse Chevallier, Hugues Bodiguel et une attention toute particulière aux rapporteurs Denis Bartolo et Yves Méheust pour avoir pris le temps d'évaluer le contenu de ce manuscrit.

Je tiens, par ailleurs, à remercier les personnes qui ont contribué à mon encadrement scientifique. Pour commencer, merci à toi Hugues, pour ta patience et ta convivialité ainsi que ces trois ans d'aventure scientifique où les transports de mousse en milieu poreux ont désormais moins de secrets. Je te remercie de m'avoir apporté la rigueur scientifique à travers des discussions riches et intéressantes sur des problèmes de physique. Cela aura été un grand moteur de cette thèse ! Merci aussi à Max Chabert pour ta gentillesse et les nombreux échanges que nous avons eu. Cela m'a donné une autre approche de la recherche à travers des thématiques industrielles.

Ma première année de thèse a eu lieu au sein du *Laboratoire du Futur* (LOF) à Bordeaux. Je voudrais donc adresser mes premiers remerciements à Paul Deschriver pour m'avoir accueilli au sein de ce laboratoire.

Un grand merci à Nathalie Kellay pour t'être occupé de l'administratif et surtout pour ta bonne humeur de bon matin qui m'a permis de bien commencer la journée. Merci à Gérald Clisson d'avoir été mon mentor dans le domaine de la microfabrication mais aussi pour ta patience et ta disponibilité. Merci à Eloïse Chevallier et Amandine Cuenca pour les échanges fructueux que nous avons eu sur les écoulements en milieu poreux. Merci aussi aux trois mousquetaires Cédric, Quentin et Johan pour vos nombreux conseils.

Cette thèse a aussi été l'occasion pour moi de forger de nouvelles amitiés. C'est pourquoi j'aimerais adresser mes remerciements à Charles et Anaïs pour ces soirées inoubliables passées chez vous et pour avoir été là au moment où j'en avais besoin. Merci à toute la fine équipe de l'open space *Saint Estèphe* qui aura été une superbe expérience que ce soit professionnelle ou humaine. Une dédicace à Céline, qui a fait partie des gens qui m'ont accompagné dans les galères expérimentales et surtout dans de grands délires... Merci à Jérémie d'avoir contribué à ma prise de 7kg à Bordeaux avec tes supers cookies ! Merci à Laura Mamacita, Tristan, Stéphane, Shenghong, Hongyu, Julien, Nadia et Sammy, grâce à qui j'ai pu découvrir la Corée du Sud avec son architecture et ses vastes spécialités culinaires.

Je tiens aussi à remercier mes collocs qui ont accompagné mon quotidien bordelais en commençant par DJ Boujou et Nathalie. Je n'oublierai pas ces premières semaines à Bordeaux en votre compagnie, qui n'étaient pas de tout repos. Je remercie aussi Axel, Sabrina et Coco d'avoir été ma deuxième famille pendant quelques mois. Sans vous, ma vie à Bordeaux n'aurait pas été la même et c'est avec un pincement au cœur que j'ai quitté cette colloc et cette ville dont le fait de me remémorer les souvenirs me rend nostalgique.

La deuxième partie de ma thèse s'est déroulée sur une durée de deux ans à Grenoble au *Laboratoire Rhéologie et Procédés* (LRP). Je tiens à remercier Nadia El Kissi de m'avoir accueilli au sein de ce laboratoire.

Mes remerciements s'adressent ensuite à toute l'équipe technique du laboratoire. Merci à Eric, grâce à qui j'ai gardé l'usage de mes yeux à travers tes remarques sur les ports de lunettes. Merci aussi d'avoir été le conteur hors pair du laboratoire apportant beaucoup de vie et d'animation aux événements du LRP. Merci à toi, Hélène, pour tes petits conseils qui ont résolu bien des problèmes dans la mise en place de mes expériences dans ce laboratoire. Merci à Didier, le roi du Labview, pour ton aide sur mes mesures de pression. Merci à Fred, grâce à qui j'ai pu assurer un bon éclairage de mes expériences sans avoir à m'électrocuter, ce qui est pas mal ! Merci Mohammed d'avoir contribué à l'installation de ma manip et à l'air comprimé.

Merci à toute l'équipe administrative, François, Sylvie, Manon et Louise.

Merci au personnel du *Liphy*, à commencer par Philippe Marmottant, pour l'introduction de votre salle blanche. Merci à Danièle Centanni pour ta formation à l'utilisation du matériel.

Je voudrais adresser mes remerciements à mes compagnons de comptoir. Merci à Candice de m'avoir accompagné dans ces deux années de thèse à Grenoble. Sans toi, la transition entre Bordeaux et Grenoble n'aurait pas été la même et tu auras contribué à une touche de bonne humeur dans ma vie, que ce soit au travail et en dehors. Merci à William d'avoir apporté une petite touche Dikkenek dans cette aventure. Cela fait toujours plaisir ! Merci Monika pour ton enthousiasme et pour toutes ces petites visites de la région marquées par de nombreux selfies. Merci à Nori d'avoir amené une touche de folie supplémentaire dans notre bureau. Ton retour au Japon aura laissé un vide. Merci à toutes les autres personnes qui ont contribué à la vie du bureau avec des échanges culturels et de spécialités. Un grand merci à Chourouk et Khawla pour votre générosité. Merci à Ayoub, Louis, Adrianna et Christan. Merci à Yao pour l'ambiance que tu as apporté, même si te comprendre n'était pas toujours évident, enfin disons que tu as su cultiver ton personnage ! Merci à Fiacre et Ouattara. Je n'oublierai pas vos chamailleries et vos entourloupes à l'ivoirienne pendant les matchs de volley. Merci à Kaïli, pour ces moments de partage et de dégustation de spécialités chinoises. Merci à David, Hugues, Moctar, Gary, Nabil, Chong, Marco, Essa, Ahlem, Sihem, Malladi, Benjamin, Amélie et Solomon. Merci à Thomas, pour ta venue à Grenoble. Cela aura été un plaisir de travailler avec toi.

Merci à toute l'équipe de *Rhéonova* pour la bonne ambiance que vous avez apporté lors des repas du midi agrémentés de discussions plus ou moins raffinées ! Merci à Guillaume, Martinien, Etienne et Jean.

Je voudrais aussi remercier Nas pour les deux mois de collocation partagés. Tu auras fait partie des belles rencontres que j'aurais faites à Grenoble. J'espère qu'une belle aventure continue pour toi en Algérie et te félicite encore pour l'agrandissement de ta petite famille !

Je tiens aussi à remercier toute la petite équipe (famille) d'amis qui m'a accompagné tout au long de ces trois ans. Merci à Baur, Nadia, Anaïs, Guillaume, Choupi, Nico J., Nico M., Seb, Hélène et Paul. Merci à Benjamin (Claudi). Merci à Clémence. Merci à Clément, dit *Gogo* dans le métier !

Merci aussi aux amis et amies de la prépa *Victor Hugo*, Florentin, Clément, Cassandre, Charlie, Camille, Alexis, Marie, Nadine, Robin et mon colloc Loïc pour ces bons moments partagés à Caen et pour cette amitié qui persiste !

Je voudrais aussi remercier les architectes de mon éducation à savoir mes parents Eric et Jacqueline. Merci pour toute l'énergie que vous avez fourni pendant ces 27 années sans laquelle je ne serai pas arrivé jusqu'ici. Je remercie aussi chaleureusement ma sœur Clémence.

Une éducation passe aussi par l'école et c'est pourquoi je tiens à exprimer toute ma gratitude envers Mme Bélis, mon institutrice de CM2. Vous avez su me remettre à niveau dans un moment critique de ma scolarité. Sans vous, celle-ci n'aurait certainement pas eu la même tournure. Je tiens aussi à remercier ces enseignants qui m'ont apporté le goût du travail. Merci à Mlle Jullien et Mlle Rauline pour la passion et l'énergie que vous avez apporté dans votre profession. Merci à Mr Gabillard de m'avoir transmis le goût des mathématiques. Merci à Mr François Levallois pour votre passion communicative pour la littérature et pour avoir, en partie, éveillé ma curiosité. Je garde toujours en mémoire certaines de vos phrases qui auront été un enseignement dans ma vie. Merci à Mme Legrain pour votre dynamisme. Merci à Mr Charlot pour votre folie et vos cours de math inoubliables. Je n'oublierai pas le personnage que vous êtes. Merci à Mme Le Juez, Mme Blanchet et Mme Guinée de m'avoir donné le goût pour la Physique/Chimie. Merci à mes enseignants de prépa Stéphane Laporte et Jean-Pierre Levallois pour votre investissement et pour m'avoir fait persévérer dans mon niveau de Physique, même si cela n'a pas quotidiennement toujours été facile... Enfin, un grand merci à Mme Laroche pour vos enseignements de mathématiques et surtout pour votre bonne humeur inébranlable, même face aux nombreuses âneries qu'il m'arrivait fréquemment d'écrire au tableau. Vous avez été pendant ces deux ans comme une seconde maman et votre jovialité aura été une force à cette prépa dont je doute fortement qu'il aura été possible de remplacer après votre départ.

Se donner du mal pour les petites choses, c'est parvenir aux grandes, avec le temps.

Samuel Beckett

Table des matières

1	Etat de l'art.	19
1.1	Introduction.	19
1.2	Les milieux poreux.	20
1.2.1	Généralités.	20
1.2.2	Modèles.	22
1.3	Écoulement dans un milieu poreux.	25
1.3.1	Écoulement dans un canal.	25
1.3.2	Écoulement à l'échelle de Darcy.	26
1.3.3	Phénomènes capillaires.	30
1.3.4	Phénomènes de digitation en milieu poreux.	33
1.4	Les mousses.	37
1.5	Formation d'une mousse dans un milieu poreux.	38
1.5.1	Formation dans un canal.	38
1.5.2	Formation dans un milieu poreux.	42
1.6	Transport d'une mousse dans un milieu poreux.	45
1.6.1	Réduction de mobilité.	45
1.6.2	Transport de mousse dans un canal.	48
1.6.3	Chemins préférentiels.	53
1.7	Stabilité mousse/huile dans un milieu poreux.	56
1.7.1	Stabilité d'une mousse.	56
1.7.2	Déstabilisation de mousse par interaction avec une huile.	58
1.8	Problématique de thèse.	63
I	Formation d'une mousse en milieu poreux.	67
2	Co-injection de deux fluides en milieu poreux.	69
2.1	Introduction.	69
2.2	Matériels et méthode.	70
2.2.1	Caractéristiques du milieu poreux.	70
2.2.2	Montage expérimental.	70
2.2.3	Traitement d'images.	73
2.3	Résultats.	75
2.4	Discussion.	77
2.5	Conclusion.	80

3	Injection de trains de bulles en milieu poreux.	83
3.1	Introduction.	83
3.2	Matériels et méthode.	84
3.2.1	Injection de bulles.	84
3.2.2	Traitement d'images.	86
3.3	Résultats.	87
3.4	Discussion.	90
3.5	Conclusion.	91
II	Transport d'une mousse en milieu poreux.	95
4	Ecoulement de trains de bulles dans un canal.	97
4.1	Introduction.	97
4.2	Matériels et méthode.	98
4.2.1	Mesures de pression pour l'écoulement d'un fluide monophasique.	98
4.2.2	Génération d'un train de bulles.	101
4.2.3	Traitement d'images.	103
4.3	Résultats et discussion.	104
4.3.1	Différences de pression.	104
4.3.2	Vitesse de bulles dans le régime Bretherton.	108
4.3.3	Vitesse de bulles dans le régime Seuil.	111
4.3.4	Effets collectifs.	112
4.4	Conclusion	118
5	Transport de mousse dans un milieu poreux.	121
5.1	Introduction.	121
5.2	Matériels et méthodes.	122
5.2.1	Caractéristiques du milieu poreux.	122
5.2.2	Injection de la mousse dans le milieu.	124
5.2.3	Analyse d'images.	126
5.3	Résultats.	130
5.3.1	Etude de la réduction de mobilité.	130
5.3.2	Chemins préférentiels.	131
5.4	Discussion	136
5.4.1	Modélisation.	136
5.4.2	Phénomène de filtration.	139
5.4.3	Evaluation des chemins préférentiels.	142
5.4.4	Influence de la géométrie.	144
5.5	Conclusion	145
III	Interaction mousse/huile en milieu poreux.	147
6	Formation mousse/huile en milieu poreux.	149
6.1	Introduction.	149
6.2	Matériels et méthode.	149
6.2.1	Solution de tensio-actifs.	149

6.2.2	Montage expérimental.	151
6.2.3	Traitement d'images.	152
6.3	Résultats et discussions.	153
6.4	Conclusion.	159
7	Transport mousse/huile en milieu poreux.	161
7.1	Introduction.	161
7.2	Matériels et méthodes.	162
7.2.1	Caractéristiques du milieu poreux.	162
7.2.2	Injection de la mousse dans le milieu saturé en dodécane.	163
7.2.3	Analyse d'images.	164
7.3	Résultats et discussions.	165
7.3.1	Etude de la réduction de mobilité.	165
7.3.2	Balayage du dodécane par une injection de mousse.	167
7.3.3	Chemins préférentiels.	172
7.4	Conclusion.	173
A	Conception de micromodèles.	179
A.1	Introduction.	179
A.2	Photolithographie.	179
A.3	Timbre et puce en PDMS.	182
A.4	Puce en NOA A81.	183
A.5	Conclusion.	186
B	Elaboration de solutions de tensio-actifs.	187
B.1	Présentation des différents tensio-actifs.	187
B.2	Préparation de la solution de tensio-actifs.	187
B.3	Préparation de la solution pour les expériences.	188
B.4	Propriétés physiques des solutions.	188

Introduction.

Les écoulements multiphasiques dans des milieux poreux sont très largement répandus. Ils interviennent dans les processus naturels (éruptions volcaniques, tremblements de terre) ou dans des processus industriels (exploitation et production de pétrole en amont, raffinage en aval). La nature de l'écoulement est variée (liquide-liquide, gaz-liquide, gaz-liquide-liquide...) ainsi que celle des milieux poreux, pouvant être fixes (réservoirs pétroliers, réacteurs à lits fixes) ou mobiles (coulées de boue, lits fluidisés). Les enjeux de leur compréhension sont multiples et pluridisciplinaires que ce soit dans les énergies (production plus efficace du pétrole, intensification des procédés en industrie pétrolière) ou l'écologie (dépollution des sols).

Dans le domaine de la récupération assistée du pétrole (EOR), des recherches sont faites dans le but d'améliorer le rendement en extraction. Il se trouve en effet que le pétrole est une huile plus ou moins visqueuse composée d'hydrocarbures. Sa formation résulte d'un long processus physicochimique qui s'effectue sur plusieurs centaines de millions d'années [1]. La matière organique provenant d'animaux ou de végétaux morts s'accumule par gravité dans la matière minérale. La température et la pression de cette strate organique augmentent du fait de l'enfouissement par des sédiments. Ces conditions de pression et température font que la matière organique se transforme en kérogène qui est ensuite pyrolysé en hydrocarbures si la température est suffisante. Les hydrocarbures formés, plus légers que l'eau, sont expulsés du kérogène. Ils sont piégés dans une zone perméable (du sable ou des carbonates par exemple) appelée roche réservoir, roche qui est recouverte par une couche imperméable (mélange d'argile, de schiste et de gypse). Il existe différents types de pétrole, avec des compositions chimiques variées.

La récupération du pétrole s'effectue selon différents modes. Lorsqu'un puit est foré, le pétrole remonte spontanément à la surface sous la différence de pression entre l'intérieur du réservoir pétrolier et la surface. Puis, de façon à augmenter ce taux de récupération, de l'eau ou du gaz est injecté pour pousser le pétrole à travers le milieu poreux des puits d'injection vers les puits de production. Pour récupérer le pétrole resté piégé, il est alors nécessaire de faire appel à des techniques de récupération basées sur la récupération chimique (injection de tensio-actifs et de polymères), la récupération par CO_2 ou la récupération thermique. Ces techniques se basent sur des principes de réduction de tension interfaciale et d'augmentation de la viscosité de la phase pousseuse.

Afin d'améliorer ces techniques de récupération, une autre idée est d'injecter une mousse au sein du milieu poreux. Il a été constaté que ce fluide diphasique a pour particularité de faire croître le rendement en récupération assistée de pétrole.

A l'échelle du laboratoire, des expériences sont la plupart du temps faites au sein de modèles de roche 3D dans le but de reproduire un milieu typique le plus fidèle possible à la réalité. L'objectif est de comprendre l'écoulement d'une mousse dans un milieu poreux où on constate un effet marqué par une forte augmentation de la pression dans le milieu. Ce phénomène est associé à une viscosité effective (appelée aussi viscosité apparente) de la mousse importante, rendant le balayage d'une huile en milieu poreux plus homogène.

Cependant, les mécanismes de transport responsables de la forte viscosité effective de la mousse dans un milieu poreux sont, à l'heure actuelle, mal compris. De plus, il a été observé dans une injection de mousse [2], en milieu poreux saturé en huile, un retard dans la réduction de mobilité de celle-ci dont nous ne savons pas si cela est un problème de formation de mousse, de transport ou de stabilité. C'est pourquoi il est nécessaire de comprendre ces différents phénomènes pour pouvoir améliorer les techniques d'injection ou pour pouvoir optimiser les solutions de tensio-actifs.

C'est pourquoi au cours de cette thèse, nous allons employer un autre type d'outil qu'est la *microfluidique*. Ce dernier est un domaine de la physique consistant à étudier des écoulements de fluides dans des canaux dont la dimension est en-dessous du millimètre. La microfluidique a connu un essor depuis les années 90 grâce au développement de la micro-fabrication pour la microélectronique. Nous allons donc, au cours de ces travaux, utiliser ces techniques afin de mimer des modèles de milieux hétérogènes en 2D et transparents. Cela nous donnera ainsi la possibilité de faire de l'imagerie d'écoulements de mousse en milieu poreux :

- Dans un canal : modèle de canaux droits à sections constantes et à sections variables.
- Dans un micromodèle de milieu poreux : modèle de milieu poreux, dont la taille est de l'ordre de quelques dizaines de fois la taille des pores.

Ainsi, nous chercherons à comprendre les mécanismes de formation et de transport de mousse dans un milieu poreux afin de faire le lien avec des mesures de réduction de mobilité. Nous étudierons aussi l'incidence que peut avoir la présence d'une saturation d'huile dans un milieu poreux sur le comportement de la mousse.

Chapitre 1

Etat de l'art.

Sommaire

1.1	Introduction.	19
1.2	Les milieux poreux.	20
1.2.1	Généralités.	20
1.2.2	Modèles.	22
1.3	Ecoulement dans un milieu poreux.	25
1.3.1	Ecoulement dans un canal.	25
1.3.2	Ecoulement à l'échelle de Darcy.	26
1.3.3	Phénomènes capillaires.	30
1.3.4	Phénomènes de digitation en milieu poreux.	33
1.4	Les mousses.	37
1.5	Formation d'une mousse dans un milieu poreux.	38
1.5.1	Formation dans un canal.	38
1.5.2	Formation dans un milieu poreux.	42
1.6	Transport d'une mousse dans un milieu poreux.	45
1.6.1	Réduction de mobilité.	45
1.6.2	Transport de mousse dans un canal.	48
1.6.3	Chemins préférentiels.	53
1.7	Stabilité mousse/huile dans un milieu poreux.	56
1.7.1	Stabilité d'une mousse.	56
1.7.2	Déstabilisation de mousse par interaction avec une huile.	58
1.8	Problématique de thèse.	63

1.1 Introduction.

Dans ce chapitre, nous allons faire un résumé des connaissances actuelles autour des problématiques de cette thèse. Un milieu poreux est un milieu complexe et il sera utile, dans un premier temps, de faire une description de ce système et d'en donner des informations sur les écoulements, dans un tel environnement, pour un ou plusieurs fluides. Cela va ainsi nous permettre d'introduire la notion de digitation, phénomène problématique en récupération assistée du pétrole. Nous expliquerons alors les méthodes d'extraction favorables à un bon rendement, ce qui nous amènera à parler des mousses.

Ce fluide étant complexe, nous procéderons à un bilan de ce que nous savons sur ce fluide, puis en venir à son comportement dans les milieux poreux. Cela passe d'abord par l'étude de la formation de cette mousse dans ce milieu, à laquelle s'en suit les mécanismes de transport. Etant donné qu'une injection de mousse dans un milieu poreux a pour objectif l'extraction d'une huile hors de ce système, il sera question ensuite de faire un bilan de ce que l'on connaît de la stabilité d'une mousse en présence d'huile.

Cette état de l'art s'achèvera sur des problématiques toujours en suspens, dont nous chercherons à répondre à quelques-unes en commençant par expliquer notre plan d'approche de ce problème au cours de cette thèse.

1.2 Les milieux poreux.

1.2.1 Généralités.

Dans cette première partie, nous allons introduire ce qu'est un milieu poreux. Le *Laboratoire Rhéologie et Procédés* se situant au cœur des montagnes grenobloises, difficile de nier que les milieux poreux sont présents à l'état naturel et ceux sur plusieurs formes. Pour cela, une simple virée à vélo sur son lieu de travail suffit pour longer la structure spongieuse du massif de la Chartreuse. De plus, quelques gouttes de sueur perlant sur son front sont un signe de la nature nous rappelant que la peau et elle-même un milieu poreux. Cela en est de même pour la structure fibreuse des arbres ombrageant les sentiers goudronnés.

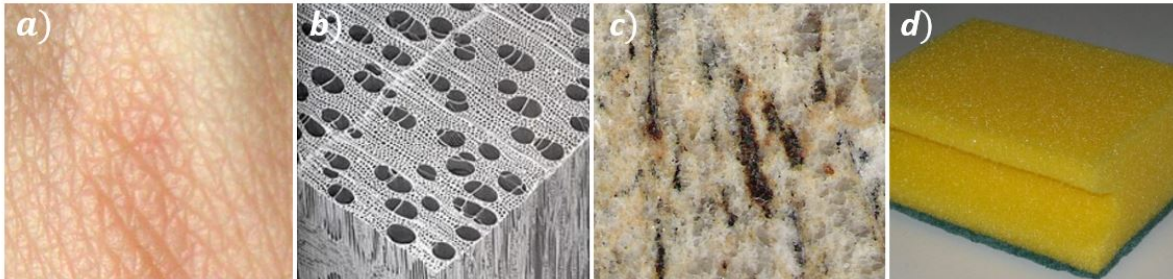


FIGURE 1.1 – a) Photo d'une portion de la surface de la peau [3]. b) Image de fibres végétales contenues dans un arbre feuillu [4]. c) Granite [5]. d) Eponge [6].

Ces quelques mots pouvant paraître plus ou moins poétiques suivant le lecteur que vous êtes, ne servent qu'à mettre en lumière qu'un milieu poreux n'est rien de plus qu'un matériau, de volume V_{total} , composé de zones vides, de volume V_{vide} , caractérisé par ce que l'on nomme la *porosité* :

$$\phi = \frac{V_{vide}}{V_{total}} \quad (1.1)$$

Il existe toute une gamme de valeurs de porosité suivant les milieux, comme le caractérise le tableau 1.1. Pour ce type de milieu, nous appelons *un pore* l'espace entre les zones

Milieu poreux	ϕ (en %)
granite	$0,1 < \phi < 1$
basaltes	$5 < \phi < 20$
grès	$5 < \phi < 30$
graviers, galets	$25 < \phi < 40$
sables	$\phi \sim 40$
craie	$30 < \phi < 45$
lits fixes granulaires	$37 < \phi < 44$
monolithes	$60 < \phi < 96$

TABLE 1.1 – Tableau caractérisant différents types de milieu poreux, naturels ou artificiels, existant ainsi qu'un ordre de grandeur de leur porosité. [8–10]

solides. Dans le cadre de cette thèse, nous nous intéressons à des milieux poreux solides de type roche. Ces derniers peuvent avoir des porosités différentes, dépendant de leur structure allant de grains très consolidés entre eux pour le granite, à des grains plus ronds et moins solidaires les uns des autres pour le grès, en passant par une structure quasi-spongieuse pour les roches volcaniques. Il existe différentes échelles de porosité, allant des failles géologiques à l'échelle du kilomètre à la porosité intra-granulaire pouvant descendre en-dessous du nanomètre. Une illustration de la diversité des échelles de porosité sur un objet géologique (carotte de Dolomite) est donnée en figure 1.2.

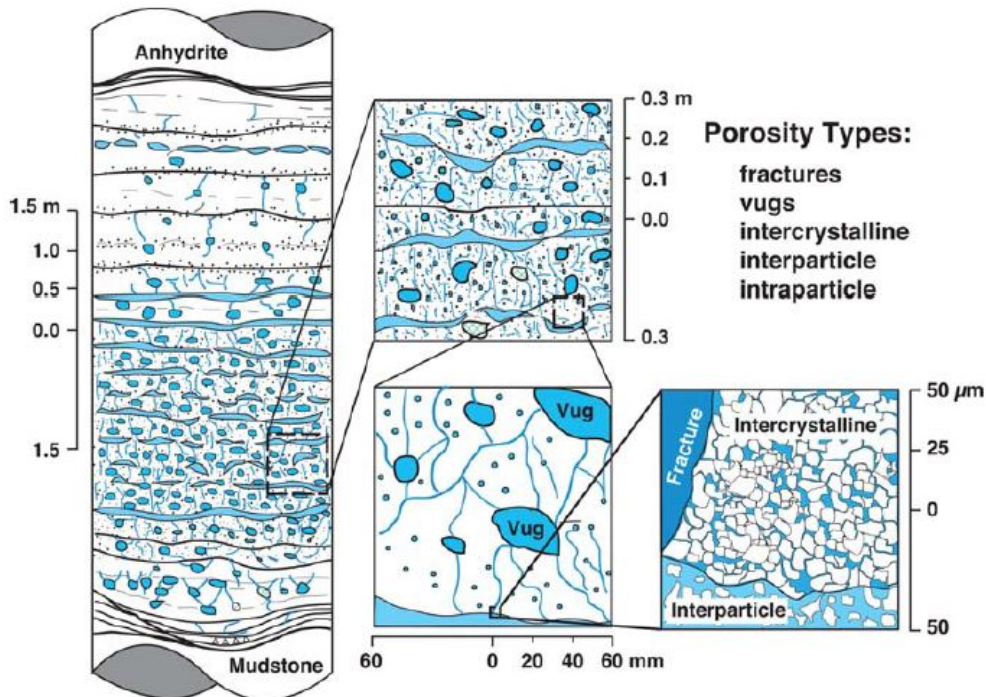


FIGURE 1.2 – Exemple de différentes échelles de porosité pour une carotte de Dolomite. [7]

Ainsi, chaque milieu poreux peut avoir différentes propriétés caractéristiques, que ce soit la proportion de solide, la forme des grains voire la fraction en vide. Il en résulte différentes capacités physiques :

- Capacité d'isolation phonique ou thermique.
- Résistance mécanique.
- Capacité à faire s'écouler un fluide.
- Capacité d'adsorption/ surface spécifique.

1.2.2 Modèles.

Géométries expérimentales.

Dans la partie précédente, nous avons évoqué ce qu'est un milieu poreux. Il a alors été dit qu'un tel milieu est constitué de zones solides et de zones vides. De ce fait, ces derniers forment ainsi tout un réseau de différents chemins à parcourir par un fluide. De manière expérimentale, il est donc nécessaire d'élaborer un modèle capable d'imiter le mieux possible la structure d'un milieu poreux.

Dans un premier temps, l'approche la plus simple qu'on puisse faire dans la pratique est la géométrie de canal droit. Il peut être conçu de différentes manières, que ce soit à l'aide d'un tube (ou capillaire) où par microfabrication, suivant si l'on veut que la section du canal soit circulaire ou rectangulaire. Dans cette catégorie de modèle, il est possible aussi d'élaborer une géométrie où la largeur w du canal est beaucoup plus élevée que sa hauteur h . Cette géométrie se nomme *cellule de Hele-Shaw* dont une représentation est donnée sur la figure 1.3.

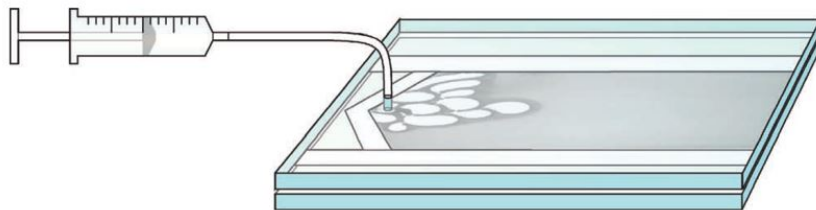


FIGURE 1.3 – Schéma d'une cellule de Hele-Shaw [11].

Par la suite, il est possible d'avoir une approche plus poussée de modèle de milieu poreux. Il se trouve que dans les travaux de Hourtané et al [12], l'idée est de considérer une géométrie microfluidique de canaux droits en parallèles comme cela est introduit sur la figure 1.4. Dans un milieu poreux, les chemins ne sont jamais isolés les uns des autres. C'est la raison pour laquelle il est ensuite possible de fabriquer un réseau de canaux connectés les uns aux autres comme sur la figure 1.4. Ces géométries ont pour particularité d'avoir des canaux de section constante.

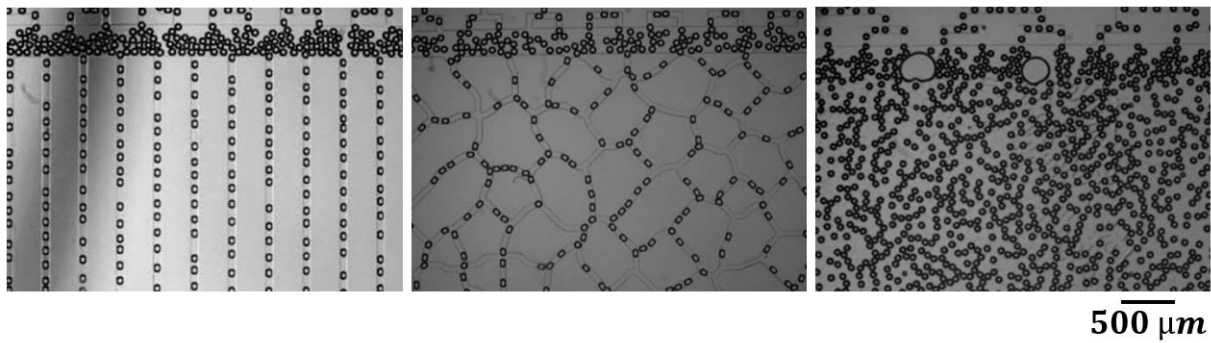


FIGURE 1.4 – Photos de puces microfluidiques formant un réseau de canaux connectés ou non. [12].

Il est alors nécessaire, pour répondre à une structure plus réaliste, d'évoquer la question du désordre. C'est pourquoi l'étape suivante est de créer un système répondant à ce critère à travers des géométries dont les tailles de canaux sont variables. Une première manière de réaliser un tel système est d'ajouter des obstacles à une cellule de Hele-Shaw, comme sur la figure 1.5 à gauche. Il est aussi possible d'envisager ce genre de modèle par microfabrication de même type que celui représenté sur la figure 1.5 à droite.

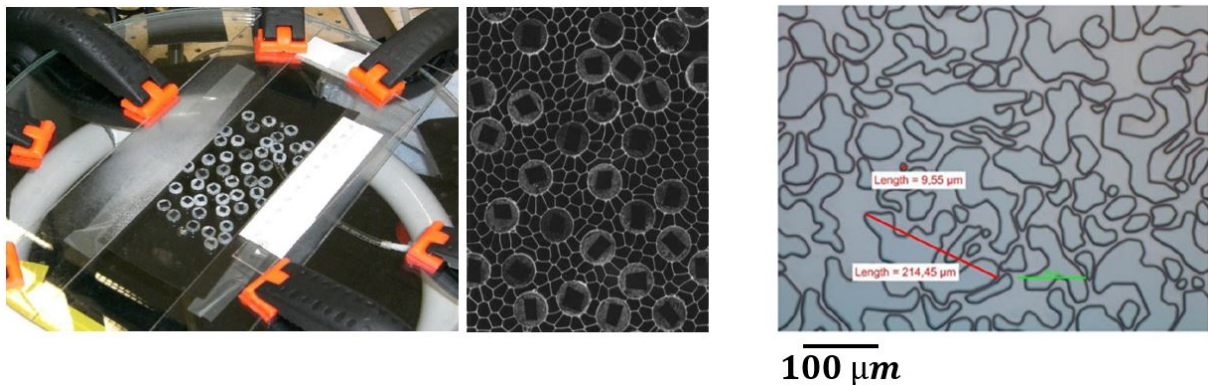


FIGURE 1.5 – A gauche : Cellule de Hele-Shaw composée d'obstacles [13]. A droite : Modèle microfluidique d'un milieu poreux hétérogène [14].

Enfin, les derniers types de modèles envisagés sont les modèles en 3D. Ils peuvent être réalisés de plusieurs manières, comme sur la figure 1.6, telles que par des empilements de grains à l'intérieur d'une enceinte (expérience de *sandpack*), utilisation de mousses solides voire à travers des carottes rocheuses (*coreflooding*). Ces modèles ont cependant l'inconvénient d'être opaques, contrairement aux milieux 2D évoqués dans les précédents paragraphes. C'est pour cela que nous nous focaliserons sur des milieux 2D au cours de cette thèse, dans le but de pouvoir faire de l'imagerie dans le milieu étudié.

Matériaux utilisés.

Dans la partie précédente, nous avons évoqué différents types de modèles capable d'imiter la géométrie d'un milieu poreux. Les milieux qui nous intéressent, dans notre cas, sont

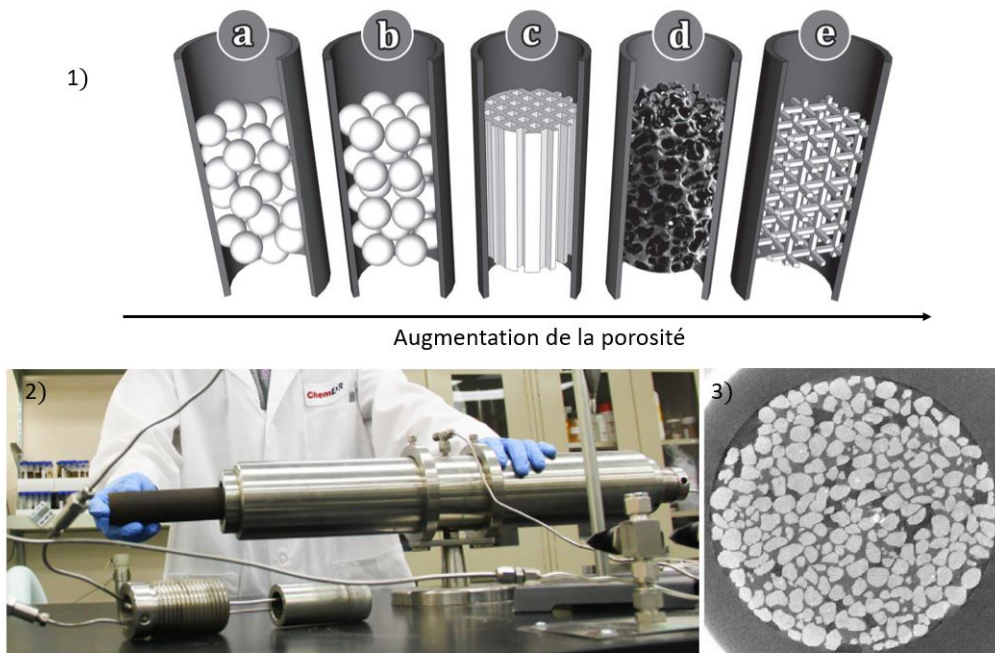


FIGURE 1.6 – 1) Exemple de différents supports catalytiques dont la porosité est classée par ordre croissante : (a-b) milieu granulaire, (c) monolithe, (d) mousse à cellules ouvertes et (e) milieu poreux ordonné [15]. 2) Photo d'un modèle d'une carotte rocheuse [16]. 3) Coupe d'une carotte rocheuse [17].

les modèles 2D de milieu poreux hétérogène de même types que sur la figure 1.5 à droite. Il existe pour cela différents matériaux utiles pour la conception d'une telle géométrie :

- La *résine SU-8* qui est une solution de polymères capable de réticuler aux UV. Ce matériau a pour avantage d'être rigide et transparent.

- Le *PMMA* (polyméthacrylate de méthyle) qui est un polymère thermoplastique.

- Le *verre* qui est un matériau ou un alliage dur, fragile et transparent à base d'oxyde de silicium SiO_2 . Certains de ces verres peuvent être extrêmement résistants tel que le *verre borosilicate*. Celui-ci permet de concevoir des puces microfluidiques capables de résister à des pressions allant jusqu'à 200 bars et de travailler à des températures de 30 à 80°C [18].

- Le *PDMS* (polydiméthylsiloxane) qui est une solution de polymères capable de réticuler pour former un matériau souple et transparent. En microfluidique, ce matériau est généralement collé à une plaque de verre pour créer une puce microfluidique.

- La *NOA* (Norland Optical Adhesive) qui est une colle se trouvant sous forme liquide et pouvant être réticulé au rayonnement UV. En microfluidique, cette colle est généralement déposée sur du verre pour en faire une puce rigide et transparente [19].

A travers cette liste de matériaux, certains ne peuvent cependant pas être utilisés dans le cadre des expériences réalisées pendant cette thèse. Pour la fabrication d'un modèle avec des motifs plus ou moins fins et de l'ordre d'une quarantaine de microns, il est délicat d'employer du verre car les chemins seraient difficiles à graver. Pour le PDMS, même si ce matériau a l'avantage d'être facilement manipulable, il a cependant l'inconvénient d'être déformable, ce qui pose un problème, en cas de fortes pressions, pour un modèle devant mimer un milieu rigide. Le PDMS possède, de plus, la propriété d'être perméable, rendant l'expérience difficile si un fluide doit se trouver piégé pendant une longue durée. Pour ce qui est de la résine SU-8, des difficultés peuvent être rencontrées lors de la fermeture de la puce. En effet, le motif peut être gravé facilement sur le matériau par photolithographie. En revanche, il faut refermer l'ensemble par collage de ce même matériau. En vue de motifs pouvant s'avérer très fins, le collage peut alors devenir problématique.

Dans le cadre de ce travail de thèse, nous utiliserons de la NOA et du PMMA pour la conception du modèle microfluidique. En effet, ces matériaux ont comme avantage d'être rigides et transparents. Nous utiliserons la NOA comme base pour faire le motif par sa propriété d'être, à la base, liquide rendant un moulage de la géométrie plus facile. Cette résine est, de plus, imperméable, évitant les problèmes que nous aurions eu avec le PDMS. La NOA devient ensuite rigide, après insolation au UV, ce qui est idéal pour imiter une roche. La structure en NOA sera faite sur une base en PMMA, disposant de l'avantage d'être transparent et rigide. Cette structure va alors faire bénéficier la géométrie d'une étanchéité, par collage mécanique, et d'une résistance à de fortes pressions.

1.3 Ecoulement dans un milieu poreux.

1.3.1 Ecoulement dans un canal.

Dans un premier temps, nous allons considérer le cas simple d'un fluide newtonien monophasique incompressible circulant dans un canal microfluidique de section rectangulaire de largeur w et de hauteur h . Si nous nommons la densité de ce fluide ρ , sa viscosité μ , et sa vitesse \vec{u} , la dynamique d'un tel système est décrite par l'équation de Navier-Stokes [20] :

$$\rho \left(\frac{\partial \vec{u}}{\partial t} + (\vec{u} \cdot \vec{\nabla}) \vec{u} \right) = -\vec{\nabla} P + \rho \vec{g} + \mu \Delta \vec{u}, \quad (1.2)$$

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{u} = 0 \quad (1.3)$$

L'équation (1.2) n'étant pas linéaire, il est impossible à l'heure actuelle de la résoudre à la main. Cependant, celle-ci peut aussi se simplifier à travers certaines approximations. Effectivement, dans un milieu tel qu'un pore, nous pouvons comparer les forces capillaires avec les forces de pesanteur. Cela nous permet d'introduire le *nombre de Bond*, qui s'écrit comme le rapport des forces de pesanteur sur les forces capillaires. Si nous écrivons $\Delta\rho$ la différence de masse volumique entre deux milieux, ici l'eau et l'air, et dont la valeur vaut 10^3 kg.m^{-3} , L , une longueur caractéristique que nous pouvons associer à la largeur d'un

canal $\sim 100\mu\text{m}$ et γ , la tension de surface entre l'eau et l'air en présence de tensio-actifs, nous pouvons alors écrire le *nombre de Bond* comme :

$$Bo = \frac{\Delta\rho g L^2}{\gamma} \quad (1.4)$$

Ce nombre vaut alors 10^{-3} et la pesanteur représentée par le terme $\rho \vec{g}$ est alors négligeable. De plus, il est possible de comparer les forces d'inertie avec les forces visqueuses à travers le *nombre de Reynolds* :

$$Re = \frac{\rho U L}{\mu} \quad (1.5)$$

Or il se trouve que dans notre cas d'étude $Re < 10^{-2}$ ce qui veut dire que les forces d'inertie sont négligeables devant les forces visqueuses. Etant donné que nous travaillons en régime permanent, nous pouvons ainsi écrire (1.2) sous la forme :

$$\overline{\nabla \vec{P}} = \mu \Delta \vec{u} \quad (1.6)$$

Nous obtenons ainsi une équation linéaire nommée *équation de Stokes*. Si nous considérons un réseau poreux, de résistance hydraulique R_h , avec une entrée et une sortie et que nous y injectons un débit Q , la différence de pression ΔP entre les deux extrémités du système s'écrit :

$$\Delta P = R_h Q \quad (1.7)$$

Cette loi a une forte similitude avec la *loi de Darcy*, que nous allons voir dans la section sur un écoulement à l'échelle de Darcy, faisant le lien entre vitesse de fluide et différence de pression générée. Nous constatons alors que R_h est inversement proportionnel à la perméabilité du milieu κ , ce qui veut dire que la résistance hydrodynamique du milieu poreux est d'autant plus grande que κ est faible. Pour un canal de section rectangulaire :

$$\Delta P = \frac{a\mu L}{wh^3} Q, \quad (1.8)$$

où a est un coefficient dépendant du rapport d'aspect de la section du canal rectangulaire et dont la valeur est donné par la relation suivante [21] :

$$a = \frac{\pi^3}{8} \left(\frac{w}{h} \right)^2 \left(\sum_n \left(\frac{w}{h\pi n^4} - \frac{2}{\pi^2 n^5} \tanh \left(n\pi \frac{w}{2h} \right) \right) \right)^{-1} \quad (1.9)$$

1.3.2 Ecoulement à l'échelle de Darcy.

Loi de Darcy dans le cas monophasique.

Maintenant que nous avons défini ce qu'est un milieu poreux, il va nous falloir caractériser la physique des écoulements dans un tel système. Pour cela, il faut déterminer le lien entre un débit de fluide Q et ses pertes de charges $\overline{\nabla \vec{P}}$ dans un milieu poreux. Il

Milieu poreux	κ (en cm^2)
Graviers bien classés	$10^{-3} - 10^{-4}$
Roches fracturées	$10^{-3} - 10^{-6}$
Sables bien classés	$10^{-5} - 10^{-7}$
Tourbe	$10^{-7} - 10^{-8}$
Sables fins, limons	$10^{-8} - 10^{-11}$
Argiles stratifiées	$10^{-9} - 10^{-11}$
Calcaire	$10^{-12} - 10^{-13}$
Tuiles	$10^{-12} - 10^{-13}$
Granite	$10^{-14} - 10^{-15}$
Béton	$10^{-14} - 10^{-16}$

TABLE 1.2 – Liste de différentes valeurs de perméabilité de milieux [22]. Le terme *bien classés* signifie que les grains sont quasi-monodispersés, ils ont été triés au cours du transport et de la sédimentation.

se trouve qu'un débit peut s'écrire sous la forme $Q = \iint_{\Sigma} \vec{U}_{Darcy} \cdot \vec{d\Sigma}$ faisant intervenir U_{Darcy} appelée la *vitesse de Darcy*, s'exprimant par la loi de Darcy :

$$\vec{U}_{Darcy} = -\frac{\kappa}{\mu} \left(\vec{\nabla} P - \rho \vec{g} \right), \quad (1.10)$$

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{U}_{Darcy} = 0, \quad (1.11)$$

μ étant la viscosité du fluide en Pa.s, ρ sa masse volumique en $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ et κ , une grandeur que nous n'avons pas encore introduite et que l'on appelle la *perméabilité* (en m^2). Cette grandeur représente la capacité que possède un milieu poreux à laisser s'écouler un fluide à travers celui-ci. Nous pouvons en donner quelques valeurs à travers le tableau 1.2 [22, 23].

Par ailleurs, un milieu poreux est constitué, comme nous l'avons vu en début de chapitre, de zones vides et de zones solides. Il faut donc tenir compte de cet effet sur la vitesse. C'est pourquoi nous définissons la *vitesse interstitielle* \vec{v}_{int} , à partir de la vitesse de Darcy \vec{U}_{Darcy} et de la porosité du milieu ϕ , comme :

$$\vec{v}_{int} \sim \frac{\vec{U}_{Darcy}}{\phi} \quad (1.12)$$

Cette vitesse nous donne ainsi des valeurs plus réalistes par rapport à la vitesse de Darcy \vec{U}_{Darcy} où la totalité de la section Σ du milieu est considérée.

Loi de Darcy dans le cas diphasique.

Précédemment, nous avons introduit la loi de Darcy, permettant de décrire l'écoulement d'un fluide dans un milieu poreux. Nous allons, dans cette section, voir ce qu'il en est pour l'écoulement de deux fluides. En effet, considérons par exemple un milieu poreux saturé d'huile (o) et envahi par de l'eau (w). La perméabilité absolue du milieu est notée κ , la viscosité de l'huile μ_o et celle de l'eau μ_w . Dès lors que l'expérience commence, l'eau envahit le milieu poreux et de moins en moins de pores sont disponibles pour l'huile. Nous notons Q_w le débit d'eau, Q_o le débit d'huile, les vitesses de Darcy U_w et U_o , k_{rw} et k_{ro} , les perméabilités relatives de l'eau et de l'huile ainsi que P_w et P_o , les pressions dans l'eau et dans l'huile. L'équation de Darcy s'écrit alors sous la forme d'un système de deux équations :

$$\vec{U}_w = -\frac{\kappa k_{rw}}{\mu_w} \left(\vec{\nabla} P_w - \rho_w \vec{g} \right) \quad (1.13)$$

$$\vec{U}_o = -\frac{\kappa k_{ro}}{\mu_o} \left(\vec{\nabla} P_o - \rho_o \vec{g} \right) \quad (1.14)$$

Les saturations en eau et en huile sont notées S_w et S_o . La saturation d'un liquide dans le milieu poreux désigne le volume occupé par le fluide relativement au volume total des pores. Les saturations des fluides respectifs sont liées par :

$$S_w + S_o = 1 \quad (1.15)$$

Les perméabilités relatives dépendent des saturations de chacun des fluides. Si l'eau occupe l'intégralité du milieu, c'est-à-dire que $S_{wi} = 1$ alors $k_{rw} = 1$ et $k_{ro} = 0$. Ces perméabilités relatives se déterminent expérimentalement par des expériences d'injection en carottes (coreflooding). Les variations typiques de perméabilité sont représentées sur la figure 1.7.

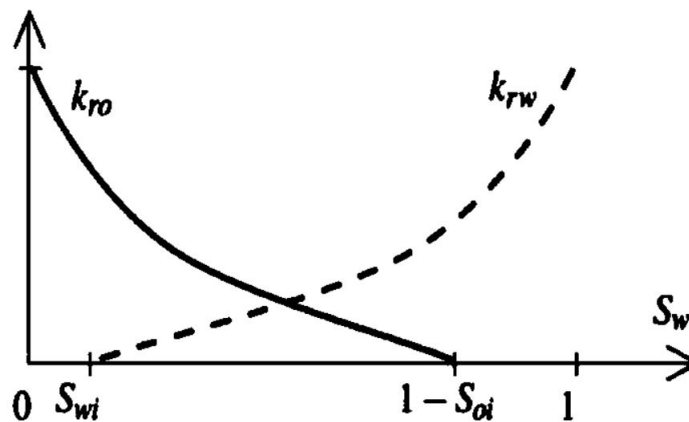


FIGURE 1.7 – Variations des perméabilités relatives de l'eau k_{rw} et de l'huile k_{ro} en fonction de la saturation en eau S_w dans le milieu.

k_{rw} s'annule pour une valeur non nulle S_{wi} . En effet, en-dessous de cette valeur seuil de saturation, l'eau ne peut pas former un chemin continu entre l'entrée et la sortie du milieu. De même pour l'huile, il faut une saturation minimum $1 - S_{oi}$ pour créer un chemin et mettre l'huile en mouvement.

Dans le cadre d'un écoulement diphasique, il existe une compétition entre les forces visqueuses F_v et les forces capillaires F_c . Pour caractériser si un écoulement est dominé par une de ces deux forces, on utilise un nombre caractéristique qu'est le *nombre capillaire* noté Ca et s'exprimant en fonction de trois grandeurs types qui sont la viscosité μ , la vitesse U et la tension de surface γ :

$$Ca = \frac{F_v}{F_c} = \frac{\mu U}{\gamma} \quad (1.16)$$

Pour de faibles débits d'injection, et donc de faibles nombres capillaires Ca , ce sont les forces capillaires qui dominent. Dans ce cas de figure, la dynamique d'écoulement est dirigée par la pression capillaire. La pression capillaire étant liée à la taille du pore, c'est l'hétérogénéité de taille du milieu qui est responsable des digitations. Le fluide s'écoule alors dans les pores où la pression capillaire est la plus faible. Ainsi, pour un débit d'injection donné, une partie de la fraction en huile est susceptible de rester piégée à travers les pores. On parle dans ce cas de fraction volumique en huile piégée. Comme le présente la courbe de la figure 1.8, sa valeur dépend du nombre capillaire Ca imposé.

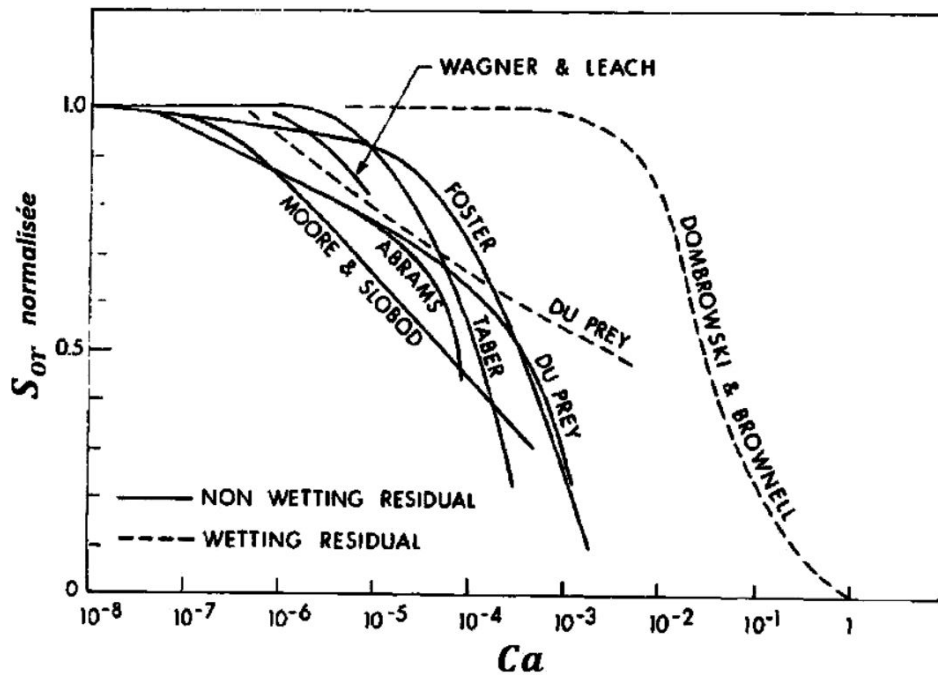


FIGURE 1.8 – Evolution de la saturation en huile piégée en fonction du nombre capillaire Ca imposé [24].

Pour tenir compte des changements de saturation en eau et en huile, les équations de conservation s'écrivent, pour un écoulement selon l'axe \vec{e}_x à travers une section Σ :

$$\phi\Sigma \frac{\partial S_w}{\partial t} + \vec{\nabla} \cdot \vec{U}_w = 0 \quad (1.17)$$

$$\phi\Sigma \frac{\partial S_o}{\partial t} + \vec{\nabla} \cdot \vec{U}_o = 0 \quad (1.18)$$

En négligeant la pesanteur dans ce problème, nous observons que les cinq équations (1.13), (1.14), (1.15), (1.17) et (1.18) contiennent six inconnues : Q_w , Q_o , S_w , S_o , P_w et P_o . Il nous faut donc une équation supplémentaire pour résoudre le système. Pour simplifier l'approche, le modèle de Buckley-Leverett consiste à négliger les effets capillaires et à considérer que la pression dans l'eau et dans l'huile sont égales [25], ce qui signifie $P_w = P_o = P$.

En introduisant le concept d'écoulement fractionné, Buckley et Leverett dérivent l'équation de la saturation en eau $S_w(x, t)$ pour obtenir l'équation de Buckley-Leverett :

$$\frac{\partial S_w}{\partial t} + U(S_w) \frac{\partial S_w}{\partial x} = 0, \quad (1.19)$$

avec

$$U(S_w) = \frac{Q_t}{\phi\Sigma} \left(\frac{df}{dS_w} \right) \quad (1.20)$$

Les solutions générales de l'équation de Buckley-Leverett sont de la forme $S_w(x, t) = S_w(x - U(S_w), t)$, ce qui montre que $U(S_w)$ est bien la vitesse du front entre les fluides à la saturation S_w . L'équation (1.20) donne la vitesse du front de saturation en eau et met en jeu le débit fractionné en eau f avec :

$$f = f(S_w) = \frac{Q_w}{Q_w + Q_o} = \frac{1}{1 + \frac{\mu_w k_{rw}}{\mu_o k_{ro}}} \quad (1.21)$$

1.3.3 Phénomènes capillaires.

Tension de surface.

Les molécules d'une phase condensée (solide ou liquide) sont soumises à des forces cohésives avec leurs voisins comme le représente la figure 1.9 à gauche. Créer une interface revient à perdre une partie de cette énergie de cohésion. Cette énergie à payer est l'énergie de surface E_s , proportionnelle à l'aire de l'interface Σ et à un coefficient γ nommé *tension de surface* s'exprimant en mN.m^{-1} :

$$E_s = \gamma\Sigma \quad (1.22)$$

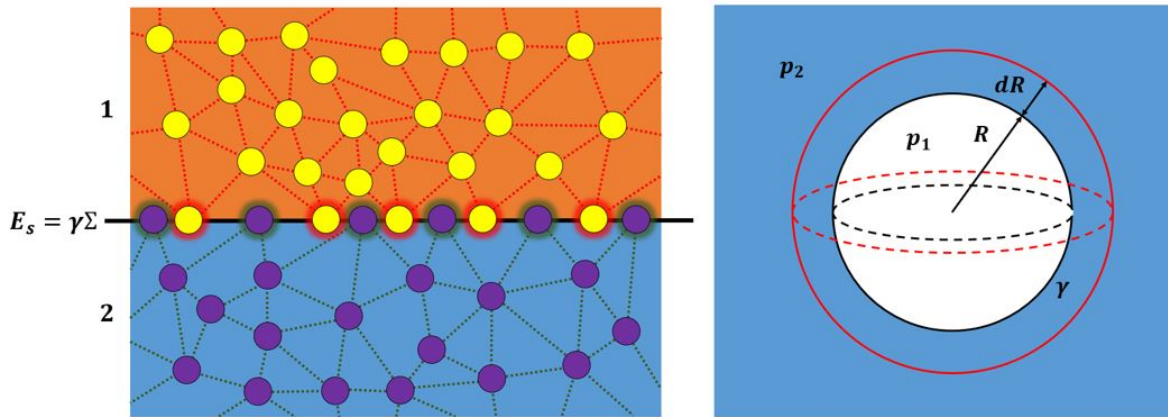


FIGURE 1.9 – Schéma de deux fluides non-miscibles avec des molécules plus énergétiques à l'interface.

La tension de surface est à l'origine d'effets capillaires qui sont omniprésents à l'échelle submillimétrique : formation de gouttes de pluie, imprégnation des matériaux poreux ou sustentation d'insectes à la surface d'une mare. Considérons maintenant une bulle de gaz (1) en équilibre avec une phase liquide (2), représenté sur la figure 1.9 à droite, et négligeons les forces gravitationnelles. La bulle adopte une forme sphérique pour minimiser son énergie de surface. La courbure de la surface traduit une différence de pression entre la phase liquide et la phase gaz. Cette différence de pression entre deux interfaces a été étudiée par Laplace au début du 19e siècle. Notons γ , la tension de surface entre les deux phases, la variation d'énergie du système due à la variation de volume de la bulle est alors décrite par :

$$\delta W = -p_2 dV_2 - p_1 dV_1 + \gamma d\Sigma \quad (1.23)$$

Les deux premiers termes représentant les variations d'énergie de chaque fluides dues à leur variation de volume $dV_1 = 4\pi R^2 dR = -dV_2$, et le dernier terme, la variation de l'énergie de surface avec $d\Sigma = 8\pi R dR$. L'équilibre thermodynamique ayant lieu à $\delta W = 0$, nous obtenons la relation suivante :

$$\Delta p = p_1 - p_2 = \frac{2\gamma}{R} \quad (1.24)$$

Cette expression est appelée équation de Young-Laplace, établie en 1805 [26]. R est appelé le *rayon de courbure* et dans le cas général cette équation s'écrit :

$$\Delta p = \gamma C \quad (1.25)$$

C s'appelant la *courbure* de l'interface entre le fluide 1 et 2. Cette différence de pression entre deux phases est appelée *pression capillaire* ou *pression de Laplace*.

Le mouillage.

Le mouillage est l'étude de l'étalement d'un liquide sur un substrat solide ou liquide. Pour définir un état de mouillage il convient de caractériser un système composé de trois phases en équilibre thermodynamique. L'étude du système, substrat (noté S), phase liquide (noté L) et phase vapeur (noté V) aide à comprendre les mécanismes en jeu. Lorsque l'on dépose une goutte de phase L sur le substrat S immergé où coexiste la phase V , deux états de mouillage peuvent exister. Si la goutte ne s'étale pas et forme un angle macroscopique avec la surface S alors on parle de *mouillage partiel*. En revanche, si la goutte s'étale pour former un film macroscopique homogène sur la surface alors on parle de *mouillage total*. Il existe un troisième type de mouillage, le *mouillage pseudo-partiel*. Il décrit la situation où le liquide L crée un film microscopique sur la surface S et il existe un angle macroscopique. Ces différentes situations sont décrites sur la figure 1.10.

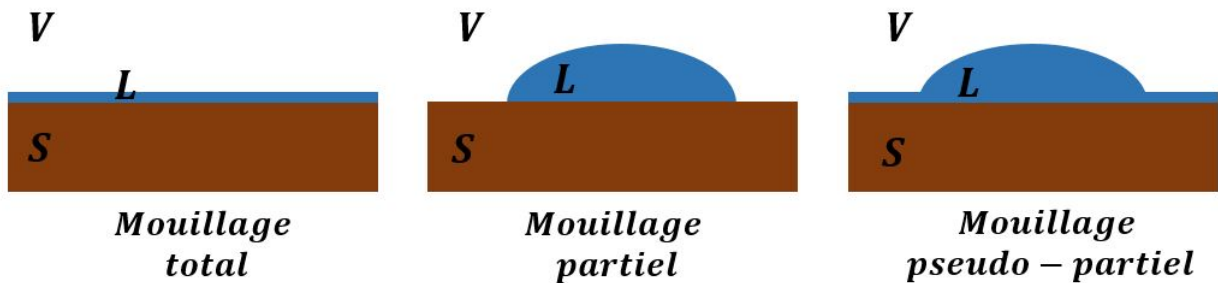


FIGURE 1.10 – Schéma des différents types de mouillage.

Pour définir un état de mouillage on considère un paramètre d'étalement S . Pour le calculer, on réalise un bilan des tensions de surfaces intervenant dans l'équilibre de la goutte. La tension de surface γ_{12} d'une interface entre une phase 1 et une phase 2 représente l'énergie libre nécessaire pour augmenter d'une unité d'aire cette interface. On considère ainsi trois tensions de surface représentées sur la figure 1.11 à gauche, avec γ_{SV} , la tension de surface solide-vapeur, γ_{SL} , la tension de surface solide-liquide et γ_{LV} , la tension de surface liquide-vapeur.

Le paramètre d'étalement S est alors défini comme :

$$S = \gamma_{SV} - \gamma_{SL} - \gamma_{LV} \quad (1.26)$$

Dans le cas du mouillage partiel, $S < 0$. Une goutte de liquide déposée sur une surface fait alors un angle de contact θ avec la surface. La loi de Young [27] relie les tensions de surface du système et cet angle de contact à l'équilibre :

$$\cos \theta = \frac{\gamma_{SV} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LV}} \quad (1.27)$$

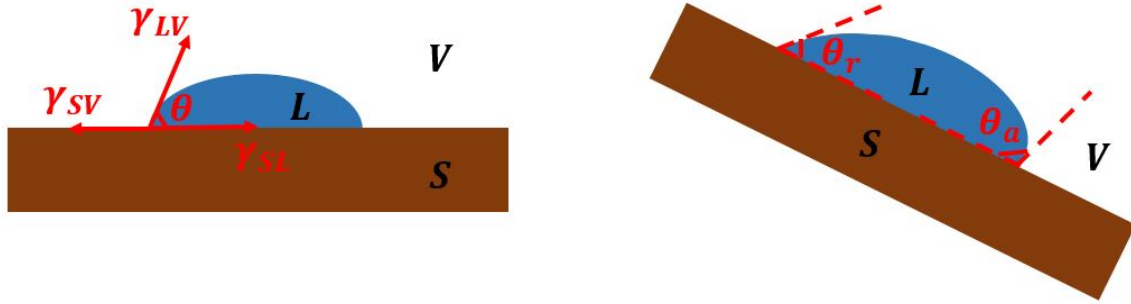


FIGURE 1.11 – A gauche : Schéma d’une goutte en mouillage partielle. A droite : Schéma d’une goutte sur un plan incliné.

Si cette goutte est posée sur une surface en pente, elle va glisser avec un angle d’avancée θ_a en aval et avec un angle de reculée θ_r en amont, différent de θ_a comme cela est décrit sur la figure 1.11 à droite. Cette différence entre les angles d’avancée et de reculée est appelée *hystérésis de l’angle de contact*. Il est caractéristique de l’état de la surface. Pour une surface très propre la différence entre les deux angles sera petite (5 à 20°).

Pression capillaire.

Pour un écoulement diphasique en milieux poreux, l’angle de contact intervient dans la définition de la pression capillaire. En considérant un pore de rayon r et une interface faisant un angle de contact θ avec la surface, comme le décrit la figure 1.12, la pression capillaire dans ce pore est alors :

$$p_c = \frac{2\gamma}{r} \cos \theta \tag{1.28}$$

En milieux poreux, si le fluide en place est poussé par un fluide mouillant alors on est dans le cadre de l’*imbibition*. En revanche, si le fluide en place est non-mouillant on réalise une expérience de *drainage*.

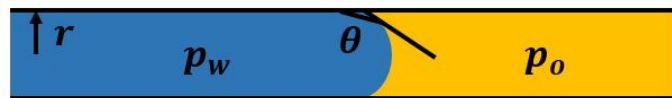


FIGURE 1.12 – Schéma de l’interface eau/huile dans un pore avec surface mouillante pour la phase huile.

1.3.4 Phénomènes de digitation en milieu poreux.

Digitation capillaire.

Dans le cadre du *drainage*, pour que le fluide pousseur envahisse un pore donné, la différence de pression ΔP due aux forces visqueuses doit être supérieure à la pression capillaire p_c dans ce pore. Il s’agit également de tenir compte des hétérogénéités de taille du milieu. La pression capillaire à franchir n’est donc pas la même dans tout le milieu poreux

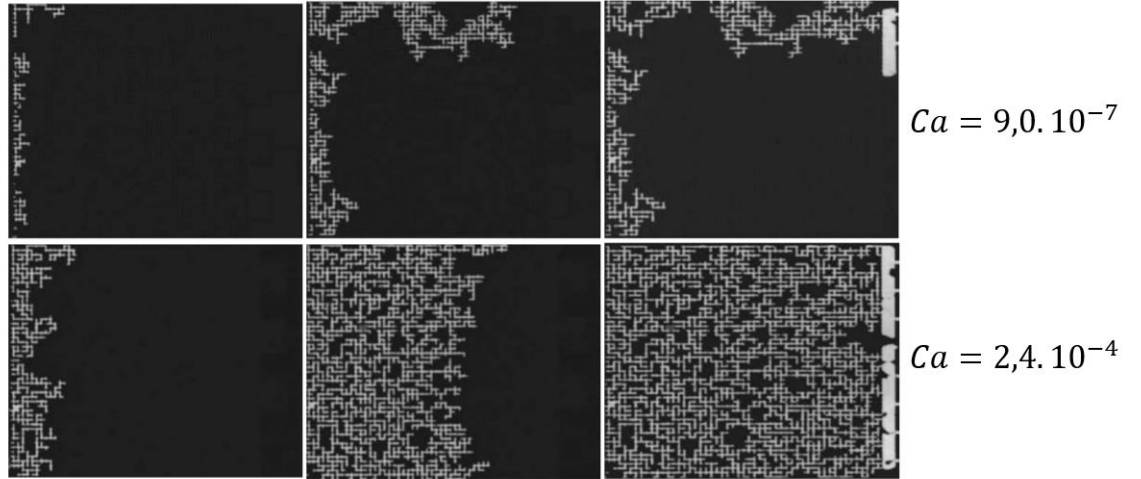


FIGURE 1.13 – Ecoulements d’une huile fluorée de la gauche vers la droite dans un milieu poreux en PDMS rempli d’eau [28].

en raison de l’hétérogénéité des tailles de pores. Le fluide pousseur crée un chemin de pores connectés jusqu’à atteindre la sortie du milieu poreux : c’est la *percolation*. La taille des doigts de digitation d’invasion est décrite par un mécanisme d’invasion percolation [29]. Au fur et à mesure, l’interface se déplace de proche en proche et envahit le pore qui a la pression capillaire la plus faible. Le processus est valable jusqu’à ce que le fluide pousseur ait percolé, c’est-à-dire que la phase ait créé un chemin direct entre l’entrée et la sortie. Pour l’*imbibition*, au contraire, le fluide pousseur envahit prioritairement les pores les plus petits.

Dans des expériences de Cottin et al [28], il a été observé, comme sur la figure 1.13, que de la digitation capillaire a lieu pour $Ca \sim 10^{-6}$ (drainage). Cependant, une augmentation du nombre capillaire Ca aux alentours de 10^{-4} réduit ce phénomène de digitation. Il se trouve, en effet, que dans ce deuxième cas de figure, les forces de pression imposées par l’écoulement du fluide sont supérieures à la pression capillaire dans tout le milieu.

Digitation visqueuse.

Cette instabilité a été largement étudiée dans la littérature, en cellule de Hele-Shaw notamment, où elle est connue sous le nom d’*instabilité de Saffman-Taylor* [30–32]. Le mécanisme est différent de la digitation capillaire. Alors que cette dernière est due à la pression capillaire p_c plus ou moins favorable à l’écoulement suivant la taille des pores, la digitation visqueuse se produit lorsqu’un fluide 1, de viscosité μ_1 , pousse un fluide 2, de viscosité $\mu_2 > \mu_1$ [33]. Pour un même gradient de pression, il se trouve que certains points de l’interface entre le fluide 1 et 2 vont avoir des valeurs de vitesse supérieures à la vitesse moyenne des points de cette interface. Il en résulte alors la formation de doigts de fluide 1 dans le fluide 2, de taille caractéristique $\lambda = w/W$ où w est la largeur du doigt et W la largeur de la cellule de Hele-Shaw. Des expériences ont montré que λ décroît en fonction du nombre capillaire imposé Ca et atteint une valeur asymptotique de 0,4 comme le montre les photos situées en figure 1.14 [30,34].

Dans le cadre d'étude en milieux poreux, il faut prendre en compte que des portions de fluide peuvent être prisonnières à travers les pores. Homsy et al ont réfléchi à cette question en 1987 [35] en raisonnant à partir de la viscosité du fluide pousseur μ_1 , de sa perméabilité relative k_{r1} ainsi que celles du fluide poussé μ_2 et k_{r2} . Ils mirent en évidence qu'il se produit de la digitation visqueuse si :

$$\frac{\mu_1}{k_{r1}} < \frac{\mu_2}{k_{r2}} \quad (1.29)$$

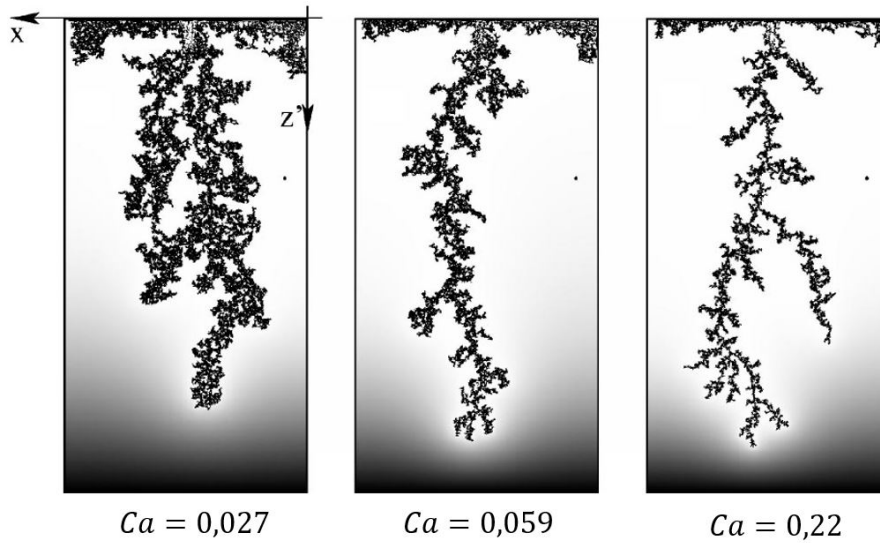


FIGURE 1.14 – Photos d'une digitation visqueuse en milieu poreux lors d'une augmentation du nombre capillaire Ca [34].

Le modèle DLA (Diffusion Limited Aggregation) introduit en 1984 par Patterson fait une analogie entre les phénomènes d'agrégaions limités par la dilution et la digitation visqueuse dans les milieux poreux [36]. Des travaux tels que ceux de Lovoll et al ont permis de vérifier cette théorie expérimentalement [34]. Ils ont effectivement considéré un écoulement diphasique pour lequel le rapport de viscosité est largement défavorable ($\mu_1/\mu_2 \ll 1$). Les figures de digitations visqueuses se développent à partir d'un nombre capillaire critique $Ca_c \sim 10^{-2}$ comme nous pouvons le voir sur la figure 1.14.

Diagramme de Lenormand.

En réalisant des expériences de drainage en micromodèles, les travaux de Lenormand et al ont permis de définir de façon qualitative des régimes d'invasion en fonction de paramètres de contrôle, c'est-à-dire $M = \mu_1/\mu_2$ et Ca [37–39]. Dans ces expériences, systématiquement un fluide non-mouillant est piégé dans un réseau modèle de pores connectés à deux dimensions. Cette phase est alors envahie par un fluide immiscible à débit ou gradient de pression imposé. Les situations caractéristiques sont recensées dans un diagramme de phase où l'axe des abscisses représente le paramètre M et l'axe des ordonnées représente le nombre capillaire Ca . Les simulations numériques et expériences amènent à décrire trois régimes d'invasion comme représentés sur la figure 1.15

- $M > 1$ et $Ca < 10^{-4}$: Dans ce cas, l'écoulement est piloté par la taille des pores. Seuls les pores les plus gros sont envahis et on observe des digitations capillaires (drainage). Les forces visqueuses sont négligeables dans les deux fluides.

- $M < 1$ et $Ca > M$: Le fluide en place est donc plus visqueux que celui qui le pousse. On observe la formation de digitations visqueuses. La perte de charge dans le fluide pousseur est négligeable.

- $M > 1$ et $Ca > 1$: Dans ce cas, l'invasion se fait selon un front compact. Les forces capillaires sont faibles et la perte de charge dans le fluide pousseur est négligeable.

- $M < 1$ et $Ca > M$: Les forces de pression induit par les forces visqueuses deviennent suffisamment importantes devant la pression capillaire.

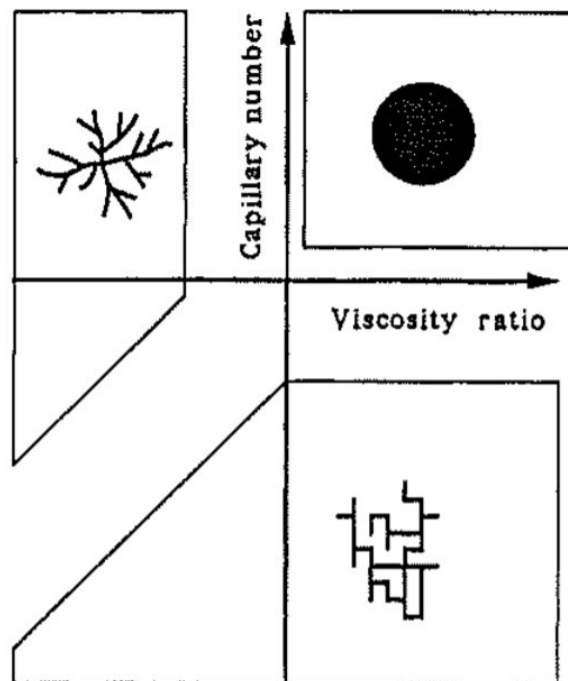


FIGURE 1.15 – Diagramme de Lenormand représentant les trois différents cas d'écoulement pouvant se produire suivant les valeurs de $M = \mu_1/\mu_2$ et de Ca [38].

Il existe un diagramme similaire [39] dans lequel est représenté un quatrième domaine en-dessous de la digitation capillaire par drainage. Il s'agit de l'imbibition mais nous ne nous intéressons pas à cet effet dans ce manuscrit.

Application à la récupération assistée du pétrole (EOR).

À l'état naturel, le pétrole se trouve imbibé à l'intérieur d'un milieu poreux. La première étape d'extraction est alors de procéder à un forage vers le puit de pétrole. Ce dernier se trouvant sous pression dans le sous-sol, va être éjecté vers le milieu extérieur. Une fois cette étape terminée, de l'huile va par la suite restée piégée au sein du milieu. C'est

dans une deuxième étape que de l'eau est injectée pour en extraire l'huile résiduelle. Cependant, cette étape ne suffit pas pour que le rendement en récupération soit total. La phase organique reste effectivement prisonnière de certains pores à cause de la pression capillaire p_c trop importante pour le dépiégeage. Une solution de tensio-actif est donc envoyée dans le milieu pour faire baisser la tension de surface entre le fluide pousseur et le fluide poussé et ainsi diminuer la pression capillaire p_c . Une autre problématique est alors celui de la digitation, évoquée précédemment, pouvant se produire. Ce phénomène induit la propagation d'un front de tensio-actifs non-homogène, devenant nuisible à l'extraction de la phase résiduelle.

Comme nous l'avons vu précédemment à travers le diagramme de Lenormand, il existe deux manières d'éviter le phénomène de digitation. La première est de faire en sorte que la viscosité du fluide pousseur soit élevée devant celle du fluide poussé. La deuxième manière est d'injecter le fluide pousseur à haut débit d'injection. Pour augmenter la viscosité du fluide à injecter, des solutions de polymères sont utilisées et peuvent être complétées par la présence de tensio-actifs.

Une autre solution est d'utiliser de la mousse comme fluide poussant. Celui-ci possède la propriété d'avoir une viscosité effective élevée devant celle de l'eau [40]. De plus, les bulles contenues dans la mousse ont pour propriété de bloquer certains passages dans le milieu poreux, augmentant localement, pour un débit d'injection donné, la vitesse et le nombre capillaire d'écoulement Ca dans les pores voisins. C'est à ce comportement d'écoulement que nous nous intéressons dans ce manuscrit.

1.4 Les mousses.

Une mousse est une dispersion d'air dans de l'eau [41]. Suivant l'importance de la fraction volumique en gaz contenue dans celle-ci, les bulles peuvent être sphérique ou polyédriques. Les films de liquides entre bulles ainsi formés se nomment films de mousse ou lamelles. Pour des mousses polyédriques, les films se connectent les uns aux autres par des bords de Plateau.

Ce genre de système physique est métastable, c'est-à-dire que leur stabilité est éphémère au cours du temps. Les interfaces vont alors se rompre jusqu'à ce que la mousse disparaisse complètement pour ne former qu'une seule interface eau/air, moins énergétique. Il se produit généralement du *drainage*, c'est-à-dire que l'eau, contenue dans les films et les bords de Plateau, va s'écouler vers le bas sous l'effet de la gravité. Les films vont alors devenir de plus en plus fins jusqu'à disparaître de deux manières différentes.

Le premier processus est le *mûrissement d'Oswald*. Il s'agit d'un transfert de gaz d'une bulle à une autre par diffusion à travers les films. Les petites bulles où la pression est la plus importante, due à la pression de Laplace, vont alors se vider dans les grosses bulles.

Le deuxième mécanisme de destruction est la *coalescence*. Il s'agit d'une rupture de film entre deux bulles. Elle est principalement gouvernée par la fraction liquide. Il a été vérifié expérimentalement qu'en dessous d'une certaine fraction en liquide, ce mécanisme a une

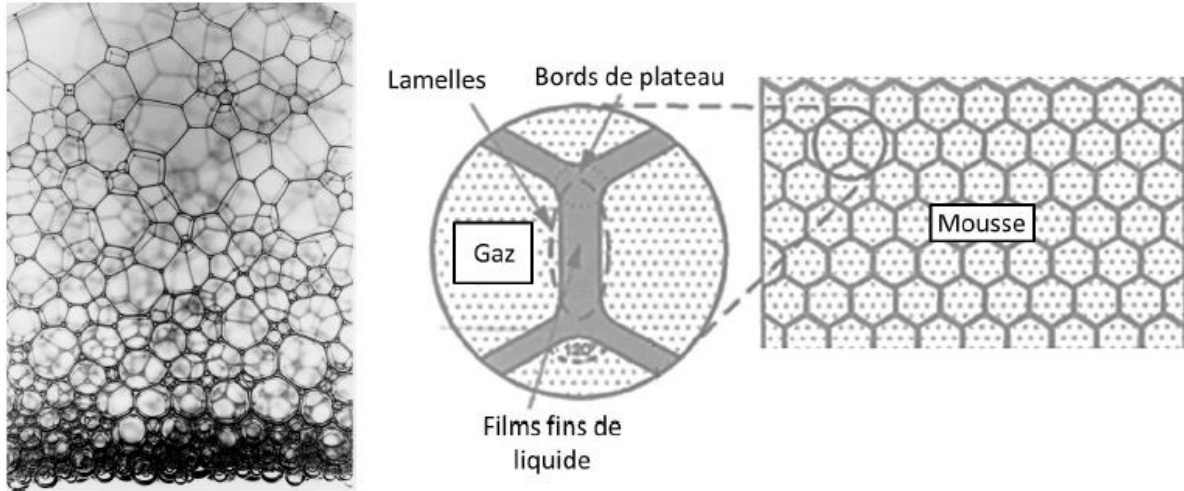


FIGURE 1.16 – A gauche : Photo d'une mousse. A droite : Schéma d'une mousse polyédrique ainsi que des films et bords de Plateau.

forte probabilité d'avoir lieu [42, 43]. Cela ne dépend pas de la taille des bulles mais de la nature des tensio-actifs utilisés ainsi que leur concentration.

1.5 Formation d'une mousse dans un milieu poreux.

Au cours de cette partie, nous allons étudier les mécanismes de formation d'une mousse au sein d'un milieu poreux. Selon une étude de Kovscek et al réalisé en 1993, il existe trois mécanismes de formation de mousse dans un milieu poreux [44]. Le premier est le *snap-off*, où l'air subit un étranglement entre deux pores [44] [14]. Le deuxième mécanisme est la *division*, marquée par la section d'une bulle en deux due à la présence d'un obstacle. Le troisième mécanisme est le *leave-behind* où deux ménisques d'air vont s'écouler à proximité d'un obstacle, piégeant entre deux solides, une portion de liquide, formant ainsi un film mince. Les détails de ces trois mécanismes sont répertoriés sur la figure 1.17. Dans un premier temps, la formation d'une mousse sera étudiée à l'échelle d'un canal puis à l'échelle du milieu poreux.

1.5.1 Formation dans un canal.

Mécanisme de "snap-off".

Le mécanisme de snap-off est, comme cela a été dit auparavant, une bulle s'infiltrant dans une constriction qui, à partir d'une certaine longueur d'infiltration, va y subir un pincement de la phase avoisinante pour former une interface [46]. Il va en découler la formation d'un ménisque. Gauglitz et al mettent en évidence en 1989 que le nombre capillaire Ca joue un rôle important dans ce mécanisme [47] [48]. Ils constatent que le temps caractéristique τ_b pour que le snap-off ait lieu diminue au fur et à mesure que Ca augmente. Pena et al notent aussi qu'une diminution du nombre capillaire Ca favorise le snap-off [45]. Ils ajoutent aussi qu'en plus de ce paramètre, il est nécessaire de prendre en compte le rapport des viscosités μ_d/μ_c de la phase dispersée et de la phase continue. Une

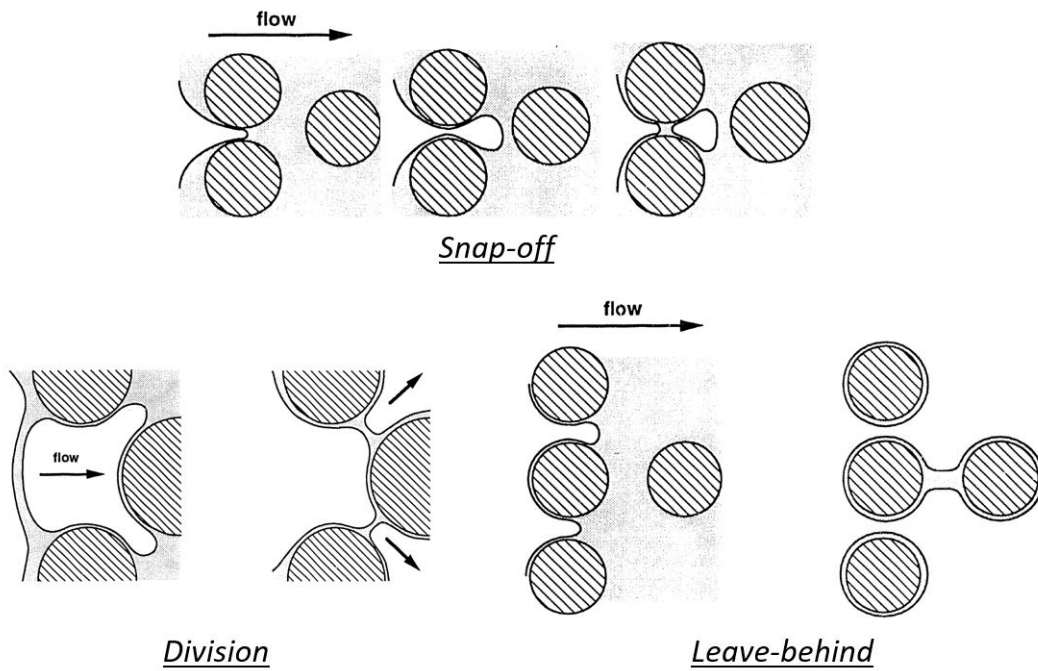


FIGURE 1.17 – Schéma des trois différents mécanismes de formation d’une mousse dans un milieu poreux [44].

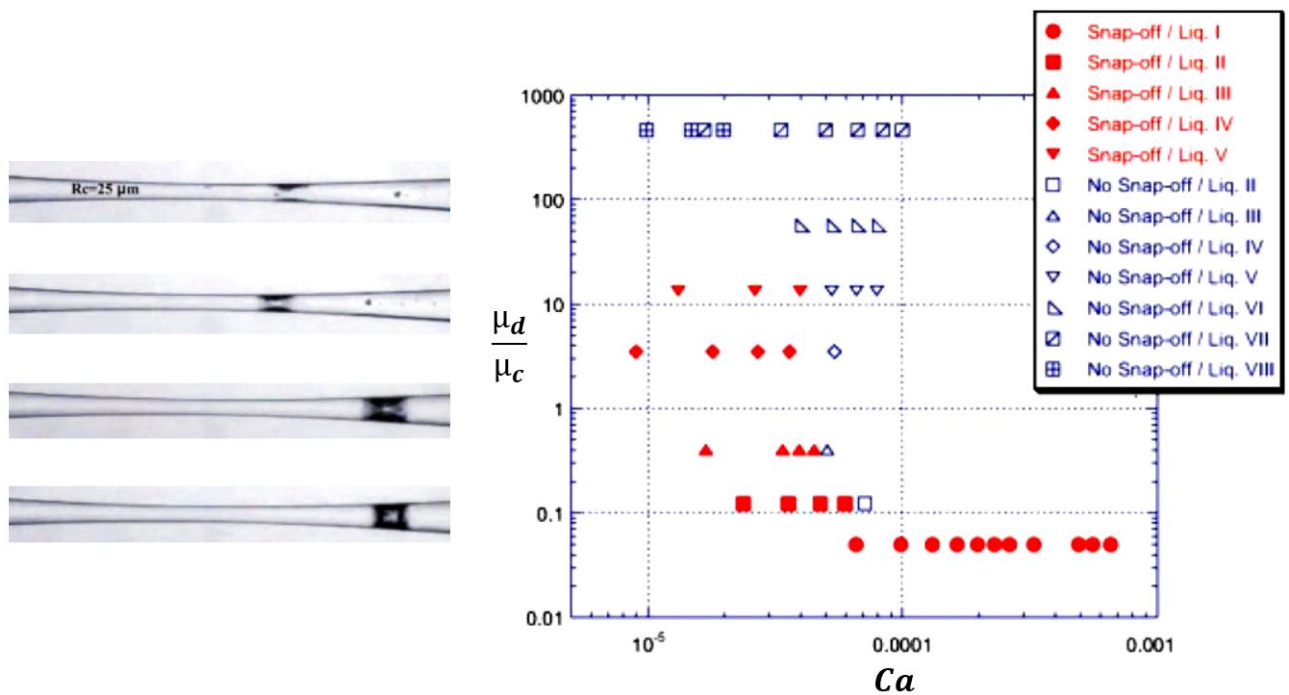


FIGURE 1.18 – A gauche : Expérience de snap-off dans un capillaire avec formation d’un ménisque d’eau dans de l’huile. A droite : Diagramme de phase $(Ca, \mu_d/\mu_c)$ correspondant à cette expérience [45].

diminution de ce paramètre entraîne effectivement des phénomènes de snap-off. Des séries de mesures ont été ainsi faites sur de l'huile dans de l'eau. Des formations de ménisques par snap-off sont alors observées dans un capillaire avec constriction. Les résultats sont dès lors réunis dans le diagramme de phase représenté sur la figure 1.18. Il met aussi en évidence que pour de faibles rapports de viscosité ($\sim 10^{-2}$), des snap-off peuvent se produire pour toute une gamme de Ca ($10^{-5} - 10^{-3}$). En revanche, pour des rapports de viscosité de plus en plus importants, les gammes de Ca , où les snap-off se produisent, deviennent de plus en plus restreintes jusqu'à ce que les formations de ménisques ne se produisent plus quel que soit la valeur de Ca .

Mécanisme de division.

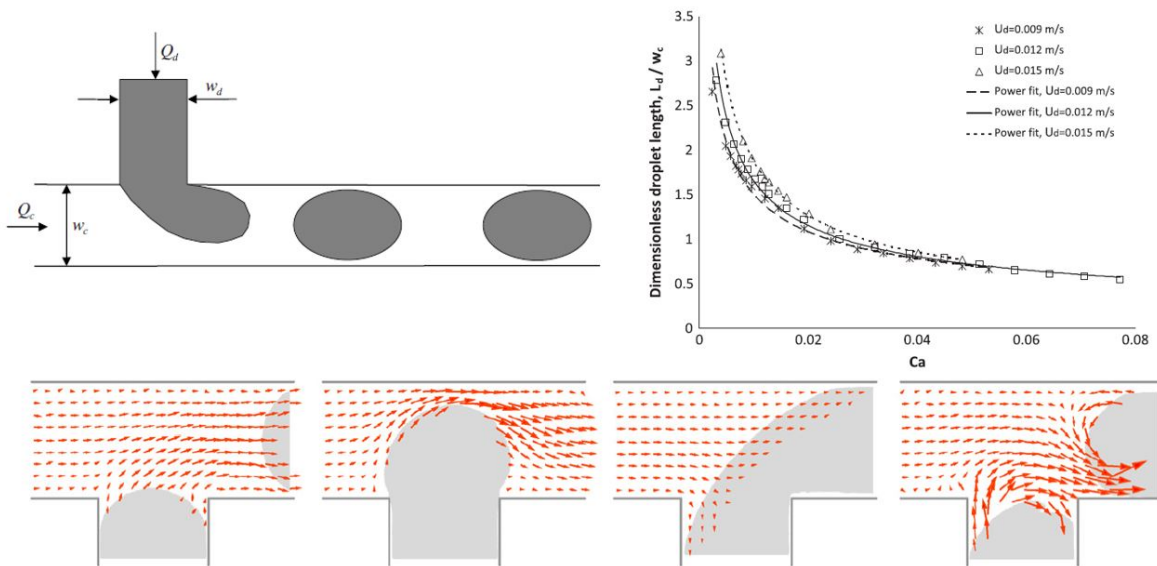


FIGURE 1.19 – En haut : Représentation d'une jonction T (à gauche) et allure de la longueur de goutte formée suivant Ca [49, 50]. En bas : Mécanisme de brisure de goutte par étranglement de la phase (d) par la phase (c) pour $Ca < 1,8 \cdot 10^{-2}$ [51].

Dans la communauté microfluidique, des expériences ont été faites dans des circuits en T ou en Y pour étudier la formation de bulles ou de gouttes afin d'étudier leurs conditions de formation et leur taille. Dans la suite de cette partie, nous élaborerons les conventions suivantes. Nous désignons par l'indice (d) la phase se faisant disperser et l'indice (c) pour la phase continue. Ainsi, nous pouvons désigner les différentes variables en jeu dans le tableau 1.3.

Dans des canaux microfluidiques en Y et en T, des études de co-écoulement de fluides (c) et (d). Il a été noté une dépendance en Q_d/Q_c dans ce problème [49, 51, 52, 52–60]. En effet, il se trouve que pour des débits Q_c très petits devant Q_d , aucune dispersion n'est observée. En revanche, au fur et à mesure que Q_c prend des valeurs importantes devant Q_d , de la dispersion de la phase (d) dans la phase (c) apparaît progressivement.

Q_d/Q_c	Rapport des débits des différentes phases.
μ_d/μ_c	Rapport des viscosités des différentes phases.
θ	Angle de contact entre le solide et la phase (d) (en $^\circ$).
$Ca = \frac{\mu_c U_c}{\gamma}$	Nombre capillaire.
	Géométrie du système.

TABLE 1.3 – Liste des différents paramètres entrant en jeu dans les formations de gouttes/bulles en système microfluidique.

De plus, Garstecki et al ont mis en évidence que le nombre capillaire Ca représente un autre paramètre de contrôle dans le mécanisme de division [55]. Ils expliquent que cela se produit de deux façons suivant la valeur de Ca . Pour $Ca > Ca_c$, il s'agit de la phase (c) qui vient arracher la goutte de fluide (d) au niveau de la jonction. Nous sommes donc dans un régime gouverné par les forces visqueuses. En revanche, pour $Ca < Ca_c$, le mécanisme devient différent. Dans cette gamme de nombre capillaire, la phase (d) entre dans le canal principal, ce qui en augmente la résistance hydraulique au sein de ce dernier. Par conséquent, la pression P_c , à l'intérieur de la phase continue augmente et devient plus importante que la pression P_d dans l'autre phase. Il en résulte que cette phase subit un étranglement pour former une goutte comme cela est représenté sur la figure 1.19 en bas [51].

Liu et al, à travers des simulations numériques, évaluent ce nombre capillaire critique Ca_c à $1,8 \cdot 10^{-2}$ [49]. Si nous désignons d , le diamètre de la bulle/goutte formée, nous pouvons dire qu'il s'écrit sous la fonction suivante :

$$d = f \left(Ca, \frac{Q_d}{Q_c}, \frac{\mu_d}{\mu_c}, \theta \right) \quad (1.30)$$

Ainsi, Liu et al soulignent que plus Ca augmente et plus d décroît jusqu'à une valeur critique correspondant à la largeur du canal comme sur la figure 1.19 en haut à droite. Ce point a aussi été vérifié expérimentalement [61–63]. Liu et al ajoutent que pour $Ca > Ca_c$, le diamètre des gouttes diminuent si μ_d/μ_c augmente. De plus, ils soulignent que la mouillabilité n'a pas d'influence dans ce genre de régime. En revanche dans le régime $Ca < Ca_c$, les brisures dépendent à la fois du rapport de viscosité μ_d/μ_c et de l'angle de contact θ entre la phase (d) et le solide. Il se trouve que la taille d décroît quand l'angle de contact θ augmente et quand μ_d/μ_c diminue. Bashir et al précisent que d diminue si θ est de plus en plus important et ceux jusqu'à une valeur $\theta \sim 145^\circ$ [50]. Au-delà de cet angle, d ne dépend ni de θ , ni de μ_d/μ_c . L'ensemble est résumé dans le tableau 1.4.

$Ca < 1,8 \cdot 10^{-2}$		$Ca > 1,8 \cdot 10^{-2}$
$0^\circ \leq \theta \leq 145^\circ$	$145^\circ \leq \theta \leq 180^\circ$	$\forall \theta$
$Ca \nearrow \implies d \searrow$	$Ca \nearrow \implies d \searrow$	$Ca \nearrow \implies d \searrow$
$\frac{Q_d}{Q_c} \searrow \implies d \searrow$	$\frac{Q_d}{Q_c} \searrow \implies d \searrow$	$\frac{Q_d}{Q_c} \searrow \implies d \searrow$
$\frac{\mu_d}{\mu_c} \searrow \implies d \searrow$	$\forall \frac{\mu_d}{\mu_c} \implies d = \text{constant.}$	$\frac{\mu_d}{\mu_c} \nearrow \implies d \searrow$
$\theta \nearrow \implies d \searrow$	$\forall \theta \implies d = \text{constant.}$	$\forall \theta \implies d = \text{constant.}$

TABLE 1.4 – Tableau récapitulatif de l'influence des différents paramètres sur les brisures.

1.5.2 Formation dans un milieu poreux.

Au fur et à mesure que les bulles progressent dans le milieu poreux, celles-ci vont se diviser jusqu'à avoir une taille spécifique. Kavscek et al mettent en évidence que les bulles cessent de se briser lorsque leur taille avoisine la dimension des pores [44]. M.-C. Jullien et al constatent dans des expériences microfluidiques de brisure de gouttes dans une jonction T que la probabilité d'une division diminue lorsque la taille des gouttes est proche de la largeur des canaux [63]. De nombreuses études ont aussi été faites dans le domaine des membranes. Il a été observé dans des expériences de brisure de gouttes à travers des membranes, composées de nombreux pores, que :

$$d = \alpha d_p, \quad (1.31)$$

avec d , le diamètre moyen des gouttes en sortie de membrane, d_p le diamètre des pores et α , un coefficient de proportionnalité valant entre 2 et 10 [64–69]. Gomaa et al [64] précisent que ce coefficient α décroît avec le nombre capillaire Ca jusqu'à tendre vers un palier $\sim 0,5 - 1$. Ces valeurs de palier dépendent de la tension de surface γ entre les deux fluides, c'est-à-dire de l'huile émulsionnée dans de l'eau pour leurs expériences [64]. Gomaa et al ont effectivement montré qu'en baissant la tension de surface entre l'eau et l'huile à l'aide de nanoparticules hydrophobes, l'émulsion se forme plus facilement [64]. Yu et al ont confirmé cette dernière remarque avec une mousse formée à base d'eau et de CO_2 [70]. Ils ont constaté que la mousse se forme beaucoup plus facilement en utilisant des nanoparticules hydrophobes aux interfaces.

De plus, des observations soulignent qu'à faible nombre capillaire Ca , la dynamique de gouttes est marquée par de la rétention et la membrane n'a qu'un rôle de filtre. Cet effet est dû au fait que le diamètre des gouttes est plus élevé que la taille des pores. Par conséquent, la différence de pression ΔP à fournir par l'écoulement doit être supérieure à la pression capillaire p_c [71, 72]. Pour une membrane dont le diamètre des pores vaut $10,7 \mu\text{m}$, $p_c \sim 1 \text{ kPa}$ amenant à un $Ca_c \sim 10^{-6}$.

En revanche, comme le représente la figure 1.20, il se trouve que les gouttes viennent se diviser à travers la membrane à partir d'une gamme de nombres capillaires $Ca \sim$

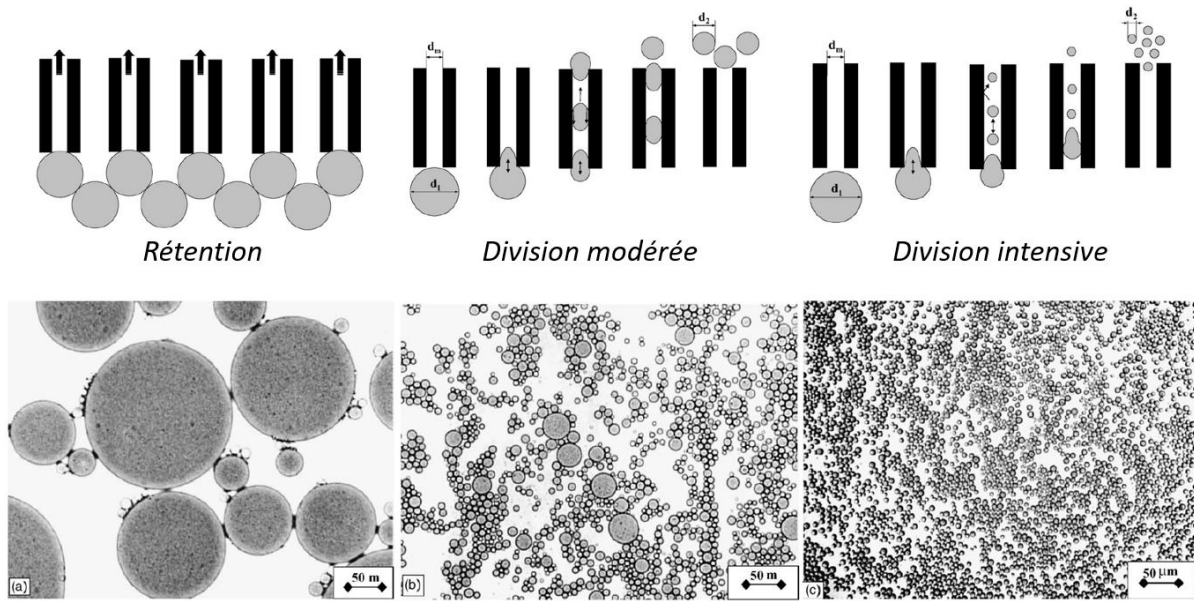


FIGURE 1.20 – En haut : Schéma des trois principaux modes d’écoulement de gouttes à travers les pores d’une membrane. En bas : Photos d’émulsion en sortie de membrane au fur et à mesure qu’on augmente Ca [71].

$2,78 \cdot 10^{-5} - 5,56 \cdot 10^{-4}$ formant un ensemble de gouttes de taille hétérogène. Cette distribution s’homogénéise lorsque Ca prend des valeurs de plus en plus élevées [64, 66, 67, 73]. A l’échelle d’un milieu poreux, Géraud et al ont confirmé qu’au fur et à mesure que le nombre capillaire Ca augmente, les bulles se divisent progressivement dans le milieu poreux comme cela est représenté sur la figure 1.21 [74]. Si nous revenons aux membranes, Vladislavljovic et al ajoutent que pour obtenir une distribution en taille de gouttes de plus en plus homogène, il faut alors que ces dernières fassent des aller-retours à travers la membrane (5 à 6 aller-retours environ pour les gammes de Ca évoquées) [71]. Cette logique est confirmée si l’étude est élargie sur les milieux poreux. En effet, nous pouvons comparer un milieu poreux à une succession de membranes. Dans ce cas, avancer dans un milieu poreux reviendrait à franchir une série de membranes. En suivant cette logique, si une mousse ou une émulsion dont les tailles de bulles/gouttes sont polydisperses, nous devrions arriver à une distribution de plus en plus homogène. C’est ce qu’ont montré des expériences dans des puces microfluidiques ou dans des colonnes d’extraction [59, 74, 75]. Par ailleurs, il a été prouvé que des dispersions deviennent homogènes après une certaine distance critique de milieu poreux parcourue. Géraud et al précisent que pour Ca fixé, les divisions de bulles s’enchaînent au fur et à mesure de la progression dans le milieu comme nous pouvons le voir sur la figure 1.21 [74]. Par exemple, Argillier et al obtiennent une mousse totalement homogène après une distance de parcours dans le milieu poreux $l_p \sim 30$ mm avec des diamètres de bulles $d \sim 0,44d_p$ [59]. Ainsi, pour un milieu poreux suffisamment long, une dispersion a de fortes chances de devenir totalement homogène.

Si nous revenons à l’échelle d’une seule membrane, il se trouve que dans une gamme de très hauts Ca , c’est-à-dire à partir de $Ca \sim 10^{-3}$, nous entrons dans des régimes de divisions intensives [71]. Vladislavljovic et al décrivent alors le mécanisme de dispersion comme des gouttes se divisant au sein d’un pore pour obtenir un diamètre plus petit que

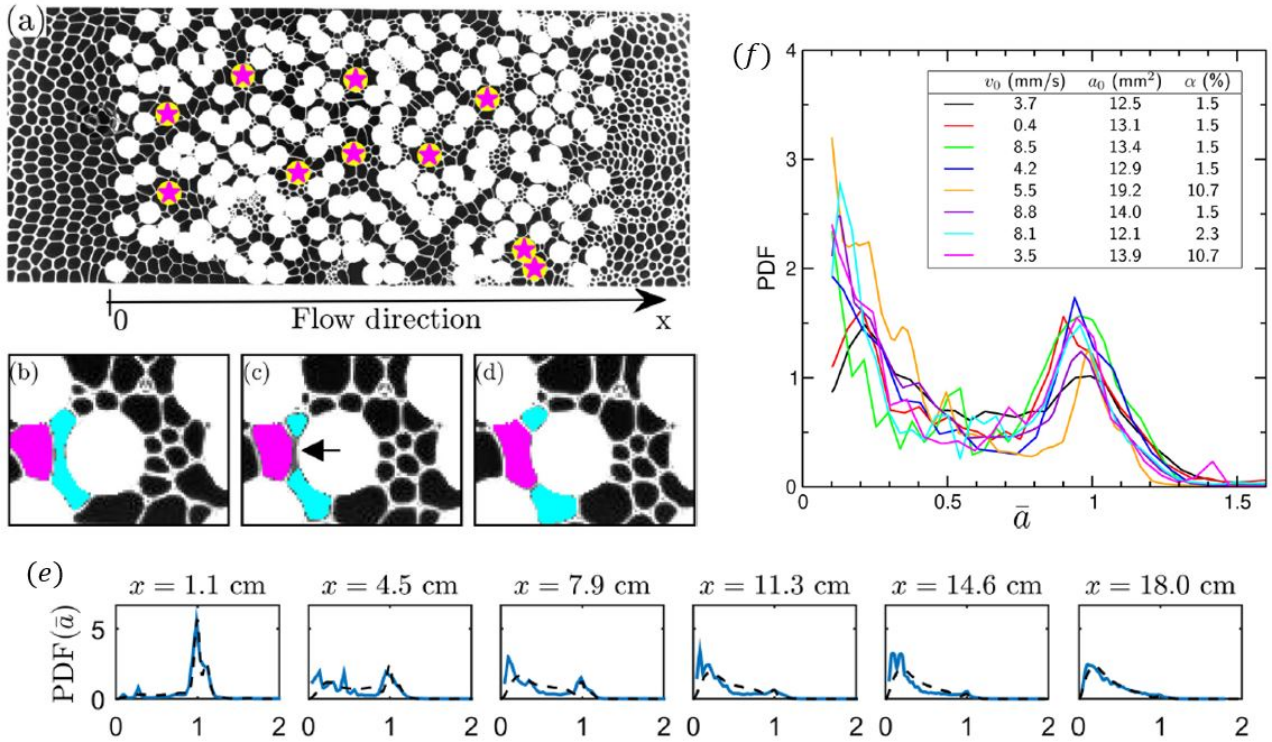


FIGURE 1.21 – En haut à gauche : Photo d'un modèle de milieu poreux (a) avec mécanismes de division observés (b). En haut à droite : Distribution en taille de bulle en fonction de la vitesse d'écoulement et donc du nombre capillaire Ca (f). En bas : Evolution de la distribution en taille de bulles au fur et à mesure que les bulles progressent dans le milieu poreux (e) [74].

le diamètre du pore.

Malgré ces différents mécanismes responsables de la formation de mousses, il existe cependant d'autres processus en compétition avec ces premiers. Comme nous l'avons évoqué dans la partie sur la description des mousses, deux mécanismes de destruction peuvent intervenir : le *murissement d'Oswald* et la *coalescence*. Dans certaines expériences en milieu poreux, il a été observé que du murissement pouvait se produire si une grosse bulle entre en contact avec une bulle beaucoup plus petite [76]. Nonnekes et al ont aussi constaté que des destructions de lamelles pouvaient avoir lieu sur des mousses de CO_2 . Lorsque les tailles de bulles sont petites par rapport à la taille des pores, la déstabilisation des ménisques se fait par diffusion du gaz [77]. Pour ce qui est de la coalescence, Romero remarque qu'une augmentation trop importante du débit d'injection engendre de la coalescence [78]. Bernard et al ajoute que la mousse se déstabilise d'autant plus facilement que la perméabilité du milieu est importante [79].

Un autre mécanisme de déstabilisation pouvant nuire à la formation d'une mousse dans un milieu poreux concerne la question de la mouillabilité. En effet, Kobayashi et al ont fait des expériences de dispersion d'huile dans de l'eau en présence de différents types de tensioactifs à travers une membrane [80]. Ils ont alors élaboré différents protocoles consistant à mettre dans la phase aqueuse différents types de tensio-actifs suivant les

différentes expériences. Cela permet ainsi de changer l'angle de contact θ entre le solide et l'huile dans la phase eau. Nous obtenons alors les résultats proposés sur les photos de la figure 1.22. Pour des angles de contact θ de 145° et 142° , nous pouvons voir que les gouttes d'huiles se forment de manière homogène. En revanche, pour des angles $\theta \sim 134^\circ$ puis 38° , nous remarquons que l'efficacité du phénomène de dispersion est de moins en moins satisfaisant. Cela n'est pas étonnant si on se réfère au tableau 1.4. Etant donné que la gamme de nombres capillaires Ca auxquelles les expériences ont été menées ($Ca \sim 10^{-5} - 10^{-3}$), il est normal que l'angle de contact joue un rôle dans la formation et que la dispersion soit de moins en moins efficace au fur et à mesure que θ diminue.

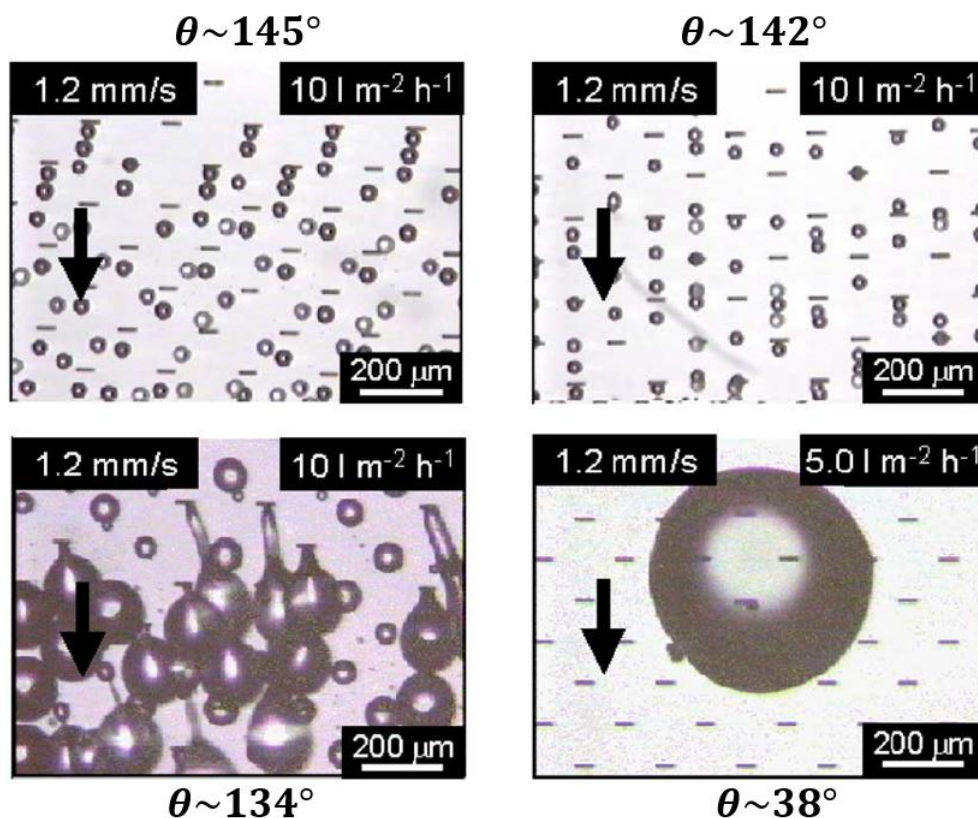


FIGURE 1.22 – Photos de différents cas d'émulsification suivant les angles de contact entre l'huile et le solide [80].

1.6 Transport d'une mousse dans un milieu poreux.

1.6.1 Réduction de mobilité.

Viscosité apparente (ou effective).

De nombreuses expériences d'écoulement de mousse en milieu poreux ont été menées. Des mesures au sein d'un tel système ont conduit à des valeurs de viscosité apparente de la mousse bien supérieures à celles obtenues avec de l'eau [79, 82–87]. Par ailleurs, le graphe situé sur la figure 1.23 illustre le fait qu'une mousse peut avoir une viscosité 10^3 fois à 10^4

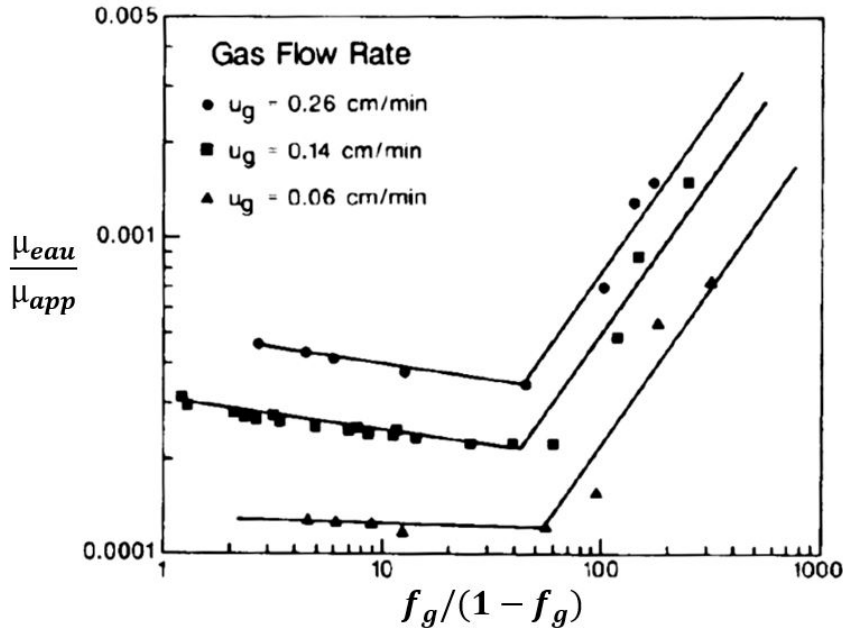


FIGURE 1.23 – Evolution de la viscosité apparente d'une mousse en fonction de sa qualité f_g [81].

fois plus importante que la viscosité de l'eau [81]. Cela confirme l'avantage à utiliser une mousse pour le balayage d'un milieu rempli d'huile. Vu que cette viscosité apparente est plus importante que celle d'une huile, des digitations visqueuses à l'intérieur du milieu sont moins probables. De plus, il se trouve que la viscosité apparente de la mousse augmente avec la qualité de la mousse notée f_g . Si Q_{air} et Q_{eau} sont les débits d'air et d'eau injectés dans le milieu, la qualité de la mousse est le débit relatif de gaz, définie de la manière suivante :

$$f_g = \frac{Q_{air}}{Q_{air} + Q_{eau}} \quad (1.32)$$

Des observations de Madsen et al ajoutent que la viscosité apparente de la mousse est susceptible de décroître avec le taux de cisaillement [86]. Il faut donc noter l'importance du nombre capillaire Ca défini comme :

$$Ca = \frac{\mu Q_{tot}}{\gamma \phi \Sigma}, \quad (1.33)$$

avec μ la viscosité de l'eau, $Q_{tot} = Q_{air} + Q_{eau}$, Σ , la section du milieu poreux, ϕ , la porosité et γ , la tension de surface entre l'eau et l'air.

Pression capillaire.

Comme cela a été dit dans le paragraphe sur les écoulements à l'échelle d'un pore, lorsque deux fluides sont présents dans un milieu poreux, il existe une différence de pression entre ces milieux que l'on appelle la *pression capillaire*. Dans le cas d'une mousse en milieu poreux, l'ensemble se trouve sous forme de successions de bulles dans différents pores.

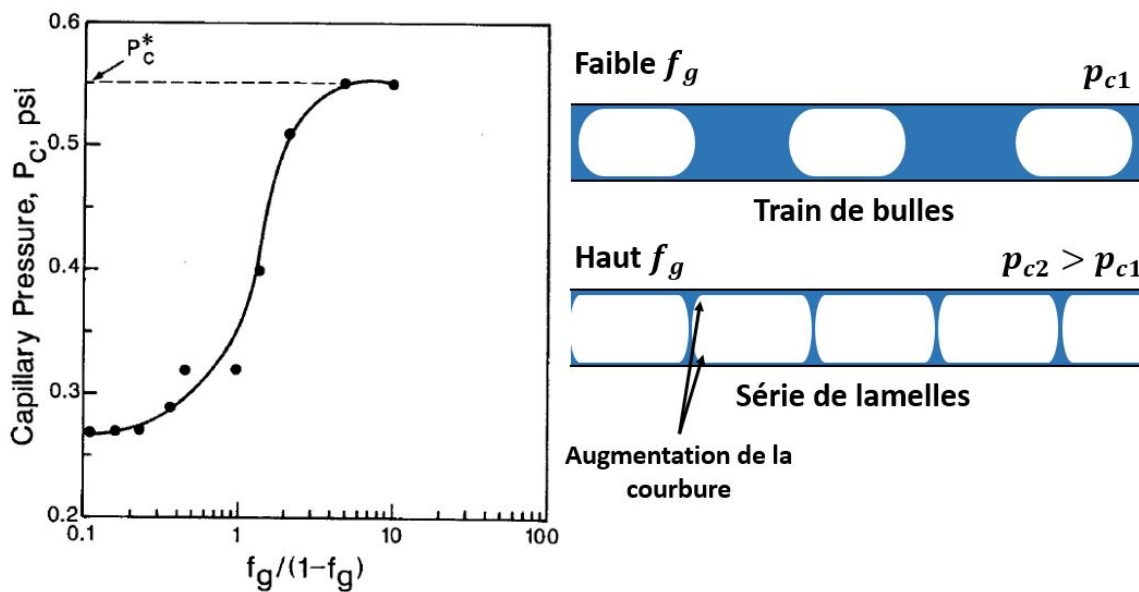


FIGURE 1.24 – A gauche : Evolution de la pression capillaire au sein d'un milieu poreux, en fonction de la qualité de la mousse injectée [81]. A droite : Schéma des deux régimes d'écoulement de la mousse dans un pore suivant la qualité d'injection f_g .

Il se trouve que la pression capillaire est d'autant plus importante que la perméabilité du milieu κ est faible [83, 88]. Khatib et al ont mesuré cette pression capillaire P_c et ont constaté que celle-ci augmentait au fur et à mesure que la qualité de la mousse injectée était importante [81]. La figure 1.24 à gauche représente l'allure de la pression capillaire P_c en fonction de la fraction volumique en air injectée dans le milieu. La raison de l'augmentation de P_c s'explique, comme nous l'observons sur la figure 1.24 à droite, qu'à faible f_g , la mousse se trouve dans les pores sous forme de train de bulles avec une certaine courbure entre les phases eau/air. Au fur et à mesure que f_g augmente, les interfaces se rapprochent de plus en plus pour former des lamelles, augmentant les courbures dans les coins des ménisques. Cela explique que la pression capillaire augmente de plus en plus avec la qualité de la mousse f_g injectée. Nous notons par ailleurs que P_c atteint, à partir d'une certaine valeur de f_g constante appelée f_g^* , un palier de valeur P_c^* . A ce stade, la structure de la mousse évolue, des lamelles se cassent et se reforment et la saturation en eau demeure constante.

Osterloh et al montrent que pour des qualités de mousse inférieures à f_g^* , les pertes de charge dues à la pression capillaire ne dépendent que du débit en gaz [90]. C'est ce qu'on appelle les *régimes de basse qualité*. Comme le résume le diagramme de Alvarez et al [89], sur la figure 1.25, c'est un régime dépendant du piégeage de bulle dans les pores et de la résistance hydraulique que cela induit. Dans des régimes où la qualité de la mousse est supérieure à f_g^* , les pertes de charge ne dépendent que du débit en liquide. C'est le *régime de haute qualité*. Ce régime est dicté par la stabilité de la mousse où les lamelles se brisent et se reforment.

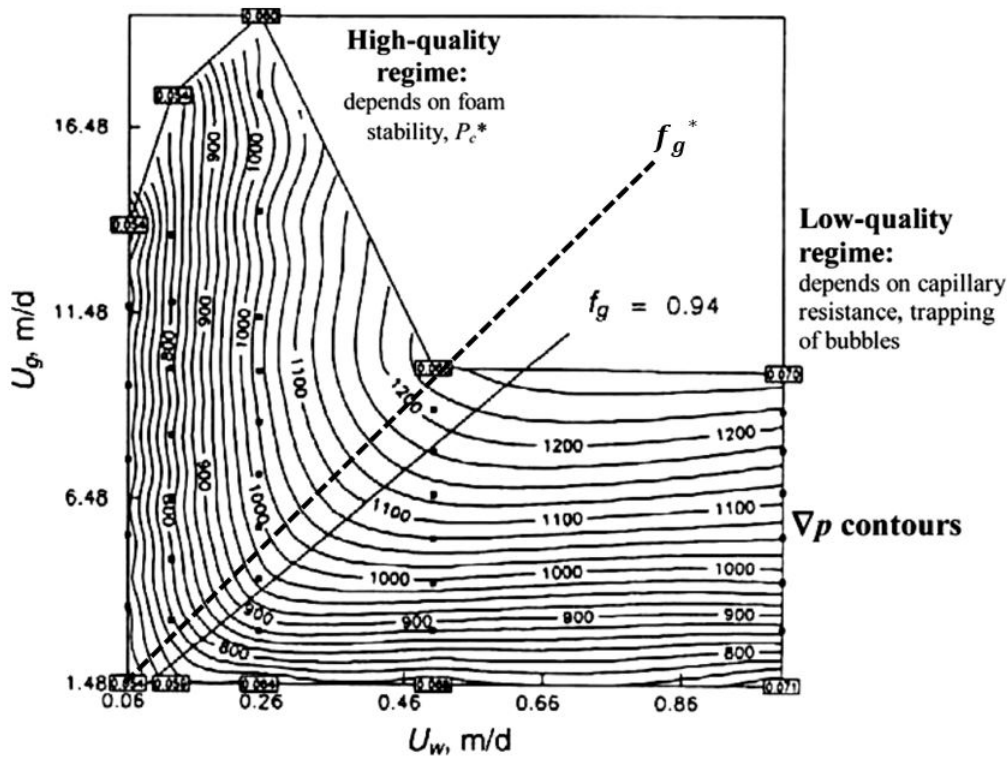


FIGURE 1.25 – Schéma des deux régimes d'écoulement de la mousse en fonction des débits d'eau et d'air injectés [89].

1.6.2 Transport de mousse dans un canal.

Écoulement d'un train de bulles dans un canal droit à section constante.

Dans les années 1960, Bretherton [91] s'est intéressé au problème d'une bulle dans un canal à section constante. L'idée était de constater que l'écoulement d'un fluide monophasique dans une conduite induisait un gradient de pression mais que la présence de ménisques dans le cadre d'un fluide diphasique était susceptible de générer une différence de pression supplémentaire. Considérons dans ce problème, une série de bulles en écoulement dans un canal droit comme sur la figure 1.27 en haut.

De ce système découle, pour un débit d'injection donné, une différence de pression que l'on note ΔP_t . Ce système peut se décomposer en 3 parties [92], comme nous pouvons le voir sur la figure 1.26 : l'eau entre chaque bulle, les films de liquide et les bulles. Ainsi, la pression totale peut s'écrire :

$$\Delta P_t = \Delta P_l + \Delta P_{film} + \Delta P_b \quad (1.34)$$

Pour l'écoulement de l'eau entre deux bulles, nous pouvons exprimer ΔP_l dans un canal de section rectangulaire, grâce à l'équation (1.8) exprimer sur une longueur l_l correspondant à la longueur d'écoulement de liquide pour un canal de longueur totale L . Cette longueur l_l peut directement être exprimé sous la forme $l_l = L - nl_B$ où n et l_B sont

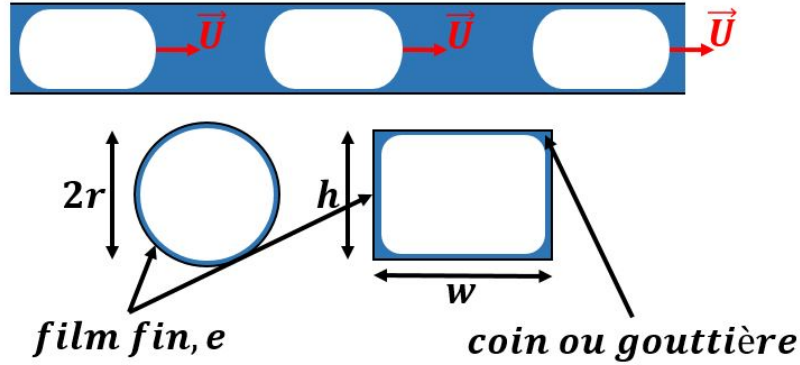


FIGURE 1.26 – Schéma d'un train de bulle avec, en-dessous, la section du canal dans un cas où celle-ci est circulaire ou rectangulaire.

respectivement le nombre et la longueur de bulles. La pression générée par l'écoulement du liquide entre les bulles s'exprime alors comme :

$$\Delta P_l = a \frac{\mu l_l}{wh^3} Q_l = a \frac{\mu V_l}{h^2} (L - nl_B) = a \frac{\gamma}{h^2} (L - nl_B) Ca \quad (1.35)$$

Si maintenant, nous nous focalisons sur les écoulements au niveau d'une bulle, la figure 1.26 souligne la présence de gouttières et de films de liquide où un écoulement d'eau peut avoir lieu. La pression ΔP_{film} induit par l'écoulement peut s'écrire le long d'une bulle par :

$$\Delta P_{film} = b \frac{\mu V_l l_B}{h^2} = b \frac{\gamma}{h^2} l_B Ca, \quad (1.36)$$

où b est un paramètre géométrique dépendant de la section du canal et de la longueur caractéristique des films de liquide.

Il reste à identifier le terme ΔP_b de manière précise, ce dernier pouvant avoir une contribution importante due aux interfaces eau/air [93,94]. Ce problème a été étudié par Bretherton dans les années 1960 [91] et il est possible de redémontrer son résultat de manière simple. En effet, si nous représentons plus en détails une bulle dans un canal, ainsi que sa forme, nous obtenons le schéma 1.27 en bas.

Un point intéressant est que la courbure de ménisque en amont est différente de celle en aval. C'est la raison pour laquelle la différence de pression, lors de cette écoulement, est non nulle.

$$\Delta P_b = P_1 - P_3 = P_1 - P_2 + P_2 - P_3 = \gamma(C_{aval} - C_{amont}), \quad (1.37)$$

avec γ , la tension de surface entre l'eau et l'air et $C_{aval/amont}$, les courbures de la bulle respectivement en amont et en aval.

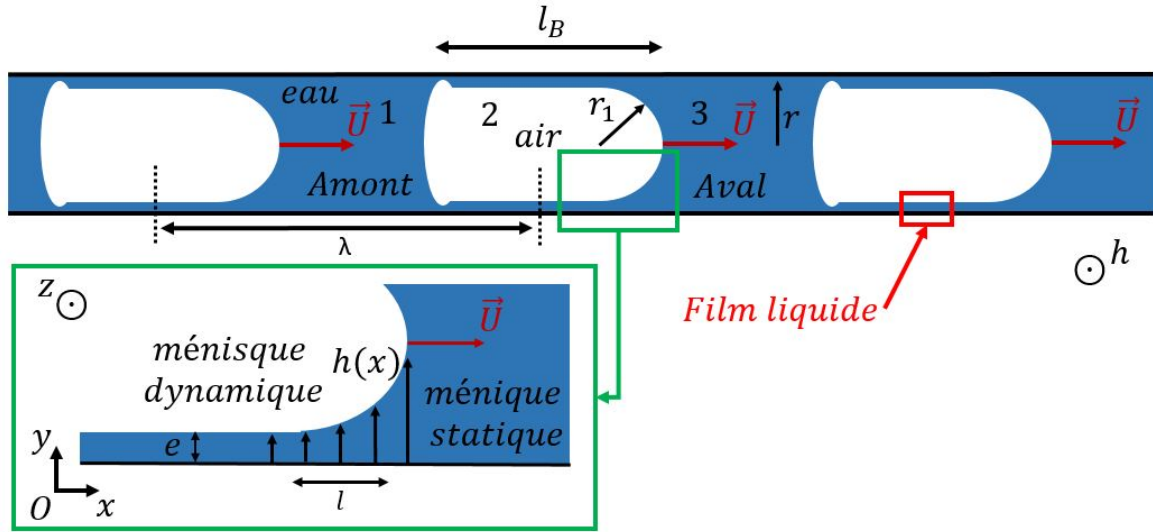


FIGURE 1.27 – Écoulement d'un train de bulles dans un canal microfluidique.

De cette expression, il nous faut déterminer les courbures en nous intéressant aux composantes dans le plan Oxz et Oxy . Pour la courbure en amont, l'épaisseur du film entre la bulle et la paroi est négligeable alors qu'en aval, il faut prendre en compte l'épaisseur du ménisque, ce qui nous donne, pour une largeur de canal r :

$$C_{amont} = \frac{2}{r} \quad (1.38)$$

$$C_{aval} = \frac{2}{r - e} \quad (1.39)$$

La présence du terme e est liée au fait que lorsqu'une bulle avance dans le canal, un film d'épaisseur e se dépose entre la bulle et la paroi, perturbant le ménisque sur une longueur l appelée *ménisque dynamique*. La partie située en aval se nomme *ménisque statique* comme cela est cité dans les problèmes de film de Landau-Levich [95]. Il faut, par conséquent, déterminer l'épaisseur du film e suivant les paramètres d'écoulement. Pour cela, nous pouvons effectuer nos calculs dans le cadre de l'approximation de lubrification appliquée à l'équation de Stokes (1.6) le long de l'axe Ox comme :

$$\frac{\partial P}{\partial x} \simeq \mu \frac{\partial^2 u}{\partial y^2} \quad (1.40)$$

Or, si nous raisonnons en ordre de grandeur, nous pouvons noter qu'en dimension caractéristique à l'axe x , nous pouvons prendre l , la longueur du ménisque dynamique. Pour l'axe y , la dimension caractéristique est e l'épaisseur du film liquide. Nous notons aussi U , la vitesse caractéristique. De plus, la différence de pression ΔP associée à la courbure $1/r$ entre l'air et l'eau, au niveau du ménisque dynamique, peut s'écrire comme γ/r . L'équation (1.40) s'écrit alors :

$$\frac{\Delta P}{l} \sim \frac{\gamma}{rl} \sim \mu \frac{U}{e^2} \quad (1.41)$$

De cette expression, il en découle que :

$$\frac{e^2}{lr} \sim Ca \quad (1.42)$$

Mais cette expression peut être encore simplifiée si nous prenons en compte que le film dynamique ne peut se rattacher au film statique seulement si, par raccordement des courbures :

$$\frac{e}{l^2} \sim \frac{1}{r} \quad (1.43)$$

En injectant (1.43) dans (1.42), nous obtenons l'expression finale de l'épaisseur du film en fonction de Ca :

$$\frac{e}{r} \sim Ca^{2/3} \quad (1.44)$$

De ce fait, la courbure en aval peut ainsi être exprimée sous la forme :

$$C_{aval} = \frac{2}{r - e} = \frac{2}{r(1 - \frac{e}{r})} \sim \frac{2}{r} \left(1 + \frac{e}{r}\right) \sim \frac{2}{r} (1 + Ca^{2/3}) \quad (1.45)$$

Ce qui nous amène à écrire la pression supplémentaire due à une bulle :

$$\Delta P_b \sim \gamma \left(\frac{2}{r} + \frac{2}{r} Ca^{2/3} - \frac{2}{r} \right) = \frac{2\gamma}{r} Ca^{2/3} \quad (1.46)$$

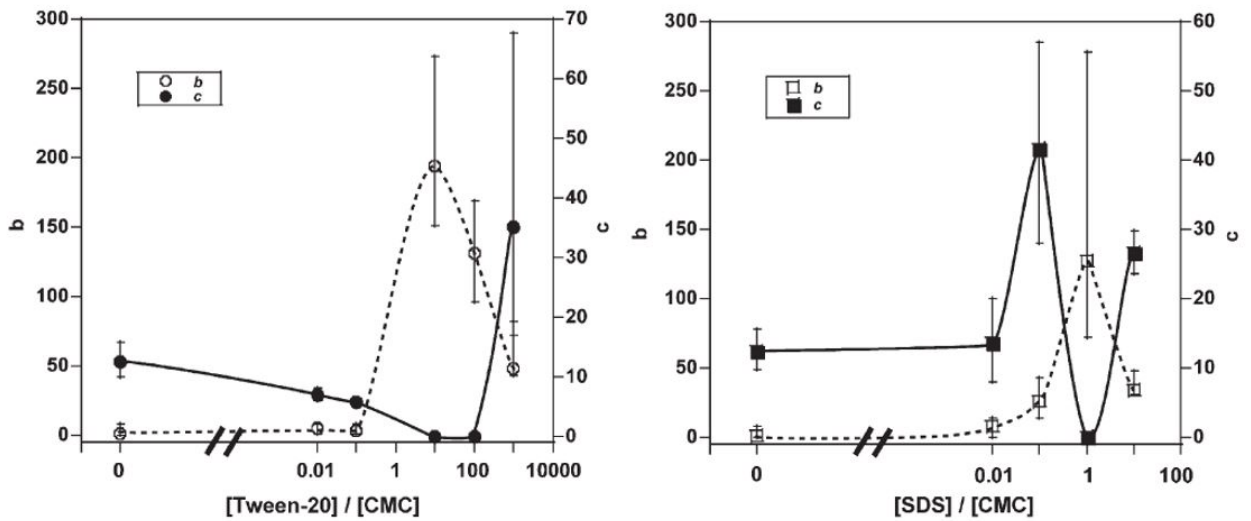


FIGURE 1.28 – Allure des coefficients b et c pour deux tensio-actifs différents et ceux, en faisant varier leur concentration [92].

Ce résultat a été validé expérimentalement [96–100] et par des simulations numériques mais aussi étendu dans le cas d'un train de bulles [93,94]. Wong et al. [93,94] ont montré en 1995 que pour des nombres capillaires $Ca \gg 10^{-6}$, la contribution principale venait de l'interface entre la bulle et le fluide en amont et en aval de la bulle. Ceci entraîne alors une dépendance de ΔP_b en $Ca^{2/3}$ comme dans le cas d'un capillaire cylindrique. Par la suite, nous utiliserons l'expression démontrée par Wong et al. lorsque $Ca \gg 10^{-6}$ pour des canaux rectangulaires. ΔP_b est alors défini par l'équation (1.47) où c est un nombre adimensionné qui dépend du rapport w/h et de la longueur caractéristique des extrémités de la bulle :

$$\Delta P_b = c \frac{\gamma}{r} Ca^{2/3} \quad (1.47)$$

Le coefficient c n'est encore pas très bien compris (influence de la géométrie, tensio-actifs [92]). Cette loi en pression est la *loi de Bretherton* [91]. C'est sur ce principe que nous nous appuyerons lors de l'étude de transport de mousse. De ce fait, la pression totale au sein du canal s'exprime alors comme :

$$\Delta P_t = a(L - nl_B) \frac{\gamma}{h^2} Ca + n \left(b \frac{\gamma}{h^2} l_B Ca + c \frac{2\gamma}{h} Ca^{2/3} \right) \quad (1.48)$$

Fuerstman et al ont montré sur la figure 1.28 que les coefficients b et c ne dépendent pas du rapport d'aspect du canal mais du rapport $\frac{l_B}{h}$ ainsi que de la concentration en tensio-actifs.

Écoulement d'un train de bulles dans un canal droit à section variable.

En 1983, Olbricht et Leal se sont intéressés à l'écoulement de gouttes/bulles à l'intérieur d'un canal droit de section variable [101]. Il constate alors que la géométrie impacte sur la dynamique du système de plusieurs manières. Pour $Ca \sim 10^{-2}$, ils notent pour des bulles dont la taille est petite devant la taille moyenne du pore que la différence de pression supplémentaire pouvait avoir de légères fluctuations. En revanche, pour de plus grosses bulles, les fluctuations en pression sont plus importantes, ainsi que la déformation de la bulle. En terme de différence de pression moyenne générée par la bulle, elle a des valeurs positives pour des petites bulles alors que pour de grosses bulles, la valeur est négative comme le montre la figure 1.29. Cela serait dû à la perturbation de l'écoulement que procure la bulle, à l'interaction bulle/paroi et au rapport de viscosité entre l'air contenu dans la bulle et le milieu suspendant.

En terme de vitesse moyenne, celle de la bulle U est plus élevée que la vitesse moyenne du fluide suspendant V ($U/V \sim 2$). La valeur de U/V décroît au fur et à mesure que la taille de la bulle augmente. Cela est lié à la nécessité de la bulle à se déformer. Pour le rapport de viscosité entre le fluide contenu dans la goutte/bulle et le fluide suspendant est faible, plus il est facile de se déformer est plus U/V sera élevé.

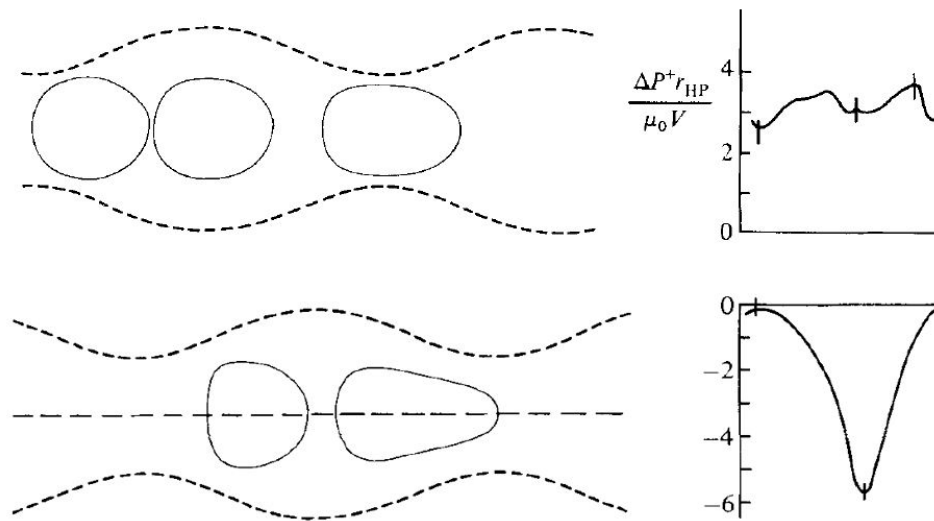


FIGURE 1.29 – Représentation de bulles se déformant sous l'effet de la variation de section du canal avec, à côté, le signal en pression correspondant [101].

Graham et Higdon [102, 103] ont de plus remarqué, à travers des simulations numériques, qu'en plus des déformations de la bulle causées par la géométrie, celle-ci pouvait se retrouver bloquée par une constriction. Pour une bulle de diamètre deux fois plus grand que la taille de la constriction, ils mettent en évidence que le déblocage ne peut se produire qu'à un Ca_c de $1,4 \cdot 10^{-4} - 8,6 \cdot 10^{-4}$.

1.6.3 Chemins préférentiels.

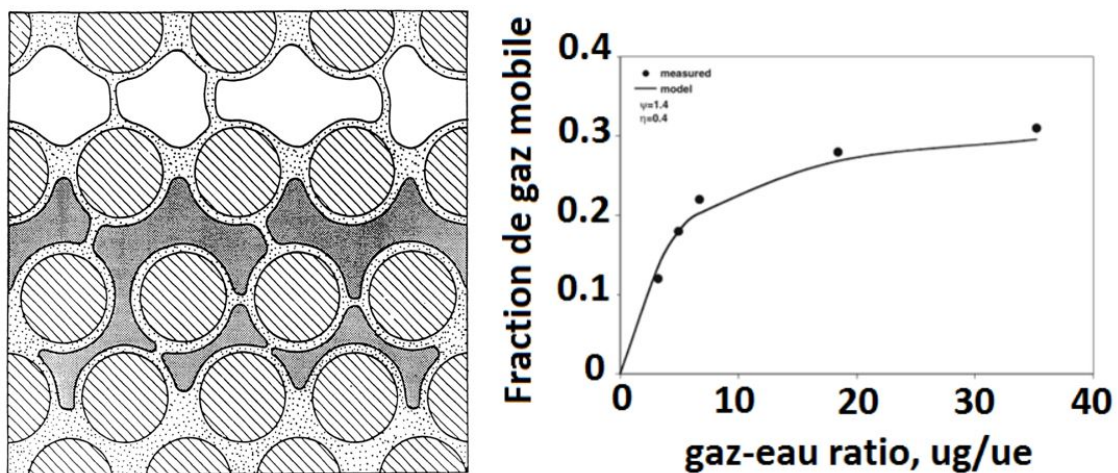


FIGURE 1.30 – A gauche : Schéma de piégeage de gouttes et bulles dans un milieu poreux [44]. A droite : Allure de la fraction en gaz mobile suivant les débits d'eau et d'air injectés dans le milieu [104].

Tang et al [104] ont remarqué que lors d'une co-injection d'eau et de gaz dans un milieu poreux, la fraction en gaz mobile dans le milieu se trouve plus faible par rapport

à ce qui est attendu comme le montre la figure 1.30 à droite. Kovscek et al mettent en évidence que dans ce genre de milieu, de nombreux blocages peuvent avoir lieu [44]. Cela est confirmé par Soo et al, dans un modèle de filtration d'émulsion dans un milieu poreux [105, 106]. Ils ajoutent que cela induit des réductions de mobilité à l'intérieur du milieu poreux. Cet effet de filtration est lié à la taille des bulles et gouttes, supérieure à la taille de certains pores [107–109], se retrouvant bloquées car il leur est nécessaire de franchir un seuil de pression capillaire permettant à la bulle de franchir la constriction en se déformant [110–112]. Ainsi, Stark et al observent lorsqu'ils injectent une mousse dans un réseau de pores, un nombre de bulles s'accumulant dans le système jusqu'à une valeur critique [113]. De même, en suivant l'allure de la pression au sein du système, il est à constater que la pression augmente jusqu'à un certain palier marquant le début du régime permanent. Ce début de régime correspond d'ailleurs à l'instant où le nombre de bulles dans le milieu poreux devient constant. Ils ajoutent que cela donne l'effet d'une viscosité apparente augmentant avec f_g et diminuant avec Ca .

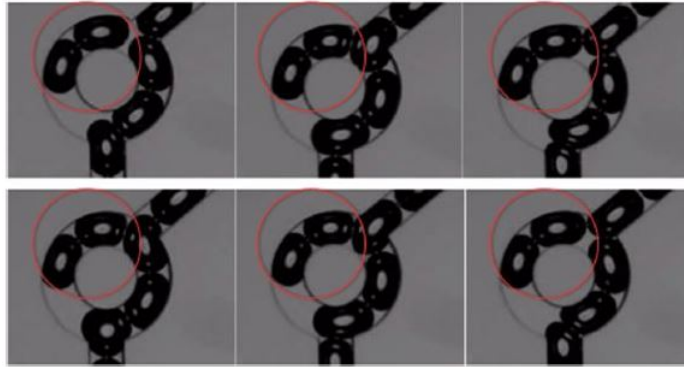


FIGURE 1.31 – Photos de bulles piégées dans un chemin à cause d'une intersection entre deux chemins [114].

Dans des visualisations d'écoulements de mousse dans un milieu poreux, Geraud et al [13] notent l'apparition de chemins préférentiels dans lesquels les bulles vont circuler plus facilement comme nous le présente la figure 1.32. Ces chemins correspondent aux endroits où les tailles de constriction sont les plus importantes car il s'y produit moins de blocages de bulles. De plus, Hourtané et al ont identifié un autre mécanisme responsable de ces chemins préférentiels [114]. En plus de l'effet des constriction, les bulles peuvent se gêner les unes aux autres au niveau d'intersections. Ainsi, comme cela est montré sur la figure 1.31, il en découle des circulations de bulles par alternance.

Tous ces comportements mettent en évidence la complexité de déplacement de bulles dans un système de milieu poreux. Chaque bulle tente d'avancer mais se gênent les unes aux autres, elles sont bloquées par des constriction et cherchent à se frayer un chemin à travers des passages plus avantageux. C'est la raison pour laquelle, comme les expériences de Conn et al le prouvent [115, 116], la mousse va alors explorer plus de chemins dans un milieu poreux contrairement à ce que ferait un fluide monophasique. En effet, ils ont pour cela créé un micromodèle dans lequel de l'huile colorée en rose y est imbibée comme le décrit la figure 1.33. Trois expériences sont alors menées avec de l'eau injectée dans

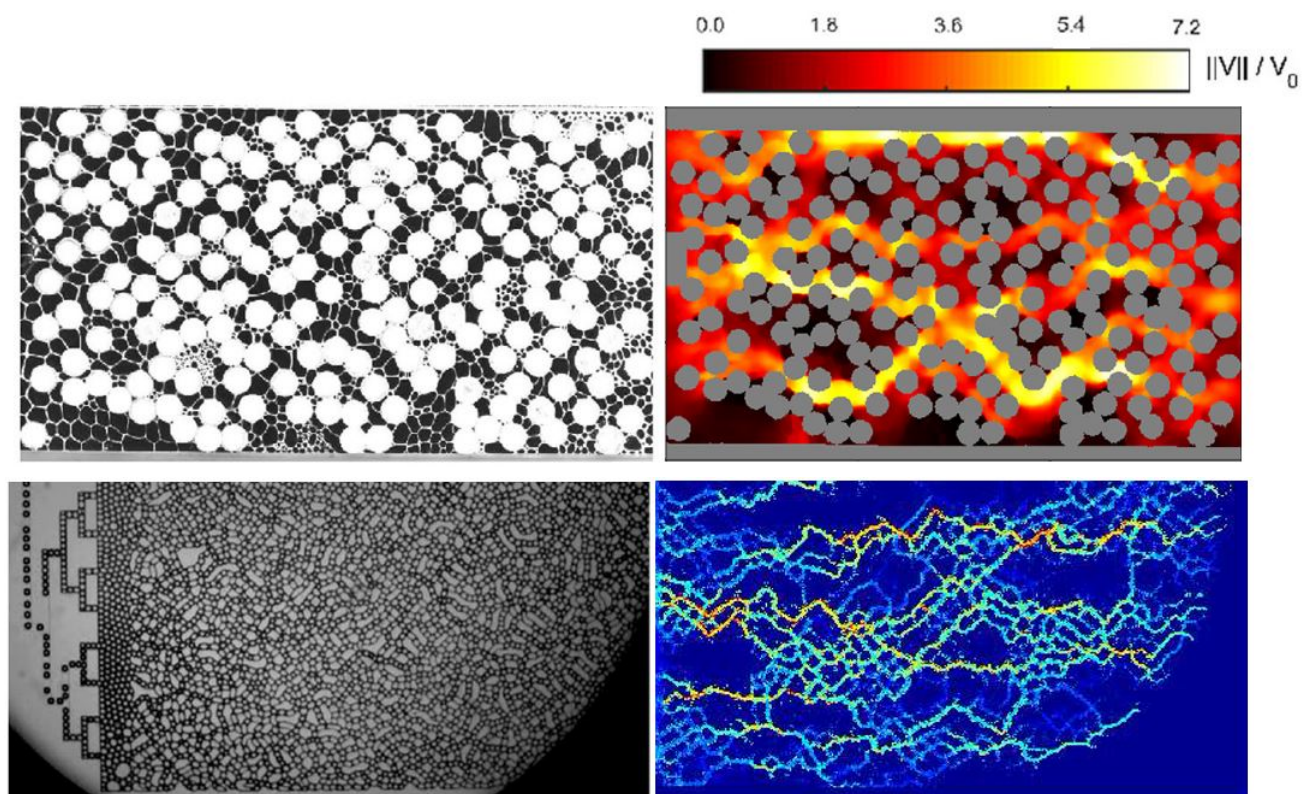


FIGURE 1.32 – A gauche : Photo de mousse en écoulement dans un modèle de milieu poreux. A droite : Cartographie des chemins préférentiels correspondants [12, 13].

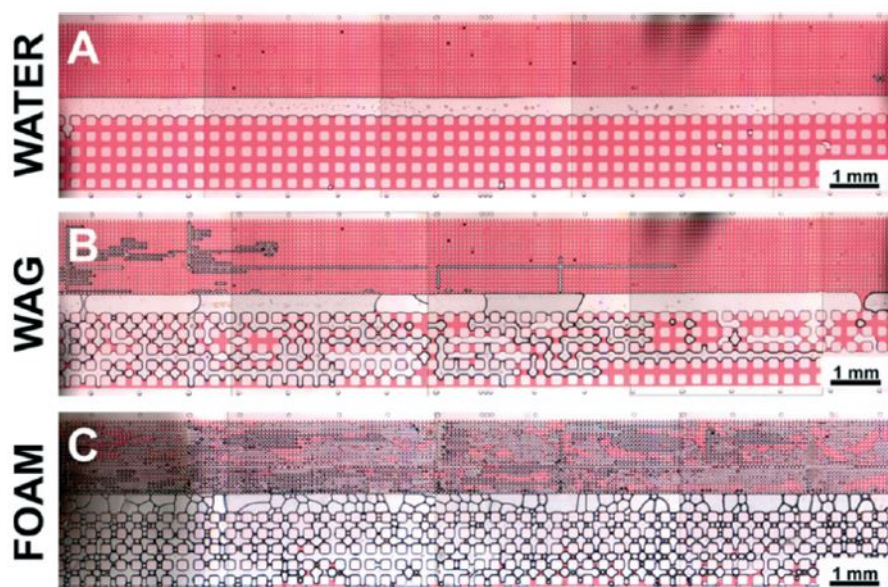


FIGURE 1.33 – Milieu poreux parcouru par différents types de fluide [116].

le premier essai, puis une co-injection d'eau et de gaz sans tensio-actifs et enfin une injection de mousse. Il se trouve visuellement qu'il s'agit de la mousse qui explore le plus de chemins.

1.7 Stabilité mousse/huile dans un milieu poreux.

1.7.1 Stabilité d'une mousse.

Comme cela a été déjà dit, une mousse est une dispersion d'air dans de l'eau. Naturellement, ce système n'est pas stable car nous devrions tendre vers une minimisation de l'énergie de surface de l'ensemble conduisant à une simple interface eau/air. L'ensemble ne peut donc pas être stable naturellement. C'est pourquoi l'utilisation de tensio-actifs est indispensable.

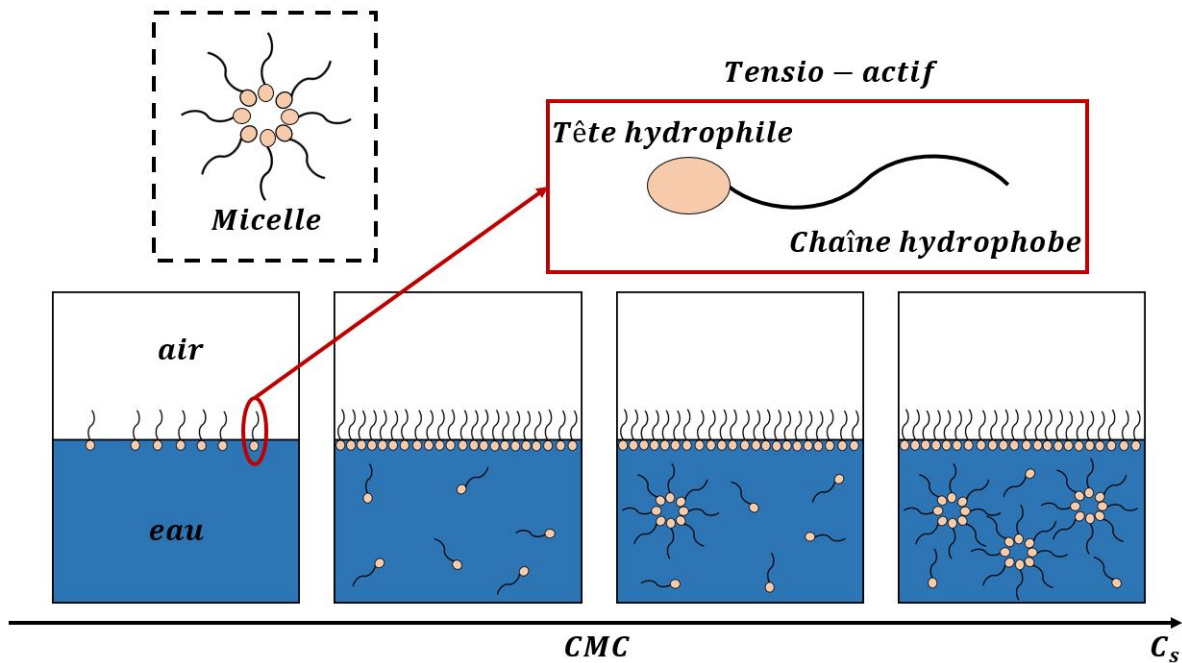


FIGURE 1.34 – Schéma d'évolution d'une solution de tensio-actifs en fonction de sa concentration C_s .

Un tensio-actif est une molécule polaire couramment utilisée dans l'industrie et dans notre vie quotidienne (savon, shampoing, etc). Celle-ci est composée d'une partie dite hydrophile, pouvant former des interactions avec l'eau, suivie d'une deuxième partie hydrophobe. Ainsi, cette molécule vient se greffer aux interfaces eau/air pour stabiliser ces dernières et former une mousse. La figure 1.34 nous donne une représentation de cette configuration et nous pouvons nous convaincre de cette stabilité par un raisonnement énergétique. Si nous voulons raisonner sur la stabilité de l'interface en terme de thermodynamique, il nous suffit d'écrire l'enthalpie libre de cette surface :

$$G_s = n_s \mu_s + \gamma \Sigma, \quad (1.49)$$

avec n_s et μ_s , respectivement le nombre de tensio-actifs en surface ainsi que le potentiel chimique associé. γ représente la tension de surface entre l'eau et l'air et Σ , la surface de l'interface. Si nous nommons P , la pression, T , la température, Ω , le volume du système et S , l'entropie du système, nous pouvons ainsi écrire les différentielles de la fonction

enthalpie libre du système de la manière suivante :

$$dG_s = \Omega dP - SdT + \left(\frac{\partial G_s}{\partial n_s} \right) dn_s + \left(\frac{\partial G_s}{\partial \Sigma} \right) d\Sigma = \Omega dP - SdT + \mu_s dn_s + \gamma d\Sigma \quad (1.50)$$

$$dG_s = n_s d\mu_s + \mu_s dn_s + \gamma d\Sigma + \Sigma d\gamma \quad (1.51)$$

Ainsi, pour des conditions où la pression et la température sont constantes, l'équation (1.50) se simplifie pour donner $dG_s = \mu_s dn_s + \gamma d\Sigma$. Si nous définissons Γ comme le nombre de tensioactifs par unité de surface et $\mu_s = \mu_s^\circ(T) + k_B T \ln(C_s)$, avec $\mu_s^\circ(T)$, le potentiel standard, k_B , la constante de Boltzmann et C_s la concentration en tensio-actif, nous obtenons en combinant (1.50) et (1.51) :

$$d\gamma = -\Gamma k_B T \frac{dC_s}{C_s} \quad (1.52)$$

Cette relation nous indique que lorsque la concentration en tensio-actifs à l'interface augmente, la tension de surface diminue. Cela implique une augmentation de la stabilité de l'interface. Dans la pratique, cette valeur de γ ne décroît pas indéfiniment. Il se trouve qu'au fur et à mesure que C_s augmente, γ diminue progressivement jusqu'à un certain palier. Ce dernier apparaît à partir d'une concentration critique en tensio-actifs que l'on appelle la *CMC* (critical micellar concentration). Comme nous le montre la figure 1.34, pour de faible concentration, les molécules de tensio-actif vont se placer progressivement à l'interface eau/air. A une concentration de plus en plus importante, de moins en moins de places seront disponibles pour les tensio-actifs à l'interface. Ces molécules vont alors rester immergées dans la phase eau. Pour des concentrations trop importantes dans cette phase, les tensio-actifs vont se regrouper pour former des micelles. La *CMC* correspond à la concentration critique à laquelle ces micelles commencent à se former.

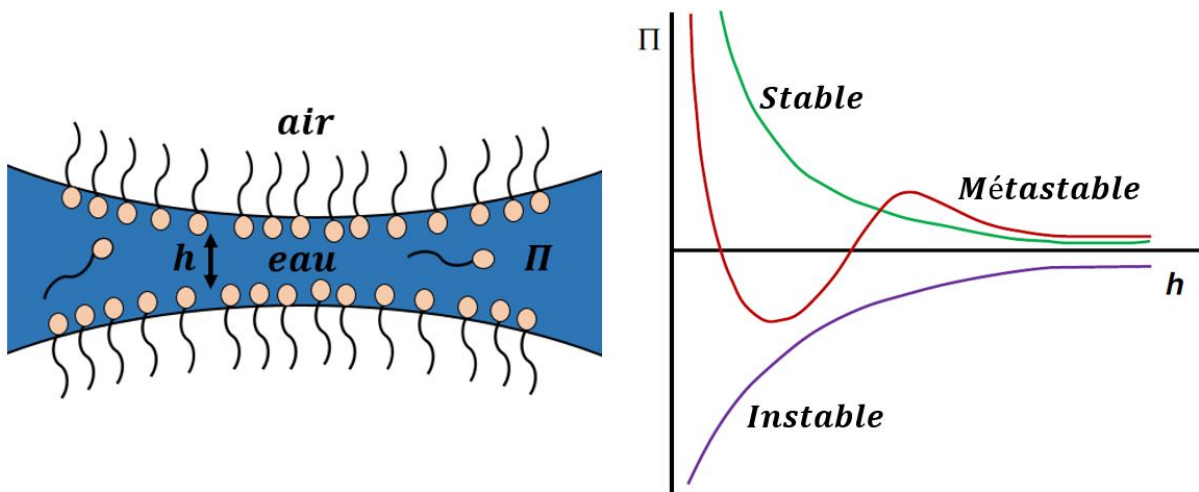


FIGURE 1.35 – A gauche : Schéma d'un film liquide. A droite : Allure de la pression de disjonction Π en fonction de l'épaisseur h du film [117].

La mousse peut ainsi se former pour donner un système métastable. Les films de liquide entre chaque bulle sont maintenus avec une certaine épaisseur h . En effet, si nous regardons la figure 1.35, il se trouve qu'au sein du film, les têtes polaires de tensio-actifs, se trouvant aux deux extrémités de l'épaisseur de liquides, sont amenées à être face à face. Cela amène à des forces de répulsion stabilisant l'épaisseur du film. Il y règne une force de pression appelé *pression de disjonction* Π [118]. Dans le cas d'une interface stable, sa valeur sera positive. Si la valeur est négative, l'interface est instable et dans le cas où Π fluctue entre des valeurs positives et négatives, le système est métastable. Cela dépend de l'épaisseur du film h .

1.7.2 Déstabilisation de mousse par interaction avec une huile.

En récupération assistée du pétrole, une injection de mousse dans un milieu poreux favorise le rendement en récupération d'huile. Lorsque cette mousse pénètre au sein des pores, il en résulte que la pression dans le milieu augmente progressivement. Cependant, des tests réalisés en laboratoire montrent qu'il existe un retard d'augmentation de pression lorsqu'il y a présence d'huile [2]. De nombreuses études ont été menées sur l'action que pouvait avoir une huile sur la mousse [117, 119–139]. Il se trouve que celle-ci peut avoir une action anti-moussante. Cela est due au fait qu'une goutte d'huile est susceptible de déstabiliser un film liquide. Nous allons voir par la suite, les différentes étapes pouvant conduire à cet effet.

Considérons un film liquide entre deux bulles d'air comme représenté sur la figure 1.37. Lors d'un écoulement de mousse en présence d'huile, une goutte de cette dernière peut s'incruster à l'intérieur du film liquide. A cette instant, deux possibilités sont envisageables. La première consiste à ce que la goutte reste immergée dans le liquide. Dans le deuxième cas, la goutte peut s'introduire à l'interface eau/air. Si nous voulons décrire ces deux situations en terme d'énergie surfacique, nous avons alors dans le premier cas, une interface huile/eau ainsi qu'une interface eau/air. L'énergie surfacique du système est donc $\gamma_{ea} + \gamma_{eh}$. Dans le deuxième cas, nous n'avons qu'une interface eau/huile. L'énergie surfacique s'écrit alors γ_{ah} . Ainsi, pour savoir si une goutte d'huile va s'immerger à l'interface eau/air, il suffit de regarder le signe de E :

$$E = \gamma_{ea} + \gamma_{eh} - \gamma_{ah} \quad (1.53)$$

Cette grandeur est appelée *énergie d'adhésion* avec γ_{ea} la tension de surface entre l'eau et l'air, γ_{eh} , entre l'eau et l'huile, γ_{ah} , entre l'air et l'huile. Ainsi, pour $E > 0$, la situation où l'huile est immergée dans le liquide est la plus énergétique. L'huile va donc se mettre à l'interphase eau/air. Pour $E < 0$, c'est en revanche la situation où l'huile se trouve à l'interface eau/air qui est la plus énergétique. L'huile va donc rester dans le milieu liquide.

Dans le cas où $E < 0$, il ne doit pas se produire d'instabilité. En revanche, si $E > 0$, il peut se produire deux cas de figure. Dans le premier cas, la goutte d'huile ne s'étale pas à l'interface eau/air. Dans le deuxième cas, au contraire, la goutte s'étale à l'interface. Pour déterminer si nous faisons face au premier ou au deuxième cas de figure, il suffit cette fois

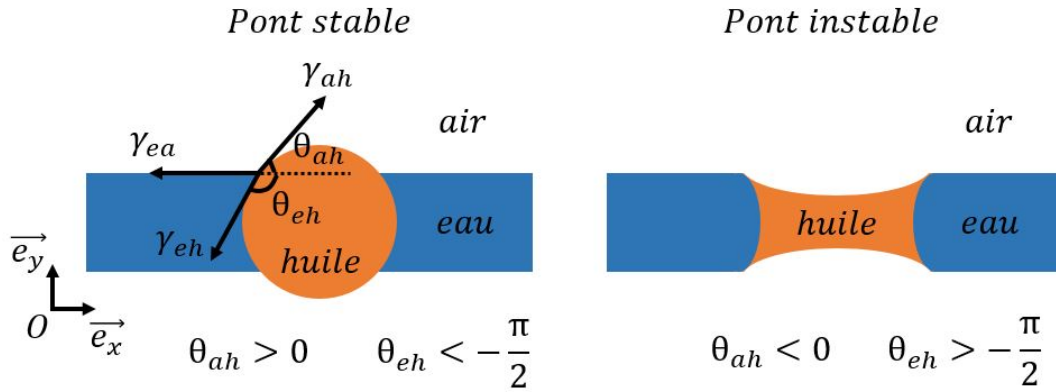


FIGURE 1.36 – Schéma des deux configurations que peut prendre une goutte d’huile lorsqu’elle forme un pont dans un film d’eau.

de connaître le signe de S :

$$S = \gamma_{ea} - \gamma_{eh} - \gamma_{ah} \tag{1.54}$$

Cette grandeur est nommée *paramètre d’étalement* [140]. En reprenant le même type de raisonnement que précédemment, nous pouvons ainsi prédire que pour $S > 0$, la goutte d’huile s’étale à l’interface eau/air. De même, pour $S < 0$, la goutte d’huile ne s’étalera pas à l’interface.

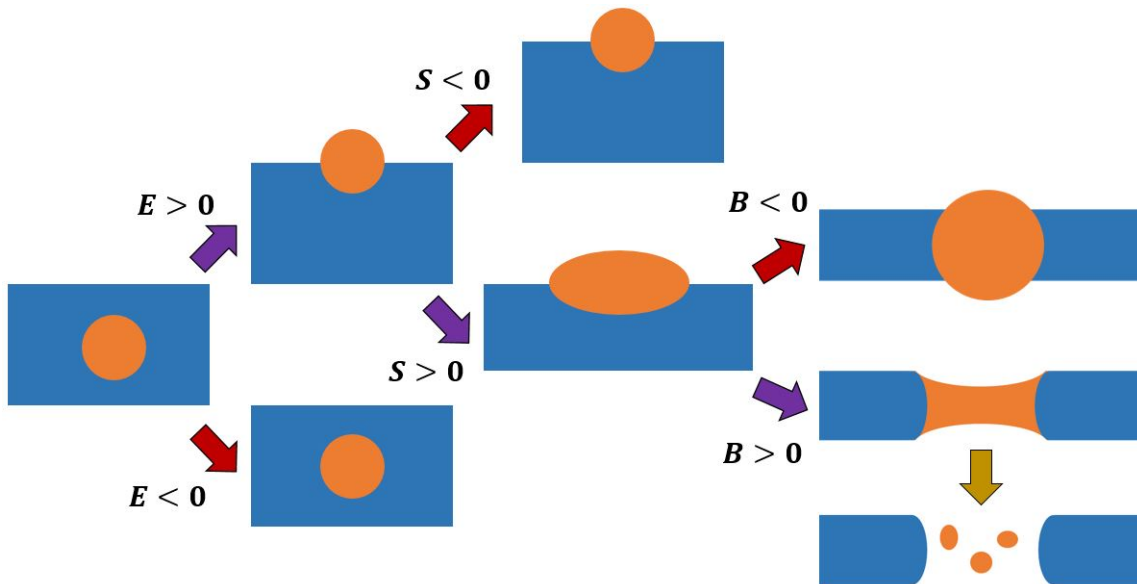


FIGURE 1.37 – Schéma des différents mécanismes possibles lorsqu’une goutte d’huile s’in-filtre dans un film liquide.

Dans les conditions où $S < 0$, la goutte d’huile ne s’étale pas à l’interface eau/air et il ne doit pas y avoir de déstabilisation du film liquide. En revanche, si $S > 0$, alors la goutte d’huile s’étale et étire le film liquide. Cet effet est un moteur de la rupture d’un

Tensio-actif	E_{in}	E_{eq}	S_{in}	S_{eq}	B_{in}	B_{eq}
AOT	12,1	9,6	2,5	-0,2	19,4	15,7
APG	12,6	8,4	3,4	-0,8	20,4	13,9

TABLE 1.5 – Valeurs des différents coefficients (en $\text{mN}\cdot\text{m}^{-1}$) initialement (in) puis à l'équilibre (eq) [119].

film. Cela ne doit cependant pas se produire dans tous les cas de figure. En effet, pour mieux comprendre cela, il nous faut faire un bilan de forces capillaires au point triple d'interface eau/air/huile. Sur la figure 1.36, nous avons représenté deux cas où la goutte d'huile forme un pont au sein du film liquide. Ce dernier peut ainsi être stable ou instable comme le représente les deux configurations. En faisant un bilan de forces capillaires, nous pouvons, en projetant respectivement ces forces sur l'axe \vec{e}_x et \vec{e}_y , écrire les équations suivantes :

$$\gamma_{ea} - \gamma_{eh} \cos(\theta_{eh}) - \gamma_{ah} \cos(\theta_{ah}) = 0 \quad (1.55)$$

$$\gamma_{ah} \sin(\theta_{ah}) - \gamma_{eh} \sin(\theta_{eh}) = 0 \quad (1.56)$$

Si nous combinons les équations (1.55) et (1.56) au fait que $\cos^2(\theta_{ah}) + \sin^2(\theta_{ah}) = 1$, nous obtenons l'égalité :

$$\gamma_{ea}^2 + \gamma_{eh}^2 - \gamma_{ah}^2 = 2\gamma_{ea}\gamma_{eh} \cos(\theta_{eh}) \quad (1.57)$$

Nous pouvons ainsi établir un raisonnement à l'aide de cette équation et de la figure 1.36. Cette dernière nous invite à observer que le pont est stable lorsque $\theta_{ah} > 0$ et $\theta_{eh} < -\pi/2$. Ainsi, $\cos(\theta_{eh}) < 0$ et le terme à gauche de l'équation (1.57) sera négatif. En revanche, dans le cas d'un pont instable, $\theta_{ah} < 0$ et $\theta_{eh} > -\pi/2$ et $\cos(\theta_{eh}) > 0$. Le terme de gauche de (1.57) sera dans ce cas positif. Ce critère raisonnant sur les différents angles de contact au niveau du point triple nous conduit à introduire, à partir de (1.57), le coefficient B :

$$B = \gamma_{ea}^2 + \gamma_{eh}^2 - \gamma_{ah}^2 \quad (1.58)$$

Le signe de ce coefficient va alors permettre de prédire la stabilité d'un pont formé par une goutte d'huile au sein d'un film de liquide. Si $B < 0$, le pont formé reste stable alors que pour $B > 0$, le pont sera instable et il y aura rupture du film liquide.

Denkov [119] ajoute à cette analyse qu'une substance anti-moussante telle que l'huile peut avoir des effets plus ou moins rapides dans la déstabilisation d'une mousse. Pour introduire cet effet, il observe expérimentalement le temps de stabilité d'une mousse en présence de PDMS. Pour cela, deux types de tensio-actifs sont alors utilisés, dont les valeurs de coefficients E , S et B sont répertoriées dans le tableau 1.5. Il constate alors une déstabilisation de mousse dans les deux cas mais avec des durées de stabilité différentes.

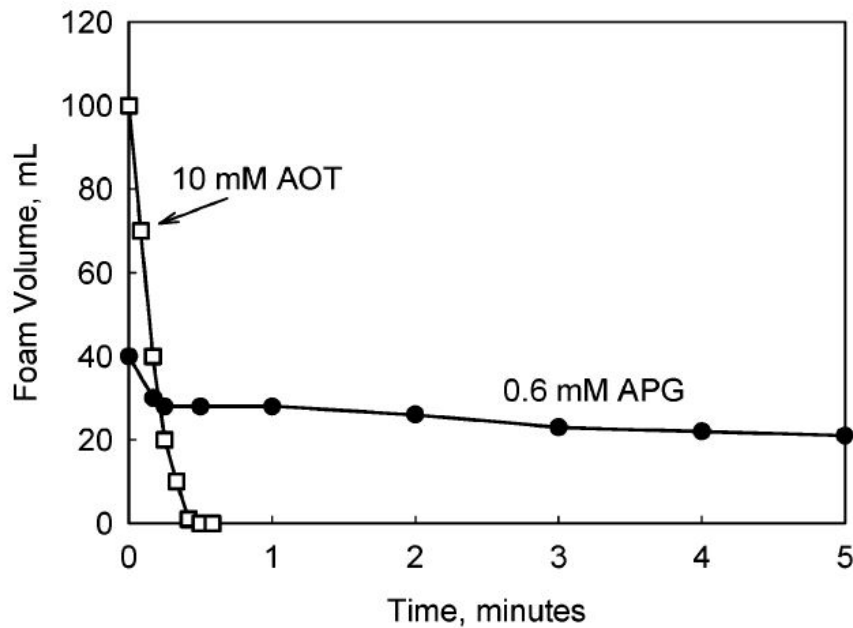


FIGURE 1.38 – Allure du volume de mousse au cours du temps pour deux types de tensio-actifs avec un volume de mousse avant contact avec PDMS de 180 ± 10 mL pour le AOT et 100 ± 10 mL pour le APG [119].

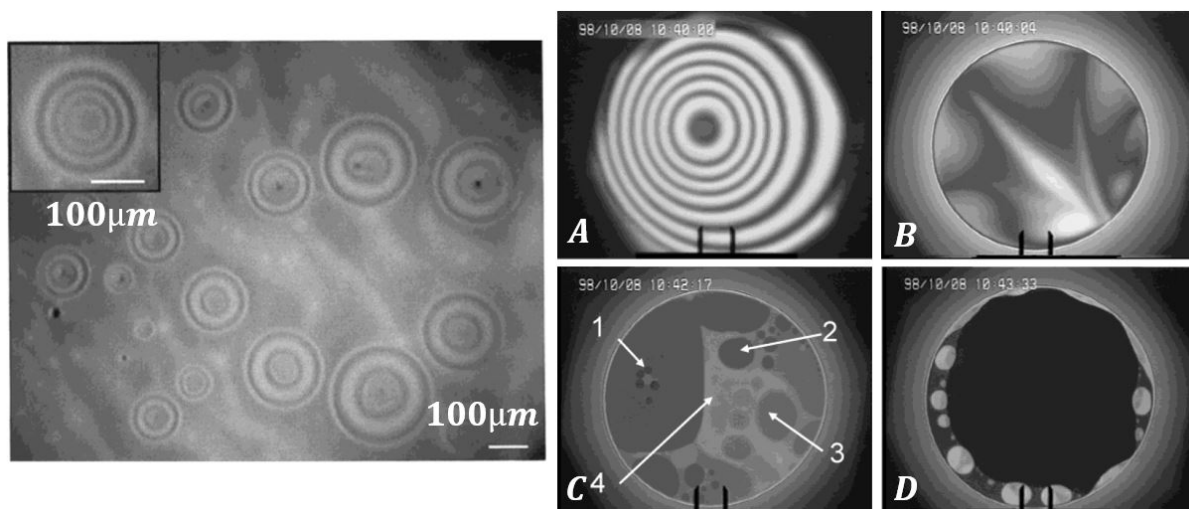


FIGURE 1.39 – A gauche : Film liquide vu du dessus avec auréoles liées à la présence de gouttes d'huile. A droite : Rupture de film due à la présence d'huile [119, 141].

Pour les deux solutions, il se trouve que le coefficient B est positif amenant à une instabilité des films en présence d'huile. Cependant, il se fait que la mousse formée à partir de la solution de tensio-actifs, dont le coefficient B est plus élevé, reste stable moins longtemps comme nous pouvons le voir sur la figure 1.38.

Par ailleurs, Denkov et al [141, 142] explique en 1999 qu'un coefficient B positif n'assure pas une rupture de film au sein d'une mousse dans tous les cas. Comme le représente les

photos de la figure 1.39, la présence de gouttes d'huile dans les films apparaît comme des auréoles correspondant à la formation de ponts. Ces derniers ont chacun un volume V_B^* . Si nous considérons une goutte d'huile dont le diamètre est égal à l'épaisseur h de film liquide que forme un ménisque, nous pouvons écrire son volume comme :

$$V_o = \frac{\pi h^3}{6} \quad (1.59)$$

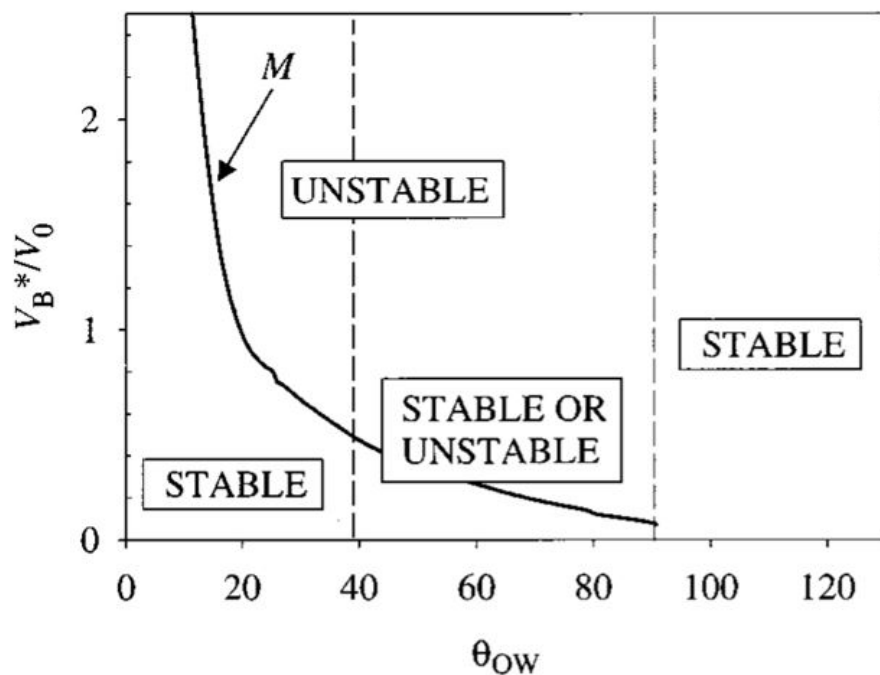


FIGURE 1.40 – Diagramme de stabilité de film en présence d'huile en fonction des valeurs de V_B^*/V_o , θ_{ow} et B [142].

Pour $B > 0$, des études numériques [142] soulignent que la stabilité du film va alors dépendre du rapport V_B^*/V_o ainsi que de l'angle de contact θ_{ow} entre l'huile et l'eau comme le montre le graphe sur la figure 1.40. Ainsi, pour des auréoles de plus en plus étendues, leur probabilité de stabilité va alors décroître.

Des études expérimentales de Almajid et al en 2015 [137], sur des écoulements de mousse dans un modèle de milieux poreux, mettent en lumière des phénomènes de coalescence lorsque des lamelles entrent en contact avec de l'huile comme nous pouvons le voir sur les séries d'images de la figure 1.41. Cependant, ils n'observent pas cet effet indéfiniment et, comme cela est représenté sur la figure 1.42, il se trouve qu'au fur et à mesure, de la coalescence n'est plus observée. Ce phénomène est alors expliqué comme des migrations de tensio-actifs vers la phase huile. A partir du moment où les interfaces eau/huile sont occupées par des tensio-actifs, les migrations n'ont plus lieu et les lamelles, s'écoulant à proximité de la goutte d'huile, restent stables.

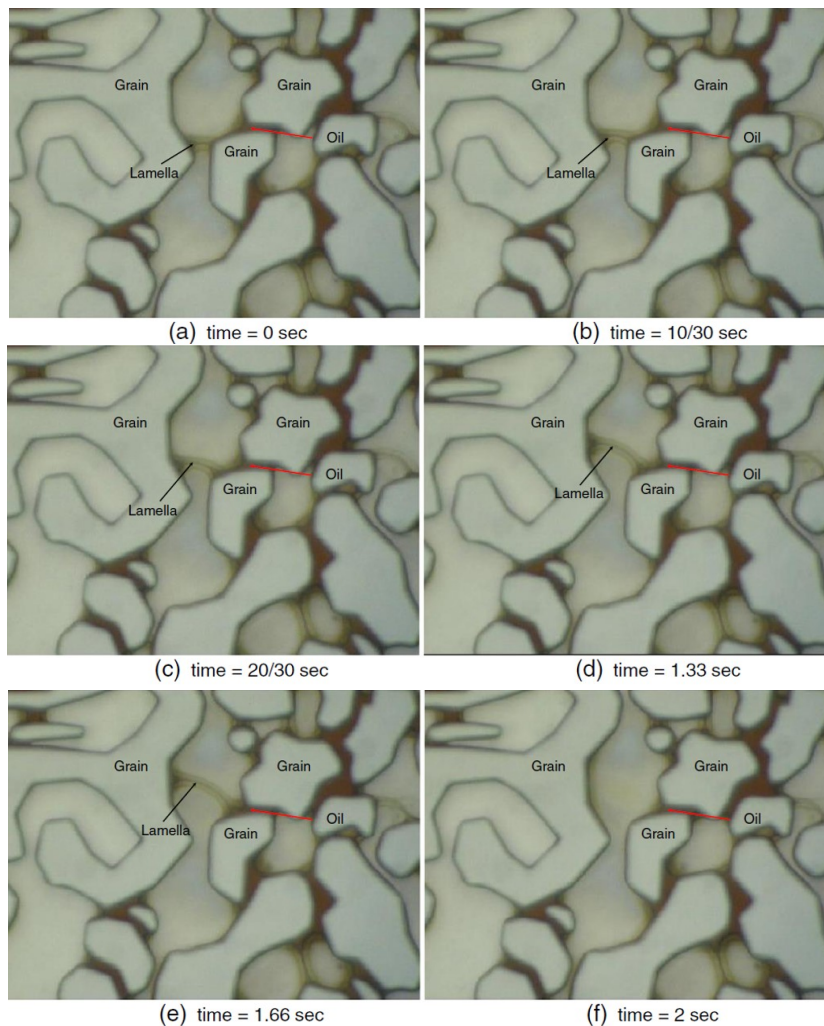


FIGURE 1.41 – Photos de destruction d’une lamelle en présence d’huile lors d’un transport de mousse en milieu poreux [137].

1.8 Problématique de thèse.

Le contexte de ce projet repose sur l’étude d’une mousse que l’on envoie, dans un milieu poreux rempli d’huile, par co-injection d’eau, de tensio-actifs et de gaz. La mousse formée va alors être amenée à s’écouler dans le milieu et interagir avec la phase huileuse. Les différents thèmes de ce chapitre mettent en perspective les différents types de problèmes pouvant être rencontrés dans ce cadre d’étude. Les trois grandes problématiques de cette étude sont les mécanismes de formation d’une mousse, son transport et son interaction avec de l’huile. Il se trouve qu’il reste encore des verrous à lever en terme d’observation et d’explication des mécanismes. En 2014, Virginie Hourtané a cherché à mettre en lumière les mécanismes de transport de mousse dans un modèle microfluidique de milieu poreux. Des mesures de réductions de mobilité élevées de la mousse ont ainsi été constatées. Elle dressa une explication à cela en remarquant que seul certains chemins étaient empruntés et que dans les chemins en écoulement, il fallait considérer un train de bulle en écoulement, dont chacune de ces bulles étaient soumises à la loi de Bretherton avec une dépendance en $Ca^{2/3}$. A travers cette approche, elle obtenue un accord raisonnable entre ce raisonnement

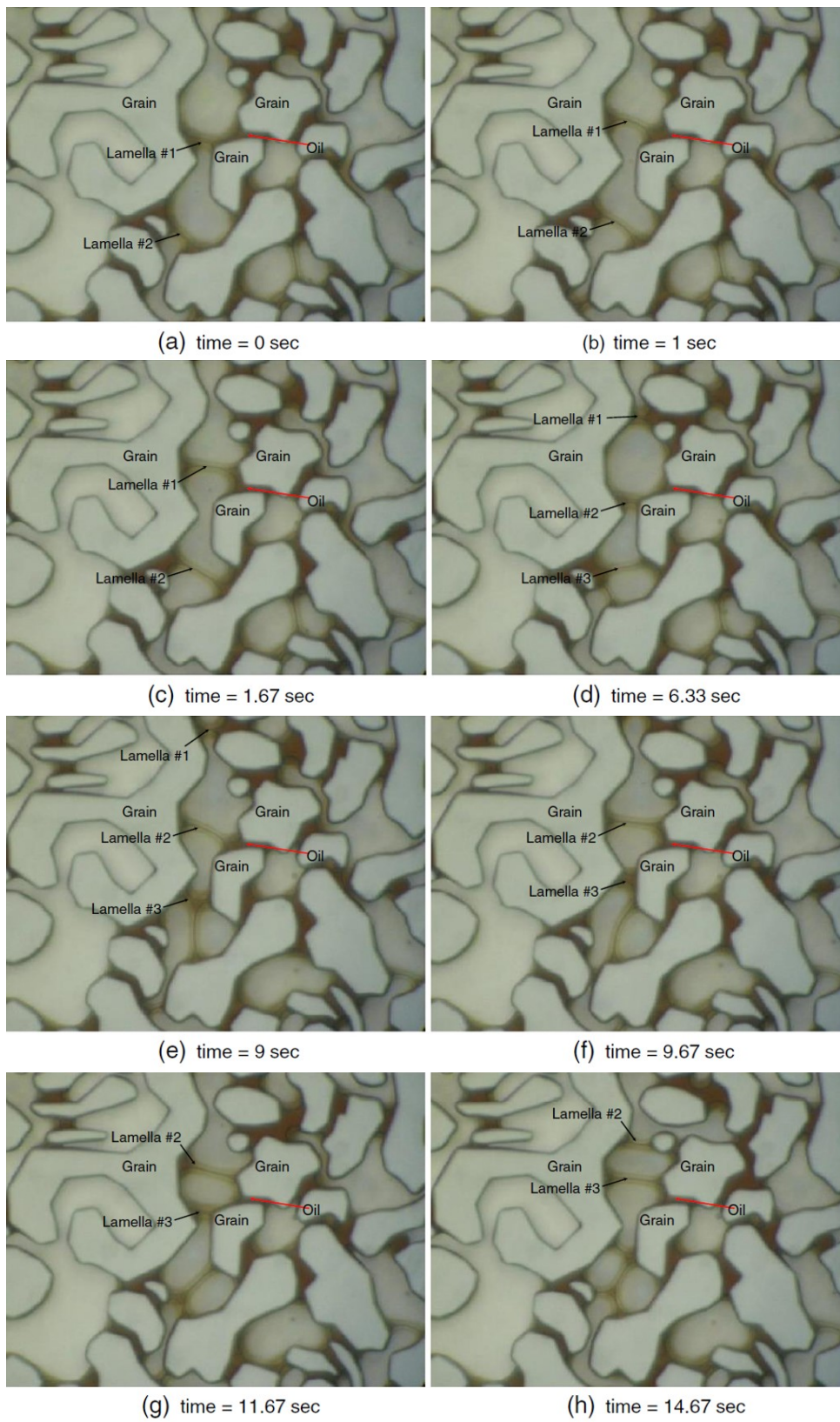


FIGURE 1.42 – Photos de stabilité de lamelle en présence d’huile lors d’un transport de mousse en milieu poreux [137].

théorique et ses mesures expérimentales. Il reste cependant des questions en suspens telles que l'influence du désordre dans un milieu poreux, car Virginie Hourtané a étudié des réseaux de canaux de largeur et d'épaisseur uniformes, mais aussi l'impact que peut avoir la présence d'huile sur le plan du transport d'une mousse, de sa formation et de sa stabilité. La question de l'impact réel que peut avoir indépendamment le nombre capillaire d'injection Ca et la qualité de la mousse f_g doit aussi être élucidée. En effet, peu de données systématiques sont référencées dans la littérature sur de larges gammes de Ca que ce soit en micromodèle ou en milieu poreux (à l'exception notable des mesures réalisées à l'IFPEN [143]). Ajoutons que les méthodes de génération classiques de bulles en microfluidique ne permettent pas en général de faire varier Ca et f_g indépendamment. Il nous a fallu développer des protocoles spécifiques pour répondre à cet enjeu.

L'approche de cette thèse est d'apporter des réponses à ces problématiques à travers la conception d'un modèle microfluidique de milieu poreux hétérogène en NOA. Il sera alors possible d'avoir une approche de l'impact que peut avoir le désordre sur le transport de mousse et ce, à un nombre capillaire Ca d'injection et à une qualité de mousse f_g indépendantes. De plus, avoir un micromodèle en NOA présente un intérêt en terme d'étanchéité, permettant de faire des études du comportement de mousses en présence d'huile. L'approche consistera alors à observer la formation et le transport d'une mousse dans un milieu avec une phase huileuse. Cela permettra de soulever des interrogations qui se posent en terme de stabilité dans un système eau/air/huile/solide.

Les chapitres 2 et 3 seront dédiés à la formation de mousse dans un milieu poreux hétérogène. L'approche du chapitre 2 consistera à étudier l'écoulement d'un jet de fluide au centre de la puce microfluidique, avec co-injection d'une solution d'eau et de tensio-actifs sur les côtés. Nous observons alors plusieurs comportements de jet. Le premier est un jet continu, au centre du système, qui progresse dans le milieu pour un nombre capillaire d'injection $Ca < 10^{-5}$. Au-dessus de cette valeur de Ca , le fluide central se disperse dans la solution d'eau et de tensio-actifs. Il est alors observé qu'une partie de la phase dispersée se retrouve bloquée par certains pores alors que l'autre partie continue sa progression vers la sortie. Ce n'est qu'à partir de $Ca > 10^{-3}$ que les déblocages commencent à avoir une importance significative. Le chapitre 3, quant à lui, aborde la question de la formation d'une mousse à travers l'injection d'un train de bulles dans un milieu poreux. L'avantage de cette méthode et de pouvoir fixer de manière indépendante le nombre capillaire d'injection Ca et le débit relatif en gaz injecté f_g . Nous remarquons alors des débuts de divisions de bulles dans le milieu poreux à partir de $Ca \sim 10^{-5}$. Dans ces gammes de nombre capillaire, la distribution en taille de bulles est polydisperse. Ce n'est qu'à partir d'un nombre capillaire $Ca \sim 10^{-4}$ que la distribution en taille s'homogénéise où la taille des bulles devient proche de la taille des pores. Pour des qualités de mousse $f_g > 0,76$, nous constatons que les bulles ont plus de difficultés à se diviser complètement.

Dans les chapitres 4 et 5, nous étudierons le transport de mousse. Le chapitre 4 est centré sur une étude d'écoulement de train de bulles dans différentes géométries de canaux droits. Ces bulles sont générées de manière microfluidique par flow-focusing pour être envoyées dans des canaux à section constante ou variable. A travers ces différents modèles, nous notons que la différence de pression créée par une seule bulle suit la loi de Bretherton en

$Ca^{2/3}$. Cependant, la présence de constriction conduit à l'existence d'un seuil en pression en-dessous de $Ca = 10^{-4}$, et donne lieu à des écoulements intermittents. Dans le chapitre 5, nous élargissons l'étude à tout un milieu poreux. Des mesures directes montrent que la pression générée par l'écoulement peut être jusqu'à 3000 fois plus importante que la pression due à de l'eau à même débit d'injection pour $Ca = 10^{-6}$. Ce rapport diminue fortement lorsque le nombre capillaire augmente. Une analyse des chemins parcourus par observation directe souligne que pour des faibles débits relatifs de gaz, seuls quelques chemins sont actifs. Il se trouve cependant qu'une augmentation de Ca ou du débit relatif de gaz conduisent à une homogénéisation du balayage de la mousse dans le milieu. Nous cherchons par la suite à faire un lien entre la pression mesurée et les observations. Pour cela, nous appliquons les lois en pression trouvées dans le chapitre 4, que nous transposons dans chacun des chemins parcourus par la mousse dans le milieu poreux. Pour de faible débits relatifs en gaz, le modèle fonctionne de manière satisfaisante. En revanche, pour de plus hautes qualités f_g , les mesures expérimentales sont plus éloignées de la pression théorique envisagée, allant jusqu'à un facteur 5.

Les chapitres 6 et 7 seront centrés sur l'étude des interactions entre une mousse et du dodécane dans un milieu poreux. Dans le chapitre 6, nous allons reprendre les études du chapitre 3 sur les injections de trains de bulles dans un milieu poreux mais cette fois en présence d'un jet central de dodécane. Nous observons alors que l'huile n'a pas d'influence sur la stabilité de la mousse. En revanche, nous constatons qu'il est nécessaire d'avoir une plus grande distance de milieu poreux pour avoir une division complète des bulles. Cela en raison de l'espace que peut mobiliser le jet central, réduisant le nombre d'obstacles qu'une bulle peut rencontrer. Dans le chapitre 7, des expériences sont menées avec un milieu poreux saturé en dodécane. Une mousse de débit relatif en gaz valant 0,76 est alors injectée. Il est à noter que le front de mousse ne s'introduit pas dans le milieu de manière homogène. Celle-ci s'infiltré dans le milieu par certains chemins privilégiés jusqu'à balayer, à la fin de l'expérience, la totalité des chemins. Pour de faible débits, nous remarquons que la mousse est plus performante, qu'une simple solution d'eau avec tensio-actifs, dans le balayage du milieu poreux. En terme de chemins préférentiels parcourus par la mousse, la présence d'huile dans le milieu n'a aucune influence pour des nombres capillaires $Ca \sim 10^{-4}$. En revanche, pour $Ca \sim 10^{-5}$, il se fait que le nombre de chemins diminue dans un milieu en présence de dodécane.

Première partie

Formation d'une mousse en milieu poreux.

Chapitre 2

Co-injection de deux fluides en milieu poreux.

Sommaire

2.1	Introduction.	69
2.2	Matériels et méthode.	70
2.2.1	Caractéristiques du milieu poreux.	70
2.2.2	Montage expérimental.	70
2.2.3	Traitement d'images.	73
2.3	Résultats.	75
2.4	Discussion.	77
2.5	Conclusion.	80

2.1 Introduction.

Dans le milieu industriel, afin d'extraire une huile piégée dans une roche, on injecte une mousse afin d'améliorer le rendement en récupération. Généralement, la mousse n'est pas préformée dans le milieu de manière directe mais de l'eau contenant des tensio-actifs est co-injectée avec du gaz dans le milieu. Les phases liquides et gazeuses vont alors former une mousse in situ. L'objectif de ce chapitre est de comprendre les mécanismes de formation de cette mousse entrant en jeu ainsi que les paramètres de contrôle. Pour cela, nous allons utiliser un système de puce microfluidique nous permettant de faire une imagerie de la formation d'une mousse en fonction du nombre capillaire d'injection Ca et du débit relatif f_2 d'un des deux fluides injectés. Nous pourrons ainsi observer différents régimes, s'ils existent, et distinguer les différentes conditions d'apparition de ces régimes. La géométrie utilisée est un modèle de milieu poreux disposant d'un canal central en son centre pour injecter un jet en co-écoulement avec un autre fluide sur les côtés. Cela est une bonne manière d'aborder un problème de formation de mousse par co-injection en régime permanent. Dans ces expériences, nous nous tiendrons à une même solution de tensio-actifs *Surf EOR Foam 5200*.

2.2 Matériels et méthode.

2.2.1 Caractéristiques du milieu poreux.

Dans ce paragraphe, nous allons vous présenter le modèle expérimental qui va être utilisé lors de nos expériences. Il s'agit d'une puce microfluidique en NOA avec des motifs de formes aléatoires et disposant d'un canal de $200 \mu\text{m}$ de large au centre de la section d'entrée du milieu. Nous pouvons voir, sur cette géométrie, des piliers solides, marqués par leur couleur blanche, disposés de manière aléatoire et avec des formes à géométries variables. L'épaisseur h du système est de $215 \mu\text{m}$ et la section des canaux, représentés en noir sur la figure 2.2, est variable. Un programme *Matlab* génère le milieu poreux avec des piliers plus ou moins espacés suivant la valeur de la longueur de corrélation l_c , qui vaut ici $600 \mu\text{m}$. La largeur moyenne de ces pores, notée l_p , vaut $300 \mu\text{m}$ et fluctue d'une demi largeur $\varepsilon = 100 \mu\text{m}$. La distance entre le centre de chaque ventre ou crevasse que nous appelons Λ vaut $600 \mu\text{m}$.

2.2.2 Montage expérimental.

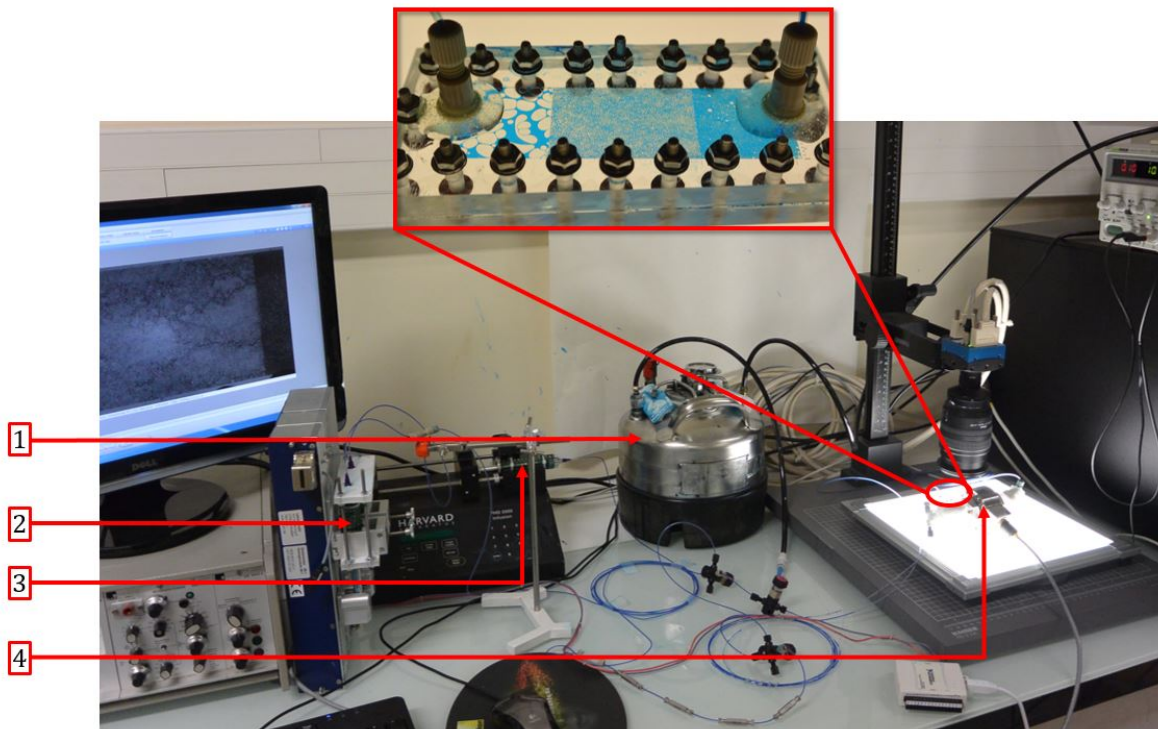


FIGURE 2.1 – Montage expérimental avec puce microfluidique en NOA au centre sur panneau LED. 1) Enceinte métallique. 2) et 3) Poussoir-seringues. 4) Capteur de pression.

Afin d'étudier une co-injection de deux fluides dans un milieu poreux, nous utilisons une puce microfluidique en NOA A81 dont le protocole de fabrication est détaillé dans l'annexe A. L'avantage de ce genre de puce est qu'en plus de sa transparence, permet aussi d'assurer des séries d'expérience avec une contre-pression de 3 bars à la sortie. Cela

permet ainsi d'éviter les effets de compressibilité lors de l'injection d'air à l'intérieur du système. Cette puce est disposée sur un panneau LED comme nous pouvons le voir sur la photo du montage se trouvant sur la figure 2.1. Au-dessus du modèle de milieu poreux est installé un objectif surmonté d'une caméra rapide. Le dispositif nous permet ainsi de faire des vidéos en temps réel de l'écoulement des fluides au sein de la puce.

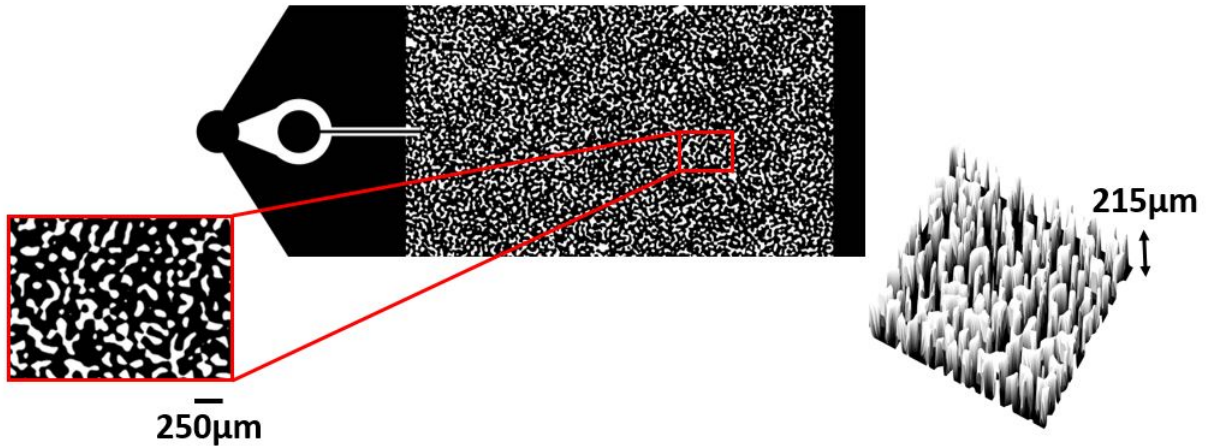


FIGURE 2.2 – Masque représentant le motif de la puce microfluidique. En noir sont représentées les zones où les fluides peuvent s'écouler et en blanc, les plots ainsi que les parois. Les tailles de canaux sont $l_p \sim 300 \mu\text{m}$ et la hauteur est de $215 \mu\text{m}$.

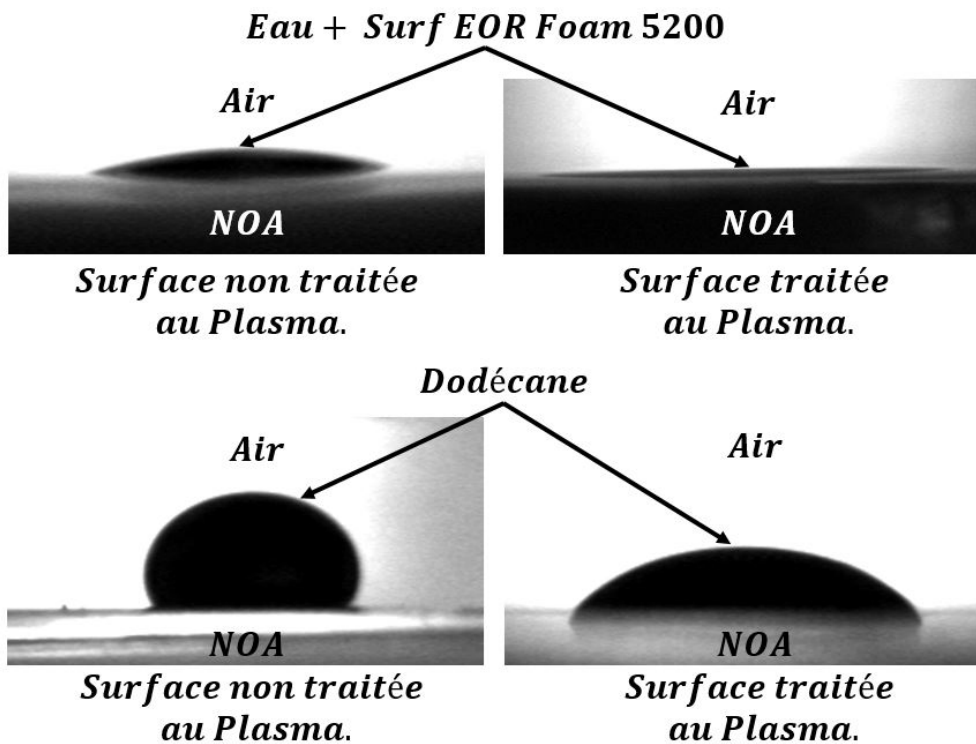


FIGURE 2.3 – Mouillabilité d'une solution de tensio-actifs *Surf EOR Foam 5200* et de dodécane sur une surface en NOA traitée ou pas au plasma.

Fluide n°1	Fluide n°2	μ_1 (en mPa.s)	μ_2 (en mPa.s)	γ_{12} (en mN.m ⁻¹)
Eau + TA	Air	1,28	$1,84 \cdot 10^{-2}$	33
Eau + TA	Dodécane	1,28	1,44	6
Eau + TA	Paraffine	1,28	127	3
Mousse $f_g = 0,76$	Dodécane	1,28	1,44	33

TABLE 2.1 – Table des différents couples de fluides utilisés avec leurs caractéristiques à T=22°C. TA = *Surf EOR Foam 5200*.

Pour l'étude des co-injections de fluides, nous utiliserons plusieurs couples de fluides résumés dans le tableau 2.1. Dans le cas général, nous utilisons deux pousse-seringues que nous raccordons à l'entrée de la puce. Comme nous le montre la photo du masque, sur la figure 2.2, utilisé pour faire le modèle, nous pouvons voir qu'il existe deux entrées de la puce. En effet, la puce dispose d'une piscine en entrée qui sert à injecter le fluide 1. Ensuite, nous pouvons constater qu'il existe au centre, un canal d'entrée qui servira à injecter le fluide 2 à l'intérieur du milieu. C'est la raison pour laquelle nous utilisons un pousse-seringue pour le fluide 1 ainsi qu'un autre pousse-seringue pour le fluide 2. La sortie, quant à elle, est reliée à une enceinte métallique afin de récupérer les fluides tout en assurant une mise en pression de 3 bars. Les parois de la puce microfluidique sont en NOA et la surface est préalablement traitée au plasma pour lui donner des propriétés hydrophiles. La figure 2.3 illustre ces propriétés de mouillage. Quand une goutte d'eau avec tensio-actifs *Surf EOR Foam 5200* est posée sur une surface en NOA non traitée au plasma, il y a mouillage partiel alors qu'un traitement plasma engendre un mouillage total de la goutte en surface. Pour une goutte de dodécane, nous restons en mouillage partiel.

Avec ce type de système, nous allons contrôler, de manière indépendante, deux paramètres principaux. Le premier est le débit relatif de fluide 2 défini comme le débit en fluide 2 sur le débit total injecté dans la puce :

$$f_2 = \frac{Q_2}{Q_1 + Q_2} \quad (2.1)$$

Le deuxième paramètre utilisé est le nombre capillaire défini, pour une puce de section Σ et de porosité ϕ , comme :

$$Ca = \frac{\max(\mu_1, \mu_2)(Q_1 + Q_2)}{\gamma_{12}\phi\Sigma} \quad (2.2)$$

Le choix que nous avons fait de définir le nombre capillaire Ca avec le maximum des viscosités des deux fluides permet, nous le verrons, de rendre compte simplement des résultats indépendamment du rapport de viscosité.

2.2.3 Traitement d'images.

Traitement d'images pour un système à trois phases.

Dans le but d'avoir le meilleur contraste possible entre les différentes phases, la solution d'eau avec tensio-actifs *Surf EOR Foam 5200* est mélangée à un colorant alimentaire de couleur bleue (protocole en annexe B). Ainsi, sur les images de la caméra rapide, l'eau va apparaître en noire alors que le solide apparaît en gris et l'air en blanc. De même, la solution de dodécane, quant à elle, est marquée par un colorant de couleur rouge, ce qui lui donne une couleur grisée sur les vidéos comme l'illustre l'image n°1 de la figure 2.4.

La procédure d'analyse d'image que nous avons développé consiste, comme sur la figure 2.4, à soustraire l'image de la puce remplie de la solution aqueuse avec le jet par l'image des piliers seuls (image n°2), afin de faire disparaître ces derniers (image n°3). Cette image est ensuite seuillée facilement pour faire ressortir le jet central. Enfin, les images binaires obtenues sont moyennées dans le temps. Nous obtenons alors une cartographie de la saturation en jet que nous nommons $S(x, y)$.

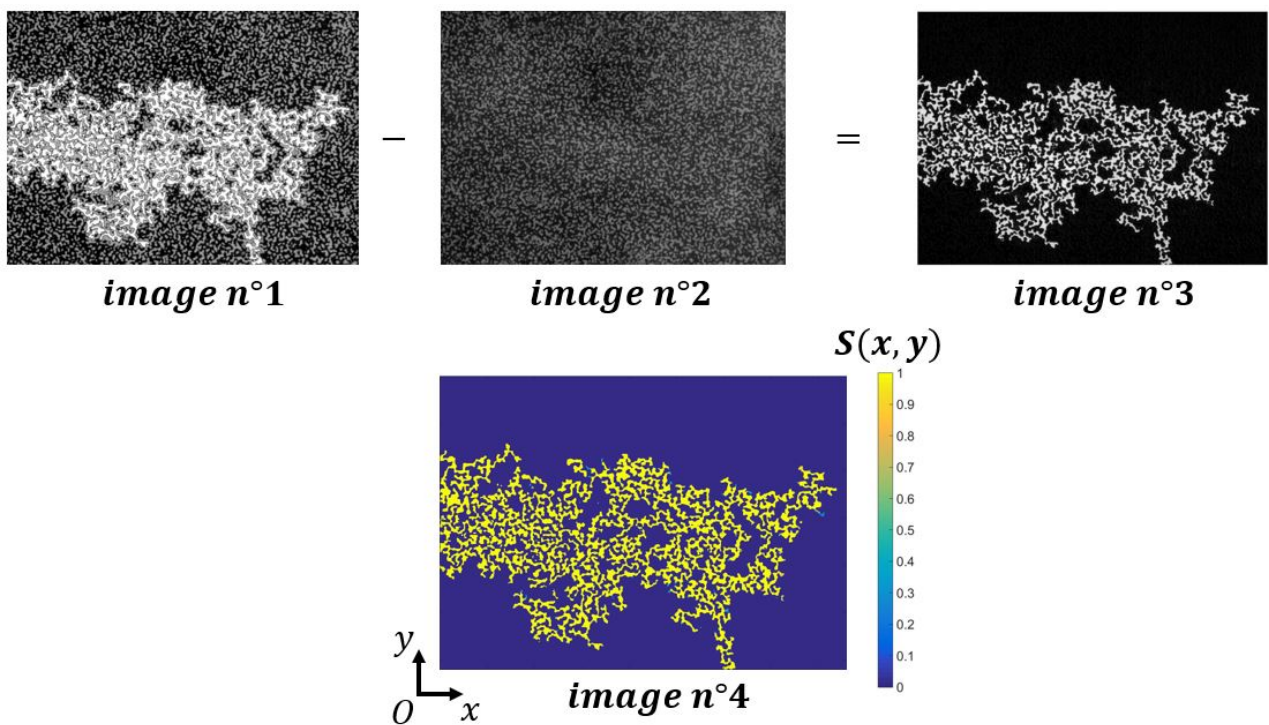


FIGURE 2.4 – Etapes de traitement d'images pour obtenir la cartographie de la saturation $S(x, y)$ en fluide 2.

Traitement d'images pour un système à quatre phases.

Dans le paragraphe précédent, nous avons détaillé les étapes de traitement d'images pour un système à trois phases (solide, phase 1 et phase 2). Il existe cependant un cadre d'étude où nous sommes amenés à étudier un système à quatre phases. C'est le cadre de l'écoulement d'une mousse en présence de dodécane. Un jet central de dodécane est alors

injecté au centre du système pendant que de la mousse s'écoule sur les côtés. Nous sommes alors confrontés à un système solide/eau/air/dodécane. Ainsi, un traitement d'images avec vidéo en noir et blanc s'avère difficile si nous voulons distinguer les quatre phases par le contraste. C'est la raison pour laquelle nous avons fait des vidéos avec une caméra rapide couleur. La figure 2.5 nous montre ainsi en bas à gauche ce à quoi peut ressembler une image couleur d'un ensemble de quatre phases. Ce genre d'image a un avantage par rapport à une image en noir et blanc. Nous pouvons voir que les couleurs composant chaque pixel sont composées de niveaux de bleu, vert et rouge. Nous pouvons ainsi jouer avec ces niveaux pour sélectionner chacune des quatre phases.

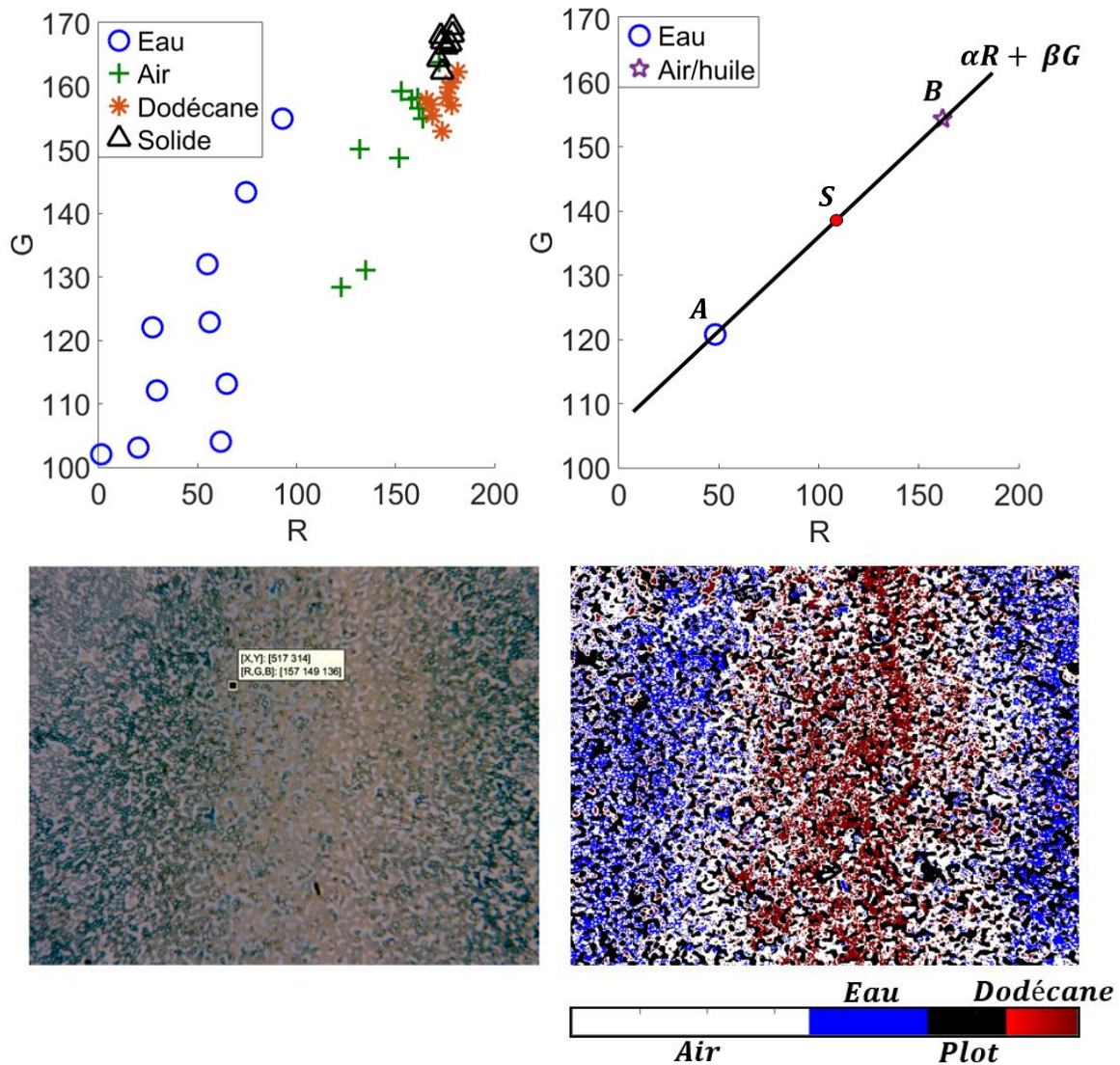


FIGURE 2.5 – En haut : Diagramme des niveaux de vert et de rouge pour différents pixels contenus dans les quatre phases (à gauche) et moyenne des points du groupe « eau » et « air/dodécane » ainsi que la droite de projection $\alpha R + \beta G$ et le point seuil S. En bas : Photo d'une vidéo couleur d'un système à quatre phases (à gauche) et cartographie des quatre phases (à droite).

Dans notre démarche, nous distinguons quatre familles de pixels. Une correspondant au solide, une autre à l'eau, l'air et enfin le dodécane. Pour chacune de ces familles, nous relevons une dizaine de pixels pour en déterminer les niveaux de bleu, vert et rouge. L'ensemble de ces niveaux est alors représenté sur le diagramme en haut à gauche de la figure 2.5. Pour dissocier ces quatre familles, il est d'abord facile de distinguer les plots, c'est-à-dire le solide. Il suffit d'avoir une photo du système avant l'écoulement. Ensuite, il ne reste plus qu'à dissocier les trois autres phases. Comme nous le voyons sur le diagramme en haut à gauche de la figure 2.5, l'air et le dodécane sont voisins si nous nous situons dans le plan dont les axes sont le vert et le rouge. En revanche, l'eau se trouve éloigné de ces deux familles. Cela est un bon moyen de distinguer la phase eau des deux autres phases. Nous moyennons alors les points du groupe « eau » d'un côté pour n'en faire qu'un seul point nommé A . Nous faisons de même avec le groupe « air/dodécane » que nous moyennons aussi en un seul point nommé B . Ces deux points nous permettent de tracer une droite $\alpha R + \beta G$ ce qui fait que pour distinguer les deux groupes, nous ne jouons plus sur les valeurs de vert ou de rouge mais sur les valeurs le long de la droite $\alpha R + \beta G$. Nous créons alors un point S sur cette droite, entre les point A et B . Ce point représente une valeur de seuillage sur lequel nous allons jouer pour distinguer la phase « eau ». En jouant sur le seuillage, nous obtenons une image où seule la phase eau apparaît sur l'image. Il ne reste plus qu'à distinguer l'air du dodécane. Nous employons la même démarche dans un autre plan constitué par les axes des couleurs vertes et bleues.

Les traitements ainsi terminés, nous pouvons obtenir une image cartographiant la présence du solide, de l'eau, de l'air et du dodécane avec un code couleur pour chacune d'entre elles comme nous pouvons le voir sur la figure 2.5. Ce genre d'image permet de donner une estimation des saturations des différentes phases.

2.3 Résultats.

Après avoir fait plusieurs séries de mesures et traitements d'images, nous nous rendons compte qu'une situation de co-injection de deux fluides dans un milieu poreux, comme le montre la figure 2.6, peut être décrite par trois grands régimes qui dépendent de Ca .

Dans le premier régime, à faible Ca , les deux phases restent continues. La phase 2 occupe une région centrale, avec une morphologie ressemblant à celle obtenue en digitation capillaire observée. Cela se produit pour un nombre capillaire $Ca < Ca_1$.

Le deuxième régime, à Ca intermédiaire, est marqué par une dispersion de la phase 2 dans la phase 1. La phase 2 envahie alors une grande partie du milieu poreux. Nous remarquons ici, comme la cartographie des saturations le montre, des zones où le fluide 2 circule. En revanche, nous observons aussi que la phase 2 se trouve immobile dans de nombreux endroits due à des piègeages de bulles/gouttes dans certains pores. Il se trouve qu'au fur et à mesure que nous augmentons Ca , la saturation en phase bloquée diminue progressivement. Elle diminue jusqu'à devenir minoritaire par rapport à la saturation en phase mobile. Ce cas de figure intervient lorsque Ca atteint une valeur critique Ca_2 . Au-dessus de cette valeur, une grande partie de la phase 2 est débloquée et nous avons un

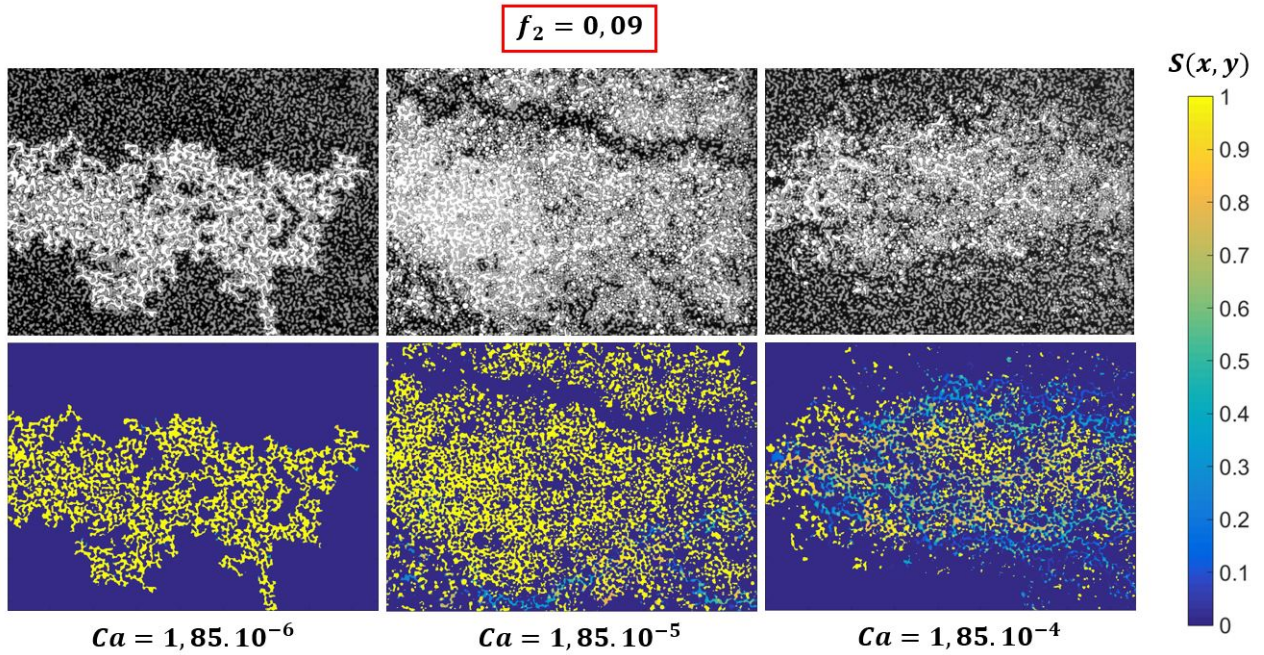


FIGURE 2.6 – Photos et cartographies du jet central de fluide 2 dans le fluide 1 à travers le milieu poreux dans trois cas de figure différents. Les images du haut sont les images brutes et celles du bas, les images de saturation.

régime d'écoulement correspondant à un jet au centre du milieu poreux, qui se disperse progressivement, conduisant au troisième régime.

Le troisième régime, à grands Ca , est marqué par le fluide 2 s'écoulant sous la forme d'un jet central. Une partie de la phase 2 est dispersée dans la phase 1, mais contrairement au régime 2, la phase 2 est entièrement en écoulement.

De manière globale, comme le représente les figures 2.7 et 2.8, les trois régimes d'écoulement sont résumés dans un diagramme dont les axes sont Ca et f_2 . Nous avons remarqué que ces trois régimes sont observés quel que soit le débit relatif f_2 en phase 2 injecté. Cependant, le rôle du nombre capillaire Ca joue un rôle plus important dans le régime d'écoulement comme nous pouvons le voir sur la cartographie situées en figure 2.8. Nous pouvons y évaluer $Ca_1 \sim 10^{-5}$ et $Ca_2 \sim 10^{-4}$. Différentes expériences ont pu être réalisées sur différents couples de fluides. De manière générale, ces couples de fluides se comportent de la même manière lorsque nous faisons varier les paramètres Ca et f_2 . Pour certains couples de fluides, il est difficile de descendre à Ca en dessous de 10^{-5} . C'est le cas lorsque le fluide 1 est de la mousse. Cela est lié au fait que les bulles restent bloquées à l'entrée du milieu poreux et nous ne maîtrisons alors plus la qualité de mousse f_g injectée. Pour la viscosité de ce fluide complexe, nous prenons arbitrairement la viscosité de l'eau avec tensio-actifs *Surf EOR Foam 5200* en considérant qu'il s'agit de la phase liquide de la mousse qui disperse la phase 2 sortant du jet central.

Sur la figure 2.7, nous remarquons que pour un nombre capillaire Ca donné, la saturation S_2 en fluide 2 augmente progressivement. Cela s'explique du fait que le débit Q_2 de la

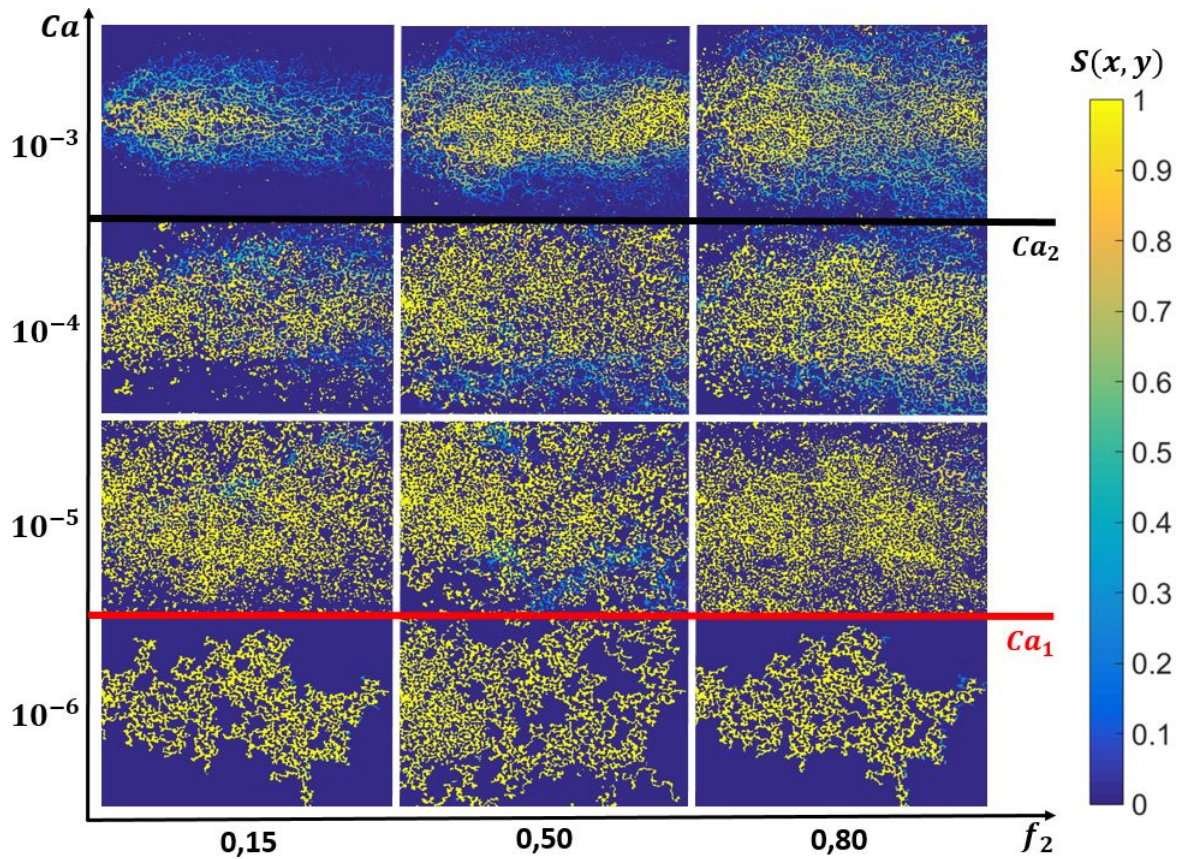


FIGURE 2.7 – Cartographie des différents régimes pouvant se présenter lors d’un écoulement central d’un fluide 2 dans un fluide 1 en fonction de Ca et f_2 .

phase 2 devient très important devant le débit Q_1 . Il devient donc de plus en plus difficile pour le fluide 1 d’évacuer le fluide 2 hors du milieu. Un autre effet notable à observer est, pour $f_2 < 0,4$, une diminution de la saturation S_2 au fur et à mesure que Ca augmente. Cette remarque confirme ce qui a été dit en début de section, à savoir qu’en-dessous de $Ca = 10^{-4}$, il existe beaucoup de piègeages de la phase 2 à l’intérieur des pores. En augmentant le nombre capillaire, la phase 2 se dépiège progressivement. Pour $f_2 < 0,1$, nous observons que Ca_1 semble augmenter quand f_2 diminue. Nous pouvons expliquer cette dépendance du fait qu’à ces faibles valeurs de f_2 , la phase 2 sortante occupe de moins en moins l’espace formant une petite portion de fluide de plus en plus difficile à disperser.

2.4 Discussion.

Dans un premier temps, pour $Ca < 10^{-5}$, le jet continu progresse dans le milieu poreux jusqu’à la sortie sous forme de digitation. Ces cas particuliers, comme le montre le diagramme de phase en figure 2.8 à gauche, se trouvent pour le couple de fluide eau/air, dont le rapport de viscosité $\mu_1/\mu_2 \sim 10^{-2}$, et eau/dodécane avec $\mu_1/\mu_2 \sim 1$. Si nous nous référons au diagramme de Lenormand [37], les cas de figure évoqués correspondent à de la digitation capillaire. Si nous lisons les valeurs critiques de Ca auxquelles la digitation capillaire a lieu, cela arrive à $Ca < 10^{-4}$ pour le couple eau/dodécane, et $Ca < 10^{-6}$ pour le couple eau/air. Pour la gamme de nombres capillaires à laquelle nous injectons

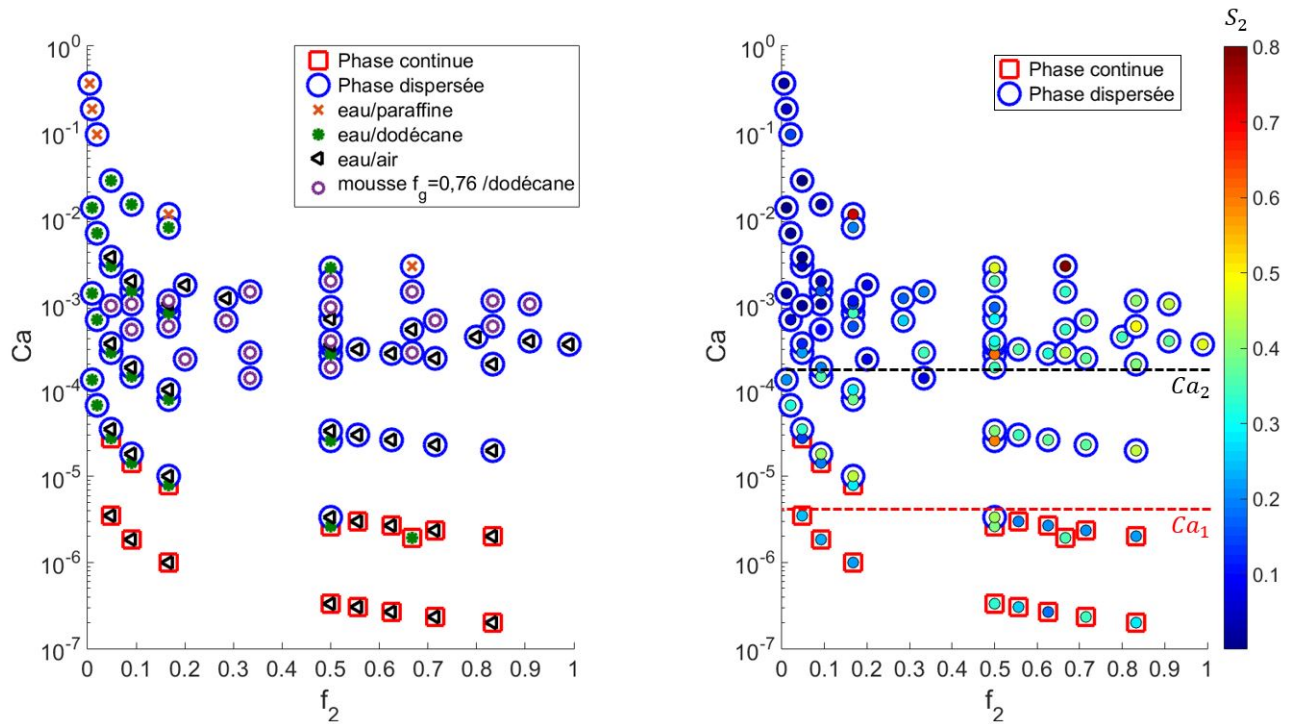


FIGURE 2.8 – Diagramme des différents régimes d'écoulement en fonction de f_2 et Ca . A gauche : Représentation, sur le diagramme, des différents couples de fluides utilisés. A droite : Représentation des saturations S mesurées.

les fluides ($10^{-6} - 10^{-5}$), cela confirme la présence de digitation capillaire.

Dans des problèmes de division de bulles ou de gouttes en milieu microfluidique, les paramètres essentiels qui entrent en jeu sont le rapport de débits des deux fluides, le nombre capillaire d'injection Ca , le rapport de viscosité et l'angle de contact [49, 50, 55]. Dans nos expériences, ce dernier n'entre pas en jeu vu que nous sommes la majorité du temps en mouillage total pour le mélange eau/tenso-actifs. De plus, le rapport de viscosité n'est pas à prendre en compte non plus car dans notre manière d'évaluer le nombre capillaire, nous prenons toujours le maximum des viscosités des deux fluides. C'est la raison pour laquelle seuls Ca et f_2 interviennent dans ce problème.

Dans ces conditions, nous pouvons constater qu'il existe plusieurs configurations de jet lorsqu'un fluide 2 est co-injecté avec un fluide 1 dans un milieu poreux. Il se trouve en effet qu'il existe un cas de figure où le jet central se trouve sous forme dispersée dans la phase 2. En revanche, l'autre cas de figure est un jet central continu. Si nous prenons en compte le nombre capillaire Ca que nous avons défini en début de chapitre, nous observons une transition entre jet continu et jet dispersé pour $Ca \sim 10^{-5}$. Dans des expériences réalisées à l'échelle d'un seul canal microfluidique [54, 63], il est noté que des transitions entre phase continue et divisions s'observent à $Ca \sim 10^{-3}$. Cela veut dire que dans notre cas, le jet se disperse plus facilement. Une explication plausible serait qu'un jet est moins stable dans une géométrie où des piliers de tailles hétérogènes sont disposés sur toute la surface. De plus, la dispersion est marquée rapidement par la formation de gouttes ou bulles de dimensions proches de la taille des pores et ceux, dès un nombre capillaire $Ca \sim 10^{-5}$.

Dans les expériences de Vladisavljevic et al [71] sont injectées à travers une membrane des gouttes d'huile de tailles supérieures au diamètre des pores de la membrane. Dans un régime à $Ca \sim 10^{-5}$, de grosses gouttes de tailles polydisperses sont présentes en sortie. Cet effet souligne qu'une expérience de division de gouttes à travers une membrane ne fait peut-être pas intervenir les mêmes mécanismes qu'une co-injection de deux fluides à travers un milieu poreux.

Comme nous pouvons le voir sur le diagramme de la figure 2.8, il se trouve qu'au-dessus d'un nombre capillaire $Ca = 10^{-5}$, le jet de fluide 2 se disperse dans le fluide 1 et ce, quel que soit les couples de fluides étudiés. Comme cela a été dit précédemment, nous remarquons à travers cette dispersion qu'il existe une partie de la phase 2 complètement piégée par les pores sous forme de gouttes ou de bulles. En revanche, une autre partie, quant à elle, peut circuler librement dans le système.

Dans le diagramme de phase de la figure 2.8, nous soulignons cependant que l'état de saturation en fluide 2 n'est pas le même suivant le nombre capillaire. En effet, il se trouve qu'à $Ca \sim 10^{-5} - 10^{-4}$, la saturation S_{blocage} est nettement supérieure à S_{mobile} . Nous observons alors dans ce genre d'écoulement que toute la phase 2 est entièrement bloquée à l'exception d'une infime partie des chemins où un écoulement de bulles ou de gouttes est présent. Pour donner une explication à cet effet, il nous faut raisonner en terme de pression capillaire. Romano et al [144] ont étudié, dans un milieu poreux hétérogène, des dépiégeages de gouttes de dodécane. Ils ont noté que la solution de tensio-actifs commence à débloquent les gouttes d'huile à partir d'un nombre capillaire critique $Ca_c \sim 10^{-5}$. Il est alors dit qu'à partir de cette valeur de nombre capillaire, la différence de pression aux bornes de la goutte devient supérieure à la pression capillaire, permettant à la goutte de se débloquent. Ces hypothèses sont vérifiées expérimentalement sur le diagramme de saturation de la figure 2.8 à droite ainsi que sur la cartographie de la figure 2.7. Nous y apercevons alors un premier régime de jet dispersé avec beaucoup de blocages pour $10^{-5} < Ca < 10^{-4}$ puis un régime en jet dispersé majoritairement débloquent pour $Ca > 10^{-4}$.

Un autre point intéressant que nous pouvons voir dans ce type de problème est l'effet que produit une mousse dans un co-écoulement. La figure 2.9 illustre que pour des mêmes débits d'injection, la mousse émulsionne plus facilement le jet de dodécane, si nous comparons avec une solution d'eau mélangée à des tensio-actifs. Nous pouvons donner une explication à cette observation à travers la manière dont le nombre capillaire Ca a été choisi. Dans ces deux expériences, Ca a été évalué à partir de la viscosité de l'eau avec tensio-actifs ainsi que la tension de surface entre l'eau et le dodécane. Cependant, il faut prendre en compte que la mousse a une viscosité effective plus importante qu'un fluide monophasique due à la présence de ménisques eau/air. Si nous devons prendre en compte cette viscosité dans le nombre capillaire, celui-ci serait plus élevé d'où l'émulsification du dodécane plus prononcée.

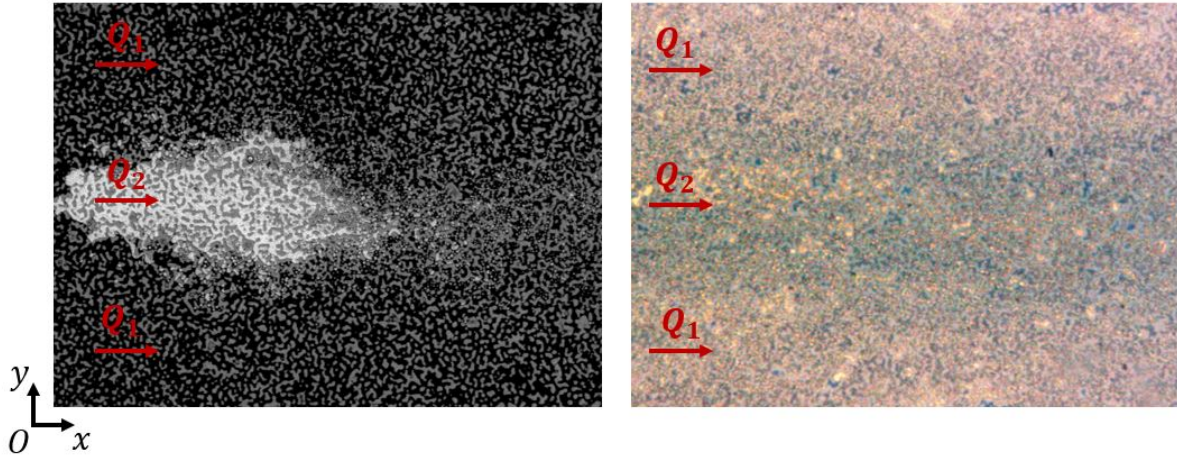


FIGURE 2.9 – Photos d’un jet de dodécane injecté à un débit $Q_2 = 100 \mu\text{L}.\text{min}^{-1}$ en co-injection avec un débit $Q_1 = 1000 \mu\text{L}.\text{min}^{-1}$ d’eau avec tensio-actifs (à gauche) ou de mousse de qualité $f_g = 0,76$ (à droite).

2.5 Conclusion.

Nous pouvons conclure de ce chapitre que nous avons réussi à mettre au point un système permettant d’observer visuellement un co-écoulement de différents types de fluides. Cela nous a permis de mettre en évidence que le principal paramètre est le nombre capillaire Ca imposé par l’injection. Nous avons mis en lumière trois différents types de régimes d’écoulement et ces derniers sont indépendants du débit fractionné f_2 mais cependant, dépendent du nombre capillaire Ca . Pour $Ca < 10^{-5}$, il a été montré que les phases ne sont pas dispersées et adoptent une morphologie qui rappelle celle d’une digitation capillaire. En revanche, au-dessus de 10^{-5} , il se trouve que le jet s’écoule sous forme dispersée. Pour des $Ca \sim 10^{-5} - 10^{-4}$, nous avons constaté qu’une grande partie de cette dispersion est piégée à l’intérieur des pores. En revanche, pour $Ca > 10^{-4}$, le jet central progresse sous forme de dispersion avec une saturation en phase 2 mobile bien supérieure à la saturation en phase bloquée. Nous avons ainsi mis en évidence, si nous prenons le cas d’une co-injection d’eau, de tensio-actifs et d’air que la condition de formation d’une mousse ne se fait qu’à $Ca > 10^{-5}$ pour ce genre de système microfluidique.

De plus, il a été montré que pour des mêmes débits d’injection, une mousse avait une tendance à mieux émulsionner un jet central de dodécane. Ceci montre qu’une mousse, par sa viscosité apparente, tend à élever le nombre capillaire d’injection et de ce fait, un écoulement de mousse en présence d’une huile revient à étudier un mélange triphasique d’eau, d’air et d’huile que nous étudierons dans des chapitres à venir.

Résumé.

• Un co-écoulement de deux fluides dans un modèle de milieu poreux est marqué par 3 régimes :

→ Un jet central continu pour $Ca < 10^{-5}$.

→ Un jet dispersé dans l'autre phase pour $10^{-5} < Ca < 10^{-4}$ avec de nombreux blocages.

→ Un jet dispersé et débloqué pour $Ca > 10^{-4}$.

• Les régimes dépendent de la valeur de Ca mais pas de f_2 , pour $f_2 > 0,1$.

• La mousse, par sa valeur de viscosité effective élevée, a une grande capacité à émulsionner l'huile dans le milieu poreux.

Chapitre 3

Injection de trains de bulles en milieu poreux.

Sommaire

3.1	Introduction.	83
3.2	Matériels et méthode.	84
3.2.1	Injection de bulles.	84
3.2.2	Traitement d'images.	86
3.3	Résultats.	87
3.4	Discussion.	90
3.5	Conclusion.	91

3.1 Introduction.

L'objectif de ce chapitre est d'appréhender la formation d'une mousse dans un milieu poreux, sous un autre point de vue que la co-injection de deux fluides. Il va être question ici d'injecter un train de grosses bulles, par rapport à la taille des pores, dans un modèle de milieu poreux en jouant sur différents paramètres de contrôle. Il va être alors utile de comprendre quels paramètres impactent sur la formation de cette mousse. Des études ont été menées sur ce genre de problème telles que des injections de gouttes d'huile à travers des membranes pour les fragmenter [71]. Il a été observées des gouttes plus petites et de tailles polydisperses en sortie, avec une homogénéisation en taille en augmentant le nombre capillaire d'injection Ca . D'autres expériences d'injection de bulles dans des modèles de milieu poreux [59, 74] montrent l'importance de la longueur du milieu dans la formation d'une distribution de bulles homogène en sortie. Nous allons apporter à ces observations l'importance du débit fractionné en gaz f_g sur la facilité à former une mousse par fragmentation de bulles dans un milieu poreux.

3.2 Matériels et méthode.

3.2.1 Injection de bulles.

Le système sur lequel nous allons étudier la formation de la mousse est un modèle de puce microfluidique en NOA A81 dont le protocole de fabrication est détaillé dans l'annexe A. A l'intérieur de cette puce se trouve le motif du milieu poreux de porosité $\phi = 0,7$. C'est au sein de ce milieu que nous allons injecter un train de bulle. L'ensemble est mis sous une pression de 3 bars pour limiter les effets de compressibilité du gaz et ainsi maîtriser l'injection. Cela permet d'injecter dans le milieu un train de grosses bulles à un nombre capillaire d'injection Ca bien précis. Le montage utilisé est le même type que celui utilisé dans le chapitre 2, c'est-à-dire une puce en NOA posée sur un panneau LED surmonté d'une caméra. La figure 3.1 expose en plus de ces informations, un schéma de principe du montage et de l'injection.

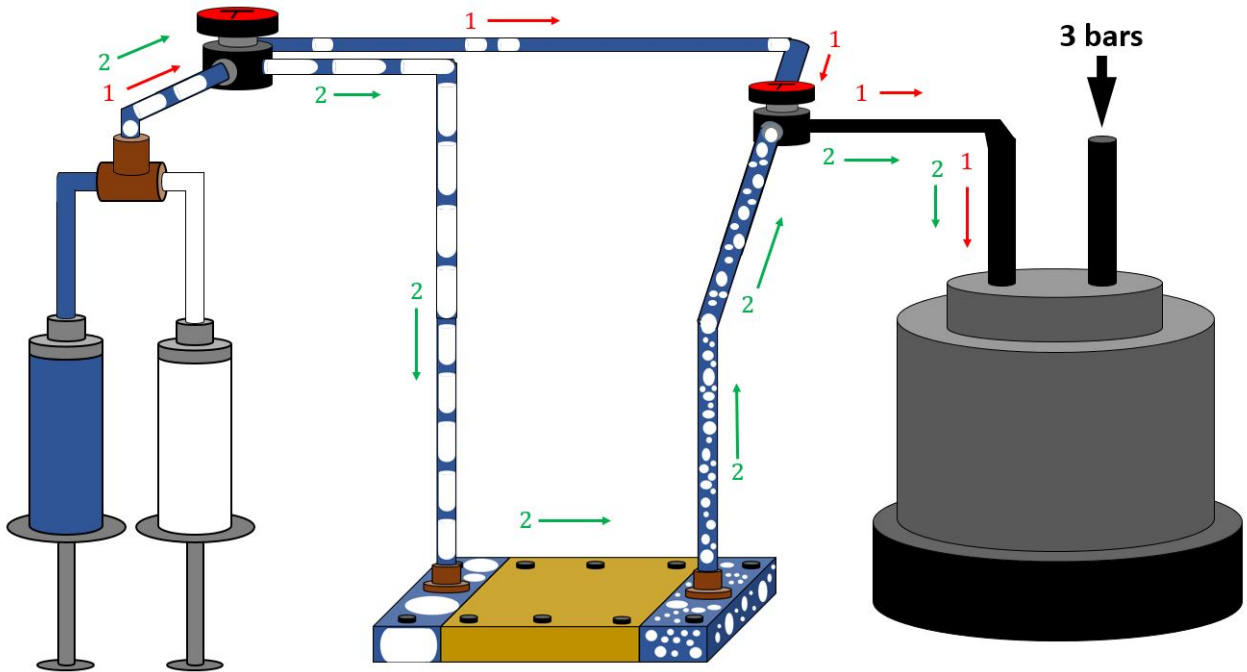


FIGURE 3.1 – Schéma du montage expérimental ainsi que du système d'injection.

Pour ce qui est de l'injection, les paramètres de contrôle qui entrent en jeu sont le nombre capillaire Ca , défini comme :

$$Ca = \frac{\mu Q_{tot}}{\gamma \phi \Sigma}, \quad (3.1)$$

avec $Q_{tot} = Q_{air} + Q_{eau}$, μ , la viscosité de l'eau avec tensio-actifs, γ , la tension de surface entre l'air et le liquide, ϕ , la porosité du milieu et Σ , la section de la puce. Le deuxième paramètre qui intervient dans le problème est la qualité de la mousse f_g défini comme :

$$f_g = \frac{Q_{air}}{Q_{air} + Q_{eau}} \quad (3.2)$$

L'idée de la méthode d'injection est de faire varier de manière indépendante ces deux paramètres afin de voir l'impact de ces deux grandeurs sur la formation de la mousse. Pour cela, le système de génération du train de bulles est assuré par un système de deux pousse-seringues, un pour l'injection d'air et le second pour le mélange eau/tensio-actifs *Surf EOR Foam 5200*. Les pousse-seringues sont alors reliés, comme le représente la figure 3.1, à la puce (chemin n°2) et à l'enceinte métallique de manière directe (chemin n°1). Ainsi, dans un premier temps, les pousse-seringues co-injectent l'air et l'eau dans le but de former un train de bulles. Cette étape permet de fixer la valeur de la qualité f_g à laquelle nous souhaitons travailler lors de l'expérience. Il se trouve qu'au début, le train de bulles n'est pas toujours régulier. C'est pourquoi nous employons d'abord le chemin n°1 de la figure 3.1 menant directement à la sortie du montage. Une fois le train de bulles régulier généré, nous empruntons le chemin n°2 menant à la puce microfluidique. Nous arrêtons le débit total Q_{tot} lorsque le train de bulles se trouve en entrée de milieu poreux. La prochaine étape consiste alors à injecter le train de bulles ainsi formé à un débit Q_{tot} fixé. C'est ce débit qui va déterminer le nombre capillaire Ca d'injection du train de bulles. Par cette méthode, nous arrivons alors à faire l'imagerie de formation de mousse pour des paramètres Ca et f_g contrôlés indépendamment.

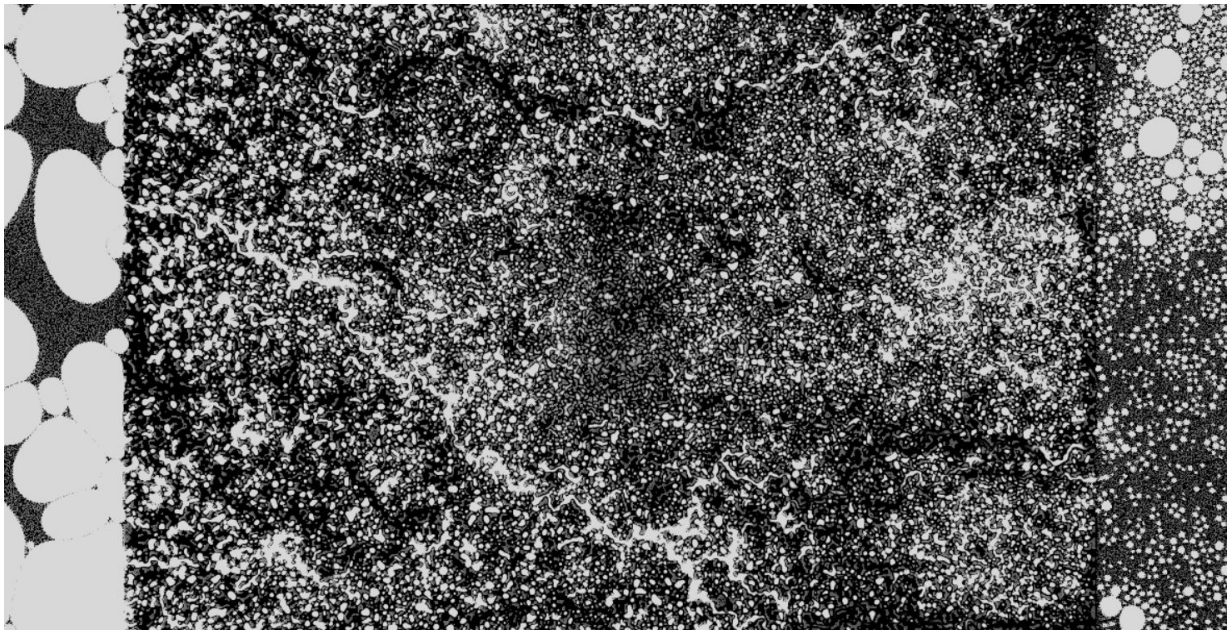


FIGURE 3.2 – Image d'un train de bulles de qualité $f_g = 0,50$ entrant dans la piscine d'injection puis dans le milieu poreux pour en sortir dispersé à la sortie.

Comme nous pouvons le voir sur la photo de la figure 3.2, le train de bulles, de diamètre 1-2 mm, arrive par la suite dans une première piscine avant que les bulles viennent ensuite s'introduire à l'intérieur du milieu poreux. Celles-ci avancent alors progressivement en ce divisant petit à petit pour ressortir dans la deuxième piscine. Pour l'analyse de données, nous nous concentrerons sur la distribution de cette deuxième piscine.

3.2.2 Traitement d'images.

Dans ce chapitre, nous nous intéressons à des images en sortie du milieu poreux, où nous avons pour objectif de déterminer la distribution de tailles de bulles après passage dans le milieu poreux. Si nous observons l'image n°1 de la figure 3.3, nous pouvons voir qu'une distribution en tailles de bulles n'est pas nécessairement homogène, c'est-à-dire que les bulles n'auront pas toutes la même taille. Le traitement d'images se fait par conséquent en plusieurs étapes. La première étape est alors de prendre en compte les grosses bulles. Pour cela, il suffit alors de seuiller l'image de sorte à obtenir l'air entièrement en blanc et l'eau en noir comme nous le voyons pour l'image n°2. De cette manière, nous pouvons identifier chaque bulle et mesurer leur aire apparente sur l'image n°3.

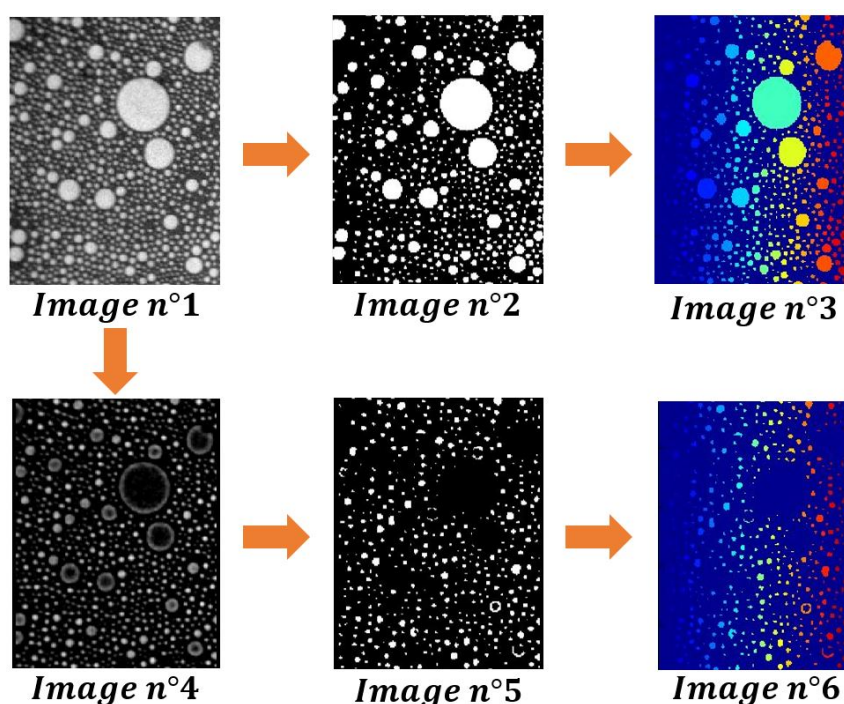


FIGURE 3.3 – Représentation des différentes étapes de traitement d'images de bulles en sortie de puce.

Cependant, ce type de traitement ne permet pas de quantifier les petites bulles qui disparaissent au seuillage comme le montre l'image n°2 de la figure 3.3, une grande partie des petites bulles a disparu. Il faut alors ajouter au traitement une étape supplémentaire. Cette étape consiste à mettre un filtre sur l'image brute pour ne garder que les petites bulles comme sur l'image n°4. Cette image va alors être seuillée comme sur l'image n°5, ce qui permet de distinguer différents groupes de pixels, représentés sur l'image n°6, et d'en déduire leur taille. Une deuxième distribution en tailles peut ainsi être faite pour la famille des petites bulles. L'idée est ensuite de réunir les distributions en tailles pour les grosses bulles et les petites bulles, ce qui nous permettra dans ce cas de créer un histogramme avec le diamètre de bulle d_{bulle} en abscisse et la probabilité $p(d_{bulle})$, d'obtenir la valeur de d_{bulle} , en ordonnée.

3.3 Résultats.

Sur la figure 3.4 sont représentées les photos de formation pour quatre qualités de mousse f_g différentes ainsi que pour quatre différentes valeurs de nombres capillaires Ca . Nous remarquons que pour toutes les qualités de mousse f_g injectées dans le milieu poreux, les bulles commencent à se briser de manière significative pour $Ca = Ca_{c1} \sim 10^{-5}$.

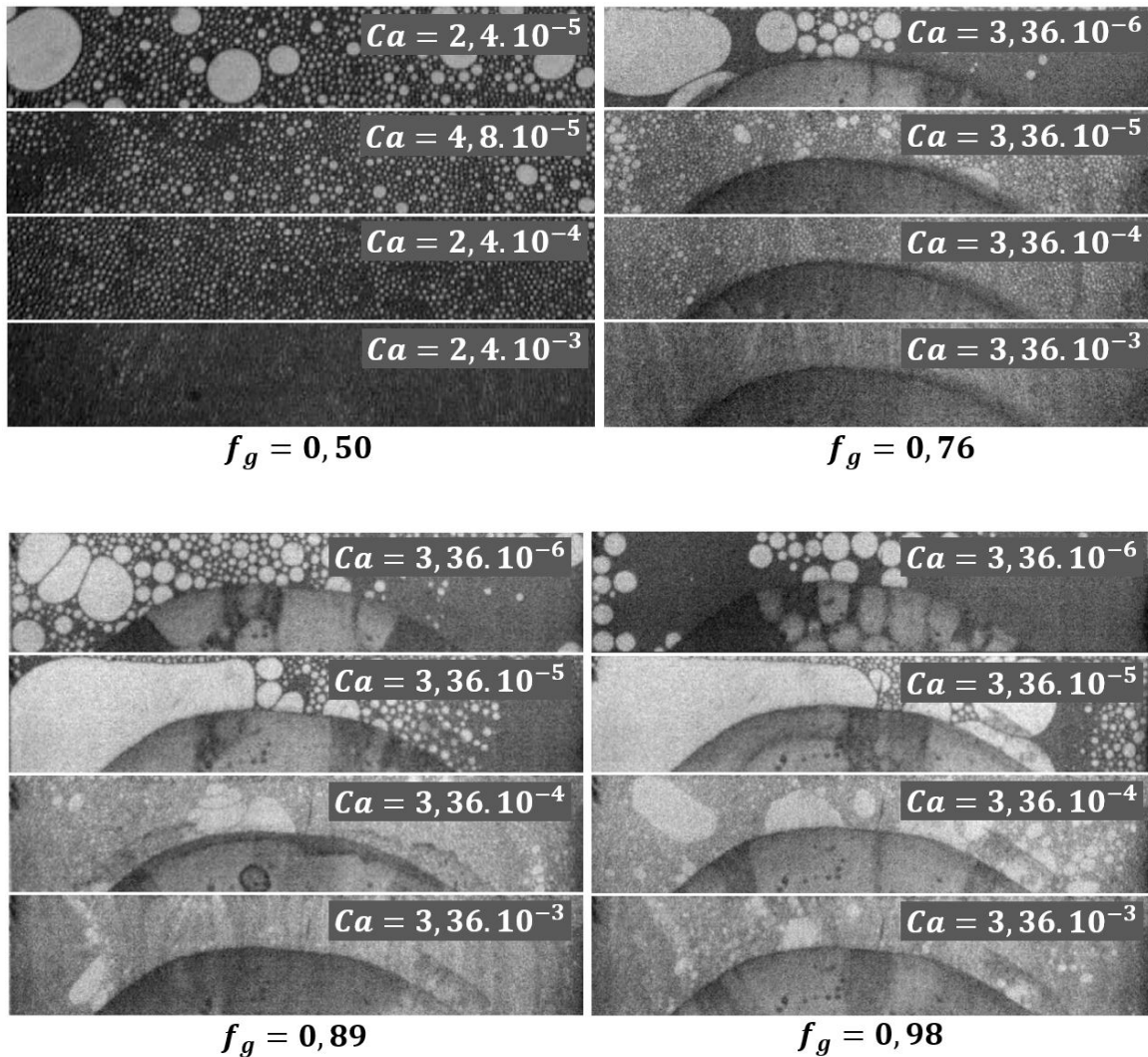


FIGURE 3.4 – Photos de bulles en sortie de puce microfluidique, avec la formulation *Surf EOR Foam 5200*, pour quatre qualités f_g différentes et avec différentes gammes de nombres capillaires Ca .

Pour une qualité f_g donnée, nous observons que des distributions de bulles de tailles polydisperses sortent du milieu poreux pour de faibles Ca . Cela met en évidence que toutes les bulles n'ont pas pu se briser entièrement dans cette condition d'injection. En revanche, lorsque le nombre capillaire Ca augmente, la mousse formée en sortie devient de plus en plus homogène avec des tailles de bulles de plus en plus monodisperses. Nous pouvons ainsi mettre en évidence qu'une distribution de bulle en sortie de puce microfluidique devient ainsi homogène à partir d'un deuxième nombre capillaire noté Ca_{c2} . Nous ajoutons à

ceci que Ca_{c2} n'a pas la même valeur quel que soit la qualité de mousse f_g injectée. Par exemple, les photos de la figure 3.4 soulignent que $Ca_{c2} \sim 10^{-4}$ pour des mousses de qualité f_g inférieure à 0,75. En revanche, nous remarquons qu'à un f_g supérieur à 0,75 il est difficile de donner une valeur de Ca_{c2} étant donné que pour $Ca \sim 10^{-3}$ les divisions de bulles ne sont pas totales. Nous constatons ainsi qu'il existe différents types de distribution en tailles de bulles qu'il nous faut analyser.

Pour analyser les différentes tailles de bulles en sortie, nous utilisons un programme *Matlab* dans le but de faire les différents seuillages et compter les pixels contenus dans chaque image de chacune des bulles comme nous l'avons décrit dans la partie sur le traitement d'image. Cela nous permet à la fin d'évaluer les distributions en tailles de bulles pour différents f_g et Ca comme le représente les histogrammes de la figure 3.5.

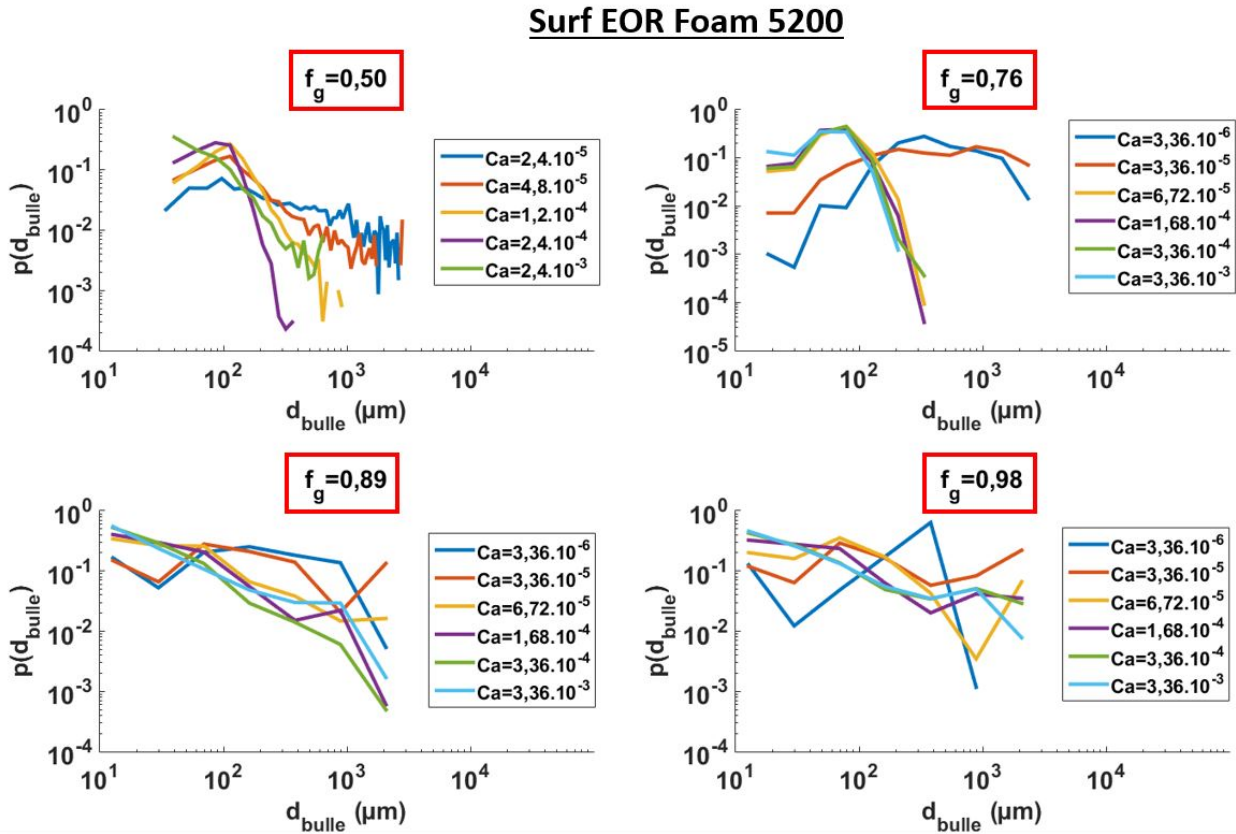


FIGURE 3.5 – Histogramme représentant les distributions en tailles de bulles en sortie de système, pour différentes qualités de mousse f_g et différents nombres capillaires Ca .

La figure 3.5 montre la distribution de tailles des bulles, pondérée par leur surface apparente. Nous pouvons voir pour une mousse de qualité $f_g = 0,50$ qu'à des gammes de faibles nombres capillaires Ca , la distribution est relativement large avec des diamètres de bulles allant de $30 \mu\text{m}$ à 3mm . Lorsque nous augmentons Ca , la distribution en tailles de bulles s'affine autour d'une valeur de diamètre de bulles avoisinant $100 \mu\text{m}$. Nous pouvons aussi observer une transition entre distribution polydisperse et distribution monodisperse en passant d'un nombre capillaire $Ca = 4,8 \cdot 10^{-5}$ à $1,2 \cdot 10^{-4}$. Si nous regardons la qualité

$f_g = 0,76$, nous obtenons les mêmes types d'observation que pour $f_g = 0,50$ avec cette fois-ci, une transition abrupte entre $Ca = 3,36.10^{-5}$ et $6,72.10^{-5}$. Cependant, nous observons pour les qualités de mousse $f_g = 0,89$ et $0,98$ que les distributions en tailles de bulles restent larges et les divisions de bulles sont moins efficaces.

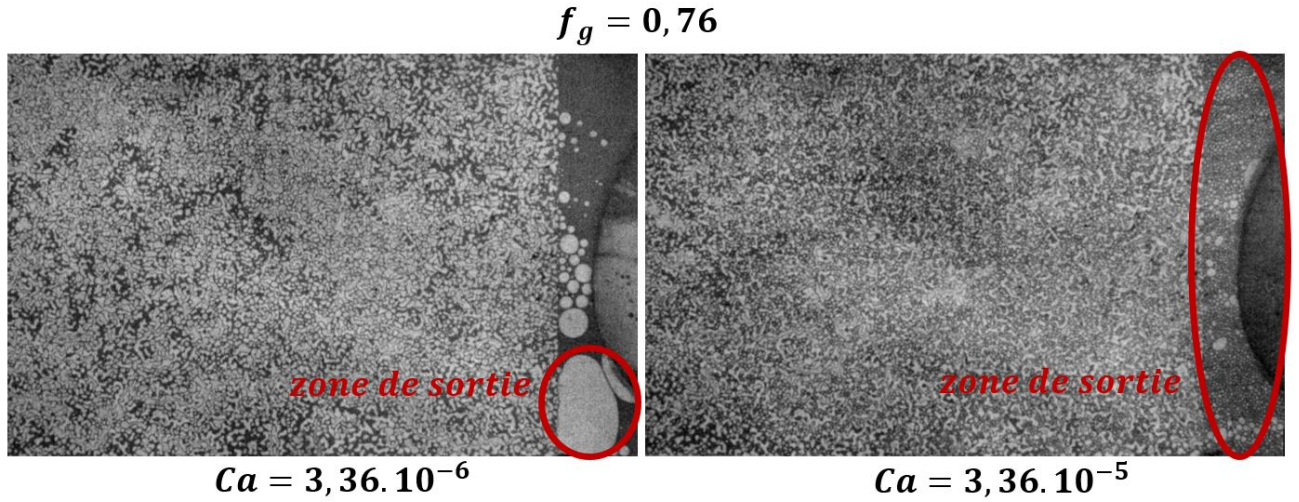


FIGURE 3.6 – Photos de la formation d'une mousse de qualité $f_g = 0,76$ pour une transition à Ca_{c1} .

Pour des qualités f_g de valeur $0,76$ à $0,98$, c'est-à-dire celles où nous avons exploré des gammes de nombres capillaires Ca descendant jusqu'à $3,36.10^{-6}$, il existe une autre transition. En effet, comme nous l'avons évoqué précédemment, il existe un premier nombre capillaire critique Ca_{c1} correspondant à l'instant où les brisures commencent à se manifester. Les photos se situant sur la figure 3.6 nous introduisent qu'en-dessous de Ca_{c1} , il existe peu de brisures. Beaucoup de bulles sont bloquées dans ce genre de cas de figure et seulement quelques chemins sont empruntés. De ces quelques chemins sont éjectées en sortie, des bulles de tailles régulières relativement importantes devant la taille des pores. En revanche, pour $Ca > Ca_{c1}$, la mousse balaye beaucoup plus le milieu poreux et il en sort des bulles de tailles polydisperses où de très grosses bulles avoisinent des bulles de tailles proches de la largeur des pores. Ca_{c1} peut être estimé en ordre de grandeur autour de 10^{-5} . C'est la raison pour laquelle nous trouvons plus de bulles avoisinant un diamètre de 3mm pour $Ca = 3,36.10^{-5}$ que pour $Ca = 3,36.10^{-6}$.

Nous pouvons résumer nos données sur la figure 3.7 qui montre, à gauche, l'évolution de la moyenne des diamètres de bulles en sortie en fonction de Ca et f_g et, à droite, l'évolution de l'écart-type. Nous pouvons ainsi retrouver les différents cas de figure évoqués précédemment c'est-à-dire, dans un premier temps, une certaine valeur de diamètre de bulles augmentant vers $Ca \sim 10^{-5}$. Cela marque le début des dispersions où nous avons une transition entre des bulles se divisant peu en sortie avec une sortie de bulles ayant le même diamètre. Puis, pour $Ca > 10^{-5}$, le début de brisures plus intenses avec une distribution en bulles polydispense. Nous constatons ensuite que la taille moyenne de ces bulles décroît progressivement jusqu'à tendre vers un palier à $d_{bulle} \sim 80\mu\text{m}$ et ceci à partir de $Ca \sim 10^{-4}$. De plus, si nous regardons les écarts-types, ces derniers ont une valeur

relativement importante dans le début de gamme de Ca , marquant la polydispersité, puis nous remarquons que les valeurs deviennent plus faibles en augmentant Ca .

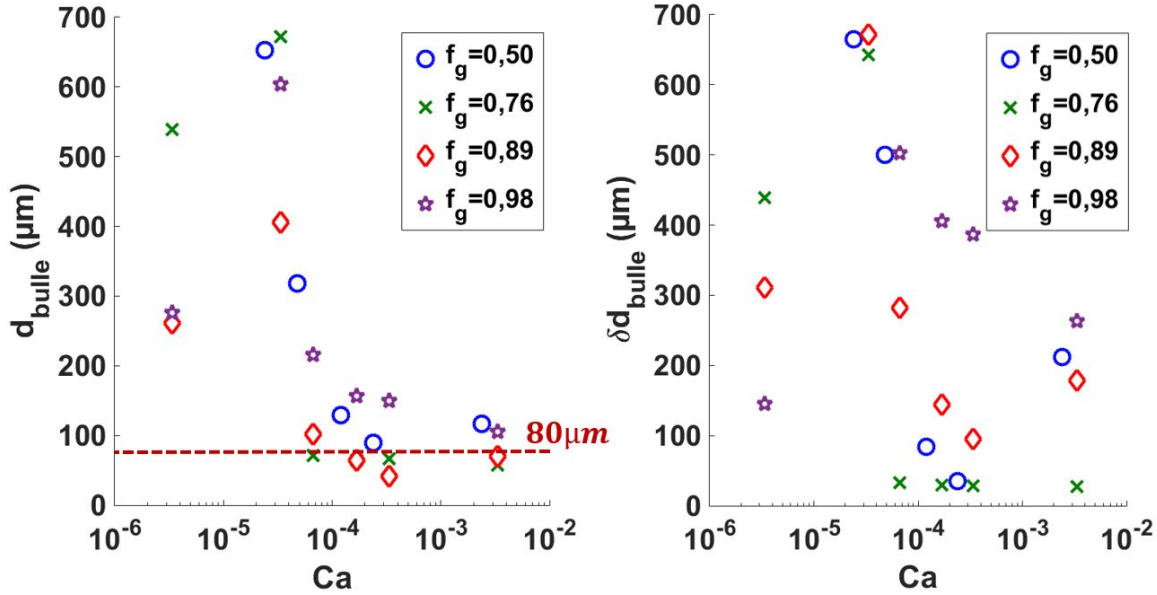


FIGURE 3.7 – À gauche : Graphe représentant les tailles moyennes de bulles en sortie pour différentes qualités de mousse f_g et différents nombres capillaires Ca . À droite : Allure de l'écart-type sur les tailles en fonction des mêmes paramètres.

3.4 Discussion.

Dans cette partie, nous allons discuter de la formation de la mousse au fur et à mesure que le train de bulles injecté progresse dans le milieu poreux. Dans un premier temps, nous constatons que le nombre capillaire d'injection Ca est un paramètre essentiel au problème. En effet, si nous observons le graphe situé sur la figure 3.7, nous remarquons qu'il existe trois grandes étapes de l'évolution du diamètre moyen des bulles en sortie. La première correspond à $Ca < 10^{-5}$ où, à ce stade, les bulles commencent à rentrer dans le milieu poreux sans se diviser de manière très prononcée. Cela est en accord avec les expériences de Vladisavljevic et al sur les membranes où les gouttes d'huile arrivent à franchir les pores à partir de $Ca \sim 10^{-6} - 10^{-5}$ [71]. De manière générale, les bulles vont rentrer dans le milieu poreux pour envahir peu à peu tout l'ensemble. Dès lors, de nombreux blocages de bulles sont à noter comme dans le cas évoqué dans le chapitre précédent où lorsqu'un jet se disperse à $Ca \sim 10^{-5}$, très peu de chemins sont animés par des circulations de bulles. De la même manière, ces bulles sont bloquées dans les pores à cause de la pression capillaire $p_c \sim 440$ Pa. Pour une telle valeur, le nombre capillaire critique Ca_c de déblocage est de l'ordre de 10^{-5} comme cela a été remarqué précédemment. Ainsi, vu que nous sommes à $Ca < 10^{-5}$, seul une minorité de chemins est animé d'un écoulement de bulle. Dans cette condition, des bulles de tailles constantes sortent de ces chemins.

Ce n'est qu'au-delà de $Ca = 10^{-5}$ que le train de bulles commence à se diviser de manière plus intensive. Nous avons dans ce cas une distribution de taille de bulles en

sortie beaucoup plus polydisperse, comme décrit sur les photos de la figure 3.4, d'où l'augmentation de la valeur moyenne de la taille des bulles et de l'écart-type au-dessus de $Ca = 10^{-5}$. Nous pouvons remarquer dans ce deuxième régime en nombre capillaire, que plus Ca augmente et plus le diamètre moyen des bulles en sortie décroît, produisant une mousse de plus en plus homogène. Ce genre d'effet a été observé par Vladisavljevic et al [71] dans des expériences de gouttes d'huile traversant une membrane. Ils mettent en évidence l'importance du nombre capillaire d'injection Ca où une distribution en tailles de gouttes en sortie polydisperse à $Ca \sim 10^{-5}$ devient de plus en plus homogène en augmentant Ca . En faisant des aller-retours à travers la membrane, ils remarquent que la distribution en tailles de gouttes est de plus en plus homogène au fur et à mesure des traversées, avec un diamètre moyen de gouttes diminuant petit à petit vers une taille critique. Cela met en lumière le rôle de la longueur du milieu poreux. Géraud et al [74] ont étudié une formation de mousse dans un milieu poreux. Ils constatent que les bulles se divisent lors de la progression de la mousse dans le milieu et qu'à partir d'une certaine distance parcourue, les bulles cessent de se diviser. Argillier et al [59] ajoutent que le diamètre des bulles devient similaire à la taille des pores. Dans nos expériences, nous faisons la même constatation. Une question restant en suspens est le cas des trains de grosses bulles de très haute qualité f_g ne se divisant pas complètement en fin de milieu poreux. Les deux possibilités sont le fait que le milieu n'est pas assez long pour que le processus s'achève ou la mousse n'arrive tout simplement pas à se former totalement.

Pour la troisième gamme de nombres capillaires étudiée, c'est-à-dire $Ca > 10^{-4}$, nous observons que le diamètre moyen des bulles atteint un palier comme le souligne la figure 3.7. Pour cette gamme de très hauts nombres capillaires, il est difficile de dresser une valeur précise de ce diamètre moyen pour plusieurs raisons. En vue de débits d'injection extrêmement élevés, il est difficile d'avoir une grande netteté d'image de ces bulles en sortie. De plus, pour des qualités de mousse de plus en plus importantes, les ménisques deviennent de plus en plus fins et la mousse sortante en devient moins contrastée. Cependant, nous avons quand même estimée la valeur du palier à $80 \mu\text{m}$, ce qui revient à écrire que $\langle d_{bulle} \rangle \sim 0,4d_p$. Ce genre de valeur est proche de ce que nous pouvons trouver dans la littérature à travers la relation $\langle d_{bulle} \rangle \sim \alpha d_p$. Un point intéressant à noter est que le palier reste le même quel que soit les qualités de mousse. f_g n'a donc pas d'incidence sur α .

3.5 Conclusion.

Dans ce chapitre, nous avons étudié la formation d'une mousse par dispersion d'un train de grosses bulles, de qualité f_g et de nombre capillaire d'injection Ca indépendamment contrôlés. Ainsi, nous avons pu identifier les paramètres qui jouent un rôle influent dans la formation de mousse par division de bulles dans un milieu poreux. Nous avons alors constaté que le nombre capillaire Ca joue un rôle essentiel dans le mécanisme de formation.

En effet, il se trouve qu'il existe trois régimes de formation au fur et à mesure que nous injectons un train de bulles à des nombres capillaires Ca de plus en plus élevés. La mousse a du mal à se former pour des nombres capillaires inférieurs à 10^{-5} . En revanche, une formation de la mousse en milieu poreux devient alors plus prononcée à $Ca > 10^{-5}$. Pour

des nombres capillaires Ca proches de 10^{-5} , nous observons alors une mousse polydisperse en sortie, la mousse devient de plus en plus homogène à partir de $Ca \sim 10^{-4}$ où la taille des bulles est de l'ordre de la taille des pores. Il faut ajouter à cela que pour des débits relatifs de gaz $f_g > 0,80$, les bulles ont du mal à se fractionner totalement dans le milieu. Cette remarque pose la question de la facilité à former une mousse dans des gammes de très hautes qualités et de savoir si les divisions de bulles seraient plus complètes pour un milieu poreux plus long.

Résumé.

- Division d'un train de bulles dépendant de Ca et f_g .
- Il existe trois régimes de divisions de trains de bulles dans un milieu poreux :
 - Difficultés à disperser pour $Ca < 10^{-5}$.
 - Début de divisions de bulles de tailles polydisperses pour $10^{-5} < Ca < 10^{-4}$.
 - Formation de bulles de taille monodisperse pour $Ca > 10^{-4}$.
- Pour $f_g > 0,80$: distribution de la taille de bulles polydisperse pour $10^{-5} < Ca < 10^{-3}$.

Deuxième partie

Transport d'une mousse en milieu
poreux.

Chapitre 4

Écoulement de trains de bulles dans un canal.

Sommaire

4.1	Introduction.	97
4.2	Matériels et méthode.	98
4.2.1	Mesures de pression pour l'écoulement d'un fluide monophasique.	98
4.2.2	Génération d'un train de bulles.	101
4.2.3	Traitement d'images.	103
4.3	Résultats et discussion.	104
4.3.1	Différences de pression.	104
4.3.2	Vitesse de bulles dans le régime Bretherton.	108
4.3.3	Vitesse de bulles dans le régime Seuil.	111
4.3.4	Effets collectifs.	112
4.4	Conclusion.	118

4.1 Introduction.

Dans les années 1960, Bretherton [91] s'est intéressé à un problème d'écoulement d'une bulle individuelle dans un tube. Il mit en évidence que la différence de pression individuelle générée par l'écoulement de cette bulle dépend du nombre capillaire par une loi de puissance $Ca^{2/3}$. Wong et al [93,94] ont ensuite travaillé sur ce problème dans un canal de section carrée. Ils ajoutent à l'étude de Bretherton que pour ce genre de géométrie apparaissent des films de coins sur les côtés de la bulle dans lesquels l'eau peut circuler. Ainsi, pour des gammes de nombres capillaires $Ca \gg 10^{-6}$, la différence de pression d'une bulle suit la loi de Bretherton en $Ca^{2/3}$. En revanche, pour $Ca \ll 10^{-6}$, il s'agit de l'écoulement d'eau à travers les films de coins qui domine et la différence de pression suit une loi proportionnelle à Ca . Une étude sur un ensemble de bulles en écoulement dans un canal droit de section carré a été menée [12,92]. Pour des gammes de $Ca \gg 10^{-6}$, il a été montré que la différence de pression individuelle induite par l'écoulement de chacune des bulles est proportionnelle à $Ca^{2/3}$, sans effet collectif.

Dans ce problème, il est aussi question de prendre en compte le rôle de l’hétérogénéité à travers une variation de largeur du canal. Olbricht et Leal [101] ont considéré ce problème dans les années 1980 en constatant que la présence de constriction dans un canal engendre des fluctuations de pression sur la bulle. Graham et Higdon [102, 103] notent aussi que la bulle peut rester bloquée dans une constriction si le nombre capillaire Ca imposé est en-dessous de $1, 4 \cdot 10^{-4} - 8, 6 \cdot 10^{-4}$. Nous proposons dans ce chapitre d’étendre cette étude à un train de bulles en écoulement dans différentes géométries de canaux droits de section constante et de section variable pour une gamme de nombre capillaire $Ca \sim 10^{-6} - 10^{-3}$. La question est alors de savoir si les bulles vont suivre la loi de Bretherton quel que soit Ca et d’étudier l’influence des constriction sur des blocages de bulles éventuels. Nous constatons alors que la pression individuelle d’une bulle suit la loi de Bretherton en $Ca^{2/3}$ pour un canal de section constante ou à faibles constriction. En revanche, pour des canaux à fortes constriction, la pression d’une bulle devient indépendante de Ca pour $Ca < 2 \cdot 10^{-4}$, marquée par des écoulements intermittents de ces bulles.

4.2 Matériels et méthode.

4.2.1 Mesures de pression pour l’écoulement d’un fluide monophasique.

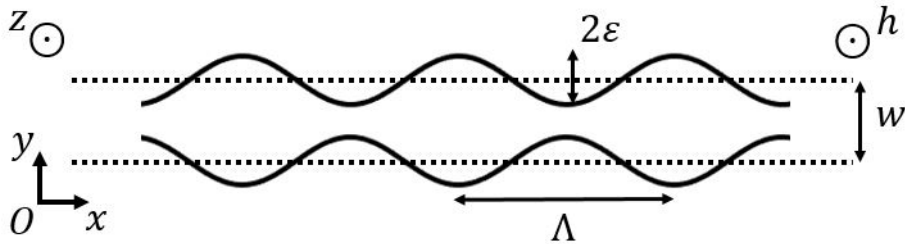


FIGURE 4.1 – Schéma du canal dans lequel nous allons étudier des écoulements de trains de bulles.

Dans ce chapitre, nous allons étudier des écoulements dans quatre différentes géométries de canaux dont une représentation est donnée sur la figure 4.1. La première géométrie est un canal droit de section constante de hauteur $h = 80 \mu m$ et de demi-largeur $r_0 = w/2 = 50 \mu m$ tandis que les trois autres géométries sont de section variable avec :

$$r = r_0 + \varepsilon \sin\left(2\pi \frac{x}{\Lambda}\right) \tag{4.1}$$

Ainsi, les deux paramètres géométriques du problème sont la taille des constriction, caractérisée par ε , et la distance Λ qui les sépare. Afin de faire le lien entre ce qu’il se produit au sein d’un écoulement dans un canal et la pression qu’il y règne, il est d’abord utile d’installer un capteur de pression sur le canal microfluidique. C’est pourquoi ce dernier dispose d’un capteur de pression en entrée. Nous pouvons ainsi mesurer une différence de pression due à l’écoulement en prenant la pression mesurée en entrée, la

pression en sortie étant la pression atmosphérique. Il est donc possible de connaître, en temps réel, l'évolution de la pression à l'intérieur du système.

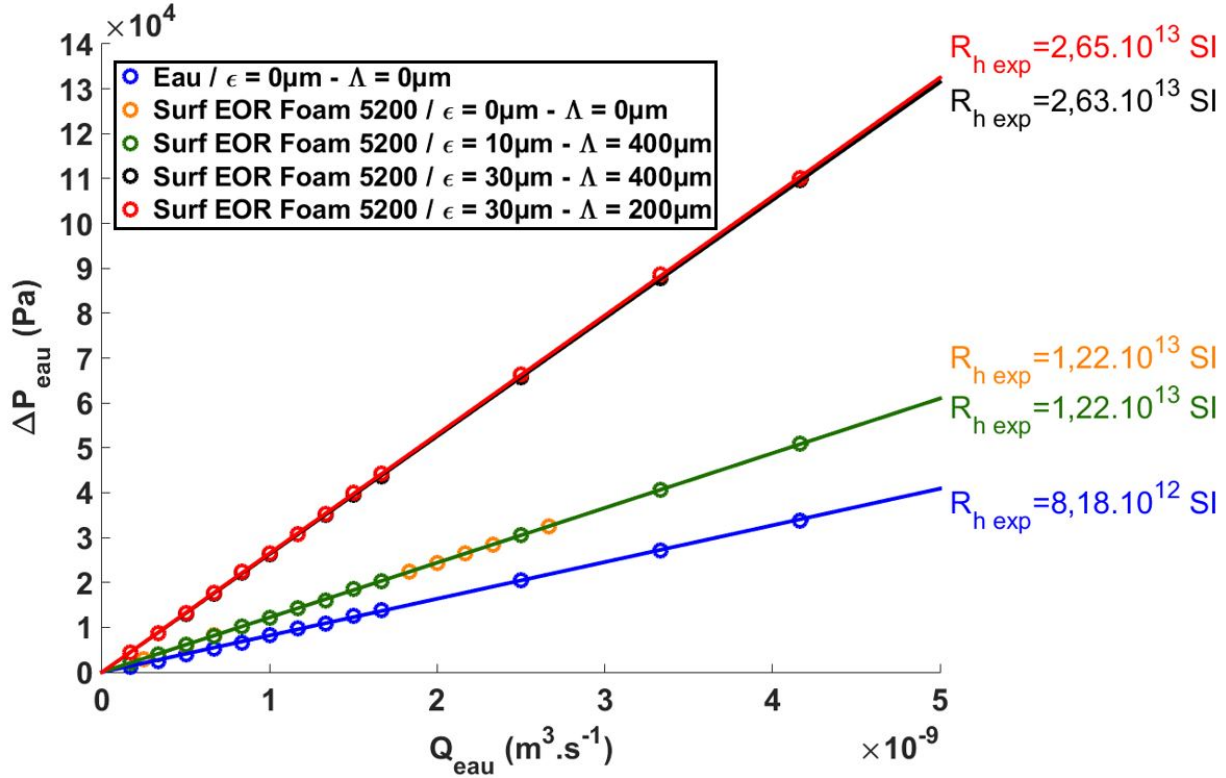


FIGURE 4.2 – Graphe d'évolution de la pression ΔP_{eau} mesurée dans le canal en fonction du débit d'eau Q_{eau} . Cela nous permet d'évaluer la résistance hydraulique R_{hexp} du canal sans la présence de bulles.

Dans le but d'assurer le bon fonctionnement de la mesure en présence d'un train de bulles, nous avons testé la mesure lors d'un écoulement d'un fluide monophasique. Nous utiliserons comme liquide de l'eau, dans un premier cas, et une solution d'eau mélangée à des tensio-actifs *Surf EOR Foam 5200*. Une série de mesures est alors faite en injectant plusieurs débits Q_{eau} tout en relevant les valeurs de différence de pression ΔP_{eau} correspondant. La figure 4.2 donne la représentation graphique de l'évolution de ΔP_{eau} en fonction du débit d'injection Q_{eau} , où la perméabilité est plus faible pour les canaux de section variable. Les allures tracées sont des droites, ce qui est attendu d'après l'équation (4.2) qui donne l'évolution de la différence de pression ΔP_{eau} générée par un débit Q_{eau} dans un canal droit :

$$\Delta P_{eau} = R_h Q_{eau} = \frac{a\mu L}{wh^3} Q_{eau}, \quad (4.2)$$

où ΔP_{eau} est la différence de pression au sein du canal et Q_{eau} , le débit de fluide que nous y injectons. a est un coefficient dépendant de la section du canal rectangulaire [21], dont les valeurs sont répertoriées dans le tableau 4.1, μ , la viscosité du fluide, L , la longueur du canal, w , sa largeur et h , sa hauteur. Pour un canal droit de section constante, la résistance hydraulique R_{hth} se calcule facilement et, connaissant la valeur des paramètres

Solution	Eau	TA	TA	TA	TA
T (en °C)	40 ± 5	40 ± 5	40 ± 5	40 ± 5	40 ± 5
μ (en mPa.s)	0,67 ± 0,07	1 ± 0,09	1 ± 0,09	1 ± 0,09	1 ± 0,09
L (en cm)	2,80	2,80	2,80	2,80	2,80
w_0 (en μm)	100	100	100	100	100
ε (en μm)	0	0	10	30	30
Λ (en μm)	0	0	400	400	200
h (en μm)	80 ± 2	80 ± 2	80 ± 2	80 ± 2	80 ± 2
a	23,29 ± 1,06	23,29 ± 1,06	23,86 ± 0,49	31,73 ± 0,88	31,73 ± 0,88
$R_{hth} (\times 10^{13} SI)$	0,85 ± 0,19	1,28 ± 0,27	1,35 ± 0,25	2,74 ± 0,53	2,74 ± 0,53
$R_{hexp} (\times 10^{13} SI)$	0,82 ± 0,02	1,22 ± 0,01	1,22 ± 0,02	2,63 ± 0,02	2,65 ± 0,02
Ecart relatif	4,05 %	4,42 %	9,63 %	4,01 %	3,28 %

TABLE 4.1 – Liste de différentes mesures de résistances hydrauliques pour les différentes géométries. TA = Eau + *Surf EOR Foam 5200*.

imposés, il nous est facile de la mesurer, avec les résultats réunis dans le tableau 4.1. Pour ce qui est de la température, la puce microfluidique est disposée sur un panneau LED. Ce dernier chauffe à une température supérieure à celle de la salle, pouvant impacter sur la viscosité du fluide. Nous prenons en compte cet effet.

Pour un canal droit de section variable, il n'existe pas d'expression analytique de a . En effet, bien que la hauteur h du canal reste constante, il n'en est pas de même pour sa largeur notée dans ce cas $w(x)$. Nous proposons d'étudier la valeur de a sous l'hypothèse que l'écoulement est quasi-parallèle et que l'équation (4.2) reste valable localement. La résistance globale s'obtient alors par intégration :

$$R_{hth} = \int_0^L \frac{a(x)\mu}{w(x)h^3} dx \quad (4.3)$$

Ainsi, nous pouvons évaluer les différentes valeurs théoriques de la résistance hydraulique pour chaque écoulement monophasique et la figure 4.2 nous permet d'évaluer les résistances expérimentales pour en faire la comparaison. Nous trouvons alors un bon accord expérimental/théorie comme nous pouvons le voir dans le tableau 4.1, ce qui valide la méthode et nous permet de mesurer la différence de pression dans un canal pour un train de bulles. Pour $\varepsilon = 10 \mu\text{m}$, nous constatons que la résistance théorique R_{hth} est 1,05 fois plus importante qu'avec un canal dont $\varepsilon = 0 \mu\text{m}$. Pour $\varepsilon = 30 \mu\text{m}$, l'effet est plus important avec cette fois un facteur 2,14, justifiant ces valeurs plus faibles de perméabilité dans les canaux à fortes constriction.

4.2.2 Génération d'un train de bulles.

Afin d'étudier le problème de manière expérimentale, nous avons utilisé un système de puce microfluidique en PDMS, dont une représentation est donnée sur la figure 4.3, où le procédé de fabrication est détaillé dans l'annexe A. Les photos de la figure 4.4 représentent des écoulements de trains de bulles dans les différents canaux étudiés. Au sein de ces géométries sera envoyé un train de bulles par flow focusing [145] permettant la génération d'un train de bulles régulier dont la taille des bulles et la distance entre celles-ci sont contrôlées. En effet, le train de bulles est d'abord généré par un débit d'air Q_{air} contrôlé en imposant une pression P_{air} . L'air est ensuite pincé dans une jonction par un débit d'eau Q_{eau} . Il est ensuite facile de connaître le débit d'air en mesurant le volume des bulles en sortie $\Omega_B \simeq l_B \times w \times h$, dont les paramètres sont introduits sur la figure. Ensuite, il suffit d'évaluer la fréquence à laquelle les bulles sont générées pour en déduire le débit d'air sortant $Q_{air} = \Omega_B \times f$. Le train de bulles peut ensuite être dilué ou concentré, par une deuxième jonction et un débit Q_d . Ce système permet alors de générer des bulles de longueurs l_B , avec une distance entre bulles λ et un nombre capillaire Ca . L'intérêt du canal de dilution est de faire varier λ et Ca tout en gardant l_B constant.

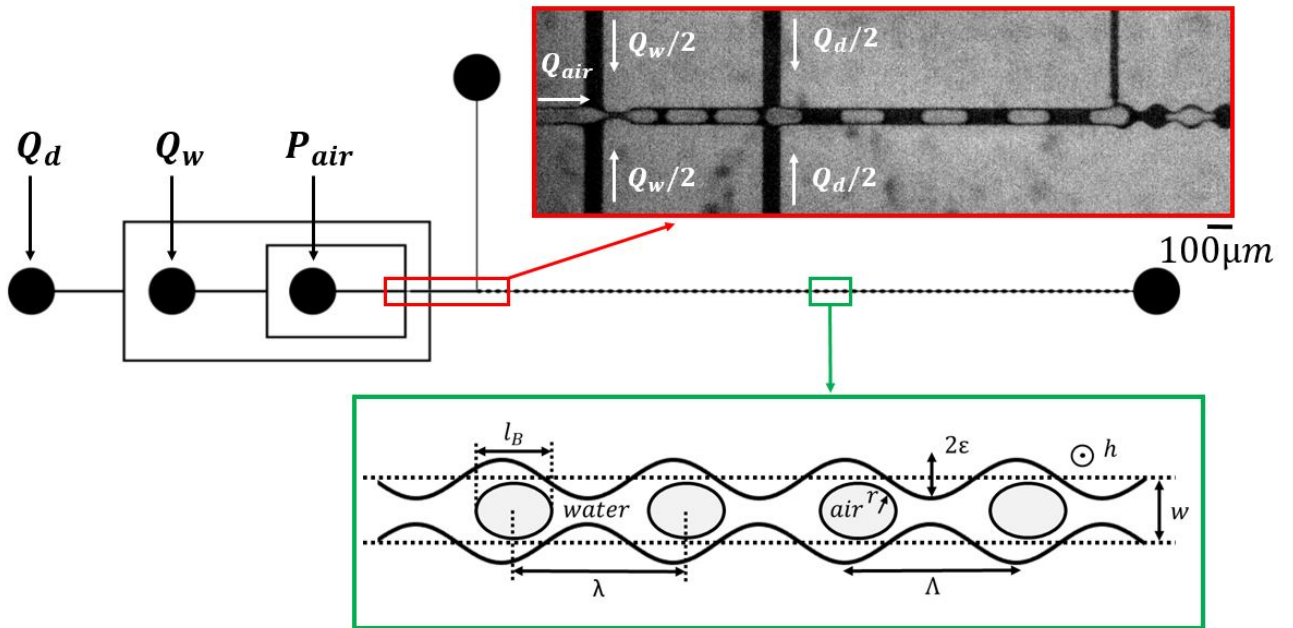


FIGURE 4.3 – Représentation du système expérimental pour l'étude du train de bulles dans différentes géométries.

Pour connaître le nombre capillaire Ca imposé, nous utilisons la valeur du débit total $Q_T = Q_{air} + Q_{eau} + Q_d$ à partir des autres débits qui sont imposés par des pousse-seringues. Ainsi, pour un canal de hauteur h , de largeur w , γ , la tension de surface entre l'eau et l'air et μ , la viscosité de la solution *Surf EOR Foam 5200*, nous avons :

$$Ca = \frac{\mu Q_T}{\gamma w h} \quad (4.4)$$

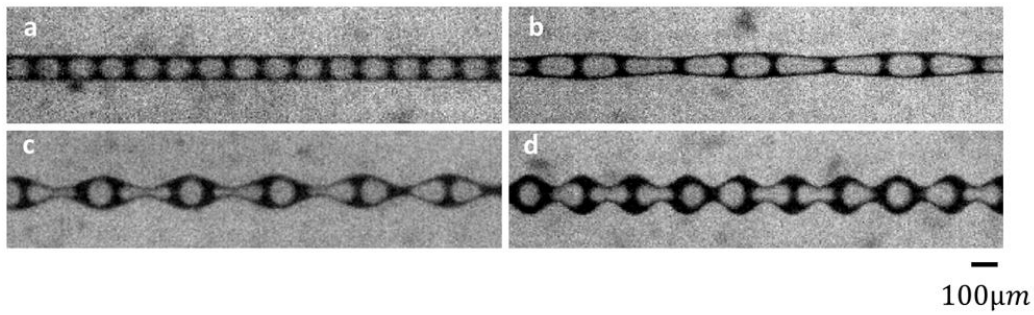


FIGURE 4.4 – Photos des différents systèmes de canaux étudiés. a) $\varepsilon = 0\mu m - \Lambda = 0\mu m$. b) $\varepsilon = 10\mu m - \Lambda = 400\mu m$. c) $\varepsilon = 30\mu m - \Lambda = 400\mu m$. d) $\varepsilon = 30\mu m - \Lambda = 200\mu m$.

Pour étudier des écoulements à très faibles nombres capillaires, c'est-à-dire $Ca \sim 10^{-6} - 10^{-5}$, il est difficile de générer un train de bulles par flow focusing directement à ces ordres de grandeurs de Ca . C'est pourquoi nous créons un train de bulles à des nombres capillaires $Ca \sim 10^{-4}$ pour ensuite aspirer par le canal de dilution, comme sur la figure 4.5. Cela permet de descendre à des valeurs de Ca suffisamment faibles au sein du canal principal. Cette méthode a toutefois l'inconvénient d'aspirer une partie des bulles et d'avoir dans le canal, des bulles plus petites et de tailles hétérogènes. Pour éviter cet effet, il aurait fallu des constriction importantes à l'entrée de ces canaux mais des essais de microfabrication avec une telle géométrie ce sont révélés infructueux.

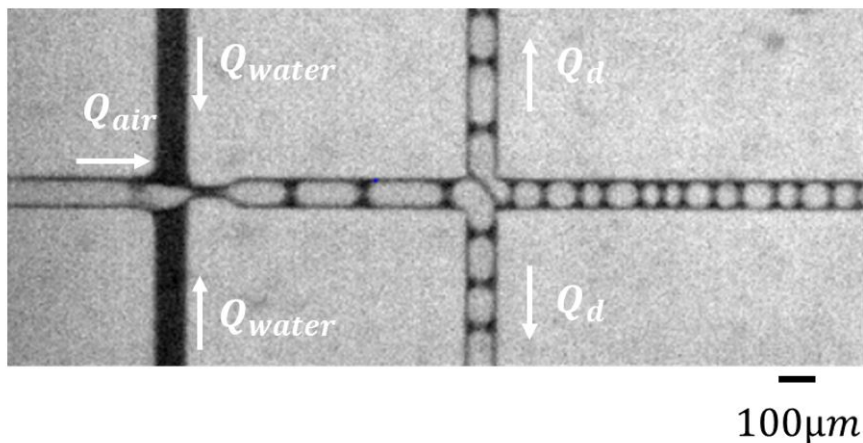


FIGURE 4.5 – Photo de flow focusing pour des régimes bas Ca avec aspiration par les canaux de dilution.

Une fois ces bulles formées, celles-ci entrent dans le canal principal. Nous nous plaçons dans un cas où les bulles sont de tailles plus importantes par rapport à la section du système car cette situation est celle envisagée par Bretherton et elle correspond aussi à la situation rencontrée en milieu poreux.

4.2.3 Traitement d'images.

Comme cela a été illustré dans le chapitre 2, la puce est installée sur un panneau LED et un objectif surmonté d'une caméra rapide est situé juste au-dessus de l'ensemble afin d'assurer l'imagerie en même temps que les mesures de pression.

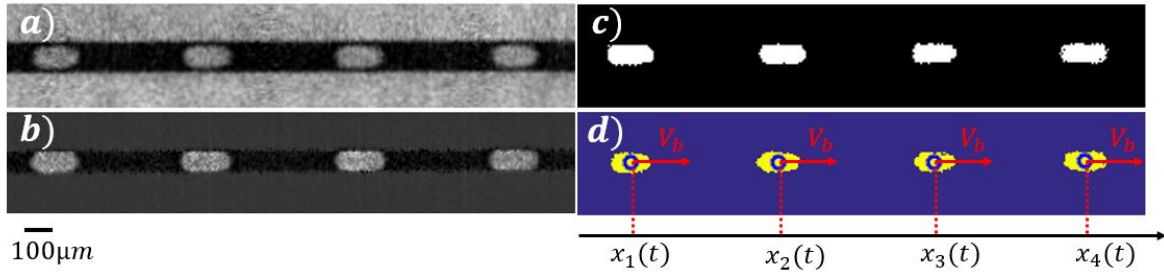


FIGURE 4.6 – Traitement d'images d'un train de bulles où une vidéo (a) est moyennée pour en extraire ensuite la moyenne (b). Les images obtenues sont ensuite seuillées (c) pour obtenir une image en noir et blanc où un programme *MATLAB* va détecter les centres de bulles afin d'évaluer la distance λ entre deux bulles ainsi que la vitesse V_b de chaque bulle (d).

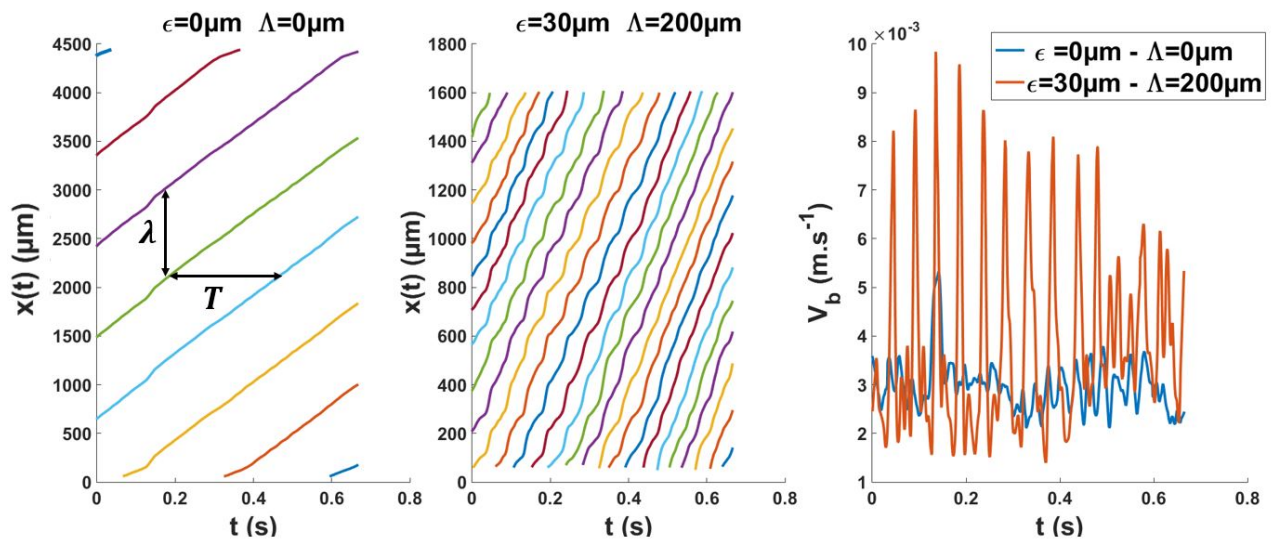


FIGURE 4.7 – Graphes de positions des centres de chaque bulle au cours du temps pour des canaux dont $\varepsilon = 0\mu m$ et $\Lambda = 0\mu m$ (à gauche) et $\varepsilon = 30\mu m$ et $\Lambda = 200\mu m$ (au centre). A droite : Vitesses moyennées sur l'ensemble des bulles au cours du temps.

Nous avons utilisé un traitement d'images permettant d'accéder à la position des bulles en fonction du temps. Les étapes sont illustrées figure 4.6. Nous faisons la moyenne des images sur toute la vidéo, puis nous faisons la soustraction de cette moyenne sur chaque image. Nous obtenons alors une vidéo où les bulles apparaissent en plus contrastées. Ces images sont ensuite seuillées et un programme de détection détermine la position des centres de chaque bulle. Cela permet de tracer au cours du temps la position de chacun

des centres pour en déduire les vitesses des bulles, leur fréquence de passage et la distance λ entre chaque bulle. La figure 4.7 montre des exemples d'évolution de positions de bulles dans un canal au cours du temps. Sur l'image de gauche de la figure 4.7 est tracé $x(t)$ pour des bulles dans un canal dont $\varepsilon = 0 \mu\text{m}$ et $\Lambda = 0 \mu\text{m}$. Nous remarquons que des droites sont tracées, ce qui permet de connaître la distance λ entre deux bulles, en regardant la distance entre deux droites sur l'axes des ordonnées et en faisant de même avec les abscisses, nous pouvons connaître la fréquence de passage de chaque bulle. Sur l'image centrale de la figure 4.7, nous avons un graphe similaire pour un canal dont $\varepsilon = 30 \mu\text{m}$ et $\Lambda = 200 \mu\text{m}$. Les allures ne sont plus des droites, à cause à des fluctuations causées par la présence de constriction. A partir de ce genre de graphe, il est possible de connaître les vitesses des bulles au cours du temps. En déterminant chaque vitesse individuelle, nous pouvons les moyenner pour obtenir des graphes de mêmes types que sur la figure 4.7 à droite. Nous observons une vitesse constante dans le canal à section constante et des vitesses périodiques dans le canal à constriction.

4.3 Résultats et discussion.

4.3.1 Différences de pression.

Canal droit à section constante.

Pour les mesures de pression, un capteur électronique est connecté à l'entrée du canal microfluidique. Pour la pression de sortie, nous prenons comme référence la pression atmosphérique P_{atm} . Grâce à ce système de mesure, nous aurons accès à la pression totale au sein du canal lors de l'écoulement ΔP_t .

Fuerstman et al [92] ont étudié des écoulements de bulles dans un canal droit. Ils ont décrit l'ensemble comme une série de bulles, dont la différence de pression de chacune se note ΔP_b , et de films de liquide. Ils mirent en évidence que la différence de pression totale ΔP_t au sein du canal peut s'écrire comme la somme des différences de pression de chaque bulle, à laquelle s'ajoute la différence de pression due à l'écoulement du liquide dans chaque film. Si n est le nombre de bulles et ΔP_e , la différence de pression liée à un écoulement d'eau dans un canal à un nombre capillaire Ca donné, alors la différence de pression totale s'écrit $\Delta P_t = n\Delta P_b + (1 - l_B/\lambda)\Delta P_e$, ce qui amène à la mesure de $\Delta P_b = b\frac{\gamma}{h^2}l_B Ca + c\frac{2\gamma}{h}Ca^{2/3}$ avec :

$$\Delta P_b = \frac{\Delta P_t - \left(1 - \frac{l_B}{\lambda}\right) \Delta P_e}{n} \quad (4.5)$$

Cela permet d'en déduire une mesure pour une seule bulle en fonction des paramètres d'écoulement. Il est possible de connaître ΔP_e grâce à la relation $\Delta P_e = R_h Q$, où Q est le débit total imposé et R_h , la résistance hydraulique dont les valeurs sont répertoriées dans le tableau 4.1.

Nous réalisons des séries d'expériences d'écoulement de trains de bulles dans un canal droit de section constante en mesurant la différence de pression totale ΔP_t pour une

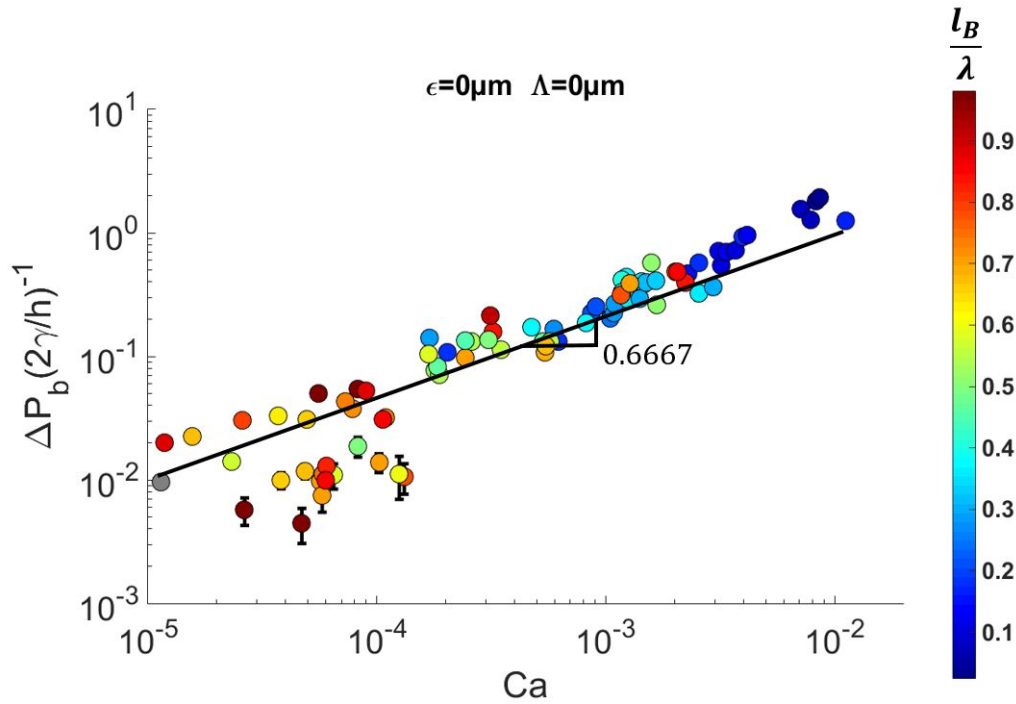


FIGURE 4.8 – Allures de pression individuelle de chaque bulle en fonction de Ca dans un canal droit de section constante, avec différentes valeurs de l_B/λ .

gamme de nombres capillaires $Ca \sim 10^{-6} - 10^{-3}$. Cela permet de connaître les valeurs de différence de pression individuelle ΔP_b induit par une bulle pour différentes valeurs de l_B/λ , avec l_B la longueur d'une bulle et λ la distance entre deux bulles. La figure 4.8 illustre les résultats obtenus et nous remarquons que l'ensemble des points suit une loi de Bretherton en $Ca^{2/3}$ avec un préfacteur $c = 35$. Ce graphe confirme les observations faites par Hourtané et al [12], où il avait été montré qu'une bulle suivait dans un canal droit une loi de Bretherton en $Ca^{2/3}$ avec un préfacteur $c = 34$. De plus, nous soulignons aussi que le rapport l_B/λ n'a pas d'influence sur l'alignement des points. Cette dernière remarque valide l'hypothèse faite par Fuerstman et al [92] et la méthodologie employée ici. De plus, le coefficient b est négligeable si nous reprenons l'équation (1.48) du chapitre 1. Il en est de même dans Khan et al, excepté que leur coefficient $c = 6 - 7$ [146] [147]. Cependant, d'autres expérimentateurs ont trouvé $c \sim 17$ et b non négligeable [148] [92]. Fuerstman et al ont montré que ces coefficients ne dépendent pas du rapport w/h mais du rapport l_B/h ainsi que de la concentration en tensio-actifs si nous revenons à la figure 1.28.

Canal droit à section variable.

Des expériences ont été réalisées de la même manière que dans le paragraphe précédent mais pour trois différentes géométries à constrictions de plus en plus prononcées. La figure 4.9 représente les pressions individuelles ΔP_b mesurées pour chaque bulle dans les quatre différents canaux pour un nombre capillaire Ca variant de 10^{-6} à 10^{-3} . Pour le canal droit de section constante et pour celui à faibles constrictions, c'est-à-dire $\varepsilon = 0 \mu\text{m}$ et $\Lambda = 400 \mu\text{m}$, la différence de pression suit la loi de Bretherton en $Ca^{2/3}$. En revanche, pour des canaux à constrictions plus prononcées, la différence de pression ΔP_b évolue en

fonction de Ca selon deux régimes. Le premier à $Ca > 10^{-4}$ où ΔP_b dépend de $Ca^{2/3}$ que nous appelons le *régime Bretherton*. Pour le deuxième régime à $Ca < 10^{-4}$, ΔP_b devient indépendant de la variation de Ca et garde une valeur constante de $0,15 \gamma/r$, où r est le rayon de courbure. C'est le *régime Seuil*. Dans le régime Bretherton, malgré que les points de mesure pour les quatre géométries suivent la même loi de puissance, nous constatons que la présence de constriction a un effet sur la valeur du préfacteur c , augmentant avec la taille des constriction pour atteindre une valeur deux fois plus importante pour $\epsilon = 30 \mu\text{m}$, si nous comparons avec $\epsilon = 0 \mu\text{m}$.

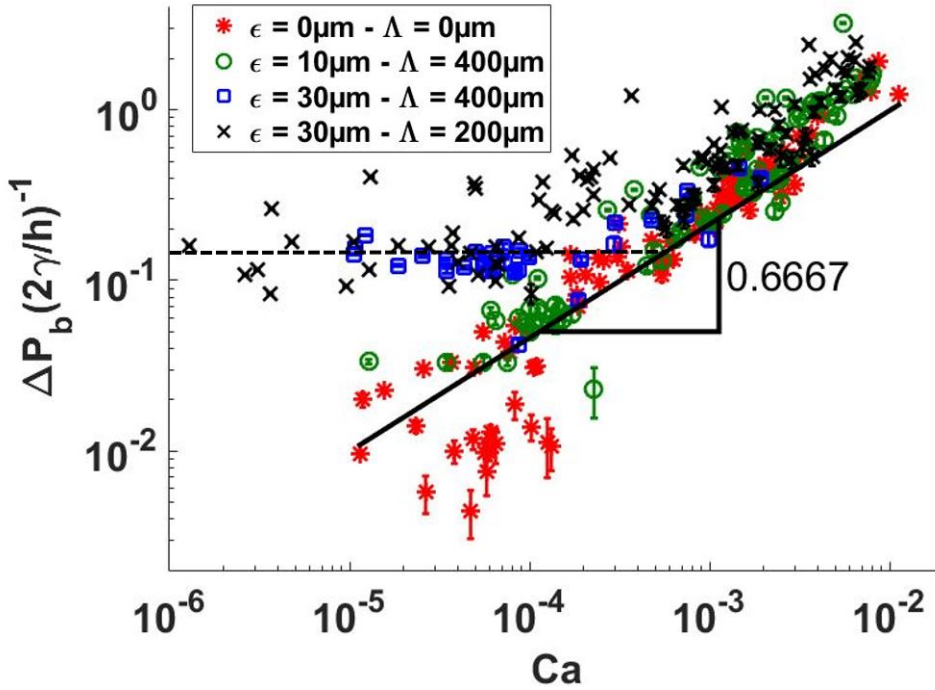


FIGURE 4.9 – Graphe des pressions individuelles pour les quatre différents systèmes en fonction du nombre capillaire Ca .

Nous cherchons à comprendre le nombre capillaire critique Ca_c pour passer du régime Seuil, où les bulles peuvent se trouver bloquées à l'entrée des constriction avec seulement du liquide s'écoulant dans les films de coins, au régime Bretherton, où les bulles et la phase liquide progressent dans le canal en continu. Pour cela, nous construirons notre raisonnement à partir de la thèse de Lingguo Du soutenue en 2012 [149]. Dans une situation où la bulle est complètement bloquée, l'écoulement n'est alors généré que par l'eau circulant dans les films représentés par le milieu 2 de la figure 4.10. Dans ce cas, l'équation de Stokes a pour solutions :

$$\frac{v_i}{a^2} = -\frac{\partial_x p_1}{\mu_1} A_i\left(\epsilon, \frac{\mu_1}{\mu_2}\right) - \frac{\partial_x p_2}{\mu_2} B_i\left(\epsilon, \frac{\mu_1}{\mu_2}\right) \quad (4.6)$$

$i = 1, 2$ correspond aux indices de chaque milieu (1 pour l'air et 2 pour l'eau). v_i est la vitesse moyenne de déplacement de chaque fluides, a est la largeur du canal, $\mu_{1,2}$ les viscosités, $p_{1,2}$, les pressions et les constantes A_i et B_i dépendant du rapport de viscosité

ϵ	μ_1 (en Pa.s)	μ_2 (en Pa.s)	A_1	B_1	A_2	B_2
0,25	$1,84.10^{-5}$	10^{-3}	$3,6.10^{-2}$	2.10^{-4}	10^{-5}	2.10^{-4}

TABLE 4.2 – Récapitulatif des valeurs de coefficients pour les paramètres imposés.

des fluides ainsi que de la section sur laquelle circulant ces derniers. Dans notre cas de figure, nous obtenons les valeurs de coefficients réunies dans le tableau 4.2.

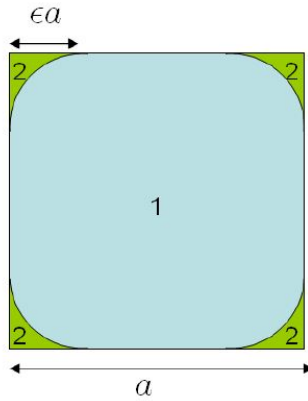


FIGURE 4.10 – Représentation de la section d'une bulle dans un canal.

La phase 1 étant bloquée, nous considérons ici la phase 2 dont l'écoulement au sein des films est la source de la différence de pression mesurée. Ainsi, nous pouvons écrire l'équation (4.6) sous la forme :

$$0 = -\frac{\partial_x p_1}{\mu_1} A_1 - \frac{\partial_x p_2}{\mu_2} B_1 \quad (4.7)$$

$$\frac{v_2}{a^2} = -\frac{\partial_x p_1}{\mu_1} A_2 - \frac{\partial_x p_2}{\mu_2} B_2 \quad (4.8)$$

En combinant ces deux équations au fait que le nombre capillaire peut s'écrire $Ca = \mu_2 v_2 / \gamma$, nous obtenons :

$$Ca = \left(B_2 - \frac{A_2 B_1}{A_1} \right) \frac{a^2}{\gamma l_B} \Delta P, \quad (4.9)$$

permettant de trouver Ca_c si nous posons $\Delta P = 0,30 \gamma/a$. Ainsi, pour $a=100 \mu\text{m}$ et $l_B = 120 \mu\text{m}$, nous obtenons $Ca_c = 5,0.10^{-5}$, ce qui est 4 fois plus faible que la valeur mesurée. Il faut considérer cependant que dans les régimes Seuil, nous aspirons des bulles en entrée, engendrant des bulles plus petites au sein du canal, comme nous l'avons vu dans les "Matériels et méthode". Cela veut dire que pour une bulle de longueur deux fois plus petite, $Ca_c = 10^{-4}$ et nous n'avons plus qu'un facteur 2 par rapport à l'expérimental.

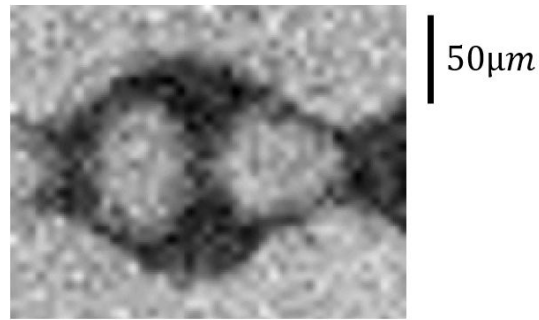


FIGURE 4.11 – Photo d’un blocage de bulle dans une constriction de canal $\varepsilon = 30 \mu\text{m}$ et $\Lambda = 200 \mu\text{m}$.

Dans le régime Seuil, les bulles n’avancent pas en continue à l’intérieur du canal. Lors de leur écoulement, il s’avère que les bulles restent bloquées à l’entrée des constriction, comme sur la figure 4.11, pendant des temps plus ou moins longs. Pendant cette phase de blocage, un écoulement d’eau à lieu dans les films de coins et la pression augmente progressivement jusqu’à atteindre une valeur critique engendrant un déblocage. Nous pouvons supposer que cette différence de pression décroît de nouveau jusqu’à ce qu’elle ne soit plus suffisante pour que les bulles puissent franchir les constriction. Ainsi, les bulles restent pendant une longue durée dans une configuration de pincement en aval, induisant une différence de pression positive. Si nous faisons la moyenne dans le temps, la différence de pression liée à une bulle est, par conséquent, une constante non nulle et positive dépendant de la pression capillaire, d’où un seuil à $0,15 \gamma/r$.

4.3.2 Vitesse de bulles dans le régime Bretherton.

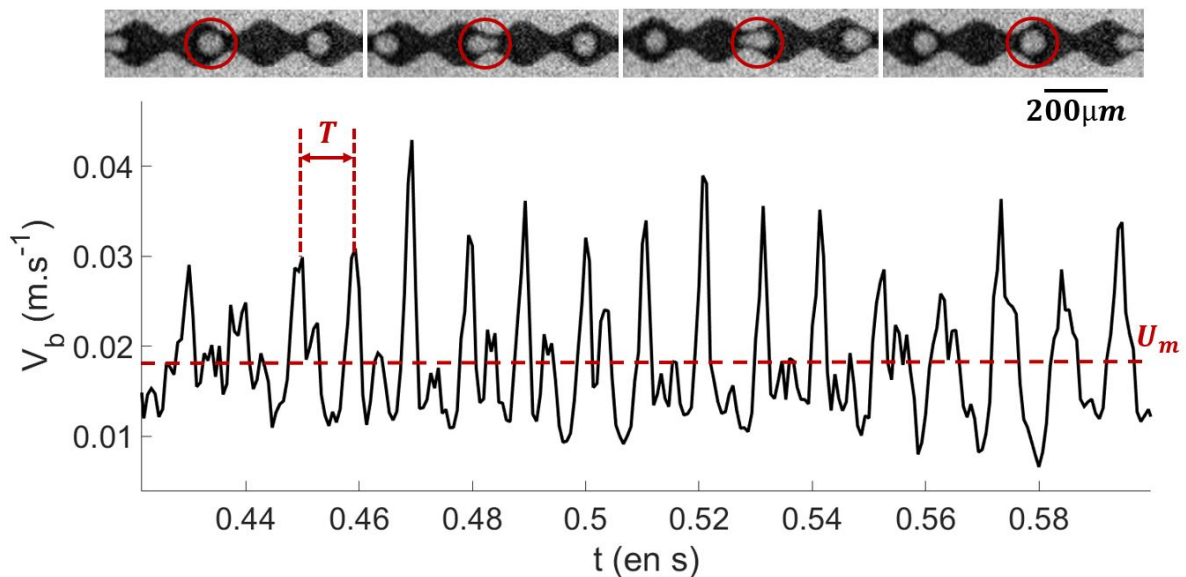


FIGURE 4.12 – Avancée d’une bulle dans un canal $\varepsilon = 30 \mu\text{m}$ – $\Lambda = 200 \mu\text{m}$. Celle-ci se déforme pour pouvoir avancer et sa vitesse V_b oscille autour d’une valeur moyenne U_m .

Dans le régime Bretherton, le train de bulles avance de manière régulière avec une distance λ entre chaque bulle. Pour les géométries à fortes constriction, les vitesses de bulles sont marquées par des oscillations autour d'une valeur moyenne $U_m = \langle V_b \rangle_t$, illustrées par la figure 4.12, dues aux bulles franchissant les obstacles en se déformant, comme dans la description faite par Olbricht [101]. La figure 4.12 montre l'allure de la vitesse moyenne de l'ensemble des bulles progressant dans un canal dont $\varepsilon = 30 \mu\text{m}$ et $\Lambda = 200 \mu\text{m}$. Une première chose que nous pouvons voir sur ce graphe est que les bulles circulent à une vitesse moyenne de $1,83 \cdot 10^{-2} \text{ m.s}^{-1}$ avec des variations allant de $1,00 \cdot 10^{-2}$ à $4,00 \cdot 10^{-2} \text{ m.s}^{-1}$. Dans ce canal, la largeur varie de 40 à 160 μm impliquant une variation de section d'un facteur 4 que nous retrouvons entre le minimum et le maximum de vitesse. De plus, les oscillations de vitesses se font sur une période de $1,03 \cdot 10^{-2} \text{ s}$. Sachant que la période s'exprime sous la forme $T = \Lambda/U_m = 1,09 \cdot 10^{-2} \text{ s}$, nous trouvons bien une cohérence dans cette période d'oscillation de vitesse.

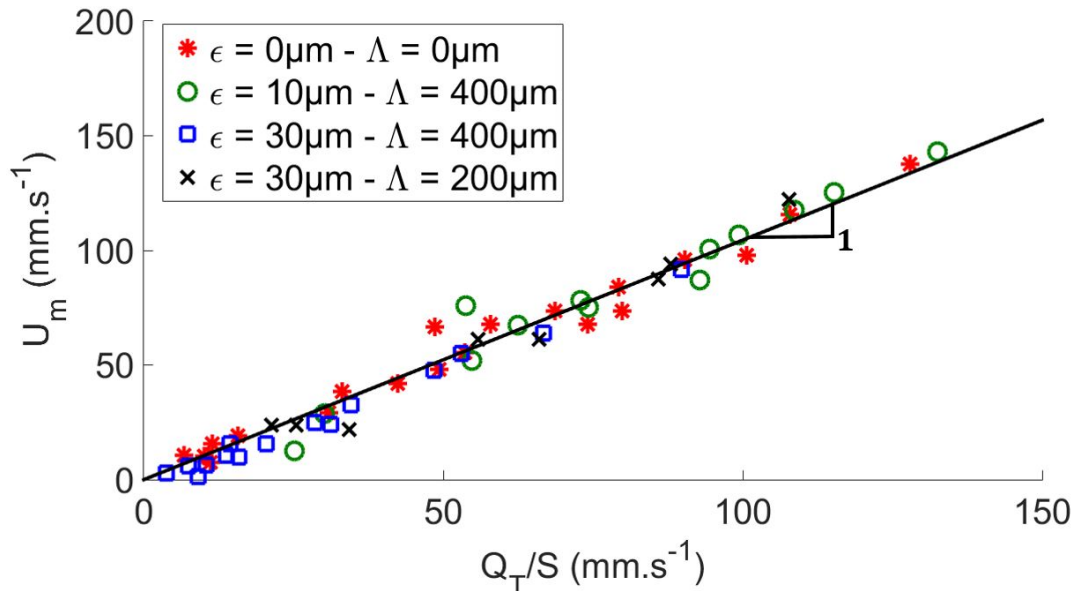


FIGURE 4.13 – Mesures des vitesses de bulles U_m en fonction du Q_T/S imposé.

Nous avons réalisé des séries de mesures de la vitesse moyenne U_m des bulles pour les quatre différentes géométries étudiées dans ce chapitre. En faisant varier Q_T/S , le débit total imposé normalisé par la section du canal, nous obtenons le graphe représenté sur la figure 4.13. Ainsi, nous pouvons voir que l'ensemble des points s'alignent suivant une droite de pente 1, ce qui nous permet d'en tirer une relation de type $U_m = \beta Q_T/S$, avec $\beta = 1$. Des études avaient été faites sur des bulles s'écoulant dans des capillaires ainsi que des canaux. Il a été prouvé que la vitesse des bulles pouvait suivre ce genre de loi avec un coefficient β dépendant du volume de la bulle [150]. Il a été mesuré dans des capillaires, un coefficient $\beta = 1$ pour des grosses bulles et $\beta < 1$ pour des petites [151]. De plus, il a été observé que $\beta < 1$ lorsqu'il s'agissait de grosses bulles dans un canal. Ces études ont été validées par Fuerstman en 2007 [92], qui ajouta l'influence des tensio-actifs présents dans la phase aqueuse. En effet, il mesura dans un canal un coefficient $\beta = 1$ sans tensio-actifs alors qu'en ajoutant une dose de ces agents dans la solution, cela pouvait faire descendre la valeur de β à 0,48. En revanche, en augmentant la concentration, β pouvait croître

jusqu'à une valeur de 0,83. Virginie Houtané, quant à elle, avait mesuré $\beta = 0,81$ pour une section $100\mu m \times 100\mu m$ ainsi que $\beta = 0,90$ pour une section $250\mu m \times 300\mu m$ [12].

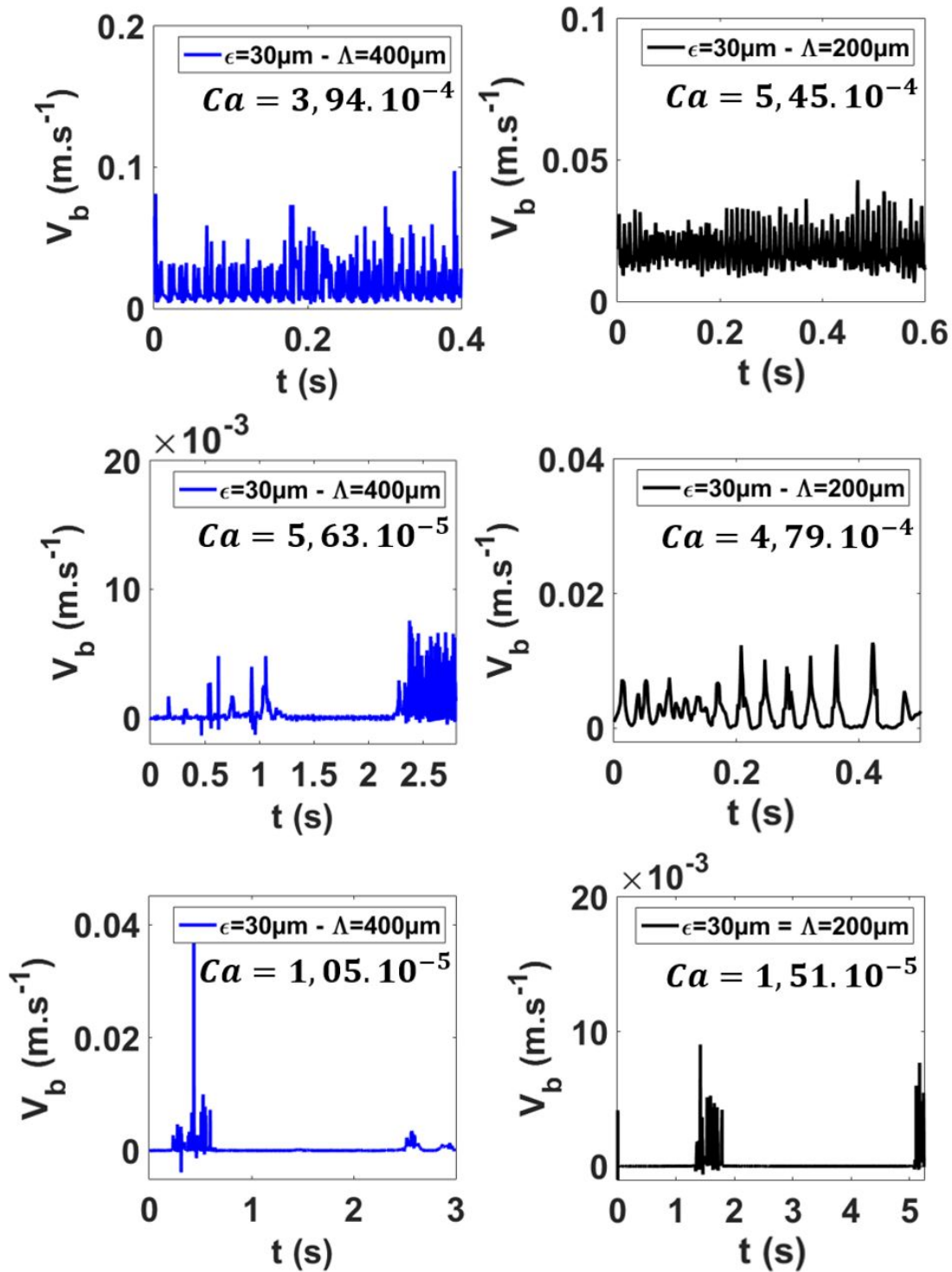


FIGURE 4.14 – Allure des vitesses de bulles V_b au cours du temps, dans des canaux à fortes constriction, pour des nombres capillaires d'injection Ca de plus en plus faibles.

4.3.3 Vitesse de bulles dans le régime Seuil.

Pour caractériser les régimes *Intermittent* et *Blocage*, il nous faut développer une méthode d'analyse. Nous nous aidons pour cela des graphes de la figure 4.14 où l'évolution des vitesses V_b au cours du temps est marquée par des instants où celle-ci est nulle et d'autres où elle est non nulle. Nous définissons ξ , un nombre réel, qui va nous permettre de dresser une valeur seuil de V_b à partir de sa moyenne sur toute la vidéo. Si $V_b > \xi U_m$, nous considérons alors que les bulles circulent dans le milieu poreux. Dans le cas contraire, les bulles sont vues comme immobiles. Nous définissons τ_{dyn} , la durée sur une vidéo où $V_b > \xi U_m$. Pour caractériser les différents régimes, nous traçons sur la figure 4.15 les valeurs de τ_{dyn}/τ , rapport de temps dynamique sur la durée de la vidéo, en fonction du nombre capillaire Ca imposé. Ainsi, pour $Ca > 10^{-4}$, nous sommes dans le régime *Déblo-cage*. Pour $10^{-5} < Ca < 10^{-4}$, les bulles subissent des écoulements par intermittence, dans le régime *Intermittent*, avec τ_{dyn}/τ diminuant lorsque nous descendons dans les valeurs de Ca jusqu'à prendre des valeurs nulles quand $Ca < 10^{-5}$. Cela marque le régime *Blocage* où les bulles restent immobiles dans les entrées des constriction.

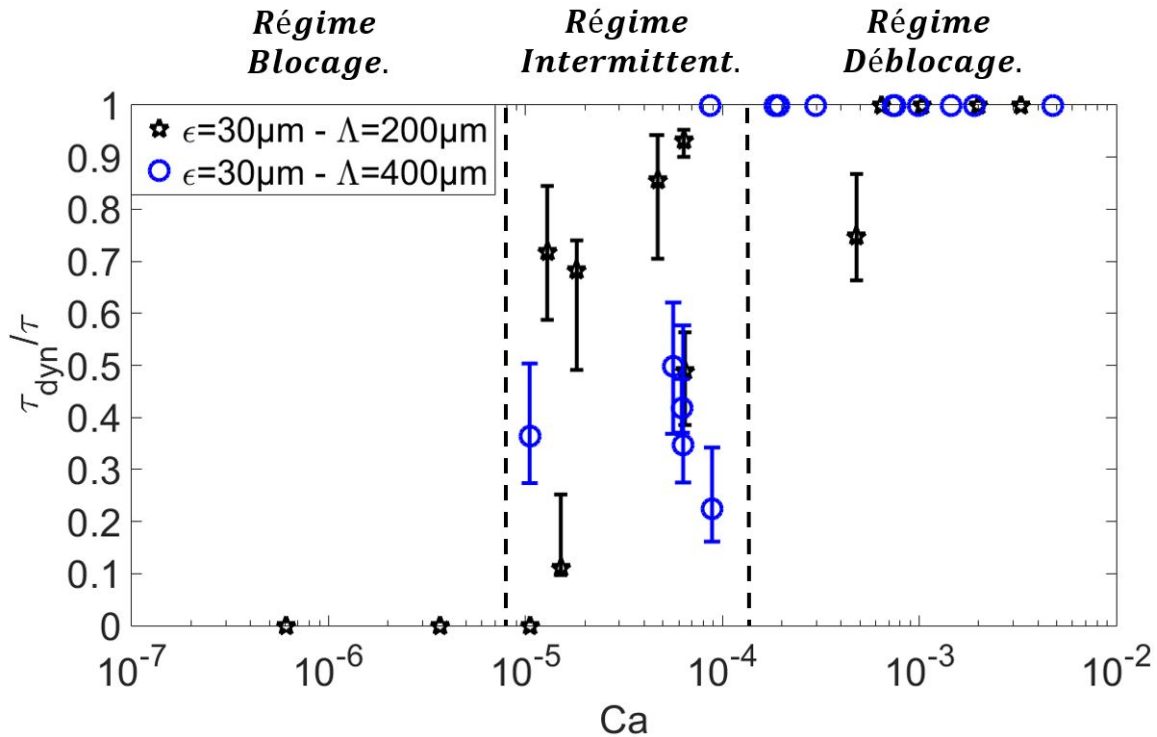


FIGURE 4.15 – Evolution de la fraction en temps pendant laquelle les bulles sont en écoulement dans les canaux à fortes constriction pour une gamme de nombres capillaires d'injection.

Nous cherchons à caractériser les vitesses de bulles dans le régime *Blocage/Déblo-cage*. C'est pourquoi nous définissons une vitesse moyenne autre que U_m . Nous ne considérons que les instants où les bulles sont en mouvements, c'est-à-dire la vitesses moyenne de la bulle pendant la durée τ_{dyn} que nous appelons $V_c = \langle V_b \rangle_{t \in \tau_{dyn}}$. Pour évaluer cette grandeur, nous fixons un seuil avec $\xi = 0,25$. Pour nous donner une bar d'erreur, nous prenons $\xi = 0,5$ pour la valeur maximum et $\xi = 0,1$ pour la valeur minimum. Nous obtenons ainsi le graphe

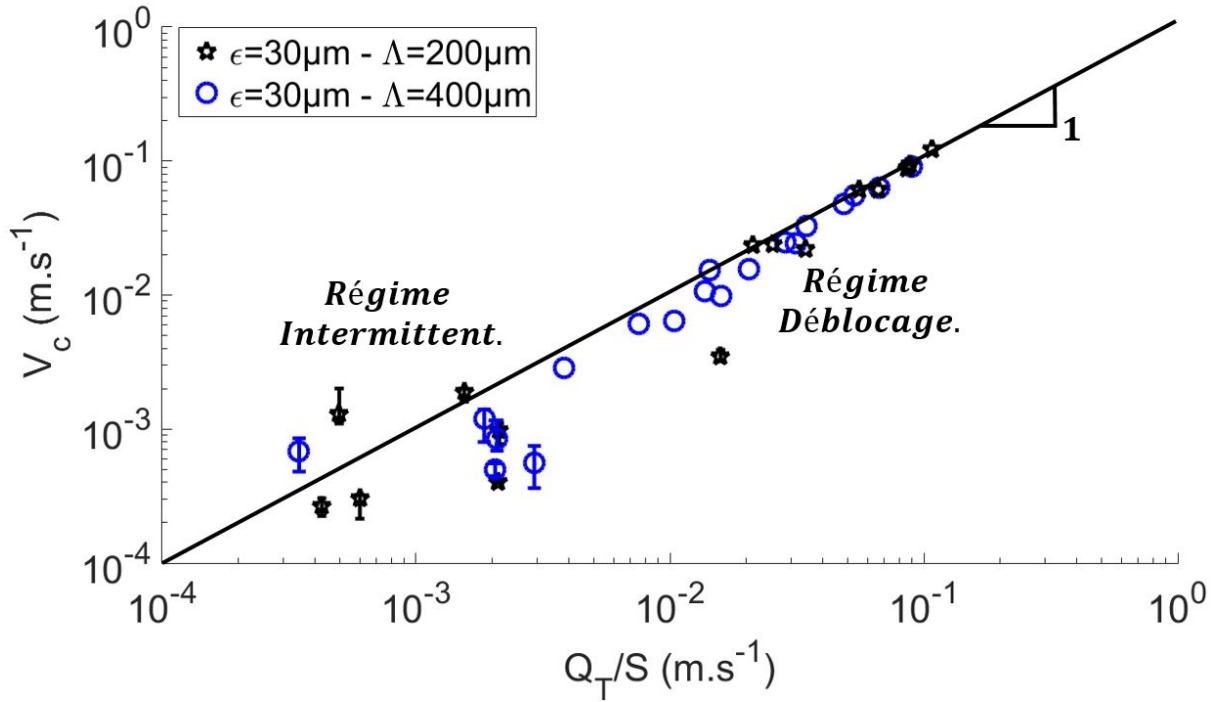


FIGURE 4.16 – Allure de la vitesse moyenne $V_c = \langle V_b \rangle_{t \in \tau_{dyn}}$ des bulles lors de leur écoulement, en fonction de Q_T/S .

de la figure 4.16 représentant l'évolution de V_c en fonction de Q_T/S , le débit total normalisé par la section du canal. Nous constatons que les points sont plus dispersés que dans le régime Bretherton, mais restent de l'ordre de Q_T/S . Nous pouvons donc en déduire que ce régime intermittent se caractérise par des intermittences entre le moment où les bulles sont bloquées, et où le fluide s'écoule par les films de coins autour d'elles, et des moments où les bulles avancent avec une vitesse de l'ordre de celle donnée par le débit total, comme dans le régime Bretherton.

4.3.4 Effets collectifs.

Précédemment, nous nous sommes intéressés à la dynamique d'un train de bulles dans une gamme de Ca allant de 10^{-6} à 10^{-2} . Nous avons pu constater, pour des canaux à section fortement variable, une dynamique de blocage ou d'intermittence en-dessous de $Ca_c = 10^{-4}$ et une dynamique de déblocage pour Ca supérieur à Ca_c . Dans cette partie, nous allons nous concentrer sur le deuxième régime en prenant des nombres capillaires $Ca \sim 10^{-4} - 10^{-3}$. Nous allons voir que dans ce genre de régime, le déplacement des bulles dans un canal de section variable ne correspond pas seulement à des bulles isolées, mais que des comportements collectifs peuvent apparaître : les bulles peuvent se rapprocher ou s'éloigner, ce qui montre alors qu'elles interagissent. Afin de caractériser ce type d'effet, nous allons analyser les images sur toute la longueur du canal. Les figures 4.17 et 4.18 représentent l'ensemble du système ainsi que quatre points particuliers du canal où nous allons construire l'analyse. Les géométries de canaux utilisées seront les géométries $\epsilon = 30 \mu\text{m} - \Lambda = 400 \mu\text{m}$ et $\epsilon = 30 \mu\text{m} - \Lambda = 200 \mu\text{m}$. Dans un premier temps, nous étudierons la dynamique d'interaction entre les différentes bulles et nous verrons que ce problème

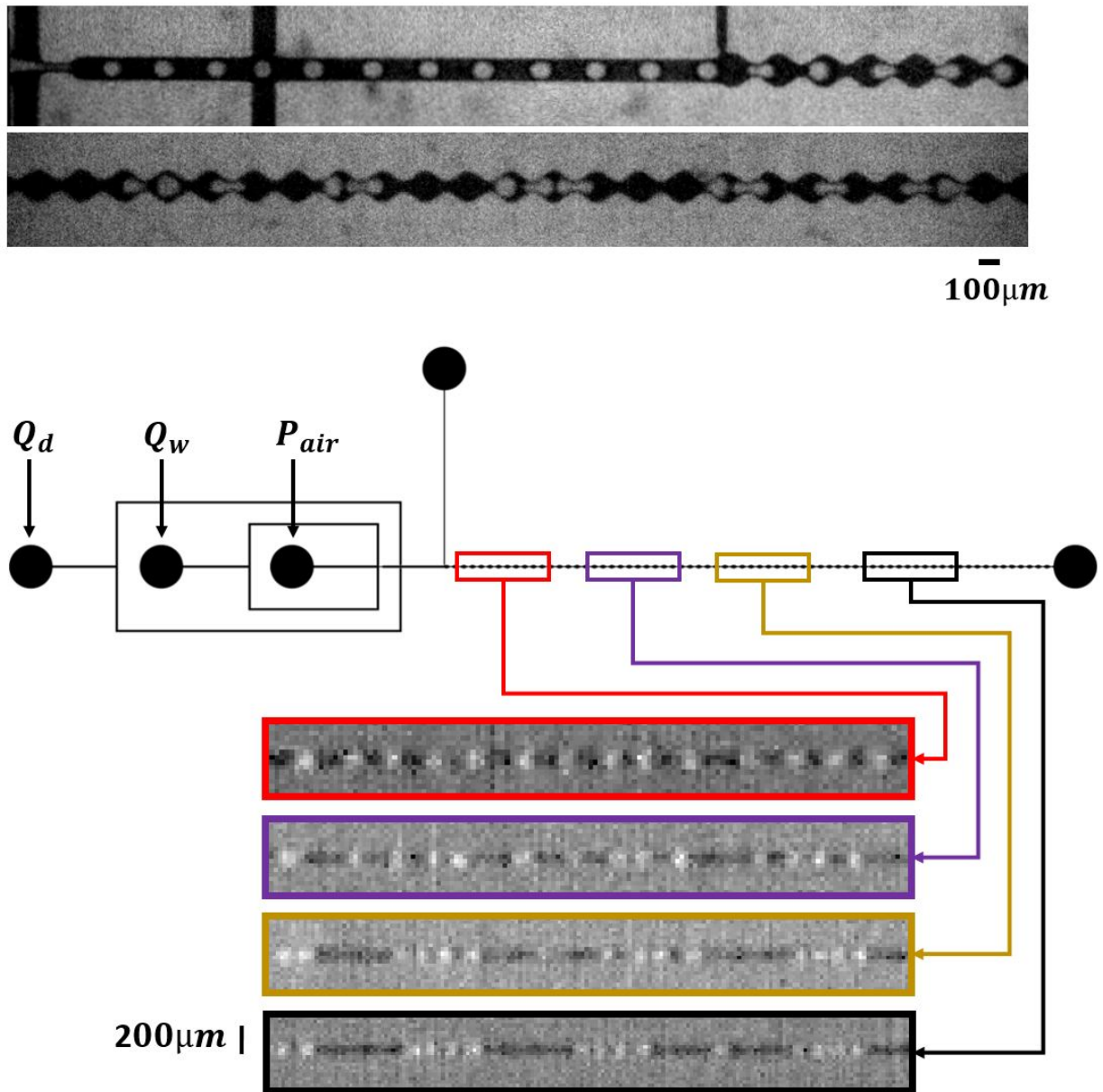


FIGURE 4.17 – Photos des regroupements entre des petites bulles avec, en haut, des photos zoomées des bulles en entrée et sortie de canal et, en bas, des photos de rapprochement de ces bulles.

dépend fortement de leur taille. Puis, sachant que nous injectons un train de bulles, espacées d'une distance λ , dans une géométrie à constriction séparées d'une longueur Λ , nous allons étudier la synchronisation d'un tel système. Nous verrons par la suite en quoi cette dynamique et ces interactions influent sur la différence de pression individuelle ΔP_b mesurée sur chaque bulle.

Formation de multiplets.

Nous avons injecté un train de bulles dans des géométries à fortes constriction, avec $\varepsilon = 30 \mu\text{m}$ et $\Lambda = 200$ et $400 \mu\text{m}$. Dans ces expériences, les deux paramètres que nous

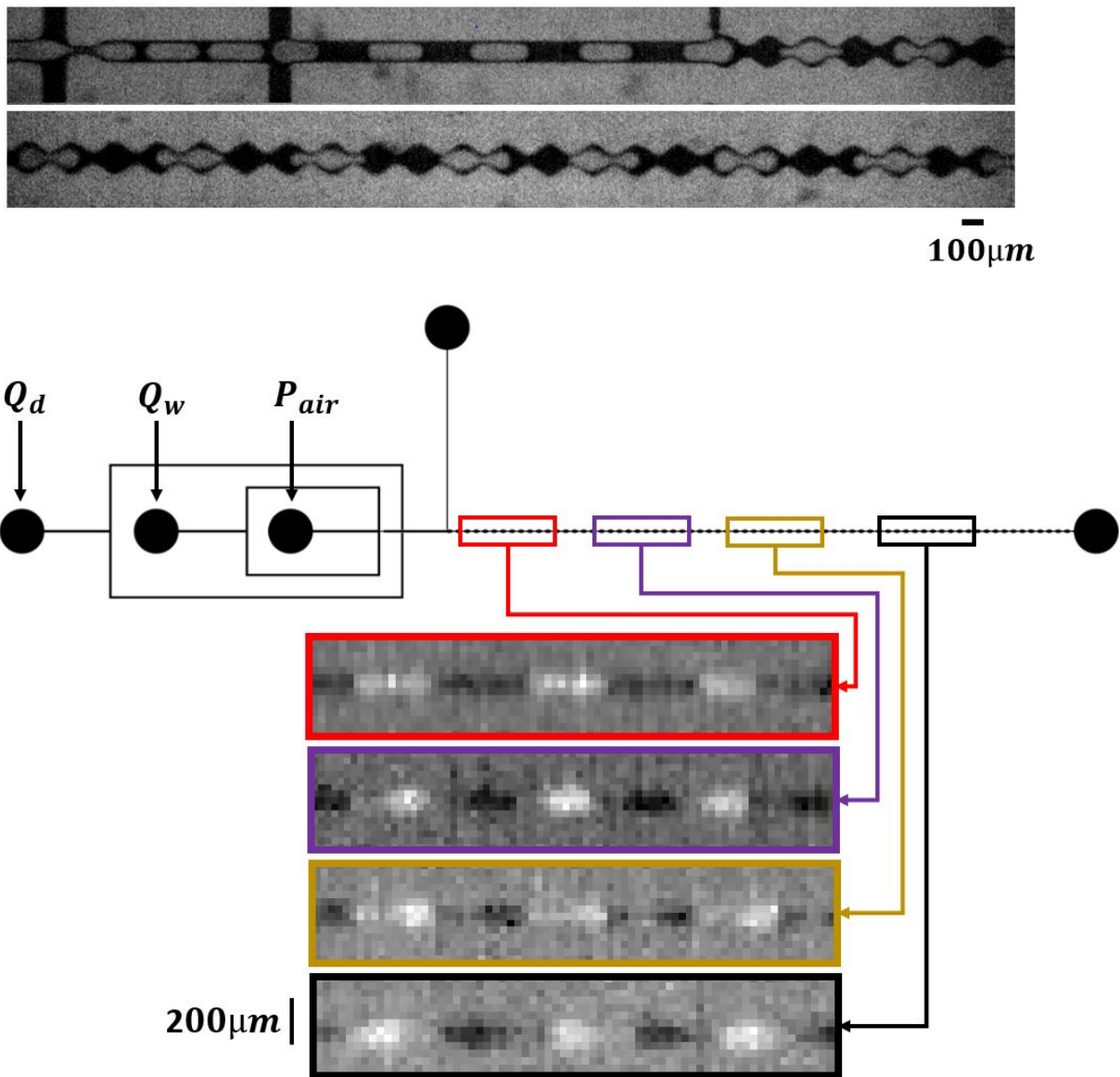
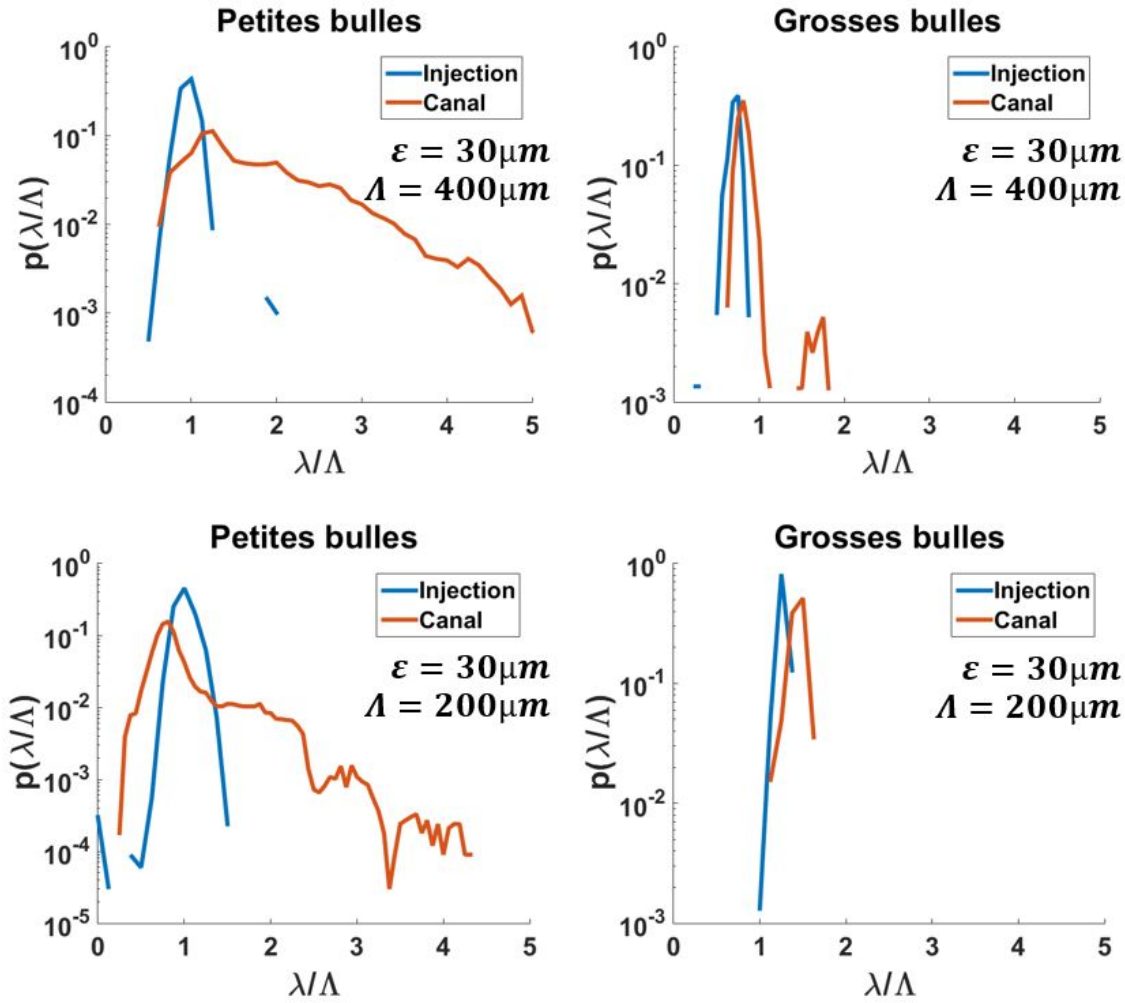


FIGURE 4.18 – Photos d'un écoulement de grosses bulles avec, en haut, des photos zoomées des bulles en entrée et sortie de canal et, en bas, des photos de la progression de ces bulles.

contrôlons sont la distance λ entre chaque bulle et la dimension de ces bulles, suivant si nous voulons qu'elles soient grandes ou petites. Le nombre capillaire Ca varie lors de la dilution du train de bulles mais nous travaillons dans une gamme allant de 10^{-4} à 10^{-3} . Les figures 4.17 et 4.18 introduisent les observations que nous faisons dans le cadre d'étude d'écoulement de petites et de grosses bulles. Nous remarquons alors que pour des grosses bulles, il n'y a pas d'interaction particulière entre celles-ci. En revanche, pour des petites bulles, nous constatons que celles-ci ont tendance à se rapprocher ou à s'éloigner les unes des autres pour former des multiplets.

Pour caractériser cet effet, nous mettons en place une technique d'analyse visant à suivre les centres de bulles pour y mesurer la distance λ entre chacune d'entre elles tout au long de leur progression dans le canal. Cela permet de mesurer pendant toute la durée

FIGURE 4.19 – Distribution en valeurs de λ/Λ pour des canaux à fortes constriction.

de la vidéo les valeurs de λ/Λ en entrée et en sortie pendant le même instant. Nous obtenons ainsi les distributions de valeurs de λ/Λ comme illustrer sur la figure 4.19. Nous remarquons en entrée que la distribution en λ/Λ forme un pic, confirmant la régularité de l'injection des bulles. Pour des grosses bulles, il n'y a pas de changement particulier sur la distribution en taille. En revanche, les pics pour les petites bulles s'élargissent en raison de la formation des multiplets.

Pour caractériser les élargissements de pics, nous évaluons de manière précise la valeur moyenne $\langle \lambda \rangle = \int \lambda p(\lambda) d\lambda$ imposée ainsi que l'écart-type $\delta\lambda = \sqrt{\int \lambda^2 p(\lambda) d\lambda - \langle \lambda \rangle^2}$ sur la valeur de λ en sortie de canal, que nous normalisons par $\delta\lambda_0$ pour les bulles à l'injection. La figure 4.20 réunit alors toutes les valeurs de $\delta\lambda/\delta\lambda_0$ en fonction de λ/Λ imposé pour des trains de petites et grosses bulles pour les deux types de canaux étudiés. Dans tous les cas, les valeurs de $\delta\lambda$ sont toujours plus importantes par rapport à $\delta\lambda_0$ pour les petites bulles que pour les plus grosses, confirmant que les regroupements en multiplets sont propres aux petites bulles. Nous remarquons, de plus, que la formation de multiplets s'atténue au fur et à mesure que λ/Λ augmente. Cela peut être lié aux bulles trop éloignées, interagissant

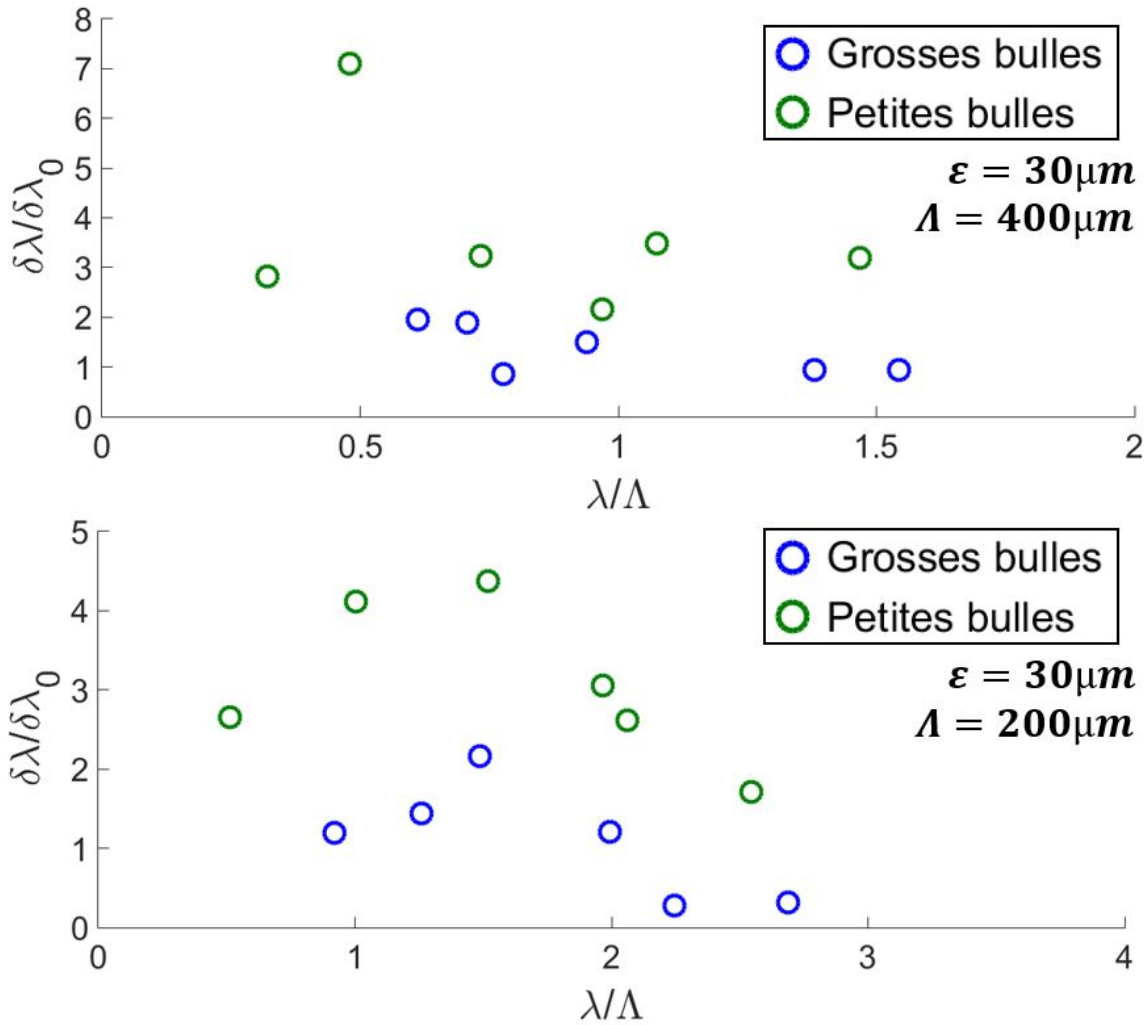


FIGURE 4.20 – Mesures du rapport entre l'écart-type $\delta\lambda$ pour les bulles en sortie, normalisé par l'écart-type $\delta\lambda_0$ des bulles en entrée, en fonction de λ/Λ imposé.

entre elles de moins en moins. L'autre possibilité est que le canal ne soit pas assez long à ce stade pour voir un regroupement complet des bulles.

Synchronisation.

Pour un canal procédant des constriction, il est évident que la vitesse des bulles va fluctuer lors du passage de chaque obstacle. Cependant, si chaque bulle avance dans la géométrie de manière totalement désynchronisé les unes des autres, la moyenne de toutes les fluctuations en vitesses serait nulle. En revanche, si les bulles circulent dans le canal de manière synchronisée, à savoir, en franchissant les constriction en même temps, alors la fluctuation de la vitesse est significativement non nulle. Les résultats sont présentés sur la figure 4.21, en fonction de la longueur d'onde moyenne du train de bulles. Nous nous attendons à trouver de fortes corrélations et donc de faibles valeurs de l'écart-type moyen pour des valeurs entières de λ/Λ . Cela semble être bel et bien le cas pour les grosses bulles où nous trouvons des minima pour les fluctuations sur les valeurs entières. C'est également le cas pour les petites bulles dans le dispositif à $\Lambda = 400\mu\text{m}$, mais pas pour

les dispositifs à $\Lambda = 200 \mu\text{m}$. Pour les petites bulles, la valeur moyenne de la longueur d'onde du train de bulles n'est cependant pas un bon paramètre, puisque nous avons vu que dans ce cas, il se formait des multiplets.

Enfin, il convient de signaler que la longueur d'onde des trains de bulles est relativement mal définie, puisque celle-ci augmente légèrement au fur et à mesure de l'avancée dans le canal, à cause de la décompression. Il serait intéressant de poursuivre ce travail, soit en rajoutant une contre-pression, soit en déterminant les corrélations spatiales plus localement.

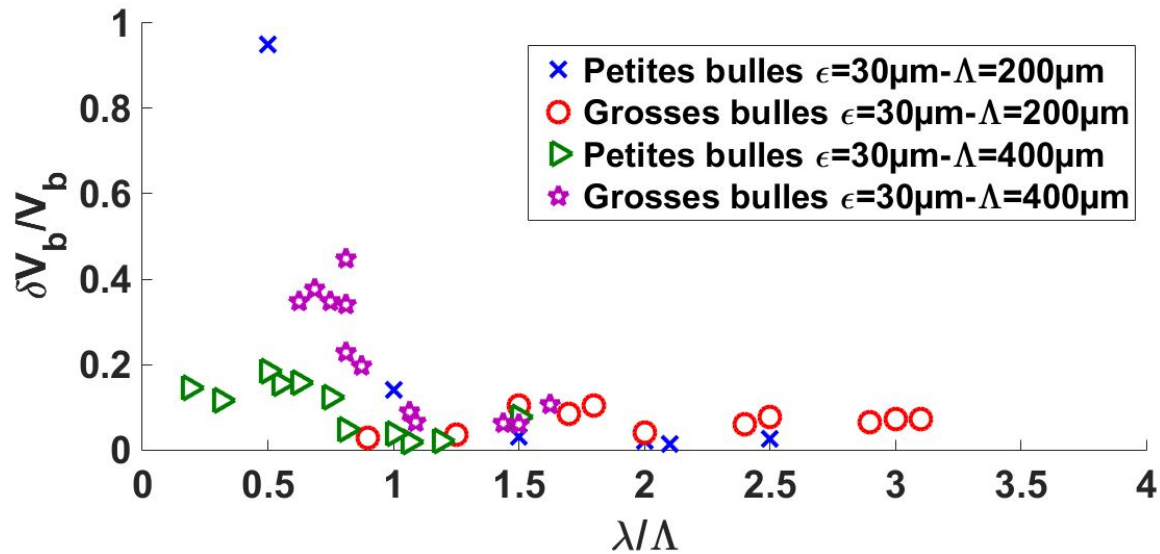


FIGURE 4.21 – Allure de la fluctuation de vitesse des bulles normalisée par leur vitesse moyenne pour les quatre différents systèmes en sortie.

Influence des interactions sur la pression mesurée.

Dans cette section, nous avons vu que pour des géométries à fortes constriction, il peut exister des interactions entre bulles. Pour des grosses bulles, ces dernières ont tendance à rester à même distance λ les unes des autres. En revanche, pour des petites bulles, il se trouve que celles-ci peuvent avoir une tendance à se regrouper pour ainsi former des multiplets. La question que nous pouvons nous poser maintenant est celle de l'évolution de la pression individuelle ΔP_b de chaque bulle en fonction de Ca . Etant donné que la vitesse moyenne des bulles peut parfois être inférieure à Q_T/S et que parfois le système est amené à se synchroniser, une question peut se poser sur ce qu'il en résulte de l'évolution de la pression dans ce cas de figure. C'est pourquoi, en parallèle des mesures faites sur les trains de bulles lors de ces expériences, nous avons aussi mesuré la valeur de la pression ΔP aux bornes du canal. La figure 4.22 représente ainsi les valeurs de différence de pression individuelle ΔP_b en fonction du Ca imposé. Il se trouve que dans la gamme de Ca étudiée, le nuage de points semble suivre la loi de Bretherton en $Ca^{2/3}$, ce qui est prévisible dans cette gamme. Pour les grosses bulles, il s'agit du même cas étudié en début de chapitre. En revanche, pour des petites bulles, cela s'avère intéressant de constater qu'elles suivent aussi la loi de Bretherton. Cette observation confirme que dans ce genre de problème, les

effets de la présence de ménisques dans les canaux prévalent aux effets de distance entre ces derniers.

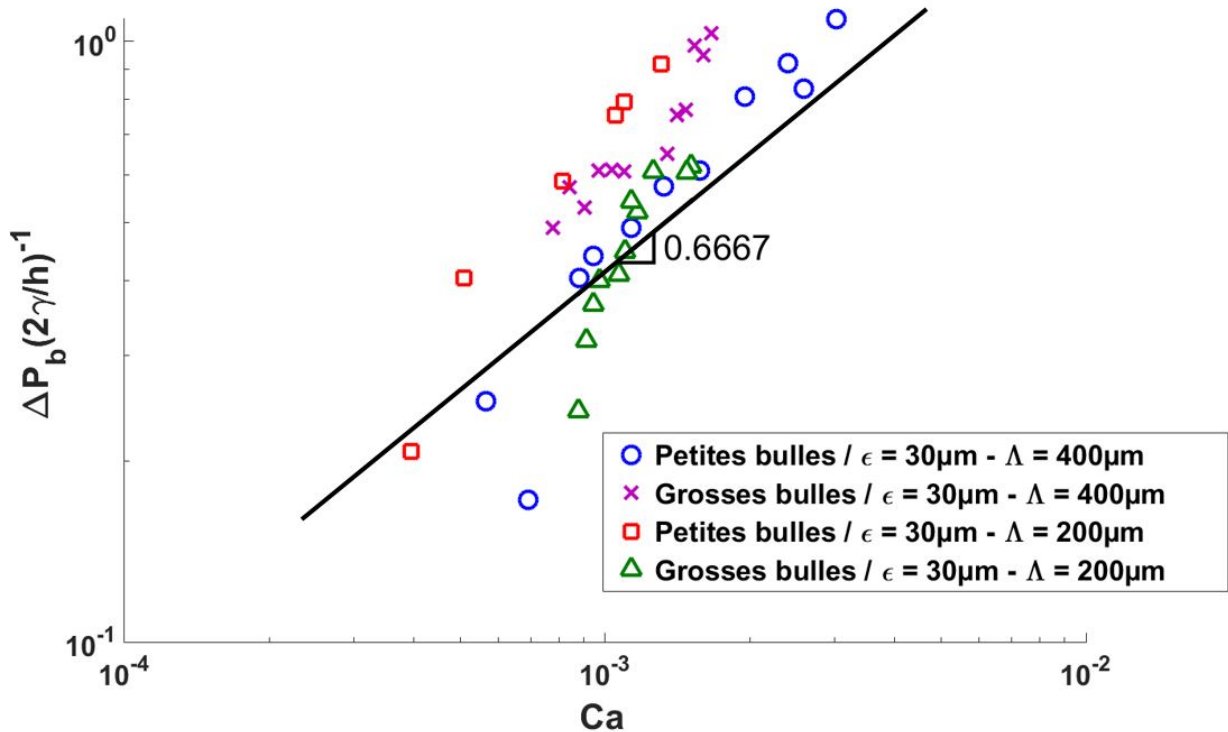


FIGURE 4.22 – Allure de la différence de pression générée par une bulle en fonction du nombre capillaire Ca imposé pour les quatre différents systèmes.

4.4 Conclusion

Nous pouvons conclure de ce chapitre que nous avons passé en revue la loi de Bretherton pour un train de bulles dans un canal. Nous avons constaté que pour un canal droit, nous retrouvons toujours une loi en $Ca^{2/3}$. L'objectif était ensuite, dans le cadre d'étude en milieu poreux hétérogène, d'étudier le même genre de problème avec des constriction.

En premier point, nous notons que de faibles constriction n'ont aucune incidence sur la loi de Bretherton dans la gamme de Ca étudiée. En revanche, cela n'est plus le cas pour des constriction plus prononcées. En-dessous de $Ca_c = 10^{-4}$, la différence de pression ΔP_b d'un train de bulles n'est plus en accord avec la loi de Bretherton mais est constante, à une valeur qui correspond à une fraction de la pression capillaire p_c . Dans ce régime *Seuil*, nous avons remarqué que la vitesse des bulles est marquée par des intermittences entre valeurs positives et nulles.

Un deuxième point attirant notre attention concerne le comportement collectif des bulles dans des canaux à fortes constriction. Alors que nous constatons une régularité du train de bulles si ces dernières sont de tailles importantes, il n'en n'est pas de même pour des bulles de plus petites tailles. En effet, celles-ci ont tendance à se regrouper pour

former des multiplets. Cependant, si nous nous attardons sur les mesures de pressions, nous ne voyons aucune influence sur la loi de Bretherton attendue sur la gamme de Ca étudiée ($Ca > Ca_c$). Cela souligne que la contribution de chaque bulle sur la mesure de la pression totale ne dépend non pas de la distance entre bulles mais uniquement du nombre de ménisques contenus dans un canal.

Résumé

- Dans un canal à section constante ou avec de faibles constrictions, la présence de bulles induit une différence de pression ΔP_b dépendant de $Ca^{2/3}$.

- Dans un canal à fortes constrictions, de demi largeur moyenne r , il existe deux régimes suivant la valeur du nombre capillaire d'injection Ca :

→ Régime *Seuil*, pour $Ca < 10^{-4}$, avec des vitesses de bulles intermittentes et une différence de pression individuelle de bulle :

$$\Delta P_b = 0,15 \frac{\gamma}{r}$$

→ Régime *Bretherton*, pour $Ca > 10^{-4}$, avec des vitesses de bulles constantes et une différence de pression individuelle de bulle :

$$\Delta P_b = 35 \frac{\gamma}{r} Ca^{2/3}$$

- Dans un canal à fortes constrictions, à $Ca = 10^{-4} - 10^{-3}$, les petites bulles se regroupent pour former des multipléts et les grosses bulles restent en singulets.

Chapitre 5

Transport de mousse dans un milieu poreux.

Sommaire

5.1	Introduction.	121
5.2	Matériels et méthodes.	122
5.2.1	Caractéristiques du milieu poreux.	122
5.2.2	Injection de la mousse dans le milieu.	124
5.2.3	Analyse d'images.	126
5.3	Résultats.	130
5.3.1	Etude de la réduction de mobilité.	130
5.3.2	Chemins préférentiels.	131
5.4	Discussion	136
5.4.1	Modélisation.	136
5.4.2	Phénomène de filtration.	139
5.4.3	Evaluation des chemins préférentiels.	142
5.4.4	Influence de la géométrie.	144
5.5	Conclusion	145

5.1 Introduction.

Dans ce chapitre, nous allons nous concentrer sur le transport d'une mousse, cette fois-ci à l'échelle d'un modèle de milieu poreux. Comme cela a été dit dans le chapitre 1, la mousse est d'une grande utilité dans la récupération assistée du pétrole. Elle permet d'améliorer le rendement par rapport à ce que l'on aurait si le fluide injecté était monophasique. Il est impossible d'observer les mécanismes responsables de cet effet de manière directe mais cependant, des mesures de pression sont faites afin de déterminer certaines caractéristiques. Il a été observé que la pression mesurée avec la mousse était bien plus importante que ce que l'on aurait eu avec une simple solution de tensio-actifs [90]. L'objectif est alors de comprendre le lien entre cette observation et l'augmentation du rendement en récupération d'huile. C'est la raison pour laquelle nous allons nous intéresser à un transport de mousse dans un milieu poreux transparent, afin d'observer les mécanismes en jeu

et de faire le lien avec les pressions mesurées ΔP° . Nous ferons varier indépendamment le nombre capillaire d'injection Ca et la qualité de la mousse f_g afin de distinguer l'impact de ces différents paramètres dans le problème.

5.2 Matériels et méthodes.

5.2.1 Caractéristiques du milieu poreux.

Dans ce paragraphe, nous allons vous présenter le modèle expérimental qui va être utilisé lors de nos expériences. Il s'agit d'une puce microfluidique en NOA, présentée dans l'annexe A, capable de supporter une pression allant jusqu'à 5 bars. Comme nous pouvons l'observer sur la figure 5.1, le système est composé d'une piscine d'entrée et de sortie avec au centre, le milieu poreux. Ce dernier est composé de piliers solides marqués par leur couleur blanche, disposés de manière aléatoire et avec des formes à géométries variables. L'épaisseur h du système est de $180\mu\text{m}$ et la section des canaux, représentés en noir sur la figure 5.1, est variable. En effet, comme nous l'observons sur les photos situées sur la figure 5.1, la largeur des canaux n'est pas constante. Cela provient de la géométrie fabriquée par photolithographie, dont le protocole est détaillé dans l'annexe A, à partir d'un masque fait par un programme *Matlab*. Celui-ci génère des motifs de forme aléatoire séparés d'une longueur de corrélation $l_c = 400\mu\text{m}$. Le milieu poreux a une porosité $\phi = 0,7$ et les canaux sont dotés de constriction de largeur d'environ $50\mu\text{m}$ et de ventres ou crevasses d'environ $350\mu\text{m}$. La largeur moyenne de ces pores, notée l_p , est de $200\mu\text{m}$. Une autre grandeur que nous pouvons introduire est la distance entre le centre de chaque ventre ou crevasse que nous appelons Λ . Sa valeur moyenne est fixée par la longueur de corrélation l_c et vaut $400\mu\text{m}$.

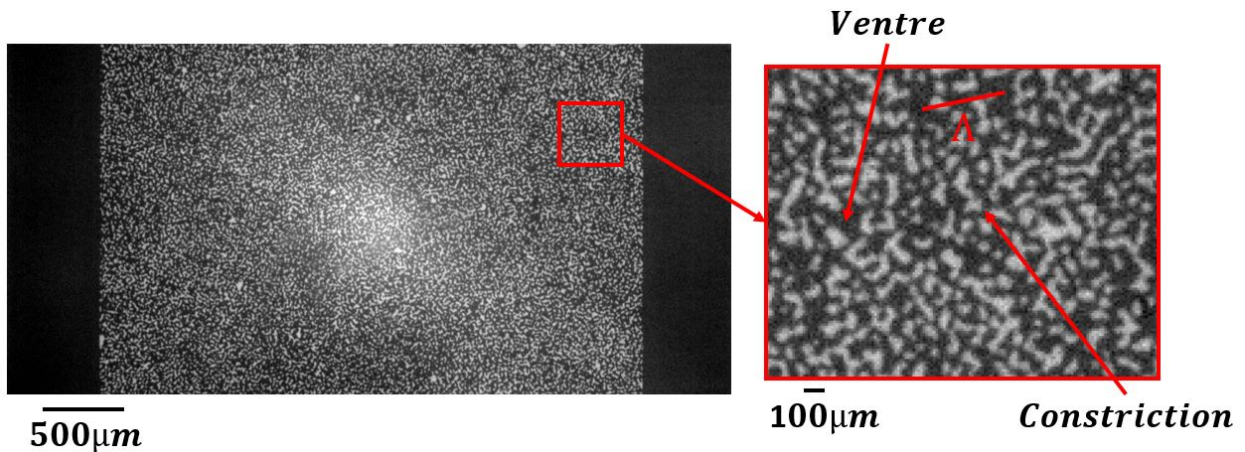


FIGURE 5.1 – Photos du modèle de milieu poreux utilisé.

Afin de caractériser le milieu, nous injectons une solution d'eau et de tensio-actifs *Surf EOR Foam 5200*, de viscosité $\mu = 10^{-3}$ Pa.s, afin de mesurer la différence de pression ΔP° aux bornes de la puce en fonction du débit Q imposé. Nous obtenons alors le graphe présent sur la figure 5.2 à droite, qui montre une dépendance linéaire entre ΔP° et Q , dont nous pouvons tirer une valeur de la résistance hydraulique expérimentale $R_{hexp} = 9,0.10^{10}$

SI, correspondant, de manière équivalente, à une perméabilité $\kappa = 1,32 \cdot 10^{-10} \text{ m}^2$. Il nous faut cependant connaître un ordre de grandeur de la résistance hydraulique théorique R_{hth} . Pour cela, nous proposons une vision plus simplifiée du modèle. Si nous considérons une section du milieu poreux, nous remarquons que celle-ci est une succession de zones solides de longueur l_s et de vide, de longueur l_p . Ainsi, nous soulignons que la section n'est composée que d'une succession de N_o motifs de longueur $l_s + l_p$. Si $l = 2\text{cm}$ est la largeur de la puce microfluidique alors :

$$l = N_o(l_s + l_p) \simeq 2N_o l_p \quad (5.1)$$

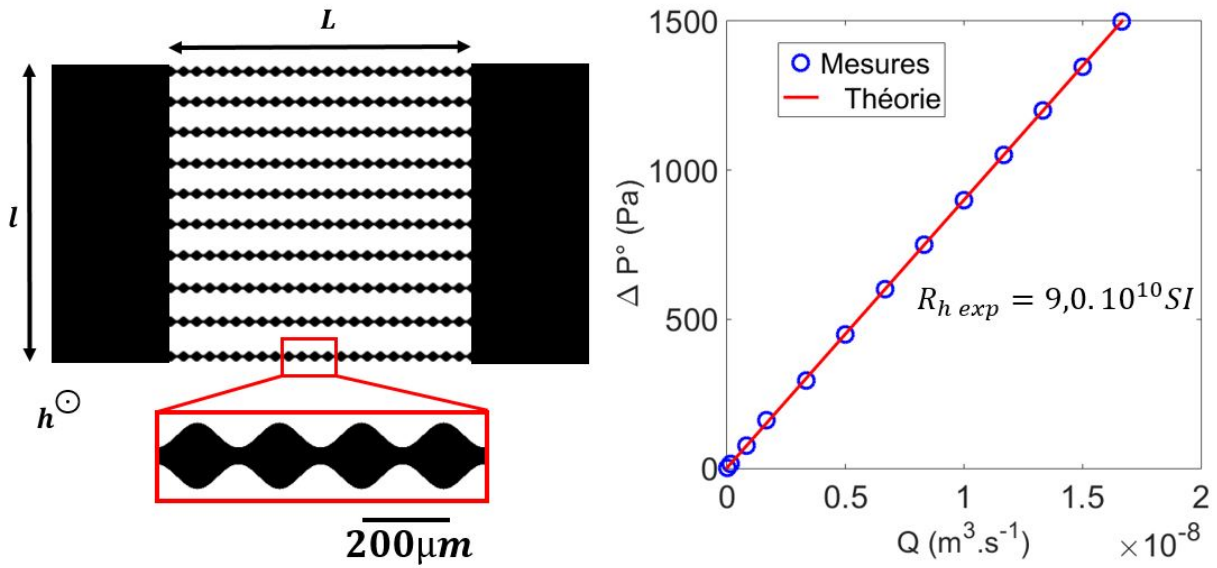


FIGURE 5.2 – À gauche : Schéma du modèle simplifié de milieu poreux. À droite : Graphe de la pression ΔP° dans le milieu en fonction du débit d'eau Q injecté.

Nous estimons ainsi $N_o = 50$ et de cette manière, nous pouvons considérer le milieu poreux comme une série de N_o canaux en parallèles comme sur la figure 5.2 à gauche. Dans cette approximation, nous cherchons tout de même à prendre en compte les hétérogénéités. Pour cela, nous ne considérons pas des canaux droits de section constante mais, de la même manière que dans le chapitre 4, des canaux à section variable. Nous prenons comme valeur moyenne la largeur de pore $l_p = 200\mu\text{m}$ et nous considérons que la demi largeur fluctue d'une longueur $\varepsilon = 75\mu\text{m}$. De plus, la distance entre constriction sera fixée par Λ , la distance entre crevasses. Ainsi, nous pouvons écrire la résistance hydraulique associée à un seul canal :

$$R_{1\text{pore}} = \int_0^L \frac{a(x)\mu}{l_p^3(x)h} dx, \quad (5.2)$$

où a est un coefficient dépendant de la géométrie, c'est-à-dire du rapport h/l_p qui varie en fonction de x puisque l_p oscille entre les valeurs $50\mu\text{m}$ à $350\mu\text{m}$, μ la viscosité de la solution de tensio-actifs et L , la longueur du milieu poreux. Dans le cadre de ce calcul,

nous utilisons la même démarche que dans le chapitre 4 pour des canaux dont la section fluctue. Finalement, cela conduit, à l'échelle de l'ensemble des canaux, à la relation :

$$\Delta P^o = R_{hth}Q, \quad (5.3)$$

avec

$$R_{hth} = \int_0^L \frac{a(x)\mu}{N_o l_p^3(x)h} dx \quad (5.4)$$

A travers ce calcul, nous pouvons en déduire une résistance hydraulique théorique $R_{hth} = 6,9.10^{10}$ SI. Nous pouvons ajouter à cela que si nous avons considéré des canaux en parallèles de section constante avec une hauteur $h=180 \mu\text{m}$ et une largeur $l_p=200 \mu\text{m}$, nous aurions obtenu un coefficient $a=25,74$, conduisant à une résistance hydraulique $R_{hth} = 1,3.10^{10}$ SI, soit une valeur 5,3 fois moins importante.

Une dernière remarque que nous pouvons faire sur nos mesures de pression est que, comme le souligne la figure 5.3, les mesures de pression ne sont pas faites directement aux bornes du milieu poreux mais à l'extérieur de la puce. Il faut donc prendre en compte la résistance hydraulique dans le tubing et dans les piscines de la puce. A l'intérieur de la puce, une piscine a une longueur $L = 1,5 \text{ cm}$, une largeur $w = 2 \text{ cm}$ et une hauteur $h=180 \mu\text{m}$. Pour cette géométrie, la résistance évaluée est de $1,5.10^9$ SI. En ce qui concerne le tubing, il se fait qu'à chaque côté de la puce est rattaché un tube de longueur $L = 3 \text{ cm}$ et de diamètre $r=350 \mu\text{m}$. La résistance hydraulique de ce tube est alors $R = 8\mu L/\pi r^4 = 5.10^9$ SI. De ce fait, si nous additionnons les résistances hydrauliques des deux côtés de la puce, nous obtenons une résistance $R = 1,3.10^{10}$ SI. Si nous ajoutons cela à la résistance hydraulique théorique, cela donne $R_{hth} = 8,2.10^{10}$ SI, conduisant à un écart relatif de 9,8 % sur la mesure.

5.2.2 Injection de la mousse dans le milieu.

Afin de réaliser les séries d'expérience qui vont suivre, nous allons utiliser le montage présenté dans le chapitre 2. L'objectif des séries d'expériences menées dans ce chapitre est d'étudier la mobilité de la mousse dans le milieu poreux ainsi que les caractéristiques qui font qu'une mousse a une mobilité réduite par rapport à un fluide monophasique s'écoulant à un même débit imposé. On appelle la mobilité d'un fluide, sa capacité à s'écouler dans un milieu et s'exprimant comme κ/μ , avec κ , la perméabilité du milieu et μ , la viscosité du fluide. Une réduction de mobilité correspond donc à une augmentation de la viscosité effective, ici de la mousse. Il en résulte, pour un même débit d'injection, une augmentation de la différence de pression ΔP au sein d'un milieu poreux. Pour une mousse, les deux paramètres essentiels de ce problème sont le débit relatif de gaz $f_g = Q_{air}/Q_T$ que nous nommons *qualité de la mousse*, avec $Q_T = Q_{air} + Q_{eau}$, ainsi que le débit d'injection ([152] [85] [86] [82] [81]) que nous caractérisons par le nombre capillaire :

$$Ca = \frac{\mu_{eau}Q_T}{\gamma\phi\Sigma}, \quad (5.5)$$

avec $\phi = 0,7$, la porosité du milieu, Σ , la section de la puce microfluidique, μ_{eau} , la viscosité de l'eau mélangée aux tensio-actifs et γ , la tension de surface entre l'eau et l'air.

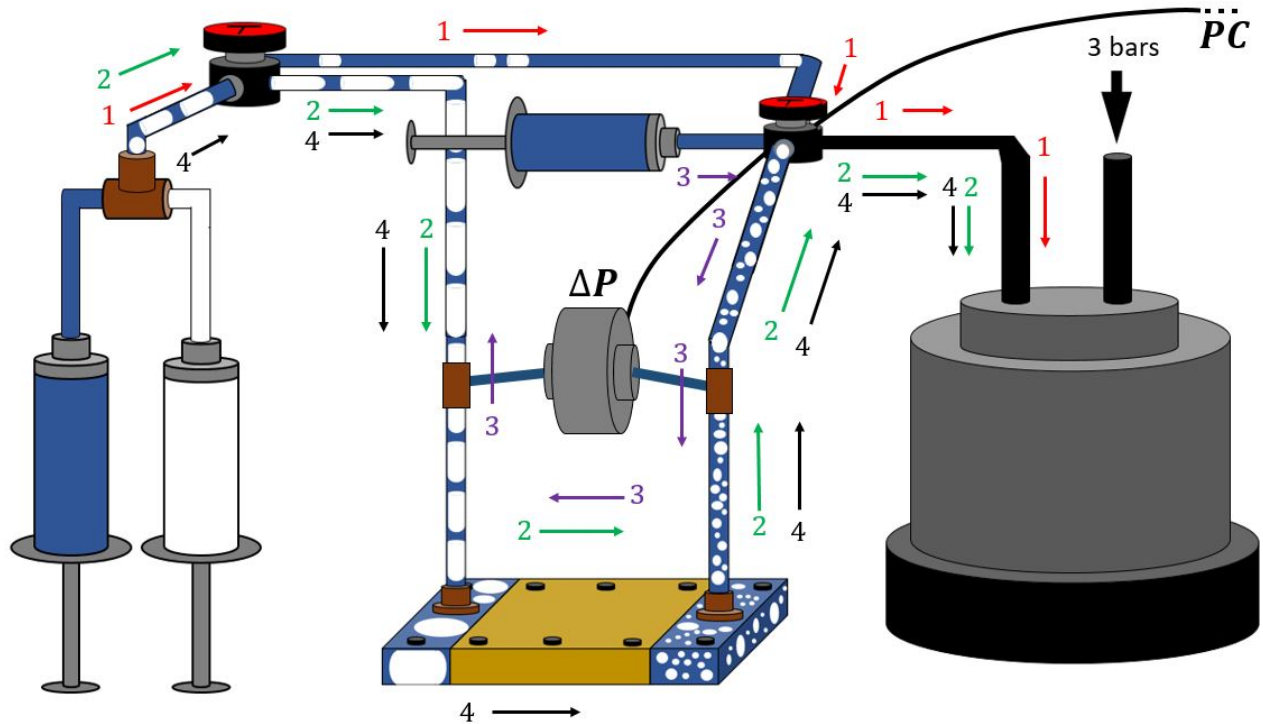


FIGURE 5.3 – Schéma des différents parcours nécessaires afin de générer un train de bulles dont la qualité f_g et le Ca d'injection seront fixés de manière indépendante.

Il nous faut alors comprendre l'impact réel de la géométrie du milieu (porosité ϕ , variation de section des pores) sur l'écoulement. C'est pourquoi il est utile pour nous d'avoir une maîtrise parfaite de l'injection en faisant varier nombre capillaire Ca et qualité de mousse f_g indépendamment pour voir l'effet de chacun des paramètres sur les mécanismes de transport dans le milieu.

L'une des difficultés d'une injection de mousse est la présence d'air qui, de par sa compressibilité, va fluctuer en volume, faisant fluctuer la vitesse d'entrée de cette mousse. Pour remédier à ce problème, nous imposons une contre-pression en sortie de 3 bars comme cela est expliqué dans le chapitre 3 et l'annexe A. Les différences de pression ΔP mesurées sont de l'ordre de 500 mbar, ce qui nous fait un rapport de différence de pression sur pression totale $\Delta P/P = 0,17$, nous permettant de considérer l'air comme incompressible.

La deuxième difficulté est de découpler les phénomènes de formation (division de grosses bulles/coalescence) des phénomènes de transport. Pour cela, nous utilisons un protocole permettant de travailler avec une mousse préformée. L'idée est de faire des aller-retours de bulles au sein de la puce à un Ca élevé. L'origine de cette idée vient des résultats du chapitre 3. Effectivement, nous avons observé que les bulles se divisaient dans le milieu jusqu'à l'obtention d'une distribution en bulle de plus en plus monodisperse. C'est pourquoi dans ce chapitre, si nous espérons travailler dans un régime permanent, nous avons grand intérêt à préformer la mousse de sorte à obtenir la même monodispersité. Le protocole utilisé est introduit dans la figure 5.3. Dans un premier temps, le réservoir de

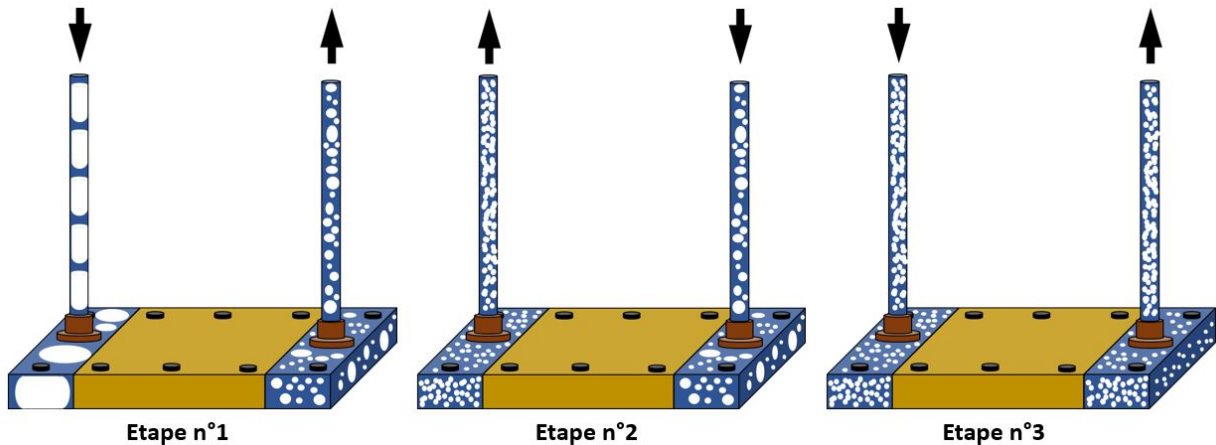


FIGURE 5.4 – Représentation des différentes étapes de préformation de la mousse à qualité f_g fixée, avant d'injecter l'ensemble à un Ca fixé (étape n°3).

sortie est relié à une contre pression de 3 bars. Une fois le système à l'équilibre et la pression établie, nous commençons par l'étape 1 consistant à générer un train de bulle avec un pousse-seringue à air et un autre avec eau/tensio-actifs. Cela crée une série de grosses bulles plus ou moins régulières. C'est pourquoi, dans un premier temps, nous sommes reliés au réservoir de sortie. Vient ensuite l'étape 2, consistant à envoyer un très long train de bulles vers l'entrée de la puce microfluidique afin que celui-ci s'y disperse pour se diriger ensuite vers la sortie du système. Cette dernière est aussi reliée à un autre pousse-seringue qui va réinjecter les bulles dans la puce mais en sens inverse lors de l'étape 3. Enfin, lors de l'étape 4, la mousse, dont f_g est fixé, peut ainsi être injectée dans la puce à un Ca dont nous décidons la valeur que nous voulons lui donner pour l'expérience en question. Dans cette expérience, les tubings sont extrêmement longs (3 m de tube pour chaque zone de stockage de bulles).

La figure 5.4 introduit plus en détails ce qu'il se passe lors de cet aller-retour. Un train de grosses bulles arrive à l'intérieur de la puce pour s'y fractionner une première fois à $Ca = 1,92 \cdot 10^{-4}$. En sortie, nous obtenons un système composé de petites bulles dont la distribution en taille reste encore polydispense. Ce n'est qu'au deuxième passage que nous parvenons à une distribution plus homogène. Ainsi, nous pouvons débuter l'expérience en la réinjectant.

5.2.3 Analyse d'images.

Dans cette partie, nous cherchons à comprendre les réductions de mobilité d'une mousse en écoulement dans un milieu poreux. À travers des observations vidéos, nous soupçonnons des hétérogénéités d'écoulement dans le milieu. C'est pourquoi nous réalisons un traitement par différence d'images grâce à un programme *Matlab*. Si nous nous centrons sur une image, celle-ci est composée d'un ensemble de pixels d'intensité $I(x, y, i)$, avec i , le numéro de l'image. Lors de la vidéo, nous observons des déplacements de bulles engendrant des changements d'intensité. Si le déplacement d'une bulle est faible ou nul, il n'y aura pas de variation. Pour détecter un déplacement entre deux images, nous évaluons

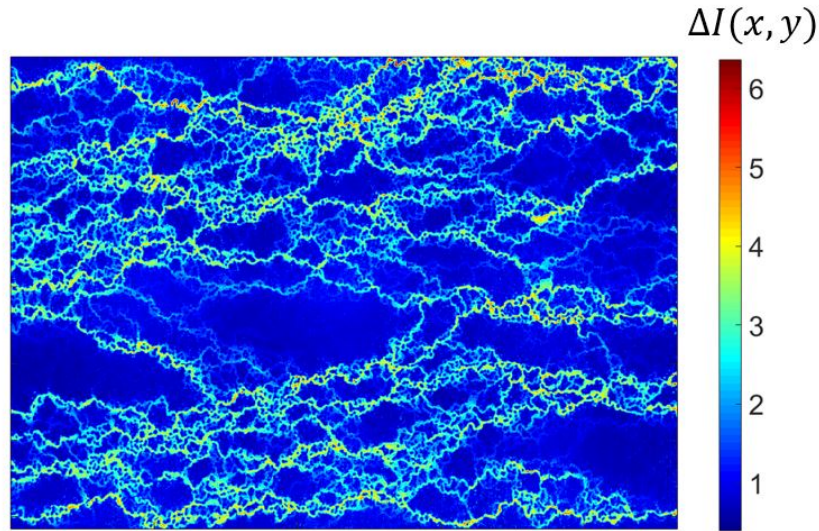


FIGURE 5.5 – Cartographie de la différence d'intensité $\Delta I(x, y)$ permettant de contraster les chemins préférentiels dans le milieu.

donc pour un pixel, $|I(x, y, i + 1) - I(x, y, i)|$. Nous pouvons ainsi faire l'opération sur toute la vidéo en moyennant sur toute une durée $\Delta I(x, y) = \langle |I(x, y, i + 1) - I(x, y, i)| \rangle$. Il en résulte alors une cartographie de même type que celle de la figure 5.5.

Pour ce genre de méthode, le déplacement d'une bulle entre deux images ne doit pas être trop faible pour pouvoir le détecter. Cependant, ce déplacement ne doit pas non plus être trop grand car d'une image à une autre, une bulle peut très bien prendre la place d'une autre et le traitement se fera comme si aucun mouvement n'avait eu lieu. La bulle ne doit donc pas avancer, d'une image à une autre, d'une distance supérieure au diamètre moyen l_p des pores. Pour caractériser le temps qui s'écoule entre deux images, nous avons la fréquence d'acquisition f , représentant le nombre d'images prises sur la vidéo par secondes. Ainsi, cette fréquence doit respecter la condition suivante :

$$f \geq \frac{U}{l_p}, \quad (5.6)$$

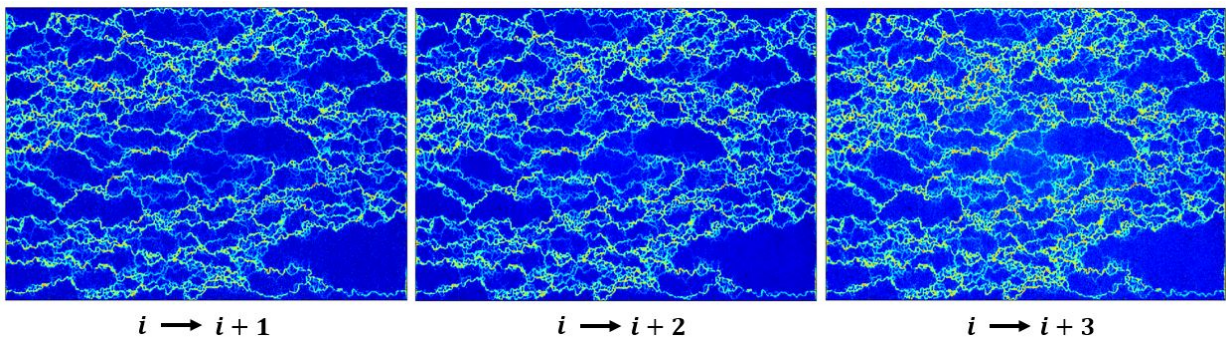
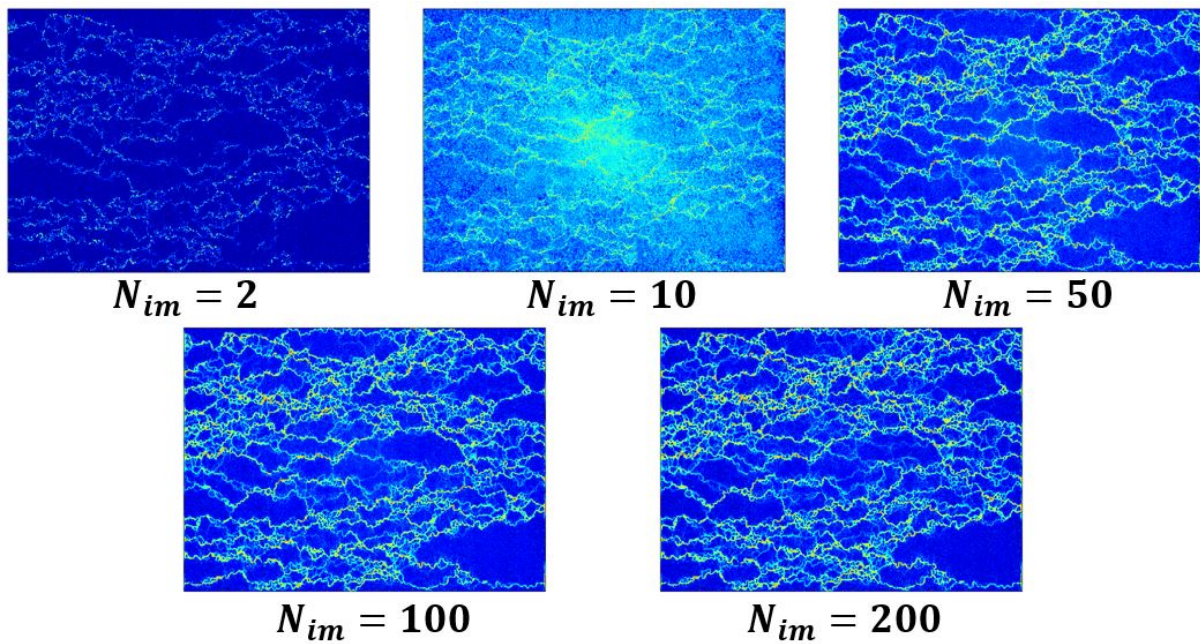
où

$$U = \frac{Q_T}{N_o l_p h} \quad (5.7)$$

est la vitesse caractéristique de l'écoulement.

Cette inégalité permet donc d'évaluer une fréquence d'acquisition minimum f_{min} à appliquer si nous voulons détecter un déplacement de manière correcte. Il faut cependant prendre en compte que l'écoulement d'une mousse n'est pas toujours homogène avec la présence de chemins préférentiels. Cela a pour effet d'augmenter localement les vitesses de bulle. C'est pourquoi nous avons choisi f supérieure à f_{min} . L'ensemble est rassemblé dans le tableau 5.1.

Q_T (en $\mu\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$)	100	200	400	600	800	1000
f (en s^{-1})	20	40	80	120	160	200

TABLE 5.1 – Table des différentes valeurs de f en fonction du débit d'injection Q_T .FIGURE 5.6 – Cartographie de l'intensité $\Delta I(x, y)$ pour plusieurs différences d'images.FIGURE 5.7 – Cartographie de l'intensité $\Delta I(x, y)$ pour des moyennes de différences d'images de i à $i + 1$, avec différents nombres d'images traitées N_{im} .

Nous avons néanmoins, cherché à vérifier que les résultats ne sont pas dépendant du choix de la fréquence d'acquisition. Pour cela, nous avons, comme le montre la figure 5.6, effectué les analyses pour des différences entre l'image i et $i + 1$, avec i , un entier. Puis nous avons fait de même entre les images i et $i + 2$ ainsi qu'entre les images i et $i + 3$. Nous faisons cette opération sur environ 200 à 300 images de la vidéo que nous moyennons pour former les cartographies. Comme le montrent les images de la figure 5.6, nous remarquons qu'il n'y a pas d'influence notable entre les trois analyses d'images, ce qui montre que notre analyse est relativement robuste.

Un autre effet que nous voulons voir est l'impact du nombre d'images traitées sur une vidéo. Effectivement, nous avons dit précédemment que nous faisons des séries de différences d'images sur une vidéo, que nous moyennons ensuite. Nous allons ici, faire des séries de différences d'images entre une image i et $i + 1$. Cette fois, pour une même vidéo, nous allons faire varier le nombre d'images, N_{im} , que nous allons moyenner lors du traitement. Comme le montre la figure 5.7, à partir d'une cinquantaine d'images, la cartographie est stable et ne dépend pas de la durée de la vidéo.

Enfin, nous avons, dans un dernier point, tester un traitement d'image pour $N_{im} = 200$, avec des différences d'images entre une image i et une image $i + 1$. Cependant, nous avons comparé ce qu'il pourrait se produire si, à la place de moyenner toutes les images de la vidéo, nous choisissons la cartographie des maximums d'intensité $\Delta I_m(x, y) = \max(|I(x, y, i + 1) - I(x, y, i)|)$ sur les 200 images. Les résultats sont représentés sur la figure 5.8 où nous remarquons qu'il n'y a pas d'effet notable. Nous constatons, dans les faits, que dans le cas du traitement avec le max, certains chemins peuvent mieux ressortir. Il s'agit de chemins où les bulles se déplacent moins fréquemment par rapport à d'autres chemins principaux. Etant donné que le max prend en compte la valeur maximale de déplacement qu'il y a eu pendant la durée de la vidéo, il est normal que certains chemins, où les bulles circulent peu ou de manière intermittente, ressortent mieux avec le maximum qu'avec la moyenne.

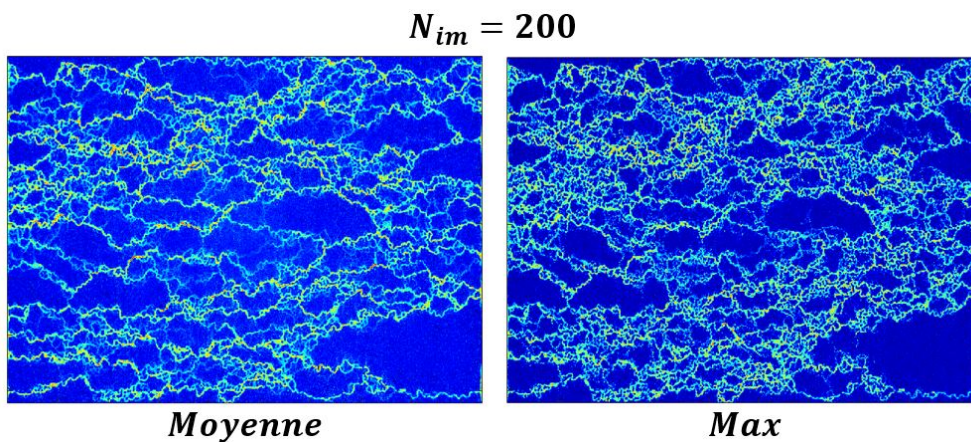


FIGURE 5.8 – Cartographie de l'intensité $\Delta I(x, y)$ et $\Delta I_m(x, y)$ pour des différences d'images de i à $i + 1$, avec un même nombre d'images traitées N_{im} , en faisant une moyenne ou en appliquant le maximum.

C'est pourquoi, après ces différentes constatations, l'analyse se fera par différence d'images entre i et $i + 1$ et que l'ensemble sera moyenné sur 200 images.

5.3 Résultats.

5.3.1 Etude de la réduction de mobilité.

Nous avons déjà étudié en début de chapitre l'écoulement d'un mélange d'eau et de tensio-actifs dans le modèle de milieu poreux. Nous avons vérifié expérimentalement que la différence de pression ΔP° , au sein de la puce microfluidique, varie linéairement avec le débit d'injection Q_T . Ces mesures vont nous servir de référence par la suite. En effet, l'idée est maintenant d'injecter une mousse de qualité f_g à un nombre capillaire Ca , lui-même lié à Q_T .

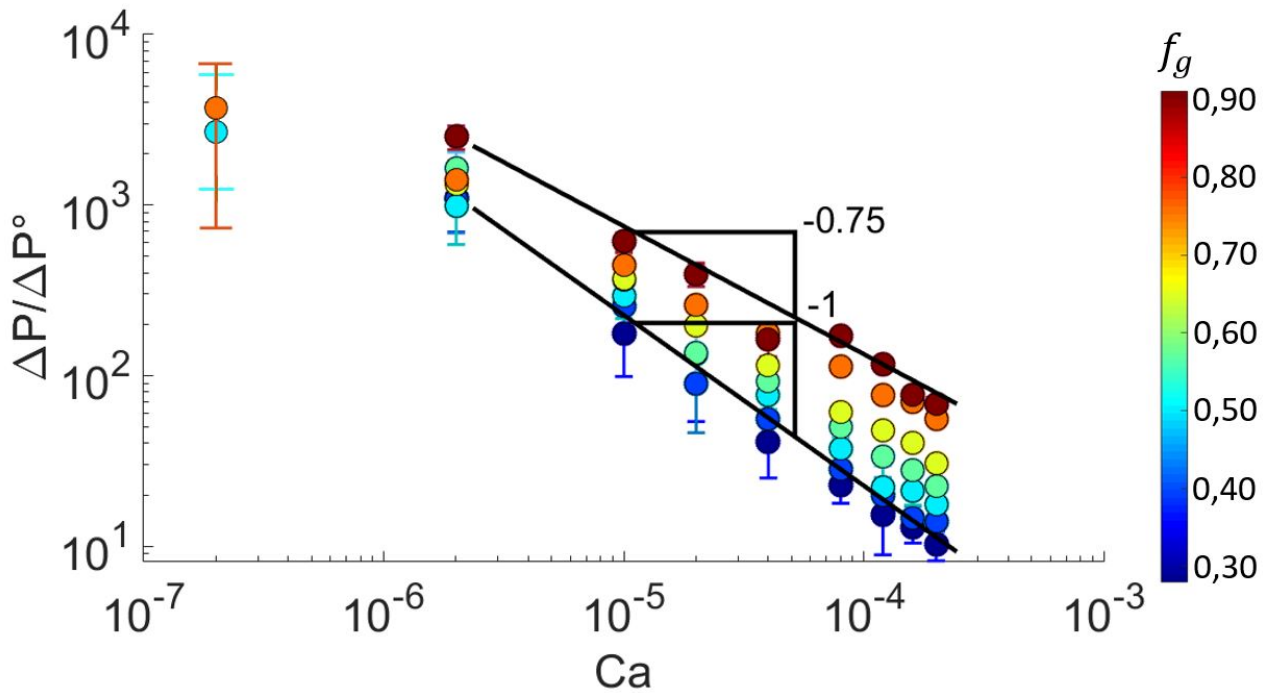


FIGURE 5.9 – Allure de la réduction de mobilité en fonction de Ca et de f_g .

Pour ces mêmes types d'expériences en présence de mousse, nous employons la méthode d'injection détaillée précédemment en choisissant la qualité f_g de la mousse et en l'injectant à Ca fixé. Après plusieurs séries de mesures, nous pouvons ainsi rassembler les données à travers le graphe représenté sur la figure 5.9. Nous pouvons ainsi y faire de nombreuses observations.

Dans un premier temps, nous remarquons que les pressions mesurées ΔP sont fortement supérieures à ce que nous mesurons pour de l'eau ΔP° à un même débit d'injection, évaluées à un facteur 3000 pour un $Ca \sim 10^{-7}$. Pour cette gamme de nombres capillaires, de grandes barres d'erreur sont à noter en raison d'une injection devenant problématique pour ces faibles Ca (début de rétention de bulles en entrée).

De plus, nous constatons que cette réduction de mobilité augmente avec la qualité f_g de la mousse. Des études avaient été menées par Osei-Bonsu et al en 2016 sur l'écoulement de mousses en cellule de Hele-Shaw [85]. Ils avaient constaté que la viscosité apparente de la mousse augmentait d'une valeur 15 fois plus importante que la viscosité de l'eau, pour $f_g = 0,80$, à 30 fois pour $f_g = 0,98$. Khatib et al avaient souligné la même chose mais pour un milieu poreux [81]. Ils avaient ajouté que l'augmentation de f_g engendrait une réduction de mobilité allant d'un facteur 1000 à 10^4 . Cette observation était d'autant plus prévisible si nous revenons sur les études faites au chapitre précédent, où chaque bulle génère un ΔP_b supplémentaire. Cela met en avant l'effet notable d'une géométrie de milieu poreux sur la réduction de mobilité si on compare au cas d'une cellule de Hele-Shaw.

Khatib et al constatent aussi qu'une augmentation du nombre capillaire Ca diminue la viscosité effective de la mousse dans le milieu, mettant en lumière un caractère rhéofluidifiant. Cela se confirme par nos mesures de réduction de mobilité diminuant fortement avec le nombre capillaire. Si nous cherchons à décrire par une loi de puissance, nous trouvons Ca^{-1} pour une qualité de mousse $f_g = 0,30$ et en $Ca^{-0,75}$ pour $f_g = 0,90$. Ces observations amènent à conclure qu'en-dessous de $f_g = 0,50$, ΔP demeure à peu près constant en fonction de Ca . Cette remarque souligne une rhéofluidification de la mousse dans le milieu.

5.3.2 Chemins préférentiels.

Dans ce paragraphe, nous allons étudier le transport de la mousse au sein de la puce microfluidique à partir des images vidéos. Ces observations se feront en faisant varier simultanément le nombre capillaire d'injection Ca et le débit relatif de gaz f_g de manière indépendante. A partir d'analyses d'images, faites de la même manière que dans le paragraphe consacré à cette technique, nous contrastons les chemins dans lesquels les bulles circulent le plus dans le milieu poreux, comme le décrit la figure 5.10. Ainsi, nous dressons la cartographie des chemins parcourus par la mousse et ce, en fonction des deux paramètres Ca et f_g , que nous avons fait varier systématiquement comme le montre la figure 5.11. Une étude détaillée de cette cartographie est proposée dans le paragraphe suivant.

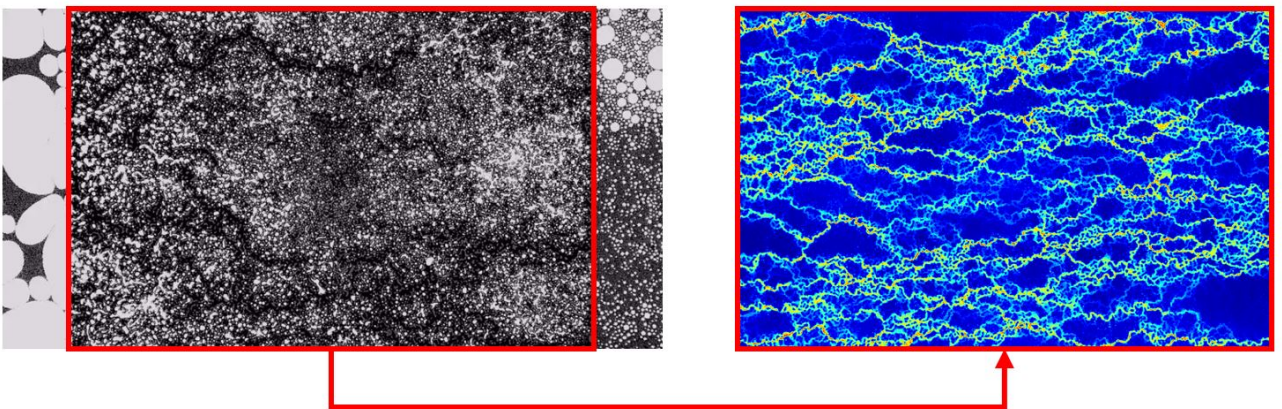


FIGURE 5.10 – Traitement de vidéo en faisant des différences d'images. Les zones de déplacement se font dans les endroits où l'intensité est la plus importante sur l'image traitée.

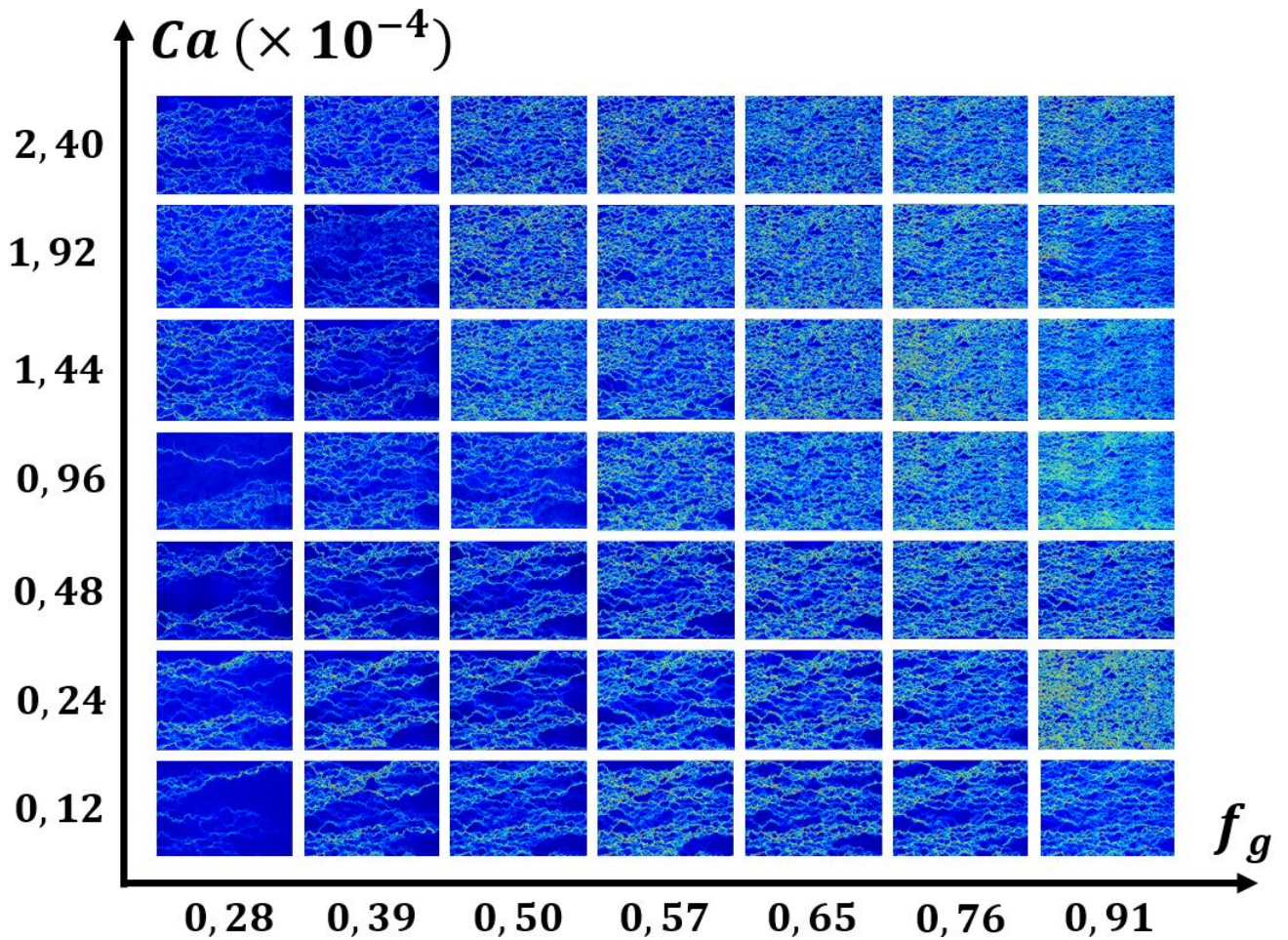


FIGURE 5.11 – Cartographie des chemins préférentiels pour différentes gammes de Ca et de f_g .

En observant la figure 5.12 en haut, nous remarquons tout d'abord que dans le domaine de bas f_g et faible Ca , il n'existe que quelques chemins parcourus où l'écoulement se concentre dans ces zones, alors que le reste des bulles est immobile. Cependant, un déblocage de chemins survient lorsque que nous augmentons progressivement Ca . Ce genre de situation est similaire à ce que nous avons vu dans le chapitre 2 ainsi que les constatations de Virginie Hourtané lors de ses expériences sur des petites boucles [114]. En effet, il se trouve qu'à faible Ca , un train de bulles pouvait subir certains blocages liés à des effets de pression capillaire [152]. En revanche, à haut Ca , il se trouve que l'ensemble des chemins était parcourus car la différence de pression appliquée aux bulles est suffisamment importante pour franchir une valeur plus élevée que la pression capillaire et ainsi se déformer. Géraud et al ont observé en 2015 ce genre d'effet dans un autre système microfluidique contenant des pores à différentes tailles de constriction. Il se trouve que les chemins préférentiels sont plus avantageés dans les grandes constriction contrairement aux endroits plus étroits [13] [104] [82].

Pour une gamme de faibles Ca , nous remarquons à faible qualité de mousse f_g , seulement quelques chemins sont parcourus. En revanche, comme l'illustre la figure 5.12 en bas, une augmentation de f_g engendre une multiplication du nombre de chemins où les

bulles circulent. Nous obtenons alors un écoulement de plus en plus homogène au sein du milieu.

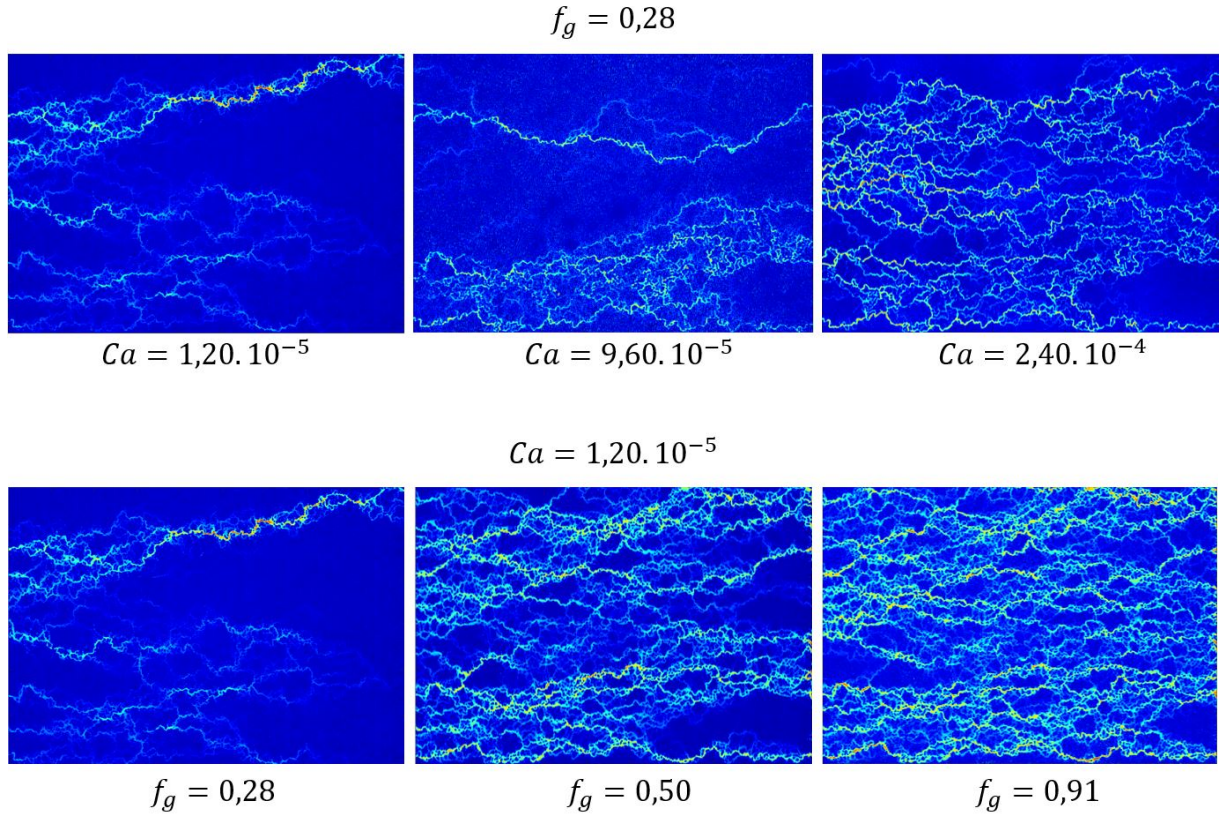


FIGURE 5.12 – En haut : Evolution, à faible qualité de mousse f_g , de la cartographie des chemins préférentiels en augmentant Ca . En bas : Evolution, à faible Ca , de la cartographie des chemins préférentiels en augmentant f_g .

Comme nous venons de le voir, sur N_o canaux présent dans le milieu poreux, il existe N canaux où les bulles peuvent s'écouler. Cet effet ayant des répercussions sur le nombre capillaire local Ca_{loc} dans chaque canal, il est intéressant de faire une mesure quantitative de N/N_o . Cette grandeur est évaluée sur chaque cartographie, en comptant le nombre de chemins où $\Delta I(x, y)$ prend les valeurs les plus significatives. Les valeurs de N/N_o sont alors répertoriées sur le graphe de la figure 5.13. Nous observons que pour $f_g < 0,50$, $\frac{N}{N_o} \sim 20\%$ alors que pour $f_g > 0,50$, $\frac{N}{N_o} \sim 80\%$. Dans le premier cas, nous observons une hétérogénéité de l'écoulement avec des zones humides où les bulles vont s'écouler alors que d'autres zones vont être asséchées et totalement bloquées. Dans le second cas, l'écoulement est plus homogène en terme d'écoulement mais aussi en terme de répartition des phases liquide et gazeuse au sein du milieu. Arrivé à de haut f_g , nous faisons même le constat que tous les chemins sont parcourus quelle que soit la valeur de Ca . Ce résultat est intéressant car il souligne que dans une optique de rendement en récupération assistée du pétrole dans un milieu poreux, le débit d'injection n'a pas d'importance sur l'homogénéité à haut f_g . Rappelons qu'en récupération assistée du pétrole, $Ca \sim 10^{-7} - 10^{-6}$.

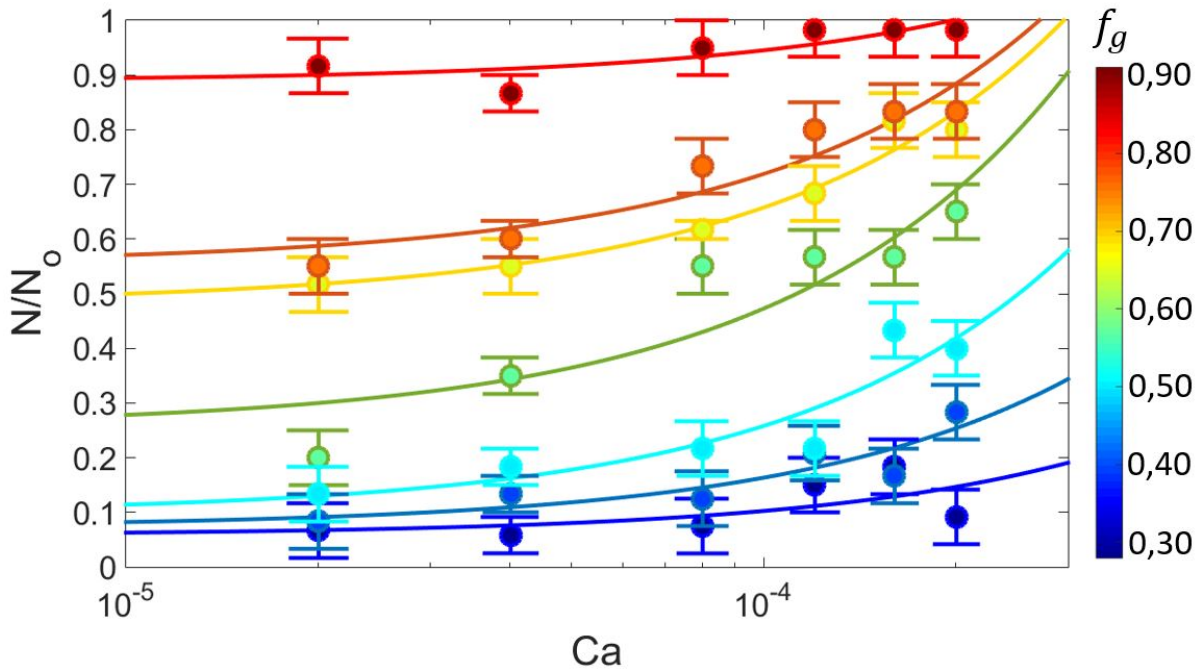


FIGURE 5.13 – Graphe du pourcentage de chemins débloqués en fonction de Ca et f_g avec, en trait plein, les étalonnages pour chaque qualité f_g par les courbes d'équation $N/N_o = ACa + B$.

Au cours des expériences réalisées, nous avons noté une influence de la géométrie du système sur les chemins préférentiels. En effet, comme le fait remarquer la figure 5.14, où sont réunies quatre cartographies, il existe des endroits dans le milieu poreux où des chemins sont localisés de manière récurrente. Si nous nous centrons sur le haut de chaque cartographie, nous remarquons la présence d'un même chemin où, lorsque Ca ou f_g vont augmenter, d'autres chemins vont apparaître au voisinage. Nous pouvons interpréter cela comme des pores dont la section moyenne est la plus importante, favorisant l'écoulement dans les gammes de Ca et de f_g les plus faibles. Une augmentation de ces deux paramètres favorise l'apparition d'autres chemins dans les alentours de ces zones principales d'écoulement.

Dans ces analyses de chemins préférentiels, quelques remarques peuvent être faites. Dans un premier temps, dans le cas de faibles qualités de mousse f_g , il se trouve que des fluctuations au niveau de l'injection sont alors observées. En effet, comme le montre les photos de la figure 5.15, il se trouve, dans le cas d'une qualité $f_g = 0,28$, que l'injection n'est pas homogène. Sur la photo, en haut de la figure 5.15, nous observons qu'une qualité supérieure à 0,28 entre dans le système alors que sur la photo du bas, il s'agit d'une qualité inférieure à 0,28 qui s'introduit dans le milieu poreux. Par conséquent, le nombre de chemins N est amené à varier d'une valeur max, pour le passage de la mousse à $f_g > 0,28$, à une valeur min, pour $f_g < 0,28$. Dans ce cas, nous prenons la moyenne de ces deux valeurs. Pour des qualités plus importantes, le problème d'injection ne se pose plus.

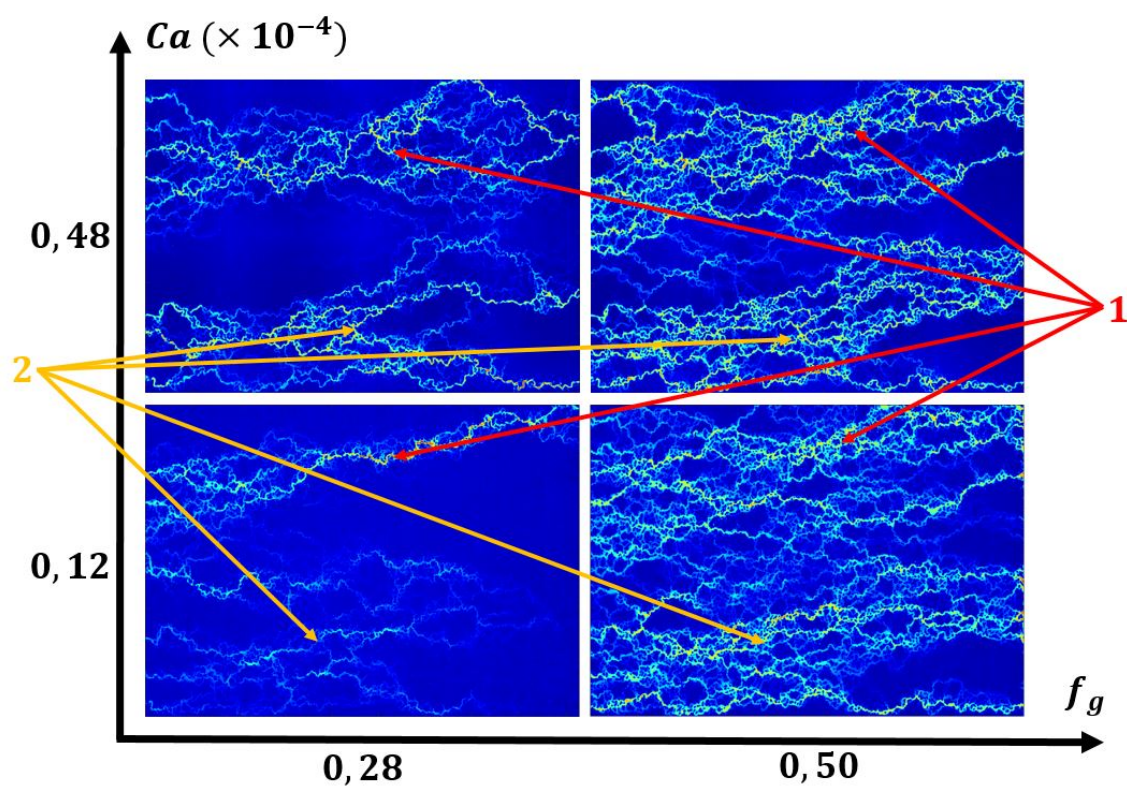


FIGURE 5.14 – Cartographie de chemins préférentiels avec la trace de chemins identiques d’une expérience à une autre.

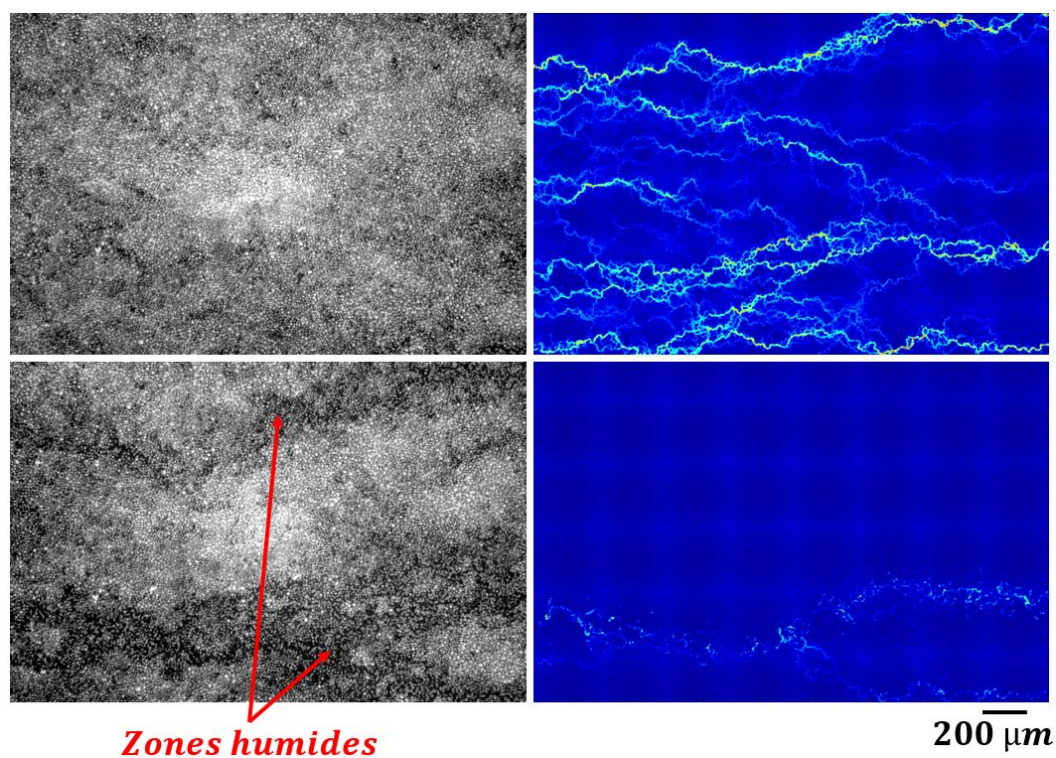


FIGURE 5.15 – En haut : Photo du passage d’une mousse, avec $f_g = 0,28$, où tous les canaux sont remplis de bulles. En bas : Photo d’une mousse, avec $f_g = 0,28$, où certains canaux sont dilués en bulles par rapport à d’autres.

5.4 Discussion

5.4.1 Modélisation.

Dans les sections précédentes, nous avons mis en évidence la réduction de mobilité importante au sein du milieu, signature de l'écoulement de la mousse à l'intérieur d'un milieu poreux. De plus, nous avons imagé les écoulements de ces mousses dans le milieu. Cela a permis de mettre en lumière que cet écoulement est susceptible d'être plus ou moins homogène suivant les paramètres Ca et f_g choisis. Dans cette partie, nous nous proposons d'utiliser les résultats obtenus sur les écoulements de trains de bulles dans des canaux droits vus dans le chapitre 4. En associant ces travaux avec les observations de chemins préférentiels du paragraphe précédent, nous allons chercher à comprendre les valeurs de réduction de mobilité de mousse, dans un milieu poreux, constatées dans ce chapitre. L'étude ne sera pas étendue à $Ca < 10^{-5}$ en raison des chemins préférentiels difficiles à évaluer de manière exacte pour cause de début de rétention de bulles en entrée du milieu poreux.

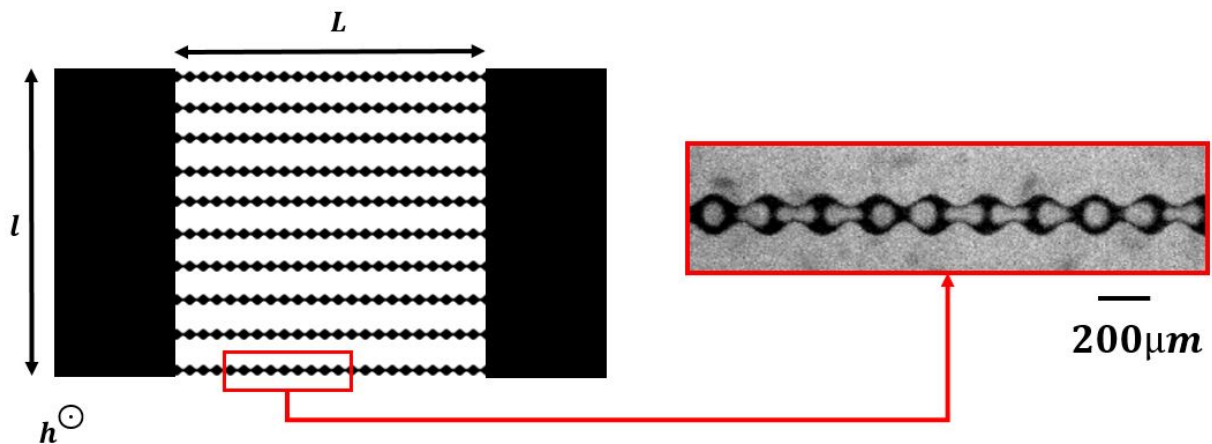


FIGURE 5.16 – Modèle théorique du milieu poreux comme une série de N_o canaux en parallèles.

Nous proposons de modéliser le milieu poreux par N_o canaux parallèles de section variable comme sur la figure 5.16. L'étude menée au chapitre 4 a permis de montrer que la différence de pression ΔP_b associée à l'écoulement d'une bulle dans un canal peut être associée au nombre capillaire dans ce canal, que nous appelons Ca_{loc} . Il existe alors, suivant la valeur de Ca_{loc} , deux différents régimes nommés respectivement *régime Seuil* et *régime Bretherton*. La transition entre ces deux cas de figure s'effectue à un nombre capillaire critique $Ca_c = 10^{-4}$. Ainsi, pour une bulle, nous pouvons écrire, pour un rayon $r = l_p/2$, les relations suivantes :

* Régime seuil ($Ca_{loc} < Ca_c$) :

$$\Delta P_b = 0,30 \frac{\gamma}{l_p} \quad (5.8)$$

* Régime Bretherton ($Ca_{loc} > Ca_c$) :

$$\Delta P_b = 70 \frac{\gamma}{l_p} Ca_{loc}^{2/3} \quad (5.9)$$

Pour décrire la différence de pression régnant à l'intérieur de tout le milieu poreux, nous pouvons l'écrire comme la différence de pression générée dans un seul canal ΔP_{th} , égale dans les autres canaux. Ainsi, de la même manière que dans le chapitre 4, il nous faut écrire cette grandeur comme la somme des ΔP_b générés par chacune des bulles à laquelle nous ajoutons la pression ΔP^o due à l'écoulement de l'eau entre les bulles, en faisant l'hypothèse que la qualité f_g de la mousse est égale à la fraction volumique en gaz dans le système :

$$\Delta P_{th} = n\Delta P_b + (1 - f_g)\Delta P^o, \quad (5.10)$$

où ΔP_b , la contribution apportée par chacune des bulles et ΔP^o , celle apportée par l'eau. Il nous faut ensuite expliciter le nombre de bulles n dans un canal. Pour cela, il nous faut considérer que, le long d'un canal de longueur L , se répète n motifs bulle/ménisque d'eau de volume respectif Ω_b et Ω_e . Cela conduit à un volume de canal $\Omega_p = n(\Omega_b + \Omega_e)$. Le débit fractionné en gaz f_g étant égal à sa fraction volumique, cela nous permet d'écrire :

$$n = \frac{\Omega_p}{\Omega_b} f_g \quad (5.11)$$

Si nous décrivons un canal comme un parallélépipède de longueur L , de largeur l_p et de hauteur h , alors $\Omega_p = Ll_ph$. De même, si chaque bulle a pour longueur $l_B = 155\mu\text{m}$ avec un diamètre de pore $l_p = 200\mu\text{m}$, dans ce cas, nous pouvons les considérer comme sphériques et écrire $\Omega_b = 4\pi r_B^3/3$, avec $r_B \sim l_p/2$, alors :

$$n = \frac{6 hL}{\pi l_p^2} f_g, \quad (5.12)$$

nous amenant à l'expression finale de ΔP_{th} qui s'écrit sous la forme :

$$\Delta P_{th} = \frac{6 hL}{\pi l_p^2} f_g \Delta P_b + (1 - f_g)\Delta P^o \quad (5.13)$$

Nous avons vu, dans le paragraphe sur les chemins préférentiels, qu'il pouvait y avoir certaines zones de blocage et que la totalité des chemins n'était pas toujours parcourue. Ainsi, sur les N_o chemins, N sont parcourus par les bulles. De ce fait, il en résulte que la vitesse des bulles n'est pas uniforme dans tout le milieu :

$$\frac{Ca_{loc}}{Ca} = \frac{N_o}{N} \quad (5.14)$$

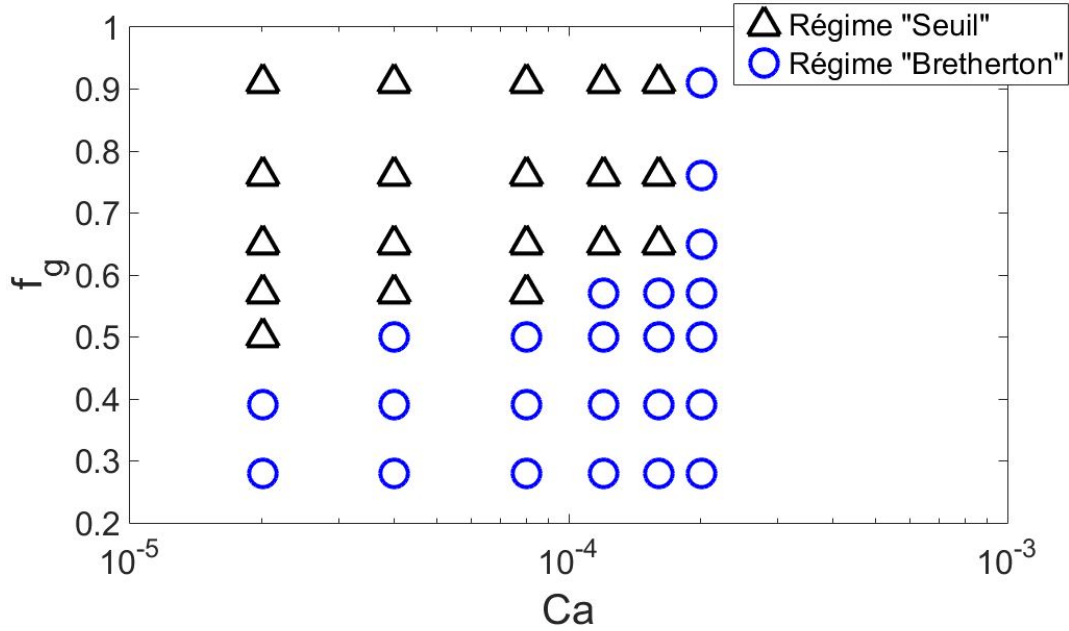


FIGURE 5.17 – Diagramme des régimes *Seuil* et *Bretherton* en fonction du nombre capillaire Ca et de la qualité de la mousse f_g .

Cette relation permet alors d'évaluer Ca_{loc} à partir du nombre capillaire d'injection Ca que nous connaissons et d'avoir une estimation complète de ΔP_{th} au sein du tableau 5.2. De plus, il est alors possible de savoir à l'échelle d'un seul canal si Ca_{loc} est supérieur ou inférieur à $Ca_c = 10^{-4}$. Connaissant N/N_o grâce au mesure sur la figure 5.13, il est donc possible, à travers le diagramme de la figure 5.17, de savoir si nous sommes dans le régime *Seuil* ou *Bretherton* suivant les valeurs de f_g et Ca .

Nous cherchons ensuite à comparer l'allure que peut avoir ΔP_{th} en fonction de f_g et Ca . Pour cela, nous connaissons les expressions de ΔP^o en fonction de Ca , ainsi que les expressions de ΔP_b . Cela nous permet d'évaluer la valeur des ΔP_{th} par l'intermédiaire de l'équation (5.15). Pour avoir les différentes valeurs de ΔP_b dans le régime *Bretherton*,

$$\Delta P_{th} = \frac{6}{\pi} \frac{hL}{l_p^2} f_g \Delta P_b + (1 - f_g) \Delta P^o \quad (5.15)$$

- Pour $Ca < Ca_c$:

$$\Delta P_b = 0,30 \frac{\gamma}{l_p} \quad (5.16)$$

- Pour $Ca > Ca_c$:

$$\Delta P_b = 70 \frac{\gamma}{l_p} \left(\frac{N}{N_o} \right)^{-2/3} Ca^{2/3} \quad (5.17)$$

TABLE 5.2 – Récapitulatif de l'expression de ΔP_{th} .

il nous faut cependant connaître une loi capable de donner une estimation de N/N_o en fonction de f_g et Ca . Nous écrivons N/N_o sous la forme :

$$\frac{N}{N_o} = ACa + B, \quad (5.18)$$

où A et B sont des coefficients à déterminer. Nous nous aidons dans ce cas du graphe situé sur la figure 5.13, où nous faisons des régressions linéaires. Ainsi, nous pouvons estimer les valeurs des coefficients A et B en fonction des valeurs de f_g et Ca .

Sur la figure 5.18, les points expérimentaux que nous avons mesuré ainsi que l'allure de la pression théorique ΔP_{th} attendue où ce dernier vaut le maximum des valeurs de pression des régimes *Seuil* et *Bretherton*. Nous nous apercevons alors que les courbes théoriques et les points expérimentaux suivent la même pente en fonction du nombre capillaire Ca . Nous observons alors que pour des qualités de mousse $f_g < 0,50$, les mesures de pressions expérimentales et théoriques sont proches. En revanche, cela n'est plus le cas pour des plus hautes qualités.

Pour avoir une meilleure estimation de l'écart entre les valeurs expérimentales et théoriques de différences de pression, nous traçons, sur la figure 5.19, les valeurs de $\Delta P/\Delta P_{th}$ en fonction de Ca et de f_g , suivant Ca inférieur ou supérieur à Ca_c . Comme le souligne le graphe, les résultats ne sont pas satisfaisant car la majorité des valeurs de $\Delta P/\Delta P_{th}$ est supérieure à 1.

5.4.2 Phénomène de filtration.

Nous venons de constater, dans le paragraphe précédent, que le modèle théorique prévoyant l'évolution de la différence de pression ΔP_{th} , induite par un écoulement de mousse, à différents nombres capillaires d'injection Ca et qualité de mousse f_g sous estime la pression mesurée. Nous allons donc essayer de comprendre la raison de cet écart à travers une révision du modèle, qui suppose que le débit fractionné en gaz f_g équivaut à la fraction volumique en gaz dans le milieu.

Dans les $N_o - N$ chemins bloqués, la vitesse des bulles est nulle. Cependant, la vitesse de la phase liquide n'est pas nulle. En effet, celle-ci peut aussi s'écouler à travers les films de coins représentés sur la figure 5.20, comme nous l'avons évoqué dans le chapitre 4. Il faut donc prendre en compte, dans l'expression du débit fractionné en gaz f_g dans les N chemins, qu'une partie du débit d'eau Q_e injecté va dans les $N - N_o$ chemins bloqués. Cela va induire une augmentation du débit relatif de gaz dans les N canaux qui coulent. Nous appelons Q_{e2} , le débit d'eau moyen dans un des canaux bloqués. La qualité de la mousse f_{g1} , dans les canaux qui coulent, s'écrit :

$$f_{g1} = \frac{Q_g}{Q_g + Q_e - (N_o - N)Q_{e2}}, \quad (5.19)$$

permettant d'exprimer $\beta = f_{g1}/f_g$:

$$\beta = \frac{1}{1 - (1 - f_g)(N_o - N)Q_{e2}/Q_e} \quad (5.20)$$

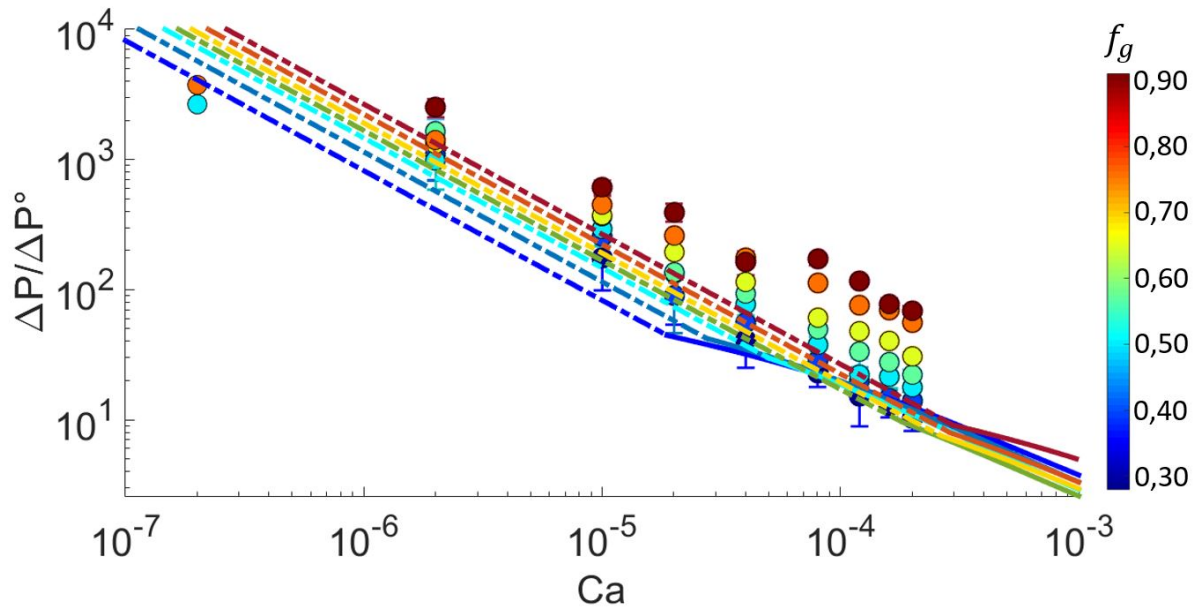


FIGURE 5.18 – Graphe des mesures expérimentales de $\Delta P / \Delta P^\circ$ en fonction de Ca et f_g avec le régime *Seuil* en pointillé et le régime *Bretherton* en trait plein.

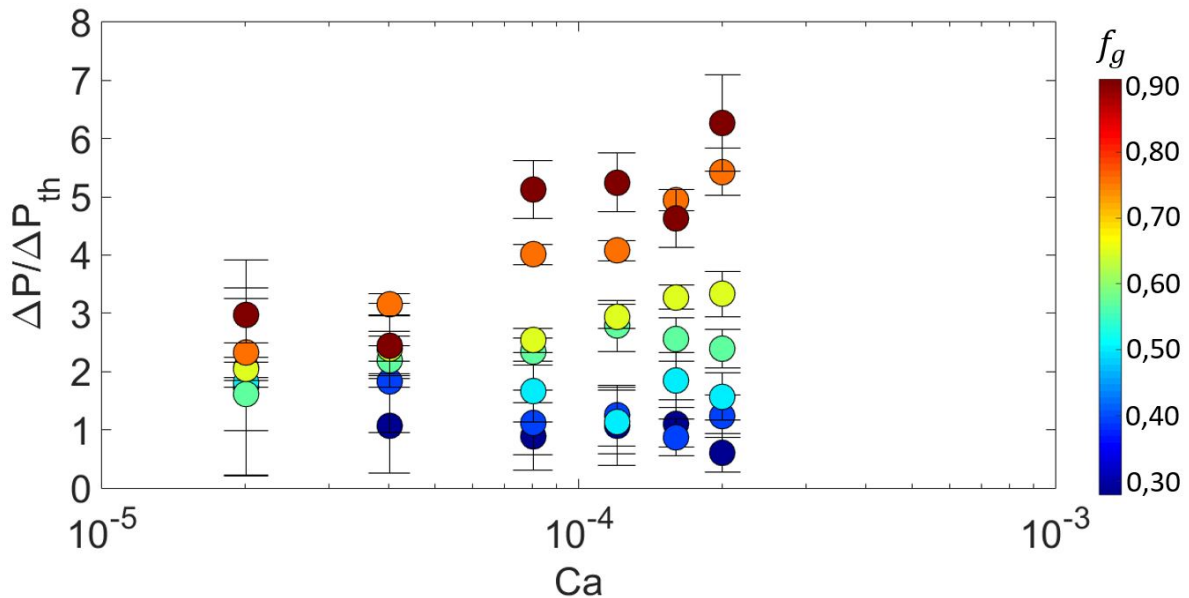


FIGURE 5.19 – Représentation du rapport entre les mesures de pressions expérimentales ΔP aux extrémités de la puce lors de l'écoulement de mousses et les pressions ΔP_{th} prévues par les modèles théoriques pour $Ca > Ca_c$ et $Ca < Ca_c$.

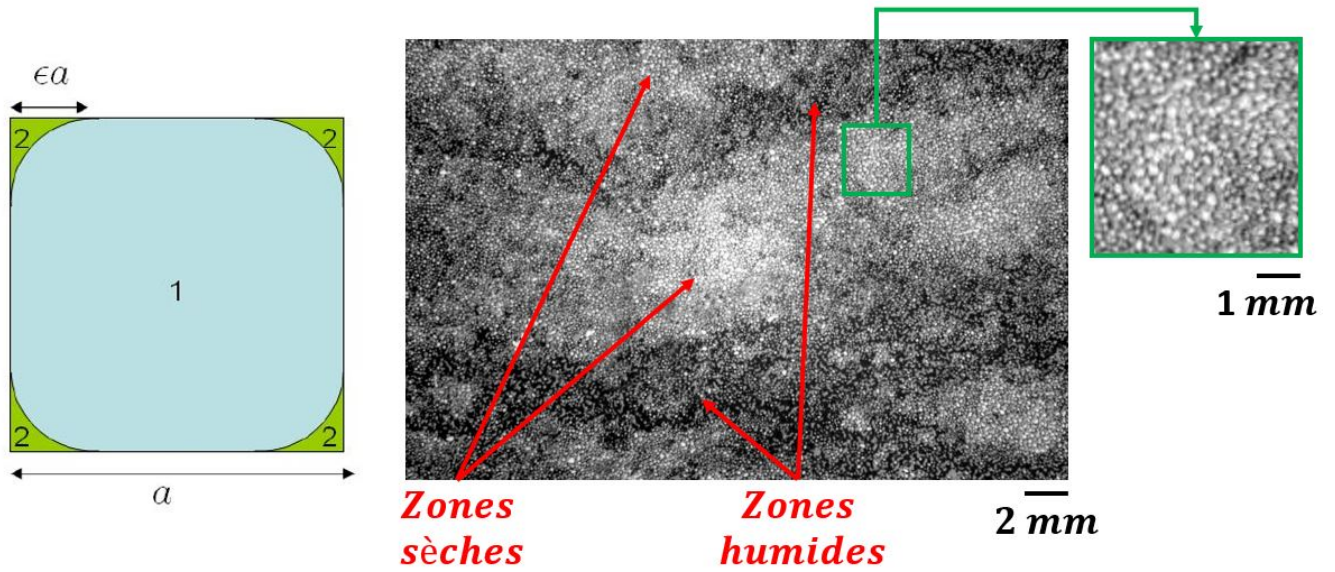


FIGURE 5.20 – A gauche : Schéma de films de coin dans une section de canal avec l’air en indice (1) et l’eau en indice (2) [149]. A droite : Photo d’une mousse dans un milieu poreux avec zone bloquée, sèche, et zone humide où a lieu le déblocage pour $Ca = 2,4 \cdot 10^{-5}$ et $f_g = 0,28$.

Maintenant que nous avons identifié le coefficients β jouant une importance dans ce problème, il nous faut maintenant le quantifier. Pour cela, nous pouvons décrire le milieu poreux comme deux canaux en parallèles représentant les N canaux débloqués pour le premier et les $N_o - N$ chemins bloqués pour le second. Il en découle qu’à chacun de ces deux canaux sont associées des différences de pression ΔP . L’expression est connue pour les N chemins, à travers l’équation (5.15). Pour ce qui est de la différence de pression pour les $N - N_o$ chemins, elle est associée au débit Q_{e2} par l’expression :

$$\Delta P = R_{h2} Q_{e2}, \quad (5.21)$$

où R_{h2} est la résistance hydraulique associée à la taille des films de coins que nous évaluons de la même manière que Lingguo Du [149] comme dans le chapitre 4, avec $\epsilon = 0,25$. Ainsi, si nous écrivons que ΔP doit être le même dans les chemins bloqués et débloqués, la résolution de cette équation offre comme solution une valeur de Q_{e2} à une qualité de mousse f_g et un nombre capillaire d’injection Ca donné. Cela nous permet, par conséquent, de remonter à une valeur de β . L’ensemble des valeurs est alors rassemblé sur la figure 5.21.

Comme nous pouvons le voir sur la figure 5.21, pour des gammes de nombres capillaires $Ca \sim 10^{-5} - 10^{-4}$, la qualité f_{g1} , injectée dans les endroits où les bulles circulent, peut avoir une valeur bien plus importante par rapport à la qualité de mousse de départ f_g , allant jusqu’à un facteur 2. Nous pouvons cependant garder un regard critique sur ces résultats car il se trouve que les calculs ont été faits dans un cas où la taille des films de coins est estimée pour $\epsilon = 0,25$. Or, rien ne nous dit que cette valeur n’a pas été surévaluée. En effet, une diminution de ce coefficient aurait pour conséquence de diminuer, pour les mêmes gammes de Ca et f_g , la valeur du coefficient β , due à une augmentation

de la résistance hydraulique R_{h2} . Des observations confirment cette hypothèse à travers des images de zones bloquées asséchées représentées sur la figure 5.20. Cette dernière remarque peut avoir comme effet d'avoir un $\epsilon < 0,25$.

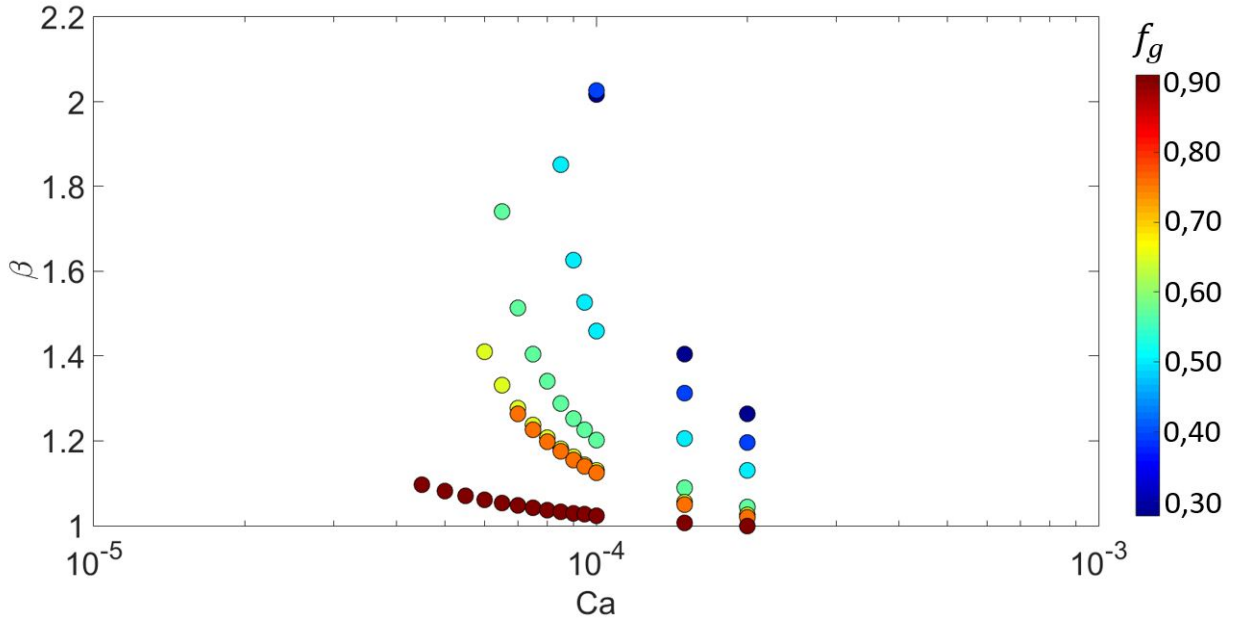


FIGURE 5.21 – Allure du coefficient $\beta = f_{g1}/f_g$ en fonction du nombre capillaire d'injection Ca .

5.4.3 Evaluation des chemins préférentiels.

Un autre point discutable dans notre manière d'évaluer la pression théorique ΔP_{th} est la manière dont nous évaluons les chemins. Cela est en effet à prendre en compte dans l'évaluation du terme ΔP_b intervenant dans l'expression théorique. Si nous regardons les images de la figure 5.22, celle-ci représente différentes images de cartographie de chemins préférentiels pour une qualité de mousse injectée $f_g = 0,50$ et un nombre capillaire $Ca = 2,4 \cdot 10^{-5}$. En haut de cette figure se trouve l'image de la cartographie de l'écoulement dans une partie du milieu. Celle-ci a été faite par différence d'images entre image i et $i + 1$, le tout moyenné sur 200 images comme nous l'avons décrit dans le paragraphe sur le traitement d'image. Cependant, nous observons visuellement que cette cartographie peut être trompeuse pour ce qui est de l'évaluation du nombre de chemins. En effet, il se trouve que dans de faibles gammes de nombres capillaires d'injection Ca , deux chemins en parallèles peuvent circuler avec des alternances. Comme nous pouvons en avoir la confirmation sur la figure 5.22 en bas, une différence entre deux images, à deux moments de la vidéo a été faite. Nous pouvons alors y voir apparaître deux fois moins de chemins préférentiels par rapport à la moyenne sur 200 images. Nous remarquons sur les deux images en bas de la figure 5.22 que les chemins ne se situent pas nécessairement au mêmes endroits à deux temps différents de la vidéo. Cet effet est aussi remarqué jusqu'à des qualités de mousse $f_g = 0,91$. En revanche, pour des nombres capillaires $Ca = 2,4 \cdot 10^{-4}$, nous ne remarquons plus ces alternances de chemins. Néanmoins, nous observons que les vitesses de bulles, dans des canaux en parallèles, peuvent être différentes, faute d'observer

des alternances de déplacements. Cela rappelle la signature d'un régime *Seuil*, rencontré dans le chapitre 4, où les bulles circulent avec des intermittences pour un nombre capillaire local en-dessous de 10^{-4} . En revanche, ce phénomène ne se produit plus au-dessus de cette valeur critique.

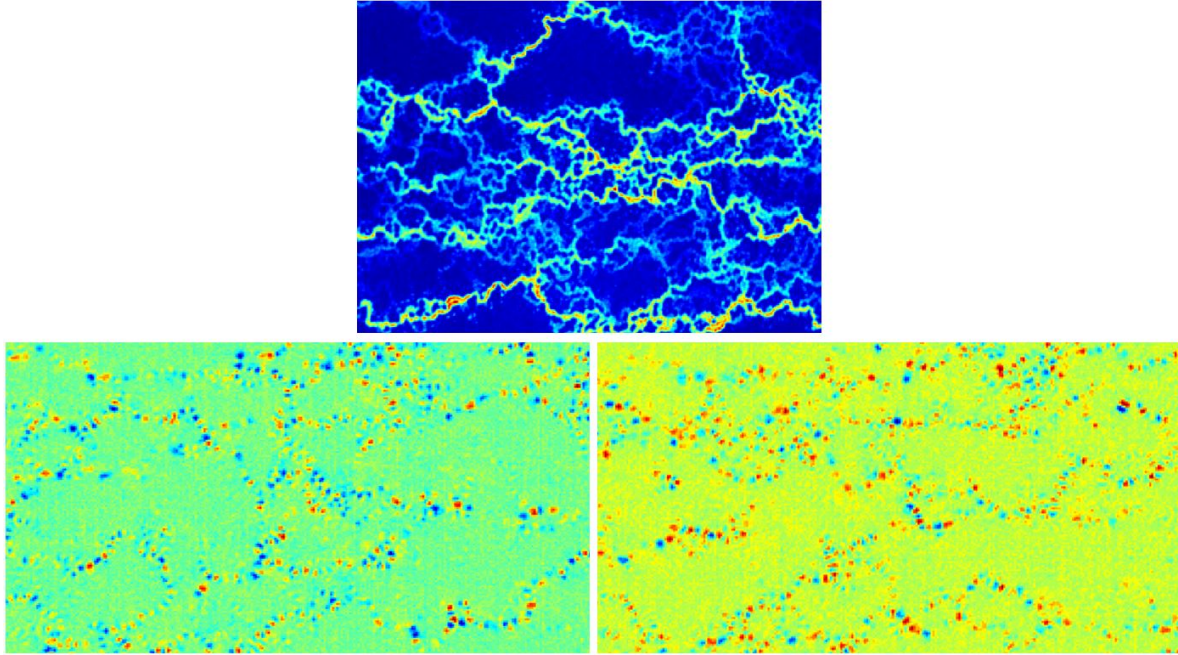


FIGURE 5.22 – En haut : Image d'une cartographie faite par différence d'images entre i et $i + 1$, moyennée sur 200 images, pour une qualité de mousse $f_g = 0,50$ et $Ca = 2,4 \cdot 10^{-5}$. En bas : Image au même endroit du système de la cartographie pour une seule différence d'image entre i et $i + 1$ à deux instants de la même vidéo.

En prenant en compte cet effet, il faut estimer un autre nombre de chemins préférentiels, que nous appelons N' , et ainsi voir les conséquences que cela induit sur la pression mesurée. Si nous estimons $N' \sim N/2$ et que nous négligeons le terme ΔP^o de l'équation (5.15), ce qui est légitime pour des hauts f_g , alors la différence de pression ΔP_{th} augmente d'un facteur 1,60.

Si nous faisons un récapitulatif de ce qu'il vient d'être dit dans ces deux dernières sous parties, deux facteurs de correction peuvent éventuellement être envisagés. Le premier sur la qualité de la mousse f_g dû à des effets de drainage. Le deuxième sur l'estimation des chemins préférentiels. Si nous regardons pour des écoulements de mousses de forte qualité f_g , il nous faut alors ajouter un facteur de correction $1,10 \times 1,60 = 1,76$. Nous sommes encore loin du facteur 3 à 6 qu'il nous manque pour raccorder la théorie et l'expérimentale. Il faut ajouter à cela que nous travaillons dans l'hypothèse de champ moyen. En réalité, il est probable que les vitesses de bulles soient plus ou moins élevées, à cause de l'hétérogénéité du milieu, par rapport aux estimations.

5.4.4 Influence de la géométrie.

Dans ce paragraphe, nous allons nous intéresser à l'impact de la géométrie du système sur l'écoulement de la mousse. Pour cela, nous avons fait des expériences comparatives dans deux géométries différentes. La première est celle que nous avons étudié pendant tout le chapitre, avec un diamètre de pore moyen $l_p \sim 200 \mu\text{m}$, une distance moyenne entre les crevasses $\Lambda = 400 \mu\text{m}$ et une hauteur h de $180 \mu\text{m}$. Nous appelons cette géométrie, la géométrie *petits pores*. La deuxième géométrie est un milieu poreux hétérogène de même type, avec une largeur moyenne de canaux $l_p \sim 300 \mu\text{m}$, une distance entre crevasses $\Lambda = 600 \mu\text{m}$ et une hauteur h de $215 \mu\text{m}$. C'est la géométrie *grands pores*.

Dans ces deux milieux, nous y avons injecté une mousse préformée, dont le débit relatif de gaz $f_g = 0,76$. Nous avons alors, par différence d'images, dresser la cartographie des chemins préférentiels comme le montre la figure 5.23. Nous remarquons, dans ce cas, que le changement de géométrie grands pores/petits pores n'a visiblement pas d'influence sur le nombre de chemins parcourus par la mousse. En effet, pour le début de la gamme de nombre capillaire à 10^{-5} , nous remarquons que le pourcentage de chemins parcourus est de 55% pour les petits pores contre 45% pour les grands pores. En fin de gamme à 10^{-5} , nous mesurons un pourcentage de chemins de 65% pour les petits pores contre 77% pour les grands pores. Enfin, pour $Ca \sim 10^{-4}$, nous avons 80% pour les petits pores et 85% dans la géométrie au grands pores. Ces arguments laissent penser que la géométrie, du moins la taille des canaux, semblent ne pas avoir d'effet sur le nombre de chemins préférentiels.

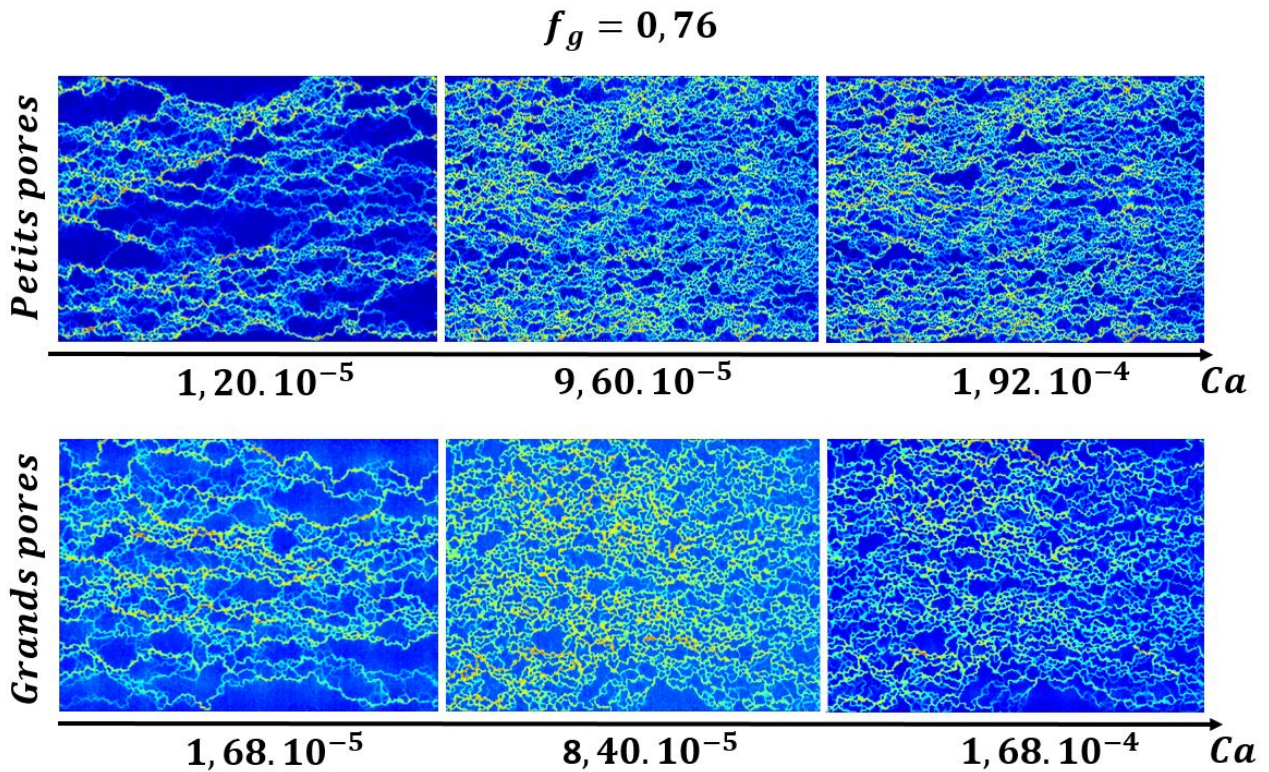


FIGURE 5.23 – Comparaison des cartographies de chemins préférentiels, à des nombres capillaires Ca voisins, pour des écoulements dans des géométries à grands pores et à petits pores.

Il est à noter que pour la géométrie *grands pores*, nous mesurons une plus faible réduction de mobilité par rapport à la géométrie *petits pores*. Cet effet s'explique car la différence de pression induite par l'écoulement d'une bulle est inversement proportionnelle à la taille des pores l_p .

Par cette première analyse, il semblerait qu'un changement de géométrie à l'échelle 2D n'est pas d'une grande influence dans le transport d'une mousse. De plus, Lotfollahi et al [153] ont réalisé des simulations numériques qu'ils comparent à des expériences dans des roches. Pour des nombres capillaires de l'ordre de 10^{-5} , il constate alors que la réduction de mobilité de la mousse varie d'un facteur 200 pour des qualités de mousse $f_g < 0,20$ à un facteur 800 pour des mousses dont f_g est proche de 0,80. Il faut ajouter à ces observations que Gassara et al [143] ont effectué des mesures de réduction de mobilité dans un milieu poreux 3D à des nombres capillaires variant de 10^{-6} à 10^{-4} . Il se fait qu'avec une gamme de débits relatifs en gaz f_g variant entre 0,4 et 0,8, les réductions de mobilité qu'ils mesurent sont du même ordre de grandeur qu'avec le modèle 2D que nous utilisons. Il en est de même pour la rhéofluidification de la mousse dans le milieu poreux où les pentes mesurées avec leurs données expérimentales vont de -0,93 pour $f_g = 0,40$ à -0,56 pour $f_g = 0,80$ contre nos mesures allant d'une pente -1 pour $f_g = 0,28$ à -0,75 pour $f_g = 0,91$. Ainsi, il semblerait que les mesures expérimentales soient très proches entre milieu 2D et 3D.

5.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons étudié le transport d'une mousse à l'échelle d'un modèle de milieu poreux. Des mesures de pression ainsi qu'une visualisation des écoulements nous ont permis de rendre compte plusieurs points. Dans un premier temps, qu'une mousse en écoulement dans ce genre de milieu engendre une pression pouvant être bien plus importante par rapport à ce que nous aurions eu en présence d'une solution d'eau avec des tensio-actifs. Ce phénomène dépend du nombre capillaire Ca ainsi que de la qualité de la mousse f_g , comme cela a été constaté dans d'autres modèles.

Dans une seconde partie, nous avons vu qu'à faible qualité f_g , la mousse avançait dans le milieu de manière hétérogène, avec des chemins préférentiels mais aussi des zones de blocage de bulles. En augmentant Ca , nous remarquons que de nombreux chemins se débloquent au fur et à mesure. En revanche, il se trouve qu'en travaillant à de hauts f_g , la mousse peut garantir un écoulement homogène dans tout le modèle.

Ce dernier point est intéressant car il met en lumière le point suivant. Dans de nombreuses études, on associe souvent l'efficacité d'une mousse à explorer le milieu par sa réduction de mobilité, dépendant de f_g et Ca . Or il se trouve que si nous nous concentrons sur l'aspect visuel de l'écoulement, le nombre capillaire Ca n'a pas un rôle majeur dans l'homogénéité du balayage de la mousse dans le milieu.

Malgré un préfacteur à prendre en compte entre les réductions de mobilité prévues et celles mesurées, nous témoignons du succès relatif du modèle pour décrire les phénomènes de transport de mousse dans un milieu poreux. Cela est confirmé par des mesures de réduction de mobilité dans des roches [143, 153] voisines de nos résultats.

Résumé

- Mesures d'importantes réductions de mobilité de la mousse en écoulement dans un milieu poreux, avec une forte diminution avec Ca et une augmentation avec f_g .
- Ecoulement hétérogène de la mousse avec formation de chemins préférentiels à faible Ca et f_g , suivie d'une homogénéisation du transport en augmentant Ca et/ou f_g .
- Succès relatif de la description du transport de mousse à travers un modèle 2D, avec un bon accord avec les mesures de réduction de mobilité pour des milieux poreux 3D.

Troisième partie

Interaction mousse/huile en milieu
poreux.

Chapitre 6

Formation mousse/huile en milieu poreux.

Sommaire

6.1	Introduction.	149
6.2	Matériels et méthode.	149
6.2.1	Solution de tensio-actifs.	149
6.2.2	Montage expérimental.	151
6.2.3	Traitement d'images.	152
6.3	Résultats et discussions.	153
6.4	Conclusion.	159

6.1 Introduction.

Dans un chapitre antérieur, nous avons étudié la formation d'une mousse dans un modèle de milieu poreux. Nous avons vu qu'une mousse peut se former à partir d'un nombre capillaire d'injection $Ca \sim 10^{-5}$ pour donner une mousse dont la taille des bulles est polydisperse. Il se fait qu'en augmentant Ca , nous obtenons une mousse dont la distribution en tailles de bulles est de plus en plus monodisperse et ce, à partir d'un nombre capillaire $Ca \sim 10^{-4}$. L'objectif est à présent de voir ce qu'il en est de cette étude en présence d'un jet de dodécane. Des études menées sur des écoulements de mousse en milieu poreux [2] montre que la pression générée par l'écoulement croît de manière retardée avec un milieu gorgé d'huile, si nous comparons avec un milieu restreint de phase huileuse. La question qui se pose alors est ce qu'il en est de l'origine de cet effet, à savoir si cela est un problème de formation de mousse, de stabilité ou de transport.

6.2 Matériels et méthode.

6.2.1 Solution de tensio-actifs.

Dans le chapitre 3, nous avons étudié la formation d'une mousse à partir d'un train de bulles que nous avons injecté dans un modèle de milieu poreux. L'idée de cette méthode

Formulation	Stabilité sans huile	Stabilité avec huile
CBS	$\sim 3\text{min}$	$< 1\text{min}$
Surf EOR Foam 5200	$\sim 4\text{h}$	$\sim 1\text{h}$

TABLE 6.1 – Durée de stabilité de mousse suivant les différents tensio-actifs employés.

est d'observer les mécanismes de formation d'une mousse en milieu poreux en faisant varier, de manière indépendante, le nombre capillaire d'injection Ca ainsi que la qualité de la mousse injectée f_g . Maintenant, nous allons faire le même type d'expérience mais en présence d'un co-écoulement de dodécane. L'intérêt est alors de voir l'impact éventuel que la phase huileuse peut avoir sur la formation de la mousse. C'est pourquoi un troisième paramètre susceptible d'être pris en considération est la nature de la solution de tensio-actifs utilisée pour former la mousse.

Nous allons, par conséquent, dans ce chapitre, utiliser deux différentes solutions de tensio-actifs. Ces deux solutions ont été élaborées par *Solvay* et ont pour nom *CBS* et *Surf EOR Foam 5200*. Nous ne pouvons pas donner la composition exacte de ces produits, en raison de propriétés intellectuelles, mais nous pouvons affirmer que ces solutions sont des mélanges de molécules amphiphiles et amphotères. Ces deux solutions ont pour particularités de ne pas avoir la même durée de stabilité en présence d'huile comme cela est souligné dans le tableau 6.1 fait à partir de mesures macroscopiques. Nous allons donc chercher les conséquences que cet effet peut induire sur la formation de la mousse.

Dans le chapitre 1, nous avons vu que trois coefficients entrent en jeu dans la stabilité d'une mousse en présence d'huile, c'est-à-dire les coefficients E , S et B . Afin de prévoir la stabilité des formulations utilisées, nous avons mesuré pour chacune d'entre elles, les tensions de surface γ_{ea} , entre l'eau et l'air, γ_{eh} , entre l'eau et l'huile puis γ_{ah} , la tension de surface entre l'air et l'huile. Les valeurs des différents coefficients sont alors répertoriées dans le tableau 6.2.

Si nous regardons les valeurs de coefficients contenues dans le tableau 6.2, nous pouvons remarquer que celles-ci sont positives dans tous les cas. Cela veut dire, si nous nous fions au modèle de stabilité décrit dans le chapitre 1, que la mousse doit tendre vers une déstabilisation au cours du temps. Cependant, si nous revenons sur ce que souligne Denkov [119], malgré une déstabilisation de la mousse à prévoir, il faut aussi prendre en compte la valeur de B . En effet, le temps de déstabilisation d'une mousse en présence d'huile est d'autant plus long que B est faible. Nous pouvons confirmer cette affirmation à partir de nos données. Il se trouve, effectivement, que pour la solution de *CBS*, $B = 2609 \text{ mN}^2 \cdot \text{s}^{-2}$ alors que pour la solution de *Surf EOR Foam 5200*, $B = 532 \text{ mN}^2 \cdot \text{s}^{-2}$, ce qui veut dire qu'une mousse à base de la dernière solution de tensio-actifs est stable plus longtemps qu'avec la solution de *CBS*. Cela est confirmé par une durée de stabilité de mousse en présence d'huile de 1h avec le *Surf EOR Foam 5200* alors qu'avec le *CBS*, ce temps est réduit en-dessous de 1 min.

Solution	E (en $\text{mN}\cdot\text{m}^{-1}$)	S (en $\text{mN}\cdot\text{m}^{-1}$)	B (en $\text{mN}^2\cdot\text{m}^{-2}$)
Surf EOR Foam 5200	14	2	532
CBS	49	3	2609

TABLE 6.2 – Valeurs des coefficients E , S et B pour les formulations utilisées dans ce chapitre.

6.2.2 Montage expérimental.

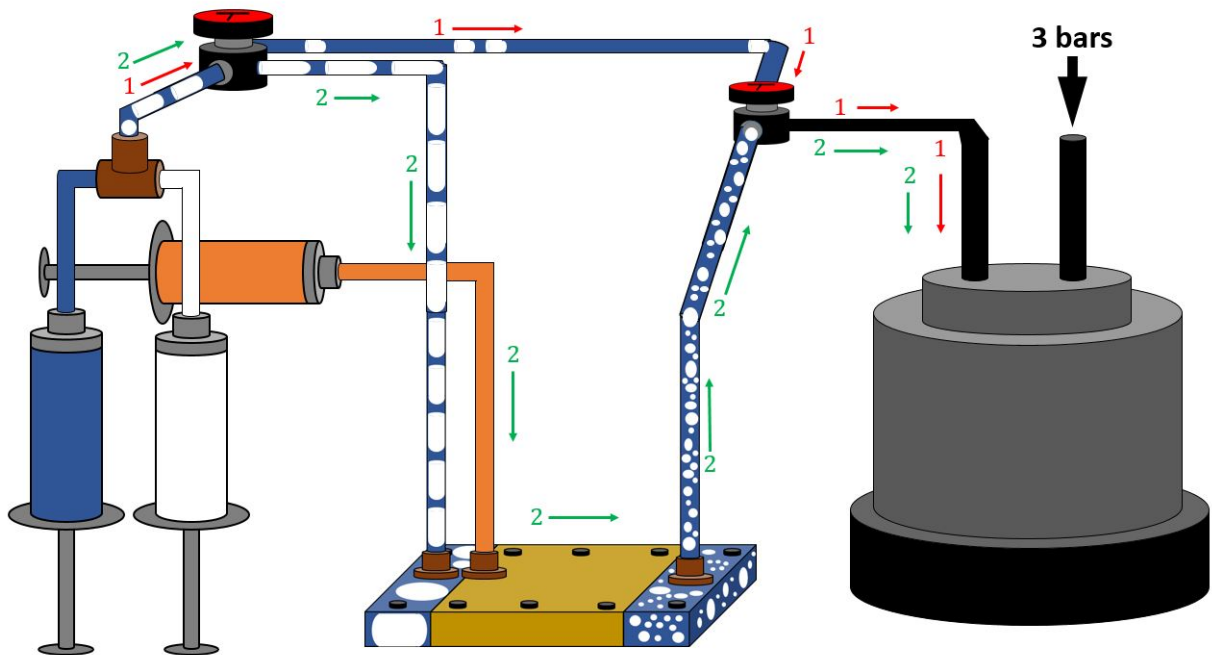


FIGURE 6.1 – Schéma du montage expérimental ainsi que du système d'injection du train de bulles et du jet de dodécane.

Dans les séries d'expériences qui vont suivre, nous allons nous intéresser à un problème de train de bulles se brisant dans un modèle de milieu poreux, de la même manière que dans le chapitre 3, mais cette fois-ci en présence d'un jet central de dodécane. Pour cela, nous utilisons le même type de dispositif expérimental avec deux poussoirs à seringue en entrée assurant la co-injection d'eau et d'air comme sur la figure 6.1. Ces poussoirs vont générer un train de bulles de qualité f_g contrôlée et reliée à deux sorties. La première sortie mène directement à l'enceinte métallique d'éjection car le train de bulles risque d'avoir des irrégularités au début de la formation. Il faut donc que cette partie du train aille directement hors du système. La deuxième sortie est directement rattachée à la puce microfluidique pour l'injection du train de bulles dans le milieu. Ainsi, nous pouvons, dans un premier temps, créer un train de bulle de qualité f_g contrôlée, puis l'injecter dans le milieu à un débit Q_{mousse} fixé. L'entrée de la puce microfluidique est aussi rattachée à une deuxième entrée qui a pour but d'envoyer dans le milieu, un jet de dodécane de débit

noté Q_{huile} . Nous maîtrisons alors le nombre capillaire d'injection Ca , indépendamment de f_g , que nous calculons de la manière suivante :

$$Ca = \frac{\mu(Q_{mousse} + Q_{huile})}{\gamma\phi\Sigma}, \quad (6.1)$$

avec μ , la viscosité du mélange eau/tensioactifs et γ , la tension de surface entre l'eau et l'air. La puce microfluidique est alors posée sur un panneau LED et un objectif, surmonté d'une caméra rapide, est disposé au-dessus du milieu poreux pour faire une vidéo noir et blanc de la formation de la mousse en présence d'un jet de dodécane. Pour finir, l'ensemble du système, où a lieu l'écoulement, est mis sous une pression de 3 bars grâce à la contre-pression imposée en sortie. Nous obtenons, dans ces conditions, des vidéos de formation de mousse en présence d'un jet de dodécane dont une représentation nous est donnée sur la photo de la figure 6.2.

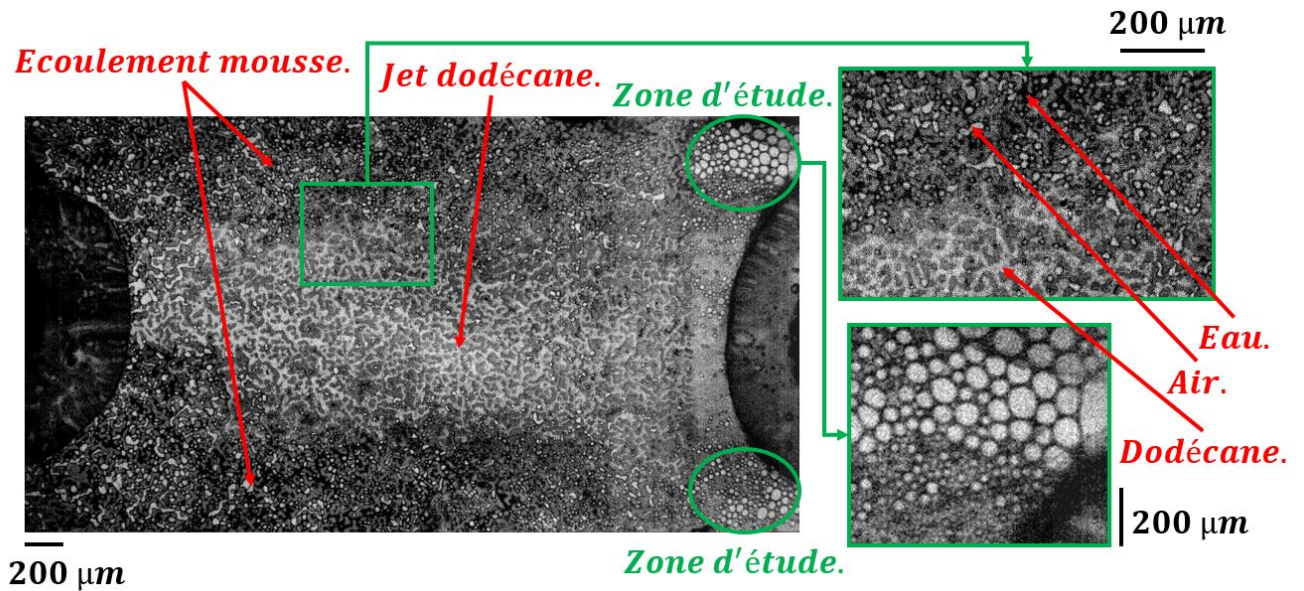


FIGURE 6.2 – Photo de la formation d'une mousse dans un milieu poreux en présence d'un jet central de dodécane.

6.2.3 Traitement d'images.

Une fois le montage expérimental mis en place, des séries de vidéos peuvent être ainsi faites comme nous pouvons le voir sur la photo de la figure 6.2. Nous distinguons ainsi, sur cette figure, le milieu poreux avec ses plots possédant une teinte grisée. La solution d'eau avec tensio-actifs est représentée en noire. Les bulles d'air apparaissent en blanc et le jet de dodécane en gris. Nous avons ainsi un système plus complexe que dans le chapitre 3. La zone d'étude qui va nous intéresser est la piscine de sortie. Si nous nous concentrons sur cette partie, il devient plus facile pour nous d'étudier ce système en raison de la partie solide dont nous nous affranchissons. Il nous reste donc un système de trois phases à étudier. Il n'est pas toujours évident de bien contraster ces trois phases eau/air/dodécane et c'est pourquoi, comme nous le montre la photo de la figure 6.2, nous allons étudier la

distribution en taille de bulles sur les côtés de la piscine. A cet endroit, il y a moins de dodécane et nous pouvons faire des mesures de manière plus simple.

Pour étudier la distribution en taille de bulles dans chacune des zones étudiées, nous allons employer la même technique de traitement d'images que celle utilisée dans le paragraphe « traitement d'images » du chapitre 3. Il se trouve que les images de mousse formée dans la piscine de sortie sont composées de zones blanches pour les bulles et de zones noircies pour l'eau. Nous allons, par conséquent, distinguer ces deux zones par séries de traitements numériques utilisant un filtre et un seuillage. Cette technique permet alors de localiser les différentes bulles et d'en évaluer l'aire qu'elles occupent afin de dresser l'histogramme des différentes tailles de bulles pour chaque expérience.

6.3 Résultats et discussions.

Dans cette partie, nous allons décrire les séries d'expérience qui ont été faites. Comme nous l'avons dit dans la partie précédente, les paramètres du problème de co-injection d'un train de bulles en présence d'un jet de dodécane sont le nombre capillaire d'injection Ca de l'ensemble bulles/dodécane, la qualité de la mousse f_g et la nature de la solution de tensio-actifs. C'est pourquoi dans un premier temps, nous faisons des séries d'expériences pour une solution de tensio-actifs *Surf EOR Foam 5200* en faisant varier Ca et f_g .

Ces différentes expériences sont illustrées sur les figures 6.3 et 6.4 où nous pouvons observer une distribution en tailles de bulles en piscine de sortie en présence de dodécane. Un premier point intéressant que nous pouvons observer est que nous n'avons pas de coalescence au sein du système. Pour le *Surf EOR Foam 5200*, nous remarquons qu'à des $Ca \sim 10^{-6}$ la distribution de tailles en sortie est hétérogène et au fur et à mesure que le nombre capillaire augmente, les bulles en sortie ont des tailles de plus en plus homogènes. De plus, comme le souligne les images de la figure 6.3, nous constatons qu'il est plus facile d'avoir une distribution en tailles de bulles de plus en plus homogène avec Ca pour des qualités de mousse $f_g = 0,50$. En revanche, pour des qualités de mousse supérieures à $0,76$, nous faisons le constat que cela est de plus en plus difficile. Nous remarquons aussi, pour un train de bulles dont $f_g = 0,76$, une transition abrupte entre polydispersité des bulles en sortie à $Ca = 3,36.10^{-5}$ et monodispersité à $Ca = 6,72.10^{-5}$. C'est la raison pour laquelle, avec la solution de *CBS*, nous nous intéresserons qu'à ces valeurs de Ca . Pour cette solution de tensio-actifs, les différentes images des distributions de bulles en sortie pour différents Ca et f_g sont représentées sur la figure 6.4. Nous constatons alors que la mousse reste stable en présence de dodécane. Cependant, nous ne remarquons pas de changement spectaculaire en ce qui concerne l'homogénéisation de la distribution en tailles de bulles, comme nous avons pu le voir avec le *Surf EOR Foam 5200*.

Comme dans le chapitre 3, nous analysons les tailles de bulles en sortie de puce microfluidique à partir de ces images, par une méthode de seuillage afin d'obtenir les distributions de tailles pour les deux solutions de tensio-actifs à différents nombres capillaires Ca et débits relatifs de gaz f_g . Les histogrammes obtenus sont illustrés sur les figures 6.5 et 6.6. Pour la solution de *Surf EOR Foam 5200*, si nous regardons les courbes de la figure 6.5, ils nous confirment bien les observations faites précédemment, à savoir, une

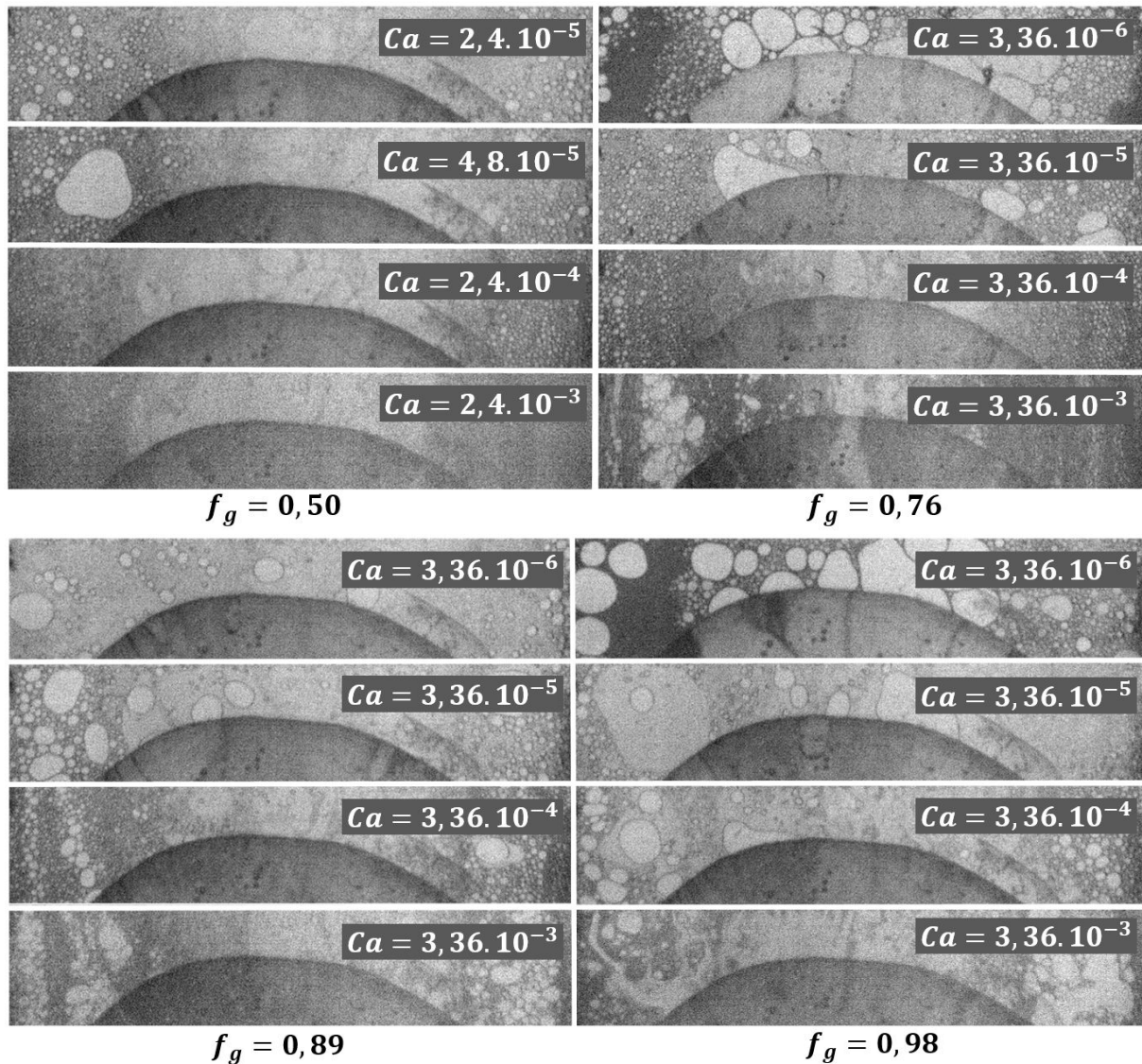


FIGURE 6.3 – Photos de bulles en présence de dodécane en sortie de puce microfluidique, avec la formulation *Surf EOR Foam 5200*, pour quatre qualités f_g différentes et avec différentes gammes de nombres capillaires Ca .

augmentation du nombre capillaire d'injection Ca favorise une formation de bulles de plus en plus petites avec, en revanche, une difficulté à former des petites bulles pour des qualité $f_g > 0,76$. L'histogramme à $f_g = 0,76$ confirme bien qu'une transition semble s'établir pour un nombre capillaire passant d'une valeur de $3,36.10^{-5}$ à $6,72.10^{-5}$. Pour le *CBS*, les courbes soulignent qu'il n'y a pas de changement spectaculaire de la taille des bulles en fonction de Ca . Cependant, nous remarquons toujours, qu'il est plus difficile de former à des qualités de mousse f_g supérieures à $0,76$. La densité de probabilité en taille à $f_g = 0,50$ montre des diamètres de bulles de l'ordre de la centaine de microns, contrairement aux autres qualités étudiées. Cela est dû au fait que les bulles en entrée sont de tailles plus petites à $f_g = 0,50$, c'est-à-dire 5mm de diamètres environ, alors qu'à des f_g supérieurs, les diamètres de bulles peuvent être de l'ordre de 1 à 2cm.

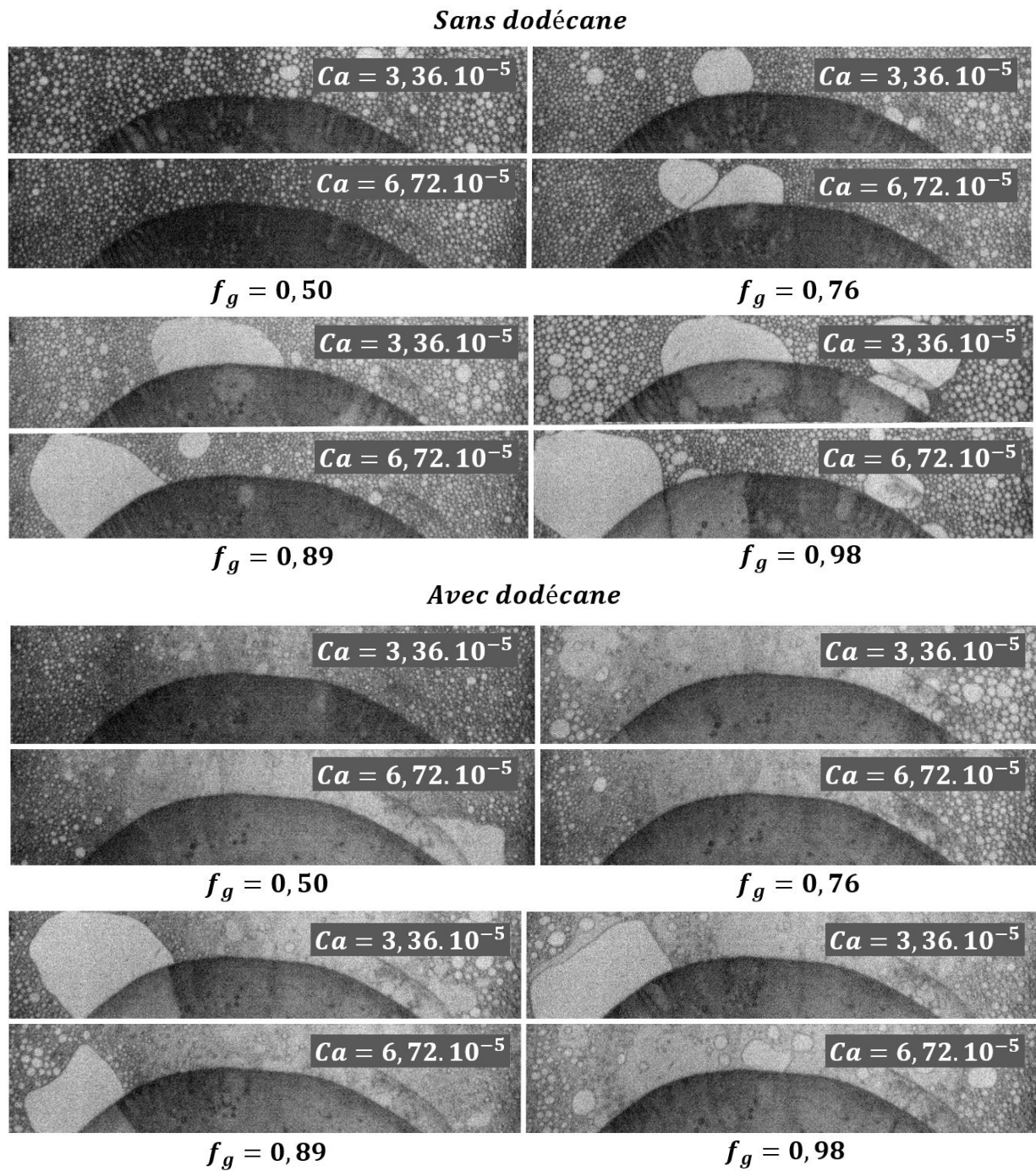


FIGURE 6.4 – Photos de bulles, avec et sans la présence de dodécane, en sortie de puce microfluidique, avec la formulation *CBS*, pour quatre qualités f_g différentes et avec différentes gammes de nombres capillaires Ca .

Nous pouvons résumer nos données sur la figure 6.7 qui montre, à gauche, l'évolution de la moyenne d_{bulle} des diamètres de bulles en sortie, avec et sans dodécane pour les solutions *Surf EOR Foam 5200* et *CBS*, en fonction de Ca et f_g et, à droite, l'évolution de l'écart-type δd_{bulle} . Comme nous pouvons le voir sur ces graphes, nous remarquons, pour le *Surf EOR Foam 5200* en présence de dodécane, que les diamètres moyens et les écarts-types

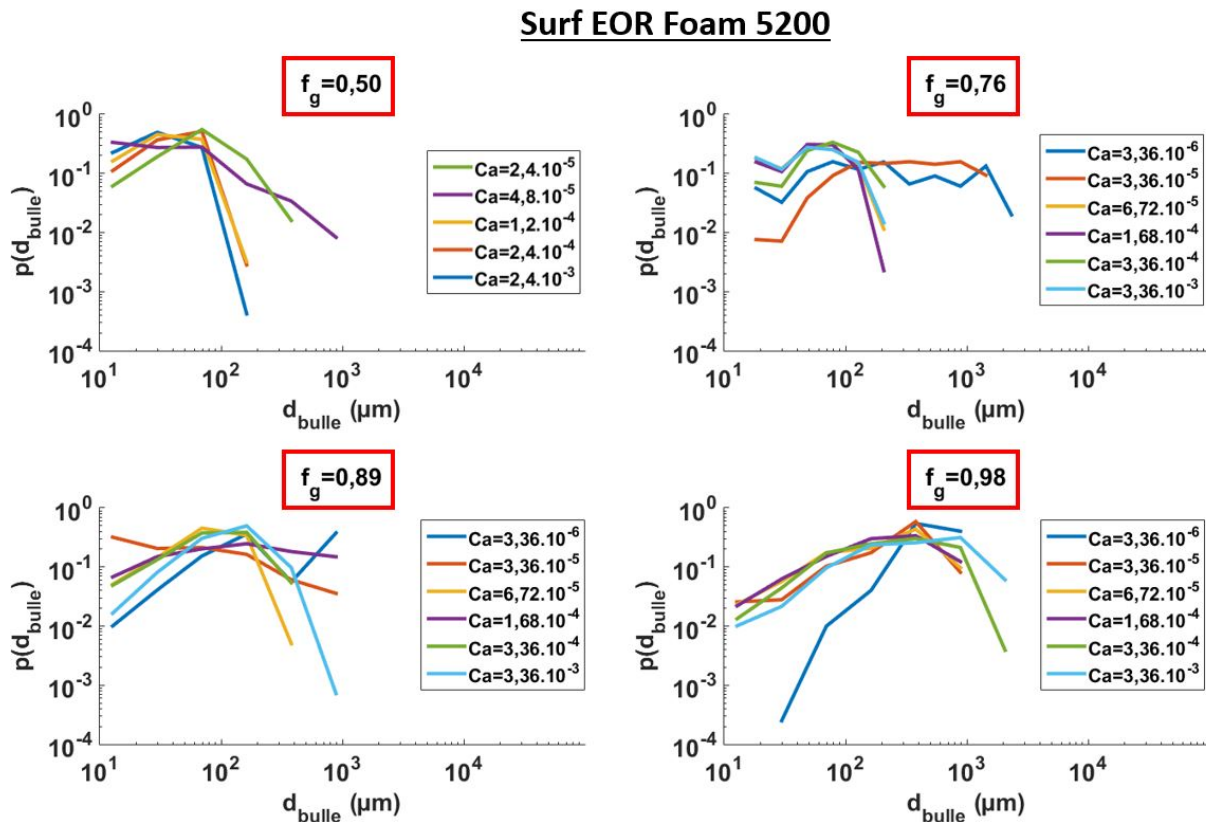


FIGURE 6.5 – Histogramme représentant les distributions en tailles de bulles en sortie de système pour une solution de *Surf EOR Foam 5200* en présence de dodécane, pour différentes qualités de mousse f_g et différents nombres capillaires Ca .

des bulles décroissent lorsque Ca augmente, avec une polydispersité à $Ca \sim 10^{-5} - 10^{-4}$ et avec une distribution monodisperse entre $Ca \sim 10^{-4}$ et 10^{-3} comme cela a été observé sans le dodécane. En revanche, pour $f_g = 0,89$ et $0,98$, les bulles ont plus de mal à se diviser. Dans le cas de la solution de *CBS*, les constatations sont similaires avec une meilleure division de bulles à $f_g = 0,98$. Ces problèmes de formation peuvent en partie s'expliquer du fait que le jet de dodécane occupe au moins un tiers de l'espace dans le milieu. Par conséquent, moins de piliers solide sont disponibles pour que les bulles puissent se diviser. Pour avoir la certitude que les bulles finiraient par se fragmenter complètement, il faudrait que le milieu poreux soit plus long.

En terme de stabilité, une chose rassurante que nous notons est l'absence de rupture de films liquides lors des expériences, que ce soit avec le *Surf EOR Foam 5200* ou le *CBS*. D'après cette dernière remarque, il pourrait paraître étonnant de constater qu'une mousse formée à partir de *CBS* reste stable. En effet, cette dernière formulation ne doit être stable en présence d'huile que sur une durée inférieure à la minute. Il nous faut alors raisonner sur le temps d'une expérience. Pour commencer, avec le *Surf EOR Foam 5200*, les gammes de nombres capillaires explorées vont de $3,36 \cdot 10^{-6}$ à $3,36 \cdot 10^{-3}$. Cela revient à des vitesses moyennes d'écoulement variant de $1,11 \cdot 10^{-4}$ à $1,11 \cdot 10^{-1} \text{ m.s}^{-1}$. Sur une longueur $L = 3 \text{ cm}$, cela nous amène à des temps d'expérience allant de 4 min 30 à 0,27 s. Sur ces échelles de temps, il n'est pas étonnant que la mousse ne soit pas déstabilisée

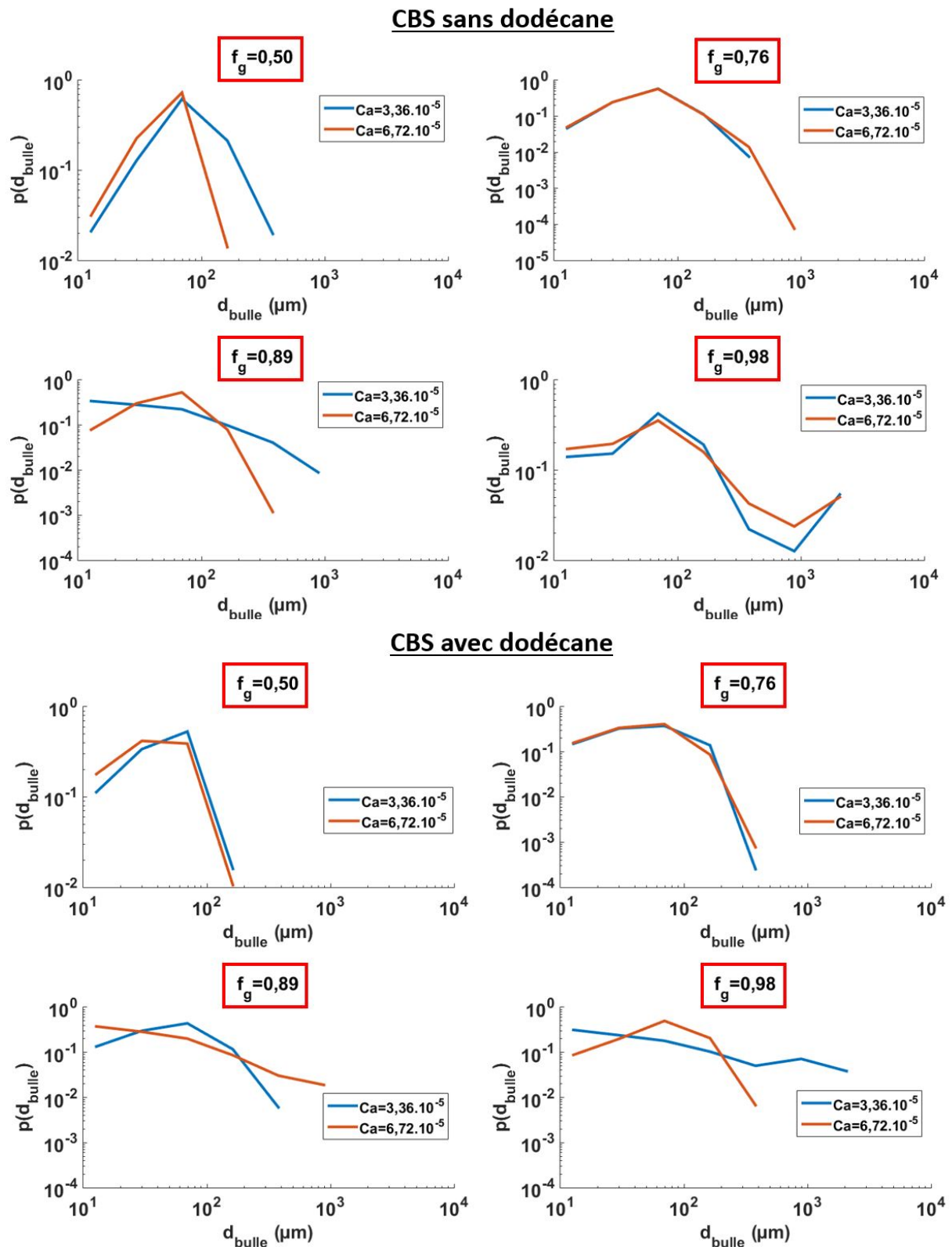


FIGURE 6.6 – Histogramme représentant les distributions en tailles de bulles en sortie de système pour une solution de CBS, avec et sans la présence de dodécane, pour différentes qualités de mousse f_g et différents nombres capillaires Ca .

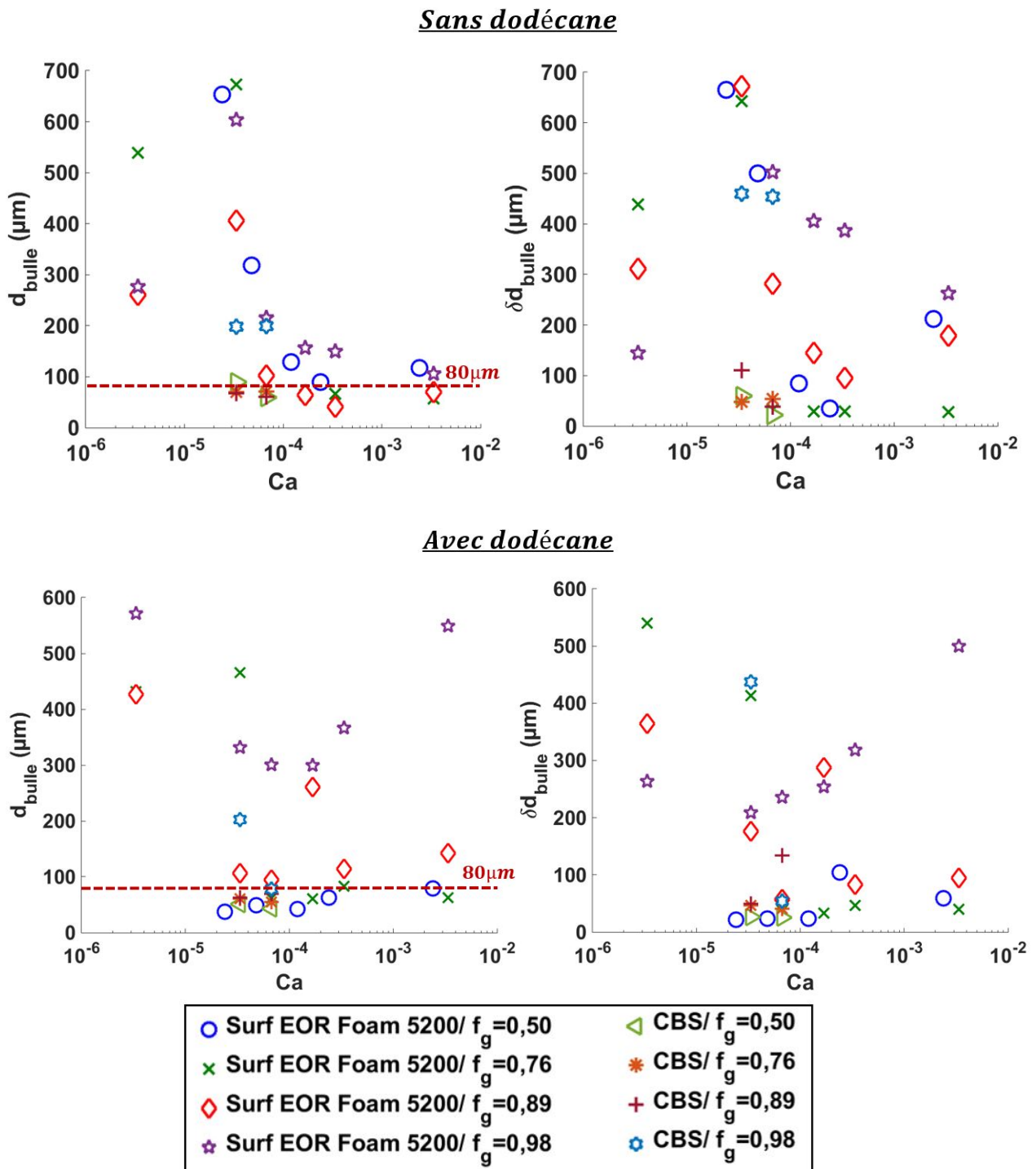


FIGURE 6.7 – Mesures des diamètres moyens d_{bulle} et des écart-types δd_{bulle} de bulles en sortie de puce, avec et sans dodécane, à différents Ca et f_g et pour les solutions de tensio-actifs *Surf EOR Foam 5200* et *CBS*.

avec une solution de *Surf EOR Foam 5200*. Pour une solution de *CBS*, les gammes de nombres capillaires Ca sont de $3,36 \cdot 10^{-5}$ à $6,72 \cdot 10^{-5}$. En gardant le même raisonnement, cela revient à des temps expérimentaux de 16,85 s à 8,43 s. Sur de si courtes échelles de temps, il n'est pas spécialement étonnant d'observer de la stabilité de mousse.

6.4 Conclusion.

Nous pouvons conclure de ce chapitre que des expériences de formation de mousse en milieu poreux ont été menées par des injections de trains de bulles dans un modèle de milieu poreux. Cette méthode permet ainsi de varier, simultanément de manière indépendante, le nombre capillaire d'injection Ca et la qualité de la mousse f_g . Nous avons ajouté à ce problème la présence d'un jet central de dodécane. Ce dernier a pour but de tester si la présence d'huile nuit ou non à la division des grosses bulles et, par la suite, à la formation de la mousse. Cela met en jeu la nature de la solution de tensio-actifs utilisée. Pour ce faire, nous avons fait des séries d'expériences pour deux différents types de solution de tensio-actifs.

Nous avons donc constaté, comme dans le chapitre 3, que les bulles se divisent jusqu'à avoir un diamètre similaire à celui des pores. De plus, la distribution en tailles de bulles s'homogénéise de plus en plus en augmentant le nombre capillaire Ca à $10^{-4} - 10^{-3}$. Par ailleurs, cette homogénéisation est d'autant plus difficile à obtenir au fur et à mesure que nous augmentons la qualité de la mousse f_g . Ces observations sont tout à fait similaires à celles obtenues en l'absence d'huile. Nous en déduisons que, à l'échelle de nos expériences, cette dernière n'a pas d'impact sur la formation de mousse.

Enfin, nous avons noté que la mousse reste stable en présence de dodécane, quel que soit la solution de tensio-actifs employée. Cette conclusion est pour le moins rassurante dans une optique de récupération assistée du pétrole mais il est difficile de dresser cette affirmation sur de longue durée d'écoulement de mousse dans un milieu poreux en présence d'huile. Il se fait, effectivement, que les échelles de temps de nos expériences ne sont pas suffisamment importantes pour mettre à l'épreuve les limites de stabilité d'une mousse dans notre système d'étude.

Résumé.

• Il existe trois régimes de division de trains de bulles dans un milieu poreux en présence d'huile :

→ Difficultés à disperser pour $Ca < 10^{-5}$.

→ Début de divisions avec bulles de tailles polydisperses pour $10^{-5} < Ca < 10^{-4}$.

→ Formation de bulles de tailles monodisperses pour $Ca > 10^{-4}$.

• Pour $f_g > 0,80$: distribution de la taille de bulles difficilement homogène dans les gammes de Ca explorées en raison de la taille du jet de dodécane.

• Stabilité de mousse en présence de dodécane pour les deux solutions de tensio-actifs utilisées, mais courtes échelles de temps d'expérience.

Chapitre 7

Transport mousse/huile en milieu poreux.

Sommaire

7.1	Introduction.	161
7.2	Matériels et méthodes.	162
7.2.1	Caractéristiques du milieu poreux.	162
7.2.2	Injection de la mousse dans le milieu saturé en dodécane.	163
7.2.3	Analyse d'images.	164
7.3	Résultats et discussions.	165
7.3.1	Etude de la réduction de mobilité.	165
7.3.2	Balayage du dodécane par une injection de mousse.	167
7.3.3	Chemins préférentiels.	172
7.4	Conclusion.	173

7.1 Introduction.

L'objectif de ce chapitre est d'étudier le transport d'une mousse dans un milieu poreux en présence de dodécane. Nous avons vu au chapitre 5 que, sans huile, l'écoulement d'une mousse pouvait être lié à une réduction de mobilité qui est importante (facteur 100 à $Ca \sim 10^{-5}$) mais fortement dépendante du Ca . Cette réduction de mobilité s'accompagne de la formation de chemins préférentiels à faible qualité f_g alors qu'à haute qualité, l'écoulement reste homogène. Nous cherchons dans ce chapitre à déterminer l'incidence que peut avoir la présence d'une phase huile sur ces phénomènes de transport. Comme dans le chapitre 5, les mousses utilisées dans les expériences à venir sont déjà préformées c'est-à-dire que les bulles sont déjà de diamètres similaires à la taille des pores. Deux protocoles ont été utilisés. Le premier consiste à injecter une mousse préformée en présence d'un co-écoulement de dodécane. Nous obtenons alors un régime permanent qui nous permet de comparer directement avec les résultats précédents. Un deuxième protocole consiste à saturer entièrement le milieu en huile pour observer ensuite comment une mousse va envahir le système.

7.2 Matériels et méthodes.

7.2.1 Caractéristiques du milieu poreux.

Dans ce paragraphe, nous allons vous présenter le modèle expérimental qui va être utilisé lors de nos expériences. Il s'agit d'une puce microfluidique en NOA avec le même motif que dans le chapitre 5, à une homothétie près, d'épaisseur plus élevée et disposant d'un canal de $200 \mu\text{m}$ de large au centre de la section d'entrée du milieu. Nous pouvons voir, sur cette géométrie, des piliers solides, marqués par leur couleur blanche, disposés de manière aléatoire et avec des formes à géométries variables. L'épaisseur h du système est de $215 \mu\text{m}$ et la section des canaux, représentés en noir sur la figure 7.1, est variable. Comme cela a été dit dans le chapitre 5, il s'agit d'un programme *Matlab* qui génère le milieu poreux avec des piliers plus ou moins espacés suivant la valeur de la longueur de corrélation l_c , qui vaut ici $600 \mu\text{m}$. La largeur moyenne de ces pores, notée l_p , vaut ici $300 \mu\text{m}$ et fluctue d'une demi largeur $\varepsilon = 100 \mu\text{m}$. La distance entre le centre de chaque ventre ou crevasse que nous appelons Λ vaut $600 \mu\text{m}$.

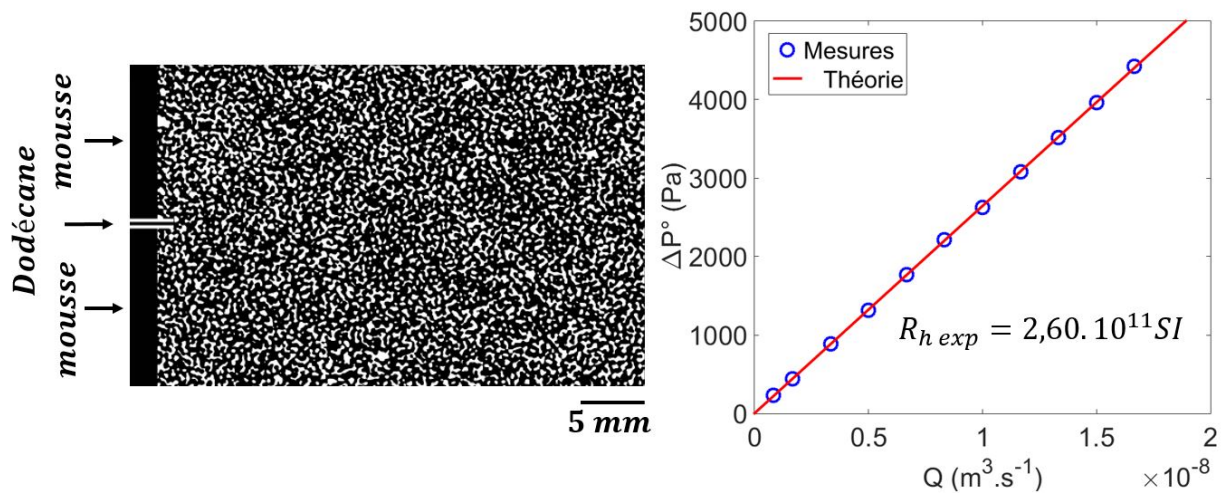


FIGURE 7.1 – A gauche : Schéma du milieu poreux étudié. A droite : Mesures de la différence de pression ΔP^o au sein de la puce en fonction du débit Q .

Afin de caractériser le milieu, nous injectons une solution d'eau et de tensio-actifs *Surf EOR Foam 5200*, de viscosité $\mu = 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{s}$, afin de mesurer la différence de pression ΔP^o aux bornes de la puce en fonction du débit Q imposé. Nous obtenons alors le graphe présent sur la figure 7.1 à droite, qui montre une dépendance linéaire entre ΔP^o et Q , dont nous pouvons tirer une valeur de la résistance hydraulique expérimentale $R_{h \text{ exp}} = 2,60 \cdot 10^{11} \text{ SI}$, correspondant, de manière équivalente, à une perméabilité $\kappa = 3,50 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2$. En suivant un calcul similaire à celui présenté dans les "matériels et méthodes" du chapitre 5, la résistance hydraulique théorique $R_{h \text{ th}}$ est de $1,7 \cdot 10^{10} \text{ SI}$. Nous pouvons ajouter à cela que si nous avons considéré des canaux en parallèles de section constante avec une hauteur $h=215 \mu\text{m}$ et une largeur $l_p=300 \mu\text{m}$, nous aurions obtenu un coefficient $a=21,45$, conduisant à une résistance hydraulique $R_{h \text{ th}} = 4,3 \cdot 10^9 \text{ SI}$, soit une valeur 3,9 fois moins importante.

Comme cela a été dit dans le chapitre 5, la mesure de pression est faite aux bornes extérieures de la puce. Il faut donc prendre en compte la résistance hydraulique dans le tubing et dans les piscines de la puce soit une résistance $R = 1,3 \cdot 10^{10}$ SI. Si nous ajoutons cela à la résistance hydraulique théorique, cela donne $R_{hth} = 3,0 \cdot 10^{10}$ SI, conduisant à un facteur 8,7 entre mesure et théorie. Cet écart n'est pas nécessairement surprenant étant donné que nous nous inspirons d'un modèle de canal droit qui n'est pas forcément adapté à ce modèle de milieu poreux.

7.2.2 Injection de la mousse dans le milieu saturé en dodécane.

Dans ce paragraphe, nous allons étudier la manière dont nous injectons une mousse dans un milieu poreux saturé en dodécane, dans un ensemble sous une pression de 3 bars. La technique utilisée est globalement la même que celle employée dans le chapitre 5. Pour simplifier les explications, nous nous appuyerons sur le schéma représenté sur la figure 7.2.

Deux protocoles ont été utilisés. Pour l'étude de la réduction de mobilité, nous injectons, à débit élevé, du dodécane, puis nous injectons la mousse préformée par les côtés. Pour l'étude du balayage de l'huile, nous injectons, dans un premier temps, le dodécane par le canal central. La mousse préformée est ensuite injectée par la piscine d'entrée comme nous allons le détailler.

L'étape n°1 consiste à co-injecter, à l'aide d'une jonction en T, un train de bulle dont le débit relatif de gaz f_g est fixé à 0,76 dans toutes les expériences de mousses de ce chapitre. Ce train de bulle est directement relié à la sortie car le début de ce train peut présenter des irrégularités.

Une fois le train de bulles régulier, à la bonne qualité f_g , l'étape n°2 consiste à injecter une première fois le train de bulles dans le milieu poreux à $Ca \sim 10^{-4}$. Les bulles viennent alors s'y fragmenter une première fois pour sortir, par la suite, de la puce microfluidique. C'est alors dans l'étape n°3 qu'une seringue, remplie d'eau avec la solution de tensio-actifs *Surf EOR Foam 5200*, vient pousser le train de bulles en sens inverse pour que les bulles retraversent le milieu poreux pour achever leurs divisions.

L'étape n°4 consiste, grâce au jet se situant au centre du système, à injecter un débit de dodécane. Puis, nous injectons, à un nombre capillaire Ca voulu, la mousse préformée. A l'aide de ce protocole, nous pouvons ainsi voir le balayage du dodécane par la mousse dans un milieu poreux. Il sera possible aussi d'y filmer le transport de la mousse et de voir les répercussions que la présence de dodécane a eu sur les mécanismes.

Dans ce protocole, nous avons réussi à surmonter des problèmes de déstabilisation de mousse préformée dans le tubing avant l'entrée de la puce. Cet effet peut se produire le plus souvent à faible Ca et s'amplifier au contact du dodécane dans la piscine d'entrée de la puce. C'est pourquoi une vanne a été installée à cet endroit pour empêcher, lors de l'injection du dodécane, l'huile de remonter par le tubing d'injection de la mousse.

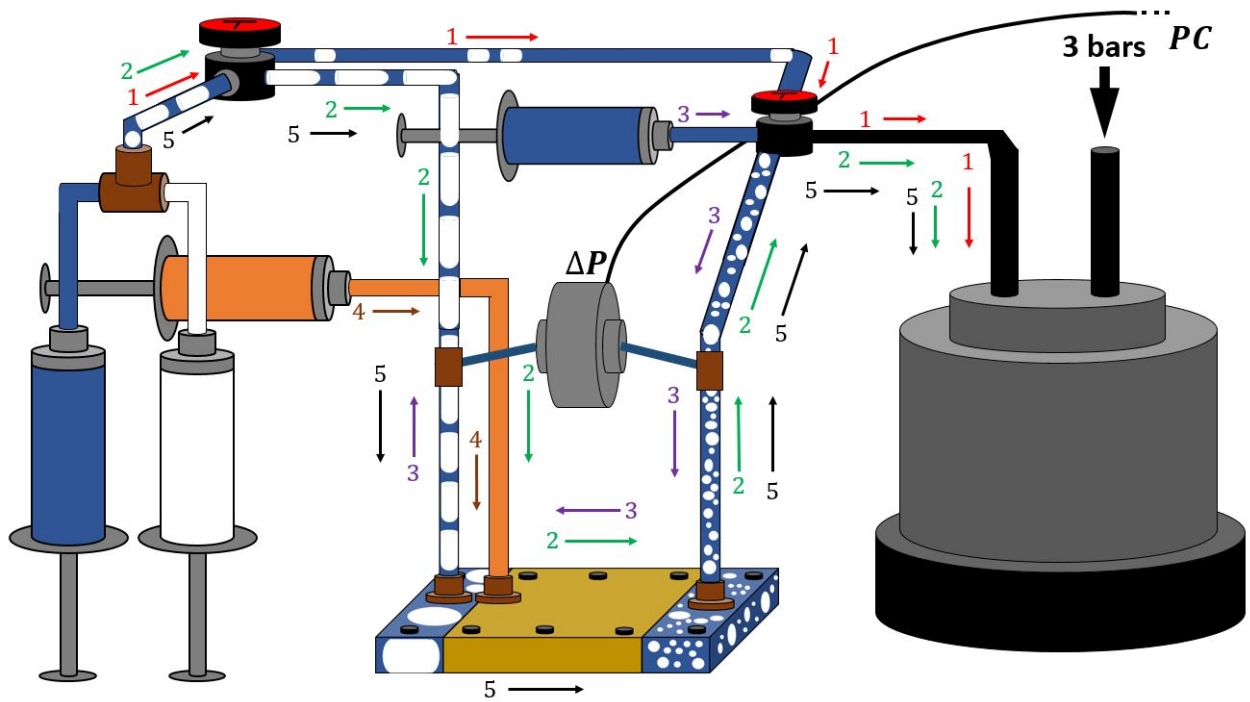


FIGURE 7.2 – Schéma des différents parcours nécessaires afin de générer un train de bulles, dont la qualité f_g et le Ca d'injection seront fixés de manière indépendante, pour l'injecter ensuite dans un milieu poreux saturé en dodécane.

7.2.3 Analyse d'images.

Dans le cas des expériences de balayage, nous avons utilisé une analyse d'image un peu différente de celle présentée dans le chapitre 5 et qui a pour but de déterminer le déplacement qui a eu lieu localement à chaque endroit du milieu poreux. Nous utilisons le même principe de détection à savoir une différence d'images, pour un débit d'injection donné, une fréquence d'acquisition f compatible avec les débits (cf "matériels et méthode" du chapitre 5). Nous faisons ainsi un traitement où nous enregistrons une série d'images, de même type que sur la photo en haut à droite de la figure 7.3, sur toute la vidéo. A partir de la séquence d'images du balayage de la mousse, nous faisons ressortir les différents chemins en progression dans le milieu, comme sur la photo en bas à gauche de la figure 7.3.

Comme l'expérience est instationnaire, nous ne pouvons plus moyenner ces différences d'images. Plutôt que de mesurer la valeur moyenne, nous calculons le maximum, à une date t , de toutes les différences d'images précédentes. Nous obtenons un film, que nous appelons "Trace", qui permet de retracer la progression de la mousse dans le milieu poreux. Il est possible de seuiller les images de trace, par construction, nous tendons vers une image, à la fin de l'expérience, qui reflète l'ensemble des chemins qui ont été parcourus. En première approximation, ces chemins ne contiennent plus l'huile puisque cette dernière a été poussée par la mousse, toutefois, des gouttelettes d'huile peuvent se repiéger sans que cette analyse ne le mette en évidence. Une observation directe des images brutes montre cependant que ce soit des endroits minoritaires. A la dernière image, il en ressort une cartographie complète des chemins parcourus par le fluide poussant au cours de la vidéo.

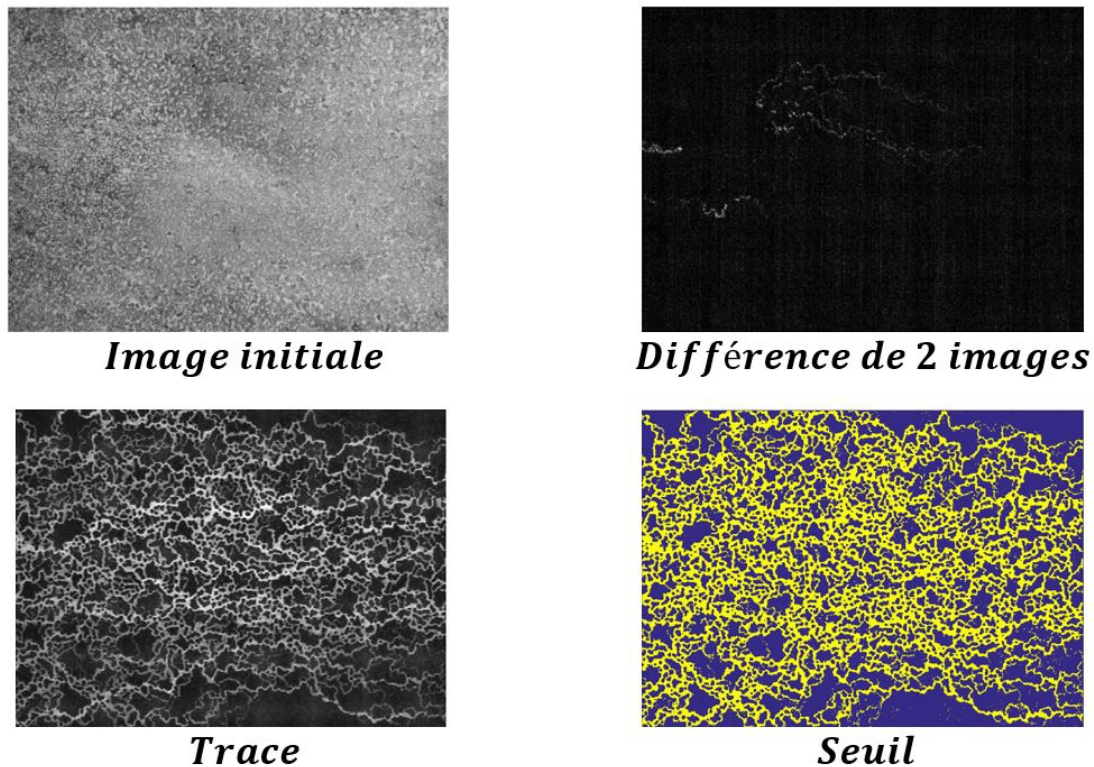


FIGURE 7.3 – Etapes de traitement d’images pour obtenir une cartographie des chemins explorés par le fluide poussant.

Afin d’améliorer cette cartographie, nous effectuons un seuillage de la dernière image de la vidéo, afin de faire ressortir le mieux possible les chemins comme sur la cartographie en bas à droite de la figure 7.3.

Pour le protocole en régime permanent accompagné par la réduction de mobilité, nous avons procédé comme au chapitre 5.

7.3 Résultats et discussions.

7.3.1 Etude de la réduction de mobilité.

Dans cette section, nous cherchons à caractériser, comme dans le chapitre 5, la réduction de mobilité, en faisant le rapport des différences de pression entre un écoulement de mousse et un écoulement de mélange eau/tensio-actifs. Ici, il y a en plus l’huile. Pour cela, une mousse de qualité $f_g = Q_a/(Q_a + Q_e) = 0,76$ est préformée, puis co-injectée en présence d’un jet de dodécane. Ainsi, dans toutes ces séries d’expérience, le débit relatif de gaz de la mousse injectée est fixé. En revanche, nous ferons varier le débit de dodécane et ainsi, son débit fractionné f_o , défini de la manière suivante :

$$f_o = \frac{Q_o}{Q_a + Q_e + Q_o}, \quad (7.1)$$

où Q_a est le débit d'air, Q_e , le débit d'eau avec tensio-actifs et Q_o , le débit de dodécane injecté à travers le jet central. Le deuxième paramètre entrant en jeu est le nombre capillaire d'injection que nous définissons par :

$$Ca = \frac{\mu Q_T}{\gamma \phi \Sigma}, \quad (7.2)$$

avec μ est la viscosité du mélange eau/tensio-actifs, $Q_T = Q_a + Q_e + Q_o$, le débit total injecté dans la puce, ϕ , la porosité du milieu, Σ , la section de la puce microfluidique et γ , la tension de surface entre l'eau et l'air.

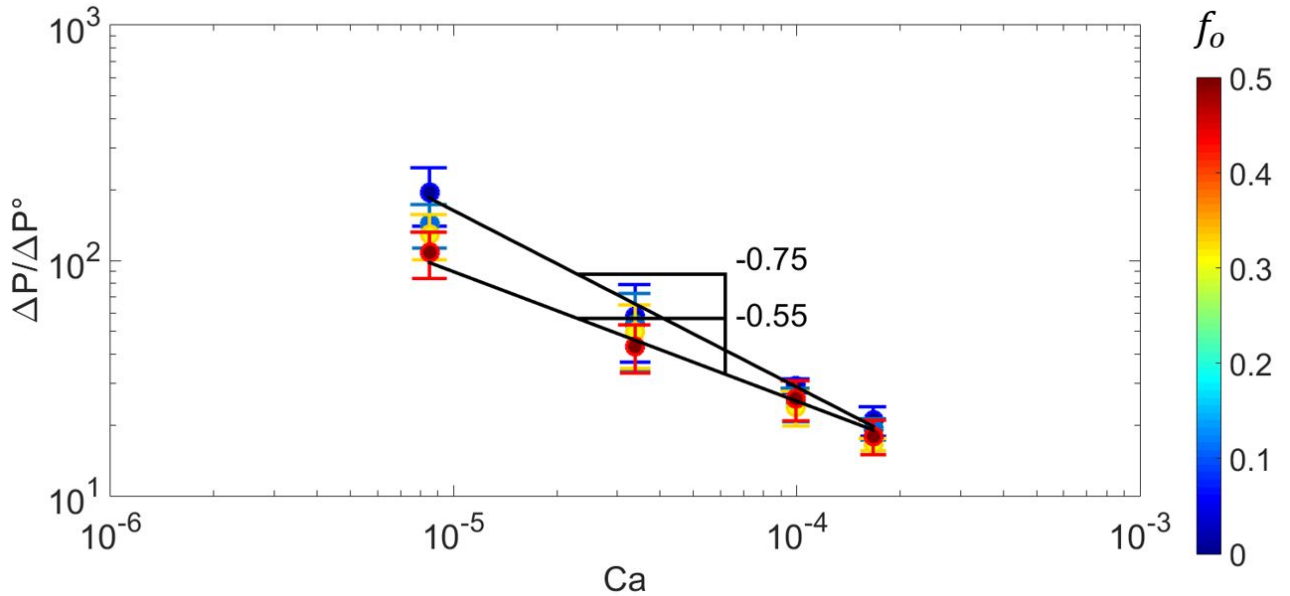


FIGURE 7.4 – Allure de la réduction de mobilité d'une mousse de qualité $f_g = 0,76$ pour différents nombres capillaires Ca et différents débits fractionnés en huile f_o .

Les mesures de pression sont représentées sur la figure 7.4. Une première chose intéressante à noter est que nous observons toujours des réductions de mobilité importantes pour la mousse, si nous comparons la différence de pression ΔP mesurée avec la différence de pression ΔP° pour le mélange eau/tensio-actifs à même débit imposé. Nous remarquons, en effet, que la différence de pression ΔP induite par une mousse peut être 200 fois plus importante qu'avec l'eau pour des nombres capillaires $Ca \sim 10^{-5}$ à 20 fois plus importante pour $Ca \sim 10^{-4}$. Les réductions de mobilité sont plus faibles que dans le chapitre 5 avec des pores plus petits. Cela s'explique du fait que l'expression de ΔP_b pour une bulle est inversement proportionnel à la largeur des pores l_p .

De plus, nous pouvons remarquer que la présence de dodécane ne change pas les valeurs de réduction de mobilité de manière significative. En effet, nous avons commencé par une série d'expérience à $f_o = 0$, de sorte à n'avoir qu'un écoulement de mousse dans le milieu et de nous en servir comme référence. En augmentant progressivement le débit de dodécane, nous notons, pour des nombres capillaires $Ca \sim 10^{-5}$, une baisse de réduction de mobilité allant jusqu'à un facteur 2, pour un débit fractionné en dodécane f_o allant de 0 à 0,50. En

revanche, plus le nombre capillaire croît, plus l'écart de réduction de mobilité, à différent f_o , diminue.

Cela se répercute sur les valeurs des exposants des lois de puissances. Pour $f_o = 0$, nous retrouvons un comportement rhéofluidifiant de la mousse, marqué par une diminution de la réduction de mobilité en fonction de Ca avec un exposant de $-0,75$. Nous retrouvons la même valeur que dans le chapitre 5 pour des écoulements de mousse de qualité $f_g > 0,76$. En revanche, nous constatons que l'effet rhéofluidifiant s'atténue au fur et à mesure que nous augmentons f_o , avec une pente augmentant jusqu'à une valeur de $-0,55$ pour $f_o = 0,50$. Par conséquent, le dodécane a peu d'influence sur la réduction de mobilité et le fait que celle-ci diminue progressivement avec l'augmentation de f_o indique qu'il n'y a pas de déstabilisation, où la transition serait plus abrupte. De plus, visuellement, la mousse en co-écoulement avec le jet d'huile reste stable. Cela vient donc d'un problème de transport. Si $f_o = 0$, dans ce cas, pour des nombres capillaires de l'ordre de 10^{-5} , nous devons nous trouver dans un régime Seuil, d'après le chapitre 5, où ΔP ne dépend pas de Ca . Ce cas de figure conduit à une pente de -1 sur le graphe de réduction de mobilité en fonction de Ca . Par ailleurs, plus f_o augmente et plus nous diminuons le nombre de chemins à travers lesquels les trains de bulles peuvent circuler. Il en résulte, pour un même débit de mousse injecter, une augmentation du nombre capillaire local Ca_{loc} dans les chemins parcourus par les bulles. Ainsi, cela peut à la fin amener à franchir un nombre capillaire critique $Ca_c = 10^{-4}$. Nous nous trouvons alors dans un régime Bretherton où ΔP dépend de $Ca^{2/3}$ amenant, sur le graphe, à une pente de $-0,33$. Une augmentation de f_o engendre ainsi une augmentation de la pente comme le graphe de la figure 7.4 le souligne.

7.3.2 Balayage du dodécane par une injection de mousse.

Etat final.

Dans ce paragraphe, nous allons nous intéresser à un milieu poreux saturé en dodécane. L'objectif est alors d'y injecter un fluide poussant dans ce milieu pour extraire le dodécane hors de la puce. Nous allons donc étudier la manière dont cette huile est poussée en injectant différents types de fluide. Nous utiliserons, dans un premier temps, une solution d'eau mélangée à des tensio-actifs *Surf EOR Foam 5200* puis, nous comparerons son efficacité avec une mousse formée d'air et de cette même solution de tensio-actifs, à débit relatif de gaz $f_g = 0,76$. Les différentes expériences seront menées à différents nombres capillaires d'injection Ca .

Dans un premier temps, nous avons cherché à comparer l'efficacité que peut avoir une solution de tensio-actifs et une mousse. C'est la raison pour laquelle, nous avons commencé par injecter une solution de *Surf EOR Foam 5200* à un nombre capillaire $Ca = 1,68 \cdot 10^{-5}$. Une représentation de l'expérience est faite sur la figure 7.5 tout en haut où la photo de gauche représente le milieu poreux gorgé d'huile en début d'expérience. Sur la photo centrale, nous pouvons voir le milieu poreux en fin d'expérience, où une partie du dodécane a été évacuée du système. Sur l'image de droite, il est possible d'observer la cartographie des chemins parcourus par la solution de tensio-actifs. Ainsi, nous remarquons que dans cette gamme de nombres capillaires Ca , il est difficile d'extraire tout le dodécane hors du milieu avec cette solution. En revanche, si nous observons la série d'images du dessous,

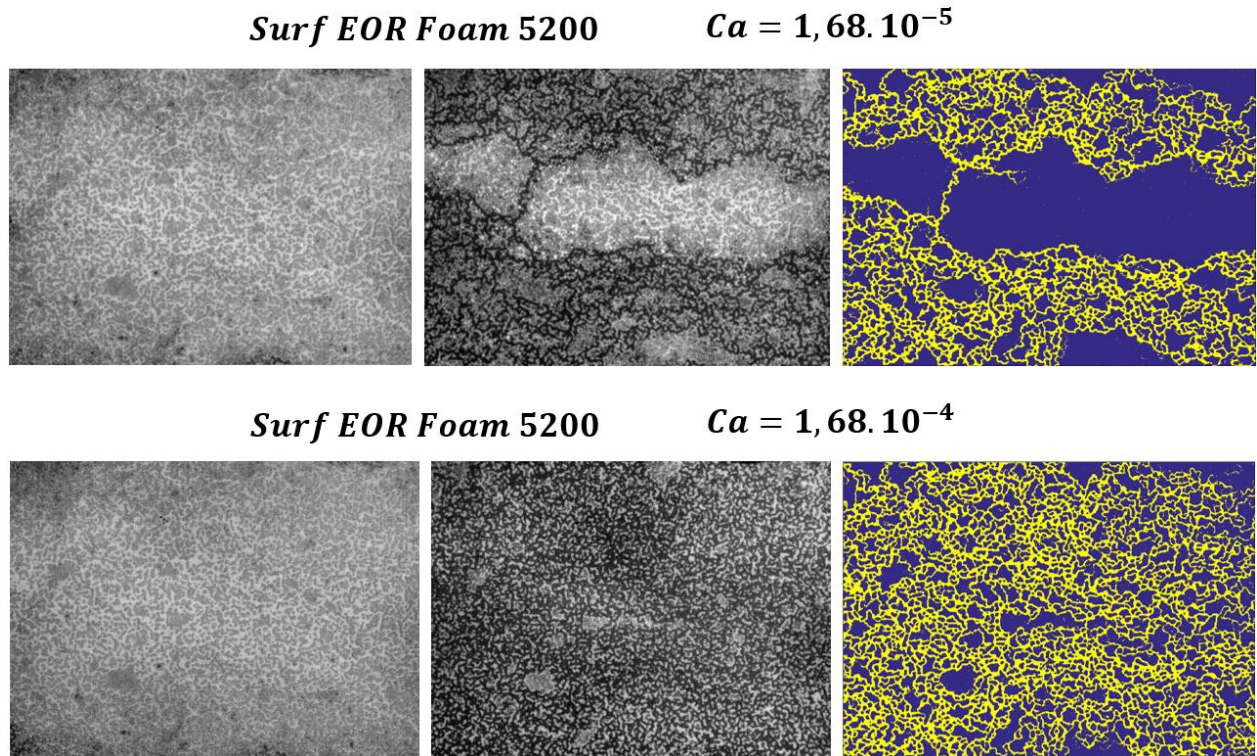


FIGURE 7.5 – Balayage de l’huile par une solution de tensio-actifs *Surf EOR Foam 5200*. A gauche : Photo initiale du milieu saturé en dodécane. A centre : Photo finale du milieu balayé. A droite : Cartographie du balayage du dodécane.

nous constatons qu’à un $Ca = 1,68.10^{-4}$, la quasi-totalité du milieu a été explorée par le fluide poussant.

Ensuite, nous avons cherché à faire les mêmes expériences en remplaçant la solution de *Surf EOR Foam 5200* par une mousse de qualité $f_g = 0,76$. Pour un nombre capillaire $Ca = 1,68.10^{-5}$, nous observons alors, sur la figure 7.6, que le nombre de chemins explorés par la mousse est plus élevé que dans le cas d’un fluide monophasique. Certains endroits demeurent cependant inexplorés. En revanche, lorsque nous augmentons le nombre capillaire jusqu’à $1,68.10^{-4}$, il s’ensuit que la quasi-totalité du milieu s’est fait parcourir par la mousse. Ainsi, dans une gamme de nombres capillaires $Ca \sim 10^{-5}$, la mousse a presque la même efficacité d’exploration d’un milieu poreux, qu’avec un fluide monophasique à $Ca \sim 10^{-4}$.

Régime transitoire.

Jusqu’à présent, nous avons observé le stade final du balayage du dodécane dans le milieu poreux. Nous allons, dans ces paragraphes, consacrer notre étude au régime transitoire de ces expériences. Comme nous l’avons expliqué dans la section « Matériels et méthode », il est possible de faire des vidéos où les chemins préférentiels se dessinent petit à petit dans le milieu poreux. Nous avons alors fait cela pour les injections de solution de tensio-actifs et pour les mousses dont les résultats se situent sur la figure 7.7. Ces séries

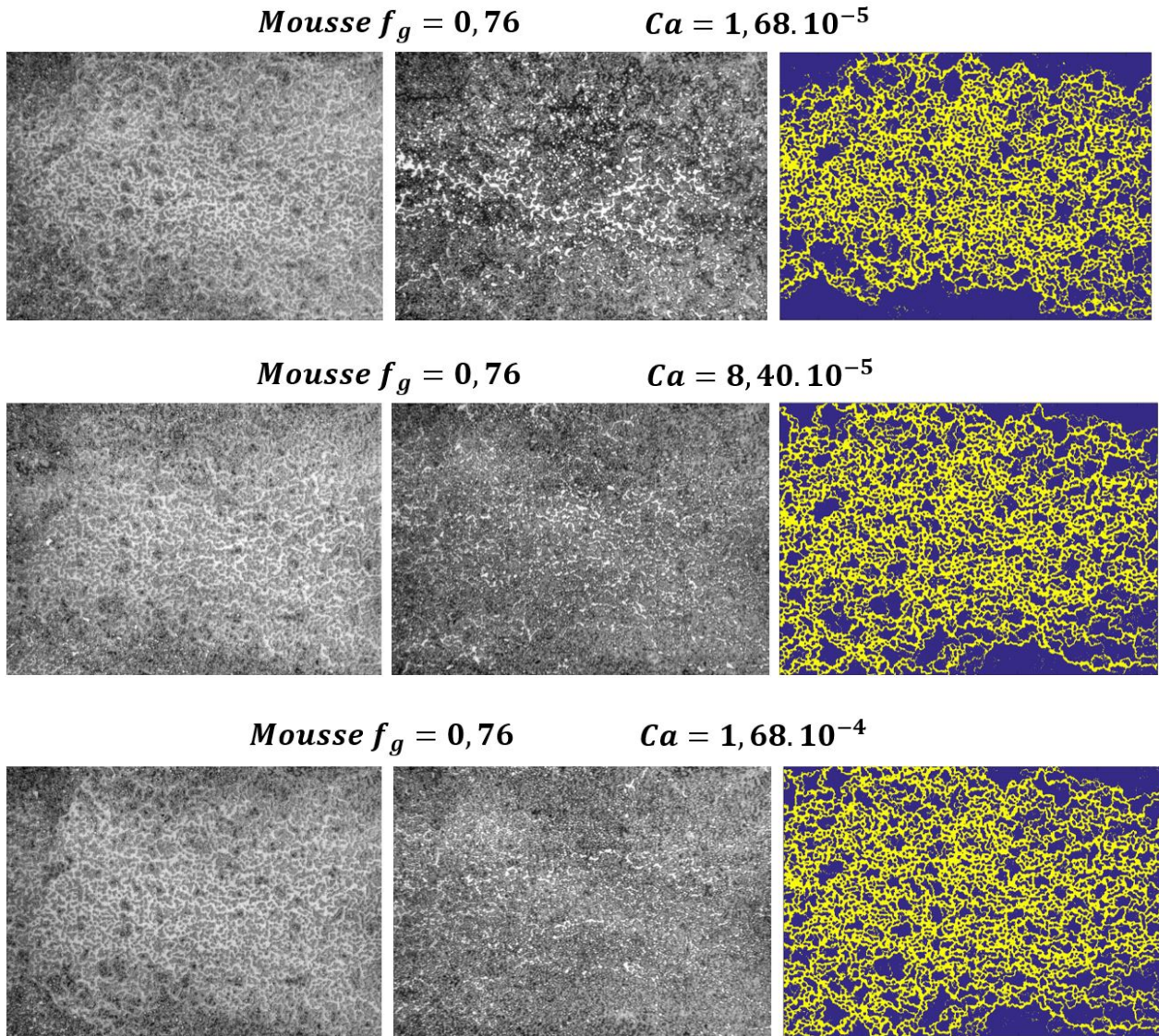


FIGURE 7.6 – Balayage de l’huile par une mousse de qualité $f_g = 0,76$. A gauche : Photo initiale du milieu saturé en dodécane. A centre : Photo finale du milieu balayé. A droite : Cartographie du balayage du dodécane.

d’images ne sont pas représentées sur une échelle de temps. En effet, pour comparer l’efficacité d’un balayage entre différents débits de fluide poussant injecté, il est intéressant de normaliser le temps afin que les comparaisons de vidéos à débits différents prennent un sens. Le temps par lequel nous normalisons est celui nécessaire pour qu’un front ait traversé le milieu sur toute sa longueur. Nous le notons $\tau = L/U$, avec L , la longueur du milieu poreux et $U = Q_T/\phi\Sigma$. Nous appelons un *volume de pores*, la durée $\Delta t = \tau$ et nous notons cette valeur PV .

Comme nous pouvons le voir sur les deux premières séries d’images de la figure 7.7, il se fait que lorsque nous injectons une solution de tensio-actifs *Surf EOR Foam 5200* dans le milieu, un front hétérogène s’introduit à travers les pores. Ce phénomène rappelle clai-

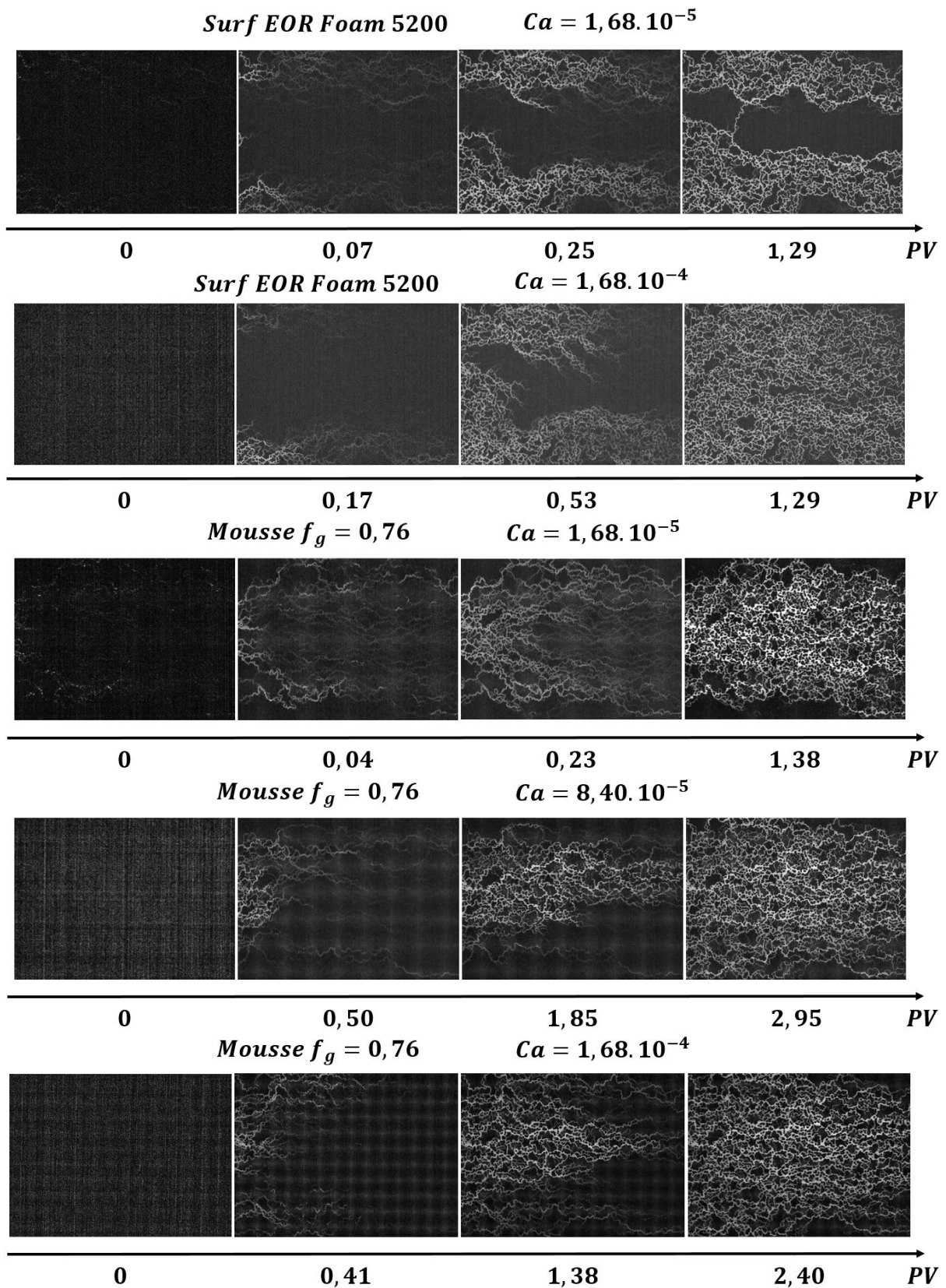


FIGURE 7.7 – Trace du balayage du dodécane par différents fluides à différents nombres capillaires d'injection Ca .

rement les phénomènes de digitation évoqués dans le chapitre 1, ce qui n'est pas étonnant vu que la viscosité de la solution est de 10^{-3} Pa.s contre la viscosité du dodécane valant $1,42 \cdot 10^{-3}$ Pa.s, c'est-à-dire plus importante que celle du fluide poussant. En revanche, un effet plus surprenant est constatable sur les trois autres séries de vidéos avec le balayage du milieu par la mousse. Dans les observations faites juste à présent, nous avons remarqué que la mousse pouvait s'écouler dans un milieu de manière relativement homogène pour des qualités élevées. Par conséquent, nous aurions pu nous attendre à un front homogène s'introduisant dans le milieu. Les vidéos montrent, par ailleurs, le contraire avec introduction des trains de bulles sur formes de branches dans l'ensembles des canaux.

Nous pouvons nous appuyer sur le diagramme de Lenormand [37, 38] évoqué dans le chapitre 1. Comme nous l'avons vu, ce diagramme nous permet de savoir si un phénomène de digitation peut se produire, suivant la valeur de $M = \mu_1/\mu_2$ et de Ca , où μ_{12} sont respectivement les viscosités du fluide poussant et du fluide poussé. Ainsi, pour le cas de la solution de tensio-actifs poussant le dodécane, $M \sim 1$ et $Ca \sim 10^{-5} - 10^{-4}$. Ce cas de figure correspond à un phénomène de digitation capillaire. Dans le cas de la mousse, nous avons $M \sim 10^2 - 10^3$ pour $Ca \sim 10^{-5} - 10^{-4}$, si nous calculons avec la viscosité de l'eau. Ce cas de figure correspond aussi à de la digitation capillaire. Si nous avons défini le nombre capillaire avec la viscosité effective d'une mousse, nous aurions un $Ca \sim 10^{-3} - 10^{-1}$ correspondant au même effet. La dynamique d'entrée des fluides injectés dans le système est donc régie par la pression capillaire, dépendant elle-même de la taille des pores. Dans le cas d'une mousse, il en résulte que les bulles vont s'introduire, en premier, dans les pores les plus gros, là où il y aura le moins de contrainte pour progresser. Il en est de même pour une simple interface eau/huile. La seule différence que nous aurons entre un système eau/huile et mousse/huile est le déroulement du régime transitoire.

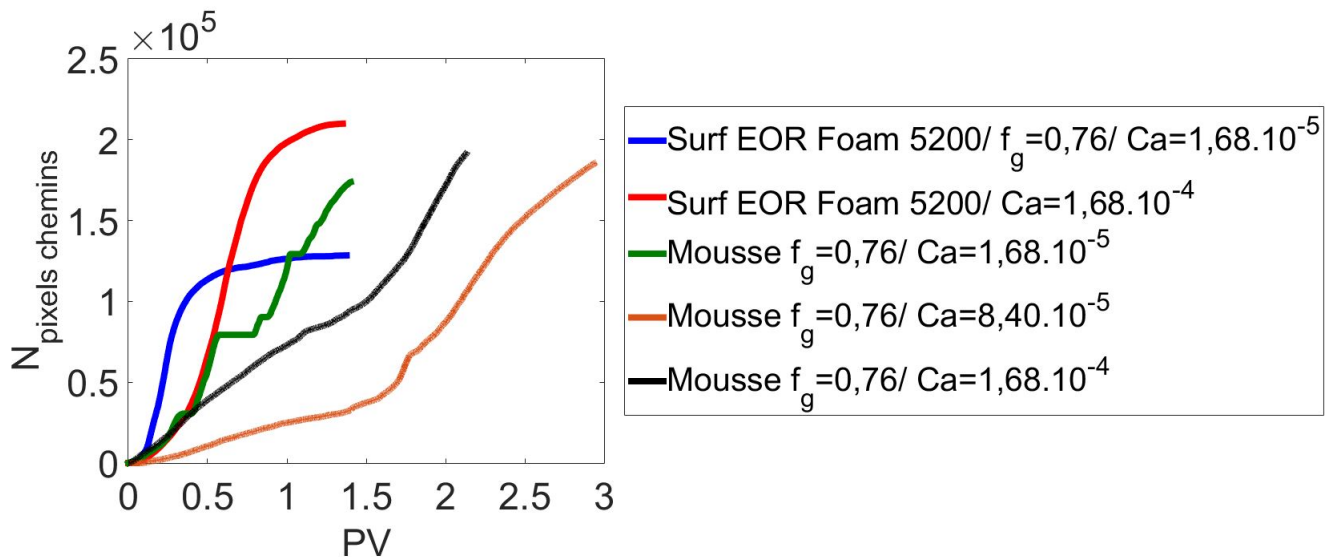


FIGURE 7.8 – Graphe caractérisant l'évolution de la quantité de chemins formés lors du balayage du dodécane, en fonction du nombre de volume de pores PV .

En effet, comme nous avons pu l'observer dans nos séries d'expérience, il se fait que pour une solution monophasique de tensio-actifs, le fluide s'introduit dans le milieu sous

forme d'une digitation capillaire. Une fois le fluide poussant ayant gagné la sortie de la puce microfluidique, nous remarquons que le régime permanent s'en suit directement, avec une saturation résiduelle importante à $Ca \sim 10^{-5}$. En revanche, pour une mousse, le régime permanent est retardé. Certains chemins continuent d'apparaître petit à petit. La mousse reste donc plus performante qu'un fluide monophasique, bien qu'il faille attendre quelques PV pour atteindre un régime permanent.

Afin de rendre ces observations plus quantitatives, nous avons effectué un seuillage des images de trace et sommé les images binaires obtenues. Nous obtenons ainsi une mesure la surface parcourue par un fluide en fonction du nombre de volumes de pores, comme cela est montré par le graphe de la figure 7.8. Nous remarquons, dans un premier temps, que dans toutes les expériences, les nombres de chemins augmentent très rapidement lors des 0,50 premiers volumes de pores PV . Dans le cas des fluides poussant monophasiques, le nombre de chemins final arrive vite à se stabiliser sous forme de palier. En revanche, pour les mousses, nous remarquons qu'après une première transition, le nombre de chemins continue d'augmenter progressivement. Cela s'explique généralement par des chemins périphériques qui se débloquent au fur et à mesure.

7.3.3 Chemins préférentiels.

Dans la section précédente, nous nous sommes intéressé à un régime transitoire consistant à pousser du dodécane piégé dans un milieu poreux. Nous allons, ici, nous concentrer sur le régime permanent des écoulements de mousses dans le milieu. Dans le chapitre 5, nous avons déjà étudié ce genre de régime où nous pouvons voir l'apparition de chemins préférentiels, dont le nombre augmentait avec le nombre capillaire Ca et la qualité de la mousse f_g . Nous allons comparer ces résultats avec le cas de figure actuel de mousse en écoulement dans un milieu préalablement saturé en dodécane.

Nous pouvons ainsi observer sur la figure 7.9, la comparaison des cartographies de chemins préférentiels avec et sans dodécane, pour des nombres capillaires voisins. Nous remarquons toujours dans les deux cas de figure, qu'une augmentation du nombre capillaire augmente le nombre de chemins parcourus par les bulles. De plus, il est alors à noter que pour des nombres capillaires $Ca \sim 10^{-4}$, il n'y a aucune différence entre le cas avec et sans dodécane. Cependant, nous pouvons observer qu'au fur et à mesure que nous diminuons en nombre capillaire, la présence de dodécane a un impact sur les chemins préférentiels en les diminuant. Pour un nombre capillaire $Ca = 8.40.10^{-5}$, le pourcentage de chemins parcourus passe de 77% sans dodécane, à 52% avec dodécane. Pour $Ca = 1,68.10^{-5}$, le pourcentage de chemins diminue de 45% sans dodécane à 20% pour un milieu préalablement gorgé de dodécane. Nous n'avons pas d'observation concrète pour expliquer ce phénomène. En revanche, même si nous sommes en mouillage totale pour l'eau et l'air, le mouillage du dodécane reste cependant discutable. Une hypothèse que nous pouvons formuler est que le mouillage entre les phases solide/eau/dodécane n'est que partiel. Il peut alors en résulter que des gouttelettes de dodécane peuvent rester piégées en surface des parois du milieu poreux, rendant les interfaces difficiles à déplacer. Ainsi, pour des nombres capillaires $Ca \sim 10^{-5}$, il peut en résulter des blocages de bulles d'air diminuant ainsi le nombre de chemins parcourus, en comparant avec une expérience sans dodécane. Ce problème s'atténue petit à petit lorsque le nombre capillaire augmente jusqu'à 10^{-4} .

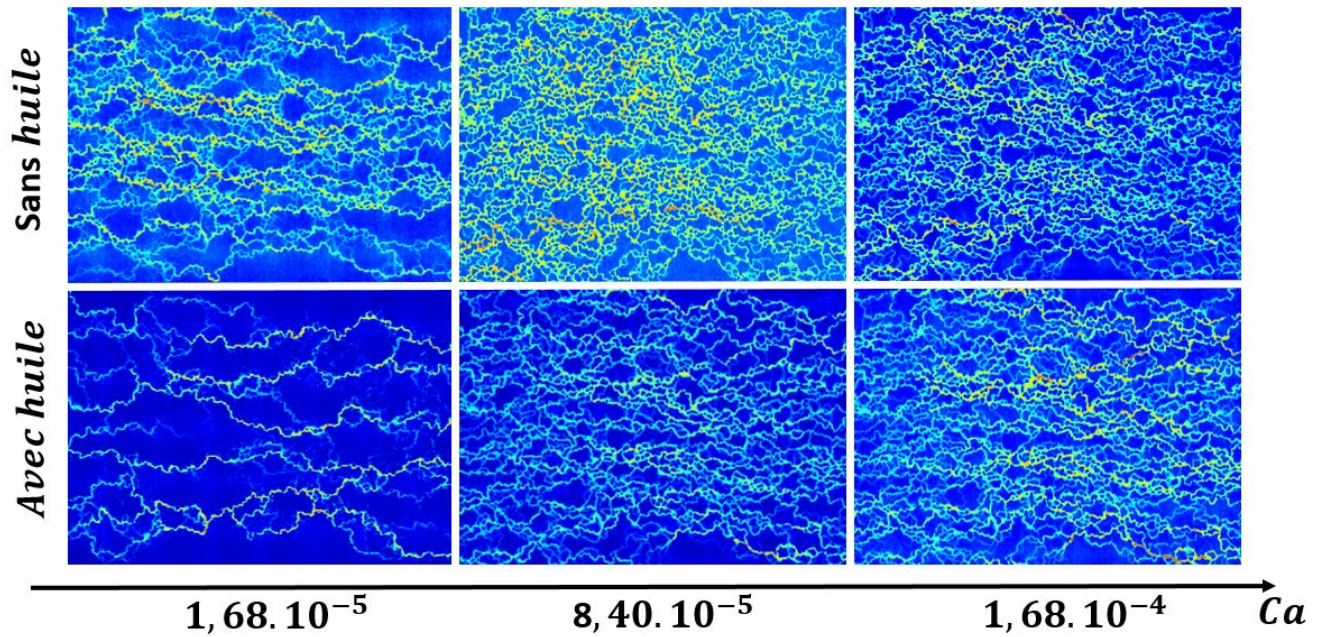


FIGURE 7.9 – Comparaison des cartographies de chemins à différents nombres capillaires d’injection Ca , pour un débit relatif en gaz $f_g = 0,76$, dans un milieu avec ou sans dodécane initialement.

Cette remarque n’est qu’une hypothèse qu’il faudrait vérifier à travers des images plus zoomées ou une expérience mieux adaptée à ces observations.

7.4 Conclusion.

Nous pouvons conclure de ce chapitre qu’un transport de mousse dans un milieu poreux en présence d’huile n’est pas marqué par des déstabilisations de la mousse pour la solution de tensio-actifs utilisée. Nous mesurons les mêmes ordres de grandeurs de réductions de mobilité que ce soit avec ou sans la présence de dodécane. En terme de chemins préférentiels, nous constatons en revanche une influence pour des nombres capillaires d’injection de l’ordre de 10^{-5} où le nombre de chemins peut diminuer significativement.

Une étude du balayage d’un milieu initialement saturé a été menée dans le but d’observer la manière dont une mousse pouvait balayer un milieu poreux rempli d’huile. L’huile n’est pas poussée par un front homogène mais, au temps court, par des doigts de digitation capillaire tout comme cela est le cas pour une solution monophasique de tensio-actifs. En revanche, et contrairement à la digitation capillaire classique, la saturation continue d’évoluer après la percolation, et la mousse explore sur une longue durée la quasi-totalité du milieu et ce pour des nombres capillaires variant de 10^{-5} à 10^{-4} . Un dernier point intéressant, en ce qui concerne la mousse, est qu’elle est presque aussi efficace à $Ca \sim 10^{-5}$ qu’une solution de tensio-actifs à $Ca \sim 10^{-4}$. Il faut cependant tenir compte que Ca a été évalué à partir de la viscosité de l’eau et non de la viscosité effective de la mousse. Des expériences à des débits plus faibles auraient été intéressantes à mener mais trop compliquées en raison de la rétention de bulles en entrée du milieu.

Résumé.

- Même ordre de grandeur de réduction de mobilité de la mousse avec et sans dodécane.

- Balayage de l'huile par un front hétérogène pour une solution de tensio-actifs et pour la mousse.

- Diminution des chemins préférentiels de 25% en présence de dodécane pour des nombres capillaires $Ca \sim 10^{-5}$ et pas de conséquence à $Ca \sim 10^{-4}$.

Conclusion générale et perspectives.

Contribution de ce travail.

L'objectif de ce travail était de comprendre, sur plusieurs plans, le comportement d'une mousse dans un milieu poreux. Bien que des études ont été menées sur des roches où des modèles de milieu poreux en 3D, ces derniers ont l'inconvénient d'être opaques, rendant des observations directes impossibles. C'est pourquoi nous avons conçu des modèles microfluidiques de milieu poreux en 2D, fabriqués en PDMS ou en NOA. Cela nous a donné la possibilité de faire ces observations de mousses dans un milieu poreux. De plus, les modèles de puce microfluidique en NOA nous ont permis de mimer des propriétés de roches par leur rigidité et leur mouillabilité. Ces micromodèles ont aussi la caractéristique de pouvoir résister à de fortes pressions, ce qui nous a donné l'opportunité de travailler sous une pression de 3 bars afin de pouvoir négliger la compressibilité de la phase gazeuse. Par ailleurs, nous avons mis au point un protocole d'injection qui permet de contrôler indépendamment Ca et f_g , en préformant une mousse. Ainsi, il nous a été possible de comprendre le comportement d'une mousse injectée dans un milieu poreux sous trois aspects différents.

Le premier est la formation de la mousse lors de son injection dans un milieu poreux. Les expériences de co-injection d'air et de solution de tensio-actifs ont mis en évidence trois régimes. Il peut exister une coexistence de deux phases continues pour un nombre capillaire d'injection $Ca < 10^{-5}$. Au-dessus de cette valeur de Ca , l'air se disperse alors dans la phase liquide avec du piégeage de bulles d'air au sein des pores. En revanche, à partir de $Ca > 10^{-3}$, il n'y a plus de blocages. Les expériences d'injection de grosses bulles montrent des débuts de divisions dans le milieu à partir de $Ca \sim 10^{-5}$. Dans ces gammes de nombres capillaires, la distribution en tailles de bulles est polydisperse. Ce n'est qu'à partir d'un nombre capillaire $Ca \sim 10^{-4}$ que la distribution en taille s'homogénéise où la taille des bulles devient proche de la taille des pores. Pour des qualités de mousse $f_g > 0,76$, nous constatons que les bulles ont plus de difficultés, qu'à faible qualité, à se diviser complètement.

Nous nous sommes surtout focalisé sur les propriétés de transport de mousse en milieu poreux. Il a été observé dans la littérature qu'un écoulement de mousse engendre des différences de pression importante comparées à un écoulement d'eau à même débit d'injection.

Nous avons, dans nos dispositifs, retrouvé cet effet et avons cherché à le rationaliser. Des études de mécanismes de transport ont été faites à petites et grandes échelles. A l'échelle

d'un seul canal de section constante, nous avons retrouvé qu'un train de bulles engendré des différences de pression proportionnelles à $Ca^{2/3}$. Nous avons ainsi étudié, en premier lieu, des écoulements dans différentes géométries de canaux droits de section constante ou variable. A travers ces différents modèles, nous avons vérifié que la différence de pression créée par une seule bulle suit la loi de Bretherton en $Ca^{2/3}$. Cependant, nous avons montré que la présence de constriction conduit à l'existence d'un seuil en pression en-dessous de $Ca = 10^{-4}$, et donne lieu à des écoulements intermittents. A l'échelle d'un micromodèle, nous avons retrouvé de fortes réductions de mobilité de la mousse avec des mesures de pressions due à l'écoulement jusqu'à 3000 fois plus importante que la pression dues à de l'eau à même débit d'injection pour $Ca = 10^{-6}$. Ce rapport diminue fortement avec le nombre capillaire montrant un comportement rhéofluidifiant de la mousse en milieu poreux avec une loi de puissance de Ca variant avec un exposant de $-0,90$ pour les faibles f_g à $-0,75$ pour le haut f_g . Une chose intéressante est que ces résultats sont très similaires à des mesures faites dans des modèles 3D de milieu poreux ou dans des roches [143, 153]. Une analyse des chemins parcourus par observation directe a montré que pour des faibles débits relatifs de gaz, seuls quelques chemins sont actifs. Il se trouve cependant qu'une augmentation de Ca ou du débit relatif de gaz f_g conduisent à une homogénéisation du balayage de la mousse dans le milieu. Nous avons ensuite cherché à faire le lien entre les pressions mesurées et les observations faites sur les chemins parcourus. Pour cela, nous avons utilisé les résultats mis en évidence à l'échelle d'un seul canal pour les transposer à l'échelle de tout un milieu poreux. Pour de faibles débits relatifs en gaz, le modèle fonctionne de manière satisfaisante. En revanche, pour de plus hautes qualités f_g , les mesures expérimentales sont plus éloignées de la pression théorique envisagée, allant jusqu'à un facteur 5.

Enfin, le dernier cadre d'étude que nous avons exploré est l'interaction que peut avoir une mousse avec de l'huile dans un milieu poreux. Nous avons étudié des interactions mousse/huile, que ce soit au niveau de la formation ou du transport. En premier plan, nous avons noté, lors de divisions de trains de bulles en présence d'un jet de dodécane, que les bulles se divisaient progressivement mais que l'huile n'avait pas d'incidence sur les processus. Des expériences de transport de mousse, de débit relatif en gaz $f_g = 0,76$, ont ensuite été menées dans un milieu poreux en présence de dodécane. Nous avons noté qu'un co-écoulement de mousse avec de l'huile engendre une baisse de la réduction de mobilité et de chemins préférentiels à $Ca \sim 10^{-5}$ mais que ces effets s'atténuent à $Ca \sim 10^{-4}$. Nous avons remarqué que la mousse balayait le milieu de manière plus efficace qu'une solution de tensio-actifs. En revanche, contrairement à ce que nous aurions pensé, la mousse s'introduire dans le milieu saturé en huile de manière hétérogène jusqu'à ce qu'une grande part du dodécane soit poussée vers la sortie du système.

Perspectives.

En ce qui concerne l'étude de la formation d'une mousse dans un milieu poreux, nous n'avons pas réussi à observer des divisions totales de bulles dans un grands nombres d'expériences. De plus, les expériences ont été faites avec des images de bulles non adaptées à l'observation de mécanismes de formation. Une méthode mieux appropriée serait de faire des images de divisions de bulles plus zoomées et de suivre spatialement les distributions

en tailles de bulles au fur et à mesure de l'avancée dans le milieu poreux. Pour voir une division complète des bulles, il est aussi préférable d'augmenter la longueur du milieu poreux ou d'injecter des bulles plus petites que dans les expériences proposées dans ce manuscrit.

Pour le transport d'un train de bulles dans un canal de section variable, nous n'avons pas fait d'étude suffisamment approfondie des comportements collectifs. Il aurait fallu faire des études plus systématiques en s'affranchissant des phénomènes de compressibilité. Deux possibilités pour cela seraient de mettre une contre-pression en sortie de système. L'autre possibilité est de remplacer l'air par un autre fluide non miscible à l'eau et incompressible. Il serait dans ce cas peut-être plus facile d'observer des synchronisations de bulles et de voir des fluctuations de vitesse. Dans les régime Seuil, il manque aussi des études plus poussées des intermittences. Dans un premier temps, les bulles injectées dans ce genre de régime sont de tailles polydisperses et les trains sont de haut f_g . Il nous est aussi difficile de maîtriser parfaitement l'injection, où des bulles ont la possibilité d'être aspirées, et de savoir à quel point ce qui se passe en entrée de système influe sur les intermittences.

Dans les transports de mousses en micromodèles, nous avons rencontré des problèmes d'injection à qualité f_g inférieure à 0,40 avec des fluctuations de celle-ci. Il faut ajouter à cela la complexité d'injection de mousses préformées à des nombres capillaires inférieures à 10^{-5} due à de la rétention de bulles en entrée de système. Nous avons constaté, par ailleurs, que les mesures de réduction de mobilité, mesurées lors du transport de la mousse, sont supérieures à ce que prévoit le modèle théorique. Il peut être remis en question le fait que la caractérisation de la largeur de pores et des valeurs de vitesses de bulles se sont faites dans une hypothèse de champ moyen. Il serait intéressant de voir ce qu'il en est des valeurs locales de vitesses en temps réels. Cette méthode donnerait l'opportunité de voir des écoulements intermittents de bulles et d'évaluer un nombre plus précis de chemins préférentiels à un instant t .

En présence d'huile dans le milieu, des études systématiques du balayage des pores par la mousse doit être fait et ceux à différentes qualités de mousse f_g et à des nombres capillaires plus faibles, c'est-à-dire en-dessous de 10^{-5} . Il faut ajouter à cela que l'huile s'émulsionne dans le milieu et il est nécessaire de savoir s'il y a une conséquence sur le transport de la mousse dans le milieu (nombre de chemins préférentiels).

Extensions.

Sur le plan de la formation d'une mousse en présence d'huile, nous n'avons pas observé, dans ces travaux, de déstabilisation de mousse en présence d'huile. Les échelles de temps des expériences étant la plupart du temps inférieures à la minute, il est difficile de dresser, à travers nos expériences, des conclusions suffisamment solides sachant que les agents chimiques utilisés sont faits pour qu'une mousse reste stable au moins le temps d'une minute pour le *CBS* et pour une durée d'une heure pour le *Surf EOR Foam 5200*. Il faut donc envisager ce type d'expérience de formation dans des modèles plus adaptés où les distances à parcourir sont bien supérieures à une longueur de 3 cm que propose la

puce microfluidique employée. Il est aussi possible, en terme de propriétés d'interface, de chercher à former des mousses en rendant les interfaces rigides.

Un autre paramètre qui n'a pas été pris en compte dans ce problème est l'impact de la mouillabilité. Sur le plan de la formation, nous nous sommes placé dans des conditions où nous sommes en mouillage total à l'aide d'un traitement plasma en surface. Une expérience qui aurait été intéressante à faire est d'utiliser une puce microfluidique dont la surface est hydrophobe. Cela pourrait augmenter le temps de résidence de la phase huile qui aurait plus tendance à s'accrocher à la phase solide.

Des travaux sont aussi à compléter sur la question du transport. A l'échelle d'un seul canal, il est aussi possible d'observer l'influence de la propriété de l'interface eau/air en changeant sa viscosité mais aussi, comme mentionné auparavant, en rendant l'interface rigide. Il serait ainsi envisageable de voir l'impact que cela peut avoir sur la différence de pression individuelle générée par une bulle, de voir si sa dépendance serait toujours en $Ca^{2/3}$ mais aussi de vérifier si le nombre capillaire critique Ca_c , pour passer d'un régime *Seuil* à un régime *Bretherton*, est toujours le même.

Toujours dans une perspective d'étude de transport de mousse dans un milieu poreux, nous avons étudié des régimes de transports de mousse pour un débit relatif de gaz f_g allant jusqu'à 0,90. Cependant, la littérature prévoit un changement de comportement au niveau de la réduction de mobilité pour des qualités de mousse $f_g > 0,90$. Il peut donc être intéressant d'observer ce qu'il en est dans ces régimes de hautes qualités. Par ailleurs, le modèle que nous avons étudié est un milieu poreux hétérogène qui possède cependant une perméabilité κ homogène dans tout le système. Si nous voulons modéliser le mieux possible un milieu poreux, il faudrait aussi prendre en compte la présence d'hétérogénéité telles que des fractures dans une roche.

Annexe A

Conception de micromodèles.

Sommaire

A.1 Introduction.	179
A.2 Photolithographie.	179
A.3 Timbre et puce en PDMS.	182
A.4 Puce en NOA A81.	183
A.5 Conclusion.	186

A.1 Introduction.

Au cours de ce projet de thèse, il va nous falloir comprendre plusieurs mécanismes de formation et de transport de mousse dans un milieu poreux. Dans des milieux rocheux, cette question n'est pas évidente à répondre en raison du manque de transparence d'un tel milieu. C'est la raison pour laquelle la microfluidique offre, sur le plan expérimental, un certain confort puisque c'est un domaine où il est possible de modéliser des milieux poreux afin de tenter de reproduire le mieux possible des conditions d'écoulement les plus réalistes possibles.

Dans cette annexe, nous allons présenter la conception de différents modèles de puce microfluidique pour comprendre le comportement d'une mousse en écoulement dans un milieu poreux. La première puce microfluidique que nous introduirons est un modèle de canal droit en PDMS, nécessaire à la compréhension du transport de mousse à l'échelle d'un seul pore. Le deuxième modèle envisagé est, cette fois-ci, une puce microfluidique en NOA A81 qui a comme particularité de résister à des pressions de 5 bars. Ce type de modèle nous donne la possibilité d'étudier le transport de mousse à l'échelle d'un réseau de pores hétérogène.

A.2 Photolithographie.

Dans cette section, nous allons expliquer la première étape, essentielle, à la conception d'une puce. Il faut d'abord élaborer la forme de la géométrie que nous voulons donner à la puce microfluidique. Pour cela, un programme *Matlab* nous permet de générer un fichier

.tif, représenté sur la figure A.1 qui servira, à créer un masque chez un imprimeur. Ce masque plastifié sera utilisé pour la photolithographie.

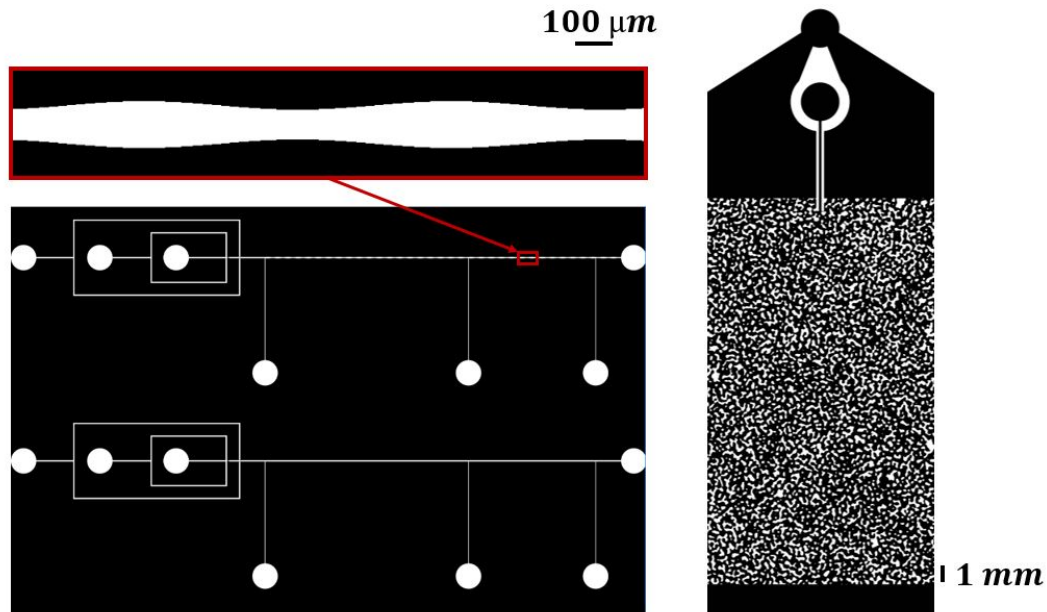


FIGURE A.1 – Représentation des masques imprimés pour la conception des puces microfluidiques.

Nous devons maintenant, à partir du masque imprimé, faire un moule du futur circuit microfluidique. Pour en résumé les différentes étapes, nous nous appuyerons sur le schéma représenté sur la figure A.2. Le socle de la photolithographie est un wafer en silice qu'il nous faut d'abord préparer en éjectant d'éventuelles impuretés avec une soufflette. Nous le chauffons ensuite à 200°C pendant 30min. Cette étape permet de déshydrater la surface de sorte que la résine déposée, lors de l'étape suivante, soit la plus adhérente possible.

Une fois les minutes passées, nous posons le wafer sur une tournette, qui a pour objectif de faire tourner le wafer sur lui-même comme le représente les étapes 1-2 de la figure A.2. Nous posons sur la surface métallique une résine SU8 négative. Cette dernière a pour propriété de réticuler lorsqu'on l'expose au rayonnement UV. Une fois la résine déposée, la tournette met le wafer en rotation à une vitesse ω de 500 tours/min pour un pré-étalement par force centrifuge, puis à $\omega = 1000$ tours/min pour un étalement complet de sorte à ce que l'épaisseur de résine en surface soit celle espérée (pour 1000 tours/min l'épaisseur est de $80\mu\text{m}$ et pour des épaisseurs plus faibles, il faut diminuer la vitesse de rotation ou choisir une résine plus visqueuse).

L'étape suivante consiste à faire évaporer le solvant contenu dans la résine étalée. Comme le montre l'étape 3 de la figure A.2, il nous faut déposer le wafer sur une plaque chauffante à température variable. Cela nous donne la possibilité de faire évaporer le solvant sans faire de trop grandes variations de température. La plaque doit d'abord passer de la température ambiante $T \sim 25^{\circ}\text{C}$ à 65°C avec une rampe de $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Puis nous augmentons T de 65°C à 95°C avec la même rampe. La durée des paliers à 65°C et 95°C

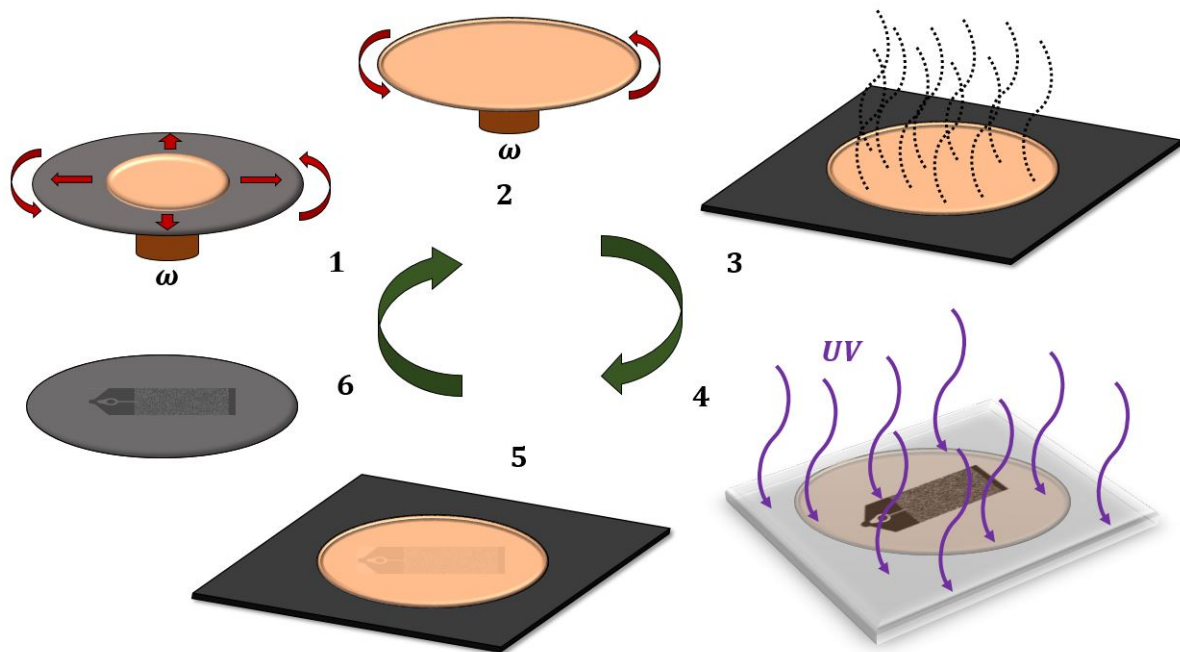


FIGURE A.2 – Schéma des différentes étapes de photolithographie pour la conception d'un moule en résine SU8.

dépend de l'épaisseur de résine déposée. Pour le dernier palier, cela peut aller de 2h pour une épaisseur de $100\mu\text{m}$ à 4h pour une épaisseur de $200\mu\text{m}$. L'intérêt d'augmenter progressivement la température est de ne pas imposer trop de contrainte à la résine, évitant par la suite des risques de fissures notamment lors du développement que nous verrons prochainement.

Une fois ceci terminé, nous passons à l'étape 4 du schéma qui est l'insolation. Comme cela a été dit auparavant, la résine déposée est photosensible. La partie insolée au rayon UV réticule alors que le reste non. Ce qui veut dire que la partie insolée reste sur le wafer dans la suite des évènements. Les rayonnements UV sont émis par un exposeur. Il émet une lumière UV à une puissance surfacique d'environ $4\text{mW}\cdot\text{cm}^{-2}$ (que nous prenons soin de remesurer avant chaque insolation). Nous posons le wafer sous la lampe ainsi que le masque imprimé entre le wafer et la lampe. Le masque doit être bien plaqué contre le wafer pour éviter la diffraction, de sorte que les motifs soient bien nets. Pour une épaisseur de $100\mu\text{m}$, il faut compter environ 60s d'insolation.

L'étape 5 consiste ensuite à poser le wafer sur la plaque chauffante à température variable avec un palier à 65°C pendant 15min et un autre à 95°C pendant 40min tout en respectant les rampes de température. Lors du processus, nous pouvons voir le motif apparaître en surface petit à petit.

L'étape 6 a pour enjeux de retirer de la surface la résine inutile. Le wafer va alors être plongé dans un solvant, le PGMEA. La résine non-réticulée s'enlève alors au fur et à mesure que l'on agite. L'étape dure alors 5min environ suivant l'épaisseur de résine à retirer.

Il ne reste plus qu'à sécher le wafer et à le chauffer à 130°C pendant 2h30 de sorte à renforcer la structure des motifs.

A.3 Timbre et puce en PDMS.

Maintenant que nous avons vu la manière dont un moule SU8 est conçu, nous allons nous intéresser à son utilité. L'objectif est de créer une empreinte en PDMS (polydiméthylsiloxane). Ce dernier est un élastomère très utilisé en microfluidique car il est très facile à utiliser, souple et transparent pour faire des observations au microscope. Afin de créer une empreinte, il faut procéder à différentes étapes résumées sur la figure A.3.

L'étape 1 consiste d'abord à mélanger le silicone à un agent réticulant. Cette étape est primordiale car elle permettra au PDMS, qui se trouve sous forme liquide, de réticuler. Pour une puce microfluidique en PDMS, nous utilisons généralement 25g de PDMS que nous mélangeons à 2,5g d'agent réticulant. En réalité, la dose en réticulant peut être plus ou moins changée suivant la rigidité du matériau que nous souhaitons obtenir. Le mélange des deux composées doit se faire de manière dynamique pour assurer une bonne homogénéité et ne pas avoir de problème de réticulation. Quand le mélange est fait, l'ensemble doit être mis sous vide pour enlever les bulles générées dans le milieu. Le tout s'achève par le dépôt du PDMS dans une boîte de pétri contenant le wafer.

L'étape suivante a pour objectif d'accélérer la réaction de réticulation du PDMS. Pour cela, l'ensemble doit être mis au four à 65°C pendant une durée de 1h minimum. Au-delà de ce temps, nous obtenons un matériau rigide.

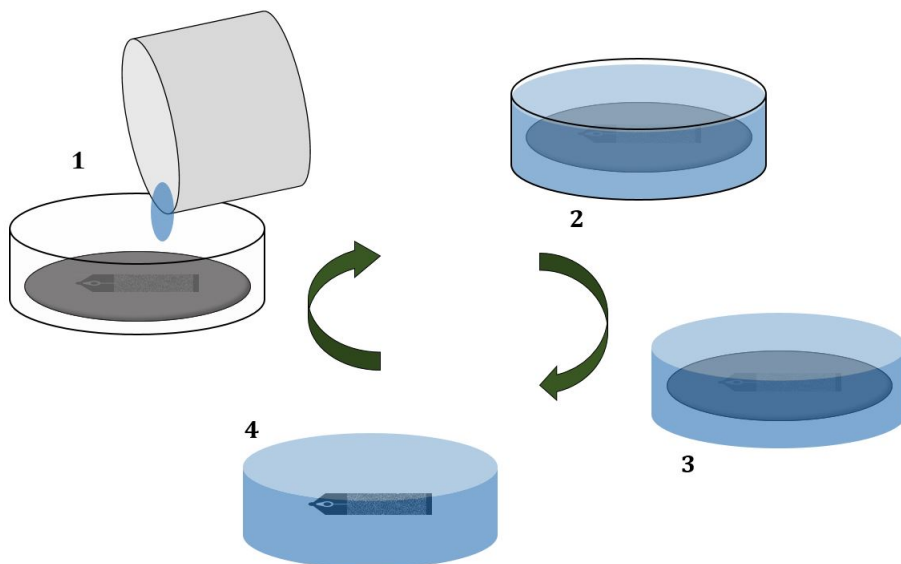


FIGURE A.3 – Schéma des différentes étapes de fabrication d'un timbre en PDMS.

Nous pouvons passer à l'étape 3 visant à démouler l'empreinte. Nous enlevons alors l'ensemble PDMS/wafer de la boîte de pétri. Reste ensuite à enlever délicatement le

silicone du wafer. Pour un modèle de milieu poreux, cela peut être délicat à cause des plots en PDMS susceptible de rester sur le wafer (ou des bouts de SU8 restant dans le PDMS). Une solution au problème est d'injecter un film d'éthanol à l'interface pour faciliter le démoulage. Si cette étape reste trop laborieuse alors il faut envisager de créer un wafer avec une épaisseur de résine SU8 plus faible.

Finalement, une fois le timbre en PDMS obtenu, il existe deux alternatives. Dans le cadre des modèles de milieu poreux, les puces sont à base de NOA A81. L'utilité d'un timbre en PDMS est alors d'avoir un contre moule pour la NOA dont les étapes sont précisées dans la partie suivante. Une autre alternative, plus rapide, est de faire une puce en PDMS directement. C'est ce que nous utilisons dans nos expériences sur des canaux droits à section constante ou variable.

Dans ce cas de figure, il nous reste alors à faire des trous d'entrée et de sortie dans le silicone à l'aide de poinçons de diamètre bien défini. Puis nous enlevons les éventuelles impuretés avec du ruban adhésif. Enfin nous déposons l'échantillon avec une lame de verre, nettoyée, dans un plasma à oxygène. Ce dernier est un gaz ionisé dont les électrons vont venir percuter la surface de la lame de verre et du PDMS, modifiant leur propriété de surface. En fin de traitement, le timbre en silicone peut être posé sur la lame de verre, assurant une totale adhésion des deux matériaux. Nous obtenons ainsi une puce microfluidique représentée sur la figure A.4. Celle-ci est alors munie de plusieurs entrées pour le flow focusing et pour connecter le capteur de pression à l'entrée du canal principal.

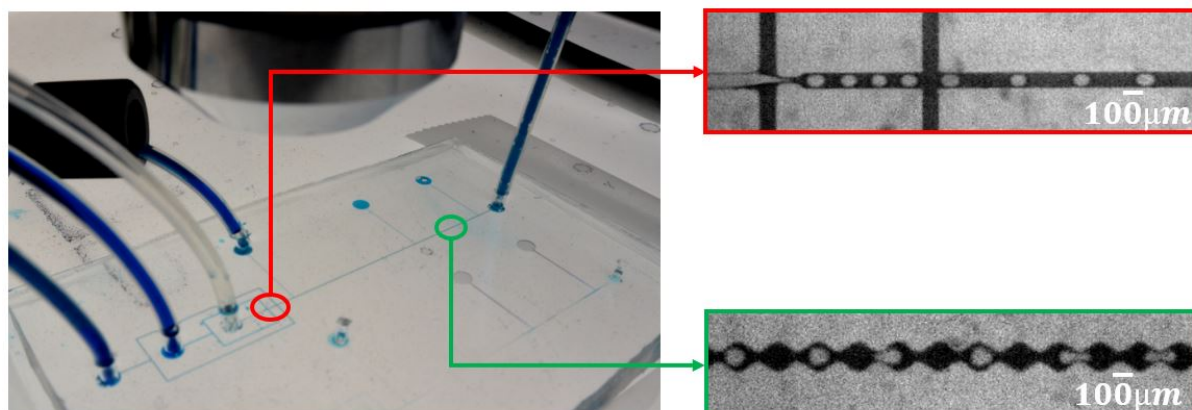


FIGURE A.4 – Photo d'une puce microfluidique assurant la génération d'un train de bulles par flow focusing ainsi que l'étude d'un train de bulles dans une géométrie de canal droit.

A.4 Puce en NOA A81.

Comme nous l'avons vu dans la partie précédente, les timbres en PDMS sont très utiles dans la conception de puce microfluidique. Ils permettent de fabriquer des puces en PDMS de manière directe et plus rapide que le modèle de puce introduit dans cette partie. Les puces en PDMS peuvent aussi présenter certains inconvénients. Les canaux peuvent se déformer sous une pression trop forte, son manque d'étanchéité et sa résistance

à la pression dépassant une valeur de plus de 1bar. Cela devient problématique dans l'optique de nos expériences. De plus, une problématique d'injection peut survenir due à la compressibilité de l'air contenu dans la mousse. En effet, les bulles sont amenées à se comprimer et se détendre. Il en résulte des fluctuations de vitesses à l'injection. Si nous voulons éviter cet effet, il nous faut limiter les fluctuations en volume de la bulle. La loi des gaz parfaits $PV = nRT$ nous donne le lien entre pression et volume. A température constante, il nous est donc facile de connaître les variations de volume de bulle en fonction de la variation de pression dans le système comme $\frac{\Delta P}{P} = -\frac{\Delta V}{V}$. Il nous est alors facile de conclure que pour limiter les effets de fluctuation, P doit être grand devant ΔP , la différence de pression au sein de la puce générée par l'écoulement de la mousse. Sachant qu'expérimentalement, ΔP est de l'ordre de quelques centaines de mbars, P doit être de l'ordre de quelques bars. Dans la pratique $P = 3\text{bar}$.

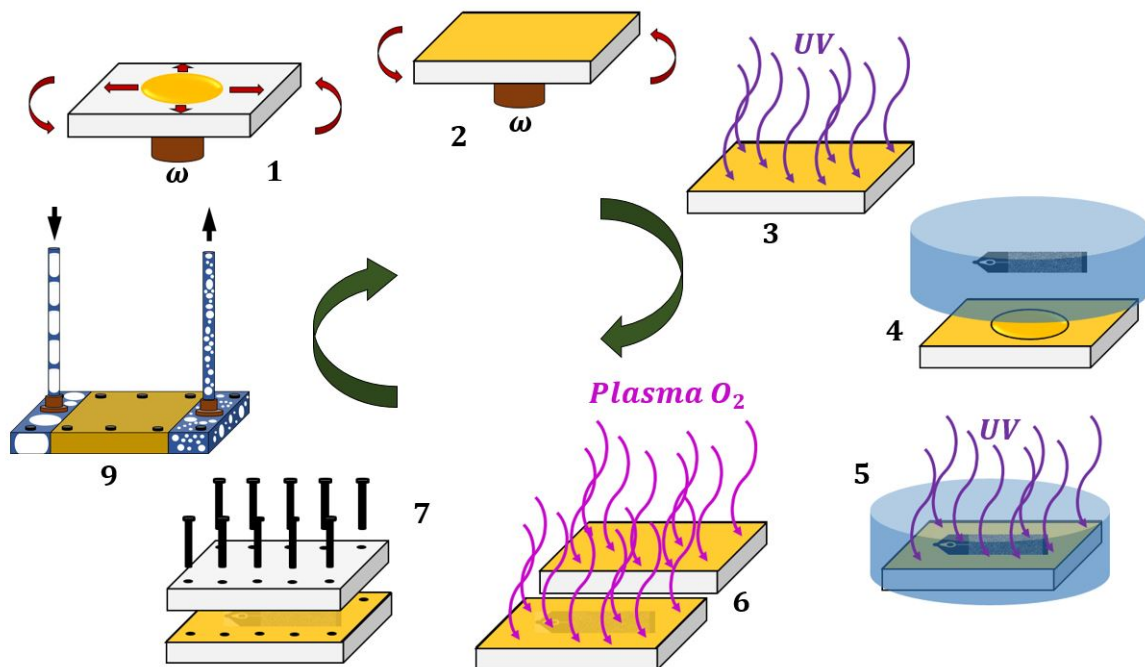


FIGURE A.5 – Schéma des différentes étapes de fabrication de la puce en NOA A81.

De ce fait, il est impossible d'envisager ce genre de solution avec une puce en PDMS classique. C'est pourquoi nous avons basculé dans le création d'une puce en NOA [19]. Celle-ci peut être conçue à partir des différentes étapes détaillées précédemment. A ces étapes s'ajoutent tout le processus de la figure A.5.

Les étapes 1 et 2 commencent par une pièce en PMMA que nous découpons. Celle-ci est ensuite mise sur une tournette. Après avoir mis une portion de NOA liquide sur la surface du PMMA, la tournette est mise en route dans le but d'étaler la NOA sur toute la surface.

L'étape 3 consiste à mettre aussitôt l'ensemble dans une chambre à UV pendant 10min. Ceci parce que la NOA est une colle liquide qui a pour propriété de réticuler au rayon

UV. Nous nous assurons alors de faire en sorte que la NOA soit entièrement réticulée. Cette étape est essentielle pour la suite de la fabrication car elle permet de créer une première base sur laquelle le motif pourra être déposé. Dans le cas contraire, il se peut que des soucis surviennent lors du démoulage avec le motif s'arrachant lié à une mauvaise adhésion NOA/PMMA.

L'étape 4 vise à déposer de nouveau une cloche de NOA liquide sur l'ensemble, que nous surmontons du timbre en PDMS créer lors de la section précédente. Dans cette partie de la microfabrication, des bulles d'air sont susceptibles de rester piégées dans le milieu poreux et peuvent être difficile à dépiéger. Une solution est de mettre l'ensemble sous vide pour se débarrasser des éventuelles bulles gênantes.

Une fois cette étape terminée, il nous faut insoler l'ensemble pendant 2min au UV de sorte à ne pas laisser une réticulation totale se faire. En effet, le timbre en PDMS doit être retiré et cela devient plus délicat si la réticulation du matériau est totale. Une fois le timbre retiré, nous pouvons prélever des éventuels bouts de NOA nuisibles et isoler l'ensemble pendant 10min.

L'étape 6 est le traitement de surface du motif et du capot. En effet, nous souhaitons travailler en milieu hydrophile, d'où l'intérêt de traiter toutes les parois du système au plasma. Nous avons donc la première pièce en PMMA avec le motif en NOA par-dessus. Le capot est une autre pièce créée de la même manière que dans les étapes 1-3. Ainsi, les deux pièces de la puce sont traitées 1min au plasma pour obtenir deux surfaces en NOA hydrophile. Cette technique est différente de celle de Levaché et al qui utilisent un traitement ozone en insolant les surfaces à de plus faibles longueurs d'onde [19].

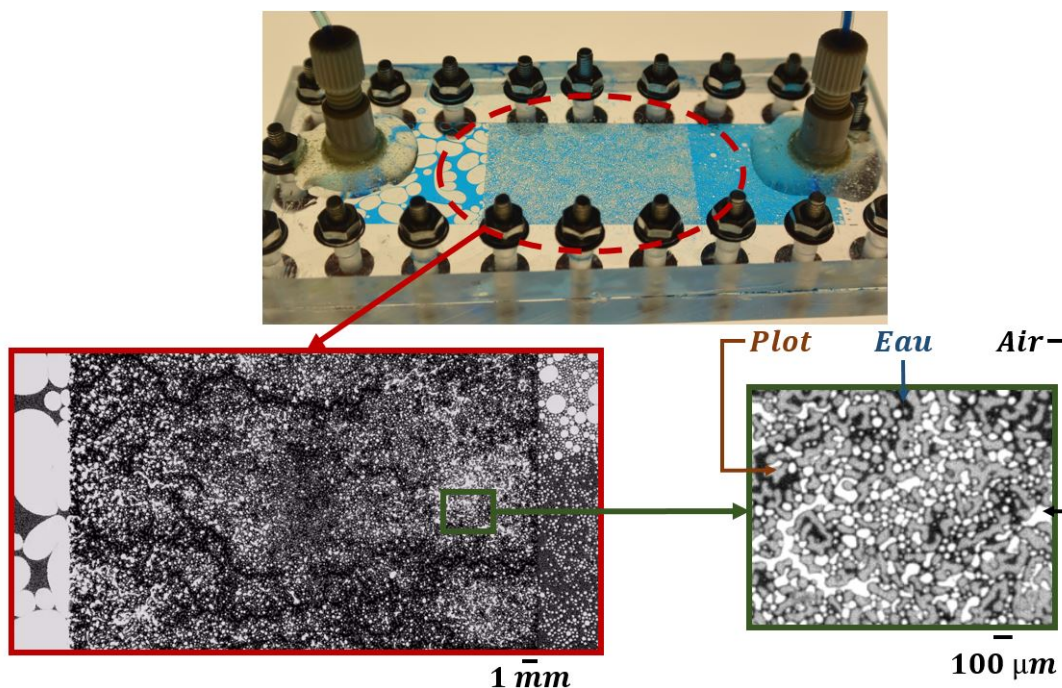


FIGURE A.6 – Photo de la puce en NOA A81 ainsi que l'écoulement de la mousse à l'intérieur du système.

Il ne reste plus qu'à faire un collage mécanique de ces deux ensembles par vissage. Cela permet de plaquer les deux surfaces et d'assurer l'étanchéité de la puce. Il ne reste plus qu'à coller les connectiques en entrée et en sortie, sur des trous préalablement percés sur le capot.

Nous obtenons alors une puce microfluidique de même type que sur la figure A.6, capable de résister à une pression de 4-5bars. Les propriétés des parois dans les canaux sont identiques dans toutes les directions (NOA traitée au plasma). La transparence de ce modèle nous permet aussi de faire de l'imagerie.

A.5 Conclusion.

Dans cette annexe, nous avons pu remettre en perspective différentes techniques de microfabrication pratiquées dans le domaine de la microfluidique, que ce soit les étapes de photolithographie, l'utilisation du PDMS très courante dans la fabrication de puce, mais aussi une autre technique moins répandue qu'est l'utilisation de la NOA. Cette dernière a permis de mettre en relief une technique de fabrication moins commune dans le domaine des modèles microfluidiques offrant sur le plan expérimental des caractéristiques remarquables telles que la transparence du milieu, un contrôle de la mouillabilité des parois et surtout une résistance à la pression que nous imposons au sein du micromodèle. Ce dernier point s'avère très avantageux pour les études envisagées par la suite dans notre technique d'injection où une contre-pression imposée en sortie de système aura un rôle majeur quant à la stabilité des vitesses de bulles.

Annexe B

Elaboration de solutions de tensio-actifs.

B.1 Présentation des différents tensio-actifs.

Dans cette partie, nous allons nous intéresser à l'élaboration des différentes solutions de tensio-actifs utilisées lors de nos expériences. Ces produits sont issus du groupe *Solvay* et c'est la raison pour laquelle nous ne donnerons aucuns détails sur leur formulation chimique si ce n'est que ces espèces sont amphiphiles et amphotères. Les deux solutions de tensio-actifs utilisées sont le *Surf EOR Foam 5200* et le *CBS*. Ces agents ont pour objectif de générer des mousses plus ou moins stables en présence d'huile suivant les combinaisons comme le souligne les informations fournies dans le tableau B.1.

B.2 Préparation de la solution de tensio-actifs.

Maintenant que les différents tensio-actifs ont été exposés, nous allons détailler la manière dont une solution est préparée :

- Dans un flacon, nous préparons 25g de tensio-actifs *Surf EOR 5200* ou *CBS*.
- Nous y ajoutons 50g d'eau distillée.
- Ensuite nous complétons la solution avec de la saumure (NaCl).

Formulation	Stabilité sans huile	Stabilité avec huile
<i>CBS</i>	~ 3min	< 1min
<i>Surf EOR Foam 5200</i>	~ 4h	~ 1h

TABLE B.1 – Durée de stabilité de mousse suivant les différents tensio-actifs employés.

Solution	[Tensio-actifs] (en g/L)	[NaCl] (en g/L)	[Colorant] (en g/L)
<i>SEF 5200</i>	5	12,5	4
<i>CBS</i>	5	12,5	4

TABLE B.2 – Descriptif de la composition des différentes solutions utilisées pendant la thèse. *SEF 5200* = *Surf EOR Foam 5200*.

T (en °C)	20	22	25	30	35
μ (en mPa.s)	1,31	1,28	1,22	1,18	1,09

TABLE B.3 – Valeurs de viscosité de la solution *Surf EOR Foam 5200* en fonction de la température.

Nous obtenons ainsi des échantillons de tensio-actifs de concentration massique 50g/L qui constitueront la base des solutions de tensio-actifs utilisées dans les expériences au cours de cette thèse.

B.3 Préparation de la solution pour les expériences.

Une fois les solutions de tensio-actifs préparées, il nous faut concevoir le produit final que nous allons utiliser lors de nos expériences. Nous employons alors le protocole suivant :

- Dans une éprouvette graduée de 50mL, mettre 25mL de la solution de tensio-actifs.
- Verser ensuite le contenu dans une fiole jaugée de 500mL, mettre de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge puis mélangez.
- Ajouter 2g de poudre de colorant bleu.
- Verser dans la solution puis mélangez.

Suite aux préparations de ce type, nous obtenons les différentes solutions obtenues dans le tableau B.2. Les différences de composition en tensio-actifs dépendent du protocole détaillé dans la partie précédente.

B.4 Propriétés physiques des solutions.

Nous avons cherché à caractériser les propriétés des solutions préparées en étudiant, dans un premier temps, la viscosité de la solution de *Surf EOR Foam 5200* en fonction de la température de la salle. La viscosité a été mesurée au rhéomètre en faisant varier la température sur toute une gamme. Les mesures sont réunies dans le tableau B.3.

Solution	T (en °C)	γ_{ea} (en mN.m ⁻¹)	γ_{eh} (en mN.m ⁻¹)	γ_{ah} (en mN.m ⁻¹)
<i>SEF 5200</i>	23	33	6	27
<i>CBS</i>	23	53	23	27

TABLE B.4 – Tension de surface des différentes solutions. *SEF 5200* = *Surf EOR Foam 5200*.

Puis, nous avons évalué les valeurs des différentes tensions de surface mis en jeu lors des différentes expériences de la thèse. La technique utilisée est celle de la goutte pendant, permettant de rassembler les données pour le *Surf EOR Foam 5200* et le *CBS* dans le tableau B.4.

Bibliographie

- [1] <https://fr.wikipedia.org/wiki/p%C3%A9trole>.
- [2] H. C. Lau and S. M. O'Brien. Effects of spreading and nonspreading oils on foam propagation through porous media. *SPE*, 1988.
- [3] <https://fr.wikipedia.org/wiki/peau>.
- [4] <http://cerig.pagora.grenoble-inp.fr/tutoriel/morphologie-fibres-bois/page05.htm>.
- [5] <https://fr.wikipedia.org/wiki/granite>.
- [6] [https://fr.wikipedia.org/wiki/%C3%89ponge\(objet\)](https://fr.wikipedia.org/wiki/%C3%89ponge(objet)).
- [7] Bwalya Malama, Kristopher L. Kuhlman, and Scott C. James. Core-scale solute transport model selection using Monte Carlo analysis : Model Selection via aic and Structural Misfit Analysis. *Water Resources Research*, 49(6) :3133–3147, June 2013.
- [8] F. Dorai. Etude numérique des chargements, de l'hydrodynamique et de la réactivité dans des réacteurs pilotes à lits fixes. 2015.
- [9] K. Besnard. Modélisation du transport réactif dans les milieux poreux hétérogènes. application au processus d'adsorption cinétique non linéaire. 2003.
- [10] John Banhart. Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams. *Progress in materials Science*, 46(6) :559–632, 2001.
- [11] B. Sandnes, E.G. Flekkøy, H.A. Knudsen, K.J. Måløy, and H. See. Patterns and flow in frictional fluid dynamics. *Nature Communications*, 2 :288, April 2011.
- [12] V. Hourtané. *Écoulement de mousses dans des modèles de milieux poreux*. PhD thesis, 2014.
- [13] Baudouin Gérard, Siân A. Jones, Isabelle Cantat, Benjamin Dollet, and Yves Méheust. The flow of a foam in a two-dimensional porous medium : FOAM FLOW IN A 2-D POROUS MEDIUM. *Water Resources Research*, 52(2) :773–790, February 2016.
- [14] Jarand Gauteplass, Kuldeep Chaudhary, Anthony R. Kovscek, and Martin A. Fernø. Pore-level foam generation and flow for mobility control in fractured systems. *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, 468 :184–192, March 2015.
- [15] Wilhelm Schwieger, Albert Gonche Machoke, Tobias Weissenberger, Amer Inayat, Thangaraj Selvam, Michael Klumpp, and Alexandra Inayat. Hierarchy concepts : classification and preparation strategies for zeolite containing materials with hierarchical porosity. *Chem. Soc. Rev.*, 45(12) :3353–3376, 2016.
- [16] <http://www.chemeor.com/chemical-eor/>.

- [17] <http://www.imperial.ac.uk/earth-science/research/research-groups/perm/research/pore-scale-modelling/micro-ct-images-and-networks/sand-pack-f42b/>.
- [18] Florent Starecki, Sandy Morais, Radwan Chahal, Catherine Boussard-Plédel, Bruno Bureau, Fabien Palencia, Carole Lecoutre, Yves Garrabos, Samuel Marre, and Virginie Nazabal. IR emitting Dy³⁺ doped chalcogenide fibers for in situ CO₂ monitoring in high pressure microsystems. *International Journal of Greenhouse Gas Control*, 55 :36–41, December 2016.
- [19] Bertrand Levaché, Ammar Azioune, Maurice Bourrel, Vincent Studer, and Denis Bartolo. Engineering the surface properties of microfluidic stickers. *Lab on a Chip*, 12(17) :3028–3031, 2012.
- [20] Luc Petit Etienne Guyon, Jean-Pierre Hulin. *Hydrodynamique physique*. Savoirs Actuels, 3e edition, Septembre 2012.
- [21] Niels Asger Mortensen, Fridolin Okkels, and Henrik Bruus. Reexamination of Hagen-Poiseuille flow : Shape dependence of the hydraulic resistance in microchannels. *Physical Review E*, 71(5), May 2005.
- [22] *Essentials of multiphase flow and transport in porous media*. Wiley, 2008.
- [23] Xiaohu Yang, Tian Jian Lu, and Tongbeum Kim. An analytical model for permeability of isotropic porous media. *Physics Letters A*, 378(30-31) :2308–2311, June 2014.
- [24] G. L. Stegemeier. Shell Development Company. *Improved Oil Recovery by Surfactant and Polymer Flooding*, page 55, 2012.
- [25] Se E. Buckley, M.Ci Leverett, and others. Mechanism of fluid displacement in sands. *Transactions of the AIME*, 146(01) :107–116, 1942.
- [26] P.-S. Laplace. *Oeuvres complètes de Laplace*. 1835.
- [27] T. Young. *Philosophical transactions of the royal society of london*. •, 1805.
- [28] Christophe Cottin, Hugues Bodiguel, and Annie Colin. Drainage in two-dimensional porous media : From capillary fingering to viscous flow. *Physical Review E*, 82(4), October 2010.
- [29] J. F. Willemsen D. Wilkinson. Invasion percolation : a new form of percolation theory. *Journal of Physics A : Mathematical and General*, 1983.
- [30] P. G. Saffman and G. Taylor. The Penetration of a Fluid into a Porous Medium or Hele-Shaw Cell Containing a More Viscous Liquid. *Proceedings of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 245(1242) :312–329, June 1958.
- [31] T. Young. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London*, 1805.
- [32] P. Tabeling, G. Zocchi, and A. Libchaber. An experimental study of the Saffman-Taylor instability. *Journal of Fluid Mechanics*, 177 :67–82, 1987.
- [33] C. Chevalier, A. Lindner, and E. Clément. Destabilization of a Saffman-Taylor Fingering Pattern in a Granular Suspension. *Physical Review Letters*, 99(17), October 2007.
- [34] Grunde Løvoll, Yves Méheust, Renaud Toussaint, Jean Schmittbuhl, and Knut Jørgen Måløy. Growth activity during fingering in a porous Hele-Shaw cell. *Physical Review E*, 70(2), August 2004.

- [35] George M. Homsy. Viscous fingering in porous media. *Annual review of fluid mechanics*, 19(1) :271–311, 1987.
- [36] Lincoln Paterson. Diffusion-limited aggregation and two-fluid displacements in porous media. *Physical review letters*, 52(18) :1621, 1984.
- [37] Roland Lenormand, Eric Touboul, and Cesar Zarcone. Numerical models and experiments on immiscible displacements in porous media. *Journal of Fluid Mechanics*, 189(-1) :165, April 1988.
- [38] Lenormand. Liquids in porous media. *J. Phys. Condens. Matter*, 2 :79–88, 1990.
- [39] M. Dubé M. Alava and M. Rost. Imbibition in disordered media. *Advances in physics.*, 53(2) :83–175, 2004.
- [40] L. Minssieux and others. Oil displacement by foams in relation to their physical properties in porous media. *Journal of Petroleum Technology*, 26(01) :100–108, 1974.
- [41] R. Höhler O. Pitois F. Rouyer I. Cantat S. Cohen-Addad A. Saint James F. Elias, F. Graner. *Les mousses : Structure et dynamique*. Belin, 2010.
- [42] Anne-Laure Biance, Aline Delbos, and Olivier Pitois. How Topological Rearrangements and Liquid Fraction Control Liquid Foam Stability. *Physical Review Letters*, 106(6), February 2011.
- [43] V. Carrier and A. Colin. Coalescence in Draining Foams. *Langmuir*, 19(11) :4535–4538, May 2003.
- [44] A. R. Kovscek and C. J. Radke. Fundamentals of foam transport in porous media, 1993.
- [45] T. J. Peña, M. S. Carvalho, and V. Alvarado. Snap-off of a liquid drop immersed in another liquid flowing through a constricted capillary. *AIChE Journal*, 55(8) :1993–1999, August 2009.
- [46] J. G. Roof and others. Snap-off of oil droplets in water-wet pores. *Society of Petroleum Engineers Journal*, 10(01) :85–90, 1970.
- [47] P. A. Gauglitz and C. J. Radke. Dynamics of Haines jumps for compressible bubbles in constricted capillaries. *AIChE journal*, 35(2) :230–240, 1989.
- [48] P.A Gauglitz and C. J. Radke. The dynamics of liquid film breakup in constricted cylindrical capillaries. *Journal of Colloid and Interface Science*, 1989.
- [49] Haihu Liu and Yonghao Zhang. Droplet formation in a T-shaped microfluidic junction. *Journal of Applied Physics*, 106(3) :034906, 2009.
- [50] Shazia Bashir, Julia M. Rees, and William B. Zimmerman. Simulations of microfluidic droplet formation using the two-phase level set method. *Chemical Engineering Science*, 66(20) :4733–4741, October 2011.
- [51] Volkert van Steijn, Michiel T. Kreutzer, and Chris R. Kleijn. -PIV study of the formation of segmented flow in microfluidic T-junctions. *Chemical Engineering Science*, 62(24) :7505–7514, December 2007.
- [52] Pierre Guillot, Annie Colin, and Armand Ajdari. Stability of a jet in confined pressure-driven biphasic flows at low Reynolds number in various geometries. *Physical Review E*, 78(1), July 2008.

- [53] Pierre Guillot, Annie Colin, Andrew S. Utada, and Armand Ajdari. Stability of a Jet in Confined Pressure-Driven Biphasic Flows at Low Reynolds Numbers. *Physical Review Letters*, 99(10), September 2007.
- [54] Pierre Guillot and Annie Colin. Stability of parallel flows in a microchannel after a T junction. *Physical Review E*, 72(6), December 2005.
- [55] Piotr Garstecki, Michael J. Fuerstman, Howard A. Stone, and George M. Whitesides. Formation of droplets and bubbles in a microfluidic T-junction—scaling and mechanism of break-up. *Lab on a Chip*, 6(3) :437, 2006.
- [56] Jun Yue, Lingai Luo, Yves Gonthier, Guangwen Chen, and Quan Yuan. An experimental investigation of gas–liquid two-phase flow in single microchannel contactors. *Chemical Engineering Science*, 63(16) :4189–4202, August 2008.
- [57] Renqiang Xiong and Jacob N. Chung. Bubble generation and transport in a microfluidic device with high aspect ratio. *Experimental Thermal and Fluid Science*, 33(8) :1156–1162, November 2009.
- [58] Yuanhai Su, Guangwen Chen, and Quan Yuan. Effect of Viscosity on the Hydrodynamics of Liquid Processes in Microchannels. *Chemical Engineering & Technology*, 37(3) :427–434, March 2014.
- [59] J.-F. Argillier B. Herzhaft Y. Pesson N. Pannacci N. Quennouz, M. Ryba. Microfluidic study of foams flow for enhanced oil recovery (eor). *Oil & Gas Science and Technology – Revue d’IFP Energies nouvelles*, 69(3) :457–466, May 2014.
- [60] S. van der Graaf, M.L.J. Steegmans, R.G.M. van der Sman, C.G.P.H. Schroën, and R.M. Boom. Droplet formation in a T-shaped microchannel junction : A model system for membrane emulsification. *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, 266(1-3) :106–116, September 2005.
- [61] Mario De Menech. Modeling of droplet breakup in a microfluidic T-shaped junction with a phase-field model. *Physical Review E*, 73(3), March 2006.
- [62] A. M. Leshansky and L. M. Pismen. Breakup of drops in a microfluidic T junction. *Physics of Fluids*, 21(2) :023303, 2009.
- [63] Marie-Caroline JULLIEN, MUI CHING M.-J. TSANG, C. COHEN, L. MENETRIER, P. TABELING, and others. Brisure de gouttes dans une jonction en T à faible nombre capillaire. 2011.
- [64] H. G. Gomma and R. Sabouni. Interfacial phenomena and droplet size of particle stabilized emulsions in oscillatory shear. *AIChE Journal*, 62(8) :2902–2911, August 2016.
- [65] R.A. Williams S.J. Peng. Controlled production of emulsions using a crossflow membrane. *TransIChemE*, 1998.
- [66] Simon M. Joscelyne and Gun Träg\`a ardh. Membrane emulsification—a literature review. *Journal of Membrane Science*, 169(1) :107–117, 2000.
- [67] R.G.M. van der Padt R.M. Boom A.J. Abrahamse, R. van Lierop. Analysis of droplet formation and interaction during cross-flow membrane emulsification. *Journal of Membrane Science*, 2002.
- [68] Helmar Schubert Goran T. Vladislavljevic. Preparation and analysis of oil-in-water emulsions with a narrow droplet size distribution using shirasu-porous-glass (spg) membrane. *Desalination*, 2002.

- [69] Goran T. Vladislavljević, Uwe Lambrich, Mitsutoshi Nakajima, and Helmar Schubert. Production of O/W emulsions using SPG membranes, ceramic -aluminium oxide membranes, microfluidizer and a silicon microchannel plate—a comparative study. *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, 232(2-3) :199–207, January 2004.
- [70] Jianjia Yu, Munawar Khalil, Ning Liu, and Robert Lee. Effect of particle hydrophobicity on CO₂ foam generation and foam flow behavior in porous media. *Fuel*, 126 :104–108, June 2014.
- [71] G Vladislavljevic, M Shimizu, and T Nakashima. Preparation of monodisperse multiple emulsions at high production rates by multi-stage premix membrane emulsification. *Journal of Membrane Science*, 244(1-2) :97–106, November 2004.
- [72] S.-I. Nakao S.-H. Park, T. Yamaguchi. Transport mechanism of deformable droplets in microfiltration of emulsions. *Physical Review Letters*, 56, 2001.
- [73] H. Schubert G.T. Vladislavljevic. Influence of process parameters on droplet size distribution in spg membrane emulsification and stability of prepared emulsion droplet. *Journal of Membrane Science*, 2003.
- [74] Baudouin Géraud, Yves Méheust, Isabelle Cantat, and Benjamin Dollet. Lamella Division in a Foam Flowing through a Two-Dimensional Porous Medium : A Model Fragmentation Process. *Physical Review Letters*, 118(9), March 2017.
- [75] M. Gholam Samani, A. Haghighi Asl, J. Safdari, and M. Torab-Mostaedi. Drop size distribution and mean drop size in a pulsed packed extraction column. *Chemical Engineering Research and Design*, 90(12) :2148–2154, December 2012.
- [76] R. W. Aul and W. L. Olbricht. Coalescence of freely suspended liquid drops in flow through a small pore. *Journal of colloid and interface science*, 145(2) :478–492, 1991.
- [77] Lars E. Nonnekes, Simon J. Cox, and William R. Rossen. Effect of Gas Diffusion on Mobility of Foam for Enhanced Oil Recovery. *Transport in Porous Media*, 106(3) :669–689, February 2015.
- [78] Mao Ilich Romero. Flow of emulsions in porous media. *SPE*, 2013.
- [79] George G. Bernard, L. W. Holm, and others. Effect of foam on permeability of porous media to gas. *Society of Petroleum Engineers Journal*, 4(03) :267–274, 1964.
- [80] Isao Kobayashi, Mitsutoshi Nakajima, and Sukekuni Mukataka. Preparation characteristics of oil-in-water emulsions using differently charged surfactants in straight-through microchannel emulsification. *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, 229(1-3) :33–41, November 2003.
- [81] Z. I. Khatib, G. J. Hirasaki, and A. H. Falls. Effects of capillary pressure on coalescence and phase mobilities in foams flowing through porous media. *SPE*, 1988.
- [82] G. J. Hirasaki, J. B. Lawson, and others. Mechanisms of foam flow in porous media : apparent viscosity in smooth capillaries. *Society of Petroleum Engineers Journal*, 25(02) :176–190, 1985.
- [83] R. Farajzadeh, M. Lotfollahi, A. A. Eftekhari, W. R. Rossen, and G. J. H. Hirasaki. Effect of Permeability on Implicit-Texture Foam Model Parameters and the Limiting Capillary Pressure. *Energy & Fuels*, 29(5) :3011–3018, May 2015.

- [84] K. Ma, R. Farajzadeh, J. L. Lopez Salinas, C. A. Miller, S. L. Biswal, and G. J. Hirasaki. Non-uniqueness, numerical artifacts, and parameter sensitivity in simulating steady-state and transient foam flow through porous media. *Springer*, 2014.
- [85] Kofi Osei-Bonsu, Nima Shokri, and Paul Grassia. Fundamental investigation of foam flow in a liquid-filled Hele-Shaw cell. *Journal of Colloid and Interface Science*, 462 :288–296, January 2016.
- [86] S. S. Marsden, M. Aime, and S. A. Khan. The flow of foam through short porous media and apparent viscosity measurements. *SPE*, 1986.
- [87] A. C. Uzoigwe, S. S. Marsden Jr, and others. Emulsion rheology and flow through unconsolidated synthetic porous media. In *Fall Meeting of the Society of Petroleum Engineers of AIME*. Society of Petroleum Engineers, 1970.
- [88] W. R. Rossen, Z. H. Zhou, C. K. Mamun, and others. Modeling foam mobility in porous media. *SPE Advanced Technology Series*, 3(01) :146–153, 1995.
- [89] J. M. Alvarez, H. J. Rivas, and W. R. Rossen. Unified model for steady-state foam behaviour at high and low foam qualities. *SPE*, 2001.
- [90] W. T. Osterloh, M. J. Jante Jr, and others. Effects of gas and liquid velocity on steady-state foam flow at high temperature. In *SPE/DOE Enhanced Oil Recovery Symposium*. Society of Petroleum Engineers, 1992.
- [91] F. P. Bretherton. The motion of long bubbles in tubes. *Journal of Fluid Mechanics*, 10(02) :166–188, 1961.
- [92] Michael J. Fuerstman, Ann Lai, Meghan E. Thurlow, Sergey S. Shevkoplyas, Howard A. Stone, and George M. Whitesides. The pressure drop along rectangular microchannels containing bubbles. *Lab on a Chip*, 7(11) :1479, 2007.
- [93] Harris Wong, C. J. Radke, and S. Morris. The motion of long bubbles in polygonal capillaries. Part 1. Thin films. *Journal of Fluid Mechanics*, 292 :71–94, 1995.
- [94] Harris Wong, C. J. Radke, and S. Morris. The motion of long bubbles in polygonal capillaries. Part 2. Drag, fluid pressure and fluid flow. *Journal of Fluid Mechanics*, 292 :95–110, 1995.
- [95] David Quéré Pierre-Gilles de Gennes, Françoise Brochart-Wyart. *Gouttes, bulles, perles et ondes*. Belin, Novembre 2005.
- [96] I Cantat, N Kern, and R Delannay. Dissipation in foam flowing through narrow channels. *Europhysics Letters (EPL)*, 65(5) :726–732, March 2004.
- [97] E Terriac, J Etrillard, and I Cantat. Viscous force exerted on a foam at a solid boundary : Influence of the liquid fraction and of the bubble size. *Europhysics Letters (EPL)*, 74(5) :909–915, June 2006.
- [98] Benjamin Dollet and Isabelle Cantat. Deformation of soap films pushed through tubes at high velocity. *Journal of Fluid Mechanics*, 652 :529–539, June 2010.
- [99] Isabelle Cantat and Benjamin Dollet. Liquid films with high surface modulus moving in tubes : dynamic wetting film and jumpy motion. *Soft Matter*, 8(30) :7790, 2012.
- [100] Isabelle Cantat. Liquid meniscus friction on a wet plate : Bubbles, lamellae, and foams. *Physics of Fluids*, 25(3) :031303, March 2013.
- [101] W. L. Olbricht and L. G. Leal. The creeping motion of immiscible drops through a converging/diverging tube. *Journal of fluid mechanics*, 134 :329–355, 1983.

- [102] D. R. Graham and J. J. L. Higdon. Oscillatory flow of droplets in capillary tubes. Part 1. Straight tubes. *Journal of Fluid Mechanics*, 425 :31–53, 2000.
- [103] D. R. Graham and J. J. L. Higdon. Oscillatory flow of droplets in capillary tubes. Part 2. Constricted tubes. *Journal of Fluid Mechanics*, 425 :55–77, 2000.
- [104] G.-Q. Tang and A. R. Kovscek. Trapped Gas Fraction During Steady-State Foam Flow. *Transport in Porous Media*, 65(2) :287–307, November 2006.
- [105] H. Soo and C. J. Radke. A filtration model for the flow of dilute, stable emulsions in porous media—I. Theory. *Chemical Engineering Science*, 41(2) :263–272, 1986.
- [106] H. Soo, M. C. Williams, and C. J. Radke. A filtration model for the flow of dilute, stable emulsions in porous media—II. Parameter evaluation and estimation. *Chemical Engineering Science*, 41(2) :273–281, 1986.
- [107] Hwaili Soo and Clayton J. Radke. Flow mechanism of dilute, stable emulsions in porous media. *Industrial & engineering chemistry fundamentals*, 23(3) :342–347, 1984.
- [108] Sunil L. Kokal, Brij B. Maini, and Roy Woo. Flow of Emulsions in Porous Media. In Laurier L. Schramm, editor, *Emulsions*, volume 231, pages 219–262. American Chemical Society, Washington, DC, May 1992.
- [109] Q. P. Nguyen. Effect of trapped foam on gas tracer diffusion in a visual microflow model. *SPE*, 2002.
- [110] Franziska Moebius and Dani Or. Interfacial jumps and pressure bursts during fluid displacement in interacting irregular capillaries. *Journal of Colloid and Interface Science*, 377(1) :406–415, July 2012.
- [111] Devereux. Emulsion Flow in Porous Solids : a flow model. *The Chemical Engineering Journal*, 1974.
- [112] Owen F. Devereux. Emulsion flow in porous solids : II. experiments with a crude oil-in-water emulsion in porous sandstone. *The Chemical Engineering Journal*, 7(2) :129–136, 1974.
- [113] Jan Stark and Michael Manga. The motion of long bubbles in a network of tubes. *Transport in Porous Media*, 40(2) :201–218, 2000.
- [114] Virginie Hourtane, Hugues Bodiguel, and Annie Colin. Dense bubble traffic in microfluidic loops : Selection rules and clogging. *Physical Review E*, 93(3), March 2016.
- [115] Kun Ma, Rachel Liontas, Charles A. Conn, George J. Hirasaki, and Sibani Lisa Biswal. Visualization of improved sweep with foam in heterogeneous porous media using microfluidics. *Soft Matter*, 8(41) :10669, 2012.
- [116] Charles A. Conn, Kun Ma, George J. Hirasaki, and Sibani Lisa Biswal. Visualizing oil displacement with foam in a microfluidic device with permeability contrast. *Lab Chip*, 14(20) :3968–3977, July 2014.
- [117] R. Farajzadeh, A. Andrianov, R. Krastev, G.J. Hirasaki, and W.R. Rossen. Foam–oil interaction in porous media : Implications for foam assisted enhanced oil recovery. *Advances in Colloid and Interface Science*, 183-184 :1–13, November 2012.
- [118] V. Bergeron and C. J. Radke. Disjoining pressure and stratification in asymmetric thin-liquid films. *Colloid and Polymer Science*, 273(2) :165–174, 1995.

- [119] Nikolai D. Denkov. Mechanisms of Foam Destruction by Oil-Based Antifoams. *Langmuir*, 20(22) :9463–9505, October 2004.
- [120] Nikolai D. Denkov, Vivek Subramanian, Daniel Gurovich, and Alex Lips. Wall slip and viscous dissipation in sheared foams : Effect of surface mobility. *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, 263(1-3) :129–145, August 2005.
- [121] Nikolai D. Denkov, Slavka Tcholakova, Konstantin Golemanov, Vivek Subramanian, and Alex Lips. Foam–wall friction : Effect of air volume fraction for tangentially immobile bubble surface. *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, 282-283 :329–347, July 2006.
- [122] Nikolai D. Denkov, Slavka Tcholakova, Konstantin Golemanov, K. P. Ananthpadmanabhan, and Alex Lips. The role of surfactant type and bubble surface mobility in foam rheology. *Soft Matter*, 5(18) :3389, 2009.
- [123] Camille Duprat, Jeffrey M. Aristoff, and Howard A. Stone. Dynamics of elastocapillary rise. *Journal of Fluid Mechanics*, 679 :641–654, July 2011.
- [124] Jens Eggers, John R. Lister, and Howard A. Stone. Coalescence of liquid drops. *Journal of Fluid Mechanics*, 401 :293–310, December 1999.
- [125] Marc Fermigier and Patrice Jenffer. An experimental investigation of the dynamic contact angle in liquid-liquid systems. *Journal of colloid and interface science*, 146(1) :226–241, 1991.
- [126] K Feitosa, S Marze, A Saint-Jalmes, and D J Durian. Electrical conductivity of dispersions : from dry foams to dilute suspensions. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 17(41) :6301–6305, October 2005.
- [127] JGEM Fraaije and A. M. Cazabat. Dynamics of spreading on a liquid substrate. *Journal of colloid and interface science*, 133(2) :452–460, 1989.
- [128] Alexander L. Frenkel and David Halpern. Stokes-flow instability due to interfacial surfactant. *Physics of Fluids*, 14(7) :L45, 2002.
- [129] Peter R. Garrett. Preliminary considerations concerning the stability of a liquid heterogeneity in a plane-parallel liquid film. *Journal of colloid and interface science*, 76(2) :587–590, 1980.
- [130] Alexander K. Epstein, Tak-Sing Wong, Rebecca A. Belisle, Emily Marie Boggs, and Joanna Aizenberg. Liquid-infused structured surfaces with exceptional anti-biofouling performance. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 109(33) :13182–13187, 2012.
- [131] Satoshi Shibuichi, Tomohiro Onda, Naoki Satoh, and Kaoru Tsujii. Super water-repellent surfaces resulting from fractal structure. *The Journal of Physical Chemistry*, 100(50) :19512–19517, 1996.
- [132] C. Raufaste B. Dollet. Rheology of foams. *C.R. Physique*, 15(35) :731–737, 2014.
- [133] W.Glaberson R.J. Donnelly. Experiments on the capillary instability of a liquid jet. *Proc. Roy. Soc. A*, 290(80) :547–556, 1966.
- [134] D.J. Pine D.J. Durian, D.A. Weitz. Multiple light-scattering probes of foam structure and dynamics. *Science*, 252(88) :686–688, 1991.
- [135] P.R. Garrett. Defoaming : Theory and industrial applications. *CRC*, (50), 1992.

- [136] A. D. Nikolov, D. T. Wasan, D. W. Huang, and D. A. Edwards. The effect of oil on foam stability : mechanisms and implications for oil displacement by foam in porous media. *SPE*, 1986.
- [137] Muhammad M. Almajid and Anthony R. Kovscek. Pore-level mechanics of foam generation and coalescence in the presence of oil. *Advances in Colloid and Interface Science*, 233 :65–82, July 2016.
- [138] R. Aveyard, B. P. Binks, P. D. I. Fletcher, T. G. Peck, and C. E. Rutherford. Aspects of aqueous foam stability in the presence of hydrocarbon oils and solid particles. *Advances in colloid and interface science*, 48 :93–120, 1994.
- [139] D. T. Wasan K. Koczko, J. K. Koczono. Mechanisms for antifoaming action in aqueous systems by hydrophobic particles and insoluble liquids. *Journal of colloid and interface science.*, 166 :225–238, 1994.
- [140] William D. Harkins and Aaron Feldman. Films. The spreading of liquids and the spreading coefficient. *Journal of the American Chemical Society*, 44(12) :2665–2685, 1922.
- [141] Nikolai D. Denkov, Philip Cooper, and Jean-Yves Martin. Mechanisms of Action of Mixed SolidLiquid Antifoams. 1. Dynamics of Foam Film Rupture. *Langmuir*, 15(24) :8514–8529, November 1999.
- [142] Nikolai D. Denkov. Mechanisms of Action of Mixed SolidLiquid Antifoams. 2. Stability of Oil Bridges in Foam Films. *Langmuir*, 15(24) :8530–8542, November 1999.
- [143] O. Gassara, F. Douarche, B. Braconnier, and B. Bourbiaux. Calibrating and interpreting implicit-texture models of foam flow through porous media of different permeabilities. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 159 :588–602, November 2017.
- [144] Marta Romano, Max Chabert, Amandine Cuenca, and Hugues Bodiguel. Strong influence of geometrical heterogeneity on drainage in porous media. *Physical Review E*, 84(6), December 2011.
- [145] G F Christopher and S L Anna. Microfluidic methods for generating continuous droplet streams. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 40(19) :R319–R336, October 2007.
- [146] P. Parthiban and S. A. Khan. Filtering microfluidic bubble trains at a symmetric junction. *Lab on a Chip*, 2011.
- [147] Pravien Parthiban and Saif A. Khan. Bistability in droplet traffic at asymmetric microfluidic junctions. *Biomicrofluidics*, 7(4) :044123, July 2013.
- [148] Jun Yue, Evgeny V. Rebrov, and Jaap C. Schouten. Gas–liquid–liquid three-phase flow pattern and pressure drop in a microfluidic chip : similarities with gas–liquid/liquid–liquid flows. *Lab on a Chip*, 14(9) :1632, 2014.
- [149] L. Du. *Rôle des films liquides sur des problèmes de mouillage dynamiques pour des systèmes liquide-liquide*. PhD thesis, 2012.
- [150] Slawomir Jakiela, Sylwia Makulska, Piotr M. Korczyk, and Piotr Garstecki. Speed of flow of individual droplets in microfluidic channels as a function of the capillary number, volume of droplets and contrast of viscosities. *Lab on a Chip*, 11(21) :3603, 2011.

- [151] D. A. Sessoms, M. Belloul, W. Engl, M. Roche, L. Courbin, and P. Panizza. Droplet motion in microfluidic networks : Hydrodynamic interactions and pressure-drop measurements. *Physical Review E*, 80(1), July 2009.
- [152] Quoc P. Nguyen, Alexander V. Alexandrov, Pacelli L. Zitha, Peter K. Currie, and others. Experimental and modeling studies on foam in porous media : a review. In *SPE International Symposium on Formation Damage Control*. Society of Petroleum Engineers, 2000.
- [153] Mohammad Lotfollahi, Rouhi Farajzadeh, Mojdeh Delshad, Abdoljalil Varavei, and William R. Rossen. Comparison of implicit-texture and population-balance foam models. *Journal of Natural Gas Science and Engineering*, 31 :184–197, April 2016.

Résumé :

En récupération assistée du pétrole (EOR), des mousses sont injectées dans des milieux poreux pour améliorer l'efficacité de l'extraction. L'intérêt est d'éviter les digitations visqueuses, la mousse possédant une forte viscosité effective à faible nombre capillaire Ca . Les mousses sont produites par co-injection de gaz et de solutions aqueuses de tensio-actifs. Cette thèse se propose de comprendre les mécanismes de formation et de transport de mousse en milieu poreux à travers un micromodèle hétérogène fabriqué en NOA. Les études de formation de mousse sont envisagées de deux manières. La première consiste à étudier une co-injection de deux fluides dans un milieu poreux grâce à un jet généré au centre du système. Cette expérience nous permet de constater qu'une dispersion des deux phases est visible pour des nombres capillaires d'injection plus grands que 10^{-5} . Une deuxième expérience d'injection directe d'un train de bulles dans un milieu poreux montre que les bulles se divisent jusqu'à atteindre un diamètre proche de la taille des pores, pour des Ca suffisamment importants. Par ailleurs, nous avons étudié les propriétés de transport d'une mousse dans un milieu poreux. Des mesures directes montrent que la pression générée par l'écoulement peut être jusqu'à 3000 fois plus importante que la pression due à de l'eau à même débit d'injection pour $Ca=10^{-6}$. Ce rapport diminue fortement avec le nombre capillaire. Une analyse des chemins parcourus par observation directe souligne que pour des faibles débits relatifs de gaz, seuls quelques chemins sont actifs. Il se trouve cependant qu'une augmentation de Ca ou du débit relatif de gaz conduisent à une homogénéisation du balayage de la mousse dans le milieu. A travers différents modèles de simple canaux droits à section constante ou variable, nous notons que la différence de pression créée par une seule bulle suit la loi de Bretherton en $Ca^{2/3}$. Cependant, la présence de constriction conduit à l'existence d'un seuil en pression en-dessous de $Ca=10^{-4}$, et donne lieu à des écoulements intermittents. Enfin, nous présentons des observations de formation et transport de mousse en présence d'huile. Nous constatons alors que la présence d'huile n'a pas d'impact notable pour la solution de tensio-actifs, que ce soit sur la formation ou le transport.

Abstract :

In enhanced oil recovery (EOR), foams are injected in porous media to improve oil recovery efficiency. The objective is to limit viscous fingering thanks to the high effective viscosity of the foam at low capillary number Ca . Foam is produced by the co-injection of a gas and a solution of surfactants. This thesis focuses on foam formation and transport mechanisms in model porous media using a heterogeneous micromodel made in NOA. Foam formation is studied using two different approaches. The first one consists in studying a co-injection of two fluids thanks to a jet flowing in the center of the system. This experiment shows that the less wetting fluids is dispersed in the other one when the capillary number is higher than 10^{-5} . A second set of experiments is conducted by injected a pre-formed train of big bubbles in model a porous media. The bubbles divide until they reach a diameter of the order of to the pore size, for high enough capillary numbers Ca . Besides, we studied the transport properties of foam in similar model porous media. Direct measurements show that the pressure drop induces by the flow can be at $Ca=10^{-6}$ as high as 3000 times the pressure corresponding to water injected at the same injection flow rate. This ratio decreases with capillary number. An analysis of the preferential paths by direct observations shows that, for low relative gas flow rate, only a few paths are active. However, an increase of the capillary number or if relative gas flow rate leads to a homogenization of the flow in the medium. Thanks to different simple models of straight or wavy channels, we measure that the pressure drop induced by a single bubble is in good agreement with Bretherton's law, and scales as $Ca^{2/3}$. However, in wavy channels the pressure drop due to a single bubble deviates from this prediction and exhibits a plateau at Ca lower than 10^{-4} . In this regime, the motion of the bubble is usually intermittent. Finally, we focus on foam formation and transport properties in presence of oil. Our observations lead to the conclusion that for our setup and surfactant formulations, oil has a negligible influence.