HAL
open science

Mise en suspension de particules immergées par injection de gaz

Clément Picard

To cite this version:

Clément Picard. Mise en suspension de particules immergées par injection de gaz. Matière Molle [cond-mat.soft]. Université de Lyon, 2018. Français. NNT : 2018LYSEN015 . tel-01913963

HAL Id: tel-01913963

https://theses.hal.science/tel-01913963v1

Submitted on 6 Nov 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.

Numéro National de Thèse : 2018LYSEN015

THÈSE de DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE LYON

opéré par

l'École Normale Supérieure de Lyon

École Doctorale N°52
Physique et Astrophysique de Lyon (PHAST)

Spécialité de doctorat : Physique

Soutenue publiquement le 05/07/2018, par :

Clément Picard

Mise en suspension de particules immergées par injection de gaz

---

Devant le jury composé de :

Aussillous, Pascale	MCF	IUSTI, Marseille	Rapporteure
Toussaint, Renaud	DR CNRS	IPG Strasbourg	Rapporteur
Chillà, Francesca	Professeure	LPENSL, ENS de lyon	Examinatrice
Roig, Véronique	Professeure	IMFT, Toulouse	Examinatrice
Matas, Jean-Philippe	Professeur	LMFA, Lyon	Examinateur
Vidal, Valérie	CR CNRS	LPENSL, ENS de lyon	Directrice de thèse

They didn't know it was impossible so they did it
Ils ne savaient pas que c'était impossible, alors ils l'ont fait.

Mark Twain

Remerciements

Ce manuscrit de thèse ne serait pas ce qu'il est sans le soutien et l'appui de très nombreuses personnes que j'ai rencontré, non seulement pendant ces trois années de thèse, mais aussi pendant mes quatre années d'études à l'ENS de Lyon précédant mon doctorat. Je tiens alors à leur adresser à tous, quitte à ce que cela prenne plusieurs pages, les remerciements qu'ils et elles méritent.

Pour commencer, je remercie les deux rapporteurs, Pascale Aussillous et Renaud Toussaint, qui m'ont fait l'honneur de rapporter ma thèse, et qui je l'espère, ont pris du plaisir à la lire. Leurs corrections ont été pertinentes pour parfaire ce dernier.

Je souhaite aussi remercier Francesca Chillà, Véronique Roig et Jean-Philippe Matas de m'avoir fait l'honneur d'accepter de compléter mon jury de thèse et qui je l'espère ont apprécié la soutenance que j'ai prodigué.

Je souhaite remercier avant tout Sylvain Joubaud mon premier directeur de thèse. Ce dernier s'est démené pour me trouver un financement pour mon stage de M2 précédant ma thèse. Il a aussi beaucoup fait et beaucoup travaillé pour que j'obtienne une bourse pour financer ma thèse, il a fait un travail remarquable, et sans lui je ne l'aurais jamais obtenu. Merci beaucoup.

Evidemment, je souhaite remercier grandement Valérie Vidal qui a accepté d'avoir repris la direction de ma thèse à un moment de ma vie où je n'allais pas bien personellement, ce qui a affecté mon travail de thèse. Valérie, tu m'as accordé toute ta confiance et ton soutien infaillible pour m'accompagner jusqu'à la fin de cette aventure. Tu as été d'une grande aide et d'une grande écoute dans cette période difficile. Sans toi et ta bonne humeur, je n'y serais jamais arrivé, et pour toutes ces choses, un grand merci.

De manière plus générale, je souhaite remercier l'ensemble du laboratoire, que ce soit le grand chef, Thierry Dauxois, toujours à l'écoute, l'équipe technique et le secrétariat toujours disponibles et souriants, et l'ensemble des chercheurs. Il règne dans ce laboratoire une bonne ambiance, ce qui permet de se sentir bien dans cet établissement. Au passage, merci Angel pour les matchs de foot.

À présent je vais remercier mes nombreuses rencontres et amis que j'ai eu pendant ces sept années à l'ENS de Lyon. Je m'excuse par avance de la longueur de ces remerciements, mais j'estime que chacun mérite des remerciements personnalisés.

Tout d'abord, je tiens à remercier tout particulièrement Eva Sirantoine pour avoir partagé ma vie pendant mes deux premières années de thèse (et l'année précédente), son simple sourire me donnait

une joie et une pêche d'enfer au quotidien pendant ces deux années. Eva, tu as été mon rayon de soleil pendant ces trois années de vie commune.

Ensuite je tiens à remercier tout particulièrement Matthieu Perrinel. Sans lui j'aurais eu du mal Ã continuer mes études en M2. Il a été d'une grande aide en m'aidant financièrement (mais pas que), en m'avancant certains loyers avant que mes premières payes ne tombent. Un grand merci à toi mon ami, je ne saurais pas comment j'aurais fait sans toi.

Pendant cette troisième année de thèse, ca a été dur à cause de beaucoup de soucis personnels, pendant laquelle j'ai touché le fond comme on dit. Mais il y a quatre personnes qui ont toujours été là pour moi dans cette dure période, et je tiens à les remercier vivement, car sans eux je n'aurais jamais réussi à finir cette thèse. Ainsi je tiens à remercier Samuel Le Fourn. Mon ami, tu as été présent dès le premier jour où j'ai été mal, tu as passé la soiré avec moi, à me soutenir et me réconforter jusqu'à je ne sais pas quelle heure. Tu as été d'une aide précieuse, et tu as continué tout du long et tu es toujours d'une grande aide et de bons conseils, un grand merci à toi. À Clara Roman, alias Winnie. C'est dingue, je ne te connaissais pas au WEI, et tu as été là le samedi soir pour moi. Et quand j'étais à bout, tu as encore été là pour moi à cette soirée en Festive, alors que je ne te connaissais quasiment pas, tu as fait en sorte que j'aille mieux le temps d'une soirée. Tu m'as parlé, réconforter, forcer à danser et rire pour me faire penser à autre chose et ca m'a fait un bien fou. Et au final tu as toujours été disponible pour discuter après et toujours maintenant. Tu m'as été d'un énorme soutien, et j'y ai gagné une amie. Merci pour tout. À Philomène Senez, la "maman" de la coloc'. Tu as fait en sorte de me réconforter et de discuter à n'importe quelle heure de la journée et tu as toujours été d'une grande attention envers moi au quotidien, et de grands conseils. Et tu as été celle qui m'a foutu un bon coup de pied au cul bénéfique pour que j'aille mieux et que je passe à autre chose et c'est grâce à cela que je vais mieux aujourd'hui. Merci pour tout. Et enfin Alex Velou, qui a été présent comme les trois autres, mais surtout là les deux jours où j'ai pété les plombs, où j'ai failli tout foutre en l'air, et où j'aurais pu faire le con. Tu as été présent ces deux jours, tu as tout fait pour me remonter le moral, m'aider à prendre les bonnes décisions, me faire revenir à la raison et m'aider à remonter la pente. Un grand merci à toi. Un grand merci à vous quatre.

De manière moins solenelle, je tiens à remercier les différents colocataires avec qui j'ai vécu pendant ces années. Raphael Poryles, toujours le mot juste, que ce soit pour des discussions sérieuses ou non. Matthieu Perrinel, l'homme le plus fou (dans le bon sens) et le plus gentil de mes colocs, je n'ai jamais vu autant d'énergie de ma vie. Baptiste Busi, et son séjour à Draguignan ainsi que son humour et sa franchise. Benjamin Benti, pour avoir toujours les "bonnes" idées de jeux. Marianne Humblet, pour la partie littéraire et féminine, il y en avait besoin. Eva Sirantoine, pour la vie de couple en commun, qui m'a fait grandement murir. Philomène Senez, la "maman" de la coloc'. Fabio Dogliotti, le Brocketeer. Alex Velou, pour tous ses jeux de mots. Hugo Le Jalu, même si ca a mal démarré, la suite est stylée. Chrysostome, l'homme passionné. Zacharria, monsieur zen et bonne humeur, trop de chill en un seul homme.

Je tiens aussi à remercier ma promo de physique de 2011 : Antoine Pierson, mon président de BDE. Sylvain Lacroix et sa dignité. Valentin Maffeis, qui a été mon ami, et toujours maintenant, toujours là pour moi, tu es l'une de mes meilleures rencontres à l'ENS de Lyon, et souhaite que cela continue.

Hugo Prager, sacré Bill, toujours le mot pour rire. Ann Du crest et Clément Jakimiw, même si ca n'a pas toujours été facile. Arthur Pinon, DJ internet. Gilles Touchagues, Mr Muscle. David Métivier,, Grimaud Pillet et Paul Hennequin pour les deux films bière-pong et le film zic-pong qu'on a tourné, des moments uniques qui resteront dans ma mémoire. Antton Curutchett, Jason Reneuve (même si il est de 2012) et Thomas Gérard les autres réalisateurs du film Zic-Pong. Alexandre Feller, un de mes coéquipiers de bière-pong favoris. Je dois en oublier, mais je les remercie tous.

Mais j'ai rencontré d'autres gens, d'autres promo, et c'est aussi ça l'ENS de Lyon, la rencontre entre plein de gens, de différents endroits et différentes générations : Groliv', pour ces histoires (Maitre de Conf' maintenant...). Valou, pour être Valou. Alex Torz', pour sa "classe". Antonin Lentz, pour son fitness. Robin Frot, mon coéquipier légendaire de bière-pong (20 victoires d'affilée, inoubliable !). Thomas Cometx, mon "beauf" footeux préféré. Grégoire Beaudoire, qui n'a pas à dire ce que je dois faire. Jules Amand, j'ai l'impression de me voir en L3. Arthur Charlet, à qui j'ai pas son temps. Marin, ou Zac' je ne sais plus trop. Antonin Assoun, et ses Gin Fizz. Tim David, qui lache tout pour un bière-pong. Aurore, sa gentillesse et sa franchise. Anissa, et Carlos aussi du coup. Florence, pour la team pénurie. Maurine et les matchs de Hockey. Clémence, pour son sourire toujours enjoué. Typhanie, pour son écoute et sa patience. Sarah, pour les chouettes discussions qu'on a eu. Kajetan, mon fiston. Ronan, qui remplit les frigos. J'en oublie surement, je m'en excuse.

Je voudrais finir les amis par deux personnes : Marc Faris, qui a toujours été présent pour moi, mon frère, avec qui j'ai fait les 400 coups en prépa. Et Christophe Panchout, mon meilleur ami depuis près de 20 ans, longue vie et bonheur à toi et tes enfants.

Je voulais à présent remercier ma famille. Tout d'abord mes parents, Patricia et Bruno, sans lesquels rien n'aurait été possible. Ils m'ont toujours soutenu dans mes études et sans eux je n'en serai pas là. Ils m'ont tout appris, ont tout fait pour moi et mes soeurs, et ont été des parents formidables, peut-être même les meilleurs. En tout cas, je n'aurais pas pu souhaiter meilleurs parents, je vous aime. A mes soeurs, Elise et Lucille. Même si tout n'a pas toujours été rose entre nous, vous êtes mes soeurs adorées, je vous aime aussi. A ma belle-soeur Angélique et à David mon beau-frère que j'adore, je suis heureux de vous compter parmi ma famille. Enfin à mes deux neveux, Nolann et Adam, les deux nouveaux venus.

Je concluerais par remercier à nouveau l'ensemble des gens cités ici, et ceux que j'ai oublié : un grand merci !

Table des matières

Remerciements **iv**

1 Introduction **1**

1.1 Introduction générale 1

1.2 Physique des suspensions 4

1.2.1 Définition 4

1.2.2 Rhéologie globale 4

1.2.3 Rhéologie locale 6

1.2.4 Sédimentation 7

1.2.5 Transport de particules 9

1.2.6 Remontée de bulles 10

1.3 Ecoulement multiphasique à travers un milieu poreux 12

1.3.1 Ecoulement à temps court 12

1.3.2 Ecoulement à temps long 14

1.4 Objectifs de la thèse et plan du manuscrit 17

2 Matériel et méthodes **21**

2.1 Dispositif expérimental 21

2.2 Particules 22

2.3 Protocole expérimental 25

2.4 Méthodes de mesures 27

2.4.1 Variables d'intérêt 27

2.4.2 Taille du lit granulaire (A) 27

2.4.3 Fraction volumique en grains (ϕ_b, ϕ_s) 29

2.4.4 Largeur moyenne des bulles (L_b) 31

2.4.5 Taille de la suspension (L_s) 33

2.4.6 Détection des bulles 33

2.5 Nombres sans dimension 34

3 Mise en suspension en configuration verticale **37**

3.1 Régime stationnaire . . . 38

3.1.1 Existence d'un état stationnaire . . . 38

3.1.2 Taille du lit granulaire A . . . 38

3.1.3 Fraction volumique en grains dans le lit granulaire ϕ_b . . . 39

3.1.4 Fraction volumique en grains dans la suspension ϕ_s . . . 40

3.1.5 Influence des différents paramètres . . . 41

3.1.6 Taille de la suspension (L_s) et des bulles (L_b) . . . 44

3.1.7 Retour sur la calibration . . . 47

3.2 Modèle phénoménologique . . . 48

3.2.1 Sédimentation ($\mathrm{d}N^+$) . . . 50

3.2.2 Entraînement ($\mathrm{d}N^-$) . . . 52

3.2.3 Évolution du nombre de grains $n(t)$ . . . 53

3.2.4 Etat stationnaire . . . 53

3.2.5 Validation et discussion . . . 55

3.2.6 Amélioration du modèle . . . 57

3.3 Etude du régime transitoire . . . 57

3.3.1 Résultats expérimentaux . . . 58

3.3.2 Modèle . . . 59

3.3.3 Dépendance du temps caractéristique . . . 63

3.4 Conclusion . . . 65

4 Influence de la gravité effective **67**

4.1 Régime stationnaire . . . 68

4.1.1 Résultats expérimentaux . . . 68

4.1.2 Entraînement des grains . . . 68

4.1.3 Sédimentation : effet Boycott . . . 69

4.1.4 Influence sur la taille du lit granulaire . . . 72

4.2 Fluctuations et statistiques . . . 74

4.2.1 Premières observations . . . 74

4.2.2 Homogénéité de la suspension . . . 75

4.2.3 Statistiques des bulles . . . 78

4.2.4 Contact entre les phases . . . 87

4.3 Régime oscillant . . . 90

4.3.1 Observations . . . 91

4.3.2 Caractéristiques des oscillations 92
4.3.3 Diagramme des régimes 96
4.4 Conclusion 96

Conclusion et perspectives **99**

Bibliographie **103**

Chapitre 1

Introduction

1.1 Introduction générale **1**
1.2 Physique des suspensions **4**
1.2.1 Définition 4
1.2.2 Rhéologie globale 4
1.2.3 Rhéologie locale 6
1.2.4 Sédimentation 7
1.2.5 Transport de particules 9
1.2.6 Remontée de bulles 10
1.3 Ecoulement multiphasique à travers un milieu poreux **12**
1.3.1 Ecoulement à temps court 12
1.3.2 Ecoulement à temps long 14
1.4 Objectifs de la thèse et plan du manuscrit **17**

1.1 Introduction générale

L'écoulement de gaz à travers différents milieux comme des fluides ou des milieux granulaires tient une place prépondérante dans de nombreux domaines scientifiques, et est toujours activement étudié de nos jours du fait de la complexité de la dynamique et des interactions mises en jeu dans ces processus. En effet, ces écoulements font intervenir plusieurs phases : le gaz et le milieu environnant composé du fluide ou du milieu granulaire (écoulement biphasique) ou d'un milieu granulaire immergé dans un liquide (écoulement triphasique), et les interactions entre ces phases ne sont pas toujours bien comprises.

Afin de contextualiser les objectifs de cette thèse, cette introduction s'attachera à présenter différents domaines scientifiques dans lesquels on retrouve le type d'écoulements présentés ci-dessus, ainsi qu'une synthèse des travaux effectués antérieurement. Enfin, je présenterai les travaux effectués dans cette étude, leur originalité ainsi que leur contribution dans ce domaine.

L'un des domaines dans lesquels ces écoulements sont importants sont les géosciences. Il a été observé l'émission de gaz tels que le méthane ou le dioxyde de carbone, provenant des fonds marins. Des études ont montré que ces émissions pouvaient avoir de forts impacts sur le climat et provoquer des changements climatiques à grande échelle [1]. L'un des impacts du relâchement spontané de

grandes quantités de dioxyde de carbone sur le climat est la perturbation du cycle du carbone [2, 3]. La compréhension de ces phénomènes relève d'un défi majeur quant à la compréhension des brusques changements climatiques et les moyens de réduire leur impact. Si l'émission de gaz provenant de fonds marins a des impacts sur le climat, elle peut en avoir aussi sur la formation de certains reliefs et être la cause de catastrophes géologiques. En effet des gaz, comme le dioxyde de carbone, présents au fond des océans, au sein de sédiments marins, peuvent s'accumuler dans des poches et rester piégés dans ces sédiments. Le relâchement de ces poches de gaz peut provoquer de multiples fissures dans le milieu, mais aussi sa fluidification, le rendant moins stable. Enfin, la remontée de gaz au sein de sédiments peut provoquer la formation de différents reliefs géologiques [4] : les pockmarks, qui sont des cratères formés dans les fonds marins (figure 1.1a) par l'expulsion de fluide provenant des sédiments [5, 6] ; les volcans de boue, provoqués par la remontée de fluide et de boue en surpression provenant de bassins sédimentaires (figure 1.1b) [7–10] ; et dans les mines de diamants, la remontée de fluide amenant en surface la kimberlite (figure 1.1c) [11–14].

Un second domaine de recherche impliquant l'écoulement de gaz dans des milieux granulaires concerne l'activité humaine. Le premier défi technique concerne le stockage et la séquestration de gaz dans les sédiments océaniques. Nous avons vu précédemment que l'on pouvait assister à des phénomènes de remontée de gaz naturel. L'idée est alors d'étudier la stabilité des poches de gaz dans les sédiments afin de stocker des gaz tels que le dioxyde de carbone [15] (figure 1.2a), et empêcher sa remontée ultérieure. Le second enjeu industriel et technique concerne l'extraction de gaz ou de liquide contenu dans des milieux poreux naturels (roches ou sédiments). Les ressources présentes dans ces milieux étant difficile d'accès, plusieurs techniques sont employées. Par exemple, l'"Enhanced Oil Recovery" (EOR) est une technique consistant à injecter un fluide dans le réservoir contenant le liquide que l'on souhaite extraire, comme le pétrole, pour faciliter son extraction [16]. La dernière application industrielle présentée ici concerne le génie chimique et en particulier les réacteurs catalytiques [17, 18]. La catalyse est un procédé chimique qui permet d'accélérer une réaction chimique grâce à un catalyseur, produit qui n'est pas consommé lors de la réaction. Lorsque l'on effectue une réaction avec plusieurs phases en présence, par exemple une réaction gaz-liquide catalysée par un solide, l'objectif principal est d'optimiser les surfaces de contact entre les différentes phases car c'est au niveau de ces surfaces de contact que s'effectue la réaction chimique. L'augmentation des surfaces de contact entre les phases permet alors d'augmenter le rendement de la réaction chimique. Différentes géométries de réacteurs catalytiques sont utilisées en industrie chimique, nous nous intéresserons ici au cas de colonnes à bulles [19] (figure 1.2b). Dans ce type d'écoulements, il a été montré que l'injection de bulles de gaz dans la suspension formée du liquide réactif et du solide catalytique en grains, permet d'augmenter les surfaces de contact entre les différentes phases et donc d'améliorer le rendement de la réaction [20–23].

L'importance de ces différents exemples, relevant de phénomènes naturels ou d'enjeux économiques et industriels, montre la nécessité de quantifier ces phénomènes d'un point de vue fondamental, afin de comprendre les mécanismes mis en jeu dans la dynamique de ces écoulements.

L'objectif de cette thèse est d'étudier la mise en suspension d'un milieu granulaire immergé dans un liquide par injection d'air à la base de ce dernier. Dans ce chapitre d'introduction, je présenterai les différents concepts nécessaires pour comprendre les phénomènes étudiés. Je présenterai ensuite des études fondamentales concernant les écoulements de gaz au travers de liquide et/ou de grains. On distinguera différents écoulements : les écoulements diphasiques qui ont fait l'objet de nombreuses études et les écoulements triphasiques, pour lesquels les études moins nombreuses se focalisent essentiellement

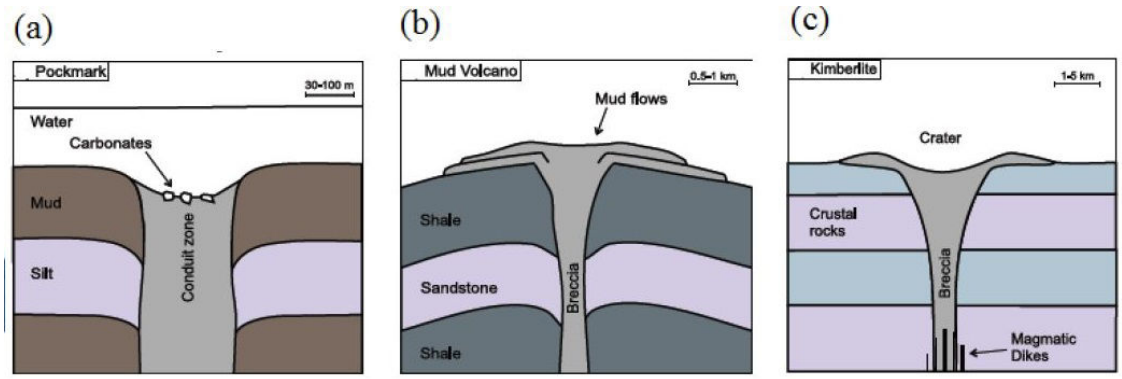

FIGURE 1.1 – Trois exemples de phénomènes naturels impliquant la remontée de gaz dans un milieu granulaire : (a) pockmark, visible sur une échelle de l'ordre de la centaine de mètres ; (b) volcan de boue, visible sur une échelle de l'ordre du kilomètre ; (c) mine de diamants (kimberlite), visible sur une échelle de l'ordre de plusieurs kilomètres. Même si ces trois phénomènes se passent sur des échelles de longueur différentes, on retrouve des caractéristiques communes telles qu'une zone centrale fluide et la formation d'un cratère. Images tirées de [4].

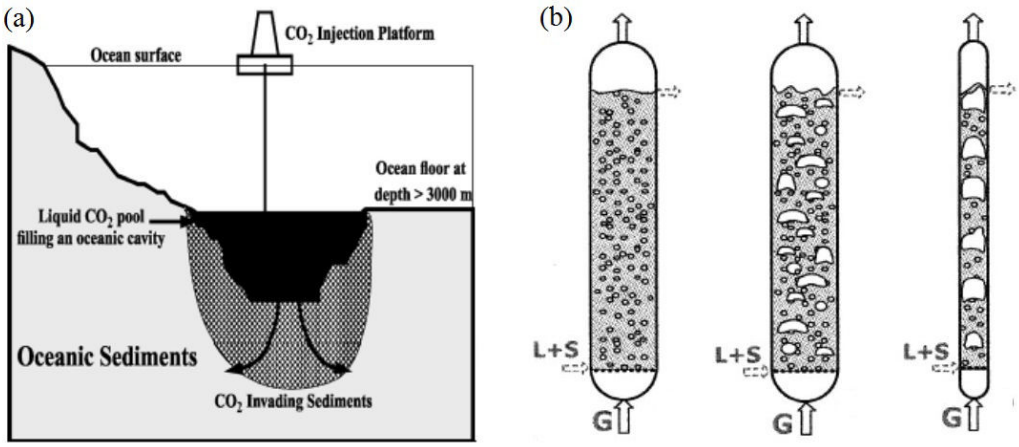

FIGURE 1.2 – (a) Schéma représentant le piégeage de CO_2 par l'Homme dans les sédiments océaniques. Image tirée de [15]. (b) Exemple d'écoulements triphasiques dans un réacteur catalytique utilisé en chimie industrielle une réaction liquide-gaz, en présence d'un réacteur solide (poudre). Image tirée de [19].

sur le cas de particules isodenses ou de particules beaucoup plus denses que le liquide environnant. La présentation des deux derniers cas permettra de faire le lien avec notre étude qui porte sur le cas intermédiaire où les particules ont une densité proche mais supérieure au liquide environnant. Nous nous focaliserons en particulier sur la mise en suspension des particules par la remontée de gaz.

1.2 Physique des suspensions

1.2.1 Définition

La définition d'une suspension peut varier selon les communautés et les travaux effectués [24]. De manière très générale, on peut définir une suspension comme un milieu granulaire immergé dans un liquide, quel que soit le liquide ou les particules composant le milieu granulaire, l'isodensité entre les grains et le fluide environnant n'étant qu'un cas particulier.

Une suspension peut-être formée de divers types de particules. On parle de milieu monodisperse (à l'inverse de polydisperse) lorsque la suspension est formée de particules qui ont toutes les mêmes propriétés (forme, taille, masse volumique...). Cependant, il existe deux grandes catégories de particules qui changent fondamentalement les propriétés d'une suspension : les particules browniennes, et non-browniennes. Les systèmes browniens, comme les suspensions colloïdales, sont des systèmes où l'agitation thermique joue un rôle majeur, contrairement aux systèmes non-browniens qui sont athermiques. De nombreuses études concernant les comportements des suspensions browniennes en terme de rhéologie [25, 26] ou de dynamique [27] ont été effectuées mettant en avant l'importance du nombre de Péclet qui compare les effets de conduction et de convection thermique. Pour les suspensions non-browniennes, les effets thermiques étant négligeables, le nombre de Péclet n'intervient pas, et la rhéologie et le comportement de ce système est bien différente [28].

Outre l'agitation thermique, un second effet peut avoir son importance dans la dynamique des suspensions, la gravité. Il existe dans ce cas deux types de suspensions : les suspensions isodenses, pour lesquelles la densité des grains est la même que la densité du liquide environnant, et les suspensions non-isodenses. Dans ce dernier cas, selon la densité des particules, ces dernières sédimentent ou remontent ("crémage").

1.2.2 Rhéologie globale

Pour comprendre les écoulements dans des milieux granulaires immergés, il s'avère nécessaire de décrire la rhéologie de ces derniers. À la différence d'un fluide, lorsque l'on contraint un milieu granulaire, il n'y a pas de relaxation vers un état homogène après application de la contrainte. Les propriétés rhéologiques des milieux granulaires immergés dépendent donc de leur état initial (homogénéité, fraction volumique en grains ϕ...). La rhéologie des suspensions fait encore aujourd'hui l'objet de nombreuses études tant expérimentales, que théoriques ou numériques. Dans cette partie, nous discuterons des propriétés globales de la rhéologie des suspensions, et notamment leur viscosité effective. Il est à noter que l'ensemble des modèles présentés ici ont été réalisés sur des suspensions isodenses.

L'ensemble de ces modèles se basent sur le principe que le milieu granulaire apporte une autre source de dissipation d'énergie, et on peut considérer la suspension comme un liquide possédant une viscosité effective plus élevée que le liquide environnant. En effet, lorsque l'on cisaille un milieu granulaire immergé, des effets hydrodynamiques augmentent la viscosité effective η de l'ensemble liquide-grains. Le premier modèle a été développé par Einstein en 1905 [29, 30], qui détermine une loi linéaire entre la viscosité effective η et la fraction volumique en grains ϕ valable pour de ssupensions très diluées :

$$\eta = \eta_0(1 + 2.5\phi) \tag{1.1}$$

où η_0 est la viscosité dynamique du liquide immergeant (sans grains). Batchelor a ensuite proposé un développement à l'ordre 2 en ϕ valable pour $\phi \leq 10\%$ [31] :

$$\eta = \eta_0(1 + 2.5\phi + 6.2\phi^2) \tag{1.2}$$

Cependant, plusieurs études expérimentales montrent que la viscosité effective diverge pour une valeur de fraction volumique en grains ϕ_{max}, qui dépend du milieu granulaire. Dans le cas de sphères monodisperses, on trouve cette transition pour des fractions volumiques de l'ordre de 64 %. Cette limite s'explique par le phénomène de "jamming". Lorsque l'on contraint le milieu granulaire, les grains n'étant pas déformables, il y a apparition d'un encombrement stérique qui bloque le milieu et les grains ne peuvent plus bouger entre eux, la viscosité effective du milieu diverge donc. Le premier modèle semi-empirique prenant en compte l'existence du "jamming" est le modèle de Krieger-Dougherty, qui ajuste bien les données expérimentales pour $\phi \leq 40\%$ [32] :

$$\eta = \eta_0 \left(1 - \frac{\phi}{\phi_{max}}\right)^{-2.5\phi_{max}} \tag{1.3}$$

avec ϕ_{max} de l'ordre de 60 %. Pour de faibles valeurs de ϕ, un développement limité permet de retrouver la relation d'Einstein. Des études expérimentales plus récentes [33] mènent à des expressions empiriques qui permettent de décrire la viscosité effective de suspensions dont la fraction volumique peut-être proche de la transition de "jamming" :

$$\eta = \eta_0 \frac{e^{-2.34\phi}}{(1 - \phi/\phi_{max})^3} \tag{1.4}$$

Dans le cas des suspensions denses ($\phi > 40\%$), l'application d'un cisaillement (contrainte tangentielle) sur une suspension provoque la migration des particules dans la suspension. Cette migration entraîne alors l'apparition de contraintes normales et de friction entre les grains, c'est la transition frictionelle [34–36]. L'existence de friction solide entre les grains modifie fortement la rhéologie du milieu [37–39]. En effet, lorsque les particules se meuvent sous cisaillement, il peut y avoir contact et frottement entre ces particules, modifiant alors la réponse du milieu. Dans le cas où la suspension est diluée, donc pour de faibles valeurs de fraction volumique en grains, le contact entre les particules peut-être négligé et le milieu présente une faible viscosité. À l'inverse, pour de fortes concentrations en grains, il est nécessaire de tenir compte de la friction entre les grains, qui fait alors apparaître une augmentation de la viscosité. Cette transition est importante car elle peut modifier la divergence de la viscosité et la valeur ϕ_{max} au "jamming" [38].

Une unification des propriétés rhéologiques des suspensions denses et des milieux granulaires secs basé sur une rhéologie frictionnelle, a été proposée récemment [40]. L'étude s'attache à montrer que la rhéologie globale des milieux granulaires en général (secs ou immergés) peut être caractérisée par deux quantités : la fraction volumique en grains ϕ et le coefficient de friction entre les grains μ, et notamment dans leur évolution avec un nombre adimensionné I. Ce dernier résulte du rapport entre un temps macroscopique basé sur le cisaillement, et un temps de réarrangement qui peut être inertiel ou visqueux, dont l'expression est variable selon les cas (secs ou immergés). L'étude conclue sur la mesure expérimentale de la viscosité effective jusqu'à la transition de "jamming" où l'on observe la divergence de la viscosité (figure 1.3).

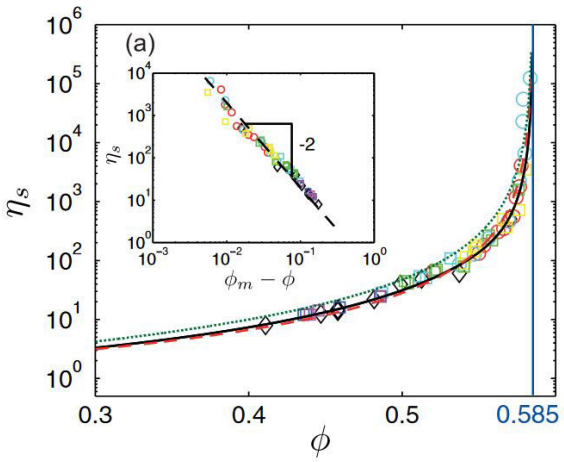

FIGURE 1.3 – Mesure expérimentale de la viscosité effective η_s d'une suspension composée de particules sphériques de polystyrène ($d = 0.58 \pm 0.01$ mm) en fonction de sa fraction volumique en grains ϕ. Insert : Figure en échelle logarithmique. ϕ_m est la valeur de ϕ pour laquelle il y a divergence de η_s. Figure tirée de [40]. On observe une divergence de la viscosité de la suspension dûe à la transition de "jamming". On trouve $\phi_m \leq 64\%$, ce qui montre qu'une suspension initialement plus dense, se dilate sous cisaillement afin d'atteindre l'équilibre.

1.2.3 Rhéologie locale

Les propriétés de rhéologie globale ne suffisent pas à expliquer totalement la physique des suspensions, et des effets locaux peuvent être observés, comme la localisation de l'écoulement pour des valeurs de ϕ proche de 58% [41, 42]. En effet, dans le cas des suspensions denses, en dessous d'un taux de cisaillement critique, à certains endroits une partie de la suspension reste bloquée et ne bouge pas, tandis que le reste de la suspension est affectée par le cisaillement.

Il a été montré que ces effets locaux sont dûs principalement à la migration des particules sous cisaillement, ces dernières migrant vers les zones de faible taux de cisaillement [43, 44]. Dans le cas d'une géométrie confinée on observe que la migration des particules se fait donc vers le centre du tube dans le cas à une dimension ou du canal en deux dimensions [45–51], vers les zones de faible taux de cisaillement donc. Par rapport à l'écoulement d'un fluide simple, pour lequel le profil de vitesse a une forme parabolique (écoulement de Poiseuille [52]), l'inhomogénéité de la suspension dûe à la migration des particules entraîne un changement dans le profil de vitesse [44, 53] (figure 1.4). Le profil est alors plus plat au centre que le profil parabolique, car la présence des particules diminue la vitesse du fluide au centre du canal.

Enfin, un dernier effet est à noter est la perte de réversibilité temporelle de l'écoulement. Contrairement au cas de l'écoulement d'un fluide simple à faible nombre de Reynolds (écoulement de Stokes) [52], lorsque l'on déforme la suspension par cisaillement pendant un certain temps, et ensuite, pendant cette même durée, on applique un cisaillement contraire, le fluide ne revient pas à son état d'origine. La présence des particules entraîne la perte de la réversibilité de l'écoulement [54].

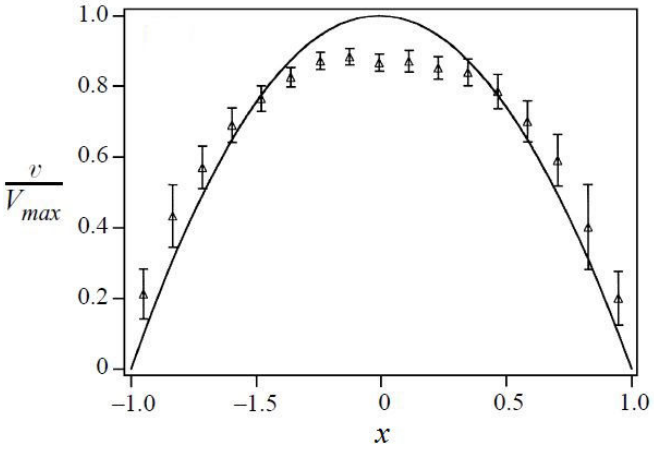

FIGURE 1.4 – Différence entre le profil de vitesse de Poiseuille (trait plein) et le profil de vitesse pour une suspension constituée de billes de polystyrène sphériques ($d = 60 \pm 6\mu$m), mesuré expérimentalement (points), dans une conduite rectangulaire. v/V_{max} est le rapport entre la vitesse du fluide et la vitesse maximum atteint par le régime de Poiseuille et x représente la distance au centre de la conduite. On observe la diminution de vitesse au centre du tube dû à la migration des particules vers le centre. Figure tirée de [49].

1.2.4 Sédimentation

Dans la plupart des cas, naturels ou non, la densité des particules n'est pas la même que celle du liquide, elle est plus élevée. Ainsi, les particules sédimentent dans le liquide, ce qui peut changer les propriétés de la suspension par rapport au cas des suspensions isodenses.

Une particule sphérique de rayon R sédimentant à une vitesse U au sein d'un fluide simple subit deux forces, la poussée d'Archimède F_A, responsable de la remontée, et une force de traînée F qui ralentit la bulle. Dans notre cas, la poussée d'Archimède s'exprime comme

$$F_A = \frac{4}{3}\pi\Delta\rho g R^3 \tag{1.5}$$

où $\Delta\rho$ est la différence de masse volumique entre le liquide environnant et le matériau. L'expression de la force de traînée dépend du régime d'écoulement dans lequel on se trouve. Elle dépend en particulier d'un nombre sans dimension qui compare les effets d'advection et les effets visqueux du fluide appelé le nombre de Reynolds :

$$Re = \frac{\rho_l U R}{\eta} \tag{1.6}$$

où ρ_l est la masse volumique du liquide et η sa viscosité dynamique. Suivant la valeur de ce nombre par rapport à 1, le régime d'écoulement ne sera pas le même et l'expression de la force de traînée sera différente, ainsi nous avons dans le cas d'une sphère solide indéformable :

$$Re \ll 1 \rightarrow F = 6\pi\eta R U \tag{1.7}$$

$$1 \ll Re \ll 100 \rightarrow F = \frac{1}{2}\rho C_d \pi R^2 U^2 \tag{1.8}$$

où C_d est le coefficient de traînée. Dans le cas où $Re \geq 100$, il apparaît des tourbillons dans le sillage des particules et la vitesse est plus difficile à exprimer. Si on se place dans le cas $Re \ll 1$, et en régime établi (le régime transitoire de sédimentation des particules est négligé), on peut obtenir une expression de la vitesse de la particule, appelée vitesse de Stokes, en écrivant que le bilan des forces est nul :

$$U_{Stokes} = \frac{2\Delta\rho g R^2}{9\eta} \tag{1.9}$$

Dans le cas où deux particules sédimentent dans le même fluide, la dynamique du fluide autour d'une particule est influencé par la seconde particule, il y a une interaction hydrodynamique entre les particules, modifiant ainsi la vitesse de sédimentation des deux particules par rapport à la vitesse de Stokes. Il existe de nombreuses études théoriques [55,56] et expérimentales [57,58] portant sur le calcul exact ou la mesure de la vitesse des particules. On note θ_d l'angle entre la verticale et le segment formé à partir des deux centres de la sphère, et r la distance entre ces deux centres. Pour certaines valeurs de θ, il est facile de dériver une expression de la vitesse $U_{doublet}$ des particules [24]

$$\frac{U_{doublet}}{U_{Stokes}} = 1 + \frac{3R}{2r} \quad \text{pour} \quad \theta_d = 0 \tag{1.10}$$

$$\frac{U_{doublet}}{U_{Stokes}} = 1 + \frac{3R}{4r} \quad \text{pour} \quad \theta_d = \pi/2 \tag{1.11}$$

On retrouve pour r tendant vers l'infini la vitesse de Stokes. Pour la vitesse moyenne de sédimentation d'une suspension, le calcul analytique s'avère impossible car il y a trop d'interactions à prendre en compte. Des études expérimentales ont été effectuées pour étudier la sédimentation d'une suspension [59, 60]. Richardson et Zaki ont ainsi proposé en 1954 une correction empirique à la vitesse de Stokes pour évaluer la vitesse moyenne de sédimentation d'une suspension [61], qui ajuste bien les données expérimentales :

$$U_s = (1-\phi)^5 U_{Stokes} \tag{1.12}$$

Il est à noter que cette relation devient fausse lorsqu'on s'approche de la transition de "jamming" à cause de la divergence de la viscosité évoquée précédemment.

Dans le cadre de l'étude des écoulements granulaires, une généralisation de la loi $\mu(I)$ a été proposée [62, 63]. Elle permet de prédire la friction effective de l'écoulement, et donc la viscosité effective du système grains-liquide. Ce modèle permet de décrire aussi bien la rhéologie des suspensions que celle des lits granulaires secs et immergées, et permet d'unifier les écoulements granulaires et les suspensions en général au cas de particules sédimentant dans le fluide.

Cependant, il est à noter que le front de sédimentation des particules peut subir des instabilités, et l'interface entre les grains sédimentant et le fluide environnant n'est plus horizontale et former différents motifs tels que des doigts de sédimentation [64]. Cet instabilité s'apparente à une instabilité de Rayleigh-Taylor lorsqu'un fluide de plus grande densité s'écoule dans un fluide de plus faible densité [65, 66]. De nombreuses études expérimentales et simulations ont montré l'existence de différents motifs de sédimentation des grains [67–69]. L'étude de ces instabilités est aussi intéressante dans le cadre du

mélange d'un milieu granulaire lors de sa sédimentation dans un fluide. En effet, plusieurs études se sont attardées sur le mélange provoqué par l'instabilité de Rayleigh-Taylor [70] et notamment l'effet de la compressibilité du fluide environnant ainsi que de sa viscosité [71]. Il apparaît alors que la viscosité du fluide joue un rôle bien plus important dans la formation des motifs et dans le mélange, que la compressibilité du fluide.

La gravité joue donc un rôle important dans la physique des suspensions. Dans cette thèse, nous regarderons l'effet de la gravité effective sur nos écoulements, en géométrie confinée, en inclinant la cellule. En 1920, Boycott a observé sur des globules rouges immergées dans de l'eau, dans un tube à essai que, de manière contre-intuitive, lorsque l'on incline les tubes, les globules sédimentent beaucoup plus rapidement que lorsque l'on laisse le tube à la verticale [72]. En premier lieu, cette observation peut paraître étonnante et contre-intuitive, car lorsque l'on penche le tube, la gravité effective diminue. Cet effet a aussi été ausi observé dans d'autres géométries [73–75] ainsi que sur des particules colloidales [76, 77]. Des modèles existent pour quantifier cet effet et seront développés dans le chapitre 4 [78, 79]. L'effet Boycott fût et fait encore aujourd'hui l'objet de nombreux travaux tant expérimentaux [74] que numériques [80].

1.2.5 Transport de particules

Dans cette partie, nous discuterons du transport des particules dans la suspension par le biais du fluide environnant, dans le cas non-isodense. C'est un phénomène que l'on retrouve dans beaucoup de processus naturels, comme la formation du lit des rivières [81, 82] ou le transport de sédiments marins [63].

Nous nous intéressons dans un premier temps au cas le plus simple qui est l'invasion de fluide dans un milieu poreux rigide. Un milieu poreux rigide est constitué d'une matrice solide avec un réseau de pores dans lesquels le fluide peut s'écouler. Même si la description de l'écoulement de fluide dans un tube est donné par des équations simples, sa description dans un réseau de pores est difficile, dû à la complexité du réseau. Ce phénomène a été décrit pour la première fois par Darcy [83]. La loi de Darcy permet de relier la vitesse superficielle v du fluide passant dans le milieu poreux, au gradient de pression ∇P entre les deux extrémités du milieu poreux :

$$v = -\frac{k}{\eta}\nabla P \tag{1.13}$$

avec η la viscosité dynamique du fluide (en Pa.s) et k la perméabilité du milieu poreux (en m^2). Dans les études de Darcy, l'expression de ce coefficient k n'est pas détaillé et reste une constante mesuré expérimentalement. Il faut attendre les travaux de Kozeny en 1932 [84], complétés par ceux de Carman en 1939 [85, 86], pour obtenir la loi de Kozeny-Carman, donnant une expression de ce coefficient k en fonction des paramètres du système.

$$k = \frac{\epsilon^3}{KS^2(1-\epsilon)^2} \tag{1.14}$$

avec K la constante de Kozeny (de l'ordre de l'unité) qui tient compte de la forme des pores, ϵ la fraction de vide dans le milieu poreux et S la surface spécifique des particules composant le lit ($\mathrm{m}^2/\mathrm{m}^3$).

Cependant, dans le cas du transport de particules, et dans cette thèse, le milieu poreux n'est

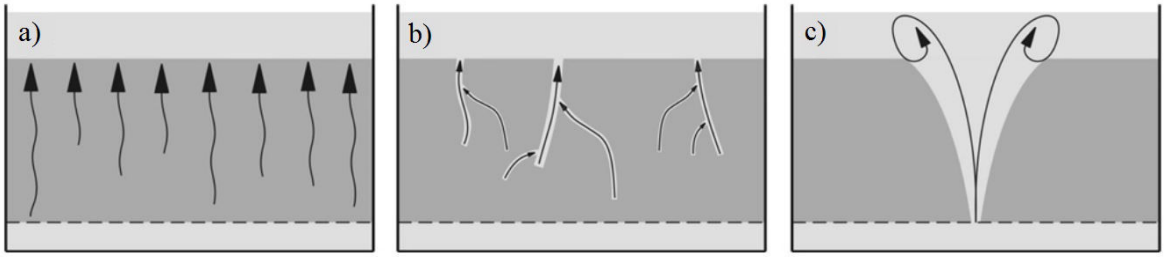

FIGURE 1.5 – Schémas des différents régimes d'écoulement fluide dans un milieu granulaire immergé (sable) dans un cylindre. (a) Ecoulement de type Darcy avec percolation. (b) Formation de micro-canaux dûe au passage de l'air dans le lit granulaire. (c) Fracture du milieu conduisant à la formation d'un cratère au sein du lit granulaire. Image tirée de [87].

pas rigide. C'est le cas d'un milieu granulaire sans contrainte exterieure appliquée, les grains sont libres. La dynamique d'invasion du fluide peut alors être différente et va principalement dépendre du débit de fluide injecté dans le milieu [87, 88]. Lorsque l'on injecte le fluide à faible débit à la base du milieu granulaire, on retrouve une invasion du fluide semblable à un écoulement de Darcy et le milieu granulaire, bien que libre, se comporte comme un milieu poreux rigide (figure 1.5a). Le fluide ne peut déplacer les grains et s'écoule dans les pores entre les grains. Lorsque l'on augmente le débit, le fluide commence à déplacer les grains, et on observe la formation de petits canaux où le fluide s'écoule (figure 1.5b). Enfin, à plus fort débit, le fluide forme un cratère dans le milieu granulaire (figure 1.5c).

Il existe donc des conditions pour lesquelles il y a entraînement et transport des particules. Des études plus quantitatives [89] ont montré que ce phénomène était contrôlé par un nombre sans dimension appelé le nombre de Shield τ^* qui compare la contrainte de frottement du fluide f et le poids des grains immergés :

$$\tau^* = \frac{f}{\Delta\rho g d} \tag{1.15}$$

avec $\Delta\rho$ la différence de densité entre les grains et le fluide et d la taille typique des grains. Il existe une valeur critique du nombre de Shields τ_c^* qui dépend des conditions expérimentales. Pour $\tau^* < \tau_c^*$, le poids des grains est plus élevé que la force d'entraînement des grains, et il n'y a donc pas de transport. Pour avoir un transport des particules par le fluide, il faut que $\tau^* > \tau_c^*$, l'entraînement compense alors le poids des grains, et peuvent donc être transportés par le fluide. Nous y reviendrons dans le chapitre 2, section 2.5.

1.2.6 Remontée de bulles

Nous verrons dans cette thèse que l'entraînement des grains en suspension se fera par l'intermédiaire des bulles de gaz injectées dans le système (chapitre 3, section 3.2.2). Il est donc nécessaire de s'intéresser à la dynamique de remontée de bulles dans un fluide. Dans un premier temps on peut faire le même raisonnement que pour la vitesse de sédimentation d'une particule (section 1.2.4) et conclure que la bulle remonte à la vitesse de Stokes. Cependant, une bulle n'est pas indéformable et les conditions aux limites ne sont pas des conditions de non-glissement. L'approximation la plus simple est celle d'Hadamard-Rybczynski [90] qui consiste à considérer des conditions aux limites de cisaillement nulle.

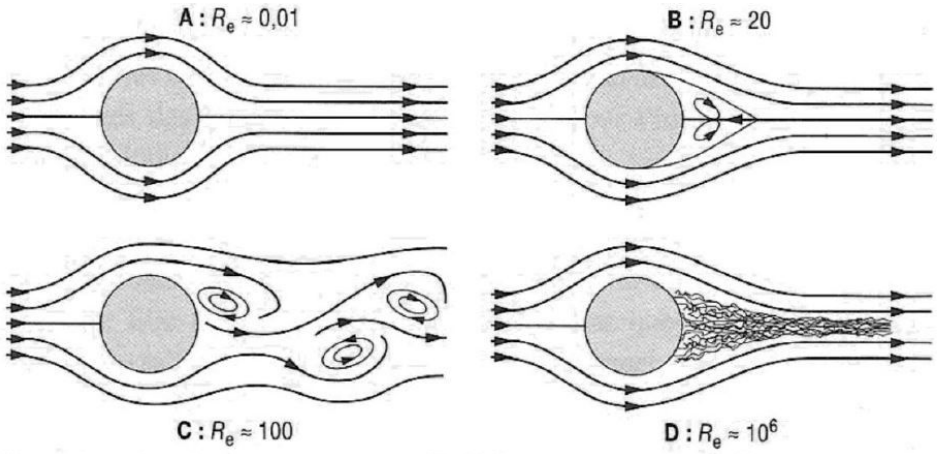

FIGURE 1.6 – Écoulement de fluide simple autour d'une sphère rigide pour différentes valeurs du nombre de Reynolds Re. On observe différents régimes : (a) régime de Stokes (Re = 0.01), (b) régime laminaire ($Re = 20$), (c) instabilités de sillage turbulent ($Re = 100$), (d) régime fortement turbulent ($Re = 10^6$). Image tirée de http ://olivier.granier.free.fr/ci/NS/co/rappels-de-cours-meca-fluide-nbre-reynolds.html.

Cela entraîne une modification de la loi de Stokes précédente, la force de traînée s'écrivant à présent $F = 4\pi\eta RU$, avec R le rayon de la bulle, valable pour $1 \ll Re \leq 20$ (les figures 1.6a et b montrent l'allure des sillages derrière les bulles) :

$$U_{Hadamard} = \frac{\rho g R^2}{3\eta} \tag{1.16}$$

Si on augmente la taille de la bulle de gaz, augmentant ainsi sa vitesse, on rentre dans des régimes à plus haut nombre de Reynolds, pour lesquels on a apparition de tourbillons dans le sillage de la bulle. Dans le cas où ces tourbillons sont trop importants, la bulle ne remontera plus verticalement comme prévu par le bilan des forces précédent. La trajectoire de la bulle est déstabilisée par le relâchement des tourbillons (figure 1.6c) [91, 92] et la bulle oscille horizontalement lors de sa remontée (figure 1.7). Il est à noter que ces instabilités sont présentes dans les cas confinés [92] et non confinés [93, 94].

L'étude de la remontée d'une bulle unique en géométrie confinée verticale a fait l'objet de plusieurs études. Dans ce cas, il est nécessaire de prendre en compte les frottements dûs à la présence des parois. Il s'agit aussi de prendre en compte les effets capillaires étant donné la distance entre les deux plaques de la cellule e (de l'ordre du millimètre). On définit le nombre capillaire Ca qui compare les effets visqueux et capillaires :

$$Ca = \frac{\eta U}{\sigma} \tag{1.17}$$

où σ est la tension de surface entre les deux fluides. Le problème du frottement avec les parois est un problème de couche de lubrification. La taille de cette couche a été décrite par Roudet [92], qui relie alors l'épaisseur e_f de la couche de lubrification entre la paroi et la bulle avec le nombre Capillaire Ca :

$$\frac{e_f}{e} \simeq \frac{Ca^{2/3}}{1 + Ca^{2/3}} \tag{1.18}$$

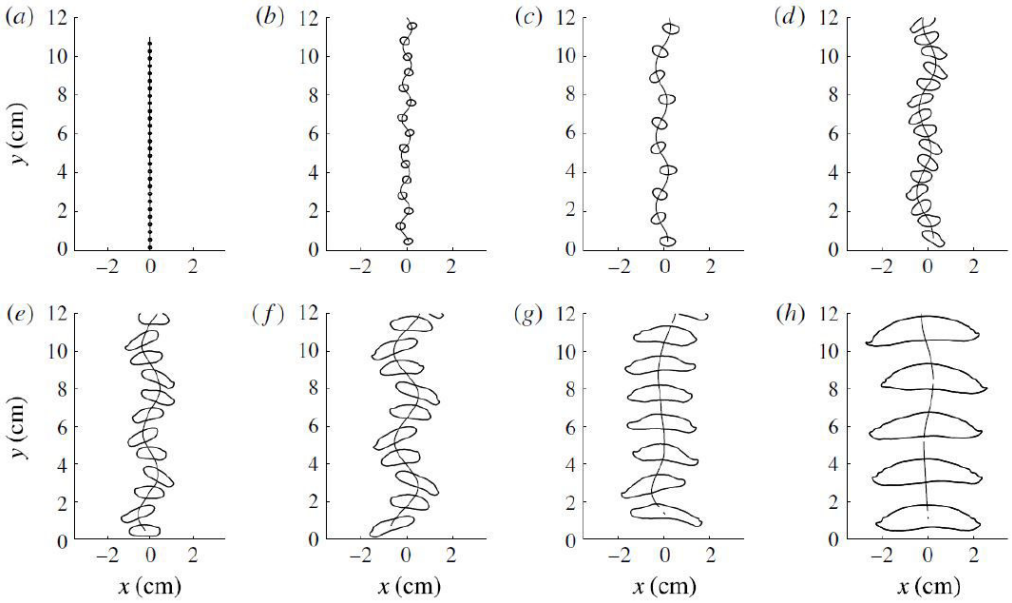

FIGURE 1.7 – Trajectoires de bulles lors de leur remontée dans de l'eau en géométrie confinée (cellule de Hele-Shaw). Pour de plus grandes bulles, on observe une déstabilisation de la trajectoire, dûe aux relâchements de tourbillons dans le sillage de la bulle. Image tirée de [91].

La vitesse de remontée de la bulle dans un fluide simple, tel que l'eau, en géométrie confinée a aussi été étudié par Roudet [92]. Son étude expérimentale, renforcée par une étude théorique basée sur l'équilibre entre la poussée d'Archimède et la force de traînée, conduit à une expression de la vitesse U d'une bulle :

$$U = 0.5\sqrt{gd} \tag{1.19}$$

où d est le diamètre typique d'une bulle [1].

1.3 Ecoulement multiphasique à travers un milieu poreux

Après avoir décrit les phénomènes liés aux écoulements diphasiques, nous nous intéressons maintenant à des configurations se rapprochant de nos expériences. Nous décrivons dans cette section les phénomènes observés lors d'écoulements triphasiques.

1.3.1 Ecoulement à temps court

L'étude de la dynamique d'invasion d'un gaz au travers d'une suspension a fait l'objet de nombreuses études [95], notamment en cellule de Hele-Shaw en configuration horizontale, pour une suspension isodense [96] ou une suspension qui sédimente [97–100]. Il a été montré l'existence de différents régimes d'invasion du gaz dans la suspension, dépendant notamment de la fraction volumique en grains de la suspension ϕ. En effet, lorsque l'on augmente la valeur de ϕ, il apparaît une transition entre deux

1. Le coefficient 0.5 provient de l'évaluation du coefficient de traînée de la bulle par 2π. Cette ́valuation est correcte pour de grands nombres capillaires.

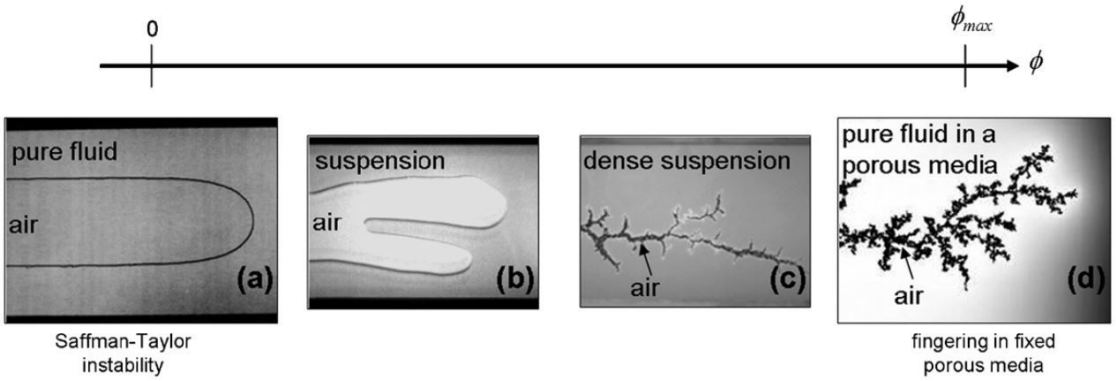

FIGURE 1.8 – Exemple de motifs observés lors de l'injection d'air dans une suspension isodense confinée, composée de billes de polystyrène ($d \sim 100\mu$m) et d'huile de silicone, pour différentes fractions volumiques en grains ϕ. (a) $\phi = 0$, on retrouve l'instabilité de Saffmann-Taylor [101]. (b) $\phi = 0.4$. (c) $\phi = 0.55$, l'air fracture la suspension qui ne se comporte plus comme un fluide simple avec une viscosité effective. (d) $\phi = \phi_{max} \simeq 0.6$. On retrouve le phénomène de percolation dans un milieu poreux. Image tirée de [96].

régimes d'invasion : pour de faibles fractions volumiques en grains, la suspension étant plutôt diluée, on retrouve des motifs similaires à l'instabilité de Saffman-Taylor [101–103] (figure 1.8a et b). Pour des suspensions plus denses, la gêne stérique entre les grains empêche le déplacement des grains, et l'air fracture la suspension (figure 1.8c). Enfin, pour des suspensions proches du jamming, on retrouve des motifs proches de l'invasion d'air dans un milieu poreux rigide (figure 1.8d). L'étude de Sandnes et al. [97] incluant la sédimentation, a permis une étude générale du phénomène d'invasion d'air, toujours en configuration horizontale. Il en ressort l'importance de deux paramètres, la fraction volumique en grains dans la suspension ϕ, mais aussi le débit d'air injecté (figure 1.9). Si l'on retrouve les différents régimes observées dans le cas isodense, on observe l'existence de deux nouveaux régimes d'invasion d'air pour des suspensions peu denses et de faibles débits d'air ("frictional fingering" et "stick-slip bubbles"). Cette étude a été suivi d'autres études notamment théoriques quant à la stabilité de ces écoulements [104], et numériques [105] avec notamment l'influence de la gravité effective sur l'invasion de l'air [106].

Nous avons vu au cours de cette introduction l'importance de la gravité dans le comportement des suspensions. On peut donc s'interroger sur l'effet de la gravité effective (inclinaison de la cellule) sur l'invasion d'air dans un lit granulaire [107]. Pour un même volume d'air injecté dans le lit, on observe différents comportements (figure 1.10). Lorsque l'on est proche d'une configuration horizontale, l'air ne monte que très peu et envahit le lit granulaire de manière quasi-isotrope (figure 1.10a). Plus on se rapproche de la configuration verticale, plus on augmente les effets de la gravité, et, même si l'on observe qu'une partie de l'air envahit le lit sur les côtés, l'invasion d'air n'est plus isotrope et se produit essentiellement selon la direction verticale. Le gaz va alors remonter d'autant plus haut dans le lit que la gravité effective est élevée (figure 1.10b).

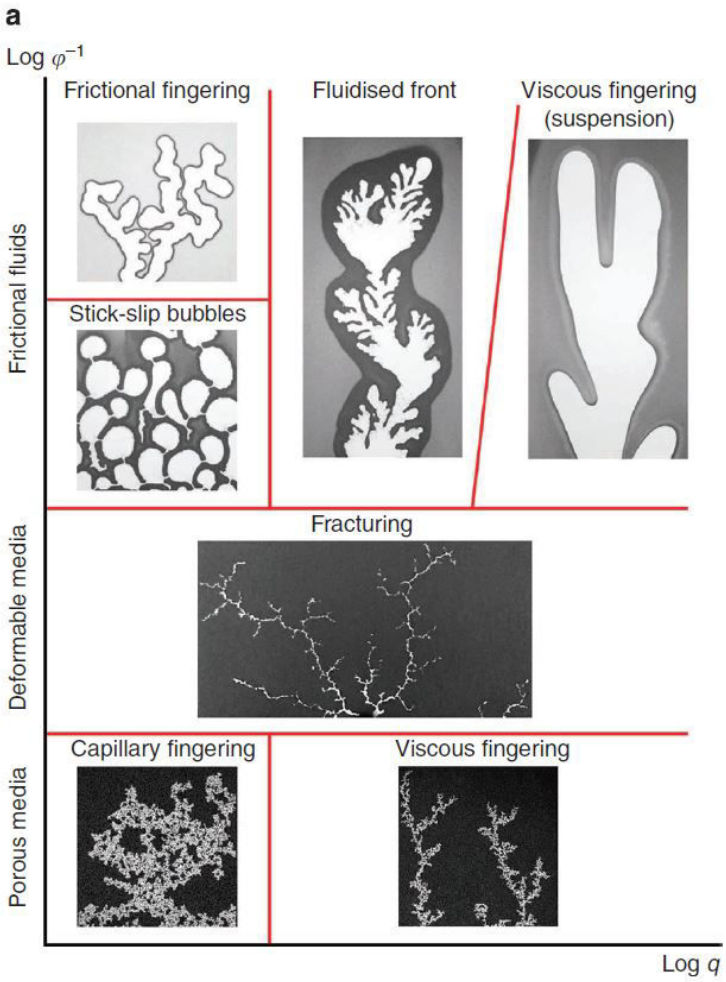

FIGURE 1.9 – Tentative de diagramme de phase des morphologies des motifs observés en cellule de Hele-Shaw horizontale dans le cas d'injection d'air dans une suspension composée de billes de verres ($d \simeq 100\mu$m) et d'un mélange eau/glycérol, dans le plan ϕ^{-1} (Inverse de la fraction volumique en grains) - q (débit d'air injecté). Les particules sont ici plus denses que le liquide environnant. Figure tirée de [97].

1.3.2 Ecoulement à temps long

Les études présentées précédemment s'intéressaient à l'injection de gaz sur des temps court ou pour une quantité finie d'air. Nous décrivons ici les régimes observés sur des temps longs lorsque l'on injecte du gaz continument dans un milieu granulaire immergé.

Injection simultanée gaz/liquide

Comme nous avons vu en début d'introduction, la remontée conjointe de différents fluides dans des suspensions est un phénomène que l'on retrouve dans différents domaines scientifiques comme en géologie mais surtout dans le domaine du génie chimique (réacteurs catalytiques). C'est dans ce domaine du génie des procédés que l'on retrouve de nombreuses études (voir la revue d'Attou et al. [108]). Il existe trois types principaux d'écoulement :

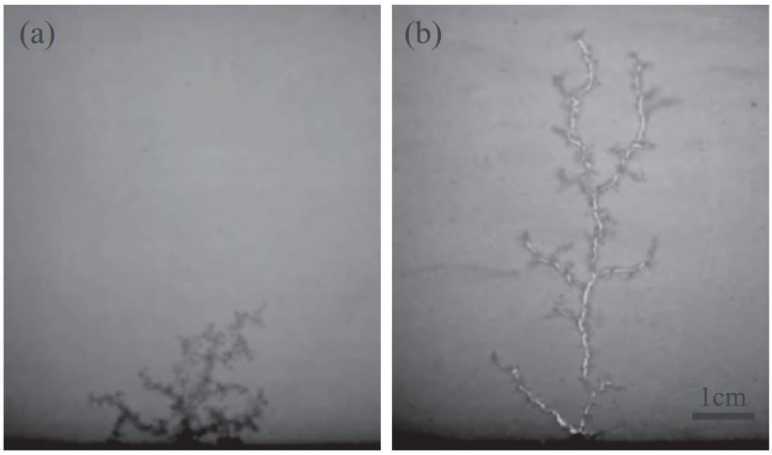

FIGURE 1.10 – Images d'injection ponctuelle d'un volume fini d'air (1.98 mL) dans un lit granulaire confiné (cellule de Hele-Shaw) composé de billes de verre ($d = 250 - 425\mu$m) dans de l'eau. (a) dans une cellule inclinée d'un angle de 80°. (b) dans une cellule verticale. Images tirées de [107].

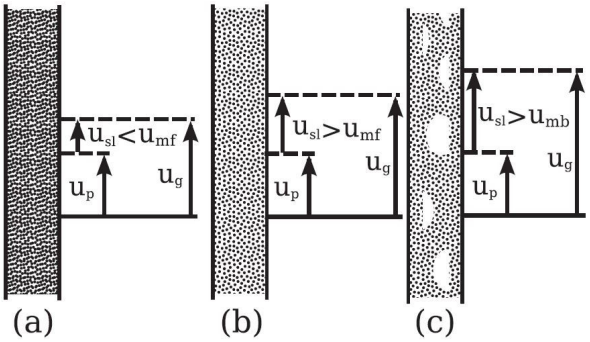

FIGURE 1.11 – Schéma des différents régimes d'écoulements de gaz dans une suspension en configuration verticale dans un tube. La suspension est formée de grains de carbure de silicium immergés dans de l'eau. (a) Milieu non fluidisé. (b) Milieu fluidisé homogène. (c) Apparition de bulles de gaz : milieu fluidisé hétérogène. Figure tirée de [112]

— co-courant descendant (le liquide et le gaz sont injectés en haut du dispositif)
— co-courant ascendant (le liquide et le gaz sont injectés en bas du dispositif)
— en contre-courant (le liquide est en courant descendant et le gaz est en courant ascendant)

Le type d'injection, la géométrie du réacteur ou la nature des grains ou du liquide utilisé, sont autant de paramètres qui peuvent modifier l'écoulement, ce qui entraîne une forte variété de régimes [109–112]. Pour citer un exemple important en génie chimique, l'établissement de ces régimes dépend en particulier de la vitesse de glissement $u_{sl} = u_g - u_p$ définie comme la différence entre la vitesse du gaz u_g et la vitesse des particules u_p. Lorsque cette vitesse est inférieure à une certaine vitesse critique, la suspension n'est pas fluidisée (figure 1.11a). Au-dessus de cette vitesse, la suspension devient moins dense, le milieu est fluidifié par l'injection des fluides (figure 1.11b). Enfin, il existe un troisième régime lorsque l'on augmente la vitesse de glissement au-dessus de la vitesse dite de "bullage" (bubbling velocity) entraînant l'apparition de bulles dans le système, le rendant héterogène (figure 1.11c).

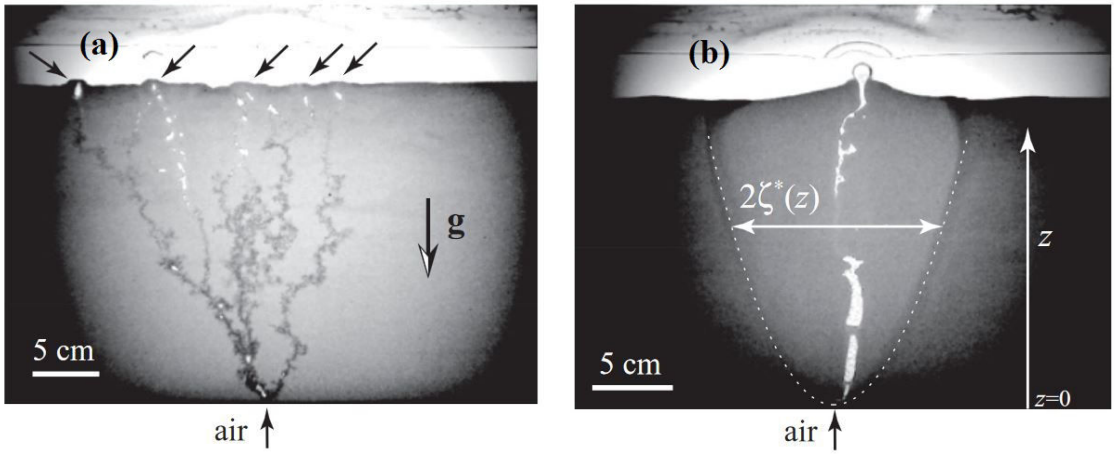

FIGURE 1.12 – Images d'injection d'air dans un lit granulaire composée de billes de verres ($d = 250 - 425\mu$m) immergées dans de l'eau ($\Delta\rho \simeq 1500$ kg/m^3), en cellule de Hele-shaw verticale (a) pour un débit Q =0.43 mL/s, on observe à temps court un régime de percolation. (b) quel que soit le débit (ici $Q = 2.17$ mL/s) on observe à temps long la formation d'une zone fluide. La hauteur d'eau au-dessus du lit est faible ($\sim$ 2 cm). Images tirées de [114].

Injection de gaz dans un milieu granulaire immergé (cas particulier $u_l = 0$)

Les études portant sur l'injection continue de gaz dans un milieu granulaire immergé montrent que, quelle que soit la dynamique d'invasion initiale (percolation, figure 1.12a), digitation ou fracturation, on observe à temps long la formation d'une zone fluide dans le lit granulaire, moins dense que le reste du lit, dûe au passage continu du gaz (figure 1.12b). La taille de cette zone fluide dépend du débit d'air injecté. L'analyse de cette zone fluide montre l'existence d'un canal central d'air dans lequel la majorité de l'air remonte, mais aussi l'existence de bulles qui restent piégées dans la zone fluide plus ou moins longtemps [115].

Si l'on augmente la hauteur de liquide au-dessus du lit granulaire, les particules peuvent être advectées dans le liquide et on observe la formation d'un cratère [116] (figure 1.13). Il est à noter que l'ensemble de ces études ont été effectuées dans des cas où les particules ont une densité beaucoup plus élevée que le liquide immergeant, rendant la formation d'une suspension dense dans le liquide immergeant difficile, voire impossible.

Le cas opposé de la remontée d'une bulle unique dans une suspension isodense a aussi été étudié [117]. Cette étude s'est portée sur l'étude des trajectoires de la bulle, ainsi que sa vitesse. Dans le cas où la taille des grains est très faible devant la taille de la bulle qui remonte (figure 1.14a et b), on observe que les grains contournent la bulle, et la trajectoire n'est pas modifiée par la présence des grains, et remonte verticalement. Pour des grains de taille proche de celle de la bulle (figure 1.14c et d), l'interaction entre les grains et la bulle est plus forte. En effet, on observe que la trajectoire de la bulle est modifiée par la présence des grains qui agissent comme des obstacles. La bulle est alors ralentie et remonte à plus faible vitesse pour des suspensions faites de grains plus gros, à fraction volumique en grains équivalente. La taille des grains n'est pas le seul paramètre jouant sur la remontée de la bulle, mais aussi la fraction volumique en grains. Il a été observé dans cette étude que la vitesse des bulles diminuait lorsque l'on augmentait la fraction volumique en grains de la suspension. Cela s'explique par

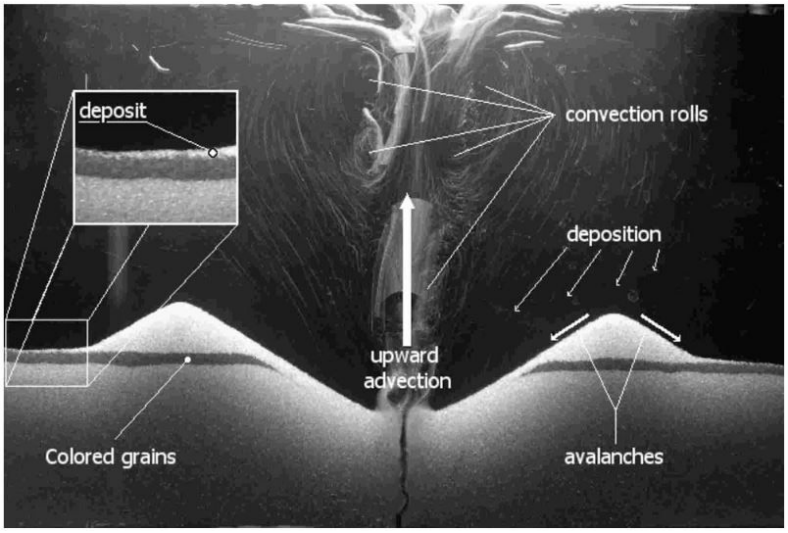

FIGURE 1.13 – Images d'injection continue d'air dans un lit granulaire composée de billes de verre ($d = 250 - 425\mu$m) immergées dans de l'eau ($\Delta\rho \simeq 1500$ kg/m^3) en cellule de Hele-shaw verticale pour $Q = 3.43$ mL/s. La hauteur d'eau au-dessus du lit granulaire est ici importante (~ 20 cm). On observe l'advection des particules par la remontée des bulles et la formation d'un cratère. Image tirée de [116].

la notion de viscosité effective induite par la suspension (section 1.2.2).

1.4 Objectifs de la thèse et plan du manuscrit

Les expériences présentées dans cette thèse se porte principalement sur la formation de la suspension par injection d'air à la base d'un lit granulaire immergé. Nous nous sommes focalisés sur le cas intermédiaire où la différence de densité entre les grains et le liquide est faible, les grains restant plus lourd que le liquide environnant. Dans cette configuration, le temps de sédimentation des particules est très important (de l'ordre de plusieurs dizaines de seconde) et les particules restent plus longtemps en suspension et cela permet, dans certaines conditions, de former une suspension dense. L'objectif de cette thèse est d'étudier les mécanismes liés à la mise en suspension des grains, pour pouvoir optimiser la quantité de grains mis en suspension par ce processus. Il s'agit aussi d'étudier les surfaces de contact entre les différentes phases dans le but d'une application éventuelles aux réacteurs catalytiques, et étudier l'optimisation de ce type de réacteur. Nous définirons dans cette thèse le terme de suspension comme un milieu granulaire immergé dans un liquide en sédimentation. Le terme de suspension sera à distinguer du lit granulaire qui est aussi un milieu granulaire immergé, mais qui est au repos. Cette thèse s'attachera principalement à répondre aux questions suivantes :

— Existe-t-il un régime stationnaire où la suspension garde une fraction en grains constante ?
— Quels sont les mécanismes régissant la mise en suspension des grains ?
— Peut-on optimiser cette mise en suspension ?
— Quelles sont les surfaces de contact entre les différentes phases du système ?
— Peut-on optimiser ces contacts entre phases ?
— Quel est l'effet de la gravité effective sur notre expérience ?

Dans le chapitre 2, je présente le dispositif expérimental utilisé lors de cette thèse, ainsi que les

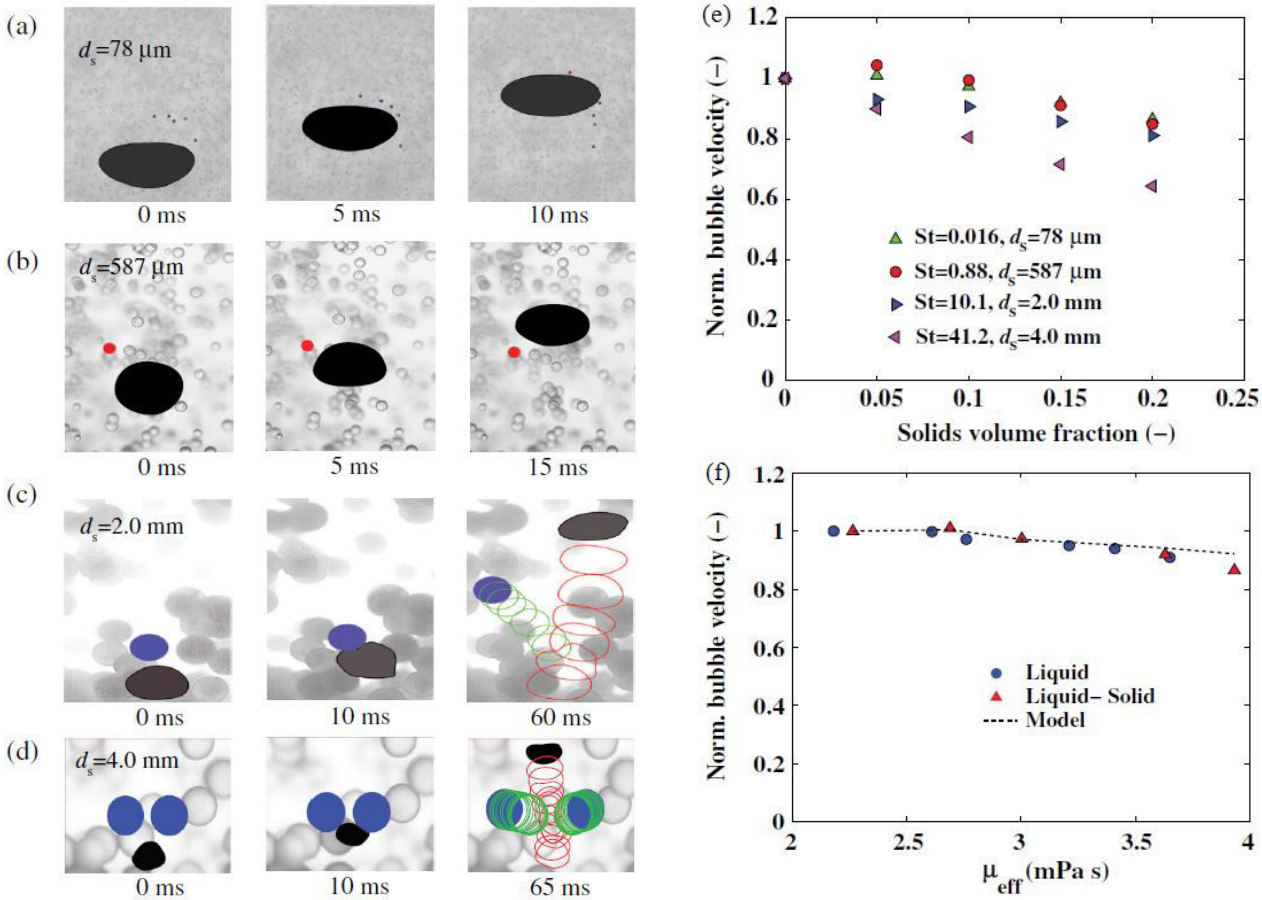

FIGURE 1.14 – (a-d) Images de remontée de bulles dans une suspension isodense composée de particules de polystyrène immergées dans un mélange eau/glycérol, pour différents diamètres moyens de grains (a) $d_s = 78\mu$ m, (a) $d_s = 587\mu$ m, (a) $d_s = 2$ mm, (a) $d_s = 4$ mm. Pour des diamètres d_s équivalent à celui de la bulle, les grains influent sur la trajectoire de la bulle. (e) Vitesse de la bulle normalisée par la vitesse d'une bulle dans le fluide pur, en fonction de la fraction volumique en grains. (f) Vitesse de la bulle normalisée par la vitesse d'une bulle sans la suspension, en fonction de la viscosité effective du système liquide-grains. Figures et images tirées de [117].

méthodes de mesures mises en place pour quantifier les variables nécessaires à cette étude. Le lit granulaire et le liquide environnant sont confinés dans une cellule quasi-2D (Hele-Shaw), qui peut-être verticale ou inclinée. Pour caractériser l'écoulement, nous mesurons différentes variables : la taille et la fraction volumique en grains du lit granulaire ; la fraction volumique en grains de la suspension. Mais aussi les propriétés des bulles d'air comme leur taille, leur trajectoire ou leur orientation.

Dans le chapitre 3, nous présentons les résultats de la mise en suspension par injection d'air en cellule verticale. Les premières analyses permettent de mettre en évidence l'existence d'un état stationnaire pour lequel la fraction volumique en grains dans la suspension reste constante. Ce chapitre s'attachera à étudier l'influence des différents paramètres afin d'optimiser la mise en suspension des grains. Afin de compléter cette étude expérimentale et pour mieux comprendre les mécanismes régissant cet écoulement, nous présentons un modèle phénoménologique qui permet de rendre compte des résultats expérimentaux aussi bien sur le régime stationnaire, que sur le régime transitoire.

Dans le chapitre 4, nous présentons les résultats concernant ce même écoulement mais cette fois-ci en

cellule inclinée, afin de quantifier l'effet de la gravité effective. On regardera tout d'abord son influence sur les propriétés du lit granulaire et de la suspension en régime stationnaire. Ensuite, on s'intéressera aux fluctuations de la suspension et aux propriétés statistiques des bulles, dont la surface de contact avec la suspension. Pour finir, nous terminerons par la mise en évidence d'un régime oscillant, qui n'est visible qu'en configuration inclinée.

Chapitre 2

Matériel et méthodes

2.1 Dispositif expérimental **21**
2.2 Particules **22**
2.3 Protocole expérimental **25**
2.4 Méthodes de mesures **27**
2.4.1 Variables d'intérêt 27
2.4.2 Taille du lit granulaire (A) 27
2.4.3 Fraction volumique en grains (ϕ_b, ϕ_s) 29
2.4.4 Largeur moyenne des bulles (L_b) 31
2.4.5 Taille de la suspension (L_s) 33
2.4.6 Détection des bulles 33
2.5 Nombres sans dimension **34**

2.1 Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental que nous avons mis en place pour cette étude est une cellule de Hele-Shaw constituée de deux plaques de verre parallèles séparées par un petit espace (gap $e = 2$ ou 3 mm) (figure 2.1). Trois cellules de hauteur totale 30 cm et de différentes largeurs L_c (13.6 cm, 24 cm, 35.6 cm) ont été utilisées. Pour contrôler le gap, deux espaceurs en plastique rigide d'épaisseur contrôlée sont collés entre les deux plaques de verre. Le tout est entouré d'un cadre en aluminium maintenu aux plaques de verre sur le pourtour de la cellule avec un joint en silicone afin d'assurer l'étanchéité de la cellule. Dans nos expériences, nous avons utilisé deux dispositifs expérimentaux. Dans un premier temps, nous avons construit un cadre en bois pour maintenir la cellule verticale. La cellule est remplie de grains formant un lit initial, de hauteur h_g (9 ou 12 cm). Les grains sont immergés dans de l'éthanol ($\rho_l = 789$ kg.m^{-3}) dont la hauteur h_l a également été variée dans nos expériences ($h_l = 13.5$, 18, 20.5 cm). Le liquide immergeant utilisé pour les expériences est de l'éthanol, car il permettait, contrairement à l'eau distillée, d'éviter la formation d'agrégats de particules au cours de l'expérience.

De l'air est ensuite injecté à débit constant Q à la base de la cellule, au centre, par un injecteur de diamètre interne ~ 1 mm. L'injecteur est relié à une bouteille étanche d'éthanol, elle-même reliée à un contrôleur de débit. La présence de la bouteille d'éthanol entre la cellule et le contrôleur permet de maintenir le gaz injecté à pression de vapeur saturante. Deux contrôleurs de débits ont été utilisés, un

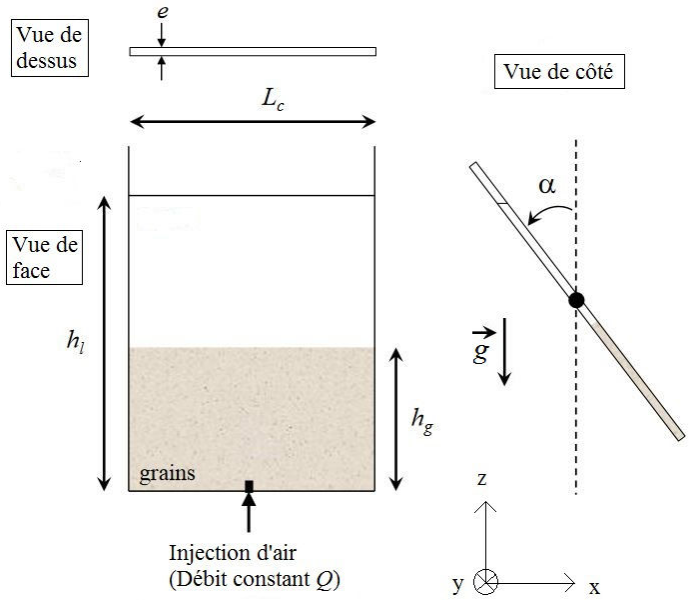

FIGURE 2.1 – Schéma du dispositif expérimental. Trois cellules de largeur différentes ont été utilisées (L_c = 13.6, 24, 35.6 cm) ; La hauteur initiale de la couche de grains est notée h_g (9 ou 12 cm) et la cellule est remplie d'éthanol de hauteur totale h_l (13.5, 18 ou 20.5 cm). L'origine du repère est pris au niveau de l'injecteur.

premier (Bronkhorst® Mass Stream D-6311, M+W Instruments) qui permet d'explorer une gamme de débits d'air entre $Q = 0.05$ L/min et $Q = 2$ L/min, et un second (Bronkhorst® Mass Stream D-5111, M+W Instruments) permettant d'explorer une gamme de débits plus faibles entre $Q = 0.01$ L/min et $Q = 0.05$ L/min.

La cellule est rétroéclairée par un panneau LED (EUROSHOP LED® SC-PSC24CE3060-C24W), situé 5 cm derrière la cellule. Ce panneau permet d'assurer une intensité lumineuse homogène et un bon contraste pour l'observation de l'écoulement. Pour les expériences en configuration verticale, une caméra PixelLink ® (1024 x 900 pixels) située à une distance fixe de 50 cm de la cellule a été utilisée. L'étude se portant sur l'évolution globale du lit granulaire, la fréquence d'acquisition de la caméra est de 1 Hz, le régime stationnaire étant atteint pour des temps allant de 20 secondes à 500 secondes.

Dans un second temps, pour étudier l'influence de la gravité effective, nous avons monté un cadre en aluminium pour maintenir la cellule et le panneau LED, ce cadre pouvant être incliné (angle α par rapport à la verticale, figure 2.1). Dans la configuration inclinée, nous gardons la même largeur de cuve (L_c = 13.6 cm) et le même gap (e = 2 mm). Le panneau LED décrit précédemment est dans ce cas situé à 10 cm derrière la cellule. Une caméra de meilleure résolution (PylonViewer®, 2048 x 1800 pixels) est fixée au cadre inclinable à 30 cm de la cellule, afin que le champ de vision ne soit pas modifié par l'inclinaison.

2.2 Particules

Pour notre étude, nous avons utilisé des grains de matériau, de taille ou encore de forme différentes (Tableau 2.1). Pour se placer dans un régime où la densité des grains est légèrement supérieure à celle

Particules	Fabricant	forme	distribution	d (μm)	ρ_g (kg.m^{-3})	$\Delta\rho$ (kg.m^{-3})
PVC230P	Goodfellow®	non sphérique	polydisperse	230	1379	590
PS250P	Goodfellow®	non sphérique	polydisperse	250	1059	270
PS250M	Dynoseeds®	sphérique	monodisperse	250	1059	270
PS80M	Dynoseeds®	sphérique	monodisperse	80	1059	270

TABLE 2.1 – Différents types de particules utilisées pour cette étude. La taille d (diamètre dans le cas des particules sphériques) est celui donné par le fabricant, ρ_g est la masse volumique des grains, $\Delta\rho$ est la différence de masse volumique entre les grains et l'éthanol.

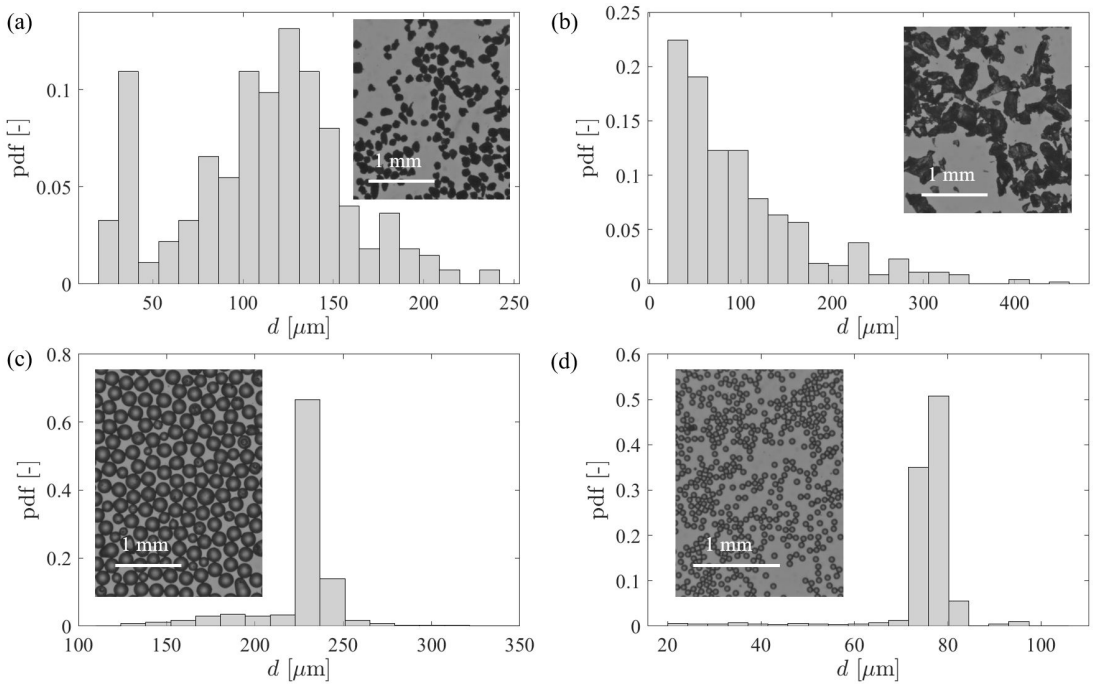

FIGURE 2.2 – Distributions de la taille des grains obtenues par analyse des images prises au macroscope pour (a) le PVC polydisperse PVC230P, (b) le polystyrène polydisperse PS250P, (c) le polystyrène monodisperse PS250M, (d) le polystyrène monodisperse PS80M.

du liquide environnant, nous avons utilisé deux matériaux différents, le PVC ($\rho_g = 1379$ kg.m^{-3}) et le polystyrène ($\rho_g = 1059$ kg.m^{-3}). Des photos faites au macroscope (Wild Makroscop® M420 1.25x + Objectif Makrozoom® Leica 1:5) des grains ainsi que la distribution de leurs tailles sont montrées dans la figure 2.2. Pour les particules non sphériques, il est nécessaire de prendre des photos où les grains sont bien séparés pour ne pas les confondre. Un programme de détection (logiciel Matlab MathWorks)®) mesure le contour de chaque grain, et mesure la surface S de chaque grain (figure 2.3c et d). Ensuite, il définit un diamètre équivalent $d = \sqrt{S/\pi}$. Pour les grains sphériques, il n'est pas nécessaire d'avoir un milieu très dilué. Le programme repère les cercles correspondant aux grains sur la photo et mesure directement leur diamètre (figure 2.3a et b).

Les quatre types de grains utilisées sont les suivants :

- PVC230P

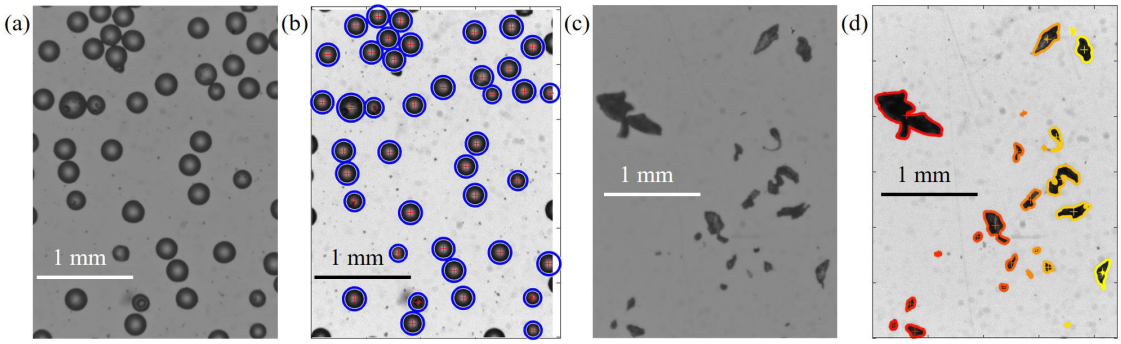

FIGURE 2.3 – (a) Image de particules de polystyrène monodisperse PS250M. (b) Résultat du programme de détection de particules de polystyrène monodisperse PS250M. (c) Images de particules de polystyrène polydisperse PS250P. (d) Résultat du programme de détection de particules de PVC polydisperse PVC230P.

Les particules PVC230P sont des particules en PVC polydisperses non sphériques de diamètre équivalent donné par le constructeur $d \simeq 230$ μm (Goodfellow®, CV316010). La figure 2.2a montre la distribution de la taille des grains d des particules. On remarque tout d'abord une distribution étalée, confirmant le caractère polydisperse du milieu. Ensuite, la distribution est centrée en $d = 130\mu$m, ce qui ne correspond pas à la donnée constructeur. Deux possibilités : soit la donnée est fausse, soit la statistique ne comporte pas assez de points. La figure 2.4a montre la distribution du rapport d'aspect des particules de PVC230P. On observe une distribution très peu étalée centrée autour d'une valeur comprise entre 1 et 2. Les particules ont un rapport d'aspect proche de celui d'une sphère.

- PS250P

Les particules PS250P sont des particules en polystyrène polydisperses de diamètre équivalent donné par le constructeur $d \simeq 250$ μm (Goodfellow® ST316051). La figure 2.2b montre la distribution de la taille des grains d des particules. Ici aussi on a une distribution étalée correspondant au caractère polydisperse de notre milieu. Cependant, contrairement au PVC230P, nous n'avons pas une distribution centrée, la majorité des grains étant de taille plus faible que la donnée constructeur. On observe tout de même un léger maximum autour de la donnée constructeur à $d \simeq 250\mu$m. La figure 2.4b montre la distribution du rapport d'aspect des particules de PS250P. On observe une distribution un peu plus étalée que précédemment, mais toujours centrée autour d'une valeur comprise entre 1 et 2. Ici encore, le rapport d'aspect des particules est proche de celui d'une sphère.

- PS250M

Les particules PS230M correspondent à des particules en polystyrène sphériques monodisperses de diamètre équivalent donné par le constructeur $d \simeq 250$ μm (Dynoseeds® TS-250). La figure 2.2c montre la distribution de la taille des grains d des particules. Ici on a une distribution de grains plus resserrée montrant le caractère monodisperse du milieu. De plus, elle est centrée aux alentours de $d \simeq 230\mu$m, ce qui est proche de la donnée constructeur.

- PS80M

Les particules PS80M correspondent à des particules en polystyrène sphériques monodisperses de diamètre équivalent donné par le constructeur $d \simeq 80$ μm (Dynoseeds® TS-80). La figure 2.2d montre

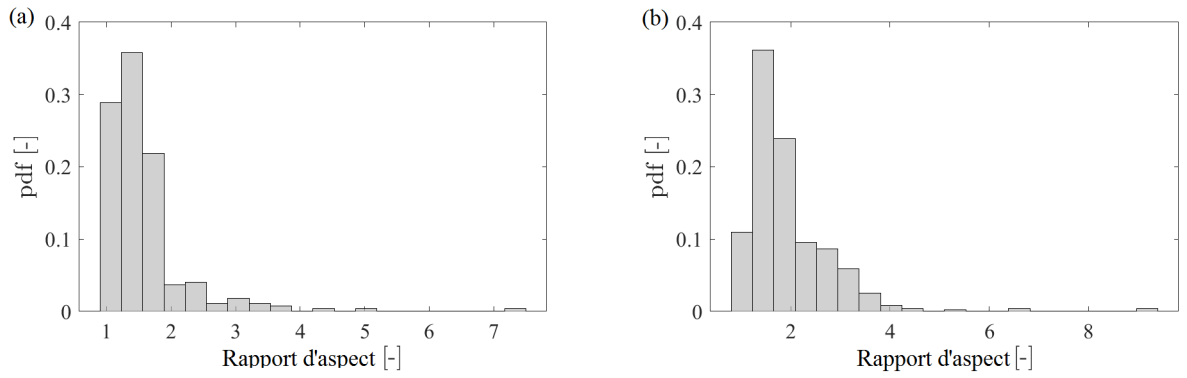

FIGURE 2.4 – Distribution des rapports d'aspect des particules polydisperses pour (a) le PVC230P et (b) le polystyrène PS250P.

♯	Particules	L_c (cm)	h_l (cm)	h_g (cm)	Q (L/min)	ϕ_b^0	U_{Stokes} (m/s)
1	PVC230P	13.6	18	9	0.01-1.75	0.419	1.4 $\times 10^{-2}$
2	PS250P	13.6	18	9	0.01-1.75	0.420	7.7 $\times 10^{-3}$
3	PVC230P	24	18	9	0.01-1.75	0.419	1.4 $\times 10^{-2}$
4	PS250P	24	18	9	0.01-1.75	0.420	7.7 $\times 10^{-3}$
5	PVC230P	35.6	18	9	0.01-1.75	0.419	1.4 $\times 10^{-2}$
6	PS250P	35.6	18	9	0.01-1.75	0.420	7.7 $\times 10^{-3}$
7	PS250P	24	13.5	9	0.01-1.75	0.420	7.7 $\times 10^{-3}$
8	PS250P	24	20.5	9	0.01-1.75	0.420	7.7 $\times 10^{-3}$
9	PS250P	24	18	12	0.01-1.75	0.420	7.7 $\times 10^{-3}$
10	PS250M	24	18	9	0.01-1.75	0.562	7.7 $\times 10^{-3}$
11	PS80M	24	18	9	0.01-1.75	0.578	7.8 $\times 10^{-4}$

TABLE 2.2 – Différents paramètres expérimentaux utilisés dans cette étude. L_c est la largeur de la cuve, h_l est la hauteur de liquide, h_g est la hauteur de grains initiale, Q est le débit d'air injecté, ϕ_b^0 est la fraction volumique en grains initiale dans le lit.

la distribution de la taille des grains d des particules. La distribution est piquée confirmant le caractère monodisperse des particules. De plus, la distribution est centrée autour de la valeur 75 μm, ce qui correspond environ au diamètre donnée par le constructeur.

2.3 Protocole expérimental

Afin d'assurer la reproductibilité des expériences, nous réalisons la condition initiale de la manière suivante pour chacune des expériences, aussi bien en configuration verticale, qu'en configuration inclinée. On place tout d'abord la cellule en position verticale. Une quantité de grains, dont la masse m_g a été préalablement pesée, est versée dans la cellule. Cette dernière est ensuite remplie d'éthanol jusqu'à une hauteur h_l. On injecte alors l'air à un débit $Q = 2$ L/min pendant une durée de 5 minutes. Cette valeur de Q est la valeur maximum que l'on puisse atteindre avec nos contrôleurs de débits. Elle permet de mettre en suspension le maximum de particules. On coupe ensuite l'injection d'air et on

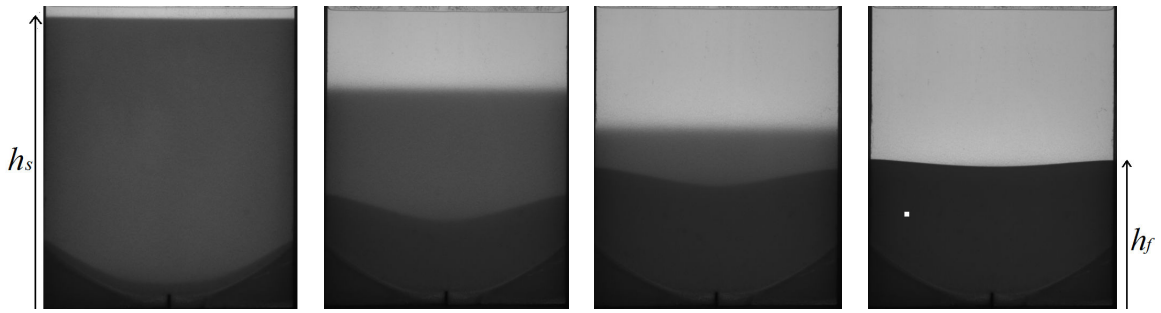

FIGURE 2.5 – Images de la sédimentation des grains après la mise en suspension pour faire la condition initiale (de gauche à droite : $t = 0$ s, $t = 72$ s, $t = 107$ s, $t = 250$ s). Le carré blanc sur l'image de droite représente la zone où l'on mesure l'intensité dans le lit granulaire. Le carré parcourt ensuite l'ensemble du lit granulaire pour quantifier son homogénéité [PVC230P, $L_c = 13.6$ cm, $e = 2$ mm, $h_g = 9$ cm, $h_l = 18$ cm, $\alpha = 0°$].

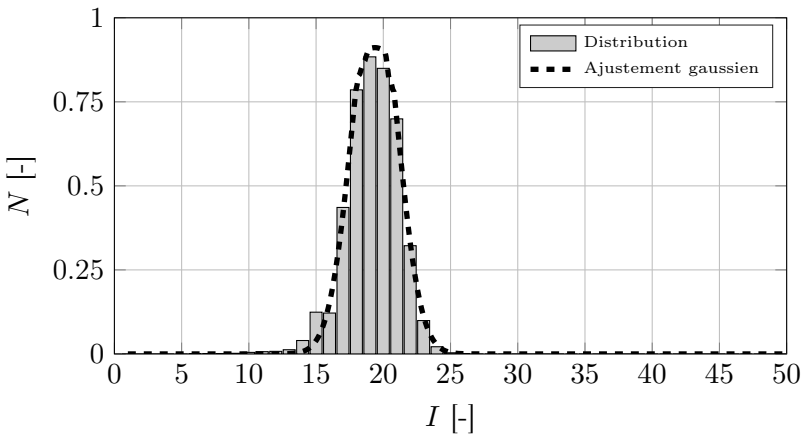

FIGURE 2.6 – Distribution de la fraction volumique en grains dans le lit initial. La distribution est ajustée par une gaussienne de moyenne I_b (ici I_b= 19.37) et on quantifie l'homogénéité du lit par sa variance σ_{I_b} (ici $\sigma_{I_b} = 2.39$). On a $\sigma_{I_b}/I_b \simeq 8$ %, le lit initial est donc bien homogène [PVC230P, $L_c = 13.6$ cm, $e = 2$ mm, $h_g = 9$ cm, $h_l = 18$ cm, $\alpha = 0°$].

laisse sédimenter les grains (figure 2.5). On obtient un temps de sédimentation de l'ordre de 200 s, soit une vitesse de sédimentation $V_0 \simeq 4.5 \times 10^{-4}$ m/s. On obtient par cette méthode un lit granulaire lâche, dont la surface libre est environ horizontale (figure 2.5 droite). Cet état correspond à la condition initiale. La valeur de la fraction volumique moyenne en grains ϕ_b^0 dans le lit initial est calculée à partir de la masse m_g de grains versée, de leur masse volumique ρ_g, et du volume du lit granulaire V : $\phi_b^0 = m_g/\rho_g V$ (tableau 2.2).

Pour s'assurer que le lit formé par cette méthode est bien homogène, on parcourt l'ensemble du lit avec un carré de 8×8 pixels ($\simeq 1 \times 1$ mm, figure 2.5, image de droite, carré blanc), et on relève la distribution en intensité dans l'ensemble du lit (figure 2.6). La distribution peut alors être ajustée par une gaussienne de moyenne I_b et de variance σ_{I_b} permet de quantifier l'homogénéité du lit formé. Pour l'ensemble de nos expériences, on obtient $\sigma_{I_b}/I_b \leq 10$ %, on en conclut donc que le lit initial est homogène.

Cette expérience de sédimentation nous permet aussi de mesurer le temps de sédimentation des grains τ_s. On peut alors comparer ce temps au temps typique de remontée d'une bulle d'air dans la cellule τ_b qui est le moteur de la mise en suspension des grains. Les bulles injectées ont une taille typique L_b de l'ordre du centimètre. Leur vitesse peut-être estimée par la formule en cellule de Hele-Shaw : $U_b = 0.5\sqrt{gL_b} \simeq 20\text{cm/s}$ [92]. On en déduit que τ_b est de l'ordre de la seconde. On peut aussi estimer (figure 2.5) le temps de sédimentation τ_s de l'ordre de 200 secondes. Donc $\tau_b \ll \tau_s$. Les particules sédimentant beaucoup plus lentement que leur mise en suspension, on en conclut que l'injection d'air va former une suspension dense.

2.4 Méthodes de mesures

2.4.1 Variables d'intérêt

La figure 2.7 montre des images de l'expérience aux temps longs pour différents paramètres (Q, L_c), dans le cas de la cellule verticale ($\alpha = 0°$). Pour une largeur de cellule fixée ($L_c = 13.6$ cm par exemple), la taille du lit granulaire diminue avec le débit d'air Q imposé. De plus l'intensité dans la suspension est de plus en plus faible, traduisant la formation d'une suspension de plus en plus dense, un plus grand nombre de particules étant mises en suspension. Pour un débit faible ($Q = 0.01$ L/min), pour les deux largeurs de cellule L_c présentées, on remarque que la suspension formée ne s'étend pas sur toute la largeur de la cellule, mais sur une largeur $L_s \leq L_c$. Lors de cette étude, nous nous sommes intéressés aux variables suivantes :

— taille du lit granulaire (aire A)
— fraction volumique en grains dans le lit granulaire (ϕ_b) et dans la suspension (ϕ_s)
— taille des bulles (largeur typique L_b)
— largeur de la suspension ($L_s \leq L_c$)
— propriétés statistiques des bulles (taille, rapport d'aspect, orientation, trajectoire)

Dans les paragraphes suivants on détaille les méthodes qui ont permis de quantifier ces variables. L'analyse des images a été réalisée par des codes écrits lors de cette thèse, sous le logiciel Matlab ($Mathworks$®).

2.4.2 Taille du lit granulaire (A)

Dans un premier temps, nous nous sommes penchés sur l'évolution de la taille du lit granulaire, correspondant aux particules qui n'ont pas encore été mises en suspension. Nous noterons A l'aire du lit granulaire observé, et nous normalisons cette valeur par l'aire initiale A_0. Sur la figure 2.8a, on observe que le contraste est suffisant pour voir la différence d'intensité entre la partie du milieu granulaire mis en suspension et le lit granulaire. On binarise donc l'image grâce à la fonction Matlab $im2bw$ pour obtenir des images telles que présentées en figure 2.8b. Cette fonction normalise tout d'abord l'intensité I de l'image par l'intensité maximale I_0, $i = I/I_0$. On définit définit ensuite un seuil $s \in [0; 1]$ tel que, pour $i \leq s$, la fonction donne 0 pour le pixel correspondant (en noir sur la figure 2.8b) et pour $i > s$, la fonction donne 1 (en blanc sur la figure 2.8b).

La figure 2.9 présente la valeur de l'aire du lit granulaire normalisé A/A_0, pour un temps donné $t = 700$ s, en fonction du seuil s choisi. On remarque que pour de faibles valeurs du seuil, une grande

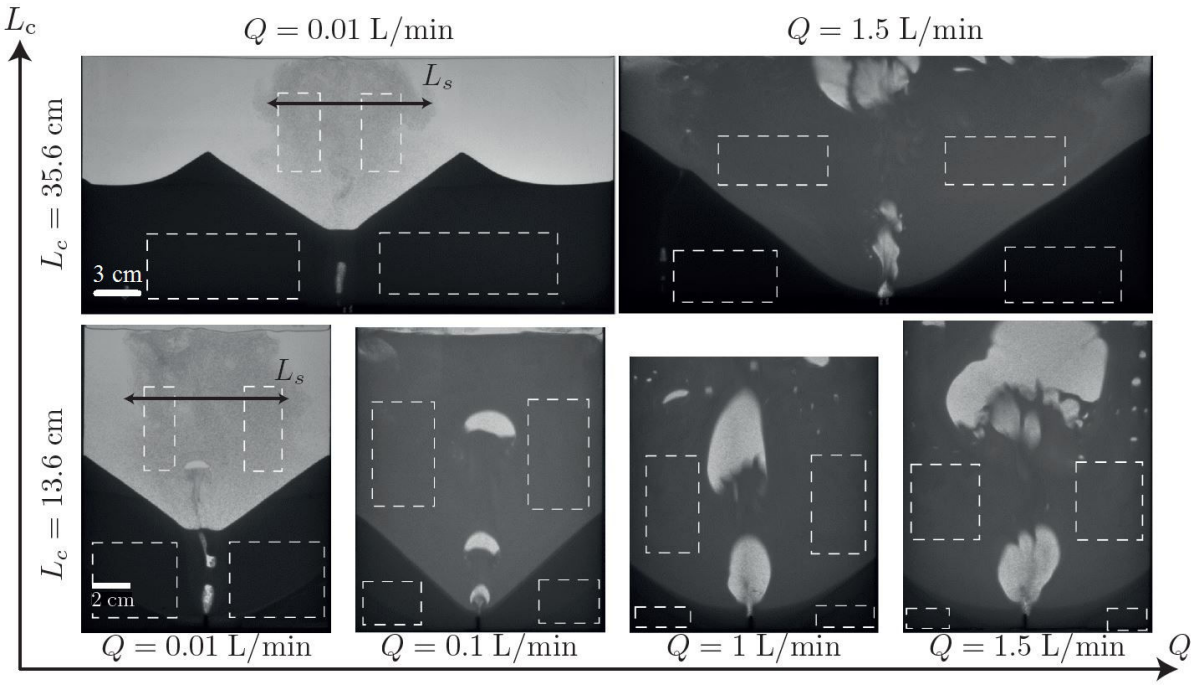

FIGURE 2.7 – Images de l'expérience en régime stationnaire pour différents débits Q et deux largeurs de cuve L_c [PVC230P, $h_g = 9$ cm, $h_l = 18$ cm, $\alpha = 0°$]. Les rectangles en pointillés blancs représentent les zones où sont mesurées les fractions volumiques en grains dans la suspension et dans le lit granulaire.

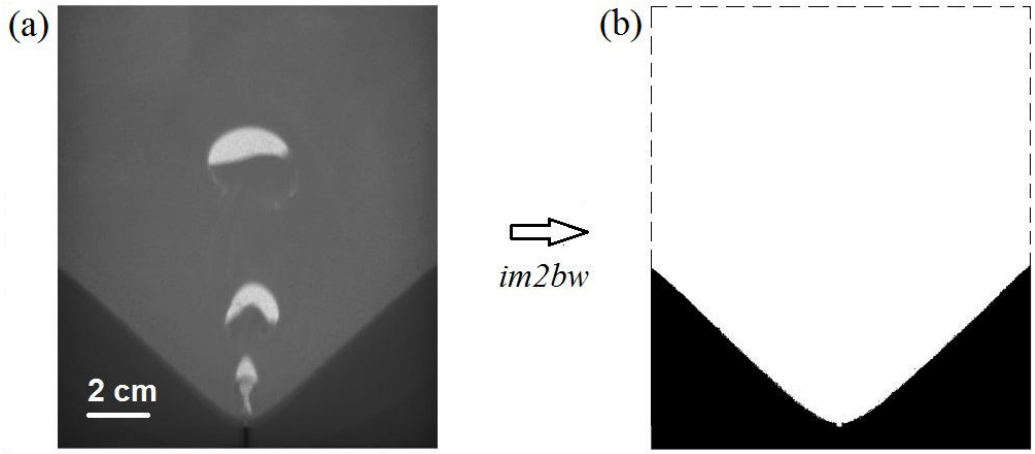

FIGURE 2.8 – (a) Exemple d'image issue de l'expérience. (b) Binarisation de l'image. La fonction Matlab *im2bw* permet de ne garder que le lit granulaire (aire A, ici en noir) [PVC230P, $Q = 0.5$ L/min, $L_c = 13.6$ cm, $h_g = 9$ cm, $h_l = 18$ cm, $\alpha = 0°$]. L'echelle est la même sur les deux images.

partie du lit apparaît en blanc et n'est donc pas détectée (figure 2.9a). Pour de fortes valeurs du seuil, une partie de la suspension apparaît aussi en noir et fausse ainsi la mesure de A (figure 2.9c). On se place dans une valeur de seuil intermédiaire pour laquelle seul le lit est détecté (figure 2.9b), et où la valeur de A/A_0 est peu sensible au seuil ($\simeq 3\%$ de variation, figure 2.9d). On peut ainsi en déduire l'aire $A(t)$, ou l'aire normalisée $A(t)/A_0$, du lit granulaire au cours de l'expérience.

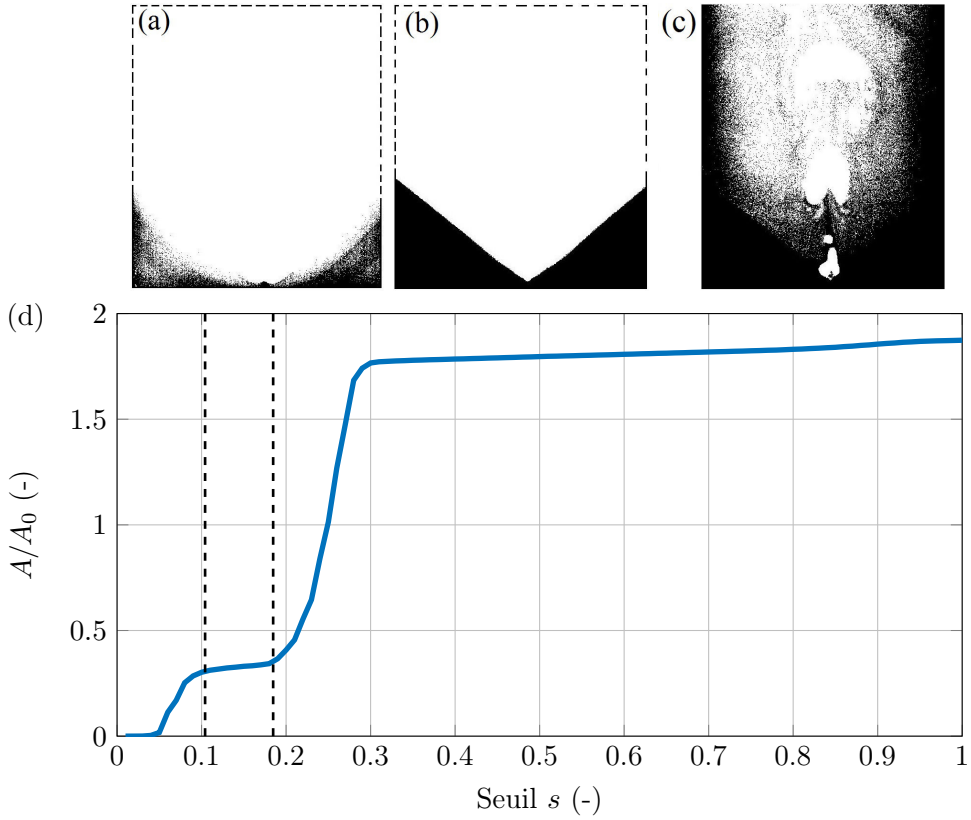

FIGURE 2.9 – Étude de la sensibilité au seuil s pour la détermination de l'aire du lit granulaire. (a, b, c) Exemple d'images binarisées pour différentes valeurs de seuil, respectivement (a) $s = 0.06$, (b) $s = 0.15$ et (c) $s = 0.25$. (d) Taille du lit granulaire normalisée par la taille initiale A/A_0 en fonction du seuil s. On fixe le seuil s dans la zone où les contours du lit granulaire apparaissent clairement (figure b) et où A/A_0 varie peu ($\leq 3\%$, zone délimitée par les pointillés en figure d) [PVC, $L_c = 3.6$ cm, $Q = 0.2$ L/min, $h_g = 9$ cm, $h_l = 18$ cm, $\alpha = 0°$, $t = 700$ s].

2.4.3 Fraction volumique en grains (ϕ_b, ϕ_s)

L'autre paramètre déterminant de cette expérience est la fraction volumique en grains, dans le lit granulaire (ϕ_b) ou dans la suspension formée (ϕ_s). Pour cela, on remarque que plus il y a de grains dans une zone, plus l'intensité perçue par la caméra est faible (voir figure 2.7), le milieu granulaire absorbant d'autant plus la lumière en transmission que la fraction volumique en grains de ce dernier est élevée.

• Calibration

Afin de déduire la fraction volumique en grains à partir des mesures d'intensité, une calibration est nécessaire. La méthode utilisée pour cette calibration est la suivante. On verse une masse connue m_g de particules dans la cellule (de gap $e = 2$ ou 3 mm), que l'on remplit d'une hauteur h_l d'éthanol. La cellule est ensuite scellée puis retournée afin de mélanger l'ensemble des grains au liquide et créer une suspension homogène. On capture l'image de la suspension, dont on mesure l'intensité moyenne spatiale I via Matlab. La fraction volumique en grains est donné par $\phi = m_g/\rho_g L_c h_l e$. On change ensuite h_l en rajoutant de l'éthanol dans la cellule et on répète le processus. On trace alors l'intensité perçue I en fonction de la fraction volumique en grains ϕ pour les différentes cellules, et les différents

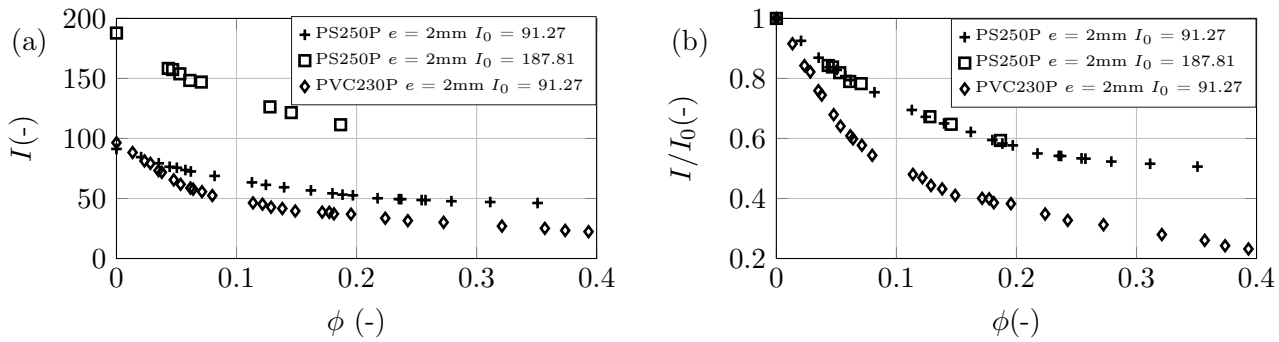

FIGURE 2.10 – Courbes de calibration [L_c = 13.6 cm]. (a) Intensité I en fonction de la fraction volumique en grains ϕ. (b) Intensité normalisée I/I_0 en fonction de la fraction volumique en grains ϕ.

grains utilisés (figure 2.10a). On définit I_0 comme l'intensité perçue par la caméra lorsqu'il n'y a pas de grains ($\phi = 0$, éthanol pur). On voit sur la figure 2.10a que, pour une même cellule et les mêmes grains, la calibration dépend de la valeur de I_0.

Les panneaux LED utilisés lors des expériences n'ont pas toujours été les mêmes, et la lumière ambiante non plus, et donc la valeur de l'intensité I_0 perçue par la caméra non plus. De plus, l'expérience a dû être déplacée en troisième année de thèse, changeant ainsi les conditions de luminosité. Dans la première salle, le dispositif n'était pas à l'abri de la lumière ambiante. Dans la seconde pièce, nous nous sommes attachés à isoler le dispositif de la lumière environnante en implémentant une boîte autour du dispositif. Nous avons effectué les calibrations non seulement pour chaque cellule, mais dans la mesure du possible, pour les différentes valeurs de I_0. La figure 2.10b montre l'intensité I normalisée par l'intensité I_0. On voit alors que les points de calibration pour une même cellule et un même type de grains se regroupent sur une même courbe.

Pour expliquer l'évolution de l'intensité en fonction de la fraction volumique en grains, on utilise une loi de type Beer-Lambert. L'intensité transmise en un point x à travers une suspension de fraction volumique en grains ϕ et d'épaisseur dx peut s'écrire d$I = \epsilon\phi I(x)$dx, où ϵ est le coefficient d'absorption. Dans le cas d'une loi de Beer-Lambert classique, ϵ est constant, et conduit alors à une simple décroissance exponentielle de la fonction $I(\phi)$, ce qui ne correspond pas aux données expérimentales. Considérons alors au premier ordre que le coefficient d'absorption dépend linéairement de I et de ϕ, $\epsilon = \epsilon_0(1+\delta\phi)(1+\kappa I)$, où δ et κ sont des constantes ajustables dépendant du matériau, de la taille des grains et du gap e. Quand on intègre l'expression d$I = \epsilon\phi I(x)$dx le long de l'épaisseur e, on obtient alors l'intensité I en fonction de la fraction volumique en grains dans la suspension ϕ :

$$\frac{I}{I_0} = \frac{(1+\kappa)(1 - I_{bruit}/I_0)}{\exp[\epsilon_0(1+\delta\phi)\phi e] + \kappa} + \frac{I_{bruit}}{I_0} \tag{2.1}$$

où I_{bruit} correspond à l'intensité de la lumière environnante résiduelle.

Les courbes de calibration $I/I_0 = f(\phi)$ sont reportées en figure 2.11 pour différents grains et différentes tailles de gap e, ainsi que l'ajustement par l'équation 2.1. Ces dernières nous permettront de remonter aux différentes fractions volumiques en grains dans l'expérience par simple mesure de l'intensité reçue (tableau 2.12) [1].

- Mesure

1. Malgré tout, on a rencontré des problèmes qui seront développés dans le prochain chapitre

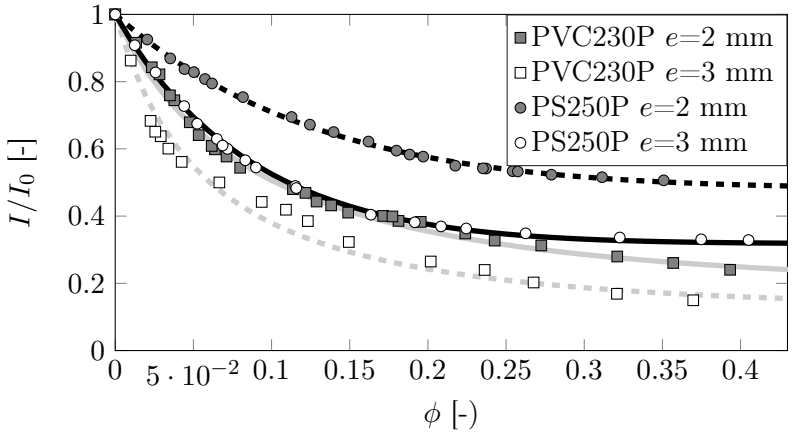

FIGURE 2.11 – Courbes de calibration $I/I_0 = f(\phi)$ pour les particules PVC230P et PS250P et pour différentes épaisseurs e de la cellule (2 ou 3 mm), et les ajustements correspondant au modèle de l'équation 2.1. On utilise ces ajustements pour remonter à la valeur de la fraction volumique en grains dans le lit granulaire et dans la suspension par la mesure de l'intensité.

Particules	e (mm)	ϵ_0	δ	κ	I_{bruit}/I_0
PVC230P	2	0.82	1.4	-0.87	0.194
PVC230P	3	0.82	1.4	-0.87	0.130
PS250P	2	2.8	1.4	-0.3	0.482
PS250P	3	2.8	1.4	-0.3	0.318

FIGURE 2.12 – Tableau résumant les valeurs de $\epsilon_0, \kappa, \delta$ et I_{bruit} issues des ajustements par l'équation 2.1. δ est fixé, (ϵ_0, κ) indépendants de e mais dépendants du matériau.

En observant les images de l'expérience (figure 2.7), on remarque la zone de remontée des bulles d'air au centre de la suspension. L'intensité qui est observée est beaucoup plus importante au niveau des bulles, que dans la suspension. Afin de s'assurer de mesurer l'intensité dans la suspension et ne pas fausser la mesure, il faut procéder à la mesure dans une zone de la suspension où les bulles ne passent pas. Pour cela, on somme l'ensemble des images d'une expérience que l'on divise par le nombre d'images pour obtenir une image moyenne (figure 2.13a). On observe dans la suspension, une colonne où l'intensité est plus forte, elle correspond à la zone dans laquelle remontent les bulles. On sélectionne alors des zones de mesures (figure 2.7, rectangles en pointillés blancs) loin de cette zone centrale et loin des bords (surface libre du liquide, du lit granulaire ou bords de la cellule) pour mesurer l'intensité et remonter à la fraction volumique en grains dans la suspension et dans le lit granulaire.

2.4.4 Largeur moyenne des bulles (L_b)

Les bulles qui ressortent du milieu granulaire ont une taille typique de l'ordre de quelques centimètres maximum (figure 2.7). On peut relier la vitesse U_b d'une bulle remontant en cellule de Hele-Shaw à sa taille caractéristique par l'expression [92] :

$$U_b = 0.5\sqrt{gL_b} \tag{2.2}$$

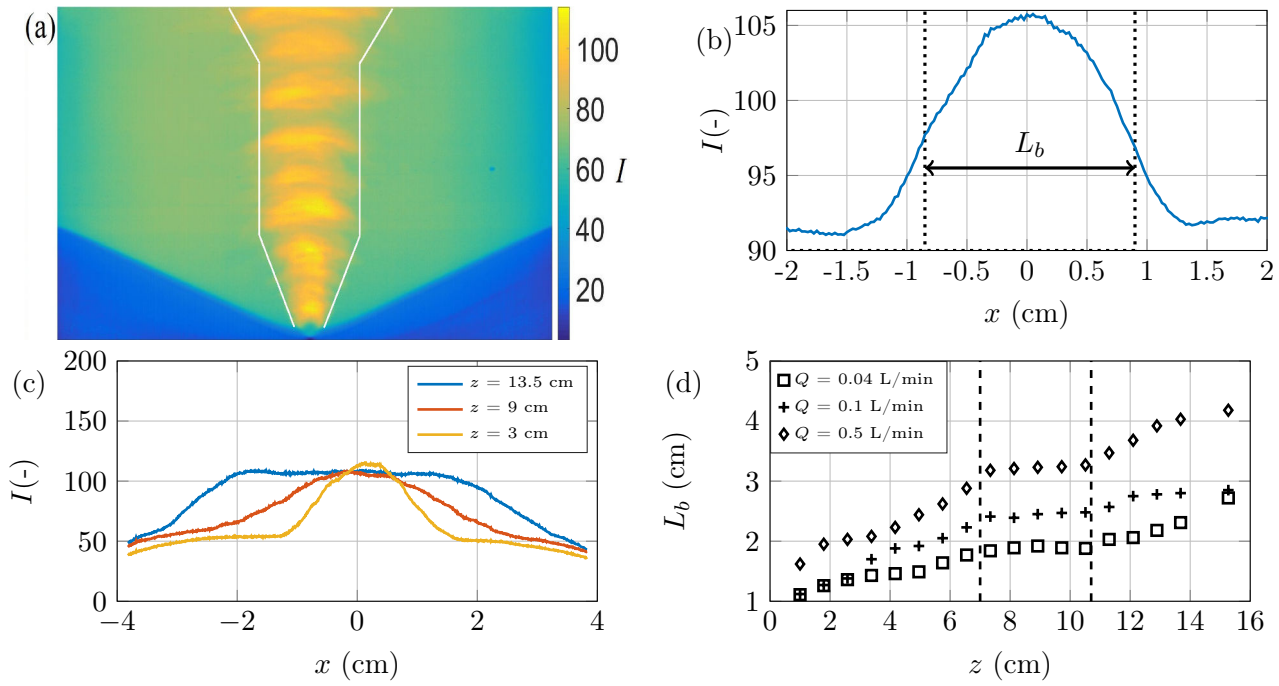

FIGURE 2.13 – (a) Image résultant de la somme normalisée des images d'une expérience [PVC230P, L_c = 13.6 cm, h_g = 9 cm, h_l = 18 cm, $\alpha = 0°$, Q = 0.5 L/min]. On visualise la colonne où l'intensité est plus élevée correspondant au passage des bulles d'air. (b) Intensité I le long de l'abscisse horizontale x pour la hauteur z = 3 cm. Le pic d'intensité correspond à la colonne centrale de remontée des bulles. On définit la largeur des bulles L_b comme la largeur à mi-hauteur. (c) Intensité mesurée à différentes hauteurs z de la cellule. (d) Largeur typique des bulles L_b en fonction de la hauteur z dans la cellule pour différents débits Q.

avec g = 9.81 m.s^{-2}, l'accélération de la pesanteur. Un calcul rapide nous donne U_b de l'ordre de 20 cm/s. La résolution et la fréquence d'acquisition des caméras utilisées (voir section 2.1) ne permettent pas de suivre le mouvement des bulles. Pour estimer la valeur typique de la taille des bulles, on utilise la technique de sommation des images décrites précédemment (section 1.4.3). On obtient l'image présentée en figure 2.13a. On trace ensuite l'intensité le long de l'horizontale, à une hauteur z donnée (figure 2.13b). On obtient une courbe en cloche, dont on peut mesurer la largeur à mi-hauteur, représentative de L_b.

Cependant, comme on le remarque sur les figures 2.13a et 2.13c, la largeur de la colonne n'est pas la même sur toute sa hauteur. En effet, si on reporte la largeur de cette colonne en fonction de la hauteur z de la cellule (figure 2.13d), on remarque trois zones différentes. Une première au niveau de l'injecteur, où la bulle se forme, pour laquelle la colonne est étroite. Ensuite, une zone où la largeur est constante. C'est la zone dans laquelle les bulles sont formées et ne changent pas significativement de taille lors de la remontée. Enfin, une zone près de la surface libre du liquide, où la colonne est de largeur importante. Dans cette zone, les bulles arrivent à la surface et s'aplatissent dû à la présence de l'interface. Pour quantifier la largeur typique des bulles, nous avons pris la valeur dans la zone intermédiaire, dans laquelle la largeur de la colonne, et donc celle des bulles, reste environ constante en fonction de la hauteur z. On définit donc L_b comme la moyenne des valeurs sur cette zone intermédiaire.

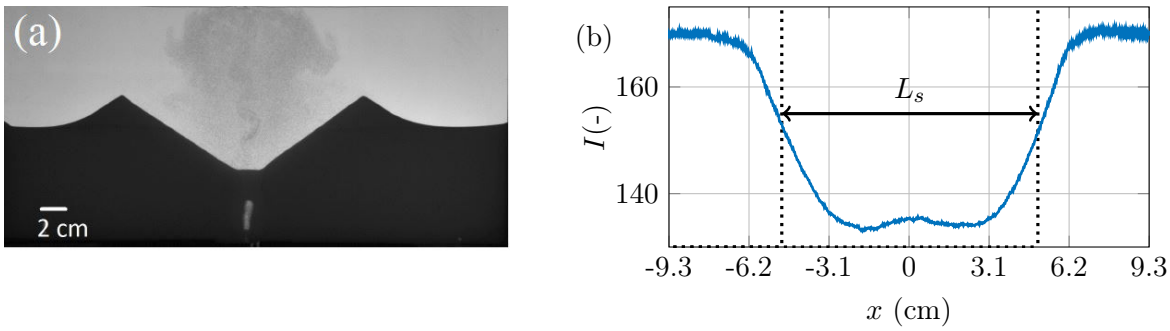

FIGURE 2.14 – (a) Image de l'écoulement. On remarque une zone grisée dans le liquide au-dessus du lit granulaire, correspondant à la suspension. b) Intensité I le long de l'horizontale en fonction de la position x ($x = 0$ correspond à la position du point d'injection). On définit la largeur de la suspension L_s comme la largeur à mi-hauteur de la courbe en cloche [PVC230P, $Q = 0.01$ L/min, $L_c = 35.6$ cm, $h_g = 9$ cm, $h_l = 18$ cm, $\alpha = 0°$].

2.4.5 Taille de la suspension (L_s)

Pour des cellules étroites ($L_c = 13.6$ cm) et pour la quasi-totalité des débits d'air Q explorés ($Q = 0.01$ L/min exclu), la suspension formée par l'injection continue d'air occupe toute la largeur de la cellule. Cependant, pour de faibles débits d'air ($Q = 0.01$ L/min par exemple), la suspension ne s'étale pas sur toute la largeur de la cellule (figure 2.7). Lorsque l'on augmente le débit Q, la suspension prend de plus en plus de place, jusqu'à effectivement occuper l'ensemble de l'espace de la cellule (figure 2.7). En effet, lorsque les bulles entraînent les grains en suspension et atteignent la surface libre du liquide, les grains sont advectés sur les côtés de la cellule avec une vitesse proche de la vitesse de remontée des bulles. Pour les faibles débits d'air, les bulles sont petites et ont une vitesse faible, les grains ne peuvent donc pas être advectés jusqu'aux bords de la cellule, et la suspension ne s'étend pas sur l'ensemble de la cellule.

Afin de quantifier la largeur de la suspension, notée L_s, on utilise une méthode similaire à celle présentée en section 2.4.4 pour la mesure de la largeur des bulles L_b. En effet, comme on le voit sur la figure 2.14a, l'intensité correspondant à la zone où est située la suspension est plus faible que l'intensité autour, ainsi, comme pour la taille des bulles, on mesure l'intensité le long de l'horizontale au niveau de la suspension, moyennée sur l'abscisse verticale z (figure 2.14b) en régime stationnaire. On choisit la zone où l'on effectue la moyenne en s'assurant que l'on reste au-dessus du lit granulaire. On remarque alors le déficit en intensité provoqué par la suspension (la petite bosse au milieu est dûe à la colonne centrale de bulles), et à l'instar de la largeur des bulles, on définit la largeur de la suspension L_s comme la largeur à mi-hauteur.

2.4.6 Détection des bulles

Nous avons voulu quantifier les propriétés statistiques des bulles lors de cette thèse. Pour cela, il est nécessaire de détecter les bulles (leur contour) dans la suspension. Pour faciliter la détection des bulles, nous avons ajouté pour une partie des expériences un colorant bleu (E133, *Meilleurduchef.com* pour augmenter le contraste. On considère que la quantité de colorant ajoutée dans l'éthanol est

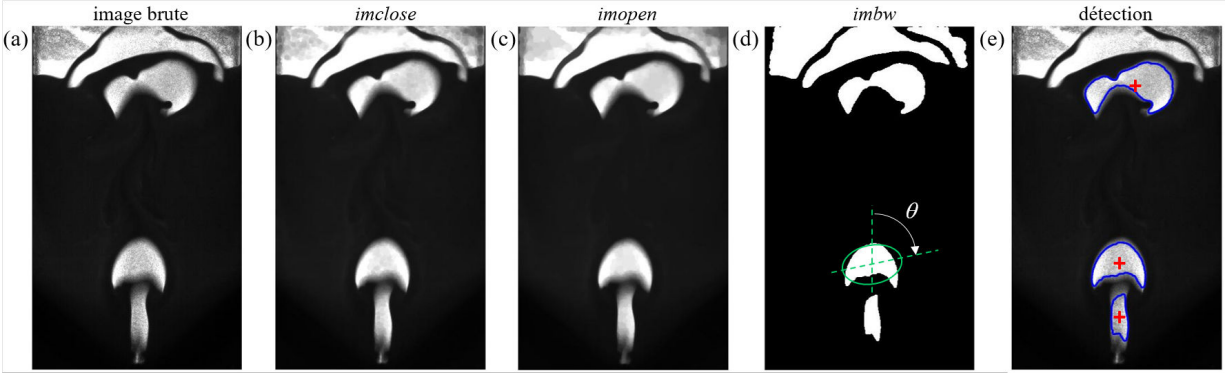

FIGURE 2.15 – Différentes étapes de transformation de l'image par le programme de détection de bulles. On obtient ainsi leur contour (en bleu) et leur centre de masse (croix rouges) et leur orientation principale (angle θ).

suffisamment faible pour pouvoir négliger son influence sur l'écoulement (dilution de moins d'1 %). Dû à la présence de grains parfois accrochés sur les parois de la cellule, ou dans les films de lubrification entre les bulles et les plaques de verre, en particulier pour les expériences en cellule inclinée (figure 2.15a), une simple binarisation des images ne suffit pas à détecter correctement le contour des bulles. Le programme de détection élaboré se base sur des opérations morphologiques successives de dilatation et d'érosion, qui permettent d'homogénéiser d'une part, le niveau de gris (foncé) de la suspension et d'autre part, le niveau de gris (clair) des bulles selon le schéma suivant :

— définition de l'outil morphologique réalisant ces opérations (fonction Matlab *strel*), dans notre cas, un disque de rayon 9 pixels = 1 mm.
— fermeture morphologique de l'image (dilatation suivie d'une érosion, fonction Matlab *imclose*), permettant de rendre flous les grains dans les films de lubrification (figure 2.15b).
— remplissage des régions présentant des motifs isolés inférieurs à la taille de l'outil morphologique (fonction Matlab *imfill*).
— ouverture morphologique de l'image (dilatation suivie d'une érosion, fonction Matlab *imopen*), permettant d'homogénéiser les régions gris clair à l'intérieur des bulles obtenues par les fonctions précédentes (figure 2.15c).
— binarisation (fonction Matlab *imbw*, avec un seuil de 0.6 pour l'ensemble des expériences réalisées) conduisant à une séparation nette entre les bulles et la suspension (figure 2.15d).
— détection du contour des bulles (en bleu, figure 2.15e) et de leurs propriétés par la fonction Matlab *regionprops* : centre de masse de coordonnées (X_c, Z_c) (croix, figure 2.15e), surface S, périmètre P, diamètre équivalent d_{eq}, orientation θ.

2.5 Nombres sans dimension

L'écoulement étudié dans cette thèse comporte trois phases distinctes, l'air sous forme de bulles, le liquide environnant et le milieu granulaire (lit ou suspension), et de nombreux paramètres adimensionnés contrôlent le comportement de cette expérience. L'idée n'est pas de faire une étude adimensionelle complète du système, mais juste de considérer des nombres adimensionnés caractéristiques pour savoir

♯	Particules	u	Re_b	Re_p	Fr_b	Fr_p	τ^*
1	PVC230P	[0.02 ; 0.07]	[31.2 ; 309]	7×10^{-4}	[0.01 ; 0.06]	1×10^{-4}	[0.01 ; 0.06]
2	PS250P	[0.01 ; 0.04]	[31.2 ; 309]	4×10^{-4}	[0.01 ; 0.06]	3×10^{-5}	[0.02 ; 0.06]
3	PVC230P	[0.02 ; 0.07]	[31.2 ; 309]	7×10^{-4}	[0.01 ; 0.06]	1×10^{-4}	[0.01 ; 0.13]
4	PS250P	[0.01 ; 0.04]	[31.2 ; 309]	4×10^{-4}	[0.01 ; 0.06]	3×10^{-5}	[0.01 ; 0.13]
5	PVC230P	[0.02 ; 0.07]	[31.2 ; 309]	7×10^{-4}	[0.01 ; 0.06]	1×10^{-4}	[0.01 ; 0.06]
6	PS250P	[0.01 ; 0.04]	[31.2 ; 309]	4×10^{-4}	[0.01 ; 0.06]	3×10^{-5}	[0.01 ; 0.13]
7	PS250P	[0.01 ; 0.04]	[31.2 ; 309]	4×10^{-4}	[0.02 ; 0.08]	4×10^{-5}	[0.01 ; 0.13]
8	PS250P	[0.01 ; 0.04]	[31.2 ; 309]	4×10^{-4}	[0.01 ; 0.05]	3×10^{-5}	[0.01 ; 0.13]
9	PS250P	[0.01 ; 0.04]	[31.2 ; 309]	4×10^{-4}	[0.01 ; 0.06]	3×10^{-5}	[0.01 ; 0.13]
10	PS250M	[0.01 ; 0.04]	[31.2 ; 309]	4×10^{-4}	[0.01 ; 0.06]	3×10^{-5}	[0.01 ; 0.13]
11	PS80M	[0.001 ; 0.004]	[31.2 ; 309]	1×10^{-4}	[0.01 ; 0.06]	3×10^{-6}	[0.03 ; 0.39]

TABLE 2.3 – Tableau résumant les nombres sans dimension estimés dans nos expériences.

dans quels régimes on se situe.

• **Rapport des vitesse u** $= U_s/U_b$

L'écoulement étant régi par l'entraînement des grains en suspension par les bulles d'air, et leur sédimentation, le premier nombre adimensionné important est le rapport entre la vitesse de sédimentation U_s et la vitesse des bulles U_b, qui est la vitesse typique d'entraînement des grains :

$$u = \frac{U_s}{U_b} \tag{2.3}$$

La vitesse de sédimentation est estimée par la vitesse de Stokes U_{Stokes} corrigée par les effets collectifs : $U_s = U_{Stokes}(1-\phi_s)^5$ (section 1.2.4). Nous avons vu précédemment (section 1.2.6) que pour des bulles de taille typique d'un centimètre, leur vitesse est de l'ordre de 15 cm/s. Pour les grains considérés, nous avons toujours $u \ll 1$ (tableau 2.3). C'est pourquoi nous pouvons former une suspension dense.

• **Nombre de Reynolds** Re

Le nombre de Reynolds Re, compare les effets visqueux d'un fluide avec les effets inertiels :

$$Re = \frac{\rho_l L V}{\eta} \tag{2.4}$$

avec ρ_l la masse volumique du fluide, L la longueur caractéristique de l'écoulement, V la vitesse typique de l'écoulement et η la viscosité dynamique du fluide (viscosité effective calculée par l'équation 1.4 : $\eta = 1.2 \times 10^{-3}$ Pa.s pour $\phi_s = 0$ et $\eta = 2.1 \times 10^{-3}$ Pa.s pour $\phi_s = 0.20$). Ici on étudie deux mouvements dans l'éthanol, la remontée des bulles et la sédimentation des particules, et il s'agit de savoir si nous sommes en régime ̀bas ou haut nombre de Reynolds. Dans le cadre de la remontée de bulles, nous avons vu en introduction le lien entre vitesse et taille des bulles (section 1.2.6). Dans notre expérience, la taille typique des bulles est de l'ordre du cm, pour une vitesse de l'ordre de 15 cm/s. Ainsi, le nombre de Reynolds Re_b est de l'ordre de 980 $\gg 1$, la remontée des bulles ne se fait plus en régime laminaire. Cependant, pour les particules utilisées dans nos expériences, le nombre de Reynolds Re_p est de l'ordre de 10^{-4}. Nous sommes dans le régime de Stokes.

• **Nombre de Froude** Fr

Le nombre de Froude est défini comme le rapport entre l'énergie cinétique des particules et leur énergie potentielle gravitationelle :

$$Fr = \frac{V^2}{gh_l} \tag{2.5}$$

avec h_l la hauteur de liquide de laquelle sédimentent les particules. Pour les particules utilisées, nous trouvons un ordre de grandeur du nombre de Froude Fr_p de $10^{-5} \ll 1$ (tableau 2.3). La sédimentation des particules se fait à bas nombre de Froude. De même, le nombre de Froude Fr_b pour la remontée des bulles est de l'ordre de $10^{-2} \ll 1$ (tableau 2.3). La remontée des bulles se fait aussi à bas nombre de Froude.

• Nombe de Shields τ^*

Enfin, le point central de cette thèse concerne le transport des particules en suspension par l'injection d'air. Afin de caractériser ce transport, il s'agit d'évaluer le nombre de Shields τ^* qui caractérise l'entraînement d'une particule par un écoulement fluide. Il compare la contrainte appliquée par le fluide avec le poids des grains immergés

$$\tau^* = \frac{\tau}{(\rho_g - \rho_l)gd} \tag{2.6}$$

où τ est la contrainte de cisaillement appliqué par le liquide sur les particules, ρ_g la masse volumique des particules, ρ_l la masse volumique du fluide environnant et d le diamètre typique des particules. Dans le cadre de notre expérience, ce sont les bulles qui remontent qui sont responsables de l'entraînement des grains. Si l'on suppose que cet entraînement se fait par cisaillement, on estime τ comme $\tau = \eta \frac{U_b}{L_b}$. On en déduit que τ^* est toujours petit devant 1 (tableau 2.3). Ainsi, on en déduit qu'il n'y a pas d'entraînement des grains par cisaillement. L'entraînement se fait uniquement dans le sillage des bulles comme nous le verrons dans la section 3.2.2.

Chapitre 3

Mise en suspension en configuration verticale

3.1 Régime stationnaire **38**
3.1.1 Existence d'un état stationnaire 38
3.1.2 Taille du lit granulaire A 38
3.1.3 Fraction volumique en grains dans le lit granulaire ϕ_b 39
3.1.4 Fraction volumique en grains dans la suspension ϕ_s 40
3.1.5 Influence des différents paramètres 41
3.1.6 Taille de la suspension (L_s) et des bulles (L_b) 44
3.1.7 Retour sur la calibration 47
3.2 Modèle phénoménologique **48**
3.2.1 Sédimentation ($\mathrm{d}N^+$) 50
3.2.2 Entraînement ($\mathrm{d}N^-$) 52
3.2.3 Évolution du nombre de grains $n(t)$ 53
3.2.4 Etat stationnaire 53
3.2.5 Validation et discussion 55
3.2.6 Amélioration du modèle 57
3.3 Etude du régime transitoire **57**
3.3.1 Résultats expérimentaux 58
3.3.2 Modèle 59
3.3.3 Dépendance du temps caractéristique 63
3.4 Conclusion **65**

Dans ce chapitre, je présente les résultats obtenus lors de l'étude portant sur la mise en suspension d'un lit granulaire par injection continue d'air en configuration verticale ($\alpha = 0°$, figure 2.1). L'objectif de cette étude est de quantifier l'efficacité de la mise en suspension en mesurant la fraction volumique en grains ϕ_s dans la suspension formée, et la taille A du lit granulaire. De nombreux paramètres interviennent dans ce problème tels que les hauteurs de grains h_g et de liquide h_l, ou encore la largeur de la cellule L_c. L'influence de l'ensemble de ces paramètres sur la mise en suspension du lit granulaire a été étudiée (section 3.1.5).

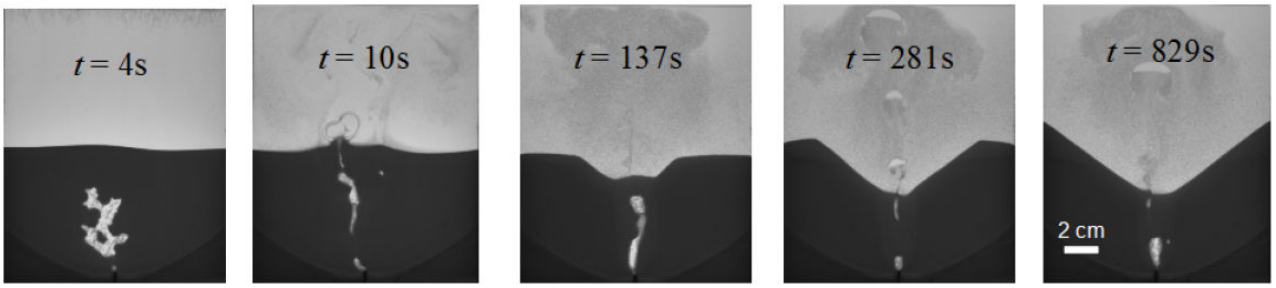

FIGURE 3.1 – Evolution temporelle du lit granulaire et de la suspension [PVC230P, $Q = 0.05$ L/min, $L_c = 13.6$ cm, $h_g = 9$ cm, $h_l = 18$ cm]. On atteint un état stationnaire pour lequel le lit granulaire n'évolue plus (aire A^*).

Afin de mieux comprendre la mise en suspension des grains, et de rendre compte des résultats expérimentaux, nous avons réalisé un modèle phénoménologique inspiré de nos observations expérimentales (section 3.2). Ce modèle est basé sur la compétition entre l'entraînement des grains en suspension par les bulles et leur sédimentation. Nous essaierons alors de rendre compte des deux régimes observés, le régime stationnaire (section 3.1) et le régime transitoire (section 3.3).

3.1 Régime stationnaire

3.1.1 Existence d'un état stationnaire

Au temps $t = 0$ s, après avoir effectué la condition initiale, l'air est injecté à la base du lit granulaire. L'air traverse celui-ci, ressort du lit sous la forme de bulles qui remontent ensuite dans le liquide, entraînant des grains en suspension (figure 3.1). Les grains ainsi entraînés suivent la recirculation du fluide dû à la remontée successive des bulles, et sédimentent de part et d'autre de la zone centrale, leurs trajectoires étant semblables à des rouleaux de convection (figure 3.1). On observe alors la formation d'un cratère, qui se creuse et s'élargit au cours du temps. Les grains sédimentés avalanchent dans le cratère et sont entraînés à nouveau par les bulles au centre de la cellule. La taille du lit granulaire A décroît au cours du temps et atteint une valeur stationnaire[1], une partie du lit granulaire n'étant pas affectée par l'injection continue d'air. Nous appellerons "zone morte" ce lit granulaire dans l'état stationnaire. La suspension est alors régie par la compétition entre l'entraînement des grains par l'air, et leur sédimentation, le régime stationnaire résultant d'un équilibre entre les deux. Nous noterons A^*, ϕ_b^* et ϕ_s^* respectivement la taille du lit granulaire, les fractions volumiques en grains dans le lit granulaire et dans la suspension, dans l'état stationnaire.

3.1.2 Taille du lit granulaire A

Sur les images issues de l'expérience (figure 3.1), on observe une diminution globale de la taille du lit granulaire au cours du temps jusqu'à atteindre l'état stationnaire ("zone morte"). La taille du lit granulaire normalisée à sa taille initiale A/A_0 au cours du temps est reportée dans la figure 3.2a pour différentes valeurs de débits d'air Q. Tout d'abord, on observe bien que la taille du lit granulaire

1. Nous verrons dans le chapitre 4 que ce n'est plus systématiquement le cas en configuration inclinée.

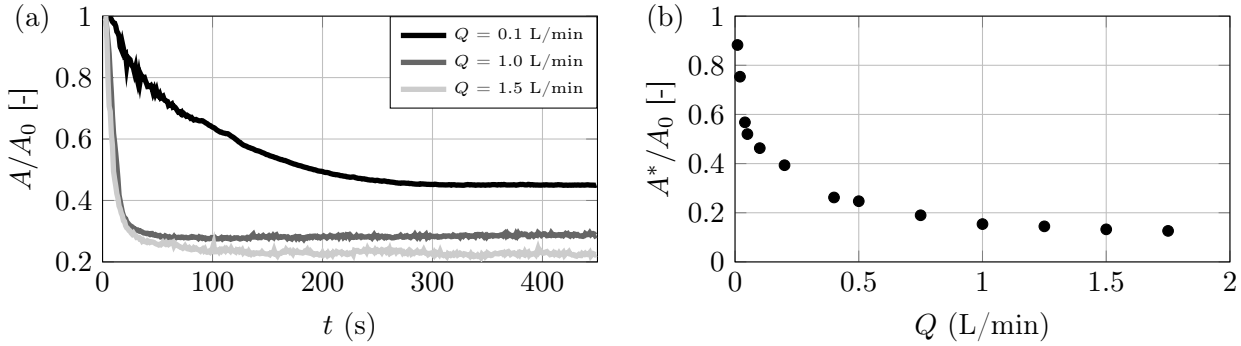

FIGURE 3.2 – (a) Taille du lit granulaire A en fonction du temps, normalisée par sa taille initiale A_0. A/A_0 décroît au cours du temps et atteint un plateau qui correspond à l'état stationnaire ("zone morte", A^*/A_0). (b) Taille de la zone morte A^*/A_0 en fonction du débit Q imposé [PVC230P, L_c = 13.6 cm, h_g = 9 cm, h_l = 18 cm].

normalisée A/A_0 décroît au cours du temps et atteint un plateau, ce qui confirme l'existence d'un état stationnaire. On observe de plus que ce plateau est atteint pour des temps caractéristiques différents [2]. Enfin, on voit que la valeur du plateau n'est pas la même selon le débit d'air Q que l'on impose.

On reporte alors la valeur de la taille de la "zone morte" (état stationnaire) normalisée A^*/A_0 en fonction du débit d'air Q (figure 3.2b). On observe que cette valeur décroît de manière monotone avec le débit d'air Q, et atteint un plateau. On explique cette décroissance de la manière suivante : lorsque l'on augmente le débit d'air, on augmente la quantité de grains que l'on met en suspension, et donc A^*/A_0 diminue avec le débit d'air Q. De manière intéressante, au-delà d'un certain débit d'air critique, la valeur de A^*/A_0 atteint un plateau car l'injection d'air étant ponctuelle, les grains se situant sur les côtés de la cellule sont moins affectés par l'air. Il est intéressant de constater que pour ces débits d'air, le lit granulaire est creusé jusqu'au niveau du point d'injection, ce qui peut expliquer la décroissance de plus en plus faible de A^*/A_0 jusqu'au plateau.

3.1.3 Fraction volumique en grains dans le lit granulaire ϕ_b

Un exemple d'évolution de la fraction volumique en grains ϕ_b dans le lit est présenté en figure 3.3a. On observe au début de l'injection, une légère compaction du lit granulaire, due au passage de l'air. Cependant, cette compaction est de l'ordre de quelques pourcents, et on peut considérer que la valeur de ϕ_b reste constante dans le temps, et que sa valeur dans l'état stationnaire est égale à $\phi_b^* \simeq \phi_b^0$. Sur la figure 3.3b, on reporte les valeurs de ϕ_b^* en fonction du débit d'air imposé. Ce paramètre ne dépend pas du débit d'air, ce qui signifie deux choses : (1) la méthode utilisée pour faire la condition initiale nous fournit une valeur de fraction volumique ϕ_b qui est toujours la même pour chaque expérience, et (2) cette valeur ne dépend significativement d'aucun paramètre et peut être considéré constante, même si sa valeur varie légérement selon le jeu de paramètres considéré.

L'homogénéité du lit granulaire dans l'état stationnaire est aussi étudié (figure 3.4). Nous avions vu précedemment que la condition initiale formait un lit granulaire homogène pour lequel $\sigma_{\phi_b^0}/\phi_b^0 \simeq 10\%$ (section 2.3). Le passage du gaz n'affecte que très peu la valeur moyenne ϕ_b^*, et il n'affecte quasiment

2. L'étude du régime transitoire fera l'objet de la section 3.3.

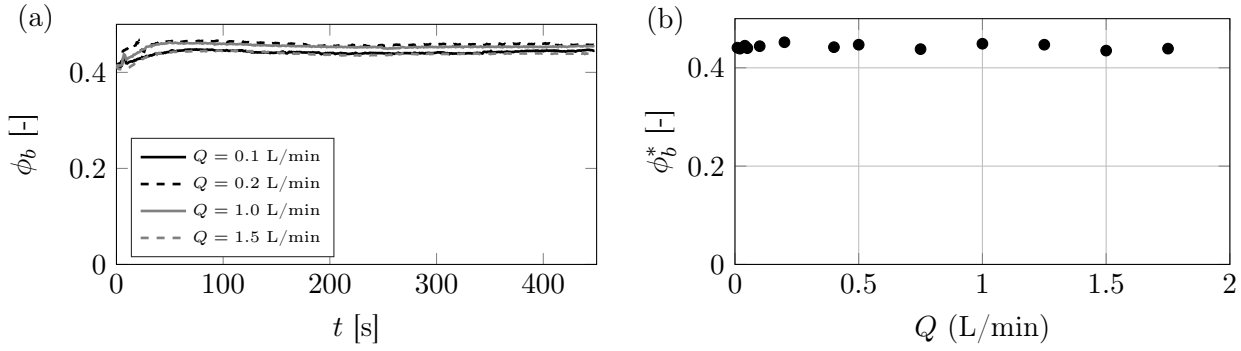

FIGURE 3.3 – (a) Evolution temporelle de la fraction volumique en grains ϕ_b dans le lit granulaire. Malgré une légère compaction initiale, la valeur de ϕ_b reste environ constante : $\phi_b^* \simeq \phi_b^\circ$. (b) Evolution de ϕ_b^* en fonction du débit d'air Q. La valeur est constante selon le débit d'air Q, $\phi_b^* \simeq 44$ % pour l'ensemble de nos paramètres expérimentaux. [PVC230P, $L_c = 13.6$ cm, $h_g = 9$ cm, $h_l = 18$ cm].

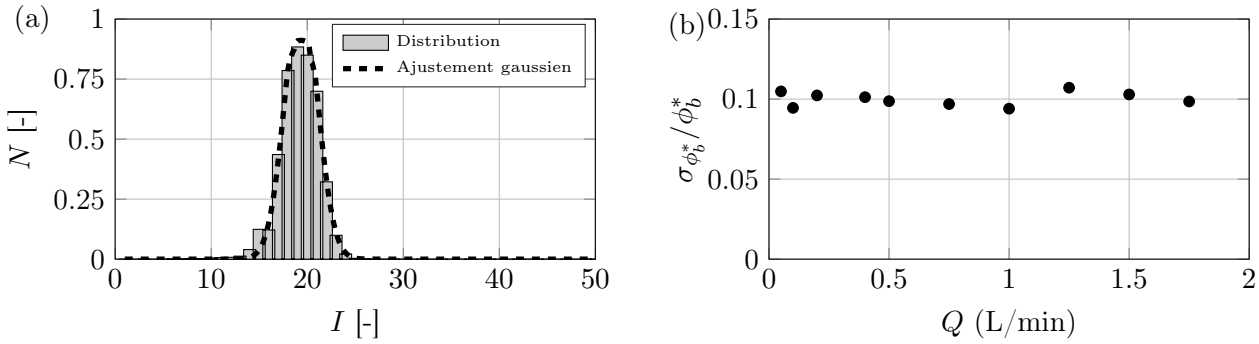

FIGURE 3.4 – (a) Distribution (pdf) en intensité dans le lit granulaire à l'état stationnaire. (b) Variance de la distribution de fraction volumique en grains du lit divisée par la valeur moyenne $\sigma_{\phi_b^*}/\phi_b^*$ en fonction du débit d'air Q.

pas l'homogénéité de la zone morte, les valeurs de $\sigma_{\phi_b^*}/\phi_b^*$ dans l'état stationnaire restant proche de 10 % (figure 3.4b).

3.1.4 Fraction volumique en grains dans la suspension ϕ_s

Nous observons sur la figure 2.7, que plus on augmente le débit d'air Q, plus la suspension formée est dense. Cette première observation est concordante avec les résultats précédents sur la taille du lit granulaire, par un simple argument de conservation de la masse entre la suspension et le lit granulaire.

Dans un premier temps, il s'agit de voir si la valeur de la fraction volumique ϕ_s atteint aussi un plateau dans l'état stationnaire, ou si cette valeur fluctue dans le temps. Pour cela, nous mesurons la fraction volumique moyene en grains ϕ_s dans la suspension, dans les régions définies en section 2.4.1 (voir figure 2.7), et nous reportons ϕ_s au cours du temps (figure 3.5a). La valeur de ϕ_s augmente dans le temps, jusqu'à atteindre une valeur constante malgré des fluctuations dues, soit aux inhomogénéités de la suspension, soit au passage d'une bulle dans la zone de mesure. Ainsi, on peut réellement parler d'état stationnaire atteint pour cet écoulement, le lit granulaire et la suspension voyant leurs valeurs

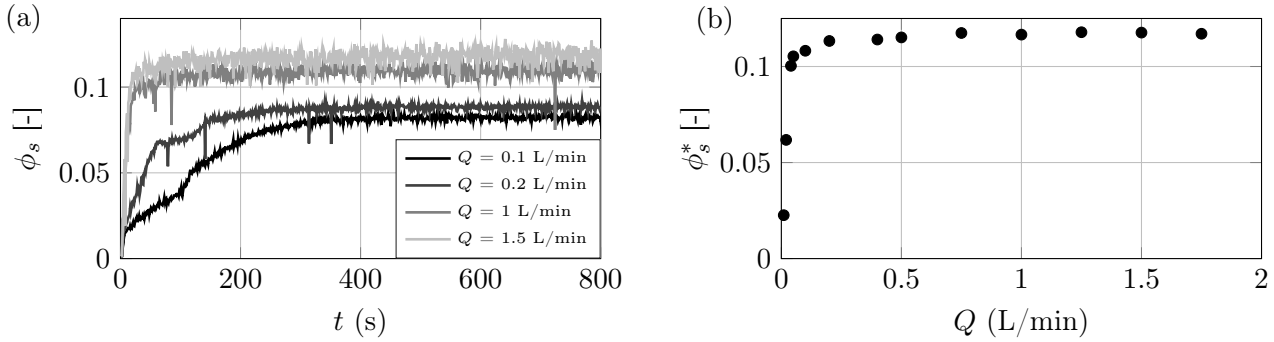

FIGURE 3.5 – (a) Fraction volumique en grains dans la suspension ϕ_s en fonction du temps. ϕ_s croît au cours du temps et atteint un plateau ϕ_s^* qui correspond à l'état stationnaire. (b) Fraction volumique en grains dans la suspension ϕ_s^* dans l'état stationnaire en fonction du débit Q imposé [PVC230P, L_c = 13.6 cm, h_g = 9 cm, h_l = 18 cm].

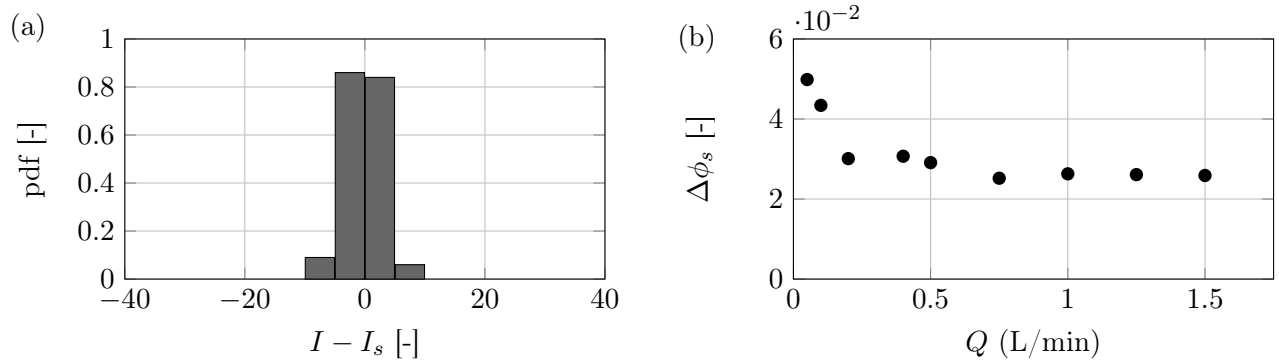

FIGURE 3.6 – (a) Distribution (pdf) en intensité centrée sur l'intensité moyenne I_s dans la suspension formée à l'état stationnaire. (b) Variance $\Delta\phi_s$ de la distribution de la fraction volumique en grains dans la suspension formée [PVC230P, L_c = 13.6 cm, h_g = 9 cm, h_l = 18 cm].

caractéristiques (A/A_0 pour le lit, ϕ_s pour la suspension) atteindre une valeur palier [3].

De plus, il est intéressant de regarder l'homogénéité la suspension formée par l'écoulement, à l'état stationnaire. Pour cela, on utilise la même méthode que celle utilisée pour vérifier l'homogénéité du lit granulaire formé pour la condition initiale. Les résultats sont résumés dans la figure 3.6.

Nous retrouvons des valeurs de variance $\Delta\phi$ proche de celles trouvées pour le lit granulaire formé pour la condition initiale. Les suspensions formées sont globalement homogènes.

3.1.5 Influence des différents paramètres

L'influence du paramètre Q sur ces variables en régime stationnaire a été étudié en premier lieu car il représente le moteur de l'écoulement. Cependant, l'écoulement présentant trois phases différentes, il existe bien d'autres paramètres pouvant influer sur celui-ci. Il s'agit ici d'étudier l'influence de ces

3. Les valeurs pour ϕ_s sont à interpréter avec précaution car nous verrons en section 3.1.7 (figure 3.12) que la calibration pose certains problèmes. Cependant, ces problèmes ne remettent pas en cause la croissance de ϕ_s et l'existence d'un plateau.

derniers. La fraction volumique en grains dans le lit granulaire restant globalement constante pendant l'expérience, nous n'étudierons que les variables A et ϕ_s [4].

Dans un premier temps, nous avons étudié comment la largeur de la cellule L_c pouvait modifier la taille du lit granulaire (figure 3.7a) et de la fraction volumique en grains (figure 3.7b) en régime stationnaire. Pour des mêmes valeurs de débit d'air Q, la taille du lit granulaire normalisée est plus élevée pour des cellules plus larges, et par correspondance, la fraction volumique en grains dans la suspension est plus faible dans les grandes cellules. On explique facilement cela du fait que l'on utilise des injecteurs de même taille pour les trois cellules, l'injection de l'air affecte donc une zone moins large du lit granulaire. Ainsi pour des cellules plus larges, l'injection d'air a moins d'influence sur la mise en suspension des grains du lit les plus éloignés du point d'injection. Il en résulte alors que pour des cellules plus larges, la taille de la zone morte est d'autant plus grande. Pour $L_c \to +\infty$, on s'attend à ce que $A^*/A_0 \to 1$ quel que soit le débit d'air Q, car l'injection d'air étant ponctuelle, elle n'affectera pas les grains du lit granulaire situés loin du point d'injection.

Ensuite, nous avons étudié l'influence des hauteurs initiales de grains h_g et de liquide h_l. Les résultats sont compilés dans les figures 3.7c et d. L'influence de ces paramètres est moins importante que celle de la largeur de la cuve L_c. Tout d'abord, on observe que la taille de la zone morte n'évolue pas de manière significative avec les hauteurs de grains h_g et de liquide h_l. La fraction volumique en grains dans la suspension ϕ_s diminue avec la hauteur de liquide h_l, pour les petits débits principalement ($Q < 1$ L/min). On explique cette évolution de ϕ_s^* par le fait que, la hauteur de liquide h_l étant plus élevée, la suspension est répartie sur un plus grand espace, et donc la fraction volumique en grains dans la suspension est d'autant plus faible.

La dernière quantité qui peut influer sur la mise en suspension des grains est le rayon des particules utilisées, ainsi que leur forme et leurs distrbutions de taille. Nous avons montré dans les sections précédentes les résultats d'expériences effectuées sur des particules de PVC (PVC230P) ou de polystyrène (PS250P) non sphériques. Nous avons effectué les mêmes expériences avec des billes de polystyrène calibrées sphériques monodisperses de diamètre moyen équivalent (PS250M) et de diamètre plus faible (PS80M) (figures 3.7e et f). On observe que, pour des particules sphériques ou non, on obtient des résultats équivalents 10% près sur la taille de la zone morte A^*, et sur la fraction volumique en grains de la suspension ϕ_s, sauf à faible débit Q. L'effet de la sphéricité a peut-être un impact sur les fluctuations, mais pas sur les valeurs moyennes. Pour des billes de polystyrène sphériques de diamètre moyen de 80 μm, on remarque que la taille de la zone morte est plus faible (figure 3.7e), les résultats sur la suspension suivant une évolution cohérente avec ce qu'on voit pour la zone morte. La taille des billes peut jouer alors sur deux phénomènes : tout d'abord, les billes étant plus petites, elles sont donc plus légères. Ainsi, elles sont d'autant plus facilement entraînées par les bulles d'air, donc plus facilement mises en suspension, ce qui contribue à augmenter la valeur de ϕ_s^*. Ensuite, les billes étant plus légères, elles sédimentent à une vitesse moins rapide, la vitesse de Stokes étant divisée ici par neuf environ. Ces deux effets contribuent à ralentir le phénomène de sédimentation des particules entraînées, et donc à diminuer la taille de la zone morte.

On remarque que l'ensemble des courbes pour la taille de la zone morte A^*/A_0 (figures 3.7a,c,e) tend vers une valeur limite à haut débit, notée A^{**}/A_0. La figure 3.8 présente l'évolution de A^{**}/A_0

4. Même si nous verrons que la calibration pose des soucis sur la valeur exacte de ϕ_s^* (section 3.1.7), elle ne change pas les conclusions quant à son évolution globale.

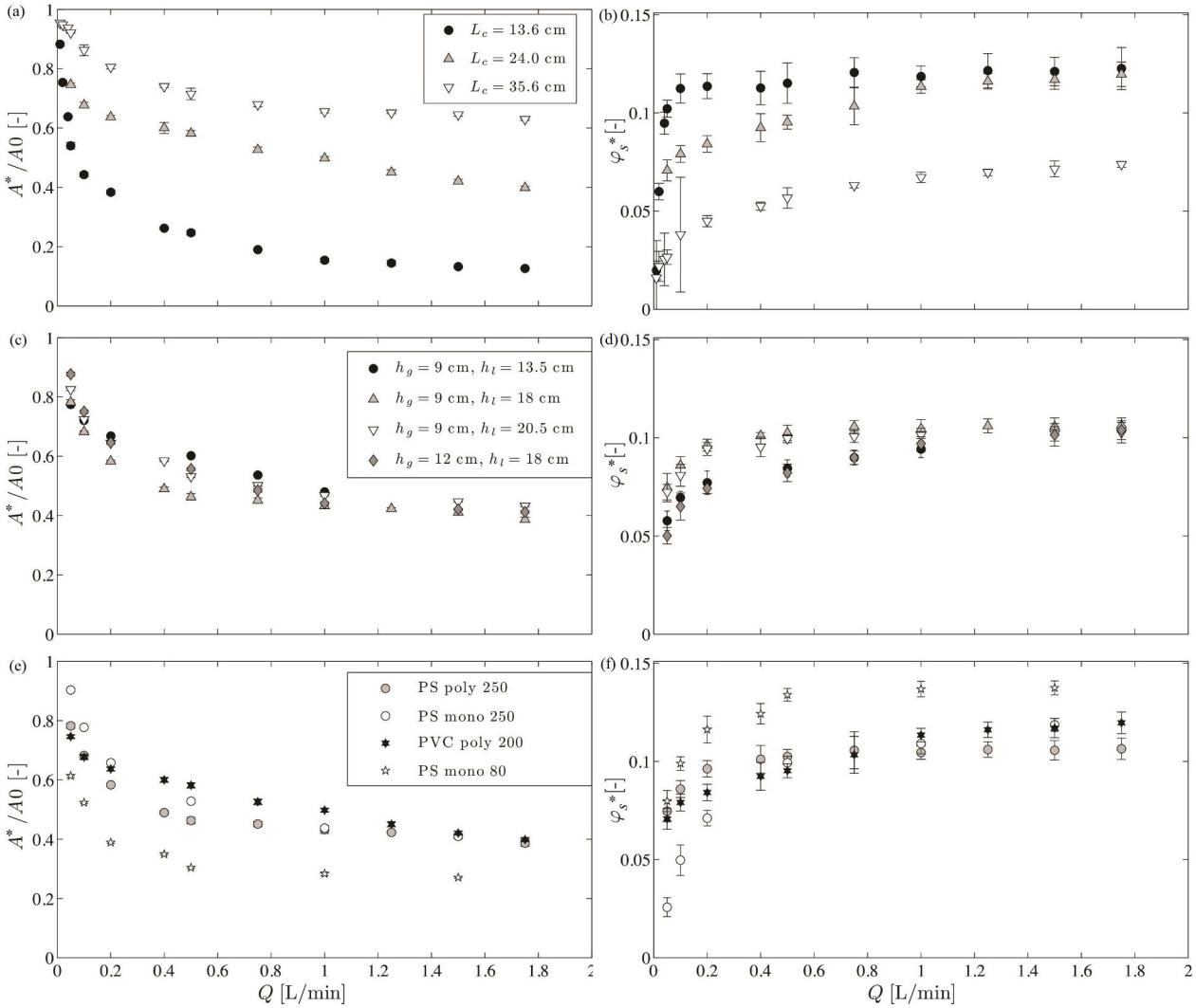

FIGURE 3.7 – (a) Taille normalisée de la zone morte A^*/A_0 (b) et fraction volumique en grains dans la suspension ϕ_s^* dans l'état stationnaire pour différents valeurs de L_c [PVC230P, $h_g = 9$ cm, $h_l = 18$ cm], (c) Taille normalisée de la zone morte A^*/A_0 (d) et fraction volumique en grains dans la suspension ϕ_s^* dans l'état stationnaire pour différentes valeurs de h_g et h_l [PS250P, $L_c = 24$ cm] et (e) air normalisée de la zone morte A^*/A_0 et (f) fraction volumique en grains dans la suspension ϕ_s^* dans l'état stationnaire pour différents types de particules [$L_c = 24$ cm, $h_g = 9$ cm, $h_l = 18$ cm].

en fonction des paramètres expérimentaux. Comme observé précedemment, A^{**}/A_0 augmente avec la largeur de la cellule, l'injection d'air ayant moins d'influence sur les grains les plus éloignés du point d'injection,. Comme expliqué précédemment, on s'attend à ce que cette valeur tende vers 1 pour des valeurs de L_c très élevées comme expliqué précédemment (figure 3.8a, pointillés : guide pour l'oeil). Cette limite ne dépend pas du rapport h_l/h_g (figure 3.8b), ce résultat semble étonnant car on peut penser que plus on a de grains, plus la zone morte sera de grande taille. Cependant, à partir d'une certaine valeur de débit, l'entraînement est tellement fort qu'il peut mettre en suspension tous les grains au-dessus de l'injecteur, la seule limite étant la largeur de la cellule. La valeur de A^{**} ne semble pas non plus dépendre de manière significative du matériau des particules, mais plutôt de la taille des grains (figure 3.8c). Pour les grains les plus petits, cette limite est plus faible, les petits grains étant

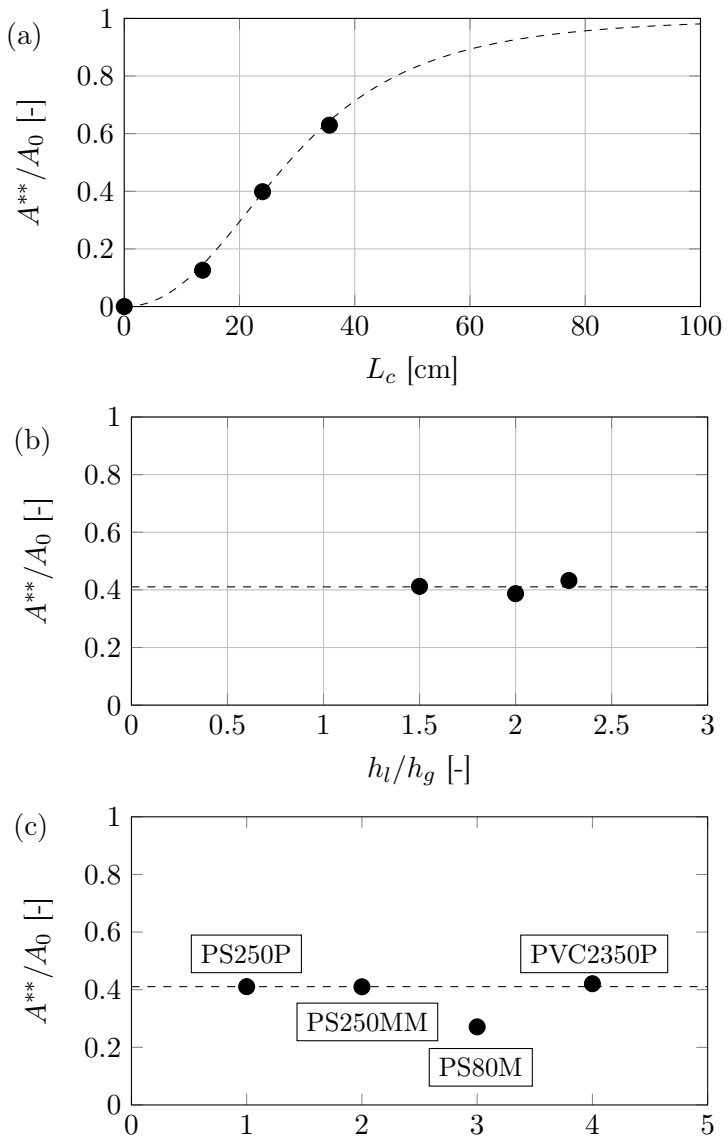

FIGURE 3.8 – Valeurs de A^{**}/A_0 (a) en fonction de L_c [PVC230P, $h_g = 9$ cm, $h_l = 18$ cm] ; la ligne en pointillés est un guide pour l'oeil. (b) A^{**}/A_0 en fonction de h_l/h_g [PS250P, $L_c = 24$ cm] ; ligne en pointillés $A^{**}/A_0 = 0.41$. (c) A^{**}/A_0 pour différents types de particules [$L_c = 24$ cm, $h_g = 9$ cm, $h_l = 18$ cm] ; ligne en pointillés $A^{**}/A_0 = 0.41$.

mis plus facilement en suspension.

3.1.6 Taille de la suspension (L_s) et des bulles (L_b)

Nous avons vu précédemment que la remontée des bulles était le moteur de la mise en suspension des grains. Or si l'on observe la figure 2.7, on voit que la taille des bulles augmente avec la valeur du débit d'air imposé Q. Les bulles étant plus grandes, on peut penser qu'elles sont capables d'entraîner bien plus de grains en suspension, et ainsi réduire la taille de la zone morte A/A_0. On mesure alors la valeur de L_b pour différentes valeurs de Q (voir méthode en section 2.4.4), afin d'observer l'influence des différents paramètres du système sur la taille typique des bulles.

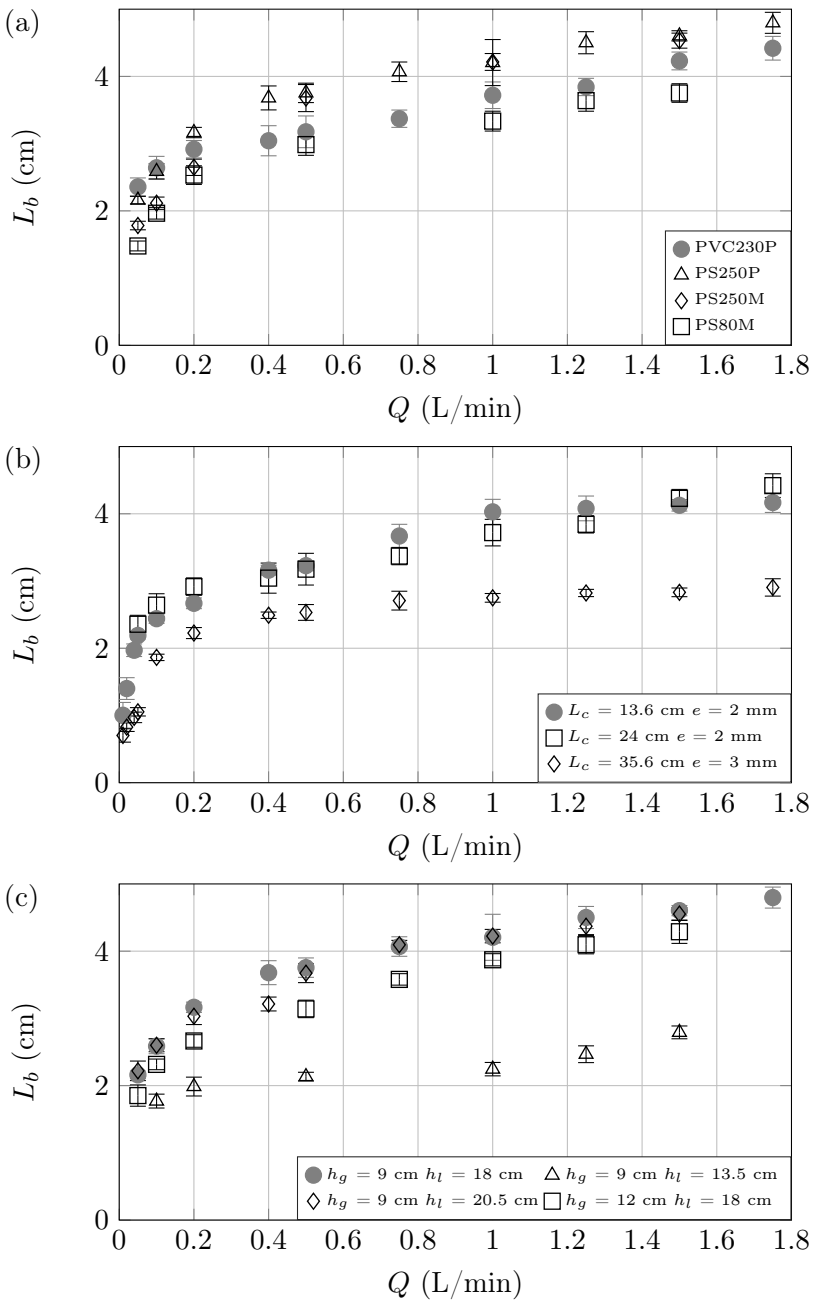

FIGURE 3.9 – Largeur typique des bulles L_b en fonction du débit d'air Q (a) pour différents types de particules [$L_c = 13.6$ cm, $h_g = 9$ cm, $h_l = 18$ cm] ; (b) pour différentes largeurs de cellule L_c [PVC230P, $h_g = 9$ cm, $h_l = 18$ cm] ; (c) pour différentes hauteurs de grains h_g et de liquide h_l [PS250P, $L_c = 24$ cm].

La figure 3.9a montre la variation de la taille typique des bulles L_b pour les différentes particules utilisées dans cette thèse. On observe d'abord que la taille typique des bulles est plus grande pour le PS250P que pour le PVC 230P. Ensuite, on voit que la taille typique des bulles ne varie pas significativement entre le PS250P et le PS250M. On en déduit que la forme et la diversité des particules n'influent pas de manière significative sur la taille typique des bulles. Enfin, la taille typique des bulles L_b est plus petite pour le PS80M que pour le PS250M. La valeur de L_b diminue quand la taille des

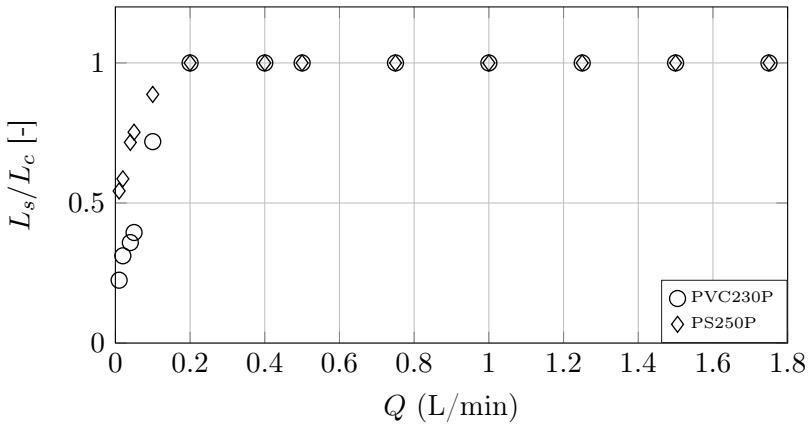

FIGURE 3.10 – Largeur de la suspension normalisée par la largeur de la cellule L_c en fonction du débit d'air Q pour deux types de particules [$L_c = 35.6$ cm, $h_g = 9$ cm, $h_l = 18$ cm].

particules diminuent.

La figure 3.9b montre la variation de la taille typique des bulles L_b pour les différentes cellules utilisées. Dans un premier temps, on observe que les valeurs de L_b varient peu entre la cuve de taille $L_c = 13.6$ cm et $L_c = 24$ cm. Il est à noter que, si les valeurs de L_b sont plus faibles pour la cuve de taille $L_c = 35.6$ cm, le gap e n'est pas le même que pour les deux autres cellules. On peut en déduire que la taille typique des bulles L_b ne dépend pas significativement de la largeur L_c, mais juste du gap e. En effet, pour une même valeur de débit, les bulles s'étendent plus dans la direction verticale du plan de la cellule lorsque le gap e est d'autant plus grand. Ainsi, pour un même débit d'air Q, et donc vraisemblablement des bulles de volume équivalent, la valeur de L_b est plus faible pour des gaps e grands.

La figure 3.9c montre la variation de la taille typique des bulles L_b pour différentes hauteurs de liquide h_l et de grains h_g. On observe que pour les deux plus grandes hauteurs de liquide $h_l = 18$ et 20.5 cm, la taille typique des bulles semble être équivalente. Cependant, pour la hauteur de liquide $h_l = 13.5$ cm, les valeurs de L_b sont plus faibles. Nous avons vu dans la section 2.4.4, que les bulles mettent un certain temps à atteindre la valeur L_b (figure 2.13a). Pour des hauteurs de liquide plus faibles, elles n'ont donc pas le temps de se développer et d'atteindre leur forme d'équilibre lors de leur remontée. Ensuite, on voit que les tailles typiques de bulles sont plus grandes pour des hauteurs de grains plus faibles.

On mesure enfin la taille de la suspension L_s dans la grande cellule ($L_c = 35.6$ cm) (figure 3.10). Lorsque le débit croît, L_s croît jusqu'à atteindre la largeur de la cellule L_c. Noter que pour les autres cellules ($L_c = 13.6$ cm et 24 cm), on a toujours $L_s = L_c$. Les valeurs pour le PVC et le polystyrène sont différentes pour une valeur de Q donnée. Cela ne s'explique pas uniquement par la différence de largeur des bulles car la valeur de L_b est environ la même à faible débit pour les deux matériaux (figure 3.9a). On explique cela par la différence de densité des matériaux, en effet lorsque les grains atteignent la surface du liquide, ils sont entraînés sur les côtés par la recirculation du fluide, le PVC étant plus lourd, il est entraîné moins loin que le polystyrène. La suspension est alors moins étendue dans la cellule.

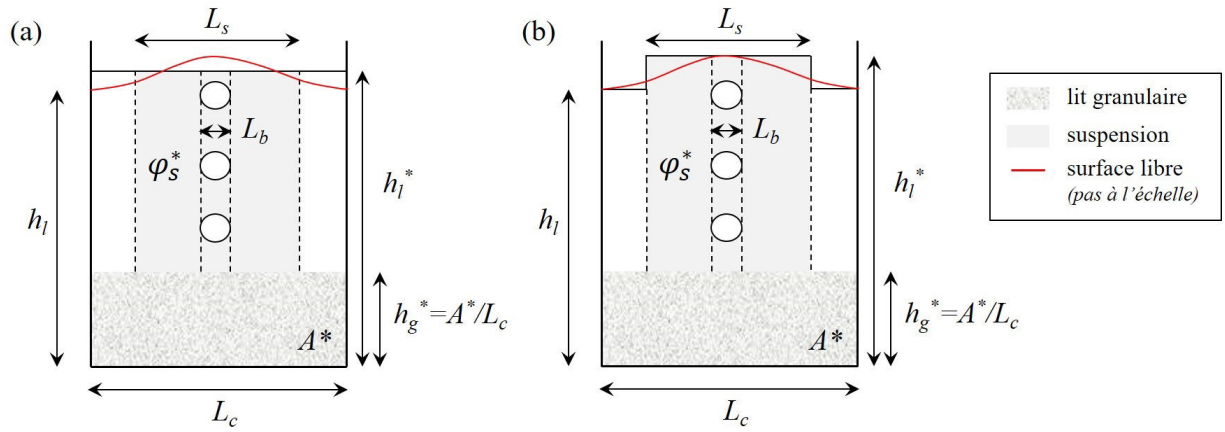

FIGURE 3.11 – Schémas du modèle de calcul de conservation de la masse (a) en considérant une montée du fluide sur toute la largeur L_c de la cellule. (b) en considérant une montée du fluide uniquement sur la largeur L_s de la suspension.

3.1.7 Retour sur la calibration

Par conservation de la masse entre le lit granulaire et la suspension formée, on devrait retrouver ϕ_s^* à partir des résultats sur la taille de la zone morte A^*. Nous avons vu dans la section 2.8 que la mesure de la taille de la zone morte était robuste. En revanche, la calibration dépendant énormément de la lumière ambiante, la mesure de ϕ_s^* peut-être faussée d'un jour à l'autre. Il s'agit d'exprimer ici ϕ_s^* en fonction de A^* par conservation de la masse pour vérifier si la calibration permettant de mesurer ϕ_s^* (section 2.4.3) est robuste.

On applique directement la conservation de la masse à notre système en écrivant que le nombre de grains total à $t = 0$ s est le même qu'en régime stationnaire :

$$N_g V_g = \phi_b^\circ A_0 e = \phi_b^* A^* e + \phi_s^* V_s \tag{3.1}$$

avec N_g le nombre de grains total, V_g le volume occupé par un grain et V_s le volume occupé par la suspension. Deux estimations sont proposées pour le volume occupé par la suspension. Une première estimation suppose que la surface libre du liquide, initialement à une hauteur h_l, est en régime stationnaire à une hauteur $h_l^* = h_l + N_b V_b / L_c e$ où N_b et V_b sont respectivement le nombre de bulles dans la cellule et le volume moyen d'une bulle (figure 3.11a). On a alors

$$V_s = L_s \left(h_l + \frac{N_b V_b}{L_c e} - \frac{A^*}{L_c} \right) e - N_b V_b \tag{3.2}$$

$$= L_s e \left(h_l - \frac{A^*}{A_0} h_g \right) - \left(1 - \frac{L_s}{L_c} \right) N_b V_b \tag{3.3}$$

Il faut à présent estimer le terme $N_b V_b$. Pendant un temps dt, le contrôleur de débit injecte une quantité de gaz Q dt. Cette quantité de gaz est injectée sous forme de bulles et est conservée dans le temps. On a donc Q d$t = N_b V_b U_b$ dt / L_b soit $N_b V_b = Q L_b / U_b$. On réinjecte cette expression dans l'équation précédente pour obtenir :

$$V_s = L_s h_g e \left(\frac{h_l}{h_g} - \frac{A^*}{A_0} \right) - \left(1 - \frac{L_s}{L_c} \right) \frac{Q L_b}{U_b} \tag{3.4}$$

On réinjecte cette expression de V_s dans la conservation de la masse (équation 3.1), et après calcul, on trouve une expression de la fraction volumique en grains dans la suspension à l'état stationnaire :

$$\phi_s^{*mc0} = \frac{\phi_b^\circ - \phi_b^* A^*/A_0}{s\left(\frac{1}{h} - \frac{A^*}{A_0}\right) - (1-s)q} \tag{3.5}$$

avec trois paramètres adimensionnés : $h = h_g/h_l$, $s = L_s/L_c$ et $q = QL_b/U_b A_0 e$. Ce calcul repose sur l'estimation du volume des bulles qui est approximé.

Une estimation alternative consiste à formuler l'hypothèse que la hauteur de liquide augmente seulement sur la largeur L_s de la suspension (figure 3.11b). Avec cette simplification, on estime à nouveau le volume occupé par la suspension

$$\begin{aligned} V_s &= e[h_l L_c - (L_c - L_s)(h_l - h_g^*) - h_g^* L_c] && (3.6) \\ &= h_g L_s e \left(\frac{h_l}{h_g} - \frac{A^*}{A_0} \right) && (3.7) \end{aligned}$$

On remarque que cette expression ne dépend pas de la hauteur de liquide h_l^*, cette expression ne repose donc pas sur une approximation sur le volume occupé par les bulles. De la même manière que précédemment, on obtient l'expression de la fraction volumique en grains dans la suspension :

$$\phi_s^{*mc} = \frac{\phi_b^\circ - \phi_b^* A^*/A_0}{s\left(\frac{1}{h} - \frac{A^*}{A_0}\right)} \tag{3.8}$$

Dans un premier temps on analyse la différence entre les expressions 3.5 et 3.8 (figure 3.12a). Les deux expressions donnent des résultats similaires. En effet, la seule différence entre ces deux expressions réside dans le terme $(1-s)q$ au dénominateur. Dans la grande majorité des cas, on $s = 1$ (cas $L_s = L_c$). Pour le reste, on vérifie aisément que, dans les cas où $L_s \neq L_c$, on a systématiquement $(1-s)q \ll s(1/h - A^*/A_0)$. La figure 3.12b présente les valeurs de ϕ_s^{*mc} issues de l'expression 3.8 en fonction des valeurs de fraction volumique en grains dans la suspension mesurées expérimentalement ϕ_s^*. On remarque que les points expérimentaux ne correspondent pas à la valeur de ϕ_s^* calculée avec la conservation de la masse. Le calcul avec la conservation de la masse étant robuste, nous en déduisons un problème dans l'estimation de ϕ_s^*par calibration de l'intensité. En effet, même si la calibration $I = f(\phi_s)$ est effectuée correctement, nous n'avons pas maîtrisé suffisamment la lumière environnante durant nos expériences. Dans la suite de ce chapitre, les données permettant de vérifier la validité de notre modèle seront uniquement déterminées à partir de la taille de la zone morte et des valeurs de ϕ_s^{*mc}. Dans la suite de ce travail, nous noterons $\phi_s = \phi_s^{mc}$ et $\phi_s^* = \phi_s^{*mc}$.

3.2 Modèle phénoménologique

Nous avons vu que les résultats expérimentaux ne présentaient pas de dépendances simples vis-à-vis des paramètres expérimentaux (section 3.1.5). Afin de mieux cerner et comprendre la physique

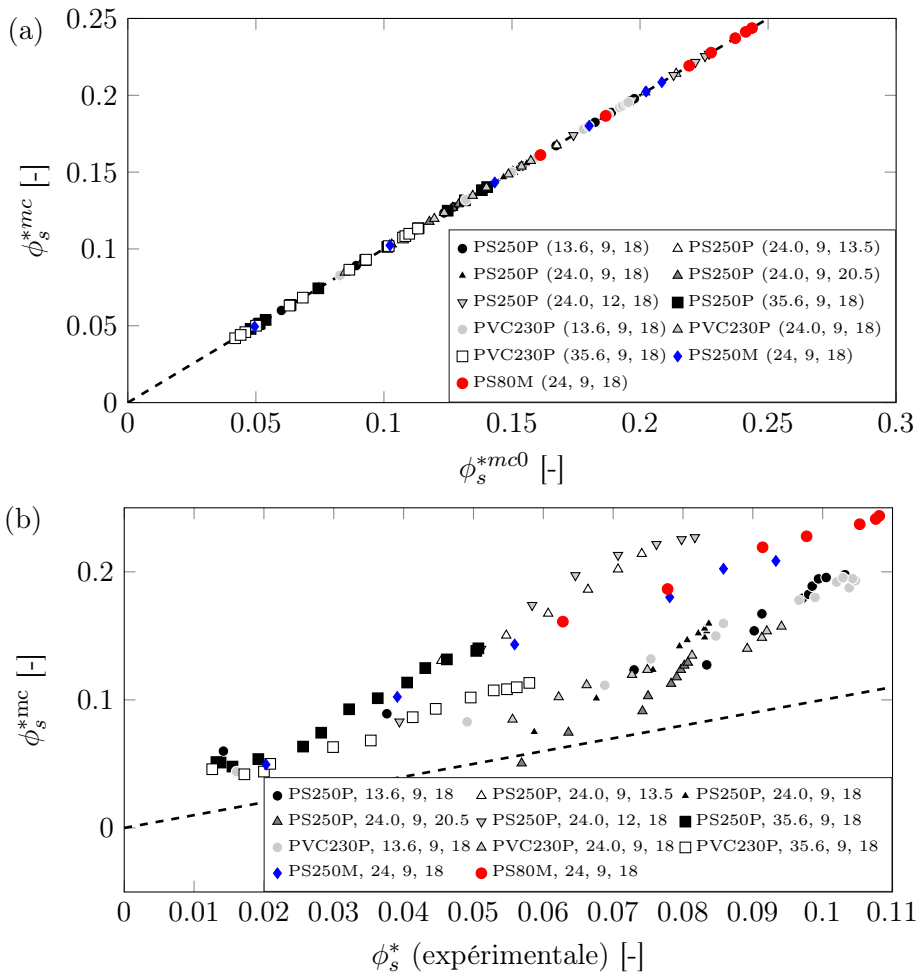

FIGURE 3.12 – (a) ϕ_s^{mc} (équation 3.8) en fonction de ϕ_s^{mc0} (équation 3.5). Les deux modèles donnent des résultats similaires. (b) Comparaison entre ϕ_s^{mc} (équation 3.8) et les valeurs de ϕ_s^* déduites de la calibration $I = f(\phi_s)$. Pointillés : Droite de pente 1. On observe une différence nette entre les deux qui montre un problème dans notre estimation de ϕ_s^* [Légende : matériau (L_c, h_g, h_l)].

sous-jacente à la mise en suspension des grains par injection d'air, nous avons développé un modèle phénoménologique pour prévoir les valeurs de taille de lit granulaire A/A_0 et de fraction volumique en grains ϕ_s dans la suspension. Comme expliqué précedemment, il y a deux mécanismes principaux qui interviennent dans cet écoulement, l'entraînement des grains du lit vers le liquide qui assure la mise en suspension, et la sédimentation des grains de chaque côté de la cellule. Il s'agit donc modéliser ces deux mécanismes, nécessaires à l'élaboration de notre modèle.

L'idée principale sur laquelle repose ce modèle est un bilan de matière effectué sur le lit granulaire, pendant l'écoulement. En effet, les deux phénomènes contribuent à l'évolution du nombre de grains dans le lit granulaire, que l'on notera $N(t)$. L'entraînement par les bulles permet une diminution de cette quantité, alors que la sédimentation, elle, entraîne une augmentation de $N(t)$. Le bilan de matière est effectué pendant un temps dt, on note alors dN^+ la quantité de grains qui sédimentent pendant ce temps dt, et dN^- la quantité de grains entraînée par les bulles d'air pendant ce même temps dt (figure 3.13a).

Calculer le nombre de grains est intéressant car cette quantité est directement reliée à une valeur

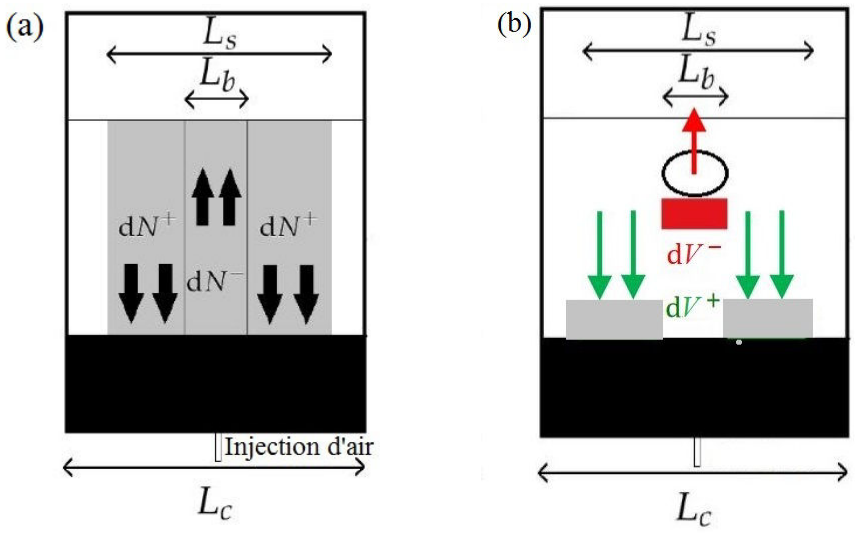

FIGURE 3.13 – (a) Schéma de la cellule avec les variables introduites dans le modèle de mise en suspension du lit granulaire. (b) Définition des volumes dV^+ et dV^-.

mesurée expérimentalement, à savoir la taille du lit granulaire A/A_0. En effet, nous avons vu expérimentalement que la fraction volumique en grains dans le lit ϕ_b reste constante au cours du temps (section 3.1.3), et on a alors :

$$\phi_b(t = 0\text{s}) = \phi_b(t) \quad \Rightarrow \quad \frac{V_g N_0}{A_0 e} = \frac{V_g N(t)}{A(t) e} \tag{3.9}$$

$$\Rightarrow \quad \frac{N(t)}{N_0} = \frac{A(t)}{A_0} \tag{3.10}$$

où V_g est le volume d'un grain, e le gap de la cellule , et $N_0 = N(t = 0\text{ s})$. Ainsi, en calculant la quantité $n(t) = N(t)/N_0$, on pourra vérifier la pertinence de notre modèle en comparant la valeur calculée de $n(t)$, aux résultats expérimentaux concernant la taille du lit granulaire A/A_0. L'équation-bilan s'écrit :

$$N(t + \mathrm{d}t) = N(t) + \mathrm{d}N^+ - \mathrm{d}N^- \tag{3.11}$$

Dans les sections suivantes, nous expliciterons les deux termes dN^+ et dN^- en fonction des paramètres du système.

3.2.1 Sédimentation ($\mathrm{d}N^+$)

Pour pouvoir évaluer la contribution de la sédimentation des grains, on considère que les grains sédimentent sur toute la largeur L_s de la cellule, excepté sur la largeur L_b au centre de la cellule, zone où l'on a entraînement des grains par les bulles (figure 3.13a).

On définit $\mathrm{d}N^+$ comme la quantité de grains contenus dans un volume $\mathrm{d}V^+$ (figure 3.13b) situé au-dessus de la surface libre du lit granulaire, de hauteur $U_p\mathrm{d}t$, où U_p est la vitesse moyenne de sédimentation des particules, de largeur $(L_s - L_b)$ et d'épaisseur e. On considère la fraction volumique en grains ϕ_s dans la suspension comme homogène, et on peut alors écrire la relation suivante :

$$\phi_s(t) = \frac{V_g \mathrm{d}N^+}{\mathrm{d}V^+} \quad \Rightarrow \quad \mathrm{d}N^+ = \frac{\phi_s(t) e (L_s - L_b) U_p}{V_g} \mathrm{d}t \tag{3.12}$$

On peut évaluer $\phi_s(t)$ en considérant le volume total occupé par la suspension dans la cellule, noté V_s, on a alors :

$$\phi_s(t) = \frac{V_g N_s(t)}{V_s} \tag{3.13}$$

avec N_s le nombre de grains dans la suspension, soit $N_s(t) = N_0 - N(t)$, par conservation du nombre de grains total. On a vu précédemment deux manières d'estimer le volume occupé par la suspension (section 3.1.7). Expérimentalement, la surface libre du liquide (ligne rouge, figure 3.11) n'adopte pas la forme supposée dans les deux estimations de V_s. On introduit donc le paramètre r $(0 < r < 1)$ qui prend en compte ce phénomène, et on écrit alors le volume de la suspension comme :

$$V_s(t) = e(L_s - rL_b)h_l - eA(t) \tag{3.14}$$

Noter que cette expression est valable dans le cas $L_s \simeq L_c$ où l'on se place par souci de simplification. Rappelons que l'aire du lit granulaire $A(t)$ est directement relié au nombre de grains présents dans le lit par l'équation 3.9, conduisant à :

$$\mathrm{d}N^+ = \frac{e(L_s - L_b)U_p[N_0 - N(t)]}{e(L_s - rL_b)h_l - eL_c h_g n(t)} dt \tag{3.15}$$

La dernière étape consiste à évaluer la vitesse de sédimentation des particules U_p. Nous nous basons sur les travaux de Maxey & Riley [118] qui décrivent la vitesse des particules U_p sédimentant dans un liquide en mouvement comme la somme de deux contributions : la vitesse du fluide U_r et la vitesse des particules dans le fluide au repos U_s :

$$U_p = U_s + U_r \tag{3.16}$$

Nous avons vu dans l'introduction (section 1.2.4) que l'on pouvait exprimer la vitesse de sédimentation d'une suspension à partir de la vitesse de Stokes U_{Stokes} avec une correction prenant en compte les effets collectifs :

$$U_s = (1 - \phi_s)^5 U_{Stokes} \tag{3.17}$$

La vitesse du liquide U_r est induite par la recirculation du fluide. En effet, lorsque les bulles d'air arrivent à la surface libre du liquide, elles s'étalent, entraînent les particules sur les côtés de la cellule et induisent une recirculation du fluide environnant à une vitesse U_r, que l'on estime par conservation du débit entre le centre de la cellule où remontent les bulles, et les côtés de la cellule, et on a donc

$$U_r(L_c - L_b) = U_b L_b \quad \Rightarrow \quad U_r = \frac{U_b L_b}{L_c - L_b} \tag{3.18}$$

avec U_b la vitesse des bulles évaluée par l'équation 2.2. À partir de l'ensemble des paramètres explorés, on peut donner une estimation du rapport $U_s/U_r \in [0.01; 0.15]$. On en conclut que la vitesse de sédimentation des particules est principalement dûe à la recirculation du fluide. Finalement, en écrivant

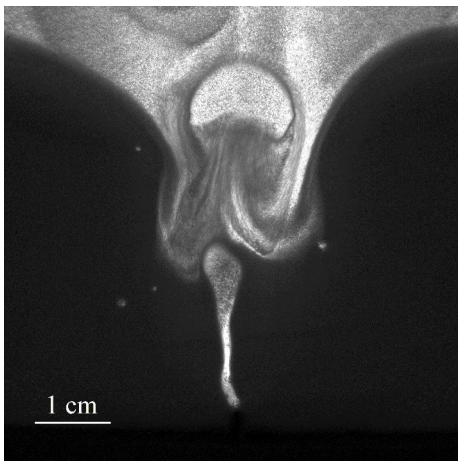

FIGURE 3.14 – Image de bulle montrant que les grains sont entraînés dans le sillage de la bulle lors de sa remontée [PVC230P, $Q = 0.05$ L/min, $L_c = 13.6$ cm, $h_g = 9$ cm, $h_l = 18$ cm].

que la vitesse des particules est la somme de ces deux contributions $U_p = U_r + U_s$, on obtient l'expression finale de $\mathrm{d}N^+$:

$$\mathrm{d}N^+ = \frac{(L_s - L_b)\left[U_s + \frac{U_b L_b}{L_c - L_b}\right][1 - n(t)]}{(L_s - rL_b)h_l - L_c h_g n(t)} N_0 \mathrm{d}t \tag{3.19}$$

3.2.2 Entraînement ($\mathrm{d}N^-$)

Les bulles sont le moteur principal de l'écoulement, ce sont elles qui entraînent les particules du lit vers le liquide surnageant et assurent la mise en suspension. Avant d'évaluer le terme $\mathrm{d}N^-$, il s'agit de savoir par quel mécanisme physique les bulles mettent les grains en suspension. Pour cela, on regarde ce qui se passe lorsqu'une bulle sort du lit granulaire (figure 3.14). On voit que lorsque la bulle sort du lit, elle ne "pousse" pas les grains du lit vers le liquide, mais les entraînent dans son sillage. Il faut donc se pencher sur l'étude des sillages de bulles pour décrire le phénomène de mise en suspension, et évaluer le terme $\mathrm{d}N^-$.

Pour cela, on utilise le même type de raisonnement utilisé pour décrire la sédimentation. Ainsi on définit $\mathrm{d}N^-$ comme la quantité de grains comprise dans un volume $\mathrm{d}V^-$ situé juste derrière la bulle, dans son sillage (figure 3.14b). Pour évaluer le volume $\mathrm{d}V^-$, on procède de manière similaire à l'estimation du volume $\mathrm{d}V^+$, et on obtient :

$$\mathrm{d}V^- = eL_b U_b \mathrm{d}t \tag{3.20}$$

Cependant, les particules qui sont entraînées par les bulles ressentent aussi les effets de la gravité. Il faut donc prendre ce phénomène en remplacant la vitesse U_b dans l'équation 3.20 par $U_b - U_s$, avec U_s la vitesse de sédimentation. En notant ϕ_e la fraction volumique de grains dans le volume $\mathrm{d}V^-$, on a alors

$$\mathrm{d}N^- = \frac{\phi_e e L_b [U_b - U_s]}{V_g} \mathrm{d}t \tag{3.21}$$

Pour évaluer ϕ_e, on considère que cette valeur est proportionelle à la fraction volumique en grains dans le lit ϕ_b, cette dernière restant constante (section 3.1.3) : $\phi_e = \chi_b \phi_b \simeq \chi_b \phi_b^0$, avec $0 < \chi_b < 1$, un second paramètre ajustable de notre modèle. En exprimant ϕ_b^0, on obtient l'expression finale de $\mathrm{d}N^-$

$$\phi_b^0 = \frac{V_g N_0}{e L_c h_g} \quad \Rightarrow \quad \mathrm{d}N^- = \frac{\chi_b [U_b - U_s] L_b}{L_c h_g} N_0 \mathrm{d}t \tag{3.22}$$

3.2.3 Évolution du nombre de grains $n(t)$

On a montré précédemment que l'on pouvait exprimer les termes $\mathrm{d}N^+$ et $\mathrm{d}N^+$ en fonction des paramètres du système (et deux paramètres ajustables r et χ_b). Ainsi en injectant les expressions de $\mathrm{d}N^+$ et $\mathrm{d}N^-$ dans l'équation bilan 3.11, on obtient l'équation différentielle régissant le nombre de grains dans le lit granulaire normalisé $n(t) = N(t)/N_0 = A(t)/A_0$:

$$\frac{\mathrm{d}n}{\mathrm{d}t} = \beta \frac{1 - n(t)}{1 - \gamma n(t)} - \alpha \tag{3.23}$$

avec α, β, γ qui ne dépendent que des paramètres du système et des deux paramètres ajustables (r, χ_b).

$$\beta = \frac{(L_s - L_b)\left[U_s + \frac{U_b L_b}{L_s - L_b}\right]}{(L_s - r L_b) h_l}; \gamma = \frac{L_c h_g}{(L_s - r L_b) h_l}; \alpha = \frac{\chi_b [U_b - U_s] L_b}{L_c h_g} \tag{3.24}$$

3.2.4 Etat stationnaire

Etant donné que dans cette partie nous nous intéressons uniquement au régime stationnaire, nous alons rechercher des solutions stationnaires de l'equation 3.23, en notant n^* cette solution.

$$\frac{\mathrm{d}n}{\mathrm{d}t}(n = n^*) = 0 \quad \Rightarrow \quad n^* = \frac{\beta - \alpha}{\beta - \gamma \alpha} \tag{3.25}$$

Afin de simplifier l'écriture de cette solution, nous nous plaçons dans le cas où la suspension occupe toute la cellule, c'est-à-dire $L_s = L_c$, ce qui correspond à la majeure partie de nos points expérimentaux. On obtient ainsi les expressions de A^*/A_0 et ϕ_s^* :

$$\frac{A^*}{A_0} = \frac{1 - \chi_b l \frac{(1 - rl)}{h} \frac{1-u}{l + (1-l)u}}{1 - \chi_b l \frac{1-u}{l + (1-l)u}} \tag{3.26}$$

$$\phi_s^* = \phi_b^* \chi_b l \frac{1 - u}{l + (1 - l)u} \tag{3.27}$$

avec $l = \frac{L_b}{L_c}$, $u = \frac{U_s}{U_b}$ et $h = \frac{h_g}{h_l}$, où L_b est déduit expérimentalement (section 2.4.4). Ainsi la taille de la "zone morte" à l'état stationnaire ne dépend que de trois paramètres adimensionnés $(l, u$ et $h)$, et des deux paramètres ajustables r et χ_b. La fraction volumique en grains dans la suspension, elle, ne dépend pas ni du rapport h, ni du paramètre ajustable r. Il est à noter que l'expression de ϕ_s^* est la même pour $L_s \neq L_c$ avec $l = L_b/L_s$.

Nous allons analyser ici comment les expressions théoriques de la taille de la zone morte A^*/A_0 et la fraction volumique en grains dans la suspension ϕ_s^* dépendent de ces différents paramètres l, u, h,

χ_b et r. On trace donc les expressions des équations 3.26 et 3.27 en fonction de ces trois paramètres (figure 3.15). Dans un premier temps, nous voyons que la taille de la zone morte décroît lorque le rapport $l = L_b/L_c$ augmente (figure 3.15a), et la fraction volumique en grains ϕ_s^* croît (figure 3.15b), ces premiers résultats concordent avec la physique du système. En effet, lorsqu'on augmente la taille des bulles, ces dernières entraînent plus de grains en suspension, ce qui diminue donc la taille de la zone morte. De même si la largeur de la cuve est augmentée, les grains les plus éloignés ne sont pas affectés par l'injection d'air et la taille de la zone morte est plus grande. Ensuite, la taille de la zone morte croît avec $u = U_s/U_b$ (figure 3.15c), et la fraction volumique en grains ϕ_s^* décroît (figure 3.15d). Là encore ces expressions coincident avec la physique du système. En effet, lorsque les grains sédimentent plus vite et il est plus difficile de les maintenir en suspension et donc A^*/A_0 est plus grand. De plus, si la vitesse des bulles U_b est plus grande, les bulles entraînent d'autant plus de grains et la zone morte voit sa taille diminuer.

La fraction volumique en grains ϕ_s^* ne dépend pas du rapport h entre la hauteur de grains et la hauteur de liquide (équation 3.27). Ce résultat est étonnant car on pourrait penser, qu'à hauteur de grains fixée, plus la hauteur de liquide est grande, plus les grains sont répartis dans une grande zone, et donc la fraction volumique en grains dans la suspension est faible. Cependant, la taille théorique de la zone morte dépend de ce rapport h. Nous voyons sur la figure 3.15e que la taille de la zone morte augmente avec h. On explique cette augmentation par le fait que plus la taille initiale du lit h_g est grande, plus il est difficile d'entraîner les grains, car il est plus difficile de creuser le lit granulaire. Cependant, pour de faibles valeurs de h, on observe que les courbes coupent l'axe des abscisses en une valeur critique h_c. La solution mathématique prend des valeurs négatives en dessous de cette valeur (non représenté sur les figures), correspondant à des solutions qui ne sont pas physiques. Dans le modèle il n'y a pas de limite fixée mathématiquement pour l'expression de A^*/A_0. Physiquement, il y a un raccordement à cette valeur critique h_c : pour $h \leq h_c$, A^*/A_0 est nul, la totalité des grains sont entraînés en suspension, et pour $h > h_c$, A^*/A_0 correspond à la solution mathématique.

Enfin, l'expression de ϕ_s^* dépend d'un paramètre ajustable χ_b, avec une simple dépendance linéaire. Le paramètre χ_b représente la probabilité qu'une bulle entraîne un grain du lit vers le liquide. Plus cette valeur est grande, et plus on met de grains en suspensions. On trace en figure 3.15f la dépendance en χ_b de la taille théorique de la zone morte. On remarque que la taille de la zone morte A^*/A_0 diminue lorsqu'on augmente χ_b car l'entraînement des grains en suspension est plus fort. Cependant, pour des fortes valeurs d'entraînement, on observe à nouveau que les courbes coupent l'axe des abscisses en une valeur critique χ_c. La solution physique correspond à la solution mathématique en-dessous de cette valeur critique, et est égale à 0 au-dessus. Enfin, la taille de la zone morte dépend d'un autre paramètre ajustable r. A^*/A_0 augmente linéairement avec le paramètre r (équation 3.26). Cette dépendance est plus difficile à comprendre et ne trouve pas d'explication particulière dans notre étude.

Nous voyons donc que les expressions théoriques trouvées dans notre modèle phénoménologique sont en accord avec la physique du problème et les observations expérimentales, au vu des dépendances de A^*/A_0 et ϕ_s^* en fonction des différents paramètres qui interviennent dans ces expressions. Cependant, certains paramètres ne sont pas indépendent les uns des autres (u et l par exemple), et l'analyse seule de ces dépendances n'est pas suffisante. Il s'agit alors de vérifier que les expressions déduites du modèle permettent de rendre compte directement de nos données expérimentales, afin de s'assurer de la validité de ce modèle.

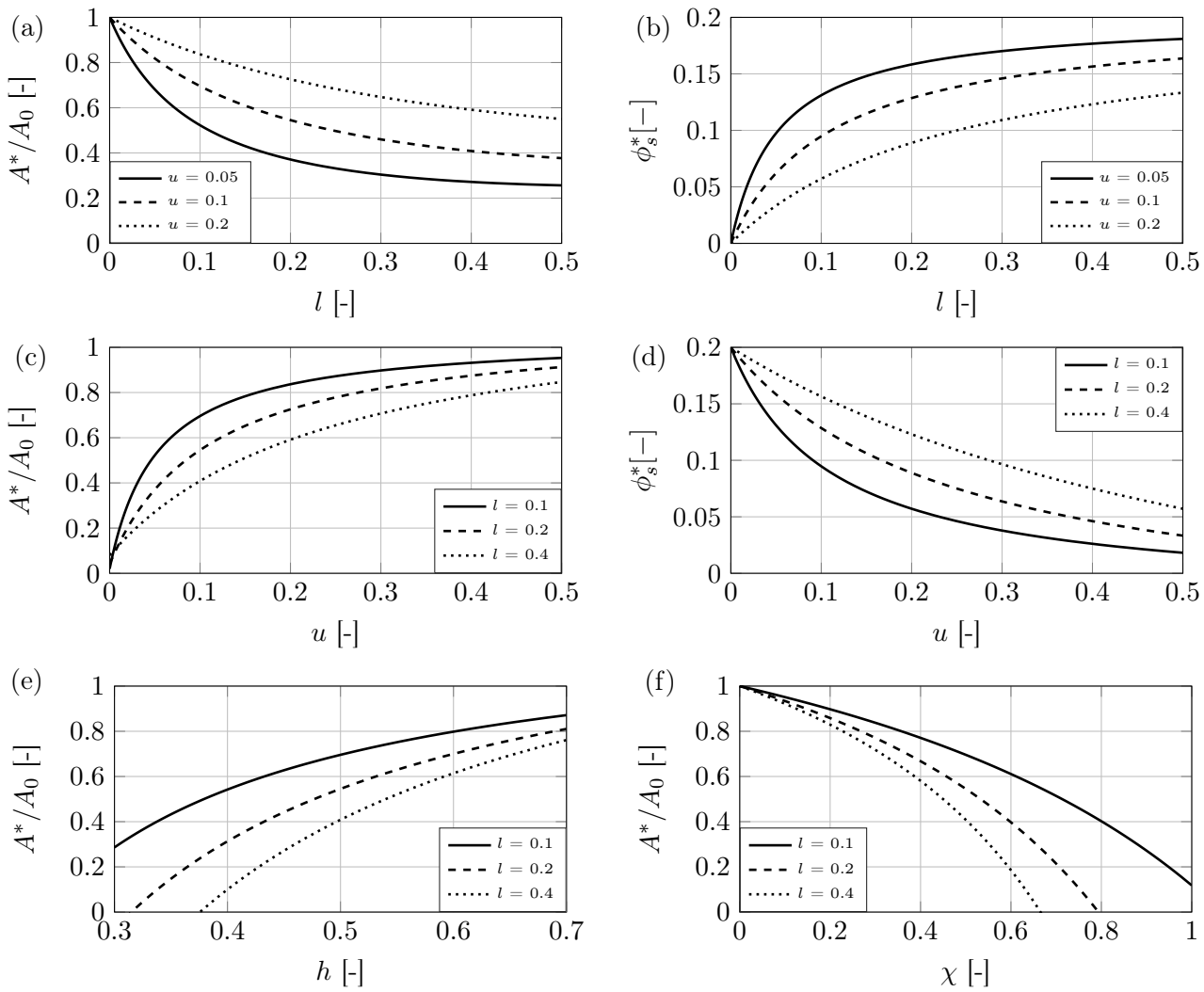

FIGURE 3.15 – Évolution théorique des expressions trouvées pour A^*/A_0 et ϕ_s^* (équations 3.26 et 3.27) en fonction des différents paramètres l, u, h, χ_b et r. (a) A^*/A_0 en fonction de l pour différents u [$h = 0.5$, $\chi_b = 0.5$, $r = 0.1$]. (b) ϕ_s^* en fonction de l pour différents u [$h = 0.5$, $\chi_b = 0.5$, $r = 0.1$]. (c) A^*/A_0 en fonction de u pour différents l [$h = 0.5$, $\chi_b = 0.5$, $r = 0.1$]. (d) ϕ_s^* en fonction de u pour différents l [$h = 0.5$, $\chi_b = 0.5$, $r = 0.1$]. (e) A^*/A_0 en fonction de h pour différents l [$u = 0.1$, $\chi_b = 0.5$, $r = 0.1$]. (f) A^*/A_0 en fonction de χ_b pour différents l [$h = 0.5$, $u = 0.1$, $r = 0.1$].

3.2.5 Validation et discussion

À présent, nous allons vérifier si les équations 3.26 et 3.27 permettent de rendre compte des résultats expérimentaux. On commence par vérifier les résultats sur ϕ_s^*, car ce dernier ne dépend que d'un seul paramètre ajustable, χ_b. On trace sur la figure 3.16 ϕ_s^{*mc} en fonction de l'expression de $\phi_s^*/\chi_b\phi_b^*$ pour l'ensemble des jeux de données. Si l'expression est juste, on devrait obtenir des droites de pente $\chi_b\phi_b^*$. Hormis pour les données dans la cellule la plus large ($L_c = 35.6$ cm), on obtient des droites. On extrait ainsi les valeurs de χ_b (tableau 3.1). Pour les données en cellule large, on ajuste seulement les données correspondantes à de grandes valeurs du paramètre $[l(1-u)/l + (1-l)u]$. On observe alors que les résultats dépendent principalement du matériau des particules. Le paramètre χ_b représente la probabilité pour une bulle d'entraîner une particule du lit vers la suspension. χ_b est plus élevé pour le

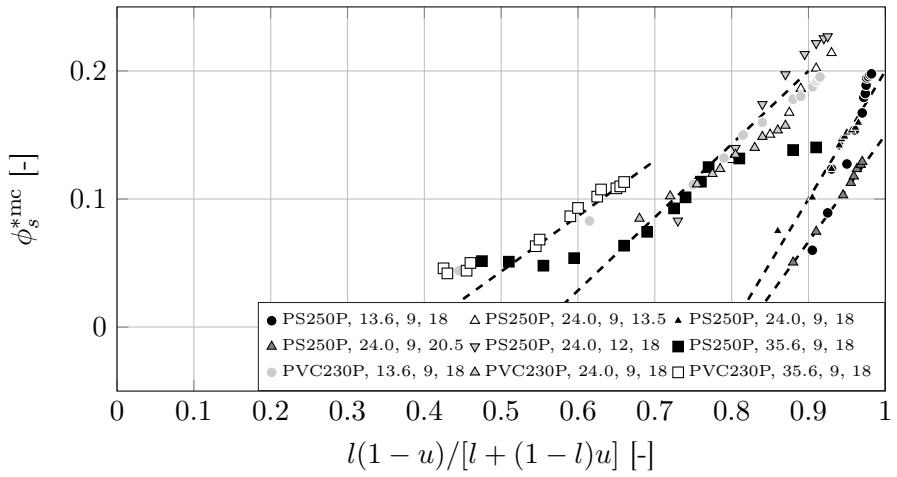

FIGURE 3.16 – Fraction volumique en grains dans la suspension dans l'état stationnaire en fonction de l'expression théorique de $\phi_s^*/\chi_b\phi_b^*$ pour l'ensemble des jeux de données. Les lignes en pointillés représentent le fit sur la partie linéaire des données.

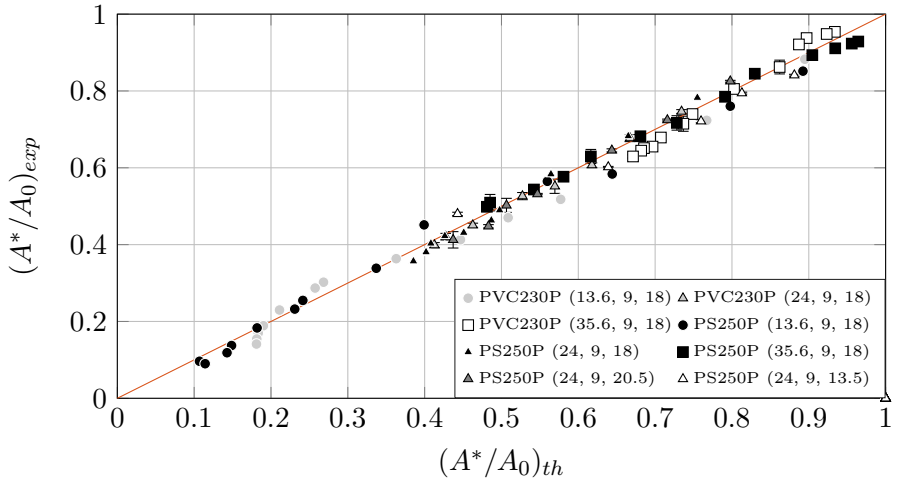

FIGURE 3.17 – Taille normalisée du lit granulaire A^*/A_0 mesurée expérimentalement en fonction de la formule 3.26 (légende : L_c, h_g, h_l en cm)

polystyrène que le PVC. Ainsi, le polystyrène est plus facilement entraînable que le PVC, on explique cela par le fait que le polystyrène est plus léger.

Pour vérifier l'équation sur la zone morte (équation 3.26), on reprend les valeurs de χ_b trouvé précédemment et on ajuste la valeur de r manuellement pour que les données se situent sur une même droite (figure 3.17). Pour les données où $L_s \neq L_c$, le programme de tracé prend en compte ce phénomène et utilise une expression de A^*/A_0 où $L_s \neq L_c$, beaucoup plus compliquée qui ne sera pas explicité ici. On commente alors les valeurs de r qui ajustent les données, regroupées dans le tableau 3.1. La valeur de r dépend du matériau utilisé et du rapport h. Il est difficile de tirer une interprétation des valeurs trouvées pour r.

♯	Particules	L_c (cm)	h_l (cm)	h_g (cm)	Q (L/min)	χ_b	r
1	PVC230P	13.6	18	9	0.01-1.75	0.51	0.12
2	PS250P	13.6	18	9	0.01-1.75	0.69	0.25
3	PVC230P	24	18	9	0.01-1.75	0.51	0.13
4	PS250P	24	18	9	0.01-1.75	0.69	0.24
5	PVC230P	35.6	18	9	0.01-1.75	0.48	0.15
6	PS250P	35.6	18	9	0.01-1.75	0.65	0.26
7	PS250P	24	13.5	9	0.01-1.75	0.69	0.16
8	PS250P	24	20.5	9	0.01-1.75	0.69	0.26

TABLE 3.1 – Tableau résumant les valeurs de r et χ_b pour les différentes expériences réalisées lors de cette étude.

Particules	χ_s	χ_b
PVC230P	0.813	0.096
PS250P	0.942	0.041
PS250M	0.958	0.024
PS80M	0.980	0.010

TABLE 3.2 – Valeurs de χ_s et χ_b pour les différents paramètres expérimentaux utilisés pour cette étude.

3.2.6 Amélioration du modèle

On a vu sur la figure 3.16 que le modèle ne permettait pas de tracer l'ensemble des valeurs de ϕ_s^{*mc} sur des droites. Il est donc nécessaire d'apporter une amélioration à ce modèle. En visualisant les films de l'écoulement, on remarque qu'une partie des grains de la suspension qui sédimentent sont entraînés par les bulles avant même d'atteindre le lit granulaire. Pour rendre compte de ce phénomène dans les équations du modèle, on modifie le terme d'entraînement $\chi_b\phi_b^*$, et on le remplace alors par $\chi_s\phi_s^* + \chi_b\phi_b^*$ pour tenir compte des grains qui sédimentent et sont entraînés avant d'atteindre le lit ganulaire. On trace sur la figure 3.18 les valeurs de $\phi_s^{*mc}/[l(1-u)/[l+(1-l)u]]$ en fonction de ϕ_s^*. On obtient des droites pour l'ensemble des jeux de données de pente χ_s et d'ordonnée à l'origine $\chi_b\phi_b^*$. On reporte les valeurs de χ_s et de χ_b dans le tableau 3.2. On observe alors que l'on peut ajuster les mêmes valeurs de χ_s et χ_b pour un type de grains sur tous les jeux de données. On voit que l'on a toujours $\chi_s \gg \chi_b$. Cela signifie que, à l'état stationnaire, les bulles entraînent majoritairement des grains qui sont encore en suspension et non des particules en provenance du lit granulaire.

3.3 Etude du régime transitoire

Comme nous l'avons observé précédemment (figure 3.2a), il faut un certain temps pour atteindre le régime stationnaire, qui dépend en particulier du débit d'air imposé Q. Cette partie s'attache à la prévision théorique du temps caractéristique nécessaire à l'établissement du régime stationnaire, en se basant sur le modèle précédent. Les résultats du modèle seront comparés aux résultats expérimentaux, présentés ici.

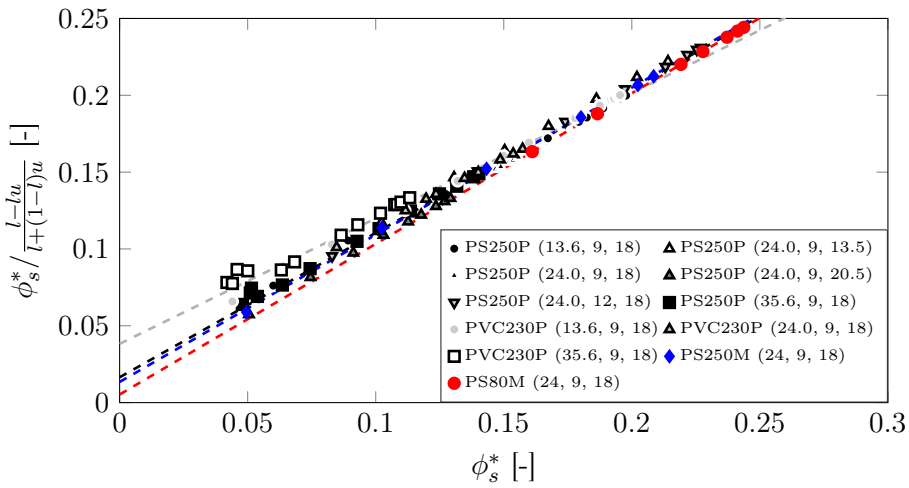

FIGURE 3.18 – Modèle amélioré lorsque l'on trace $\phi_s^*/[l(1-u)/[l+(1-l)u]]$ en fonction de ϕ_s^* pour l'ensemble des jeux de données en prenant en compte l'entraînement des grains en suspension via le terme χ_s [Légende : Matériau (L_c, h_g, h_l) en cm]. On obtient des droites de pente χ_s et d'ordonnée à l'origine $\chi_b\phi_b^*$.

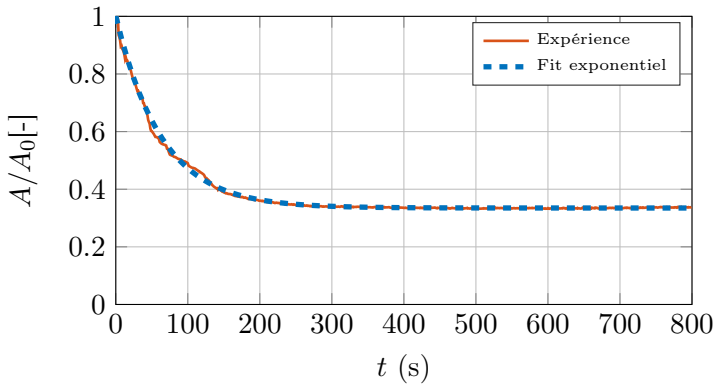

FIGURE 3.19 – Taille normalisée du lit granulaire A/A_0 en fonction du temps [PVC230P, $L_c = 13.6$ cm, $Q = 0.2$ L/min, $h_g = 9$ cm, $h_l = 18$ cm]. On ajuste ces données par une exponentielle décroissante qui nous permet d'obtenir un temps caractéristique τ d'établissement du régime stationnaire.

3.3.1 Résultats expérimentaux

Pour mesurer le temps caractéristique τ d'établissement du régime stationnaire, la méthode employée consiste à reprendre les courbes $A/A_0 = f(t)$, et d'ajuster ces courbes par une exponentielle décroissante (figure 3.19). On définit alors le temps caractéristique τ comme le temps caractéristique de l'exponentielle.

On quantifie ainsi τ pour différentes valeurs de Q et différents types de grains (figure 3.20). Tout d'abord, on observe que le temps caractéristique τ décroit continûment lorsque l'on augmente le débit d'air Q, jusqu'à atteindre un plateau pour $Q > 0.5$ L/min. En effet, plus le débit d'air imposé est fort, plus les grains du lit sont entraînés rapidement, et on atteint d'autant plus rapidement l'état

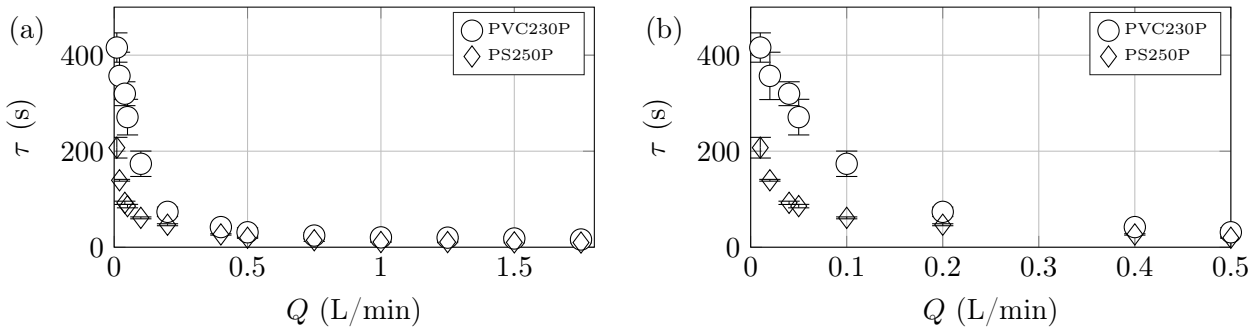

FIGURE 3.20 – (a) Valeur du temps caractéristique τ d'établissement de l'état stationnaire en fonction du débit d'air Q pour le PVC230P et le polystyrène PS250P. (b) Zoom sur les valeurs de τ à faible débit d'air Q. [$L_c = 13.6$ cm, $h_g = 9$ cm, $h_l = 18$ cm].

stationnaire. De plus, τ dépend aussi des particules formant le lit granulaire, on voit qu'il faut moins de temps pour atteindre le régime stationnaire pour le PS250P que pour le PVC230P. On explique cela par la différence de densité entre ces deux matériaux, le PVC étant plus lourd que le polystyrène, il est plus long à mettre en suspension, moins facilement entraîné par les bulles d'air et resédimente plus rapidement. L'étude de l'influence des autres paramètres tels que la largeur de la cuve L_c sera discuté dans une autre section (3.3.3).

3.3.2 Modèle

Dans la section 3.2.3, nous avons établi l'équation différentielle 3.23 régissant la taille du lit granulaire normalisée dans le temps. Cette étude ayant été réalisée avant l'amélioration du modèle (section 3.2.6), nous garderons ici l'expression de l'équation avec les deux paramètres ajustables χ_b et r (équation 3.26). Nous gardons ici les mêmes valeurs de χ_b et r qui permettent de décrire le régime stationnaire, pour chaque jeu de données (tableau 3.1). Cette équation ne présente pas de solution analytique $n = f(t)$, et il est donc impossible d'extraire une expression du temps caractéristique τ. Nous avons utilisé le logiciel *Mathematica*, pour résoudre numériquement cette équation, et la comparer aux courbes expérimentales (figure 3.21). On observe alors que la solution numérique ne correspond pas au résultat expérimental, bien que le régime stationnaire atteigne la bonne valeur, car nous avons gardé les mêmes paramètres ajustables (χ_b, r) que précédemment (section 3.2.5). En effet le modèle décroit beaucoup plus vite que la courbe expérimentale (figure 3.21, courbe pointillés). Ce constat peut être fait pour l'ensemble des expériences. En l'état, le modèle ne permet donc pas de décrire le régime transitoire. Nous avons donc apporté la modification suivante.

Dans le modèle établi précédemment, on considérait que l'entraînement des grains, ainsi que la sédimentation, se faisait en continu. Or lorsque l'on analyse les images de l'expérience (figure 3.22a), les bulles sont émises à une certaine fréquence, de manière successive, et non continûment. Il existe donc des instants où il n'y a pas d'entraînement des grains en suspension, L'hypothèse d'entraînement continu des grains est donc trop simpliste et le modèle sous-estime ainsi le temps nécessaire pour atteindre le régime stationnaire. Afin de modéliser la remontée successive de bulles, nous proposons d'utiliser une succession de fonctions porte pour prendre en compte les temps où il n'y a pas d'entraînement des grains. On note Π la fonction porte de largeur a. Pour modéliser le temps entre deux bulles, il nous

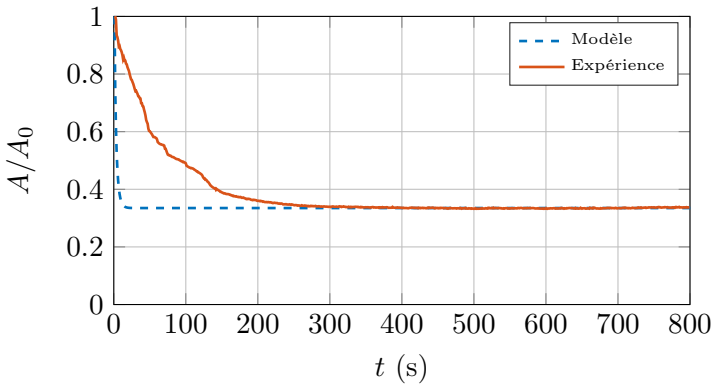

FIGURE 3.21 – Comparaison entre les données expérimentales (ligne pleine) [PVC230P, $Q = 0.2$L/min, $L_c = 13.6$ cm, $h_g = 9$ cm, $h_l = 18$ cm] et la solution numérique du modèle (ligne pointillée). La solution numérique décroît plus rapidement que la courbe expérimentale.

faut une somme infinie de fonctions portes, avec une période b (figure 3.22b). On multiplie alors le terme $\mathrm{d}N^-$ par cette somme infinie, mais aussi le terme $\mathrm{d}N^+$, car si on entraîne les grains de manière intermittente, on considère que ces derniers sédimentent aussi de manière intermittente. De plus il faut prendre en compte le retard entre l'entraînement et la sédimentation, en effet les grains entraînés ne sédimentent pas directement et mettent un temps T pour monter dans le sillage puis sédimenter. On obtient alors l'equation différentielle suivante :

$$\frac{\mathrm{d}n}{\mathrm{d}t} = \sum_{k=0}^{\infty} \Pi\left(\frac{t-ka-T}{b}\right)\beta\frac{1-n(t)}{1-\gamma n(t)} - \sum_{k=0}^{\infty} \Pi\left(\frac{t-ka}{b}\right)\alpha \tag{3.28}$$

$$\text{où} \quad T = \frac{U_b}{h_l} + \frac{U_p}{h_l} \tag{3.29}$$

Il s'agit d'évaluer la largeur des portes a et la période b en fonction des paramètres du système. La largeur de la porte a correspond au temps pendant lequel la bulle entraîne les grains du lit vers le liquide. On peut assimiler ce temps a au temps que la bulle met à traverser l'interface lit granulaire / liquide. Ainsi, en première approximation, on peut définir a comme le temps typique de passage d'une bulle sur une distance de l'ordre de sa taille, à savoir :

$$a \sim \frac{L_b}{U_b} = 2\sqrt{\frac{L_b}{g}} \tag{3.30}$$

La période b correspond au temps entre le passage de deux bulles successives. On travaille à débit d'air Q imposé constant. De plus, on connaît le volume moyen des bulles $V_b \sim eL_b^2$, on peut alors approximer la période b comme le rapport de ces deux quantités

$$b \sim \frac{V_b}{Q} = \xi\frac{\pi e L_b^2}{4Q} \tag{3.31}$$

où ξ est un facteur correctif permettant de prendre en compte les différentes morphologies des bulles (figure 4.19) ainsi que le fait que L_b soit différent de la taille réelle des bulles, à grand débit les bulles explorant une plus grande zone horizontale de la cuve (section 4.2.3).

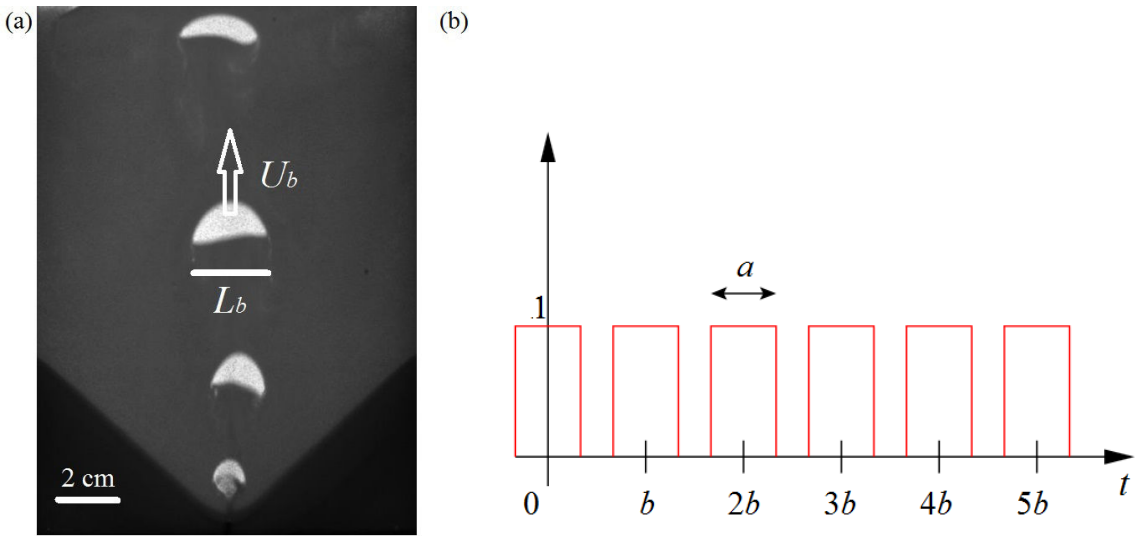

FIGURE 3.22 – (a) Image provenant de l'expérience qui montre que les bulles ne sortent pas continûment mais bien de façon successive, et qu'il y a un temps b entre deux bulles. (b) Graphique représentant une succession périodique (période b) de fonctions portes de largeur a.

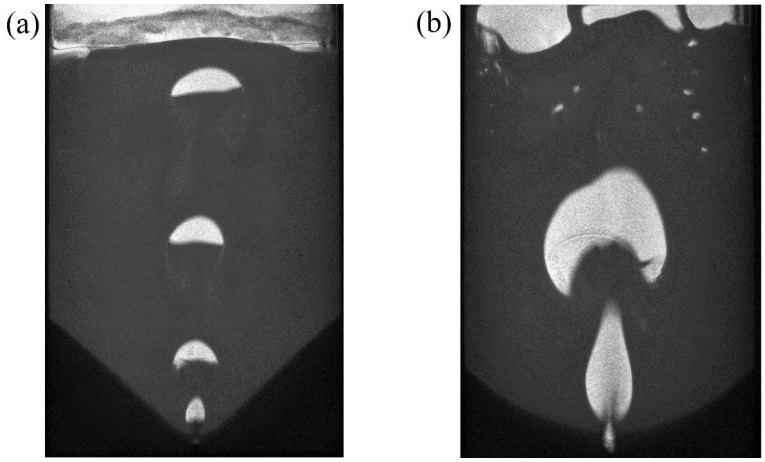

FIGURE 3.23 – (a) Image provenant de l'expérience qui montre que les bulles ont une forme plate à l'arrière à petit débit [PVC230P, $h_g = 9$ cm, $h_l = 18$ cm, $Q = 0.1$ L/min]. (b) Image provenant de l'expérience qui montre que les bulles ont une forme creuse à l'arrière à grand débit [PVC230P, $h_g = 9$ cm, $h_l = 18$ cm, $Q = 1$ L/min]

La figure 3.24 compare l'évolution temporelle de la taille normalisée du lit granulaire A/A_0 mesurée expérimentalement, et la solution numérique de ce nouveau modèle. Même si la solution numérique ne suit pas parfaitement la courbe expérimentale, elle décrit de façon satisfaisante l'évolution temporelle de la taille du lit granulaire.

Afin de quantifier l'efficacité du modèle à décrire le régime transitoire, nous utilisons deux outils. D'abord, nous comparons les temps caractéristiques expérimentaux τ et ceux obtenus par la solution du modèle τ_m. Pour mesurer une valeur de τ_m sur la solution numérique, on procède de la même facon que pour la mesure expérimentale de τ, par le biais d'un fit exponentiel.

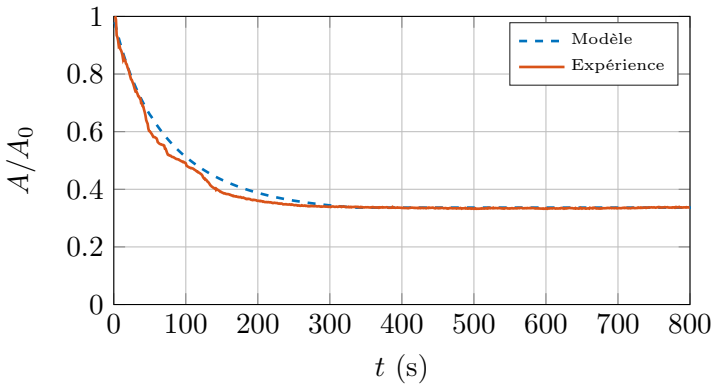

FIGURE 3.24 – Taille de la zone morte A/A_0 en fonction du temps mesurée expérimentalement (trait plein) [PVC230P, $Q = 0.2$L/min, $L_c = 13.6$ cm, $h_g = 9$ cm, $h_l = 18$ cm]. Solution numérique du modèle amélioré (pointillés) pour $\xi = 1$. Ce modèle capture bien le régime transitoire.

La figure 3.25 montre le temps expérimental τ en fonction du temps extrait du modèle τ_m pour $\xi = 1/2$ et $\xi = 1$. La figure 3.25 compare les temps obtenus par le modèle pour $\xi = 1$ et $\xi = 1/2$. Pour des grands débits ($Q > 0.4$ L/min), donc de faibles valeurs de τ (figure 3.25a), le facteur $\xi = 1/2$ est optimal car à grand débit, les bulles explorent une plus grande extension horizontale, et la valeur L_b surestime la taille des bulles. Pour de plus faibles débits d'air $Q < 0.4$ L/min), donc de plus grandes valeurs de τ, le modèle décrit bien le régime transitoire pour $\xi = 1$, car à faible débit, les bulles n'explorent pas une grande zone horizontale, et la valeur L_b estime donc correctement la taille des bulles (figure 3.25b). En prenant en compte ce changement de valeur pour ξ, on voit alors que les temps caractéristiques expérimentaux τ et ceux calculés par le nouveau modèle s'alignent sur la droite de pente 1, à la barre d'erreur près, et sans nouveaux paramètres ajustables par rapport à l'ancien modèle (figure 3.26a).

Pour quantifier d'autant plus l'efficacité du modèle amélioré, on introduit la RMS (Root Mean Square) entre les deux signaux définie par

$$RMS = \frac{1}{N}\sum_{i=1}^{N} |y(i) - y_m(i)|^2 \tag{3.32}$$

où y est le signal expérimental, y_m la solution numérique du modèle et N le nombre de points sur lequel on effectue le calcul de RMS. Les temps caractéristiques n'étant pas les mêmes pour chaque expérience, il s'agit alors de se donner un critère pertinent pour le choix de la valeur de N. Étant donné que l'on souhaite voir si le modèle décrit bien le régime transitoire, on effectue le calcul de RMS entre les temps $t = 0$ et $t = \tau$. Les résultats sont répertoriés dans la figure 3.26b.

Avec le modèle prenant en compte la remontée successive des bulles, on arrive à diminuer fortement la valeur de la RMS entre le signal expérimental et la solution numérique. Prendre en compte ce phénomène de remontée des bulles par intermittence permet donc bien rendre compte du régime transitoire de décroissance de la taille du lit granulaire au cours du temps.

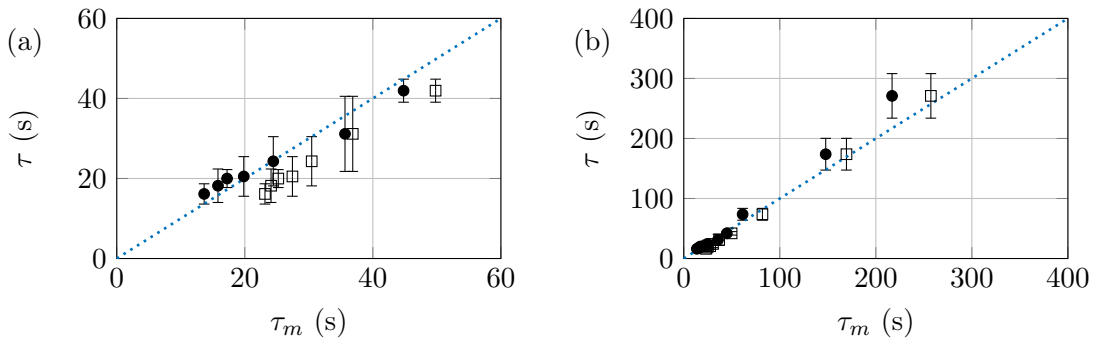

FIGURE 3.25 – Comparaison des temps caractéristiques expérimentaux τ et théoriques τ_m pour le modèle de remontée successive des bulles pour deux valeurs de ξ (a) pour $Q \geq 0.4$ L/min. (b) $Ql'ensembledesdbitsexplors(\xi = 0.5$: symboles pleins, $\xi = 1$: symboles creux, lignes pointillés : droite de pente 1) [PVC230P, $L_c = 13.6$ cm, $h_g = 9$cm, $h_l = 18$ cm].

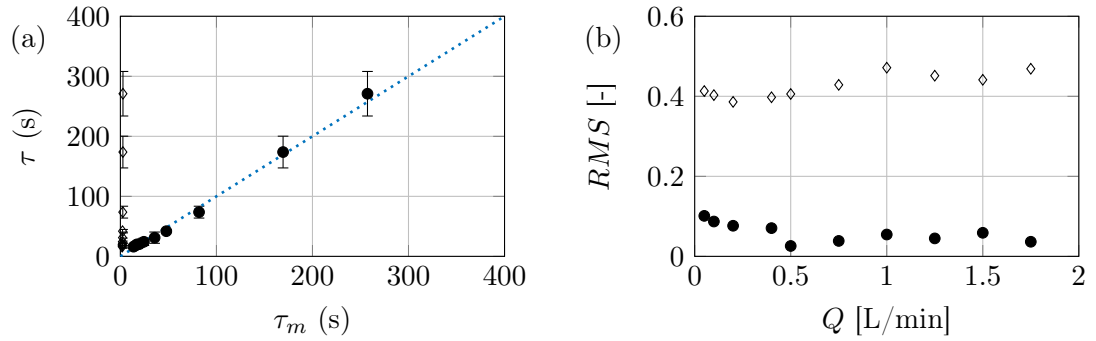

FIGURE 3.26 – (a) Comparaison entre les temps caractéristiques expérimentaux τ et théorique τ_m d'établissement du régime stationnaire. (b) Comparaison des RMS (équation 3.32) entre les signaux numériques et expérimentaux [PVC230P, $L_c = 13.6$ cm, $h_g = 9$cm, $h_l = 18$ cm] (symboles pleins : modèle intermittent ; symboles creux : modéle continue)

3.3.3 Dépendance du temps caractéristique

Afin de pousser plus loin cette étude, nous avons voulu étudier les dépendances de τ en fonction des paramètres a et b. Nous venons de voir que le modèle précédent permettait de prédire correctement la valeur du temps caractéristique τ. L'étude du temps sera donc faite sur les solutions numériques τ_m car il est plus facile de changer les paramètres de manière indépendante que dans les expériences.

Procédons dans un premier lieu, à l'étude de la solution numérique de l'équation 3.28, et à sa dépendance vis-à-vis de la largeur a des portes et de la période b. La figure 3.27 montre les valeurs de τ_m de la solution numérique en fonction de a et b, l'ensemble des autres paramètres étant fixé. Premièrement, le temps caractéristique τ_m décroît quand a augmente (dépendance en $1/a$, figure 3.27a) : plus le temps de passage d'une bulle est grand, plus vite on atteint le régime stationnaire. Ensuite, on voit que le temps caractéristique augmente linéairement quand la période b augmente. En effet, quand le temps entre deux bulles est grand, on met les grains en suspension avec de plus en plus d'intermittence, et donc on atteint le régime stationnaire plus lentement.

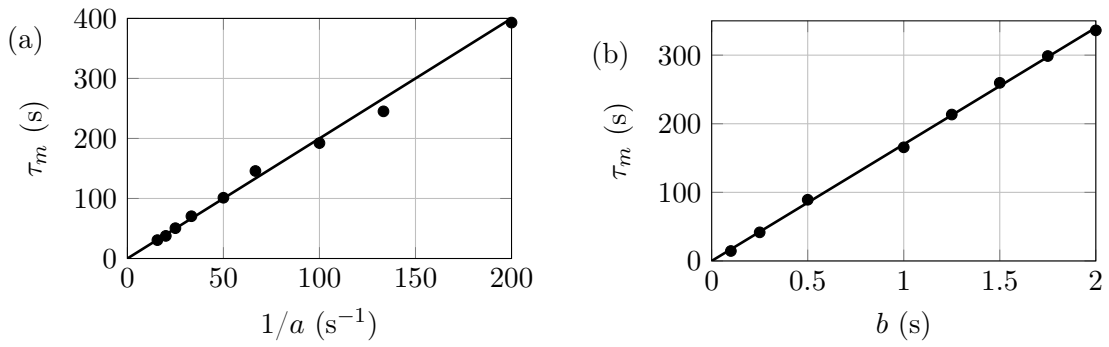

FIGURE 3.27 – (a) Temps caractéristique τ_m en fonction de l'inverse de la taille des portes $1/a$ [$b = 0.2$ s]. (b) Temps caractéristique τ_m en fonction de la période b [$a = 0.064$ s].

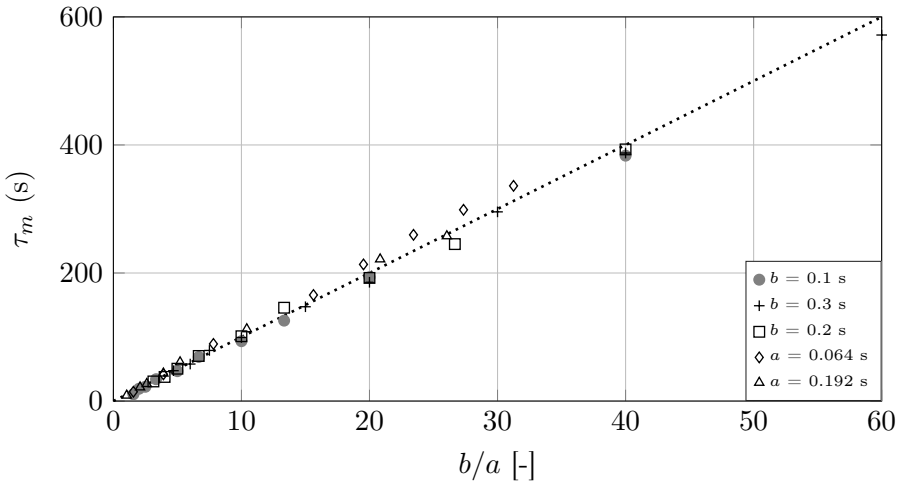

FIGURE 3.28 – Temps caractéristique τ_m en fonction du rapport entre la période b et la largeur des portes a pour différents valeurs de a et b. L'ensemble des données collapsent sur une même droite.

Le temps caractéristique semble ainsi dépendre du rapport b/a. Afin de vérifier cela, nous avons effectué des simulations numériques pour plusieurs valeurs de a fixées (b variable) et de b fixées (a variable). Les résultats sont représentés sur la figure 3.28. L'ensemble des données se regroupent sur une même droite, lorsque l'on reporte τ_m en fonction de b/a.

Enfin, afin de s'assurer que les expressions de a et b décrivent correctement le régime transitoire, il convient de confronter ces hypothèses aux résultats expérimentaux. Le temps caractéristique τ_m de la solution numérique étant proportionelle au rapport b/a, on peut estimer ce rapport grâce aux expressions de a et de b (équations 3.30 et 3.31).

$$\left(\frac{b}{a}\right)_{exp} = \frac{U_b V_b}{L_b Q} \tag{3.33}$$

où L_b est déterminé à partir des mesures expérimentales.

On trace alors le temps caractéristique τ obtenu grâce aux données expérimentales en fonction de ce rapport (figure 3.29). On observe alors que les valeurs de τ obtenues expérimentalement sont bien proportionnelles à ce rapport. Cela montre alors que l'expression $\tau \propto \frac{U_b V_b}{L_b Q}$ est une bonne approximation

pour la dépendance du temps d'établissement du régime stationnaire.

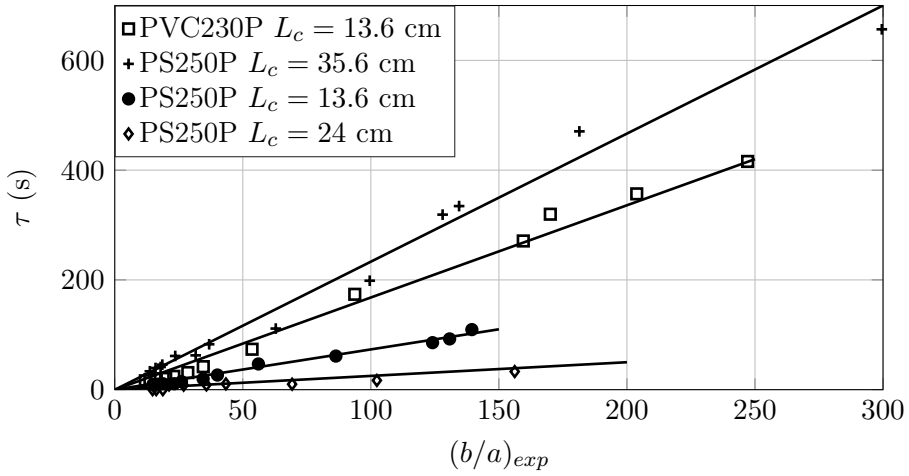

FIGURE 3.29 – Temps caractéristique τ mesuré expérimentalement pour différents jeux de données en fonction du rapport $\frac{U_b V_b}{L_b Q}$.

Cependant, les points sur la figure 3.29 suivent des droites différentes selon les grains et la taille de cellule utilisées. Il reste donc d'autres dépendances qui ne sont pas prises en compte par notre modèle. On voit à nouveau que pour le PVC ou le polystyrène, les temps sont très différents. On observe aussi que pour des largeurs de cuve différentes, on obtient pas les mêmes temps caractéristiques, ce qui n'est pas décrit dans l'équation 3.33. De plus, il n'y a pas d'ordre apparent du temps caractéristique τ avec L_c, mais il faut se rappeler que la valeur du gap e est plus grande pour la cuve la plus large, $e = 3$ mm pour $L_c = 35.6$ cm contre $e = 2$ mm pour $L_c = 13.6$ et 24 cm, ce qui peut expliquer les pentes observées en figure 3.29.

3.4 Conclusion

Nous avons vu dans ce chapitre que l'injection continue d'air dans un milieu granulaire immergé dans un liquide de densité proche de celle du matériau utilisé pour les particules permettait la mise en suspension efficace de ce dernier. Après un régime transitoire, l'écoulement atteint un régime stationnaire caractérisé par deux quantités mesurables, la taille de la zone morte A^*/A_0, qui est la partie du milieu granulaire non affectée par l'écoulement d'air, et la fraction volumique en grains ϕ_s^* dans la suspension formée, ces deux valeurs, liées par la conservation de la masse, atteignant une valeur constante caractérisant le régime stationnaire.

Les paramètres régissant l'état stationnaire ont ensuite été déterminés, comme la taille typique des bulles. Afin de rendre compte de ces résultats, nous avons élaboré un modèle phénoménologique basé sur les deux phénomènes qui entrent en jeu dans cet écoulement, l'entraînement des grains dans le sillage des bulles, et la resédimentation des grains mis en suspension, la compétition et l'équilibre entre ces deux phénomènes régissant cet état stationnaire. Le modèle, basé sur un bilan de matière effectué sur le lit granulaire, a permis de justifier les paramètres importants de l'écoulement et détablir l'importance de trois paramètres adimensionnées $h = h_g/h_l$, $l = L_b/L_c$ et $u = U_s/U_b$.

La prise en compte de la remontée des bulles par intermittence a également permis de rendre compte du régime transitoire. L'étude de ce régime est encore en cours actuellement, la dépendance vis-à-vis de nombreux paramètres comme L_c, e, h_g ou h_l n'étant pas encore établie.

Chapitre 4

Influence de la gravité effective

4.1 Régime stationnaire **68**

4.1.1 Résultats expérimentaux 68

4.1.2 Entraînement des grains 68

4.1.3 Sédimentation : effet Boycott 69

4.1.4 Influence sur la taille du lit granulaire 72

4.2 Fluctuations et statistiques **74**

4.2.1 Premières observations 74

4.2.2 Homogénéité de la suspension 75

4.2.3 Statistiques des bulles 78

4.2.4 Contact entre les phases 87

4.3 Régime oscillant **90**

4.3.1 Observations 91

4.3.2 Caractéristiques des oscillations 92

4.3.3 Diagramme des régimes 96

4.4 Conclusion **96**

L'objectif de ce chapitre est de quantifier l'influence de la gravité effective sur la mise en suspension du lit granulaire. Pour cela, nous inclinons la cellule d'un angle α par rapport à la verticale (figure 2.1). Nous nous sommes focalisé uniquement sur l'influence du débit d'air Q et de l'angle α sur la mise en suspension. Le régime transitoire n'est pas considéré ici.

Dans un premier temps, nous avons exploré la même gamme de débit d'air Q que précédemment (Chapitre 3), et une gamme d'angle α où l'on observe un régime stationnaire. Puis nous avons étudié les fluctuations de la fraction volumique en grains dans la suspension ainsi que les propriétés statistiques des bulles remontant dans cette dernière telles que leurs trajectoires ou leurs propriétés géométriques (forme, taille, périmètre...) (section 4.2.3). Enfin, dans une certaine gamme de paramètres (Q, α), nous avons mis en évidence l'existence d'un régime oscillant (section 4.3).

4.1 Régime stationnaire

4.1.1 Résultats expérimentaux

Afin de n'étudier que l'influence de l'inclinaison α et du débit d'air Q, nous avons effectué l'ensemble des expériences sur un seul type de grains (PVC230P) les autres paramètres étant fixés [$L_c = 13.6$ cm, $h_g = 9$ cm, $h_l = 18$ cm]. Les légendes des figures de ce chapitre ne rappellerons donc pas les valeurs de ces paramètres fixes. Nous avons concentré notre étude sur la taille du lit granulaire A/A_0, la fraction volumique en grains pouvant être déduite par conservation de la masse (section 3.1.7).

L'ensemble des résultats expérimentaux sont répertoriés dans la figure 4.1. L'évolution temporelle de la taille du lit granulaire normalisée A/A_0 (figure 4.1a) montre que pour la gamme de débit d'air Q et d'angle α explorée, on atteint toujours un état stationnaire. La figure 4.1b représente l'évolution de la taille du lit granulaire A^*/A_0 dans l'état stationnaire en fonction du débit Q, pour différents angles α. On voit que, quelles que soient les valeurs d'angles, il n'y a pas de changement significatif de l'évolution de la taille du lit normalisée A^*/A_0 avec le débit d'air Q. En revanche, si on analyse les valeurs de A^*/A_0 en fonction de l'angle α (figure 4.1c), on observe que la valeur de A^*/A_0 présente une valeur maximum pour un angle α compris entre 30 et 40 degrés selon les valeurs de Q.

Dans le chapitre précédent, nous avons vu que le régime stationnaire résultait d'une compétition entre l'entraînement des grains par les bulles d'air, et la sédimentation des grains. Afin d'expliquer l'évolution de l'état stationnaire avec l'angle α, nous allons regarder comment ces deux phénomènes évoluent lorsque l'on incline la cellule.

4.1.2 Entraînement des grains

Nous avons présenté, dans le chapitre précédent, un modèle permettant de décrire l'entraînement des grains par les bulles (section 3.2.2). En faisant l'hypothèse que les paramètres χ_s et χ_b ne dépendent pas de l'inclinaison de la cellule, trois paramètres sont susceptibles d'évoluer avec l'angle α, et modifier l'entraînement des grains : la largeur des bulles L_b, la vitesse des bulles U_b et la vitesse de sédimentation U_s.

Dans un premier temps, nous mesurons la largeur des bulles L_b pour différents angles α (figure 4.2). On observe que la largeur des bulles ne varie pas de manière significative avec l'angle α, mais dépend seulement du débit d'air Q. Ensuite, la vitesse U_b des bulles peut varier avec l'inclinaison de la cellule. En géométrie confinée, l'expression de la vitesse des bulles dépend de la gravité effective [92] :

$$U_b = 0.5\sqrt{g\cos(\alpha)L_b} \tag{4.1}$$

La largeur des bulles L_b ne dépendant pas significativement de l'angle α, la seule dépendance de U_b est en $\sqrt{\cos(\alpha)}$. L'ensemble des expériences balaie la gamme d'angle $\alpha \in [0°; 50°]$, soit $\sqrt{\cos(\alpha)} \in [0.8; 1]$. On a donc une faible variation de la vitesse des bulles avec l'inclinaison α qui va à priori avoir un faible impact sur l'entraînement des grains. L'impact le plus important de l'inclinaison de la cellule va être sur la sédimentation des grains, comme nous allons le voir dans la section suivante.

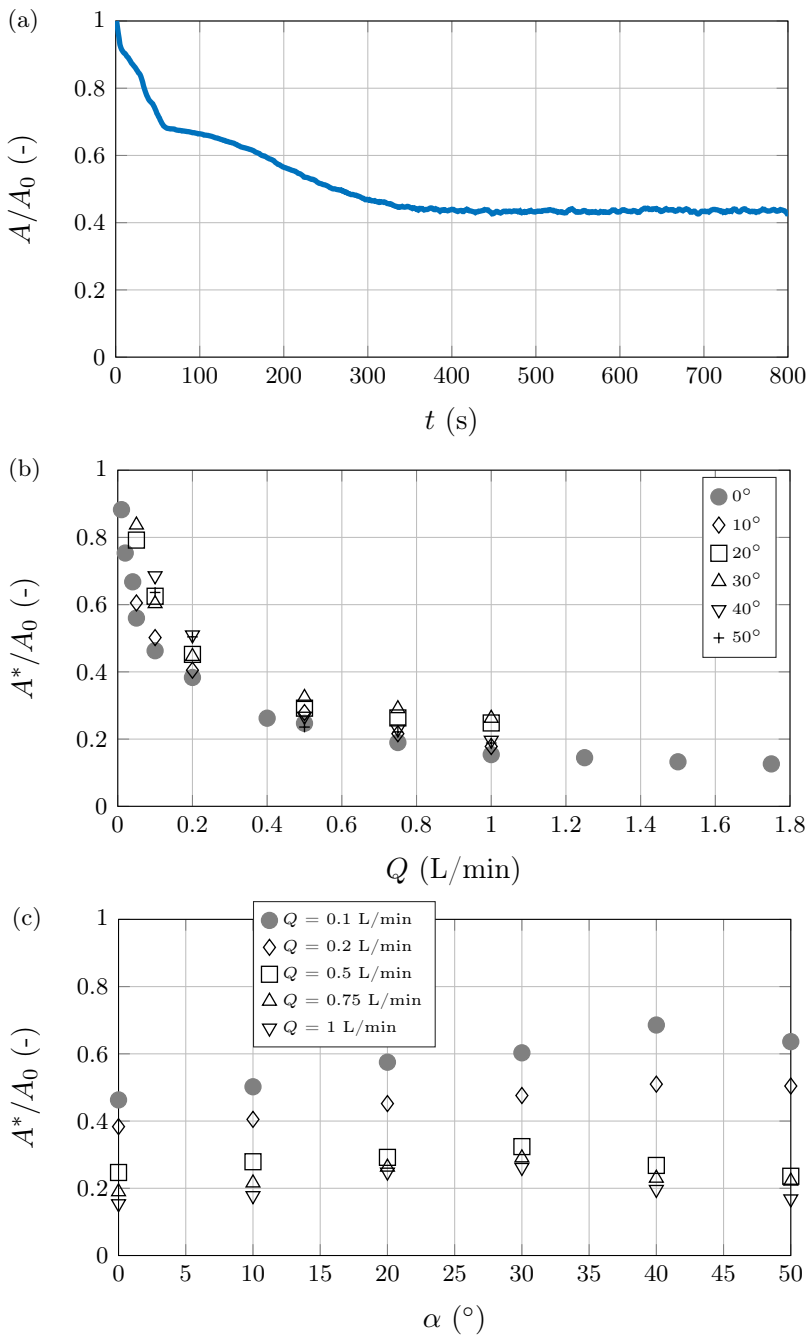

FIGURE 4.1 – (a) Évolution temporelle de la taille du lit granulaire [$Q = 0.2$ L/min, $\alpha = 20°$]. (b) Taille normalisée du lit granulaire A^*/A_0 dans l'état stationnaire en fonction de Q pour différents angles. (c) Taille normalisée du lit granulaire A^*/A_0 dans l'état stationnaire en fonction de α pour différents débits d'air. Pour l'ensemble des points expérimentaux, la barre d'erreur est inférieure ou égale à la taille du symbole utilisé.

4.1.3 Sédimentation : effet Boycott

On s'intéresse ici aux effets de l'inclinaison de la cellule sur la sédimentation des particules. Pour cela, on reprend le même protocole que pour l'étude de la sédimentation en configuration verticale (section 2.3). Un exemple d'images de sédimentation est montré sur la figure 4.3. Par rapport à la

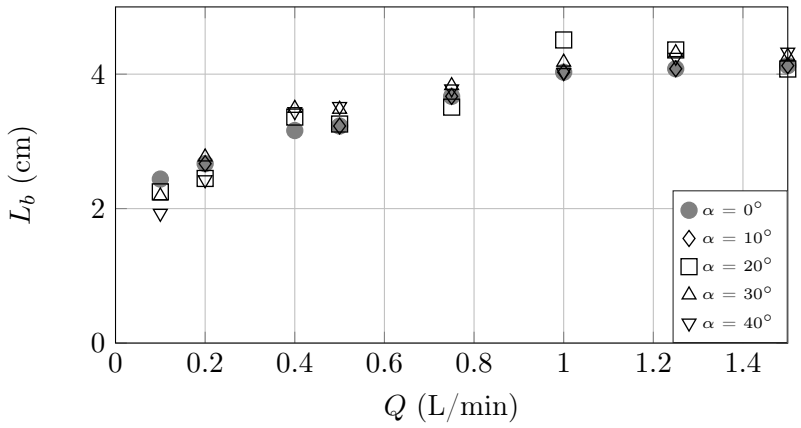

FIGURE 4.2 – Largeur des bulles L_b en fonction du débit d'air Q pour différents angles d'inclinaison de la cellule α. La largeur des bulles L_b ne dépend pas significativement de α.

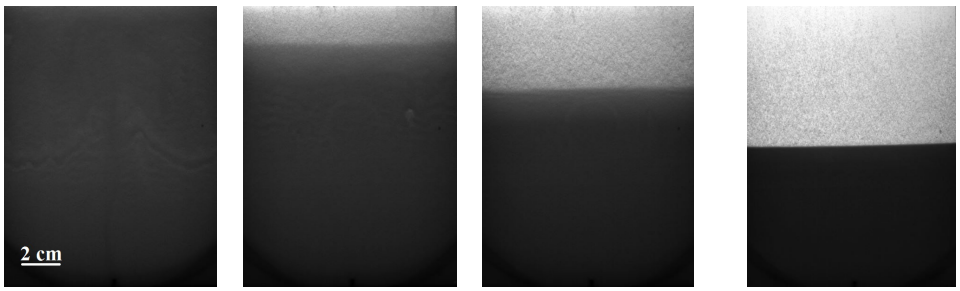

FIGURE 4.3 – Image de la sédimentation des particules à différents temps (de gauche à droite : $t = 0$ s, $t = 3$ s, $t = 6$ s, $t = 10$ s, $t = 25$ s) [$\alpha = 20°$].

configuration verticale, où le temps de sédimentation avoisinait les 200 secondes, on voit sur les premières images que ce temps est beaucoup plus court en configuration inclinée, de l'ordre de la vingtaine de secondes.

Afin de quantifier le temps de sédimentation dans cette configuration, on procède de la même manière que la mesure du temps de sédimentation en configuration verticale (section 2.3), on suit la hauteur du front de sédimentation h_s au cours du temps (figure 4.4, trait plein). À la différence de la configuration verticale (figure 4.4, trait pointillé), la décroissance de h_s et donc la sédimentation est beaucoup plus rapide. Pour expliquer ce comportement non intuitif, on se tourne vers un phénomène particulier de sédimentation en configuration inclinée, l'effet Boycott (section 1.2.4).

Les premières observations et études de l'effet Boycott ont eu lieu en 1920 [72]. Arthur Edwin Boycott a observé sur des globules rouges dans une cellule que, de manière contre-intuitive, la vitesse de sédimentation des globules augmente lorsque l'on incline la cellule, alors que la gravité effective diminue. Cette vitesse atteint une valeur maximum pour un angle α optimal qui dépend des conditions expérimentales, puis diminue à nouveau. On explique ce phénomène de la manière suivante : lorsque l'on incline la cellule, les particules s'accumulent rapidement sur la paroi inférieure de la cellule, il en résulte alors un contre-écoulement du liquide, déplété en particules, qui remonte le long de la paroi supérieure (figure 4.5). Ainsi, les grains accumulés sur la paroi inférieure sédimentent beaucoup plus rapidement que dans la configuration verticale. Afin d'expliquer cet effet, nous nous reportons au

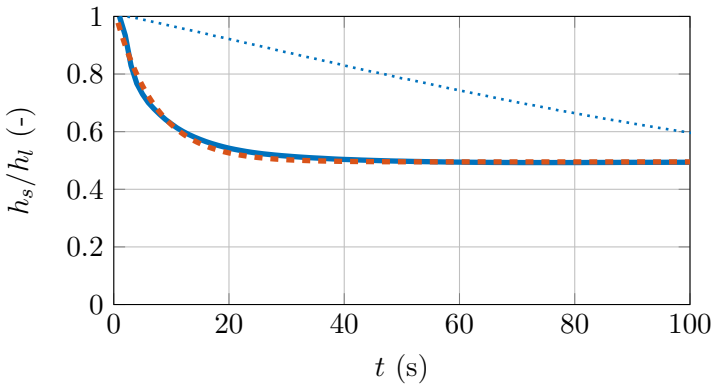

FIGURE 4.4 – Hauteur h_s du front de sédimentation normalisée par la hauteur initiale h_l en fonction du temps pour $\alpha = 0°$ (pointillés) et $\alpha = 20°$ (trait plein). La courbe expérimentale pour $\alpha = 20°$ est ajustée par une exponentielle (trait pointillé gras) comme prévu par le modèle PNK (équation 4.4). On mesure ainsi le temps typique de sédimentation.

modèle PNK décrivant l'évolution de la hauteur H au cours du temps (figure 4.5). Le modèle PNK est un modèle basé sur des considérations géométriques, développé par Ponder en 1925 [78] et par Nakamura et Kuroda en 1937 [79] de manière indépendante. Il conduit au résultat suivant :

$$\frac{\mathrm{d}H}{\mathrm{d}t} = -V_0 - V_0 \frac{h_s}{e} \sin(\alpha) \tag{4.2}$$

avec V_0 la vitesse de sédimentation en configuration verticale et e le gap de la cellule. On obtient alors l'évolution de la hauteur $H(t)$:

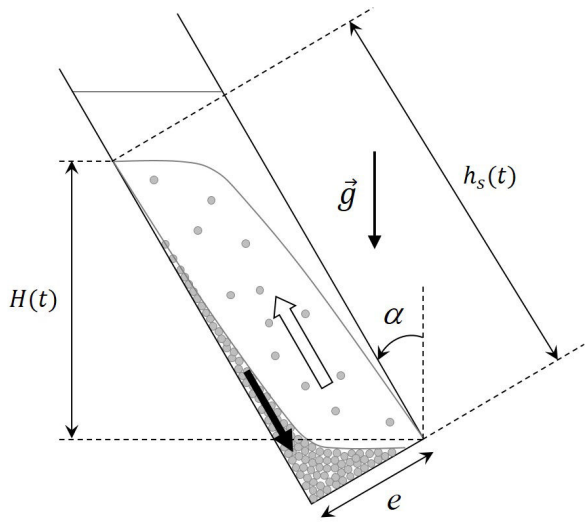

FIGURE 4.5 – Schéma décrivant l'effet Boycott. Lors de leur sédimentation en configuration inclinée, les particules s'accumulent sur la paroi inférieure de la cellule (flèche noire). Il en résulte un contre-écoulement du liquide dépleté en particules (flèche blanche), qui accélère la sédimentation.

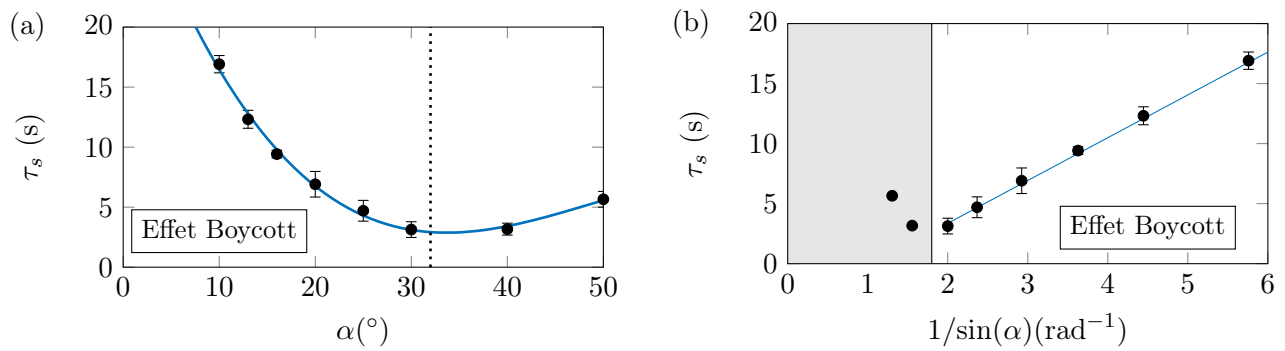

FIGURE 4.6 – a) Valeur du temps caractéristique de sédimentation τ_s en fonction de α. On ajuste les données avec un polynôme d'ordre 3 pour prendre les données où l'effet Boycott n'intervient pas ($\tau_s = -0.00035\alpha^3 + 0.051\ \alpha^2$ - 2.269 α + 34.36). b) Valeur du temps caractéristique de sédimentation τ_s en fonction de $1/\sin(\alpha)$. Le modèle PNK décrit bien la sédimentation pour des angles $\alpha \leq \alpha_b$ avec $\alpha_b \in [30°; 40°]$

$$H(t) = C\exp\left(-\frac{V_0\sin(\alpha)}{e}t\right) - \frac{e}{\sin(\alpha)} \tag{4.3}$$

avec C une constante d'intégration. Le lien entre la hauteur $H(t)$ prévu par le modèle PNK et la hauteur du front de sédimentation h_s est simple, le gap de la cellule étant de 2 mm, et la hauteur h_s comprise entre 9 et 18 cm, on a $e/h_s \ll 1$, et donc on peut écrire $h_s = H/\cos(\alpha)$, soit

$$h_s(t) = \frac{C}{\cos(\alpha)}\exp\left(-\frac{V_0\sin(\alpha)}{e}t\right) - \frac{e}{\sin(\alpha)\cos(\alpha)} \tag{4.4}$$

Pour quantifier le temps caractéristique de sédimentation τ_s, on ajuste les données expérimentales par l'exponentielle prévue par l'équation 4.4 (figure 4.4, trait pointillé gras). On reporte alors les valeurs de temps caractéristiques τ_s de l'ajustement exponentiel en fonction de l'angle α (figure 4.6a). On observe une décroissance de τ_s avec l'angle α, jusqu'à une valeur critique $\alpha_b \simeq 30°$, et une augmentation ensuite. Le modèle PNK [80] (équation 4.2) prévoît alors une expression du temps caractéristique τ_s :

$$\tau_s = \frac{e}{V_0\sin(\alpha)} \tag{4.5}$$

On trace les valeurs de τ_s obtenues expérimentalement en fonction de $1/\sin(\alpha)$ (figure 4.6b). Pour des valeurs de $\alpha_b \in [0°; 30°]$, le temps de sédimentation est linéaire en fonction de $1/\sin(\alpha)$, puis la valeur de τ_s remonte pour des angles plus grands. On ajuste les données entre 0° et 30° par un modèle linéaire de pente 3.3 s. Nous avons vu précédemment (section 2.3) que $V_0 \simeq 4.5 \times 10^{-4}$ m/s, le modèle prévoît donc une pente $e/V_0 \simeq 4.4$ s. La valeur de la pente est donc cohérente avec le modèle PNK. On en conclut que le modèle PNK permet de bien décrire la sédimentation des particules jusqu'à une valeur d'angle $\alpha_b \simeq 30°$.

4.1.4 Influence sur la taille du lit granulaire

Maintenant que nous avons vu l'effet de l'inclinaison de la cellule α sur les deux mécanismes qui entrent en compétition dans la mise en suspension des particules, il s'agit de comparer ces deux effets.

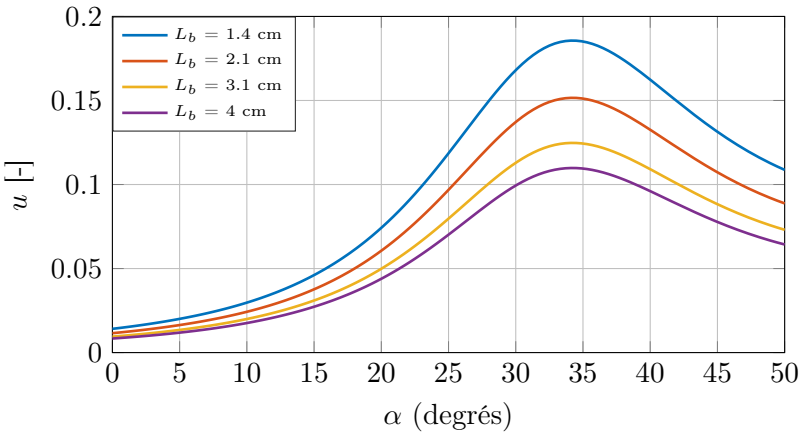

FIGURE 4.7 – Valeur du paramètre $u = U_s/U_b$ en fonction de α pour différentes tailles de bulles exprimé avec l'exression $\tau_s = e/V_0$ pour $\alpha < \alpha_b$ raccordée avec un ajustement polynomiale d'ordre 3 pour de plus grands angles.

La vitesse des bulles U_b ne variant pas significativement avec l'angle α (section 4.1.2), c'est le temps de sédimentation qui évolue le plus, il passe d'une centaine de secondes à une dizaine de seconde (section 4.1.3). C'est cet effet qui peut nous permettre d'expliquer les résultats de la figure 4.1c. Le maximum pour la valeur de A^*/A_0 en fonction de l'angle α est atteint pour une valeur proche de $\alpha_b \simeq 30°$. La valeur de A^*/A_0 augmente pour $\alpha \in [0; \alpha_b]$, car la vitesse de sédimentation est plus grande dans cet intervalle. Ensuite, pour $\alpha \geq \alpha_b$, l'effet Boycott n'intervient plus et la vitesse de sédimentation diminue, on a donc moins de grains dans le lit granulaire à l'état stationnaire, donc une valeur de A^*/A_0 qui diminue.

Pour appuyer cette analyse, on regarde comment les changements dans la vitesse de sédimentation U_s et dans la vitesse des bulles U_b modifient le modèle de régime stationnaire établi dans la section 3.2.1 pour décrire la taille du lit granulaire A^*/A_0. Dans ce modèle, la taille du lit granulaire dépend de trois paramètres principaux : $h = h_g/h_l, l = L_b/L_c$ et $u = U_s/U_b$. Nous avons gardé la même valeur $h = 1/2$ pour l'ensemble des expériences et nous avons vu que la taille des bulles ne changeaient pas significativement avec l'inclinaison de la cellule (section 4.1.2, figure 4.2). Seul le paramètre u est modifié par rapport à la configuration verticale. Pour définir la vitesse de sédimentation, on prend la hauteur de liquide h_l qui est la hauteur parcourue par les grains qui sédimentent divisée par le temps caractéristique τ_s défini par l'équation 4.5, on obtient ainsi :

$$U_s = \frac{h_l}{\tau_s} \tag{4.6}$$

Il est à noter que l'équation 4.5 n'est pas valable pour $\alpha > \alpha_b$, car l'effet Boycott n'agit plus pour des inclinaisons plus élevées. Pour prendre en compte les inclinaisons $\alpha > \alpha_b$, on ajuste les données τ_b en fonction de α par un polynôme de degré 3 pour avoir une expression de τ_s qui est valable pour des angles allant jusqu'à 50° (figure 4.6a).

On trace donc u en fonction de α en figure 4.7, pour différentes tailles de bulles L_b (donc de dbit d'air Q). Pour avoir une expression de U_s valable pour prendre en compte aussi les données $\alpha > \alpha_b$ pour lesquels l'ajustement en $1/\sin(\alpha)$ ne marche plus, on ajuste les données de la figure

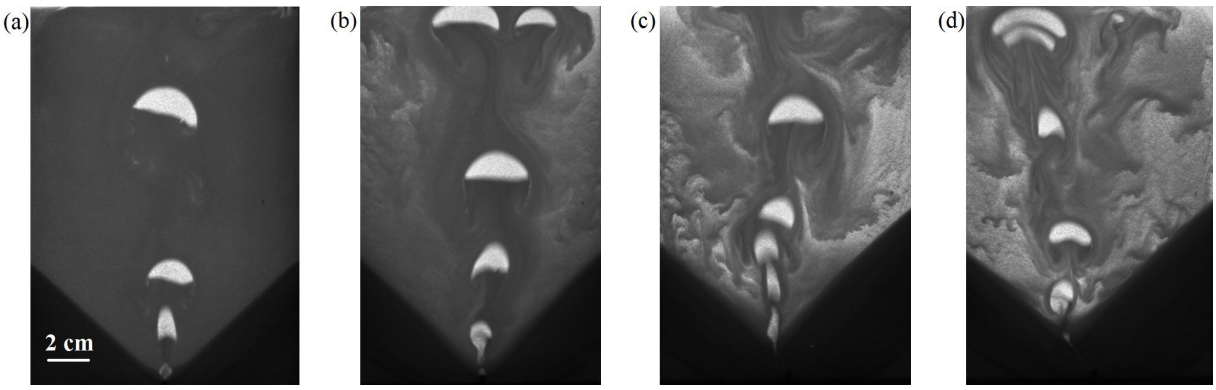

FIGURE 4.8 – Images de l'écoulement en régime stationnaire pour (a) $\alpha = 0°$, (b) 10°, (c) 20° et (d) 30° [$Q = 0.1$ L/min]. On observe des supensions plus inhomogènes pour les fortes valeurs d'angles. De plus, en configuration inclinée, les bulles explorent une plus grande région latérale dans la suspension.

4.6a par un polynôme d'ordre 3. Nous avons vu dans la section 3.15 (figure 3.15c) que lorsque l'on augmente la valeur de u, la taille de la zone morte augmente elle aussi. Lorsque l'on exprime la vitesse de sédimentation avec l'expression issue du modèle PNK, on remarque que u augmente avec l'angle d'inclinaison, et la taille de la zone morte A^*/A_0 augmente avec l'angle α. On voit bien que la valeur de u augmente, jusqu'à atteindre un maximum, puis diminue. La taille de la zone morte évolue de la même manière. Ainsi, la diminution du temps de sédimentation par effet Boycott permet d'expliquer l'augmentation de la taille de la zone morte A^*/A_0 jusqu'à un angle critique α_b. Puis nous avons vu dans nos expériences que le temps de sédimentation réaugmentait au-dessus de l'angle α_b, qui entraîne alors la rediminuition de la taille de la zone morte pour des inclinaisons plus grandes.

4.2 Fluctuations et statistiques

4.2.1 Premières observations

La figure 4.8 montre des images issues de l'expérience à l'état stationnaire pour différents angles d'inclinaison de la cellule. Dans un premier temps, on observe que l'inclinaison de la cellule entraîne une modification sur l'homogénéité de la suspension, les suspensions semblant d'autant plus inhomogènes pour des fortes valeurs d'angles α. Ensuite, on observe qu'en configuration inclinée, les bulles explorent une plus grande région latérale dans la suspension. D'autres propriétés des bulles, notamment géométriques, sont également susceptibles susceptibles de varier selon l'angle d'inclinaison α.

Dans cette section, nous avons étudié l'homogénéité des suspensions formées en fonction de l'inclinaison de la cellule α. Ensuite nous nous sommes intéréssés aux propriétés statistiques des bulles. Dans un premier temps leur trajectoire, mais aussi plusieurs propriétés géométriques comme leur taille, leur forme ou encore leur périmètre. L'étude du périmètre des bulles nous permettra en particulier de remonter aux surfaces de contact entre les différentes phases dans l'optique d'éventuelles applications aux réacteurs catalytiques (voir introduction, section 1.1).

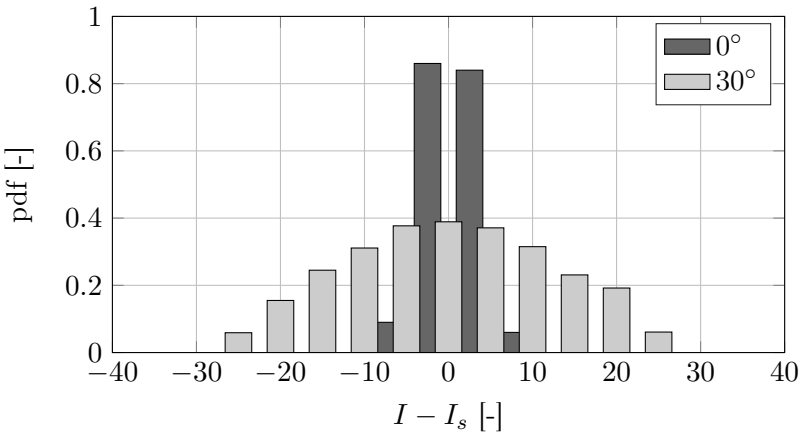

FIGURE 4.9 – Distribution (pdf) de l'intensité centrée sur l'intensité moyenne dans la suspension pour un débit d'air $Q = 0.1$ L/min et deux angles d'inclinaison $\alpha = 0°$ et $\alpha = 30°$.

4.2.2 Homogénéité de la suspension

Pour quantifier l'homogénéité de la suspension, nous procédons de la même manière que pour le lit granulaire initial (section 2.3). On repère la colonne où passe les bulles d'air en effectuant un stacking des images dans l'état stationnaire (section 2.4.4, figure 2.13a). On balaye ensuite l'ensemble de la suspension excepté cette colonne de bulles d'air avec une boîte de 8x8 pixels ($\simeq 1 \times 1$ mm). On récupère la distribution en intensité dans la suspension formée (figure 4.9). Nous avons ensuite transformée cette distribution en intensité en distribution de fraction volumique en grains [1]. C'est la variance de la distribution $\Delta\phi_s^*$ qui quantifiera l'homogénéité de la suspension. Plus la variance est élevée, plus la suspension est inhomogène. Nous intéressons à la valeur de ce paramètre en fonction du débit d'air Q et de l'angle d'inclinaison α.

Dans un premier temps, nous avons regardé l'effet de la taille de la boîte sur la mesure de $\Delta\phi_s^*$ afin de vérifier qu'elle n'a pas trop d'influence sur les résultats (figure 4.10).La taille de la boîte n'influe que très peu sur la mesure. Nous gardons la taille de boîte la plus petite (8x8 pixels) pour l'ensemble des mesures.

Dans cette étude, nous nous sommes intéressés à deux types de fluctuations :

- Les fluctuations instantanées qui correspondent aux fluctuations mesurées sur chaque image de l'état stationnaire, puis moyennées (figure 4.11 a).
- Les fluctuations moyennes, qui correspondent à la mesure des fluctuations sur l'image calculée comme la moyenne résultant de la moyenne des images de l'état stationnaire (figure 4.11 b). On garde le même nombre d'images pour chaque mesure.

Nous rappelons que l'estimation des fluctuations se font dans les mêmes zones où ont été mesurées les fractions volumiques en grains globales (section 2.4.1, figure 2.7). Nous reportons dans la figure 4.12 l'ensemble des données concernant les valeurs de $\Delta\phi_s^*$ en fonction des paramètres Q et α.

- **Fluctuations instantanées**

1. Les courbes de calibration $I = f(\phi_s)$ étant monotone, la forme des distributions n'est pas affectée et donc l'évolution de la variance non plus.

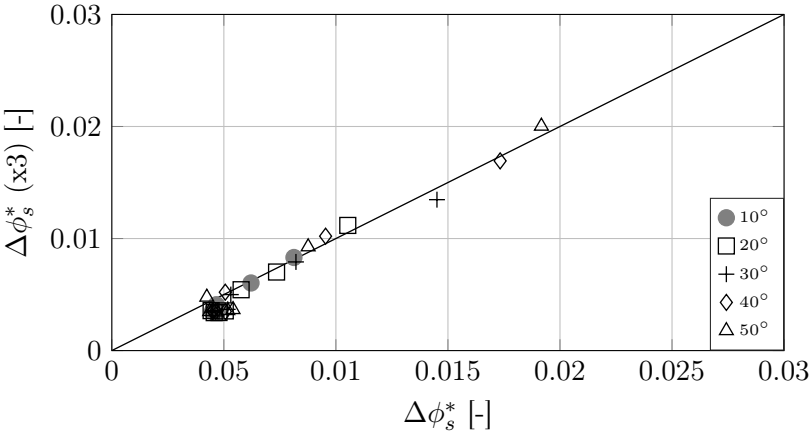

FIGURE 4.10 – Valeur de $\Delta\phi_s^*$ pour une boîte trois fois plus grande (3 × 3 mm) en fonction de $\Delta\phi_s^*$ pour la boîte (1 × 1 mm) La taille de la boîte a peu d'influence sur l'évolution globale de $\Delta\phi_s^*$.

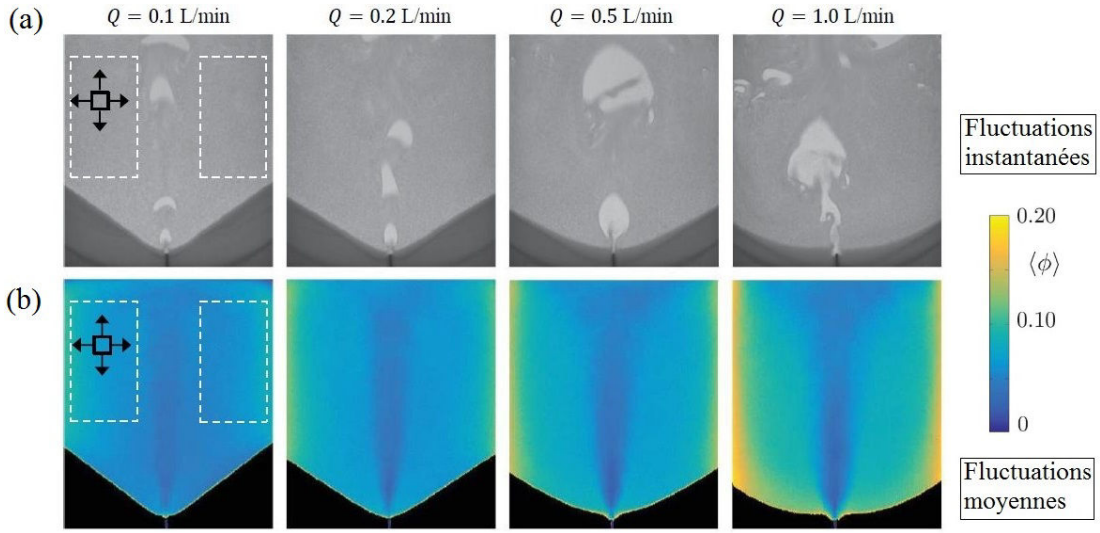

FIGURE 4.11 – (a) Images issues de l'expérience montrant les fluctuations instantanées de la fraction volumique en grains de la suspension pour différents débits d'air Q. (b) Images calculées comme la moyenne des images à l'état stationnaire, montrant les fluctuations moyennes de la suspension. Les images ont été effectuées durant le post-doctorat de Tess Homan.

Tout d'abord, pour les fluctuations instantanées (figure 4.12, symboles pleins), on observe que pour tous les angles α étudiés, $\Delta\phi_s^*$ diminue avec le débit d'air Q, jusqu'à atteindre une valeur plateau. On explique que la suspension est d'autant plus homogène quand on augmente le débit d'air, par le phénomène de remontée successive de bulles. En effet, comme évoqué dans le chapitre précédent les bulles ne remontent pas de manière continue mais il existe une période $b = V_b/Q$ entre deux bulles (section 3.3.2, figure 3.22). Nous pouvons alors considérer que lorsqu'une bulle traverse l'interface entre le lit et le liquide et entraîne les grains en suspension, cela correspond à un pic d'entraînement de particules. Ainsi, plus la période b entre deux bulles est grande, plus on a un temps long entre les événements, ce qui entraîne la formation d'une suspension plus inhomogène. La figure 4.13 représente $\Delta\phi_s^*$ en fonction de b pour différents angles α. L'évolution monotone croissante de $\Delta\phi_s^*$ avec b suggère

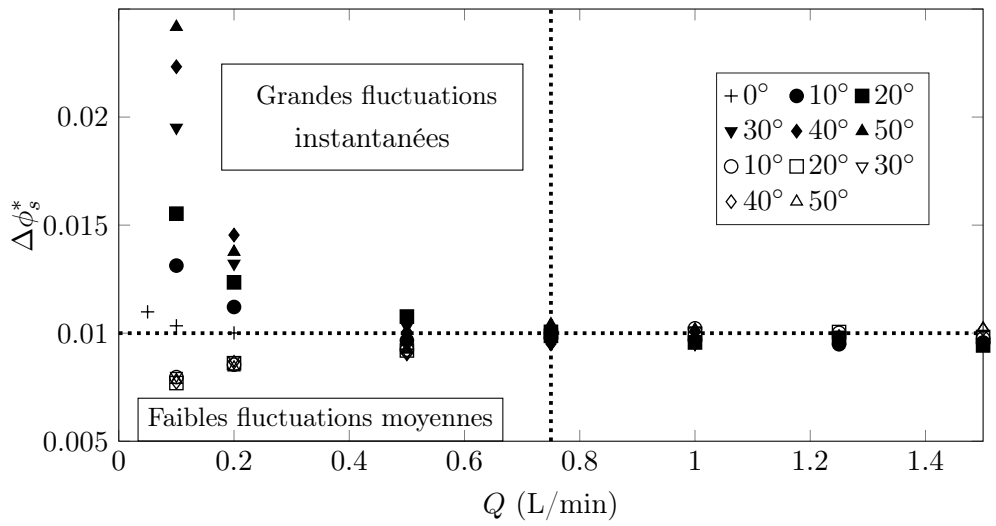

FIGURE 4.12 – Quantification des fluctuations instantanées (symboles pleins) et moyennes (symboles creux) dans la suspension en fonction du débit d'air Q, pour différents angles α.

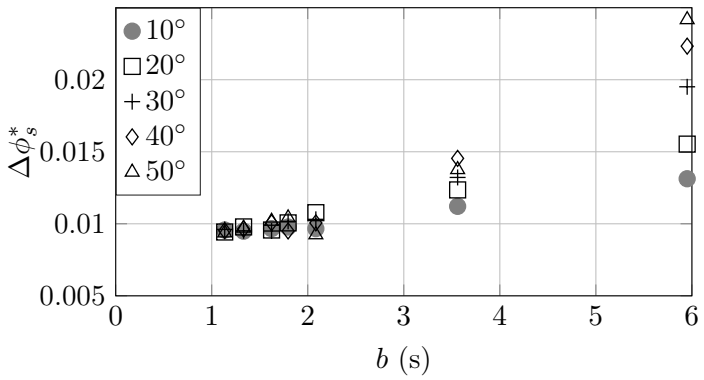

FIGURE 4.13 – Valeur moyenne des fluctuations instantanées $\Delta\phi_s^*$ en fonction de la période b entre deux bulles consécutives pour différents angles d'inclinaison α.

que l'inhomogénéité des suspensions formées est directement reliée à la fréquence de remontée des bulles.

On analyse à présent l'évolution des fluctuations instantanées avec l'angle α pour différents débits Q (figure 4.12, symboles pleins). On observe deux cas différents. Pour de faibles débits d'air ($Q \leq 0.75$ L/min), la suspension est d'autant plus inhomogène que l'angle α est élevé. On peut expliquer cela par l'effet Boycott (section 4.1.3). En effet, en cellule inclinée, l'effet Boycott augmente fortement la vitesse de sédimentation et les grains restent moins longtemps en suspension. Pour les faibles débits, la période entre les bulles est plus grande impliquant une intermittence dans la mise en suspension des grains. Les grains ainsi entraînés restent d'autant moins longtemps en suspension que l'angle α augmente, la suspension formée est ainsi plus inhomogène.

Pour les grands débits ($Q \geq 0.75$ L/min), on atteint une valeur plateau identique qui semble la même quelle que soit la valeur de α. La période entre deux bulles étant très faible et sensiblement la même pour les grands débits d'air Q, l'origine de ce plateau pour les grands débits d'air ne semble pas

provenir de cette intermittence entre les bulles et sera discutée par la suite. L'indépendance de $\Delta\phi_s^*$ avec l'angle α peut s'expliquer par le fait que la recirculation du fluide étant assez forte et la période b entre deux bulles étant faible, l'effet de α sur la sédimentation devient négligeable.

• Fluctuations moyennes

On remarque dans un premier temps que la valeur de l'angle α n'a que très peu d'influence sur les fluctuations moyennes (figure 4.12, symboles creux). L'angle α jouant principalement sur la vitesse de sédimentation des particules, lorsque l'on prend une image moyenne sur un temps long, on moyenne les fluctuations dues à la période entre deux bulles. Pour de faibles débits d'air Q, les fluctuations sont plus basses en moyenne, et la valeur de $\Delta\phi_s^*$ augmente avec Q jusqu'à atteindre un plateau semblable à celui des fluctuations instantanées.

Même si l'on observe une légère augmentation de $\Delta\phi_s^*$ avec le débit d'air Q (figure 4.12, symboles creux), les fluctuations moyennes ne dépendant pas significativement du débit d'air et donc de la fréquence de remontée des bulles. On peut penser qu'elles sont dues principalement aux bords de la cellule. En effet, pour la cellule utilisée ici l'extension de la suspension est stoppée par les bords de la cellule. On observe sur les images de la figure 4.11b que la fraction volumique en grains est plus élevée sur les bords de la cellule, notamment pour les forts débits d'air Q, les grains s'accumulant d'autant plus lorsque le débit d'air Q est fort. Cela permet d'expliquer la croissance des fluctuations moyennes avec le débit d'air Q, celles-ci étant dûes à la présence d'un gradient de concentration en particules, la concentration étant plus élevée sur les bords de la cellule. Cette conclusion est juste, même si nous avons pris la précaution de mesurer ϕ_s dans une zone excluant les bords de la cellule (section 2.4.1, figure 2.7), car le gradient de concentration est visible dans la zone de mesure.

• Origine du plateau à fort débit d'air Q

La valeur du plateau à fort débit d'air Q étant la même entre les fluctuations instantanées et moyennes, et la valeur de fraction volumique en grains globale ϕ_s^* étant la même à fort débit (section 3.1.4, figure 3.5b), l'origine de ces deux types de fluctuations doit être la même. Les fluctuations instantanées et moyennes à fort débit d'air Q sont possiblement dues à l'accumulation des grains de la suspension sur les bords de la cellule. Pour confirmer cette hypothèse, l'idée était de reprendre cette étude avec les données de la cellule plus large ($L_c = 35.6$ cm). En effet, la suspension ne s'étendant pas dans l'ensemble de la cellule pour cette cuve (section 2.4.1, figure 2.7), nous aurions pu voir si les effets de bords étaient à l'origine de ce plateau. Les expériences n'ont pas été effectuées par manque de temps [2].

4.2.3 Statistiques des bulles

L'objectif de cette partie est d'étudier l'influence de l'inclinaison de la cellule sur la taille des bulles, leur trajectoire et leur orientation. En effet, en configuration verticale, les bulles remontent plutôt verticalement dans le plan de la cellule (figure 4.8a). Cependant, lorsque l'on incline la cellule, on observe que les bulles explorent une zone plus large de la cellule (figure 4.8d). Nous avons donc

2. Au cours de la thèse, nous avons dû déménager et changer de salle, et le disque dur contenant les données brutes de plusieurs expériences a été perdu et nous n'avons pas pu refaire les expériences dans la cellule large par manque de temps.

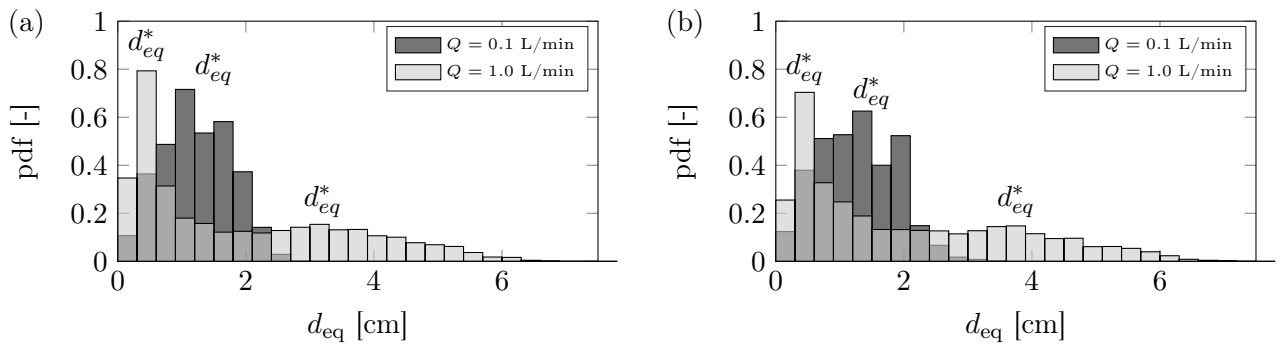

FIGURE 4.14 – Densité de probabilité (pdf) pour le diamètre équivalent des bulles d_{eq} pour (a) $\alpha = 0°$ et (b) $\alpha = 20°$. À haut débit, il apparaît deux populations de bulles. Les statistiques sont effectuées sur une population d'environ 2000 bulles. Le gris non indiqué en légende correspond au recouvrement des histogrammes.

effectué une étude statistique, dont les résultats pourraient être utiles dans le cadre d'une application aux réacteurs catalytiques triphasiques (section 1.1), pour lesquels il est nécessaire de caractériser les bulles ainsi que les contacts entre les différentes phases.

• Diamètre équivalent

Le programme utilisé pour détecter les bulles (section 2.4.6) permet de quantifier leur diamètre équivalent d_{eq}. La figure 4.14 montre des exemples de distributions du diamètre équivalent des bulles pour deux débits différents à des angles α fixés $\alpha = 0°$ (figure 4.14a) et $\alpha = 20°$ (figure 4.14b). On retrouve les mêmes allures de distributions pour l'ensemble des angles explorés. Pour de faibles débits ($Q = 0.1$ L/min, figure 4.14), on trouve une distribution assez étalée, mais centrée sur un unique maximum. On définit alors le diamètre équivalent des bulles d^*_{eq} comme la valeur de ce maximum. Cependant, pour des débits plus importants ($Q = 1$ L/min, figure 4.14), on observe un dédoublement de la population de bulles. En effet la distribution présente un premier maximum, correspondant à une population de plus petites bulles que celles trouvées pour les faibles débits, et un second maximum correspondant à des bulles plus grosses. L'ensemble de ces résultats sont répertoriés dans la figure 4.15. Cette figure peut-être vue comme un diagramme de bifurcation avec un débit critique $Q_c \simeq 0.3$ L/min. Pour $Q < Q_c$, il existe une unique population de bulles dont le diamètre équivalent d^*_{eq} augmente avec le débit d'air Q. Pour $Q > Q_c$, on a un dédoublement de la population de bulles (région grisée, figure 4.15), une première composée de bulles de grand diamètre équivalent d^*_{eq} qui suit la même évolution que la population à $Q < Q_c$, et une seconde composée de petites bulles dont la taille ne varie pas avec le débit d'air Q. Le phénomène de bifurcation de la taille des bulles dans le système est dû à une déstabilisation et une fragmentation plus importante des bulles lorsque l'air est injecté à des débits élevés.

La population de petites bulles qui apparaissent pour des débits d'air $Q > Q_c$ ont un diamètre équivalent $d^*_{eq} \simeq 4.5$ mm, qui ne dépend ni de l'angle α, ni du débit d'air injecté Q. Les grandes bulles ont un diamètre équivalent qui ne dépend pas significativement de l'angle α, les points suivant une même loi en $\sqrt{Q}$:

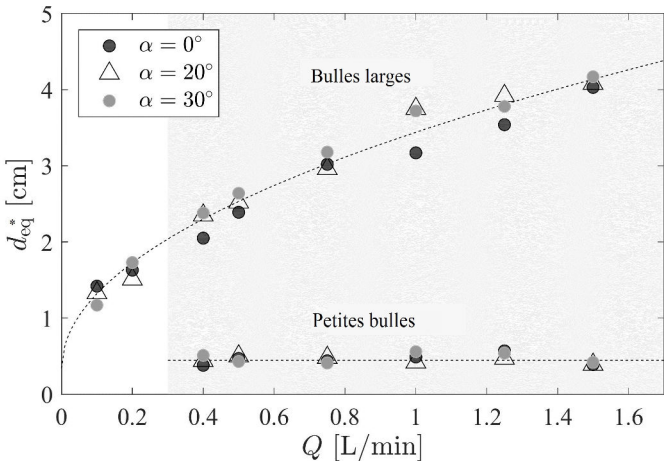

FIGURE 4.15 – Diamètre typique équivalent des bulles d^*_{eq} en fonction du débit d'air Q pour différents angles α. Pour $Q > 0.3$ L/min, on observe les deux populations de bulles (les deux pics sur les histogrammes de la figure 4.14) : une population suivant une loi en $\sqrt{Q}$ (ajustement $d^*_{eq} = 0.34 + 3.1\sqrt{Q}$) et une population de petites bulles de taille constante $d^*_{eq} = 0.45$ cm.

$$d^*_{eq} = 0.34 + 3.1\sqrt{Q} \tag{4.7}$$

valable pour l'ensemble des valeurs de Q explorées, où d^*_{eq} est en centimètres et Q en L/min. L'apparition des petites bulles n'affecte donc pas l'évolution du diamètre équivalent de la population de grosses bulles. L'ajustement de d^*_{eq} par une loi en $\sqrt{Q}$ apporte deux informations. Premièrement, le volume des bulles qui varie au premier ordre comme $d^2_{eq}e$ est proportionnel au débit d'air Q. Deuxièmement, l'ordonnée à l'origine non nulle montre l'existence d'une taille minimale de bulles $d^{min}_{eq} = 3.4$ mm, qui est du même ordre de grandeur que la taille des petites bulles.

• Orientation

On définit l'orientation des bulles comme l'angle θ entre le grand axe de l'ellipse équivalente définissant le contour de la bulle et la verticale z (section 2.4.6, figure 2.15). La figure 4.16 présente les histogrammes (densité de probabilité) en coordonnées polaires pour les orientations des bulles en régime stationnaire, pour différents débit d'air Q et différents angles α. Une orientation principale à 0° correspond à des bulles étirées verticalement, et une orientation principale à 90° ou 270° correspond à des bulles étirées horizontalement. Cette dernière correspond à la morphologie des bulles remontant dans un liquide simple en géométrie confinée quand les forces capillaires ne sont plus capables de maintenir une forme circulaire [92]. Pour de faibles débits ($Q = 0.1$ L/min, figure 4.16, colonne de gauche), la majorité des bulles sont orientées horizontalement ; lorsque l'on augmente le débit, on observe une distribution bimodale pour laquelle une partie des bulles est orientée verticalement, l'autre partie gardant une orientation horizontale. Enfin pour de forts débits ($Q = 1.5$ L/min, figure 4.16, colonne de droite), les bulles sont majoritairement étirées verticalement, hormis pour la configuration verticale ($\alpha = 0°$) pour laquelle la distribution reste bimodale.

La figure 4.17a montre l'orientation principale θ^* des bulles en fonction de Q pour un angle d'inclinaison donné ($\alpha = 30°$). On retrouve les trois comportements décrits ci-dessus. On représente par

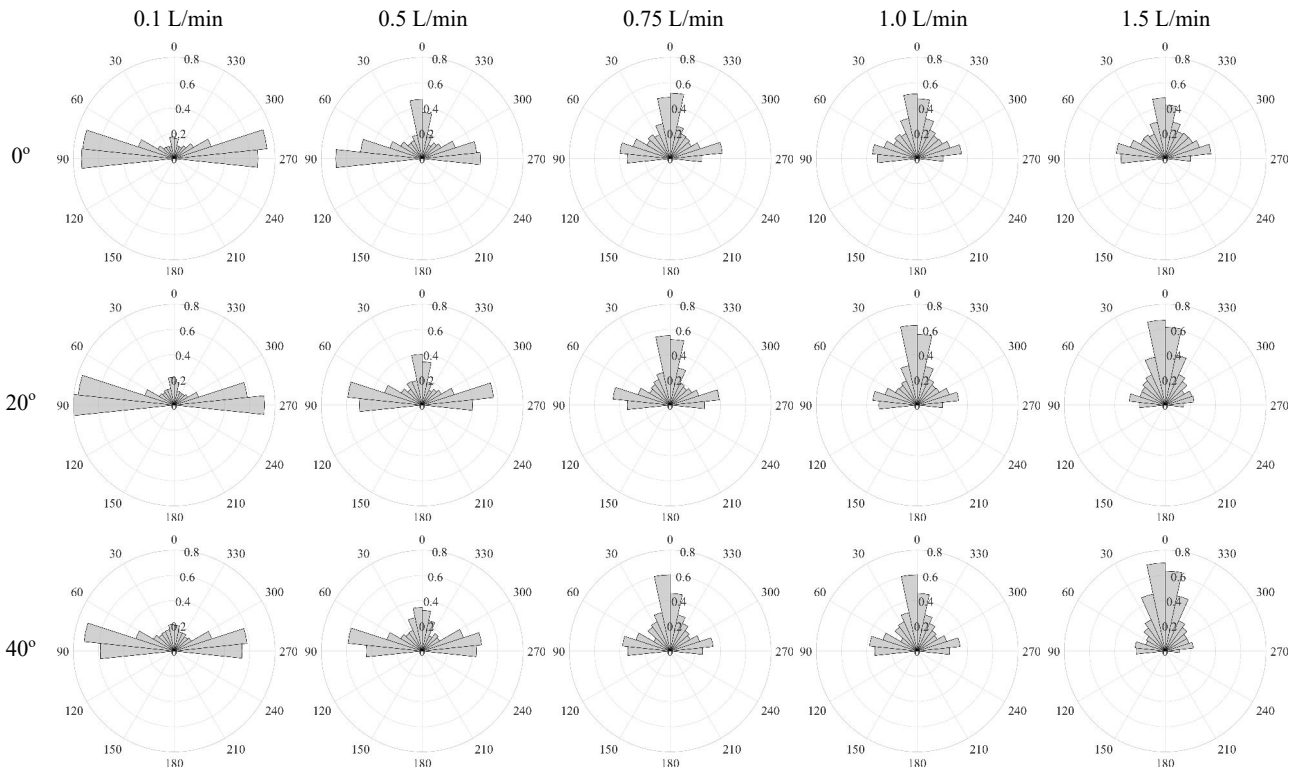

FIGURE 4.16 – Histogrammes (densité de probabilité pdf) en coordonnées polaires représentant l'orientation principale θ des bulles remontant dans la suspension dense pour différents débits Q (colonnes) et angles d'inclinaison α (lignes). La notation à l'extérieur des cercles indique l'orientation ($0° =$ bulles étirées verticalement), les chiffres à l'intérieur des cercles indiquent la valeur de la pdf, ici entre 0 et 0.8 pour l'ensemble des histogrammes.

une zone grisée, la région pour laquelle on observe la distribution bimodale. La figure 4.17b reporte dans le diagramme (α, Q), les limites d'existence Q_{min} et Q_{max} de cette zone de coexistence pour les gammes de débits Q et d'angles α explorées (lignes noires, et par extrapolation, la région grisée). On remarque que Q_{min} ne dépend pas significativement de l'angle α ; Q_{max} semble augmenter avec l'angle d'inclinaison pour $\alpha \neq 0°$, mais est bien plus élevé pour $\alpha = 0°$. Noter que la limite $\alpha = 0°$ aux forts débits Q reste incertaine, car nos contrôleurs de débits ne nous permettaient pas d'atteindre des débits plus élevés, le point d'interrogation indiquant une extrapolation possible.

• Rapport d'aspect

Le contour des bulles étant ajusté par des ellipses, on définit alors le petit axe r_{min} comme le plus petit axe de l'ellipse, et r_{max} le plus grand. On définit ainsi le rapport d'aspect $m = r_{max}/r_{min}$ permettant de quantifier la forme de la bulle. On a nécessairement $m \geq 1$. Si $m = 1$, la bulle a alors une forme circulaire, et plus m est éloigné de 1, plus la forme de la bulle est allongée. La figure 4.18 montre des exemples de distribution du paramètre de forme m des bulles pour des débits différents à deux angles d'inclinaison fixés $\alpha = 0°$ (figure 4.18a) et $\alpha = 20°$ (figure 4.18b). Il est à noter que les distributions présentent une forme similaire pour l'ensemble des débits Q et angles α explorés. Elles présentent un maximum et sont asymétriques. On définit ici le rapport d'aspect principal m^* comme

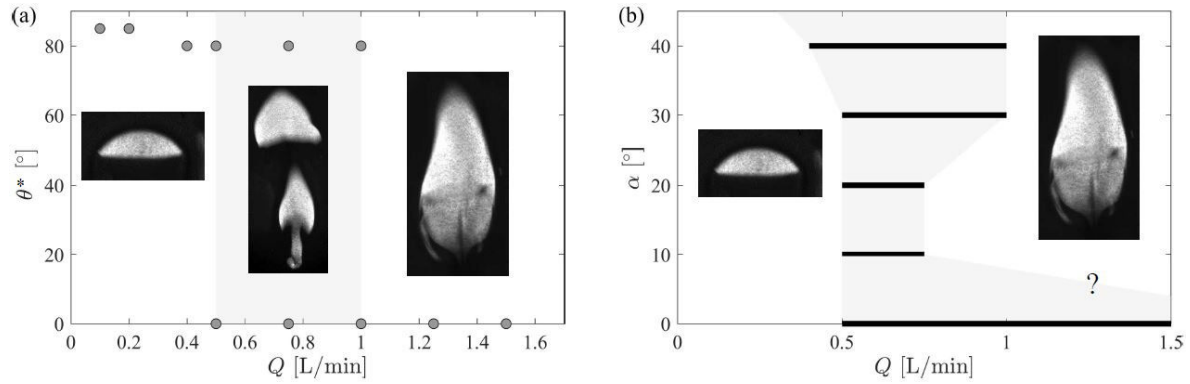

FIGURE 4.17 – (a) Angle principal θ^* d'orientation des bulles en fonction de Q [$\alpha = 30°$]. La région grisée représente la gamme de débits pour lesquels on observe deux orientations principales. Les photos illustrent des exemples typiques de bulles pour $Q = 0.2$, 0.75 et 1.25 L/min (de gauche à droite). (b) Diagramme des régimes (α, Q). Les lignes noires (et par extrapolation la région grisée) indiquent la zone de coexistence de deux orientations principales de bulles.

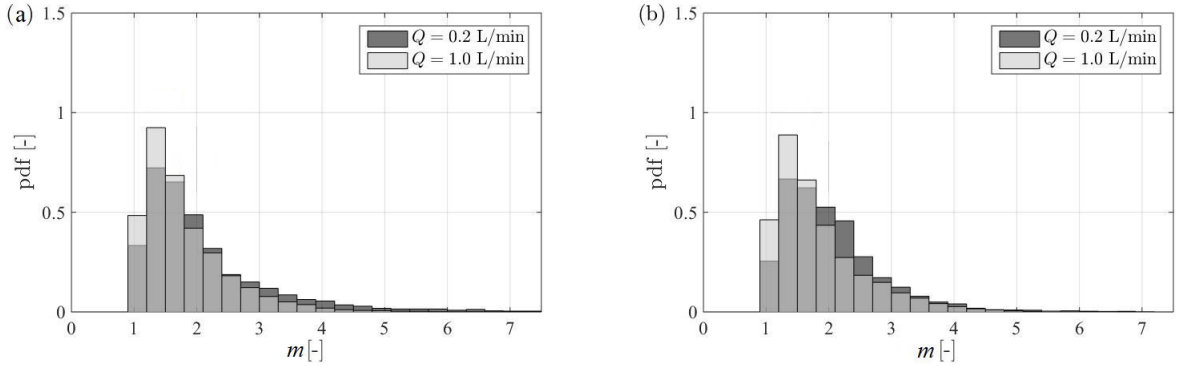

FIGURE 4.18 – Distribution (densité de probabilité pdf) du rapport d'aspect m pour deux débits différents Q (a) pour $\alpha = 0°$ (b) pour $\alpha = 20°$. Les statistiques sont effectuées sur une population d'environ 2000 bulles.

la moyenne de la distribution.

Le rapport d'aspect principal m^* est reporté sur la figure 4.19. Tout d'abord, on observe que le rapport d'aspect ne dépend pas significativement de l'inclinaison α de la cellule. Ensuite, la valeur de m^* diminue avec le débit d'air pour atteindre un minimum aux alentours de $Q = 1$ L/min. Il est cependant difficile de voir si les valeurs de m^* augmentent pour $Q > 1$ L/min ou si l'on atteint un plateau. Cependant, même si la valeur du paramètre de forme m^* ne change pas significativement et reste autour de $m^* \simeq 2$, on observe qu'à petit débit Q, pour lequel les bulles sont allongées horizontalement (figure 4.17a), la valeur de m^* est plus grande. Cela signifie que les bulles horizontales sont plus allongées en moyenne.

- Localisation

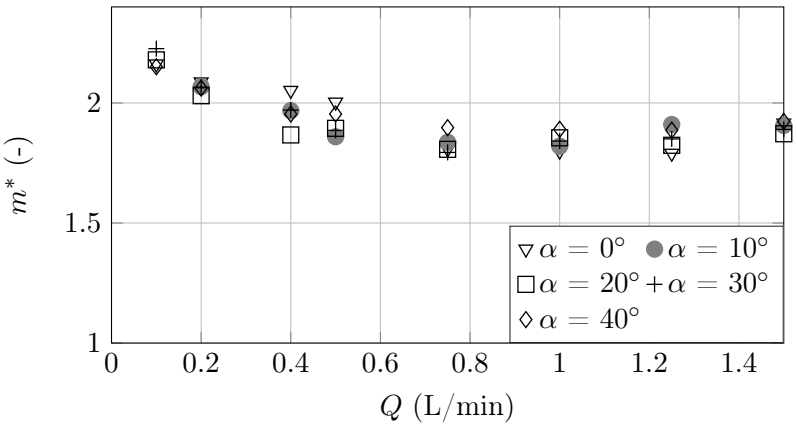

FIGURE 4.19 – Rapport d'aspect principal des bulles m^* en fonction du débit d'air Q, pour différentes inclinaisons α de la cellule.

On s'intéresse ici à la trajectoire suivie par les bulles et plus particulièrement à la zone latérale explorée lors de leur remontée dans la suspension. La figure 4.20 montre plusieurs exemples de cartographie de la position du centre de masse des bulles (X_c, Z_c) sur l'ensemble de l'expérience en régime stationnaire (typiquement 1000 s), pour trois débits Q et trois angles α différents. Noter que l'origine (0,0) est prise au niveau de l'injecteur. À angle fixé, lorsque le débit d'air augmente, les bulles explorent une région latérale de plus en plus large, jusqu'à être limitée par les bords de la cellule. Pour de faibles débits d'air Q (figure 4.20, colonne de gauche), on voit que lorsque l'on augmente l'angle α, la région explorée par les bulles est de plus en plus grande. Pour de forts débits d'air Q (figure 4.20, colonne de droite), on n'observe pas d'évolution significative de la largeur de la zone explorée par les bulles lorsque l'on augmente α.

Il s'agit de quantifier la localisation des bulles dans la cellule. Dans un premier temps, nous regardons la distribution de la position verticale Z_c du centre de masse des bulles (figure 4.21). On observe que quel que soit l'angle d'inclinaison α ou le débit d'air Q, la distribution est relativement plate, indiquant une équiprobabilité de trouver une bulle à une certaine hauteur Z_c. L'augmentation sur la fin indique une accumulation de bulles à la surface libre du liquide

Pour quantifier l'extension horizontale de cette zone d'exploration, on trace les densités de probabilité pour la position horizontale du centre de masse X_c des bulles pour différents débits et différents angles (figure 4.22), la position $X_c = 0$ cm correspondant ici à des bulles dont le centre de masse est à la verticale du point d'injection, localisé en $x = 0$ cm. Lorsque le débit d'air augmente, pour l'ensemble des angles d'inclinaison α, on voit que la probabilité qu'une bulle soit localisée au centre de la cellule diminue. Les ailes de la distribution s'élargissent montrant que les bulles explorent une région plus large horizontalement.

La figure 4.23a représente la valeur maximale $\mathcal{P}_{max}$ de la densité de probabilité de X_c (valeur maximale des histogrammes de la figure 4.22) en fonction du débit pour différentes inclinaisons α de la cellule. Pour la cellule verticale ($\alpha = 0°$), on observe une décroissance nette de $\mathcal{P}_{max}$, malgré la présence d'un plateau entre $Q = 0.4$ et 0.8 L/min. Par contre, lorsqu'on incline la cellule, la décroissance est beaucoup moins nette. Quel que soit le débit d'air Q, la valeur de $\mathcal{P}_{max}$ est comprise entre 30 et 50 % et diminue avec l'angle α. Pour des débits $Q < 1$ L/min, cela confirme que les bulles ont moins de chances

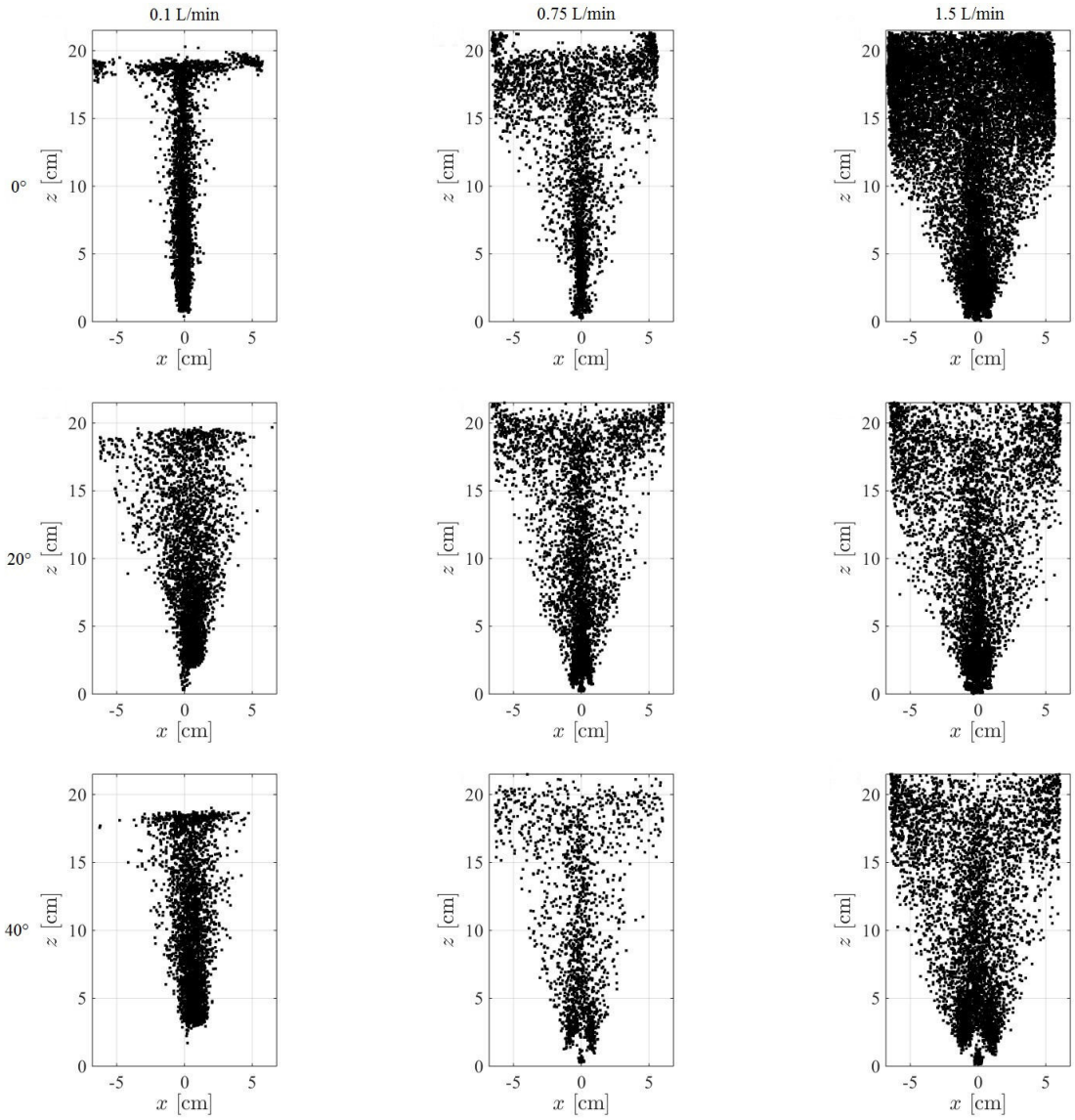

FIGURE 4.20 – Cartographie des positions (X_c, Zc) du centre de masse des bulles remontant dans la suspension pour différents débits d'air Q (colonnes) et différents angles α (lignes).

de suivre une trajectoire verticale lorsque l'on incline la cellule. En effet, lorsque l'on incline la cellule il est plus facile pour les bulles d'air d'aller explorer une région plus grande de la suspension. Pour des plus grands débits, $\mathcal{P}_{max}$ semble tendre vers un plateau. La présence du plateau peut s'expliquer par l'instabilité et la fragmentation des grosses bulles décrites précedemment. En effet, les petites bulles résultant de la fragmentation des grosses bulles, il n'y a que très peu de chances que leurs centres de masse se trouve à la verticale de l'injecteur. Ce processus peut permettre d'expliquer la dispersion des points dans la distribution des X_c à fort débit d'air Q (figure 4.22).

La figure 4.23b montre la largeur à mi-hauteur w de la densité de probabilité de X_c (histogrammes figure 4.22) en fonction du débit pour différentes inclinaisons α. Si nous faisons exception du point à $Q = 1.5$ L/min pour $\alpha = 0°$, w reste environ constant quel que soit le débit et augmente lorsque α augmente. De manière contre-intuitive, l'extension horizontale de la région explorée par les bulles ne dépend statistiquement pas du débit mais uniquement de la gravité effective dans le système.

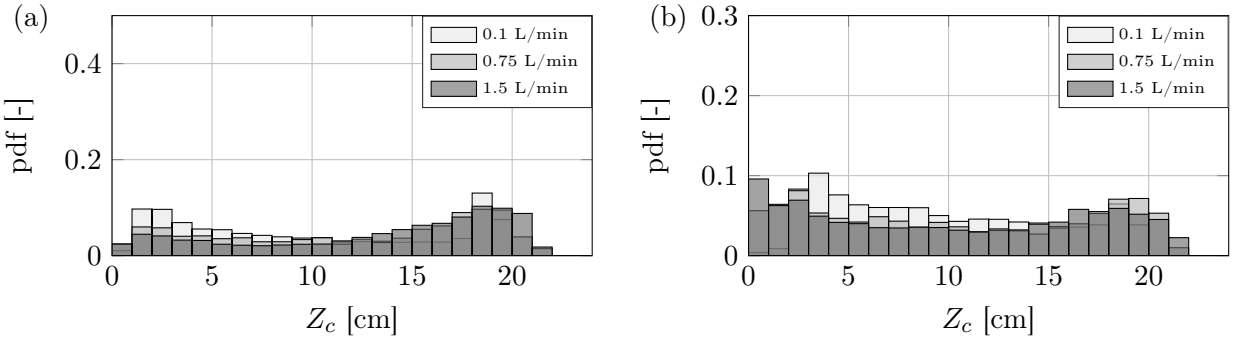

FIGURE 4.21 – Densité de probabilité (pdf) des positions verticales des bulles Z_c, pour différents débits d'air Q, pour deux angles a) $\alpha = 0°$ et b) $\alpha = 20°$. Le gris non indiqué en légende correspond au recouvrement des histogrammes.

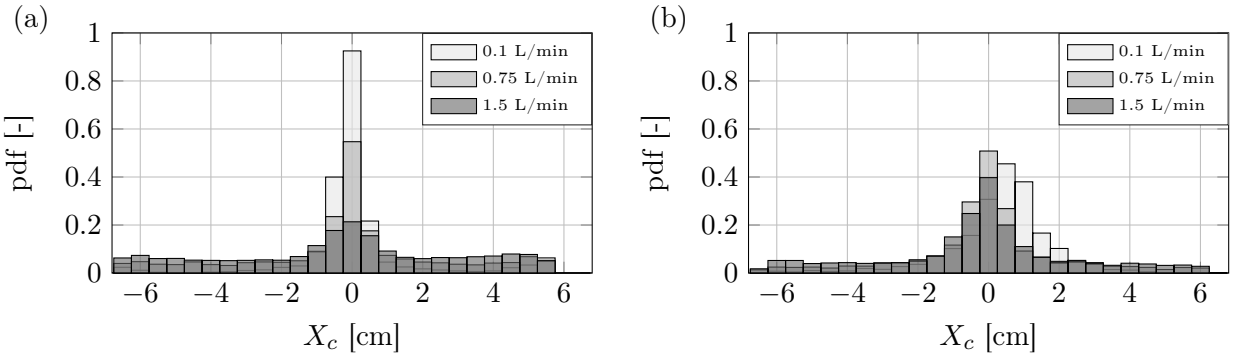

FIGURE 4.22 – Densité de probabilité (pdf) des positions horizontales des bulles X_c, pour différents débits d'air Q, pour deux angles a) $\alpha = 0°$ et b) $\alpha = 20°$. Le gris non indiqué en légende correspond au recouvrement des histogrammes.

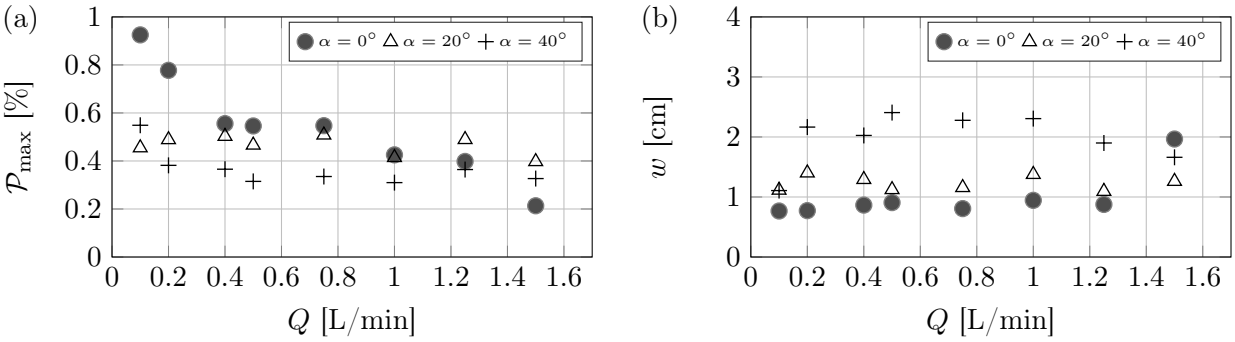

FIGURE 4.23 – (a) Maximum P_{max} et (b) largeur à mi-hauteur w de la fonction densité de probabilité des positions horizontales des bulles (voir histogramme figure 4.22)

Pour quantifier d'autant plus la zone explorée par les bulles, on définit ΔX_c qui est la distance entre l'axe central de la cellule, à la verticale de l'injecteur, et le centre de masse de la bulle. Si $\Delta X_c = 0$, la bulle est située à la verticale du point d'injection (centre de la cellule), et plus ΔX_c est grand, plus la bulle est éloignée du centre de la cellule. La figure 4.24 montre des distributions de ΔX_c pour différents

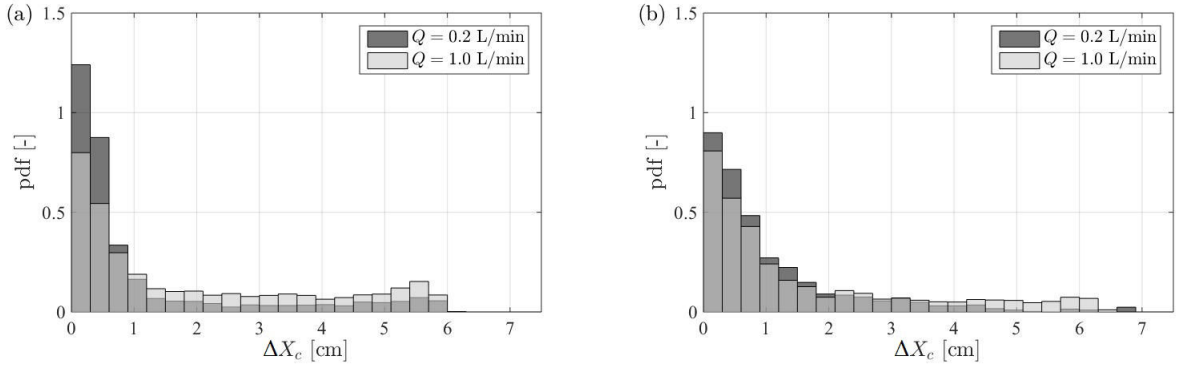

FIGURE 4.24 – Distribution de l'écart au centre ΔX_c des bulles pour deux débits différents (a) pour $\alpha = 0°$ et (b) $\alpha = 20°$. Le gris non indiqué en légende correspond au recouvrement des histogrammes.

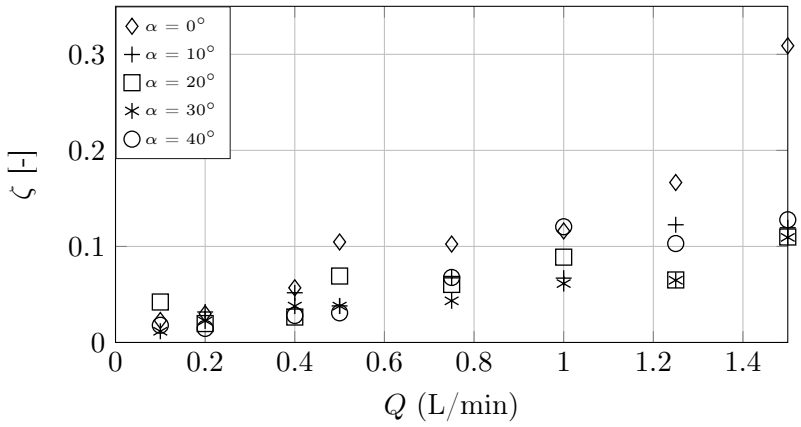

FIGURE 4.25 – Rapport ζ entre la valeur du plateau et le maximum de la distribution (figure 4.24) en fonction du débit d'air Q pour différentes inclinaisons α de la cellule.

débits et différents angles. Pour les deux valeurs d'angles, on remarque que la distribution présente un maximum à petite valeur de ΔX_c qui décroît avec le débit d'air Q, et un plateau à grande valeur de ΔX_c qui augmente avec le débit d'air. On définit ζ comme le rapport entre la valeur du plateau et le maximum de la distribution. Cette valeur permet de quantifier le rapport entre la probabilité qu'une bulle soit déviée et la probabilité que son centre de masse reste à la verticale du point d'injection. La figure 4.25 présente l'évolution de ζ en fonction de Q pour différents angles d'inclinaison α. S'il ne semble pas y avoir de dépendance triviale avec l'inclinaison de la cellule, on observe que la valeur de ζ augmente avec le débit d'air Q. Ce qui signifie que même si statistiquement la largeur de la zone explorée par les bulles ne dépend pas significativement du débit d'air, un plus grand nombre de bulles s'éloignent du centre de la cellule pour des grands débits d'air, comme on l'avait observé sur la figure 4.20.

- Lien avec l'homogénéité des suspensions

Nous avons vu en section 4.2.2 qu'à petit débit ($Q < 0.75$ L/min), la suspension était de plus en plus inhomogène au fur et à mesure que l'on inclinait la cellule (figure 4.12). L'idée est alors de voir s'il

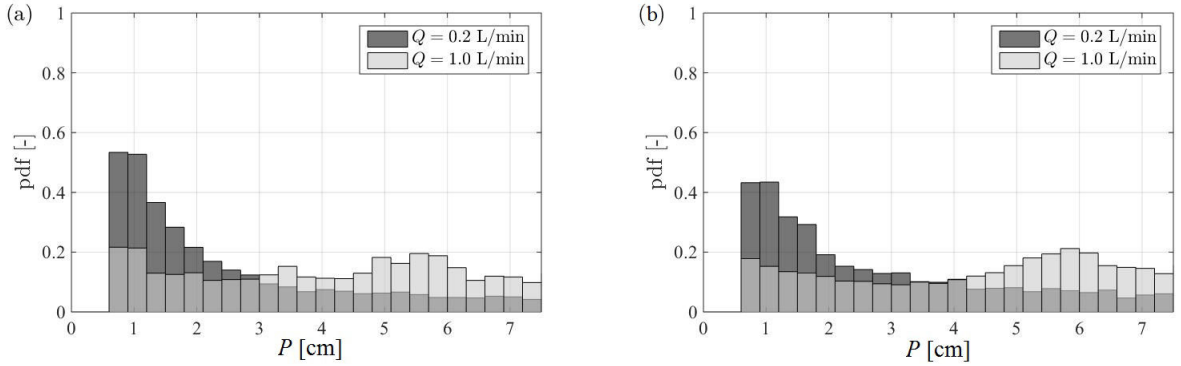

FIGURE 4.26 – Distribution du périmètre des bulles P pour deux débits différents (a) pour $\alpha = 0°$ et (b) $\alpha = 20°$. Le gris non indiqué en légende correspond au recouvrement des histogrammes.

existe un lien entre cette inhomogénéité et la déviation de la trajectoire des bulles dans la suspension. On a vu précédemment que la valeur de $\Delta\phi_s^*$ pour des débits d'air $Q < 0.75$ L/min augmentait avec l'angle α. On voit sur la figure 4.23a, que pour des débits d'air $Q < 1$ L/min, la valeur de $\mathcal{P}_{max}$ décroît avec l'angle α. La valeur de w elle augmente avec α (figure 4.23b). On en déduit alors que plus la suspension est inhomogène, plus les bulles explorent une région horizontale large.

On peut donc penser que l'inhomogénéité des supensions peut permettre d'expliquer ce phénomène de déviation de la trajectoire des bulles, principalement à faible débit Q. En effet, nous avons vu en introduction que la présence de grains en suspension dans l'éthanol induit une augmentation de la viscosité du système liquide-grains avec la fraction volumique en grains ϕ_s. Dans le cas d'une suspension assez homogène comme observée à faible inclinaison α, la viscosité effective de la suspension est à peu près homogène, et les bulles remontent majoritairement par le chemin le plus court, donc verticalement. Au fur et à mesure que l'on incline la cellule, la suspension devient de plus en plus inhomogène. Ainsi, la viscosité effective n'est plus la même dans toute la suspension, et les bulles cherchent à prendre le chemin le plus facile (en terme énergétique), donc où la viscosité est la plus faible, ce qui ne correspond pas forcément au chemin vertical plus court.

4.2.4 Contact entre les phases

Nous avons vu dans l'introduction que ces écoulements triphasiques pouvaient trouver une application dans la chimie industrielle pour les réacteurs catalytiques (section 1.1). Dans le cadre d'une réaction chimique entre le gaz contenu dans les bulles et le liquide environnant, la réaction s'effectuera à l'interface entre ces deux phases, sur la surface des bulles. L'objectif de ces réacteurs est donc d'optimiser les surfaces de contact entre les phases liquide et gazeuse, et le catalyseur en grains pour une géométrie donnée.

Dans le cas de la remontée de bulles en cellule de Hele-Shaw, au-delà d'un certain volume de bulles, l'épaisseur des films de lubrification étant très faible devant le gap e de la cellule (section 1.2.6), la surface de contact S des bulles avec le liquide est directement liée au périmètre des bulles $P = S/e$. Pour quantifier le contact entre les phases on procède donc à la mesure du périmètre des bulles. La figure 4.26 montre des exemples de distribution du périmètre des bulles dans la suspension. Pour de faibles débits ($Q = 0.2$ L/min), on observe une décroissance de l'histogramme lorsque P augmente.

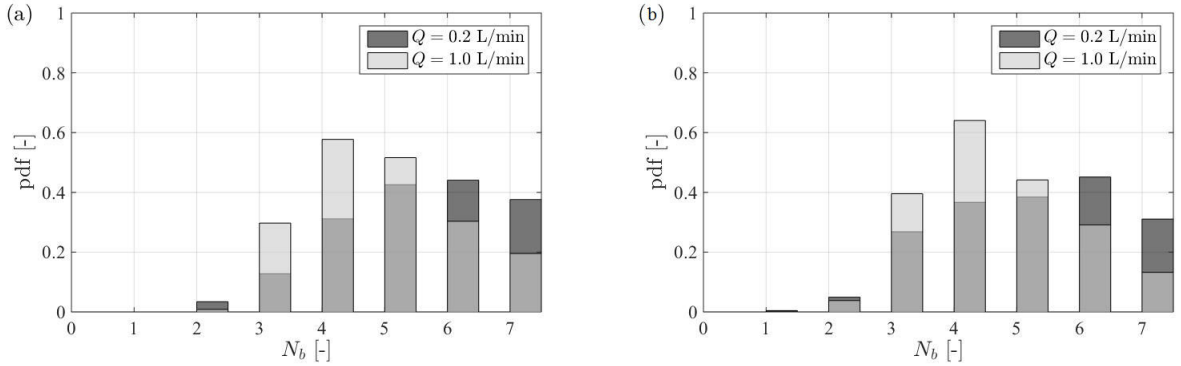

FIGURE 4.27 – Distribution du nombre de bulles N_b à un instant t de l'expérience pour deux débits différents (a) pour $\alpha = 0°$ et (b) $\alpha = 20°$. Le gris non indiqué en légende correspond au recouvrement des histogrammes.

Pour de forts débits ($Q = 1$ L/min), on observe la présence d'un maximum autour de $P = 5$-6 cm environ. On définit le périmètre moyen $< P >$ d'une bulle comme la moyenne de la distribution.

Une autre variable importante pour quantifier la surface de contact entre la phase gazeuse et la suspension est le nombre de bulles N_b. La figure 4.27 montre deux exemples de distributions du nombre de bulles par image pour deux débits différents et pour deux angles d'inclinaison $\alpha = 0°$ (figure 4.27a) et $\alpha = 20°$ (figure 4.27b). On observe que la statistique ne dépend pas significativement de l'angle d'inclinaison α. Ensuite, on observe que pour les plus hauts débits, il existe moins d'événements où l'on a plus de bulles qu'à faible débit. On définit le nombre moyen de bulles $< N_b >$ comme la moyenne de la distribution de N_b.

La figure 4.28a montre le périmètre moyen $< P >$ d'une bulle en fonction du débit d'air injecté Q pour différentes inclinaisons α. $< P >$ augmente avec le débit d'air Q jusqu'à atteindre une valeur maximum autour de 1 L/min, puis diminue. Cependant, la distribution des bulles étant assez élargie et pas forcément symétrique (figure 4.26), cette valeur moyenne n'est pas forcément représentative de la population de bulles dans la suspension. Cela est dû à l'existence de deux populations de bulles à haut débit (figure 4.15) pour $Q > 0.3$ L/min. Selon leur nombre, ces deux populations peuvent avoir un effet différent sur cette distribution.

La figure 4.28b montre le nombre de bulles moyen $< N_b >$ en fonction du débit d'air Q pour différents angles d'inclinaison α. On observe qu'il n'y a pas de dépendance significative vis-à-vis de α. Ensuite, on voit que le nombre de bulles moyen $< N_b >$ augmente avec le débit d'air Q.

Dans le cadre des réacteurs catalytiques, la quantité importante pour l'efficacité de la réaction est la surface de contact totale entre la phase liquide et la phase gazeuse. On définit alors le périmètre total $P_{tot}(i)$ comme la somme des périmètres sur l'image i. Pour quantifier les surfaces de contact nous proposons le paramètre pertinent suivant :

$$\Delta P_t = \frac{\sum_{\mathrm{i}} P_{tot}(i)}{\Delta t} \tag{4.8}$$

avec Δt le temps de l'expérience. La figure 4.29 présente les valeurs de ΔP_t en fonction du débit d'air Q pour différents angles α. Premièrement, on observe que ΔP_t ne dépend pas significativement de

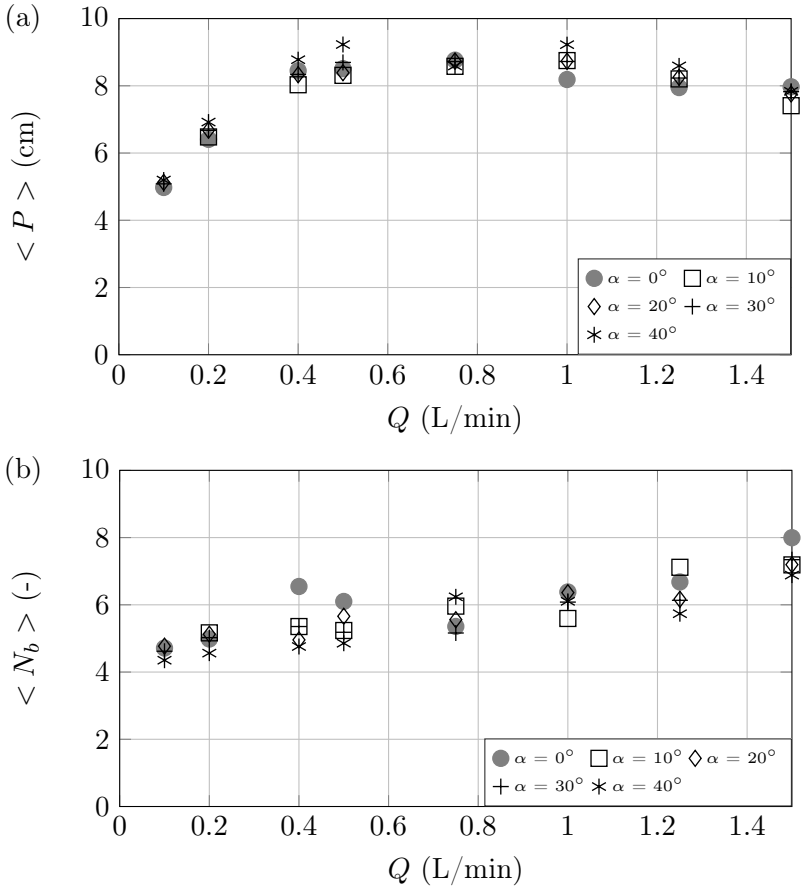

FIGURE 4.28 – (a) Périmètre moyen d'une bulle dans la suspension en fonction du débit d'air Q pour différentes inclinaisons. (b) Nombre de bulles moyen $< N_b >$ dans la suspension à un instant donné.

l'inclinaison de la cellule α. L'angle d'inclinaison de la cellule ne semble donc pas jouer sur la surface de contact entre la phase liquide et la phase gaz. Dans un second temps, on voit que ΔP_t augmente avec le débit d'air Q et semble atteindre une valeur plateau à partir de $Q \simeq 1$ L/min. Cela signifie qu'il n'est pas nécessaire de continuer d'augmenter le débit d'air au-dessus de 1 L/min pour augmenter les surfaces de contact entre le liquide et les bulles dans cette configuration expériemntale.

De plus, si l'on souhaite ajouter les grains comme catalyseur ou troisième réactif, il s'agit aussi de voir la fraction volumique en grains autour des bulles. Nous avons vu précédemment que la fraction volumique en grains ϕ_s dans la suspension augmentait avec le débit d'air Q jusqu'à atteindre un plateau à partir de $Q \simeq 1$ L/min (figure 3.5b). Cela conforte l'idée d'un débit critique à partir duquel on n'augmente plus à la fois ni les surfaces de contact entre le gaz et le liquide, ni la quantité de grains autour des bulles. Ainsi en terme de coût énergétique, il est inutile d'injecter du gaz avec un débit d'air $Q > 1$ L/min car cela n'augmente pas les surfaces de contact entre les différentes phases.

Afin d'approfondir cette étude, il faudrait analyser les cartographies de fraction volumique en grains ϕ_s^* dans la suspension autour des bulles. En effet, nous avons vu que lorsque l'on incline la cellule, on forme des suspensions de plus en plus inhomogènes, et il s'agit de mesurer la fraction volumique en grains réelle autour de la bulle. À cause de l'inhomogénéité des suspensions, cette valeur peut-être différente de la fraction volumique en grains moyenne car nous avons vu que les bulles exploraient des

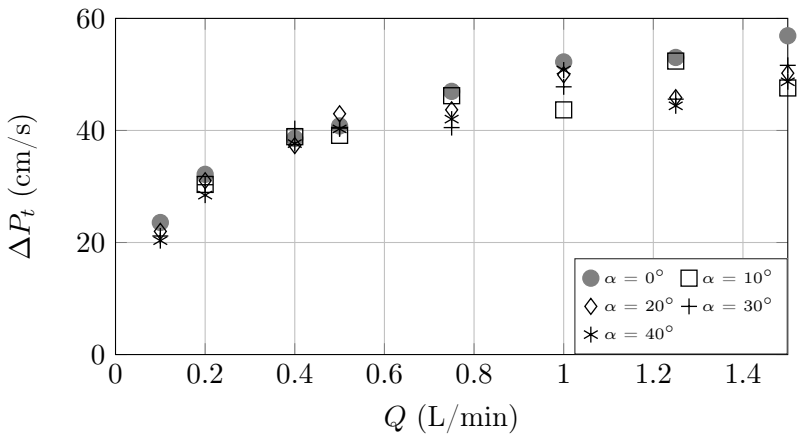

FIGURE 4.29 – Valeur du paramètre ΔP_t en fonction du débit d'air Q pour différentes inclinaisons α.

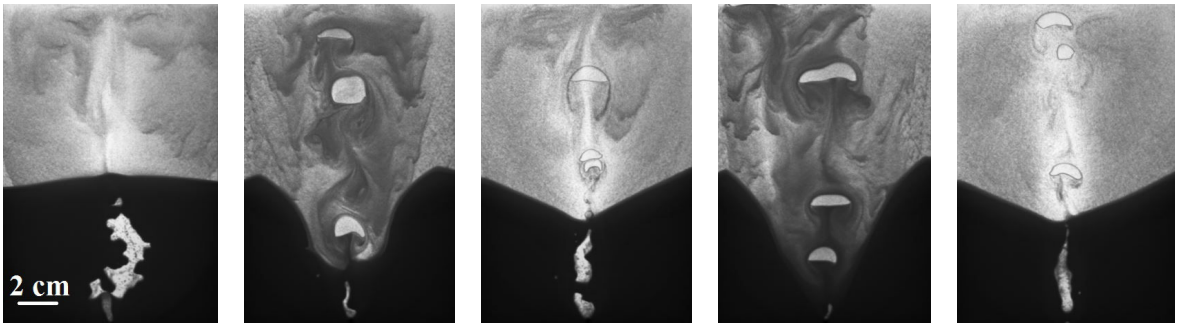

FIGURE 4.30 – Images de l'expérience au cours du temps pour le régime oscillant à $t = 10$ s, $t = 210$ s, $t = 420$s, $t = 490$ s et $t = 690$ s [$Q = 0.05$ L/min, $\alpha = 30°$].

régions de plus en plus large quand on incline. De plus, les bulles devraient prendre le chemin où la suspension est la moins visqueuse, donc où il y a moins de grains. Ainsi, il est probable que la fraction volumique en grains autour de la bulle soit inférieure à la valeur moyenne dans la suspension. Cette anlayse plus détaillée fait partie des perspectives de ce travail.

4.3 Régime oscillant

Dans le chapitre précédent, nous avons vu qu'en configuration verticale, pour l'ensemble des paramètres étudiés, le système atteint toujours un état stationnaire au bout d'un temps plus ou moins long selon les expériences. Lors de nos expériences en configuration inclinée, nous avions vu que les fluctuations instantanées augmentaient lorsqu'on diminuait le débit d'air Q (section 4.2.2, figure 4.12). Nous avons donc voulu explorer des valeurs de débit d'air encore plus faibles. Cependant, pour certains angles α et de faibles débits d'air (pour lesquels le système atteignait un état stationnaire en configuration verticale), nous avons mis en évidence un nouveau régime (régime oscillant) décrit dans cette section.

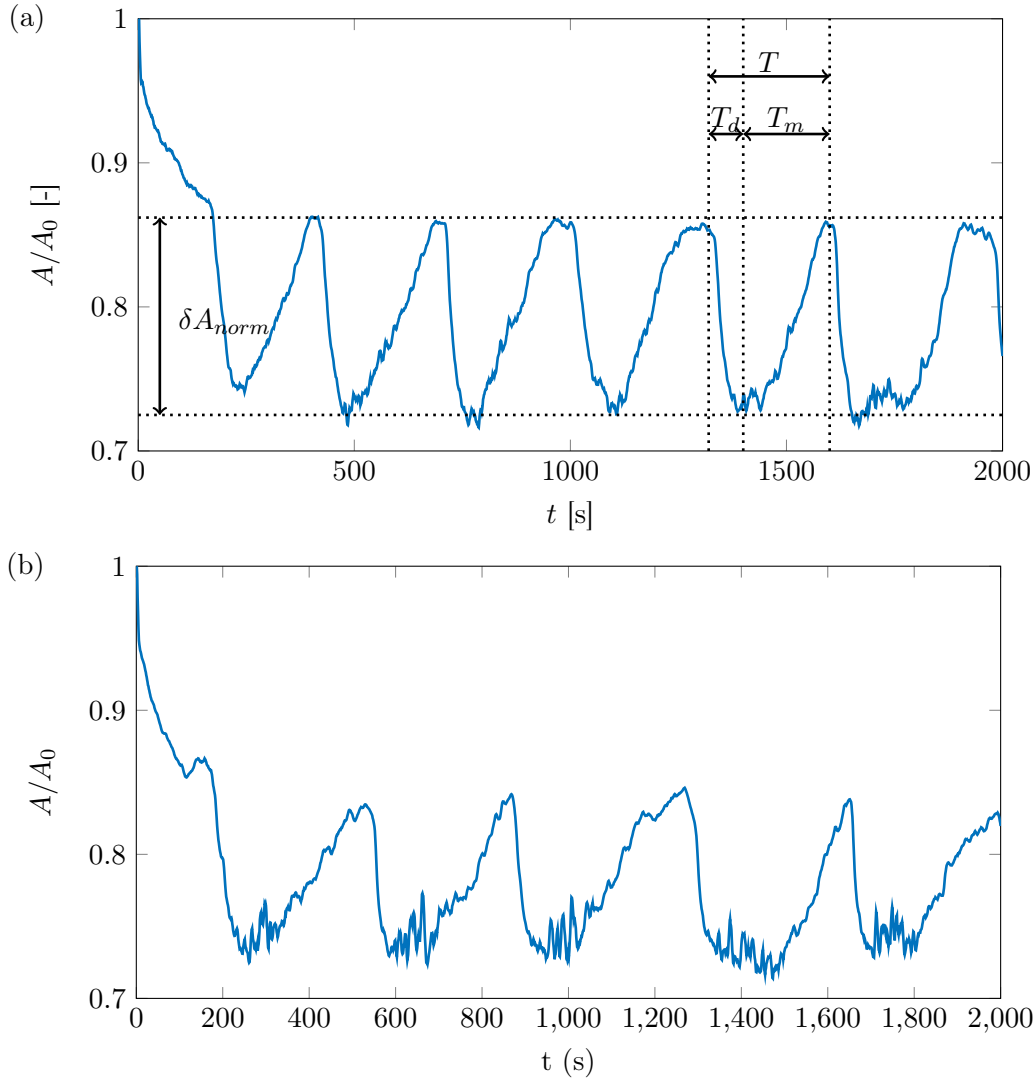

FIGURE 4.31 – Évolution temporelle de la taille normalisée de la zone morte dans le régime oscillant pour $Q = 0.05$ L/min, (a) pour un angle d'inclinaison $\alpha = 30°$ et (b) pour un angle d'inclinaison $\alpha = 50°$. On définit l'amplitude δA_{norm} des oscillations, la période T des oscillations, le temps de montée T_m des oscillations et le temps de descente T_d des oscillations.

4.3.1 Observations

Un exemple de séquences d'images extraites d'une expérience dans ce régime oscillant est présentée sur la figure 4.30. Initialement, l'air traverse le lit granulaire et ressort sous forme de bulles entraînant les grains en suspension comme pour le régime stationnaire (figure 4.30, $t = 10$ s). Après un certain temps, typiquement entre 150 et 200 s, le lit granulaire est creusé d'un coup et une forte quantité de grains est entraînée en suspension (figure 4.30, $t = 210$ s). La suspension est alors plus dense, et la sédimentation des grains reforme lentement le lit (figure 4.30, $t = 420$ s). Ensuite le lit granulaire est à nouveau creusé fortement par l'air (figure 4.30, $t = 490$ s), les grains resédimentant ensuite de nouveau pour former le lit granulaire (figure 4.30, $t = 690$ s), et ainsi de suite. On oscille donc, sur des temps longs, entre ces deux formes de lit granulaire, la forme lit creusé et lit comblé.

Afin de quantifier plus précisément ce régime oscillant, on reporte la taille du lit granulaire au cours

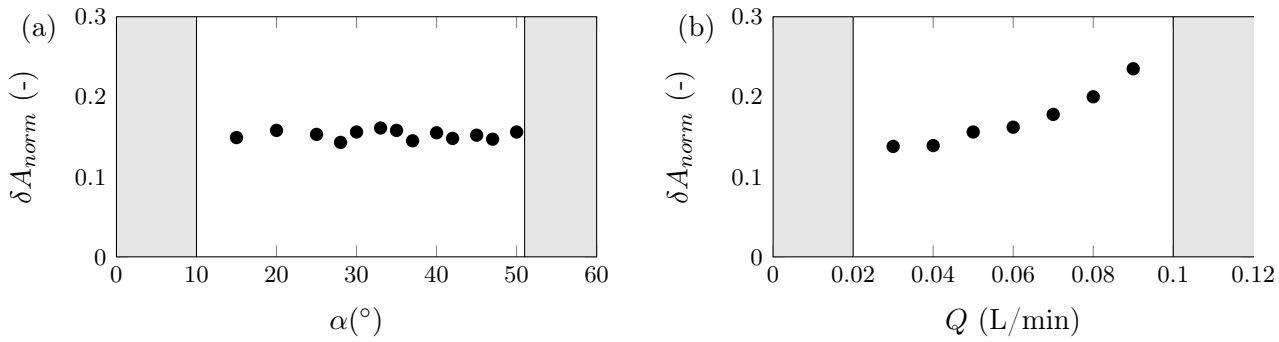

FIGURE 4.32 – Amplitude δA_{norm} des oscillations du lit granulaire (a) en fonction de l'angle d'inclinaison α [$Q = 0.05$ L/min] et (b) en fonction du débit d'air injecté Q [$\alpha = 30°$]. Les zones grisées correspondent aux zones où il n'y a pas d'oscillations.

du temps pour deux valeurs d'angles d'inclinaison $\alpha = 30°$ (figure 4.31a) et $\alpha = 50°$ (figure 4.31b). Nous observons sur ces graphes, un changement de la période des oscillations entre les deux angles, ainsi qu'une asymétrie, le temps de montée T_m étant plus long que le temps de descente T_d. La fin de ce chapitre se focalisé sur l'étude des caractéristiques de ces oscillations.

4.3.2 Caractéristiques des oscillations

Nous allons étudier les caractéristiques des oscillations de la taille du lit granulaire suivantes :

- Amplitude δA_{norm}
- Temps de montée T_m
- Temps de descente T_d
- Période T

en fonction du débit d'air Q et de l'angle d'inclinaison α.

- **Amplitude des oscillations** δA_{norm}

Les résultats sur l'amplitude des oscillations sont répertoriés dans la figure 4.32. On voit sur la figure 4.32a que l'amplitude des oscillations n'a pas de dépendance significative avec l'angle d'inclinaison α et reste globalement constante. Sur la figure 4.32b, on observe que l'amplitude des oscillations augmente avec le débit d'air Q. On peut interpréter ces résultats de la manière suivante : l'amplitude δA_{norm} augmentant avec le débit d'air Q, elle dépend de l'érosion du lit (temps de descente T_d) qui est d'autant plus forte quand le débit d'air Q est grand.

Nous analysons aussi les minima et maxima des oscillations, afin de comparer aux valeurs de A^*/A_0. L'analyse est faite pour un angle $\alpha = 30°$ où l'on a le plus de points expérimentaux. L'ensemble des résultats est répertorié dans la figure 4.33. Les oscillations apparaissent dans une gamme $Q \in [0.02; 0.09]$ L/min. En regroupant les amplitudes minimum et maximum des oscillations avec les tailles de zone morte quand on atteint un régime stationnaire, on voit que l'amplitude minimum des oscillations se raccorde avec les points de la taille de la zone morte A^*/A_0 pour $Q > 0.1$ L/min, tandis que l'amplitude maximum des oscillations se raccorde avec les valeurs de A^*/A_0 pour $Q < 0.02$

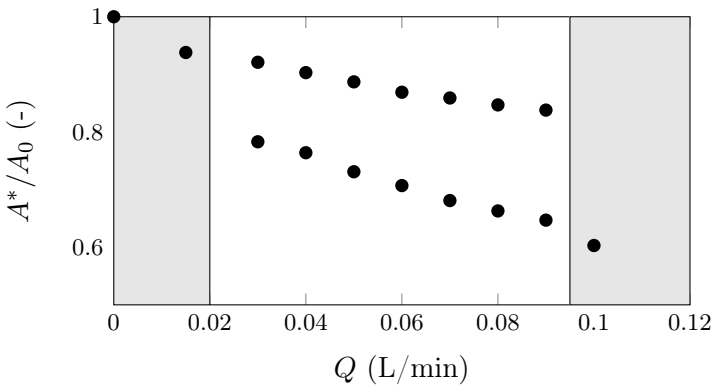

FIGURE 4.33 – Amplitude minimum et maximum des oscillations du lit granulaire en fonction du débit d'air Q (zone blanche). Les zones grisées représentent les zones où ne l'on observe pas d'oscillations, les points correspondent alors à la taille de la zone morte dans l'état stationnaire A^*/A_0.

L/min. Nous avons vu que, dans le cadre du régime oscillant, le système oscille entre un état de lit creusé, correspondant à l'amplitude minimum des oscillations, et un état de lit comblé, correspondant à l'amplitude maximum des oscillations. Ainsi lorsque l'on augmente le débit d'air à partir de $Q = 0.02$ L/min, on observe d'abord un régime stationnaire avec un lit comblé, puis on a un régime oscillant entre le lit comblé et le lit creusé, et enfin, à partir de $Q = 0.09$ L/min, on a à nouveau un régime stationnaire mais correspondant à un état de lit creusé cette fois. Enfin, nous voyons que l'amplitude du minimum décroît plus rapidement que l'amplitude du maximum, l'accroissement de l'amplitude crête à crête δA_{norm} avec le débit d'air Q est donc dû principalement au mécanisme d'érosion granulaire. Ce résultat est compréhensible qualitativement car lorsqu'on augmente le débit d'air Q injecté, on creuse plus efficacement le lit granulaire.

- Période T des oscillations

La figure 4.34a montre l'évolution de la période T en fonction de l'angle d'inclinaison α. La période d'oscillation décroît jusqu'à atteindre un minimun aux alentours de 35-40°, puis augmente à nouveau. La figure 4.34b montre l'évolution de la période T en fonction du débit d'air Q. La période T décroît lorsque le débit d'air Q augmente. Afin de mieux comprendre les évolutions de la période T en fonction de Q et α, on vérifie sur la figure 4.34a que l'on a bien $T \simeq T_d + T_m$ expérimentalement. Ainsi, pour comprendre l'évolution de la période T, on peut étudier séparément l'évolution de T_d et T_m, ces deux temps trouvant leur origine dans des effets différents.

Dans un premier temps, nous étudions le temps de montée T_m (figure 4.35). Ce dernier décroît de manière monotone avec le débit d'air Q. Pour expliquer cette évolution, on se souvient que le temps de montée T_m correspond à la reformation du lit granulaire par sédimentation, ce dernier dépendra donc principalement de la vitesse de sédimentation des particules $U_s + U_r$ (section 3.2.1, équation 3.16). Comme on est à α constant, la vitesse de sédimentation pure U_s est la même quel que soit le débit d'air Q. La seule chose qui change pour la sédimentation des grains, c'est la vitesse de recirculation U_r (section 3.2.1, équation 3.18). Dimensionnellement, on peut penser que le temps de montée est en $1/(U_r + U_s)$. Effectivement cette fonction ajuste bien les données expérimentales (figure 4.35). Ensuite,

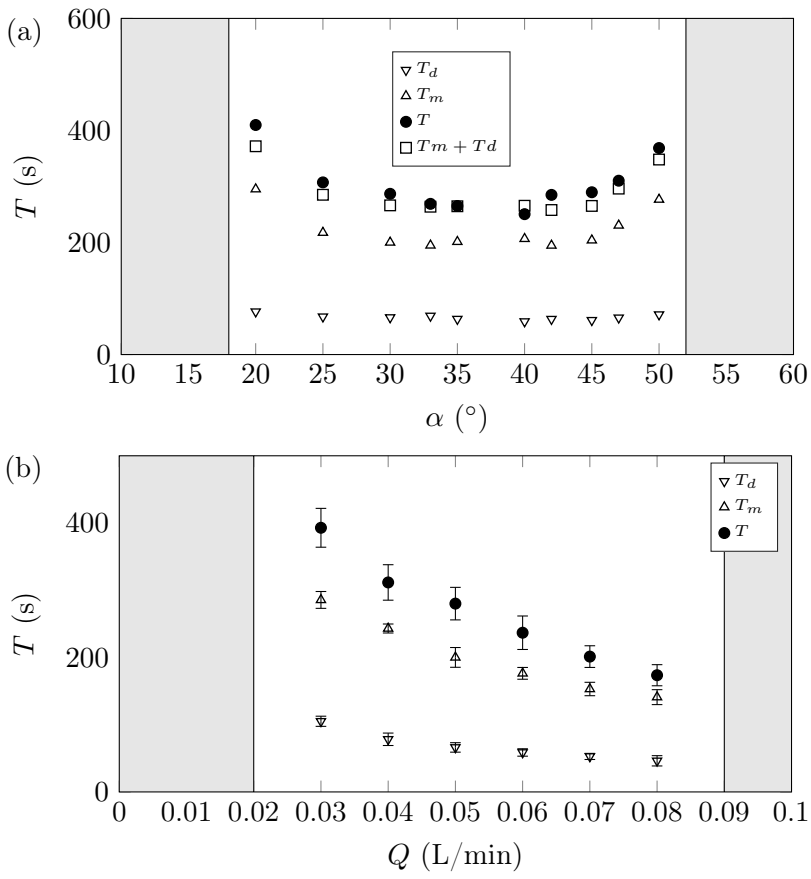

FIGURE 4.34 – Temps de montée T_m, temps de descente T_d et période des oscillations T (a) en fonction de α [$Q = 0.05$ L/min] (b) en fonction de Q [$\alpha = 30°$]. Les zones grisées représentent les zones où l'on observe pas d'oscillations.

la figure 4.34a montre que le temps de montée T_m décroît avec l'angle d'inclinaison α et présente un minimum autour de 35-40°, puis croît à nouveau. Ce minimum étant atteint pour une valeur proche de α_b, l'effet Boycott peut être une piste valable pour pouvoir expliquer ce phénomène. En effet, pour des angles $\alpha \leq \alpha_b$, T_m diminue avec l'angle α car la vitesse de sédimentation augmente par effet Boycott. Pour $\alpha \geq \alpha_b$, l'effet Boycott n'intervient plus, la vitesse de sédimentation diminue, car le temps de sédimentation augmente lorsque α augmente (figure 4.6) et ainsi T_m augmente.

La figure 4.34a montre que le temps de descente T_d n'a pas de dépendance significative en l'angle α et reste constant. La figure 4.34b montre que T_d décroît lui aussi quand le débit d'air Q augmente. Le temps de descente T_d correspond à l'érosion du lit par l'air. Pour expliquer ce phénomène, nous proposons l'argument suivant. Plus le lit granulaire est haut, plus la pression doit monter pour que la bulle puisse se former et s'échapper du lit. Ainsi la taille des bulles dans le lit granulaire L_b doit être de l'ordre de grandeur de h_{lit} ($L_b \sim h_{lit}$). Ensuite, on estime la variation de la hauteur du lit $\mathrm{d}h_{lit}$ pendant un temps $\mathrm{d}t$ comme

$$\frac{\mathrm{d}h_{lit}}{\mathrm{d}t} \propto -L_b \frac{Q}{L_b^2 e} \tag{4.9}$$

Le quotient $Q/L_b^2 e$ estime le nombre de bulles par unité de temps. On obtient comme équation finale :

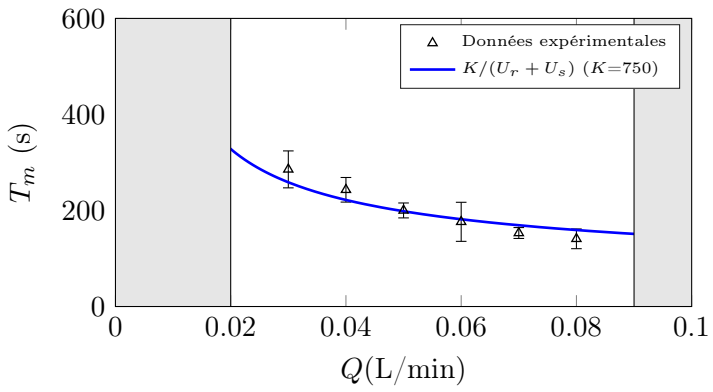

FIGURE 4.35 – Temps de montée T_m des oscillations en fonction du débit d'air Q [$\alpha = 30°$]. Les zones grisées représentent des zones où l'on n'observe pas d'oscillations. L'ajustement en $1/(U_r + U_s)$ est compatible avec une évolution de T_m avec la vitesse de recirculation.

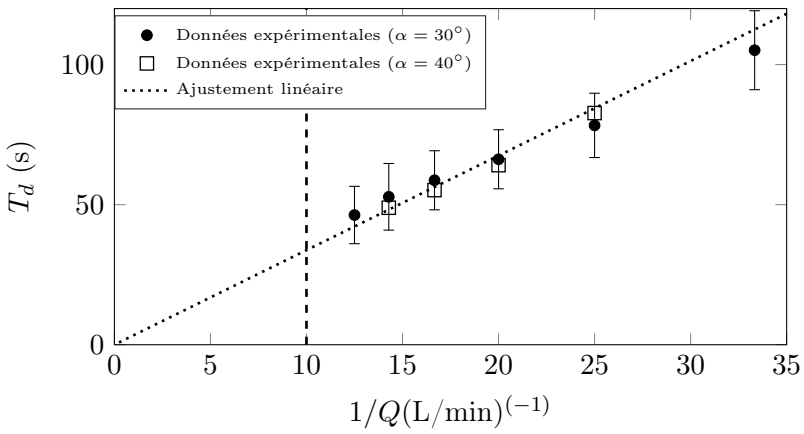

FIGURE 4.36 – Temps de descente T_d des oscillations en fonction de $1/Q$ [$\alpha = 30°$ et $40°$]. La zone à gauche des pointillés représentent une zone où l'on n'observe pas d'oscillations. L'ajustement linéaire permet de rendre compte du modèle de creusage du lit granulaire (voir texte).

$$\frac{dh_{lit}}{dt} = -\epsilon \frac{Q}{h_{lit} e} \tag{4.10}$$

$$h_{lit} = h_g \sqrt{1 - 2\epsilon \frac{Q}{h_g^2 e} t} \tag{4.11}$$

avec h_g la hauteur initiale du lit granulaire et ϵ un facteur de proportionnalité. On définit alors le temps de descente T_d comme le temps pour lequel $h_{lit} = 0$, ce qui conduit à :

$$T_d = \frac{h_g^2 e}{2\epsilon Q} \tag{4.12}$$

Dans ce modèle, la valeur du temps d'érosion du lit ne dépend pas de l'angle α. Pour valider ce modèle, on trace le temps de descente T_d en fonction de $1/Q$ (figure 4.36). On obtient alors une valeur de $\epsilon = 0.13$.

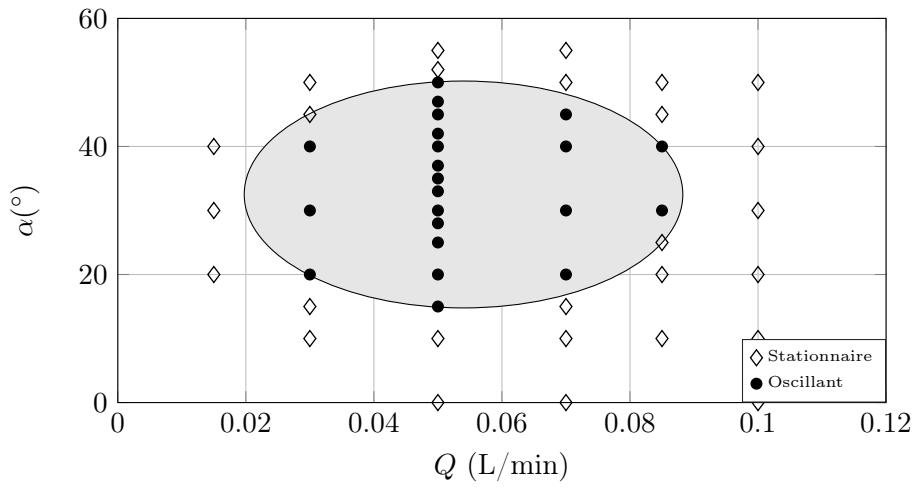

FIGURE 4.37 – Diagramme des régimes (α, Q). Les symboles vides correspondent aux expériences où l'on atteint un état stationnaire, les symboles pleins correspondent aux expériences où l'on atteint un régime oscillant.

4.3.3 Diagramme des régimes

Les oscillations du lit granulaire n'apparaissent que pour certaines valeurs de débit d'air Q et d'inclinaison α. Nous avons donc établi pour finir un diagramme des régimes pour pouvoir visualiser les cas où il y a apparition des oscillations (figure 4.37). Pour expliquer qualitativement le diagramme des régimes, on se base sur les études faites précédemment sur les temps de montée T_m et de descente T_d des oscillations.

Pour de trop faibles valeurs de Q ($Q < 0.02$ L/min), l'injection d'air n'est pas assez forte pour éroder totalement le lit granulaire. On arrive donc jamais à éroder le lit et l'oscillation ne peut apparaître (figure 4.38a). À l'inverse pour des débits d'air trop fort ($Q > 0.1$ L/min), le lit est effectivement érodé, mais l'entraînement des grains en suspension est trop fort pour pouvoir reformer le lit granulaire, et donc il n'y a pas d'oscillations (figure 4.38b). En ce qui concerne les limites sur l'inclinaison de la cellule α, pour des valeurs trop faible d'angle, la sédimentation par effet Boycott n'est pas assez rapide par rapport à l'érosion du lit et l'entraînement des grains en suspension. Ainsi, on ne reforme jamais à nouveau le lit granulaire, et on n'a pas d'oscillations. Ensuite, le temps de sédimentation devient plus faible et permet de combler le lit et il y a apparition des oscillations. Cependant, nous avons vu que l'effet Boycott n'est valable que pour des angles $\alpha < 35 - 40°$, et le temps de sédimentation augmente à nouveau au-dessus de cette valeur. Ainsi, pour de plus grandes valeurs d'angles, le temps de sédimentation est à nouveau trop grand pour combler le lit granulaire, et il n'y a plus apparition des oscillations.

4.4 Conclusion

Nous avons vu dans ce chapitre l'effet de l'inclinaison de la cellule sur la mise en suspension d'un lit granulaire par injection d'air, et comparé à la configuration verticale étudiée dans le chapitre précédent. Pour la plupart des paramètres (α , Q), l'expérience atteint un état stationnaire comme en configuration

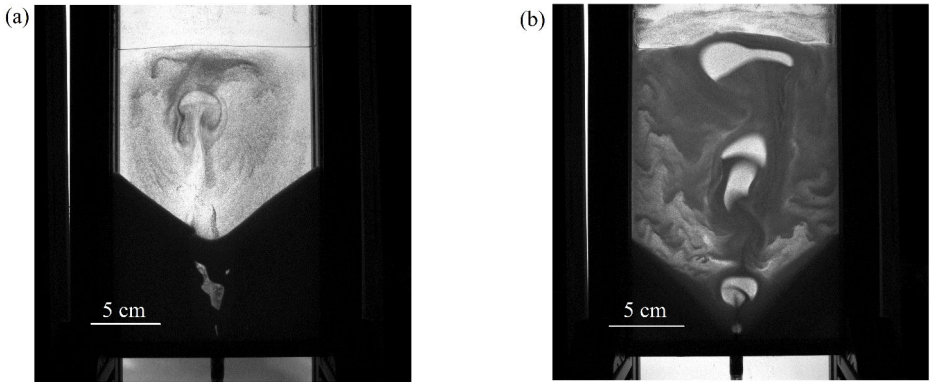

FIGURE 4.38 – Images issues de l'expérience [$\alpha = 30°$] (a) [$Q = 0.015$ L/min], le débit d'air est trop faible pour éroder le lit. (b) [$Q = 0.1$ L/min], l'entraînement des grains est trop fort pour reformer le lit.

verticale. Les valeurs d'aire de zone morte A^* et de fraction volumique en grains dans la suspension ϕ_s^* en fonction du débit d'air Q suivent une évolution globale similaire à la configuration verticale. En fonction de l'angle α, la taille de la zone morte A^* (respectivement ϕ_s^*) présente un maximum (respectivement un minimum) pour un angle $\alpha_b \in [30°; 40°]$. On explique l'existence de ces extrema par l'effet Boycott, qui accélère la sédimentation des particules en configuration inclinée pour des angles $\alpha \in]0; \alpha_b]$.

La configuration inclinée présente beaucoup de différences avec l'expérience en cellule verticale, notamment en ce qui concerne les fluctuations de densité de la suspension. Nous avons vu que la suspension formée présentait de fortes inhomogénéités. En étudiant les fluctuations instantanées et moyennes, nous avons pu expliquer comment elles sont induites. Les fortes fluctuations intantanées sont dûes à la remontée intermittente de bulles d'air, et décroîssent quand le débit d'air Q augmente, atteignant un plateau. Il en est de même pour les fluctuation moyennes. Nous en avons déduit que les inhomogénéités de la suspension à haut débit sont principalement dûes à la présence des bords, où les particules ont plus tendance à s'accumuler.

L'étude statistique faite sur les bulles montre l'apparition d'une population de petites bulles de diamètre constant pour des débits $Q > 0.3$ L/min. La population de bulles de taille plus importante voit son diamètre augmenter en $\sqrt{Q}$, évolution prévisible dans cette géométrie, sans présenter de discontinuité à la bifurcation. Cette étude montre aussi l'existence de deux bifurcations pour l'orientation des bulles, et une zone de coexistence entre les bulles étirées horizontalement et les bulles étirées verticalement. L'étude statistique a permis également aussi de mettre en évidence le fait que les bulles explorent une région plus étendue horizontalement lorsqu'on diminue la gravité, mais de manière contre-intuitive cette région ne dépend statistiquement pas du débit d'air Q.

Enfin, nous avons vu qu'il existait une zone du diagramme (α , Q) où l'on observait pas l'existence d'un régime stationnaire, mais d'un régime qualifié d'oscillant pour lequel le système oscille entre deux formes de lit granulaire au cours du temps. Pour mieux comprendre ce régime oscillant nous avons analysé les différentes caractéristiques des oscillations et notamment le temps de montée T_m, correspondant à la sédimentation des grains pour reformer le lit, et le temps de descente T_d correspondant à l'érosion du lit. L'effet Boycott et la recirculation du fluide ont permis de rendre compte des résultats

expérimentaux.

Conclusion et perspectives

Les études effectuées durant cette thèse ont porté sur la mise en suspension d'un lit de particules confiné immergé dans un liquide par injection continue d'air. Si la majorité des travaux de cette thèse sont expérimentaux, nous avons dégagé plusieurs arguments théoriques qui permettaient d'expliquer une partie de nos observations expérimentales.

Dans la première partie de cette thèse, nous nous sommes intéressés à la mise en suspension d'un lit de particules dans une cellule de Hele-Shaw verticale. Pour l'ensemble des paramètres expérimentaux explorés, le système atteint un état stationnaire pour lequel la taille du lit granulaire et la fraction volumique en grains de la suspension formée reste constante. Le régime stationnaire résulte notamment de la compétition entre l'entraînement des grains par les bulles d'air, et leur sédimentation. La dépendance de ces deux quantités vis-à-vis des différents paramètres du système (débit d'air Q, largeur de la cuve L_c, hauteur du lit granulaire h_g...) a été étudiée. Si la plupart des résultats expérimentaux ont pu être expliqué par des arguments simples, nous avons élaboré un modèle phénoménologique pour expliquer l'écoulement observé. Ce modèle se base sur la compétition entre l'entraînement des grains et leur sédimentation, et permet d'évaluer la quantité de grains dans le lit granulaire au cours du temps, reliée à la taille du lit et à la fraction volumique en grains dans la suspension. Le modèle permet alors de rendre compte quantitativement des résultats expérimentaux dans l'état stationnaire, mais pas dans le régime transitoire. La prise en compte de la remontée successive des bulles dans le modèle initial permet de décrire de manière satisfaisante le régime transitoire. Ce modèle permet de prédire les propriétés de la suspension (taille de "zone morte", fraction volumique en grains) à condition de connaître les caractéristiques des bulles (taille, vitesse). Si leur vitesse de remontée peut être estimée par des lois empiriques, leur taille reste dépendante du mode d'injection, et possiblement de la fraction volumique en grains dans la suspension. Une étude plus détaillée de cette dépendance serait donc nécessaire afin de prédire la vitesse des bulles (voir perspectives ci-dessous).

Dans une seconde partie, nous avons étudié l'influence de la gravité effective sur la mise en suspension des grains en inclinant la cellule d'un angle $\alpha \in]0°; 50°]$ par rapport à la verticale, en explorant les mêmes débits d'air Q que précédemment. Pour la plupart des débits d'air Q et l'ensemble des inclinaisons explorées, on atteint à nouveau un régime stationnaire. La taille du lit granulaire augmente avec l'angle α, atteint un maximum et diminue à nouveau. L'existence de ce maximum s'explique par l'effet Boycott : les particules sédimentent plus vite lorsque l'on incline la cellule, augmentant la taille du lit granulaire, jusqu'à un angle critique, puis leur vitesse de sédimentation diminue à nouveau, induisant une diminution de la taille du lit. À faible débit d'air, la suspension formée devient de plus en plus inhomogène lorsque la gravité effective diminue, et s'homogénéise lorsque l'on augmente le débit d'air pour l'ensemble des angles d'inclinaison. Les propriétés statistiques des bulles ont ensuite été étudiées (taille, orientation, trajectoire). Cette étude a permis de révéler l'existence de deux populations de

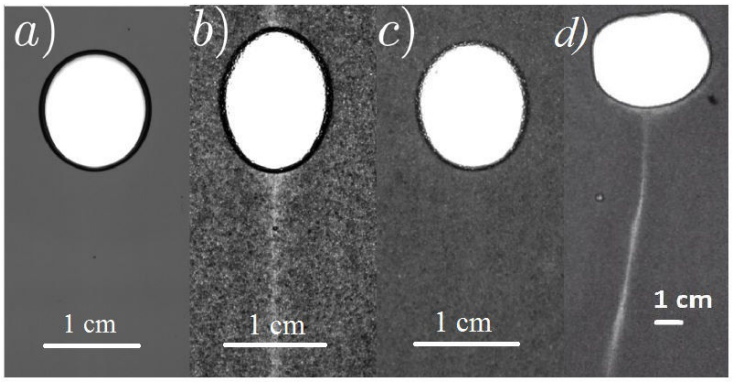

FIGURE 4.39 – Images de bulles (rayon typique r) remotant dans une suspension visqueuse isodense (PS250M, mélange Eau-UCON) obtenues par ombroscopie lors du stage de Christopher Madec. (a) r = 0.46 cm), $\phi_s = 0$ (liquide sans suspension). (b) $r = 0.48$ cm, $\phi_s = 0.15$. On observe l'apparition d'un déficit en grains dans le sillage de la bulle. (c) $r = 0.48$ cm, $\phi_s = 0.25$. On n'observe pas de déficit en grains. (d) $r \simeq 1.5$ cm, $\phi_s = 0.45$. On observe la formation d'un déficit en grains. La bulle se déforme car la suspension est plus dense.

bulles à fort débit, une de petite taille et l'une de plus grande taille. L'ensemble de ces propriétés varie en fonction du débit d'air mais, de manière surprenante, ne dépend pas significativement de la gravité effective dans la gamme explorée. Cette étude nous a permis de remonter aux surfaces de contact entre la phase gazeuse et la suspension, qui ne dépend pas non plus significativement de l'angle d'inclinaison, mais qui atteint un plateau à haut débit d'air ($Q \geq 1$ L/min). Ce résultat peut avoir des conséquences importantes dans le cadre d'une application aux réacteurs catalytiques, car il montre que, dans cette géométrie, il n'est pas nécessaire d'envoyer de plus fort débit que $Q = 1$ L/min pour avoir une surface de contact optimale entre les phases gaz et suspension. Enfin, en élargissant la gamme de paramètres, nous avons mis en évidence l'existence d'un régime oscillant où la taille du lit granulaire oscille continûment au cours du temps, pour certaines valeurs de débit d'air et d'inclinaison de la cellule.

Suite à ces travaux de thèse, de nombreuses perspectives peuvent être envisagées. Dans un premier temps, il faudrait explorer une plus large gamme de différence de densité $\Delta\rho$ pour observer si on retrouve les mêmes résultats, ou si il existe de nouveaux régimes. Afin de quantifier le lien entre les caractéristiques des bulles (taille, vitesse) et les propriétés de la suspension, il serait intéressant d'étudier la remontée d'une bulle unique dans une suspension bien contrôlée. Des travaux préliminaires ont été menés au cours de cette thèse dans le cadre d'un stage de Master effectué par Christopher Madec, sous la direction de S. Joubaud. Nous avons étudié la remontée d'une bulle dans une suspension isodense visqueuse constituée de grains de polystyrène, en cellule de Hele-Shaw verticale. Nous avons vu que les bulles remontent verticalement et à vitesse constante dans la suspension. Ensuite nous avons observé dans certains cas que la bulle formait un sillage comportant un déficit en grains (figure 4.39). La formation ou non de ce sillage semble dépendre du rayon r des bulles et de la fraction volumique en grains ϕ_s. Enfin, pour des bulles de plus grande taille, dans des suspensions plus denses, nous observons que les bulles ne remontent plus verticalement. Elles peuvent soit être déviées pendant leur remontée (figure 4.39d et 4.40a), soit développer une digitation qui conduit à leur fragmentation (figure 4.40b). Ces comportements ont déjà été observés dans un fluide rhéofluidifiant [119], et peuvent peut-être être dûs au comportement non-newtonien des suspensions denses. Ensuite, nous avons vu que l'entraînement

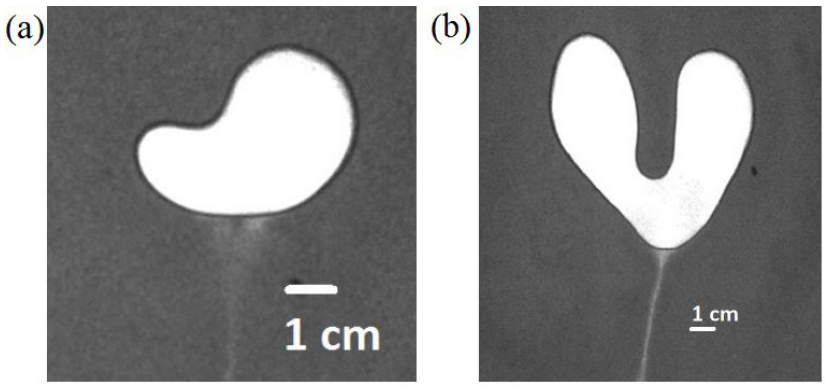

FIGURE 4.40 – Remontée d'une bulle (rayon r) dans une suspension isodense (PS250M, mélange Eau-UCON). (a) Déviation de la trajectoire ($r \sim 2$ cm, $\phi_s = 0.45$). (b) Fragmentation ($r \sim 3$ cm, $\phi_s = 0.45$).

des grains se fait dans le sillage des bulles. Or, dans un fluide rhéofluidifiant, le sillage des bulles est négatif, c'est à dire que le champ de vitesse dans la bulle est dirigé vers le bas [120, 121]. Il serait donc intéressant d'étudier ce type de système dans des fluides rhéofluidifiants, où on peut penser que les grains ne pourront pas être entraînés dans le sillage des bulles.

Bibliographie

[1] H. Svensen *et al.*. Release of methane from a volcanic basin as a mechanism for initial Eocene global warming, *Nature*, 02575 : 542-545, 2004.

[2] H. Svensen *et al.*. Hydrothermal venting of greenhouse gases triggering Early Jurassic global warming, *Earth and Planetary Science Letters*, 256(3-4) : 554-566, 2007.

[3] K. A. Kvenvolden. Methane hydrate - A major reservoir of carbon in the shallow geosphere ?, *Chemical Geology*, 71(1-3) : 41-51, 1988.

[4] A. Nermoen *et al.*. Experimental and analytic modeling of piercement structures, *Journal of geophysical research* 115, B10202, 2010.

[5] M. Hovland *et al.*. Complex pockmarks with carbonate-ridges off mid-Norway : Products of sediment degassing, *Marine Geology*, 218(1-4) : 191-206, 2005.

[6] 0. Hammer, K. E. Webb. Piston coring of Inner Oslofjord pockmarks, Norway : constraints on age and mechanism, *Norwegian Journal of Geology*, 90 : 79-91, 2010.

[7] S. Planke, H. Svensen, M. Hovland, D. A. Banks, B. Jamtveit. Mud and fluid migration in active mud volcanoes in Azerbaijan, *Geo-Marine Letters*, 23 (3-4) : 258-268, 2003.

[8] V. Mastalerz, G. J. de Lange, A. Dahlmann, T. Feseker. Active venting at the Isis mud volcano, offshore Egypt : Origin and migration of hydrocarbons, *Chemical Geology*, 246 (1-2) : 87-106, 2007.

[9] A. Mazzini *et al.*. Triggering and dynamic evolution of the LUSI mud volcano, Indonesia, *Earth and planetary Science Letters*, 261 (3-4) : 375-388, 2007.

[10] A. Mazzini *et al.*. Strike-slip faulting as a trigger mechanism for overpressure release through piercement structures. Implications for the Lusi mud volcano, Indonesia, *Marine and Petroleum Geology*, 26 (9) : 1751-1765, 2009.

[11] C. R. Clement, A. M. Reid. The origin of kimberlite pipes : An interpretation based on synthesis of geological features displayed by southern african occurrences, *Geological Society of Australia, Sydney*, 632-646, 1989.

[12] L. A. Porritt, R. A. F. Cas, B. B. Crawford. In-vent column collapse as an alternative model for massive volcaniclastic kimberlite emplacement : An example from the Fox kimberlite, Ekati Diamond Mine, NWT, Canada, *Journal of volcanology and Geothermal Research*, 174 (1-3) : 90-102, 2008.

[13] M. McClintock *et al.*. The importance of the transport system in shaping the growth and form of kimberlite volcanoes, *Lithos*, 112 (1) : 465-472, 2009.

[14] T. H. Torsvik *et al.*. Diamonds sampled by plumes from the core-mantle boundary, *Nature*, 466 : 352-355, 2010.

[15] Q. Kang, I. Tsimpanogiannis, D. Zhang, P. Lichtner, Numerical simulation of pore-scale phenomena during CO_2 sequestration in oceanic sediments, *Fuel Processing Technology*, 86, 1647-1665, (2005).

[16] L.. W. Lake. *Enhanced Oil Recovery*, Society of Petroleum Engineers, 2010, 550 p.

[17] G. Biardi, G. Biardi. Three-phase catalytic reactors, *Catalysis Today*, 52 : 223-234, 1999.

[18] K. Pangarkar *et al.*. Structured Packings for Multphase Catalytic Reactors, *Ind. Eng. Chem. Res*, 47 : 3720-3751, 2008.

[19] N. Rados. *Slurry bubble column hydrodynamics*. PhD thesis, Sever Institute of Washington Technology, 2003.

[20] J. H. Yang *et al.*. Hydrodynamic effect of oxygenated byproduct during Fischer-Tropsch synthesis in slurry bubble column, *Chem. Eng. Proc.*, 66 : 27-35, 2013.

[21] S. Nedeltchev *et al.*. Prediction of mass transfer coefficients in a slurry bubble column based on the geometrical characteristics of bubbles, *Chem. Eng. Sci.*, 106 : 119-125, 2014.

[22] X. Li, C. Zhu. Gas-liquid mass transfer with instantaneous chemical reaction in a slurry bubble column containing fine reactant particles, *Chem. Ind. Chem. Eng. Q.*, 22(1) : 85-93, 2016.

[23] S. Nedeltchev. Theoretical prediction of mass transfer coefficients in both gas-liquid and slurry bubble columns, *Chem. Eng. Sci.*, 157 : 169-181, 2017.

[24] J. F. Morris, E. Guazzelli. *A physical introduction to suspensions dynamics*, Cambridge, Cambridge Texts in Applied Mathematics, 2012, 216 p.

[25] G. Bossis, J. F. Brady. The rheology of Brownian suspensions, *The Journal of Chemical Physics*, 1989, 91 :3, 1866-1874

[26] D. R. Foss, J. F. Brady. Structure, diffusion and rheology of Brownian suspensions by Stokesian Dynamics simulation. *J. Fluid Mech.*, 407 : 167-200, 2000.

[27] T. N. Phung, J. F. Brady, G. Bossis. Stokesian Dynamics simulation of Brownian suspensions. *J. Fluid Mech.*, 313 : 181-207, 1996.

[28] M. M. Denn, J. F. Morris. Rheology of Non-Brownian Suspensions. *Annual Review of Chemical and Biomolecular Engineering* , 5 : 203-228, 2014.

[29] A. Einstein. A new determination of molecular dynamics. *Annalen der Physik*, 4(19) : 289-306, 1905.

[30] D. R. Oliver, S.G. Ward. The Einstein relation between relative viscosity and volume concentration of suspensions of spheres. *Nature*, 173(4414) : 1089-1090, 1954.

[31] G. K. Batchelor. The effect of brownian motion on the bulk stress in a suspension of spherical particles. *J. Fluid Mech.*, 83(1) : 97-117, 1977.

[32] I. M. Krieger, T. J. Dougherty. A mechanism for non-Newtonian flow in suspensions of rigid spheres. *Transactions of the society of rheology*, (3) : 137-152, 1959.

[33] I. E. Zarraga, D. A. Hill, D. T. Leighton. The characterization of the total stress of concentrated suspensions of noncolloidal spheres in Newtonian fluids. *J. Rheol.*, 44 : 185-220, 2000.

[34] E. Couturier, F. Boyer, O. Pouliquen, E. Guazelli. Suspensions in a tilted trough : second normal stress difference. *J. Fluid Mech.*, 686 : 26-39, 2011.

[35] F. Boyer, O. Pouliquen, E. Guazelli. Dense suspensions in rotating-rod flows : normal stresses and particle migration. *J. Fluid Mech.*, 686 : 5-25, 2011.

[36] T. Dbouk, L. Lobry, E. Lemaire. Normal stress in concentrated non-brownian suspensions. *J. Fluid Mech.*, 715 : 239-272, 2013.

[37] R. Seto, R.Mari, J.F. Morris, M. M. Denn. Discontinuous shear thickening of frictional hard-sphere suspensions. *Phys. Rev. Lett.*, 111 : 218301, 2013.

[38] R. Mari, R. Seto. Shear thickening, frictionless and frictional rheologies in non-brownian suspensions. *J. Rheol.*, 58 (6) : 1693-1724, 2014.

[39] R. Mari, R. Seto, J.F. Morris, M. M. Denn. Discontinous shear thickening in brownian suspensions by dynamic simulation. *PNAS*, 112 (50) : 15326-15330, 2015.

[40] F. Boyer, E.Guazzelli, O.Pouliquen. Unifying suspension and granular rheology. *Phys. Rev. Lett.*, 107 : 188301, 2011.

[41] N. Huang, G. Ovarlez, F. Bertrand, S. Rodts, P. Coussot, D. Bonn. Flow of wet granular material. *Phys. Rev. Lett.*, 94 : 028301, 2005.

[42] G. Ovarlez, F. Bertrand, S. Rodts. Local determination of the constitutive law of a dense suspension of noncolloidal particles through magnetic resonance imaging. *J. Rheol.*, 50 (3) : 259-292, 2006.

[43] F. Gadala-Maria, A. Acrivos. Shear-Induced Structure in a Concentrated Suspension of Solid Spheres. *J. Rheol.*, 24 (6) : 39-45, 1980.

[44] D. Leighton, A. Acrivos. The shear-induced migration of particles in concentrated suspensions. *J. Fluid Mech.*, 181 : 415-439, 1987.

[45] S. A. Altobelli, R. C. Givler, E. Fukushima. Velocity and concentration measurements of suspensions by nuclear magnetic resonance imaging. *J. Rheol.*, 35 (5) : 721-734, 1991.

[46] J. R. Abbott, N. Tetlow, A. L. Graham, S. A. Altobelli, E. Fukushima. Experimental observations of particle migration in concentrated suspensions : Couette flow. *J. Rheol.*, 35 (5) : 773-795, 1991.

[47] C. J. Koh, P. Hookham, L.G. Leal. An experimental investigation of concentrated suspension flows in a rectangular channel. *J. Fluid Mech.*, 266 : 1-32, 1994.

[48] R. E. Hampton, A. A. Mammoli, A. L. Graham, N. Tetlow, S. A. Altobelli. Migration of particles undergoing pressure-driven flow in a circular conduit. *J. Rheol.*, 41 (3) : 621-640, 1997.

[49] M. K. Lyon, L.G. Leal. An experimental study of the motion of concentrated suspensions in two-dimensional channel flow. Part 1. Monodisperse systems. *J. Fluid Mech.*, 363 : 25-56, 1998.

[50] M. K. Lyon, L.G. Leal. An experimental study of the motion of concentrated suspensions in two-dimensional channel flow. Part 1. Bidisperse systems. *J. Fluid Mech.*, 363 : 57-77, 1998.

[51] M. Han, C. Kim, M. Kim, S. Lee. Particle migration in tube flow of suspensions. *J. of Rheol.*, 43 (5) : 1157-1174, 1999.

[52] E. Guyon, J-P. Hulin, L. Petit. *Hydrodynamique physique*, EDP Sciences, 2001, 674 p.

[53] R. J. Phillips, R. C. Armstrong, R. A. Brown, A. L. Graham, J. R. Abbott. A constitutive equation for concentrated suspensions that accounts for shear-induced particle migration. *Phys Fluids A*, 4 (1) : 30-40, 1992.

[54] M. Souzy, X. Yin, E. Villermaux, C. Abid, B. Metzger. Super-diffusion in sheared suspensions. *Phys Fluids A*, 27 (4), 041705, 2015.

[55] M. Stimson, G. B. Jeffery. The motion of two spheres in a viscous fluid, *Proceedings of the Royal Society of London A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 111 (757) : 110-116, 1926.

[56] G. K. Batchelor, T. J. Green. The hydrodynamic interaction of two small freely-moving spheres in a linear flow field. *J. Fluid Mech.*, 56 : 375-400, 1972.

[57] J. Happel, R. Pfeffer. The motion of two spheres following each other in a viscous fluid. *AIChE Journal*, 6 (1) : 129-133, 1960.

[58] Y. Tsuji, Y. Morikawa, K. Terashima, Fluid-dynamic interaction between two spheres, *Int. J. Multiphase Flow* 8 (1) : 71-82,1982.

[59] J. M. Ham, G. M. Homsy. Hindered settling and hydrodynamic dispersion in quiescent sedimenting suspensions. *Int. J. Multiphase Flow*, 14 (5) : 533-546, 1988.

[60] H. Nicolai, B. Herzhaft, E. J. Hinch, L. Oger, E. Guazzelli.Particle velocity fluctuations and hydrodynamic self-diffusion of sedimenting non-Brownian spheres. *Phys Fluids A*, 7 (1), 1995.

[61] J. F. Richardson, W. N. Zaki. The sedimentation of a suspension of uniform spheres under conditions of viscous flow. *Chem. Eng. Sci.*, 3 (2) : 65-73, 1954.

[62] M. Houssais, C. P. Ortiz, D. J. Durian, D. J. Jerolmack. Rheology of sediment transported by a laminar flow, *Phys. Rev. E* 94, 062609, 2016.

[63] M. Houssais, D. J. Jerolmack. Toward a unifying constitutive relation for sediment transport across environments, *Geomorphology* 277 : 251-264, 2017.

[64] Vinningland, J. L., Johnsen, Ø., Flekkøy, E. G., Toussaint, R., Måløy, K. J., Experiments and simulations of a gravitational granular flow instability, *Physical Review E*, 76 (5), 051306, 2007.

[65] Rayleigh, Lord (John William Strutt), Investigation of the character of the equilibrium of an incompressible heavy fluid of variable density, *Proceedings of the London Mathematical Society*, 14 : 170-177, 1883.

[66] Taylor, Sir Geoffrey Ingram, The instability of liquid surfaces when accelerated in a direction perpendicular to their planes, *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, 201 (1065) : 192-196, 1950.

[67] Vinningland, J. L., Johnsen, Ø., Flekkøy, E. G., Toussaint, R., Måløy, K. J., Granular Rayleigh-Taylor instability : Experiments and simulations, *Physical Review Letters*, 99 (4), 048001, 2007.

[68] Niebling, M. J., Flekkøy, E. G., Måløy, K. J., Toussaint, R., Sedimentation instabilities : impact of the fluid compressibility and viscosity, *Physical Review E*, 82 (5), 051302, 2010.

[69] Vinningland, J. L., Johnsen, Ø., Flekkøy, E. G., Toussaint, R., Måløy, K. J. (2010). Size invariance of the granular Rayleigh-Taylor instability, *Physical Review E*, 81 (4), 041308, 2010.

[70] Niebling, M. J., Flekkøy, E. G., Måløy, K. J., Toussaint, R., Mixing of a granular layer falling through a fluid, *Physical Review E*, 82 (1), 011301, 2010.

[71] Vinningland, J. L., Toussaint, R., Niebling, M., Flekkøy, E. G., Måløy, K. J., Family-Vicsek scaling of detachment fronts in granular Rayleigh-Taylor instabilities during sedimentating granular/fluid flows, *The European Physical Journal Special Topics*, 204 (1), 27-40, 2012.

[72] A. E. Boycott. Sedimentation of Blood Corpuscles. *Nature*, 104 : 532, 1920.

[73] W. D. Hill, R. R. Rothfu, K. Li. Boundary-enhanced sedimentation due to settling convection. *Int. J. Multiphase Flow*, 3 (6) : 561-583, 1977.

[74] A. Acrivos, E. Herbolzheimer. Enhanced sedimentation in settling tanks with inclined walls. Part 1. Bidisperse systems. *J. Fluid Mech.*, 92 (3) : 435-457, 1979.

[75] E. Herbolzheimer, A. Acrivos. Enhanced sedimentation in narrow tilted channels. *J. Fluid Mech.*,108 : 485-499, 1981.

[76] D. Senis, L. Gorre-Talini, C. Allain. Settling in aggregating colloidal suspension : Analysis of cell inclination influence, *Phys. J. E* 2 (1) : 31-38, 2000.

[77] D. Senis, L. Gorre-Talini, C. Allain. Systematic study of the settling kinetics in an aggregating colloidal suspension, *Phys. J. E* 4 (1) : 59-68, 2001.

[78] E. Ponder. On sedimentation and rouleaux formation, *Exp. Physiol.* 15 (3) : 235-252, 1925.

[79] N. Nakamura, K. Kuroda. La cause de l'accélération de la vitesse de sédimentation des suspensions dans les récipients inclinés, *Keijo J. Med.* 8, 256 (1937).

[80] Z-J. Xu, E. E. Michaelides. A Numerical Simulation of the Boycott Effect, *Chem. Eng. Comm.* 192 (4) : 532-549, 2005.

[81] L. Malverti, E. Lajeunesse, F. Métivier. Small is beautiful : Upscaling from microscale laminar to natural turbulent rivers, *J. Geophys. Res.* 113 (F4), 2008.

[82] O. Devauchelle, L. Malverti, E. Lajeunesse, P.-Y. Lagrée. Stability of bedforms in laminar flows with free surface : from bars to ripples. *J. Fluid Mech.*, 642 : 329-348, 2010.

[83] H. Darcy. *Les fontaines publiques de la ville de Dijon*, Paris Dalmont, Paris, 1856.

[84] J. Kozeny, Die Durchlssigkeit des Bodens, Kulturtechniker 35 (1932) 301-307.

[85] P.C. Carman, Fluid flow trough granular beds, *Transactions of the Institution of Chemical Engineers* 15 : 150-156, 1937.

[86] P. C. Carman. Permeability of saturated sands, soils and clays. *The Journal of Agricultural Science*, 29(2), 262-273, 1939.

[87] T. Mörz, E. A. Karlik, S. Kreiter, A. Kopf. An experimental setup for fluid venting in unconsolidated sediments : New insights to fluid mechanics and structures, *Sediment. Geol.*, 196 (1-4) : 251-267, 2007.

[88] T. Wilhelm, K Wilmański, On the onset of flow instabilities in granular media due to porosity inhomogeneities, *Int. J. Multiphase Flow* 28 (12) : 1929-1944, 2002.

[89] Y. Nino, F. Lopez, M. Garcia. Threshold for particle entrainment into suspension, *Sedimentology*, 50 (2) : 247-263, 2003

[90] J.S. Hadamard. Mouvement permanent lent d'une sphère liquide et visqueuse dans un liquide visqueux. *CR Acad. Sci.*, 152 : 1735-1738, 1911

[91] A. Filella, P. Ern, V. Roig. Oscillatory motion and wake of a bubble rising in a thin-gap cell. *J. Fluid Mech.*, 778 : 60-88, 2015.

[92] M. Roudet. *Hydrodynamique et transfert de masse autour d'une bulle confinée entre deux plaques.* PhD thesis, Institut national polytechnique de Toulouse, 2008. 131 p.

[93] G. Mougin, J. Magnaudet. Path instability of a rising bubble. *Phys. Rev. Lett.*, 88 : 014502, 2001.

[94] R. Zenit, J.Magnaudet. Measurements of the streamwise vorticity in the wake of an oscillating bubble. *Int. J. Multiphase Flow*, (2) : 195-203, 2009.

[95] A. Nermoen, C. Raufaste, S. D. deVilliers, E. Jettestuen, P. Meakin, D. K. Dysthe. Morphological transition in partially gas-fluidized granular mixtures, *Phys. Rev. E.* 81, 061305, 2010.

[96] C. Chevalier, A. Lindner, M. Leroux. Morphodynamics during air injection into a confined granular-suspension, *J.* Non-Newtonian Fluid Mech. 158, 63, (2009).

[97] B. Sandnes, E. G. Flekky, H. A. Knudsen, K. J. Maly, H. See, Patterns and flow in frictional fluid dynamics, *Nature Comm.*, 2 : 288, 2011.

[98] Campbell, J. M., Ozturk, D., Sandnes, B. Gas-Driven Fracturing of Saturated Granular Media.*Physical Review Applied*, 8(6), 064029, 2017.

[99] Dumazer, G., Sandnes, B., Ayaz, M., Maloy, K. J., Flekkoy, E. G. Frictional fluid dynamics and plug formation in multiphase millifluidic flow. *Physical review letters*, 117(2), 028002, 2016

[100] Eriksen, F. K., Toussaint, R., Måløy, K. J., Flekkøy, E. G. Invasion patterns during two-phase flow in deformable porous media. *Frontiers in Physics*, 3, 81, 2015.

[101] P. Saffman , G.Taylor, The penetration of a fluid into a porous medium or Hele-Shaw cell containing a more viscous liquid, *Proc. Roy. Soc. London A* **245**, 312, (1958).

[102] P. Tabeling, G. Zocchi, A. Libehaber. An experimental study of the Saffman-Taylor instability. *J. Fluid Mech.*, 177 : 67-82, 1987.

[103] D. C. Hong, J. S. Langer. Analytic theory of the selectin mechanism in the Saffamn-Taylor problem. *Phys. rev. Lett.*, 56(19) : 2032-2035, 1986.

[104] Eriksen, J. A., Marks, B., Sandnes, B., Toussaint, R. Bubbles breaking the wall : Two-dimensional stress and stability analysis. *Physical Review E*, 91(5), 052204, 2015.

[105] Eriksen, J. A., Toussaint, R., Måløy, K. J., Flekkøy, E., Sandnes, B. Numerical approach to frictional fingers. *Physical Review E*, 92(3), 032203, 2015.

[106] Eriksen, J. A., Toussaint, R., Måløy, K. J., Flekkøy, E., Galland, O., Sandnes, B. (2018). Pattern formation of frictional fingers in a gravitational potential.*Physical Review Fluids*, 3(1), 013801, 2015.

[107] G. Varas, V. Vidal, J.-C. Géminard. Morphology of air invaison in an immersed granular layer, *Phys. Rev. E* 83, 061302, 2011.

[108] A. Attou, C. Boyer, G.Ferschneider. Modelling of the hydrodynamics of the cocurrent gas-liquid trickle flow through a trickle-bed reactor, *Chem. Eng. Sci.* 54, 785-802, 1999.

[109] F. Zenz. What every engineer should know about packed tower operations, *Chemical Engineering* 60, 176, 1953.

[110] A. Gianetto, G. Baldi, V. Specchia. Absorption in packed towers cocurrent high velocity flows : I-interfacial areas, *Quaderni dell'ingegnere chimico italiano* 6, 125-133, 1970.

[111] J.-C. Charpentier, M. Favier. Some liquid holdup experimental data in trickle-bed reactors for foaming and non-foaming hydrocarbons, *AIChE Journal* 21, 1975.

[112] B. Boissiere, R. Ansart, D. Gauthier, G. Flamant, M. Hemati. Experimental hydrodynamic study of gas-particle dense suspension upward flow for application as new heat transfer and storage fluid, *Can. J. Chem. Eng.* 9999, 1-14, 2014.

[113] X.-Z. Kong, W. Kinzelbach, F. Stauffer. Morphodynamics during air injection into water-saturated movable spherical granulates, *Phys. Rev. E* 65 (16) : 4652-4660, 2010.

[114] G. Varas, V. Vidal, J.-C. Géminard. Venting dynamics of an immersed granular layer, *Phys. Rev. E* 83, 011302, 2011.

[115] R. Poryles, V. Vidal, G. Varas. Bubbles trapped in a fluidized bed : Trajectories and contact area, *Phys. Rev. E* 93, 032904, 2016.

[116] G. Varas, V. Vidal, J.-C. Géminard. Dynamics of crater formations in immersed granular layer, *Phys. Rev. E* 83, 061302, 2009.

[117] N. Hooshyar, J. Ruud van Ommen, P. J. Hamersma, S. Sundaresan, R. F. Mudde, Dynamics of single rising bubbles in neutrally buoyant liquid-solid suspensions, *JFM rapids*, 110, 1-5, 2013.

[118] M. R. Maxey, J. J. Riley. Equation of motion for a small rigid sphere in a nonuniform flow, *Physics of Fluids* 26, 883, 1983.

[119] R. Poryles, V. Vidal. Rising bubble instabilities and fragmentation in a confined polymer solution, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 241, 26-33, 2017.

[120] O. Hassager. Negative wake behind bubbles in non-newtonian liquids, *Nature* 279, 402-4033, 1979.

[121] H. Z. Li, X. Frank, D. Funfschilling, P. Diard. Bubbles' rising dynamics in polymeric solutions, *Physics Letters A* 325, 43-50, 2004.

Résumé

Nous avons étudié expérimentalement la mise en suspension de particules lorsque l'on injecte du gaz à la base d'une couche de grains immergée dans un liquide, en géométrie confinée (cellule de Hele-Shaw). En configuration verticale, le système atteint toujours un régime stationnaire résultant de la compétition entre l'entraînement des grains par la remontée des bulles, et leur sédimentation. Un modèle phénoménologique permet d'expliquer les propriétés de la suspension ainsi formée, et du lit granulaire non affecté par la remontée de gaz. L'effet de la gravité effective dans le système est ensuite considéré. Lorsqu'un état stationnaire existe, la taille du lit granulaire présente un maximum pour un angle d'inclinaison de la cellule de 30-40 degrés environ. Cette observation s'explique par un phénomène particulier de sédimentation, l'effet Boycott. Les propriétés statistiques de la suspension (densité, homogénéité) et des bulles (taille, forme, orientation) ont été caractérisées. On montre en particulier que l'on atteint un plateau pour l'aire de contact entre les trois phases (gaz/liquide/solide) en fonction du débit, indépendamment de la gravité effective, résultat important dans le cadre d'applications à des réactions catalytiques. Enfin, une large exploration de la gamme des paramètres montre, pour des cellules inclinées et certaines valeurs de débit de gaz, l'existence d'un régime oscillant : la taille du lit granulaire varie entre un état "creusé" (suspension très dense) et un état "comblé" (suspension peu concentrée). Une explication est proposée pour les temps de montée et de descente de ces oscillations.

Mots-clefs : Suspension, Bulles, Injection de gaz.

Abstract

We have studied experimentally particle suspension when injecting a gas at the bottom of an immersed granular layer, in confined geometry (Hele-Shaw cell). In a vertical setup, the system always reaches a stationary state resulting from the competition between grains entrainment by bubble rise, and sedimentation. A phenomenological model makes it possible to explain the properties of the suspension thus formed, and of the granular bed not affected by the gas rise. The influence of the effective gravity in the system is then considered. When a stationary state is reached, the size of the granular bed displays a maximum for a cell inclination angle of about 30-40 degrees. This observation can be explained by referring to a peculiar sedimentation process, the Boycott effect. Statistical properties of the suspension (density, homogeneity) and bubbles (size, shape, orientation) have been characterized. In particular, we show that the contact surface between the three phases (gas/liquid/solid) reaches a plateau when increasing the gas flow-rate, independent of the effective gravity. This result is important in the frame of possible applications to catalytic reactors. Finally, exploring a large range of parameters, we point out the existence of an oscillatory regime for inclined cells in a given range of gas flow-rates : the granular bed size oscillates between an "excavated" state (dense suspension) and a "filled" state : (dilute suspension). An explanation for the rising and falling time of these oscillations is proposed.

Keywords : Suspension, Bubbles, Gas injection