



**HAL**  
open science

# Mécanismes et dynamiques d'interactions entre grains et liquide : du matériau granulaire sec au mélange saturé

Guillaume Saingier

## ► To cite this version:

Guillaume Saingier. Mécanismes et dynamiques d'interactions entre grains et liquide : du matériau granulaire sec au mélange saturé. Physique [physics]. Sorbonne Université, 2018. Français. NNT : 2018SORUS230 . tel-02481102v1

**HAL Id: tel-02481102**

**<https://theses.hal.science/tel-02481102v1>**

Submitted on 17 Feb 2020 (v1), last revised 17 Feb 2020 (v2)

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

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

**THÈSE DE DOCTORAT  
SORBONNE UNIVERSITÉ**

**Spécialité : Physique Fondamentale**

**École doctorale : « Physique et Chimie des Matériaux »**

réalisée au laboratoire

**Surface du Verre et Interfaces, UMR 125 CNRS/Saint-Gobain**

présentée par

**Guillaume SAINGIER**

pour obtenir le grade de :

**DOCTEUR DE SORBONNE UNIVERSITÉ**

Sujet de la thèse :

**Mécanismes et dynamiques d'interactions entre grains et  
liquide: du matériau granulaire sec au mélange saturé**

**soutenue publiquement le 19 septembre 2018**

devant le jury composé de :

M<sup>me</sup> Elise LORENCEAU  
M. Stephan HERMINGHAUS  
M<sup>me</sup> Pascale AUSSILLOUS  
M. Lydéric BOCQUET  
M. Pierre-Yves LAGRÉE  
M. Pierre JOP  
M. Alban SAURET  
M<sup>me</sup> Solenn MORO

Directrice de Recherche, LIPhy  
Professeur, Max Planck Institute  
Maître de Conférence, IUSTI  
Directeur de Recherche, ENS Paris  
Directeur de Recherche, IJLRA  
Chargé de Recherche, SVI  
Chargé de Recherche, SVI  
Ingénieure de Recherche, SGR

Rapporteuse  
Rapporteur  
Examinatrice  
Examinateur  
Examinateur  
Directeur  
Co-directeur  
Encadrante



# Table des matières

<b>Table des matières</b>	<b>i</b>
<b>Avant-propos</b>	<b>v</b>
<b>1 Introduction</b>	<b>1</b>
1.1 Mélange granulaire humide . . . . .	2
1.1.1 Applications industrielles . . . . .	2
1.1.2 Phénomènes naturels . . . . .	4
1.2 Propriétés des matériaux granulaires humides . . . . .	5
1.2.1 Colloïdes, poudres et grains : une histoire d'échelle . . . . .	5
1.2.2 Cohésion capillaire . . . . .	8
1.2.3 Structure d'un matériau granulaire humide . . . . .	10
1.2.4 Propriétés mécaniques en statique . . . . .	15
1.2.5 Rhéologie des écoulements granulaires humides . . . . .	16
1.3 Transport de liquide dans un matériau granulaire statique . . . . .	22
1.3.1 Transport liquide en milieux poreux . . . . .	22
1.3.2 Ascension capillaire dans un empilement granulaire . . . . .	24
1.3.3 Piégeage de la ligne de contact . . . . .	26
1.3.4 Mouillabilité des poudres et des grains . . . . .	27
1.4 Dynamique des matériaux granulaires humides hétérogènes . . . . .	28
1.4.1 Cinétique de mélange . . . . .	28
1.4.2 Matériaux granulaires humides sous vibrations . . . . .	30
1.4.3 Interactions granulaires hétérogènes . . . . .	32
1.5 Problématique de la thèse . . . . .	37
<b>2 Méthodes et techniques de caractérisation</b>	<b>41</b>
2.1 Propriétés des grains . . . . .	41
2.1.1 Matériaux granulaires . . . . .	41
2.1.2 Granulométrie . . . . .	42
2.1.3 Angle de contact . . . . .	44
2.2 Caractérisation d'un empilement granulaire . . . . .	45
2.2.1 Compacité . . . . .	46
2.2.2 Perméabilité . . . . .	46
2.3 Microtomographie par rayons X . . . . .	48
2.3.1 Éléments théoriques de tomographie en faisceau parallèle . . . . .	48
2.3.2 Microtomographie de laboratoire . . . . .	50
2.3.3 Traitement des images . . . . .	51

<b>3</b>	<b>Dynamique et mécanismes d'accrétion granulaire sous un jet dilué</b>	<b>53</b>
3.1	Croissance d'agrégat à l'horizontal . . . . .	54
3.1.1	Dispositif expérimental . . . . .	54
3.1.2	Microstructure de l'agrégat . . . . .	56
3.1.3	Régimes de croissance . . . . .	56
3.1.4	Influence de la mouillabilité du support . . . . .	59
3.2	Mécanisme de capture . . . . .	60
3.2.1	Probabilité de capture . . . . .	60
3.2.2	Distribution surfacique du liquide . . . . .	61
3.2.3	Modélisation de la distribution de liquide . . . . .	63
3.2.4	Mécanismes de dissipation énergétique . . . . .	66
3.3	Dynamique d'accrétion granulaire . . . . .	68
3.4	Croissance de tours granulaires . . . . .	69
3.4.1	Dynamique de croissance logarithmique . . . . .	69
3.4.2	Rétraction gravitaire des ménisques . . . . .	72
3.4.3	Influence de la vitesse d'impact . . . . .	76
3.4.4	Influence des propriétés du liquide et des grains . . . . .	79
3.5	Conclusion . . . . .	82
<b>4</b>	<b>Accrétion granulaire sous écoulement dense cisailé</b>	<b>85</b>
4.1	Expériences sur plan incliné . . . . .	86
4.1.1	Montage expérimental . . . . .	86
4.1.2	Dynamique de croissance de l'agrégat . . . . .	87
4.1.3	Morphologie de l'agrégat . . . . .	90
4.1.4	Ségrégation et capture sélective . . . . .	92
4.2	Influence du débit massique sur la dynamique de croissance . . . . .	93
4.2.1	Mesure du champ de vitesse . . . . .	93
4.2.2	Dynamique de croissance . . . . .	95
4.3	Modélisation de l'effet du cisaillement . . . . .	97
4.3.1	Nombre d'inertie granulaire . . . . .	97
4.3.2	Dynamique d'accrétion sous cisaillement . . . . .	99
4.3.3	Loi d'accrétion . . . . .	102
4.4	Conclusion . . . . .	103
<b>5</b>	<b>Croissance et structure d'un agrégat isolé</b>	<b>105</b>
5.1	Dispositif expérimental de tambour tournant . . . . .	105
5.1.1	Montage expérimental . . . . .	106
5.1.2	Écoulement en tambour tournant . . . . .	106
5.1.3	Structure des agrégats . . . . .	108
5.2	Dynamique de croissance d'un agrégat libre . . . . .	110
5.2.1	Influence de la quantité de liquide . . . . .	110
5.2.2	Loi de croissance . . . . .	111
5.2.3	Taille critique et érosion granulaire . . . . .	114
5.3	Conclusion et perspectives . . . . .	116
<b>6</b>	<b>Imprégnation et entrainement d'air dans un jet granulaire dense</b>	<b>119</b>
6.1	Du jet granulaire dense au matériau poreux . . . . .	120
6.2	Dispositif expérimental et phénoménologie . . . . .	121
6.2.1	Dispositif expérimental . . . . .	121
6.2.2	Phénoménologie . . . . .	123
6.3	Régime transitoire d'imprégnation . . . . .	124

6.3.1	Dynamique d'imprégnation . . . . .	124
6.3.2	Modèle d'imbibition 1D . . . . .	125
6.4	Étude expérimentale du front stationnaire . . . . .	128
6.4.1	Morphologie du front d'imprégnation . . . . .	128
6.4.2	Effet de la mouillabilité des grains . . . . .	130
6.5	Modélisation théorique du front stationnaire . . . . .	131
6.5.1	Équation de Forchheimer . . . . .	132
6.5.2	Profil du front d'imbibition . . . . .	132
6.5.3	Validation du modèle : Imbibition horizontale sous immersion . . . . .	133
6.5.4	Confrontation du modèle à la forme des fronts 2D expérimentaux . . . . .	136
6.5.5	Origine et évolution de la profondeur d'imprégnation $h_0$ . . . . .	137
6.6	Simulation numérique du profil d'imprégnation en régime stationnaire . . . . .	139
6.6.1	Principe de la méthode numérique . . . . .	139
6.6.2	Grains non-mouillants - $\tilde{p}_c = 0$ . . . . .	141
6.6.3	Grains mouillants - $\tilde{p}_c > 0$ . . . . .	144
6.6.4	Conclusion et récapitulatif . . . . .	146
6.7	Du matériau poreux modèle au jet granulaire dense . . . . .	147
6.7.1	Jet libre et jet confiné . . . . .	147
6.7.2	Sélection de la vitesse de vidange . . . . .	150
6.7.3	Influence de la mouillabilité des grains . . . . .	153
6.8	Conclusion . . . . .	154
<b>7</b>	<b>Conclusions et perspectives</b> . . . . .	<b>159</b>
7.1	Principaux résultats . . . . .	159
7.1.1	Dynamique et mécanismes de croissance par accréation . . . . .	159
7.1.2	Effets du cisaillement sur la structure et la croissance des agrégats . . . . .	160
7.1.3	Morphologie des fronts d'imprégnation . . . . .	161
7.2	Limites . . . . .	162
7.2.1	Description locale du mécanisme de capture . . . . .	162
7.2.2	Interaction hydrodynamique du jet granulaire avec le bain liquide . . . . .	162
7.3	Travaux en cours et perspectives . . . . .	163
7.3.1	Transport de liquide dans des matériaux granulaire en mouvement . . . . .	163
7.3.2	Mélange dans les matériaux granulaires hétérogènes . . . . .	166
7.4	Conclusion générale . . . . .	170
	<b>Bibliographie</b> . . . . .	<b>171</b>



# Avant-propos

## Introduction générale

L'omniprésence des matériaux granulaires est évidente, tant dans la nature que dans l'industrie ou dans notre vie quotidienne. Ce type de matériaux englobe toute matière se présentant sous la forme d'une assemblée de grains dont l'échelle de taille s'étend de la dizaine de microns pour les poudres à plusieurs mètres pour les blocs rocheux sur les flancs des montagnes, en passant par les grains de sable de taille millimétrique. En fonction de leur taille, de leur forme, de leur état de surface, les interactions entre les grains et le fluide ambiant sont différentes, entraînant une phénoménologie très riche.

Les domaines industriels recourant aux matériaux granulaires sont nombreux, aussi bien pour le transport des matières premières, que pour leur stockage ou leur transformation. Les industries agro-alimentaire, pharmaceutique ou du bâtiment sont ainsi de gros consommateurs de matériaux sous forme de grains. Dans la nature, les structures rocheuses, les dunes et autres lits sédimentaires sont autant d'exemples de structures naturelles décrites comme des matériaux granulaires. La compréhension du comportement de ces matériaux présente donc un intérêt applicatif certain mais également fondamental en raison des phénomènes originaux qui résultent de la physique des grains. En fonction des sollicitations qui lui sont soumises, un matériau granulaire pourra en effet être solide, liquide ou gazeux. Les transitions entre ces différents comportements constituent encore aujourd'hui un champ de recherche actif, tout comme la détermination de lois constitutives génériques.

La physique déjà riche des matériaux granulaires secs prend une dimension supplémentaire lorsqu'on y ajoute du liquide, que ce soit à travers une humidité ambiante ou par l'incorporation de celui-ci en vue d'effectuer un mélange. Cette problématique des matériaux granulaires humides connaît un intérêt croissant depuis une quinzaine d'années, motivées par d'importants enjeux applicatifs. Les matériaux de construction, comme les plâtres, les ciments ou les mortiers requièrent par exemple de mélanger une préparation granulaire initialement sèche à un liquide pour obtenir le matériau final. L'apport de liquide modifie fortement les propriétés des matériaux granulaires en apportant de la cohésion entre les grains. Cette modification des interactions inter-grains se traduit par un changement de comportement global du matériau granulaire, qui peut être un frein au mélange. L'objectif étant d'aboutir à une préparation homogène, la réalisation d'un mélange efficace est indispensable pour que le matériau final ait les propriétés désirées.

L'homogénéisation d'un mélange granulaire à partir de deux phases distinctes, les grains secs d'un côté, le liquide de l'autre, impliquent donc des échanges entre celles-ci. Le travail réalisé au cours de cette thèse vise à comprendre les mécanismes d'échanges mis en œuvre entre des hétérogénéités granulaires plus ou moins riches en liquide, lors d'un mélange. Cette problématique du mélange entre un matériau granulaire et un liquide a été étudiée par une approche expérimentale consistant à isoler certains phénomènes dans des expériences modèles pour les comprendre et les modéliser.



## Plan du manuscrit

Le manuscrit de thèse se divise en trois parties : la première introduit le contexte scientifique et les méthodes utilisées dans la thèse et les deux suivantes sont consacrées aux mécanismes d'échanges entre un écoulement granulaire initialement sec et liquide, à savoir l'accrétion granulaire puis l'imprégnation dans les écoulements de grains.

Le chapitre 1 livrera un panorama des connaissances actuelles sur les matériaux granulaires humides homogènes, les dynamiques de transport de liquide observées dans les empilements de grains et la dynamique des matériaux granulaires humides. En gardant comme fil conducteur la problématique du mélange granulaire, nous définirons plusieurs concepts utilisés tout au long de la thèse. Dans un souci de précision ou contextualisation, certains points seront évoqués même s'ils ne seront pas repris dans la suite de la thèse. À l'issue de ce chapitre, nous définirons la problématique de thèse et la stratégie employée pour la traiter. Le chapitre 2 détaillera ensuite les principales méthodes expérimentales utilisées tout au long de la thèse afin de caractériser les grains ou les empilements granulaires.

La seconde partie de la thèse sera dédiée au phénomène d'accrétion granulaire. Le chapitre 3 s'intéressera à la dynamique d'accrétion granulaire en régime dilué, permettant d'identifier les mécanismes de croissance d'un agrégat humide et les dynamiques associées. Les phénomènes physiques à l'origine de la capture des grains seront discutés et l'influence des propriétés cinétiques et physico-chimiques des grains et du liquide sera également étudié. Dans le chapitre 4, nous examinerons une configuration d'accrétion sous écoulement granulaire dense cisailé permettant de relier la dynamique d'accrétion aux propriétés d'écoulement des grains et de proposer une loi d'accrétion. Enfin, le chapitre 5 élargira notre étude en s'intéressant à l'évolution d'un agrégat saturé libre, dans un écoulement granulaire en tambour tournant.

La troisième et dernière partie se focalisera sur l'imprégnation dans des matériaux granulaires en écoulement, et plus précisément à l'impact de la dynamique granulaire sur le transport de liquide. Le chapitre 6 présentera l'étude de l'imprégnation dans les jets granulaires denses. Le problème sera traité en modélisant dans un premier temps l'interaction du jet avec le liquide comme celui d'un matériau poreux en translation dans un liquide. Cette modélisation expérimentale permettra d'étudier la morphologie du front d'imprégnation, caractérisant l'entraînement d'air par le matériau granulaire, et de le modéliser à la fois théoriquement et numériquement. Les résultats seront ensuite confrontés à la problématique initiale du jet granulaire entrant dans un liquide.

Les conclusions et les résultats marquants de cette thèse feront enfin l'objet du chapitre 7 qui ponctuera ce manuscrit. Les perspectives de ce travail seront également exposées au travers de plusieurs pistes et sujets d'études, pour certains déjà débutés au cours de cette thèse, et pour lesquels des résultats préliminaires seront rapportés.

# Chapitre 1

## Introduction

### Sommaire du chapitre

---

<b>1.1</b>	<b>Mélange granulaire humide</b>	<b>2</b>
1.1.1	Applications industrielles	2
1.1.2	Phénomènes naturels	4
<b>1.2</b>	<b>Propriétés des matériaux granulaires humides</b>	<b>5</b>
1.2.1	Colloïdes, poudres et grains : une histoire d'échelle	5
1.2.2	Cohésion capillaire	8
1.2.3	Structure d'un matériau granulaire humide	10
1.2.4	Propriétés mécaniques en statique	15
1.2.5	Rhéologie des écoulements granulaires humides	16
<b>1.3</b>	<b>Transport de liquide dans un matériau granulaire statique</b>	<b>22</b>
1.3.1	Transport liquide en milieux poreux	22
1.3.2	Ascension capillaire dans un empilement granulaire	24
1.3.3	Piégeage de la ligne de contact	26
1.3.4	Mouillabilité des poudres et des grains	27
<b>1.4</b>	<b>Dynamique des matériaux granulaires humides hétérogènes</b>	<b>28</b>
1.4.1	Cinétique de mélange	28
1.4.2	Matériaux granulaires humides sous vibrations	30
1.4.3	Interactions granulaires hétérogènes	32
<b>1.5</b>	<b>Problématique de la thèse</b>	<b>37</b>

---

Dans ce chapitre, nous donnons un aperçu du contexte scientifique dans lequel s'inscrit ce travail de thèse. Dans un premier temps, nous évoquons différentes situations de mélange entre un matériau granulaire et un liquide, tirées à la fois de problématiques industrielles et géophysiques. Par la suite, nous rappelons les principales propriétés des matériaux granulaires en se focalisant sur les matériaux homogènes, c'est-à-dire pour lesquels le liquide est uniformément réparti dans la matrice granulaire. Nous traitons ensuite de la problématique du transport de liquide dans les matériaux granulaires statiques. Un intérêt particulier sera porté aux outils de modélisation utilisés pour décrire ce type d'écoulement mais également au rôle joué par les effets capillaires. Enfin, nous abordons des situations dynamiques mettant en jeu des matériaux granulaires humides hétérogènes, dont la distribution de liquide n'est plus uniforme spatialement. Ces hétérogénéités entraînent des différences de répartition du liquide au sein du réseau granulaire, pouvant engendrer des phénomènes interfaciaux divers en fonction de la quantité de liquide disponible. Cela nous permet finalement de cibler la problématique de la thèse centrée autour de l'interaction entre un matériau granulaire en écoulement et un liquide.

## 1.1 Mélange granulaire humide

Quiconque a déjà préparé une pâte à crêpes ou une sauce béchamel a été confronté au problème du mélange d'un liquide, en l'occurrence le lait, avec une poudre, ici la farine. Cet exemple, bien qu'ordinaire, permet de cerner rapidement toutes les problématiques liées à ce type de mélange. L'objectif est d'obtenir une pâte lisse et homogène, le plus rapidement possible et avec le moins d'efforts. L'apparition de grumeaux, des agrégats de farine encore secs, dispersés dans le lait, constitue le principal écueil à éviter, en ajoutant progressivement le lait et en mélangeant le tout énergiquement.

Mais la cuisine est loin d'être le seul domaine où des mélanges entre un milieu granulaire et un liquide sont réalisés. Ces phénomènes d'incorporation de liquide dans des matériaux dispersés sont primordiaux dans de nombreuses applications industrielles et phénomènes naturels. On estime par exemple que 50 % des produits vendus dans le monde utilisent des matériaux sous forme de grains, faisant des matériaux granulaires le second type de matériau le plus utilisé dans l'industrie après l'eau [1, 2]. Les principaux domaines d'activité sont l'extraction minière, le génie civil [3, 4], l'agroalimentaire [5], l'industrie chimique et pharmaceutique [6] ainsi que l'industrie verrière qui utilisent des matières premières ou finales granulaires [7]. Le travail effectué dans cette thèse est motivé initialement par des problématiques tirées des procédés de mélanges rencontrés chez Saint-Gobain pour la fabrication de matériaux de construction. Dans la suite, nous détaillons quelques procédés comme l'hydratation du plâtre ou la préparation des mortiers. Puis, dans un second temps, nous évoquons des phénomènes naturels et environnementaux qui résultent également de la physique du mélange dans les matériaux granulaires humides.

### 1.1.1 Applications industrielles

La préparation de nombreux matériaux de construction nécessite de mélanger un matériau granulaire initialement sec avec du liquide. Cette base sèche est très souvent complexe, tant par la gamme granulométrique qu'elle couvre (de 10  $\mu\text{m}$  à 1 cm) que par les propriétés physico-chimiques des grains qui la composent. Par ailleurs, la mise en contact de certains grains avec du liquide peut induire des réactions chimiques, qui modifient encore davantage la cinétique du mélange (en changeant la température, la viscosité, la tension de surface, etc ...). La Fig. 1.1 illustre divers exemples de matériaux, de construction et autres, pouvant être mélangés avec des liquides.

On peut dégager plusieurs problématiques liées au mélange dans les matériaux de construction. La première concerne le temps et l'énergie nécessaires pour obtenir un mélange homogène, conséquence de la difficulté inhérente de tout mélange. Cette question se pose pour les matériaux d'usage quotidien, pour lesquels une préparation rapide et facile est essentielle pour l'utilisateur. On peut notamment citer l'exemple du mortier utilisé, une fois mélangé à l'eau, comme colle pour la pose de carrelage. Ce mortier est un mélange de liants hydrauliques (ciments), de charges minérales inertes (sable et filler) et d'additifs (organiques ou inorganiques). Ces derniers peuvent apporter des propriétés nouvelles aux matériaux comme de la flexibilité avec du latex, de l'imperméabilité avec des charges hydrophobes ou de la légèreté avec les charges allégeantes (particules expansées ou poreuses). En ajoutant des granulats à la base ciment/sable ainsi que quelques adjuvants (accélérateur et retardateur de prise par exemple) et de l'eau, on obtient un béton de ciment, aux propriétés mécaniques bien supérieures, et qui constitue aujourd'hui l'un des matériaux de construction le plus utilisé dans le monde.

La seconde problématique est d'ordre économique et environnemental afin de réduire la consommation d'eau lors du mélange. Cette problématique est par exemple au cœur de la réflexion sur les modes de production des plaques de plâtre, autre matériau primordial aujourd'hui pour la construction et l'aménagement. En réalité, ce que l'on appelle plaque de plâtre est une plaque de gypse. Pour mettre en forme un tel matériau, du gypse, dihydrate de sulfate de calcium  $\text{CaSO}_4$ .



Fig. 1.1 Divers exemples de matériaux issus d'un procédé de mélange entre un matériau granulaire et un liquide : (a) Poudre de gypse après broyage, carrière de Cormeilles-en-Parisis, France. (b) Granulation humide de poudres en industrie pharmaceutique. (c) Mélangeur de la ligne de fabrication de plaques de plâtre (Placoplatre, Vaujours). (d) Abrasifs agglomérés (Saint-Gobain Abrasives). (e) Colle à carrelage (Weber). (f) Béton frais en cours d'étalement.



Fig. 1.2 (a) Glissement de terrain après des pluies diluviennes aux Philippines, août 2015. (b) Effondrement d'une falaise à Douvres, Angleterre, mars 2012. Selon les géologues, l'effondrement aurait été causé par l'érosion de la falaise par l'eau de pluie s'écoulant dans des fissures.

$2\text{H}_2\text{O}$ , est extrait des carrières, broyé et calciné afin de générer l'hémihydrate de sulfate de calcium  $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ , appelé aussi communément plâtre. Ce dernier étant très soluble dans l'eau, il reprécipite sous forme d'aiguilles de gypse enchevêtrées, qui assurent la cohésion du cœur des plaques. Industriellement, le mélange de la poudre avec l'eau et les additifs est réalisé dans un mélangeur à haut taux de cisaillement, en quelques secondes, avant que la suspension ne soit répartie entre deux feuilles de papier. La phase de mélange est essentielle pour induire une bonne réactivité du plâtre afin que l'hydratation puisse s'achever en quelques minutes. Une fois cette hydratation terminée, les plaques passent dans des sècheurs afin d'évaporer l'excédent d'eau introduit lors du mélange, pour permettre une bonne fluidité de la suspension. Ce procédé est très énergivore puisqu'il nécessite d'introduire plus d'eau que nécessaire pour l'hydratation, eau qui doit être évaporée dans un deuxième temps. On comprend alors bien l'intérêt de mieux maîtriser la phase de mélange pour réduire la quantité d'eau nécessaire.

La dernière problématique concerne les mélanges en présence de peu de liquide, pour lesquels l'homogénéité peut être particulièrement délicate. La mise en forme de certains matériaux composites requiert en effet des étapes de mélanges de grains avec du liquide en petites quantités, qui doit être dispersé dans la matrice granulaire. C'est le cas par exemple des abrasifs dit agglomérés, obtenus en mélangeant des particules abrasives à un liant liquide avant d'être cuits pour réticuler les liants qui assurent des jonctions physiques entre les particules. De la même manière, les grains agglomérés, appelés granules, sont produits par granulation humide de poudres en incorporant une petite quantité de liquide dans un centrifugeur, entraînant l'agglomération des particules. Cette méthode est beaucoup utilisée dans l'industrie pharmaceutique pour fabriquer des comprimés, en chimie pour la mise au point de catalyseurs solides ou dans la construction pour produire des revêtements de toit.

L'incorporation de liquide dans les matériaux granulaires constitue donc une étape fondamentale dans de nombreux procédés industriels. Une meilleure maîtrise de cette problématique peut se traduire par des gains de rentabilité et d'efficacité considérables. Nous allons voir maintenant que cette physique intervient également dans plusieurs phénomènes naturels.

### 1.1.2 Phénomènes naturels

Quand on parle de sable humide, on pense souvent aux châteaux de sable que l'on peut réaliser sur le bord de la plage. Mais en trop grande quantité, le liquide perd ses propriétés cohésives et peut déstabiliser le matériau granulaire. La Fig. 1.2 (a) en est une tragique illustration puisqu'il s'agit d'une photographie prise après un glissement de terrain détrempé aux Philippines en 2015.

Le sol s'est complètement liquéfié après que des pluies diluviennes se sont abattues sur la région. La brutalité et la soudaineté de cet événement révèlent le caractère "à seuil" de ce genre de phénomène qui se déclenche à la manière d'un changement de phase discontinue [8]. Cet exemple soulève toutes les problématiques liées à l'incorporation de liquide dans des sols granulaires, à savoir l'infiltration du fluide au sein du sous-sol [9, 10, 11], la déstabilisation du sol humide et la mise en écoulement du matériau après déstabilisation [12]. Des travaux de grande ampleur sont actuellement menés sur ces sujets, d'une importance cruciale pour la prévention des risques naturels pour les vies et les installations humaines [13].

La génération de vagues ou de tsunamis par l'effondrement d'une falaise dans une mer ou un lac [voir Fig. 1.2 (b)] est un autre phénomène naturel, résultant de l'interaction d'un matériau granulaire en écoulement et d'un liquide, qui suscite un intérêt particulier des géophysiciens. Bien que la majorité des tsunamis sont la conséquence d'une activité sismique océanique (dans les océans Indien et Pacifique notamment), certains tsunamis ont été observés dans des zones ne présentant pas de risques sismiques. Les géologues se sont en particulier intéressés à un tsunami ayant eu lieu en 563 dans le lac Genève à la suite de l'effondrement d'une falaise [14]. De tels événements sont rares mais constituent une menace réelle pour les zones côtières toujours plus urbanisées et plus peuplées. Plusieurs travaux expérimentaux se sont penchés sur la génération de vagues par l'effondrement d'un matériau granulaire [15, 16, 17] et récemment des modèles théoriques ont tenté de décrire le transfert d'énergie entre les grains et le liquide afin de prédire la taille de la vague [18, 19]. Cependant, la compréhension de l'interaction liquide/grains lors de l'immersion reste mal comprise, et en particulier la transition entre les grains secs et les grains immergés.

Les matériaux granulaires humides constituent donc un sujet d'étude particulièrement intéressant pour les applications industrielles et géophysiques. Dans la suite, nous faisons une revue des connaissances sur les matériaux granulaires humides homogènes, de l'échelle du grain à celle de l'empilement statique ou de l'écoulement.

## 1.2 Propriétés des matériaux granulaires humides

### 1.2.1 Colloïdes, poudres et grains : une histoire d'échelle

On désigne généralement les matériaux granulaires comme une assemblée de particules solides macroscopiques de taille typiquement supérieure à 100  $\mu\text{m}$ . Cette limite de taille est basée sur les interactions qui prédominent entre les particules. Les particules étant soumises à la gravité, les forces inter-particules sont comparées au poids de celles-ci. On distingue de fait plusieurs limites de tailles définissant trois catégories de milieux dispersés : les colloïdes, les poudres et les grains (Fig. 1.3). Dans la suite, nous proposons un tour d'horizon des différentes forces pouvant s'appliquer et des échelles auxquelles les grains y sont sensibles.

Les échelles submicroniques (entre 1 nm et 1  $\mu\text{m}$ ) sont dominées par l'agitation thermique [20]. On se trouve alors dans le monde des colloïdes où le mouvement des particules suit une dynamique brownienne. On peut s'en convaincre en comparant les énergies mises en jeu pour une particule de rayon  $r_g$  et de densité  $\rho_g$  placée dans le champ de pesanteur à une température de  $T = 300$  K. Dans ce cas, l'énergie thermique vaut  $E_{th} = (3/2)k_B T$  où  $k_B = 1,38.10^{-23}$  m<sup>2</sup> kg s<sup>-2</sup> K<sup>-1</sup> est la constante de Boltzmann. En considérant l'énergie potentielle associée à un déplacement vertical de l'ordre de la particule, on peut écrire  $E_p = (8\pi/3)\rho_g g r_g^4$ . En égalisant ces énergies, on définit un diamètre critique en dessous de laquelle les effets thermiques prédominent :

$$r_{th} = \left( \frac{9k_B T}{16\pi\rho_g g} \right)^{1/4} \simeq 0,4 \mu\text{m} \quad (1.2.1)$$

pour une particule de verre de densité  $\rho_g = 2500$  kg.m<sup>-3</sup>, ce qui correspond bien à la frontière du domaine colloïdal mentionnée précédemment.

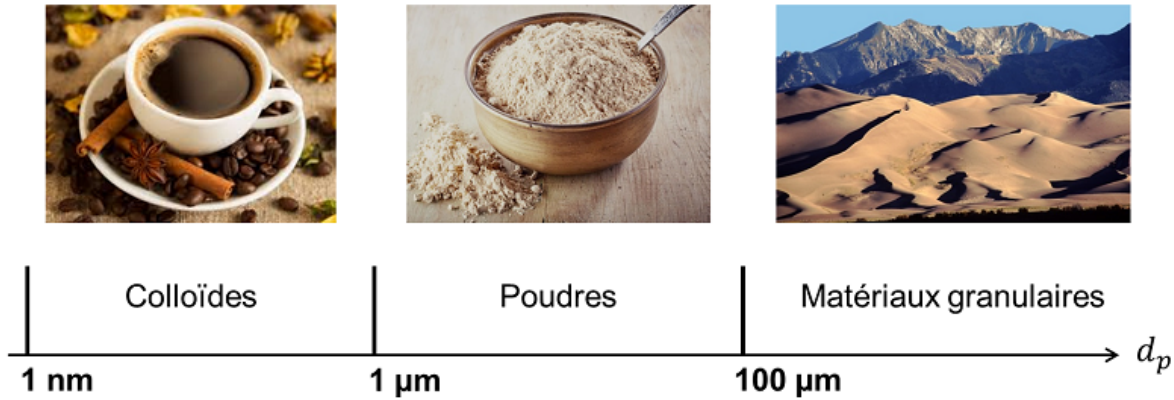


Fig. 1.3 Classification des matériaux particulaires en fonction de la taille des particules : colloïdes (café), poudres (farines) et matériaux granulaires (dune de sable, Colorado, USA).

Les particules micrométriques (entre 1 µm et 100 µm) sont appelées poudres. Dans cette gamme de taille, les interactions de Van der Waals et l'air environnant jouent des rôles prépondérants dans la dynamique des particules. Les forces de Van der Waals sont des interactions attractives d'origine électrostatique et de faible intensité s'exerçant entre les atomes ou les molécules. De par leur origine atomique, elles sont de courte portée. On peut montrer que la force de Van der Waals entre deux sphères macroscopiques de rayon  $r_g$ , placées dans le vide, et dont les surfaces sont séparées d'une distance  $s$  s'écrit [21] :

$$F_{vdW} = \frac{\mathcal{A}r_g}{12s^2}, \quad (1.2.2)$$

où  $\mathcal{A}$  est la constante de Hamaker. Une valeur typique de la constante de Hamaker entre deux solides dans le vide est  $\mathcal{A} \simeq 10^{-19}$  J et la distance  $s$  sera souvent prise égale à la rugosité  $\delta$  de la surface. Une estimation raisonnable de la rugosité des billes est  $\delta = r_g/100$ . On compare donc la force de Van der Waals au poids de la particule, ce qui conduit au rayon critique :

$$r_{vdW} = \left( \frac{100\mathcal{A}}{16\pi\rho_g g} \right)^{1/4} \simeq 5,3 \text{ µm} \quad (1.2.3)$$

pour une bille de verre de densité  $\rho_g = 2500 \text{ kg m}^{-3}$ . Ceci confirme la simplification communément admise qui consiste à négliger l'effet des forces de Van der Waals au-delà de la centaine de micromètres [8]. Cependant, la limite de 100 µm définissant la frontière entre poudres et grains ne provient pas de prise en compte des forces de Van der Waals mais de la volatilité des particules. Pour l'estimer, il est nécessaire de considérer l'interaction entre le fluide environnant et les particules. Cette interaction dépend bien entendu du fluide considéré et nous nous focalisons ici sur le cas de l'air pour les poudres sèches. La dynamique des particules dépend du régime d'écoulement étudié. Considérons une particule de diamètre  $d_p$  se déplaçant à vitesse constante  $u_p$  dans un fluide immobile, ici de l'air, de densité  $\rho = 1 \text{ kg.m}^{-3}$  et de viscosité dynamique  $\eta = 10^{-5} \text{ Pa.s}^{-1}$ . On définit le nombre de Reynolds particulaire  $Re_p$  qui compare les effets inertiels aux effets visqueux :

$$Re_p = \frac{\rho u_p d_p}{\eta} = \frac{u_p d_p}{\nu}, \quad (1.2.4)$$

où  $\nu$  est la viscosité cinématique du fluide. Pour des vitesses typiques de 0,1 à 10 m.s<sup>-1</sup>, le nombre de Reynolds est faible ( $Re_p \leq 1$ ) et les effets visqueux prédominent entre la particule et le fluide. En assimilant la particule à une sphère, on peut écrire la force de traînée visqueuse exercée par l'air sur la particule, appelée traînée de Stokes, comme :  $F_{Stokes} = 3\pi\eta d_p u_p$ . Cette force de traînée

doit être comparée au poids de la particule  $F_g = (\pi/6)d_g^3\rho_g g$ . L'égalité de ces deux forces conduit à un diamètre en deçà duquel la friction visqueuse du fluide environnant devient supérieure au poids :

$$d_{Stokes} = \left[ 18 \left( \frac{\rho}{\rho_g} \right) \frac{\nu^2}{g} Re_p \right]^{1/3}. \quad (1.2.5)$$

À la limite visqueuse ( $Re_p = 1$ ), ce qui correspond à des vitesses de l'ordre de  $1 \text{ m.s}^{-1}$  pour une bille de verre dans l'air, ce diamètre critique vaut alors  $d_{Stokes} \simeq 40 \text{ }\mu\text{m}$ , bien inférieur à la limite de volatilité observée expérimentalement. Pour retrouver cette taille critique, il est nécessaire de considérer l'effet collectif des grains dans le couplage avec le fluide et non pas seulement un grain isolé. Pour ceci, on écrit la force de friction visqueuse comme une force de Darcy exercée sur le milieu poreux constitué par l'assemblée de grains :  $F_{Darcy} \sim (\eta/k)u_p d_g^3$  où  $k$  est la perméabilité du milieu poreux. Cette perméabilité peut être estimée par la formule de Carman-Kozeny [22] :

$$k = \frac{d_g^2}{180} \frac{(1-\phi)^3}{\phi^2}, \quad (1.2.6)$$

où  $\phi$  est la compacité du matériau poreux, de l'ordre de 0,6 pour un matériau granulaire non compacté. En remplaçant la force de Stokes par la force de Darcy dans le calcul précédent, on définit un nouveau diamètre critique de volatilité des particules :

$$d_{Darcy} \simeq \left[ \frac{180\nu^2}{g} \frac{\phi^2}{(1-\phi)^3} \left( \frac{\rho}{\rho_g} \right) Re_p \right]^{1/3} \simeq 160 \text{ }\mu\text{m} \quad (1.2.7)$$

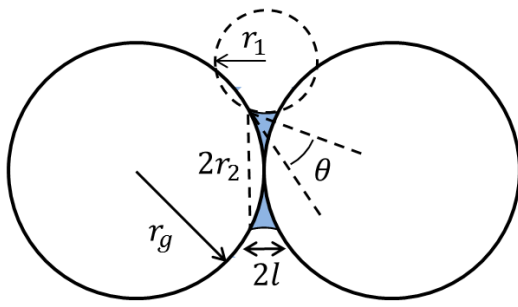
pour des billes de verre dans l'air dans la limite visqueuse ( $Re_p = 1$ ). On retrouve ainsi la limite connue de volatilité des poudres de  $100 \text{ }\mu\text{m}$  au-dessus de laquelle les effets de l'air sont négligeables par rapport au poids des grains.

Bien au-dessus de la centaine de micromètres, les grains ne sont donc plus soumis qu'à leur propre poids et interagissent entre eux par contacts frictionnels [1]. Un matériau granulaire sec, c'est-à-dire avec de l'air comme fluide environnant, est donc dépourvu de cohésion. Néanmoins, d'autres interactions peuvent s'ajouter aux interactions de contact. En atmosphère sèche, les forces électrostatiques générées par l'arrachement des charges de surface en raison des frottements peuvent modifier significativement le comportement des grains. Ce phénomène de *tribocharging* est difficile à quantifier mais est suffisant pour faire léviter des grains de sable ou des billes de verre de quelques centaines de micromètres si aucune précaution n'est prise [1, 23]. De même, l'ajout de liquide, issu de la condensation de l'humidité ambiante ou apportée sous forme de gouttes, modifie grandement les propriétés des matériaux granulaires [24]. En raison de sa tension de surface  $\gamma$ , le liquide est associé, au contact des grains, à une énergie interfaciale de l'ordre de  $\gamma\pi r_p^2$ . Cette énergie peut à nouveau être comparée à l'énergie potentielle de pesanteur, ce qui permet de définir un rayon capillaire :

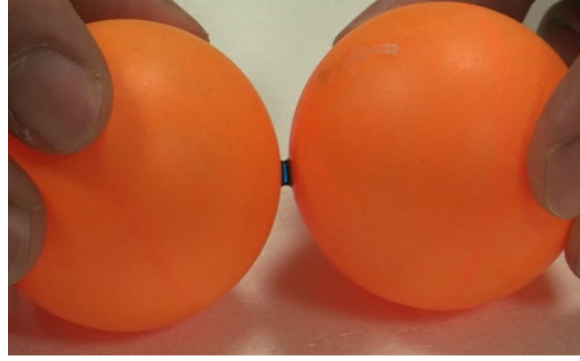
$$r_{cap} = \sqrt{\frac{3\gamma}{8\rho_p g}}. \quad (1.2.8)$$

La tension de surface de la plupart des liquides se situe entre  $20$  et  $60 \text{ mN.m}^{-1}$  et celle de l'eau monte à  $72 \text{ mN.m}^{-1}$ . Le rayon capillaire, pour des billes de verre avec de l'eau, est donc de l'ordre de  $1 \text{ mm}$ . Cette estimation montre que la cohésion capillaire s'étend largement dans le domaine des matériaux granulaires et que son effet sur des particules submillimétriques peut être très grand devant le poids des particules. Dans la suite, nous abordons en détail les propriétés des matériaux granulaires humides, soumis à ces effets de cohésion capillaire.





(a)



(b)

Fig. 1.4 (a) Schéma d'un pont capillaire entre deux grains lisses. (b) Pont capillaire entre deux balles de tennis de table (E=M6, 2018).

### 1.2.2 Cohésion capillaire

Quiconque a déjà construit un château de sable au bord de la mer a eu l'occasion d'expérimenter les effets spectaculaires de la cohésion capillaire. En effet, l'apport d'une faible quantité de liquide est suffisant pour profondément changer les propriétés mécaniques d'un matériau granulaire. Ce comportement cohésif résulte de la formation de ponts liquides entre les grains, appelés *ponts capillaires*.

#### Pont capillaire entre deux grains

Considérons le cas le plus simple de deux grains sphériques de rayon  $r_g$  au contact et reliés entre eux par un pont capillaire d'épaisseur  $2l \ll r_g$ , de courbure  $r_1^{-1}$  et de largeur  $2r_2$  comme définis sur la Fig. 1.4(a). On note  $\theta$  l'angle de contact du liquide sur les grains. Cet angle caractérise la qualité du mouillage du liquide sur le solide et peut être relié à la tension de surface par la loi de Young-Dupré [25] :

$$\cos \theta = \frac{\gamma_{SV} - \gamma_{SL}}{\gamma}, \quad (1.2.9)$$

où  $\gamma$ ,  $\gamma_{SV}$  et  $\gamma_{SL}$  sont respectivement la tension de surface liquide/gaz, la tension de surface solide/gaz et la tension de surface solide/liquide. La force attractive exercée par le ménisque peut se décomposer en une force capillaire de ligne, axiale, exercée le long du périmètre du pont capillaire, et une force de cohésion capillaire reliée à la dépression capillaire  $\Delta P$  à l'intérieur du pont [26, 27] :

$$F_{pont} = 2\pi r_2 \gamma \sin \theta + \pi r_2^2 \Delta P. \quad (1.2.10)$$

La différence de pression  $\Delta P$  est reliée à la courbure locale des ménisques par la loi de Young-Laplace [25] et donne :

$$\Delta P = \gamma \left( \frac{1}{r_1} - \frac{1}{r_2} \right) \quad (1.2.11)$$

Dans l'hypothèse d'un pont d'épaisseur faible devant le rayon des grains ( $2l \ll r_g$ ), le rayon de courbure  $r_1$  est très petit devant la demi-largeur du pont  $r_2$ , de sorte que  $\Delta P \sim \gamma/r_1$ . Par conséquent, la force capillaire de ligne devient négligeable par rapport à la force capillaire du ménisque en dépression :  $F_{pont} \simeq F_{cap} = \pi r_2^2 \Delta P$ . Puis, par de simples arguments géométriques, on peut écrire que  $l \simeq r_1 \cos \theta$  et  $r_2^2 \simeq 2lr_g$ . La force de cohésion due à la capillarité entre deux sphères au contact s'écrit donc :

$$F_{cap} = 2\pi \gamma r_g \cos \theta, \quad (1.2.12)$$

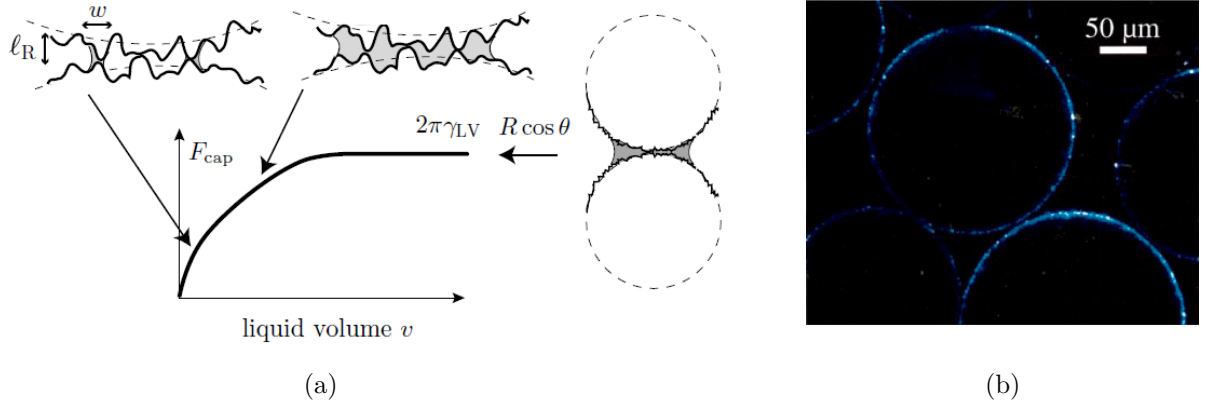


Fig. 1.5 (a) Évolution de la force capillaire entre deux sphères rugueuses en fonction de la quantité de liquide. Tirée de [2] et adaptée de [36]. (b) Visualisation par microscopie à fluorescence d'eau colorée présente dans la rugosité à la surface de grains ( $W = 2,1 \times 10^{-4}$ ) plongés dans du DMSO, tiré de [37].

qui généralise le résultat proposé par Fisher & Israelachvili [28] pour une sphère et un plan. De façon surprenante, dans ce régime de pont capillaire peu épais, la force capillaire ne dépend donc pas du volume de liquide présent entre les grains au contact.

De nombreux travaux ont été menés pour généraliser l'expression de la force capillaire pour des sphères séparées d'une distance  $2s$  et pour des formes de ménisques quelconques [29, 30, 31, 32, 26, 33, 34, 35]. La plupart des études théoriques font l'hypothèse de grains monodisperses reliés entre eux par un pont capillaire de forme toroïdale. Les travaux de Willett *et al.* [34] ont par ailleurs permis de comparer les données théoriques et numériques à des expériences mesurant l'évolution de la force capillaire en fonction de la distance  $2s$  entre les grains. La force capillaire décroît rapidement avec la distance  $s$  et peut s'écrire de manière approchée :

$$F_{cap} = \frac{2\pi\gamma r_g \cos \theta}{1 + 1,05 \hat{s} + 2,5 \hat{s}^2}, \quad (1.2.13)$$

avec  $\hat{s} = s\sqrt{r_g/V}$  où  $V$  est le volume du pont capillaire. D'autres expressions existent pour décrire la dépendance de la force capillaire avec l'écartement [26, 28, 31] mais ne seront pas utilisées et donc pas détaillées ici. Les auteurs ont également démontré que la longueur critique  $s_c$  d'un pont capillaire, au-delà de laquelle le pont se rompt, s'écrit :

$$\tilde{s}_c = \left(1 + \frac{\theta}{2}\right) (\tilde{V}^{1/3} + 0.1 \tilde{V}^{2/3}), \quad (1.2.14)$$

où  $\tilde{s}_c = s_c/r_g$  et  $\tilde{V} = V/r_g^3$ . En première approximation, on peut dire qu'un pont capillaire se rompt à une distance  $s_c \simeq V^{1/3}$ .

### Rôle de la rugosité

L'expression de la force capillaire détaillée précédemment est établie pour deux sphères parfaitement lisses reliées par un pont capillaire. En conséquence, son expression est indépendante de la quantité de liquide, alors même que les mesures expérimentales montrent une dépendance de la force capillaire avec la fraction liquide [Fig. 1.5(a)]. Ce paradoxe s'explique par la présence de rugosités à la surface des grains, de l'ordre de quelques micromètres, qui modifient fortement la disposition du liquide à l'interface des grains et que nous détaillons ici [Fig. 1.5(b)].

Halsey & Levine [36] ont identifié trois régimes pour l'expression de la force capillaire entre deux grains rugueux en fonction du volume de liquide  $V$  contenu dans le pont capillaire, de la hauteur typique de la rugosité  $\delta$  (typiquement quelques micromètres) et de la longueur de corrélation  $w$  [Fig. 1.5(a)]. Pour de très petits volumes de liquide  $V < \delta w^2$ , des micro-ponts capillaires se forment uniquement entre les plus proches aspérités des grains. Dans ce régime, la force capillaire augmente donc fortement avec le volume de liquide qui se traduit par une multiplication des micro-ponts liquides. Pour des volumes intermédiaires  $\delta w^2 < V < \delta r_g$ , l'ensemble des micro-ponts fusionnent pour former un pont capillaire unique dont la hauteur reste fixée par la taille des rugosités  $h \sim \delta$ . Dans ce régime, la force capillaire augmente toujours avec le volume mais la dépendance est plus faible. Enfin, pour des volumes de liquide plus importants  $V > \delta^2 r_g$ , la hauteur du pont capillaire ne dépend plus de la rugosité mais du rayon des grains  $r_g$  en conservant le volume. L'expression établie précédemment pour des particules lisses redevient donc valable dans ce régime. Pour un grain de 300  $\mu\text{m}$  de diamètre présentant une rugosité de 5  $\mu\text{m}$ , le volume critique de nucléation d'un pont inter-grains vaut alors  $4.10^{-9}$  mL.

On peut noter que la rugosité des particules va également modifier le comportement de grains placés dans une atmosphère humide. Le liquide a alors tendance à se condenser dans la rugosité des grains. On peut ainsi montrer que la condensation capillaire s'opère lorsque la distance entre les rugosités devient de l'ordre de  $2(\gamma_{SV} - \gamma_{SL})/\Delta P$ , où  $\Delta P = n_f k_B T \ln(P_{sat}/P_v)$  est la différence de pression entre l'atmosphère et le ménisque,  $n_f$  est la densité moléculaire du liquide,  $P_{sat}$  est la pression de vapeur saturante et  $P_v$  est la pression partielle de vapeur. En utilisant la loi de Young-Dupré, on détermine ainsi le rayon de nucléation des gouttes de condensation, appelé rayon de Kelvin, permettant la formation de micro-ponts capillaires [38] :

$$r_K = \frac{\gamma}{n_f k_B T \ln(P_{sat}/P_v)}. \quad (1.2.15)$$

Cette condensation capillaire peut être modélisée comme un processus thermiquement activé, induisant un vieillissement lent des propriétés de contact inter-grains [24]

L'apport de liquide engendre donc la formation de ponts capillaires qui exerce une force à l'échelle du grain, indépendante de la quantité de liquide au-delà d'un volume limite lié à la rugosité des grains. L'expression de la force capillaire exercée par le pont permet de déterminer une échelle de force typique appliquée aux grains mouillés dans des situations dynamiques. Néanmoins, l'échelle du grain seul ne suffit pas à décrire le comportement d'un matériau granulaire humide, qui est constitué d'une myriade de grains interagissant les uns avec les autres dans une organisation structurelle que nous allons décrire dans la suite.

### 1.2.3 Structure d'un matériau granulaire humide

On s'intéresse à présent à la répartition du liquide dans un empilement granulaire humide. Ce sujet a fait l'objet de nombreux travaux pour la plupart évoqués dans la revue de Herminghaus [8] et a profité d'importantes avancées durant les dernières décennies, grâce notamment à l'émergence de nouvelles techniques d'imagerie comme la microscopie par fluorescence [37, 39, 40] ou la tomographie par rayons X [41, 42]. Nous détaillons les différentes morphologies prises par le liquide en fonction de la quantité présente dans l'empilement ainsi que les conséquences sur les propriétés cohésives à l'échelle de l'empilement.

#### États de saturation

La répartition du liquide dans un matériau granulaire humide statique et homogène dépend fortement de la quantité de liquide injectée dans l'empilement, que l'on caractérise par la fraction volumique de liquide  $W$  (*liquid content* en anglais). Ce paramètre est défini par le rapport du volume de liquide et du volume total de l'empilement  $W = V_{liq}/V_T$ . On parle aussi parfois de taux

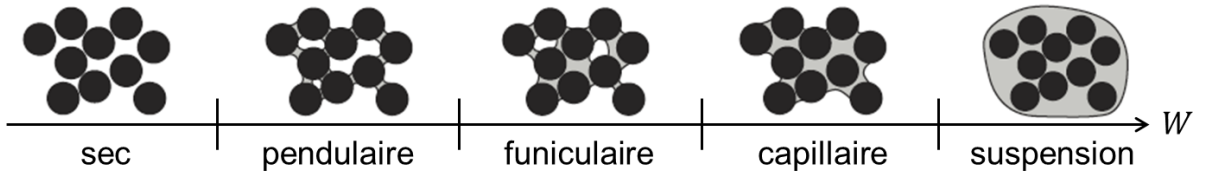


Fig. 1.6 Représentation schématique de la répartition du liquide au sein d'un matériau granulaire humide en fonction du rapport  $W = V_{liq}/V_T$ , adaptée de [27].

de saturation, défini comme le volume de liquide par rapport au volume disponible entre les grains  $S = V_{liq}/V_{pores}$ . Les deux paramètres sont reliés par la relation :

$$W = (1 - \phi)S, \quad (1.2.16)$$

où  $\phi$  est la compacité de l'empilement. On distingue généralement quatre états de saturation en fonction de  $W$  [27] :

- **État pendulaire** : le liquide se distribue au niveau des contacts entre grains et forment un réseau de ponts capillaires qui assurent la cohésion dans le matériau granulaire humide.
- **État funiculaire** : les ponts capillaires relient plusieurs grains entre eux. Certains pores sont complètement saturés tandis que d'autres contiennent encore de l'air.
- **État capillaire** : l'empilement granulaire est complètement saturé mais reste cohésif en raison de la dépression capillaire appliquée par les ménisques liquides à l'interface liquide/air.
- **État suspension** : les grains sont complètement immergés dans un excès de liquide. Les particules sont mobiles les unes par rapport aux autres, les contacts sont lubrifiés et le milieu n'est plus cohésif.

Une schématisation de ces différents régimes est proposée sur la Fig. 1.6, inspirée de la revue de Mitarai & Nori [27]. La technique de microscopie par fluorescence appliquée au matériau granulaire humide permet de visualiser le liquide au sein de l'empilement pour différentes quantités de liquide  $W$ . Des images de microscopie, issues de Møller & Bonn [40], sont présentées sur la Fig. 1.7(a). La méthode consiste à remplacer l'air interstitiel par un second fluide iso-indice permettant d'adapter l'indice de réfraction du milieu ambiant à celui des billes de verre et ainsi de visualiser les ponts liquides dans lesquels un colorant fluorescent a été ajouté. Plus récemment, des images ont été réalisés par tomographie par rayons X, permettant de reconstruire la structure tri-dimensionnelle d'un matériau granulaire humide en jouant sur le contraste d'absorption des rayons X entre les phases liquide, solide et gazeuse. Cette technique, utilisée à plusieurs reprises au cours de la thèse, est expliquée plus en détail dans le chapitre 2. La reconstruction 3D offre de multiples possibilités d'analyses des ponts capillaires en terme de volume et de morphologie comme effectué par Scheel *et al.* [41] et Badetti *et al.* [43] dont sont tirées les images et graphiques de la Fig.1.7(b-d). Ces travaux permettent notamment de mieux définir les valeurs de transition entre les différents états en quantifiant la disparition de ponts capillaires uniques liant deux grains (état capillaire) au profit des clusters reliant plusieurs grains (état funiculaire) jusqu'à la percolation du réseau et la formation d'un cluster unique. Enfin l'état capillaire est atteint lorsque le volume du plus gros cluster est égal au volume total de liquide contenu dans l'empilement [Fig.1.7(d)].

L'évolution de la morphologie du liquide en fonction du taux de saturation et de l'état associé implique que les propriétés cohésives au sein du matériau soient assez différentes. Dans l'état pendulaire, la cohésion résulte essentiellement des connexions entre grains assurées par les ponts capillaires. À l'inverse, dans l'état capillaire, la cohésion provient de la différence de pression entre l'air et le liquide au niveau des ménisques à l'interface liquide/air et qui génère une dépression capillaire, aussi appelé *succion capillaire*, révélée par la courbure des ménisques.

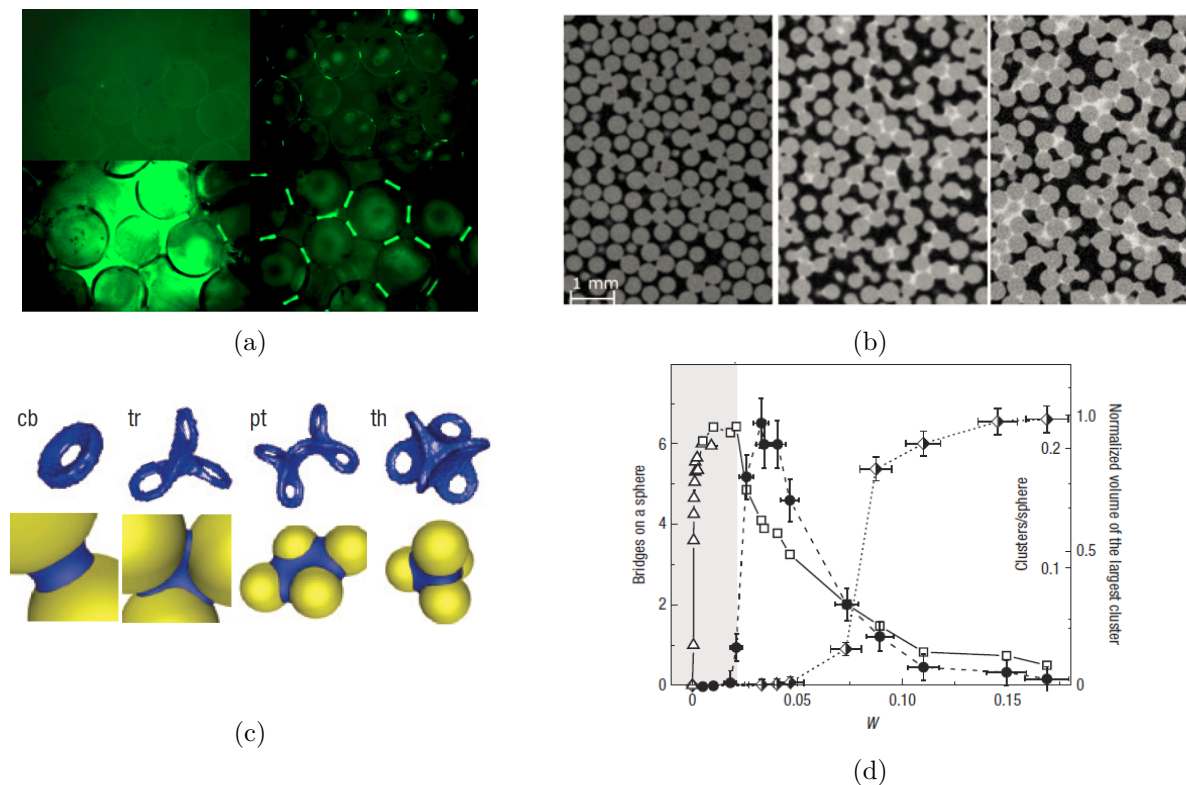


Fig. 1.7 (a) Ponts capillaires entre des billes de verre visualisés par microscopie par fluorescence. images tirées de Møller & Bonn [40]. La fraction volumique en liquide  $W$  est croissante depuis la photo en haut à gauche et dans le sens horaire (0,1 % ; 0,3 % ; 3 % ; 6 %). Les ponts capillaires sont formés d'eau et de fluorescéine dans une huile iso-indice. (b) Coupes horizontales d'une reconstruction 3D d'un empilement de billes de polystyrène humides ( $d_g = 500 \mu\text{m}$ ) imagées par tomographie par rayons X pour des fractions volumiques  $W$  de 1,5 %, 3 % et 7,5 % [43]. (c) Morphologies de ponts capillaires entre deux ou plusieurs grains imagés par tomographie par rayons X [41]. (d) Évolution du nombre de ponts capillaires par sphères, du nombre de clusters par sphère et du volume normalisé du plus gros cluster en fonction de  $W = V_{liq}/V_T$  [41].

### Réseau de ponts capillaires

La connectivité du réseau de ponts capillaires apparaissant dans l'état pendulaire est essentielle pour bien décrire les propriétés mécaniques des matériaux granulaires humides. La première étude expérimentale quantitative a été réalisée par Bernal & Mason [44] qui ont étudié la connectivité dans un empilement de billes monodisperses sèches. Ce travail ainsi que d'autres après lui [29, 45] suggèrent un nombre de contacts moyen par grains  $N_0$  de l'ordre de 6 pour un empilement dense.

En présence de liquide, les ponts capillaires se forment et connectent des grains à des distances plus importantes. Comme évoqué précédemment, la longueur des ponts capillaires augmente avec le volume jusqu'à une longueur maximale correspondant à la longueur de rupture  $\tilde{s}_c$  dont l'expression est donnée par l'Eq. (1.2.14). On peut estimer le nombre moyen de contact par la relation approchée [39] :

$$N \simeq N_0(\phi) + 6 \tilde{s}_c, \quad (1.2.17)$$

avec  $N_0$  variant entre 5 et 6 en fonction de la compacité  $\phi$ . Cette estimation est en bon accord avec les mesures réalisées par microscopie par fluorescence [39]. Une fois le nombre de ponts connu, on peut estimer le volume moyen des ponts capillaires en fonction de  $W$  dans la limite du régime pendulaire :

$$\tilde{V} = \frac{8\pi W}{3\phi N} \quad (1.2.18)$$

avec  $\tilde{V} = V/r_g^3$  et  $N \sim 6(1 + \tilde{s}_c)$ . Comme nous l'avons vu dans la section précédente, la rugosité des grains n'est pas négligeable à faible  $W$  puisque le liquide se concentre d'abord dans les rugosités avant de former un pont capillaire pour un volume suffisant, comme on peut le voir sur la Fig. 1.7(a). On peut ainsi estimer la valeur  $W$  critique permettant l'apparition des ponts liquides en supposant que le volume maximal de liquide retenu dans la rugosité vaut  $V_0 = 2\pi(\delta/r_g)^2$ , ce qui conduit à  $W \simeq 3 \times 10^{-5}$  en prenant des billes de verre de 375  $\mu\text{m}$  de diamètre et de rugosité  $\delta \simeq 500$  nm comme utilisées par Fournier *et al.* [39]. Cette valeur est cependant bien plus faible que la valeur réellement mesurée pour le seuil d'apparition des ponts  $W \simeq 7 \times 10^{-4}$ .

### Formation de clusters et diminution de dépression capillaire

Cette description théorique reste valable tant que les ponts capillaires sont isolés et ne relient que deux grains entre eux. Si la quantité de liquide dans le matériau granulaire augmente, les ponts capillaires grossissent jusqu'à fusionner et former des clusters de morphologies diverses (trimères, pentamères ou tétraèdres). Les formes de ces clusters ont été observées par tomographie par rayons X [41, 42] mais également prédites à la fois théoriquement et numériquement [46, 47]. La transition ne dépend que de la taille des pores et est indépendante de la rugosité. La dépression capillaire, résultant de la différence de pression existant entre le liquide et l'atmosphère de part et d'autre des ménisques interfaciaux, tend alors à diminuer lors du grossissement des ponts jusqu'à la formation des clusters. En effet, cette différence de pression peut s'écrire d'après la loi de Young-Laplace [25] :

$$\Delta P = \frac{2\gamma}{R_c}, \quad (1.2.19)$$

avec  $R_c$  le rayon de courbure moyen du ménisque. Dans le régime pendulaire, le rayon de courbure des ponts capillaires, déterminé par le volume des ponts, est très faible et une légère hausse du taux de saturation induit une forte augmentation du rayon de courbure. Lorsque les ponts fusionnent, à l'entrée de l'état funiculaire, la courbure des ménisques est déterminée par la taille des pores de l'empilement granulaire et reste constante :  $R_c \simeq r_p$ . Expérimentalement, on mesure généralement une dépression capillaire constante de l'ordre de  $K\gamma/d_g$  avec  $K \simeq 9$  [41] en accord avec les prédictions théoriques [47]. Ces mesures de dépressions capillaires sont également corroborées par des mesures macroscopiques de cohésion dans les matériaux granulaires humides [48, 49]. D'autres

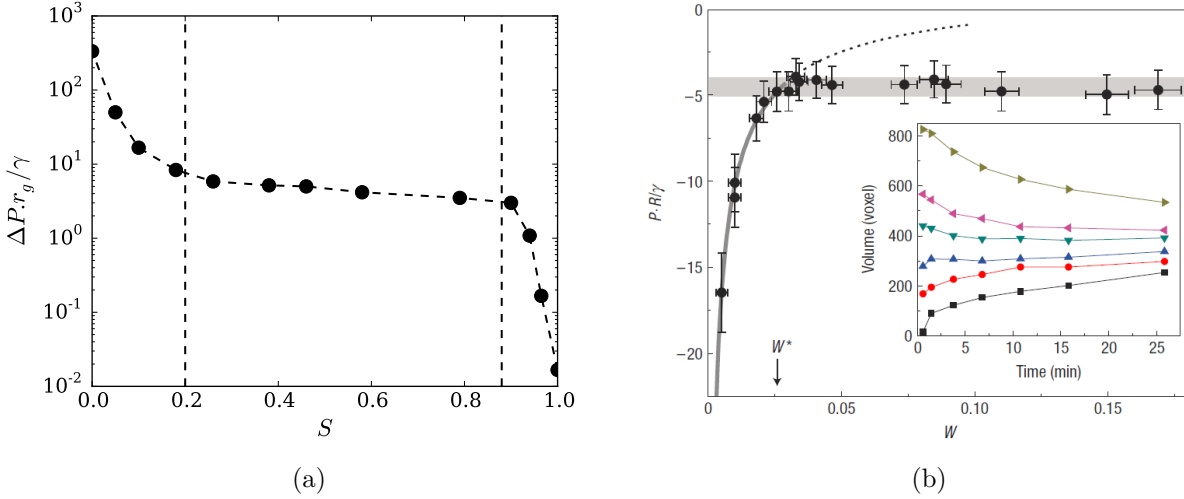


Fig. 1.8 (a) Évolution typique de la dépression capillaire  $\Delta_p$  avec le taux de saturation  $S$ , entre les différents états de saturation, inspiré de [27]. (b) Mesure expérimentale de la dépression capillaire normalisée en fonction de la fraction volumique  $W$ , tirée de Scheel *et al.* [41].

travaux, issus de la mécanique des sols, semblent indiquer une légère diminution de la dépression capillaire dans le régime funiculaire [27, 50, 51, 52] tout comme certains travaux numériques récents en 2D [53]. Le mode de préparation, la géométrie et la polydispersité des grains composant le matériau pourraient être à l'origine des différentes dépendances observées. Enfin, à mesure que le taux de saturation augmente, les poches d'air emprisonnées au sein du liquide disparaissent pour laisser place à un milieu complètement saturé. L'état capillaire est alors atteint et la dépression capillaire est pilotée par la courbure des ménisques à l'interface liquide/air de l'empilement humide. L'augmentation du taux de saturation se traduit donc par une nouvelle diminution de la dépression capillaire en augmentant le rayon de courbure des ménisques jusqu'à atteindre une différence de pression nulle, synonyme de perte de cohésion et de l'obtention d'une suspension granulaire. La Fig. 1.8, inspiré de Mitarai & Nori [27], illustre de manière schématique l'évolution de la dépression capillaire dans un matériau granulaire humide en fonction de son taux de saturation  $S = W/(1-\phi)$ . Ce type d'évolution non linéaire de la dépression capillaire est très similaire à celle observée sur les courbes de rétention mesurées en mécanique des sols [50, 51, 52]. On distingue très clairement les deux changements de pentes, reflétant les changements de morphologie au niveau des ménisques associés aux différents états de saturation.

On peut noter que le mécanisme est réversible et le même raisonnement peut être effectué en partant d'un matériau totalement saturé subissant un processus de séchage ou de drainage [27]. Un décalage est généralement observée, due à l'hystérésis d'angle de contact au niveau des grains. Une mesure de dépression capillaire maximale supportée par un matériau saturé sous drainage avant que l'air ne pénètre dans le matériau peut également être effectuée et donne  $\Delta P \simeq 10\gamma/d_g$  [54], ce qui est très proche de la valeur obtenue par Scheel *et al.* [41] lors de la transition pendulaire-funiculaire.

La répartition du liquide dans un matériau granulaire humide est donc très dépendante de la quantité de liquide injectée. La morphologie des jonctions liquides entre les grains, tout comme les forces qu'elles imposent sur les grains varient fortement en fonction de l'état de saturation. Ces notions sont essentielles dans la compréhension de la transition entre un matériau granulaire sec et un mélange saturé puisque les différents états peuvent être explorés et coexister lors de l'incorporation de liquide, comme nous le verrons par la suite. Nous nous focalisons à présent sur l'impact du liquide sur les propriétés mécaniques du matériau en s'intéressant tout d'abord à la stabilité mécanique de tels empilements.

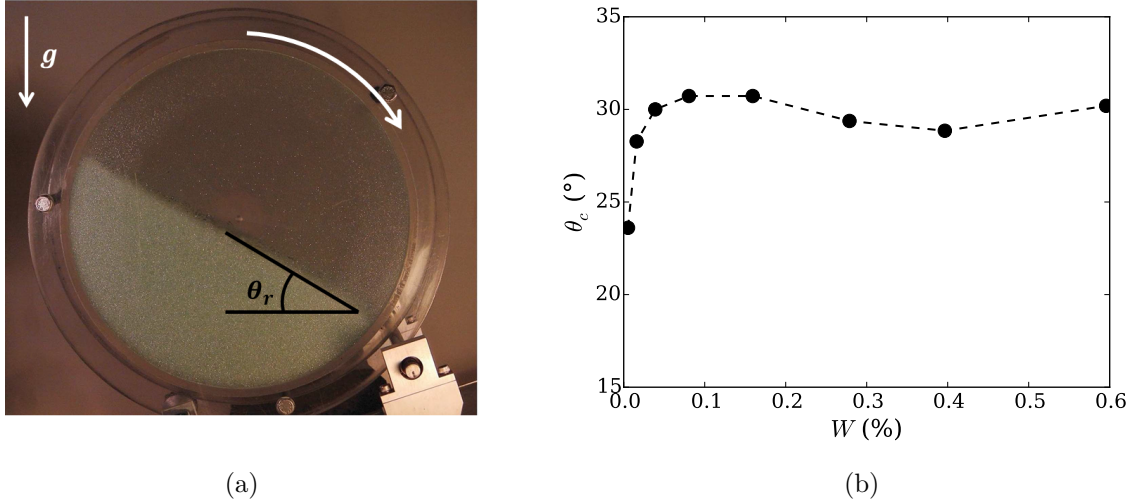


Fig. 1.9 (a) Montage expérimental de tambour tournant permettant de mesurer l'angle d'avalanche d'un matériau granulaire humide [56]. (b) Évolution de l'angle critique d'avalanche  $\theta_c$  d'un matériau granulaire humide en fonction de la fraction volumique de liquide  $W$ , données adaptées de [57].

### 1.2.4 Propriétés mécaniques en statique

Le comportement mécanique des matériaux granulaires dépend fortement des propriétés de contact à l'échelle des grains. La nature frictionnelle des contacts apparaît de manière évidente lorsqu'on verse du sable sur une surface plane. Contrairement à un liquide qui s'étalerait sur la surface, le sable forme un tas conique. En observant plus en détail l'évolution du tas à mesure que l'on verse le sable, on constate que des avalanches se produisent sur les pentes du tas. L'avalanche débute lorsque l'angle du tas atteint l'angle critique d'avalanche  $\theta_c$ . Après le passage de l'avalanche, l'angle du tas est plus faible, on parle alors d'angle de repos  $\theta_r$ . L'analyse classique de l'angle critique d'avalanche  $\theta_c$  consiste à utiliser le critère de rupture de Mohr-Coulomb [2, 36] pour déterminer le seuil de stabilité du tas de grains. Dans le cas d'un matériau granulaire non cohésif, le critère de rupture phénoménologique est donné en terme de contrainte normale  $\sigma$  et de contrainte tangentielle  $\tau$  :

$$\tau > \mu\sigma, \quad (1.2.20)$$

où  $\mu$  est le coefficient de friction interne de matériau, lié à ses propriétés de surface. La stabilité mécanique du tas n'est dans ce cas assuré que par la friction entre les grains qui composent l'empilement, et le critère de déstabilisation est le même que celui d'un patin posé sur une surface rugueuse inclinée d'un angle  $\theta_c$  [55]. Dans le cas d'un tas de grains soumis à son propre poids, on peut exprimer les contraintes normales et tangentielles en fonction de l'épaisseur de la couche de grains  $h$  :  $\sigma = \phi\rho_ggh \cos\theta_c$  et  $\tau = \phi\rho_ggh \sin\theta_c$ , avec  $\rho_g$  la densité des grains. L'angle critique d'avalanche peut ainsi être relié au coefficient de friction interne du matériau, dans la limite de grande épaisseur :

$$\tan\theta_c = \frac{\tau}{\sigma} = \mu. \quad (1.2.21)$$

En présence de liquide, la stabilité mécanique de l'empilement granulaire est fortement modifiée. Cette problématique a amené de nombreuses équipes à étudier l'effet de la cohésion capillaire sur l'angle critique d'avalanche  $\theta_c$  d'un matériau granulaire au moyen d'expériences de tas granulaire ou de tambour tournant [37, 24, 57, 58, 59]. Dans chacun des cas, les auteurs observent une augmentation de l'angle d'avalanche en présence de liquide par rapport au cas sec, imputée à la cohésion générée par le liquide, comme l'illustre la Fig. 1.9 tirée de [57]. Cette cohésion peut



être modélisée par une contrainte normale cohésive  $\sigma_c$  [36]. Cette contrainte traduit le fait que le matériau peut résister à une contrainte normale en traction  $\sigma < \sigma_c$ . Le critère de Mohr-Coulomb énoncé précédemment est donc modifié pour donner [36] :

$$\tau > \mu(\sigma + \sigma_c). \quad (1.2.22)$$

Ce critère, appelé critère de rupture de Mohr-Coulomb cohésif, se traduit en terme d'angle de stabilité d'un empilement granulaire par :

$$\tan \theta_c = \mu \left( 1 + \frac{\sigma_c}{\phi \rho_p g h \cos \theta_c} \right), \quad (1.2.23)$$

où  $h$  correspond à la hauteur de couche de grains.

Dans le cas du régime pendulaire, on peut estimer la valeur de la contrainte cohésive en la reliant aux forces capillaires développées par les ponts liquides reliant les grains entre eux. Le modèle de Rumpf [60] permet une estimation de la cohésion par une méthode de champ moyen pour un milieu granulaire homogène et isotrope composé de grains monodisperses de diamètre  $d_g$  en négligeant les effets de distribution de ponts capillaires dans le matériau [8, 41]. La contrainte cohésive du matériau est alors estimée comme une force moyenne exercée par les ponts par unité de surface :

$$\sigma_c = \phi \frac{3Z}{2\pi d_g^2} F_{cap}, \quad (1.2.24)$$

où  $Z$  est le nombre moyen de ponts par particule et  $F_{cap} = 2\pi\gamma r_g \cos \theta$  est la force capillaire exercée par un pont entre deux grains. Cette contrainte cohésive peut être mesurée expérimentalement grâce à une cellule de cisaillement [61] permettant de déterminer la contrainte tangentielle critique de rupture en fonction de la contrainte normale imposée. À l'état sec, cette contrainte augmente linéairement avec la contrainte normale avec une pente  $\mu$  mais dans le cas humide, du fait de la cohésion capillaire, il existe un seuil de plasticité à contrainte normale nulle  $\tau_c = c = \mu\sigma_c$  où  $c$  est appelée la cohésion du matériau. La mesure de cette cohésion est illustrée sur la Fig. 1.10(a) ainsi que son évolution avec la fraction volumique de liquide  $W$  sur la Fig. 1.10(b), toutes deux tirées de Richefeu *et al.* [61]. On voit sur ces données expérimentales que la cohésion croît avec la quantité de liquide avant de saturer à une cohésion  $c_m$ . Dans le modèle de Rumpf, la contrainte cohésive ne dépend de la quantité de liquide que par le nombre de ponts capillaires  $Z$ . Les simulations numériques ont montré que ce nombre variait peu avec la fraction liquide, ce qui explique l'apparition du plateau de cohésion.

La stabilité mécanique d'un matériau granulaire humide peut donc être bien décrite par une contrainte cohésive  $\sigma_c$  reliée aux forces capillaires  $F_{cap}$  exercées entre les grains. Cette approche reste cependant cantonnée aux matériaux statiques et ne tient pas compte des aspects dynamiques à l'échelle des grains et des ponts liquides. Ces propriétés d'écoulement sont pourtant essentielles pour comprendre le mélange granulaire. Dans la suite, nous abordons les propriétés rhéologiques des matériaux granulaires humides après leur mise en mouvement au-delà du seuil de stabilité en les replaçant dans le contexte plus large de la rhéologie des matériaux granulaires, allant du matériau sec à la suspension.

### 1.2.5 Rhéologie des écoulements granulaires humides

Ces vingt dernières années, la rhéologie des matériaux granulaires au sens large a suscité un grand intérêt de la communauté scientifique de par la multitude de motivations industrielles et géophysiques. Historiquement, ce sont les suspensions granulaires qui ont connu les avancées les plus anciennes depuis la relation d'Einstein décrivant la viscosité des suspensions diluées jusqu'aux modèles semi-empiriques de suspensions denses [62, 63, 64]. Ce formalisme relie la contrainte

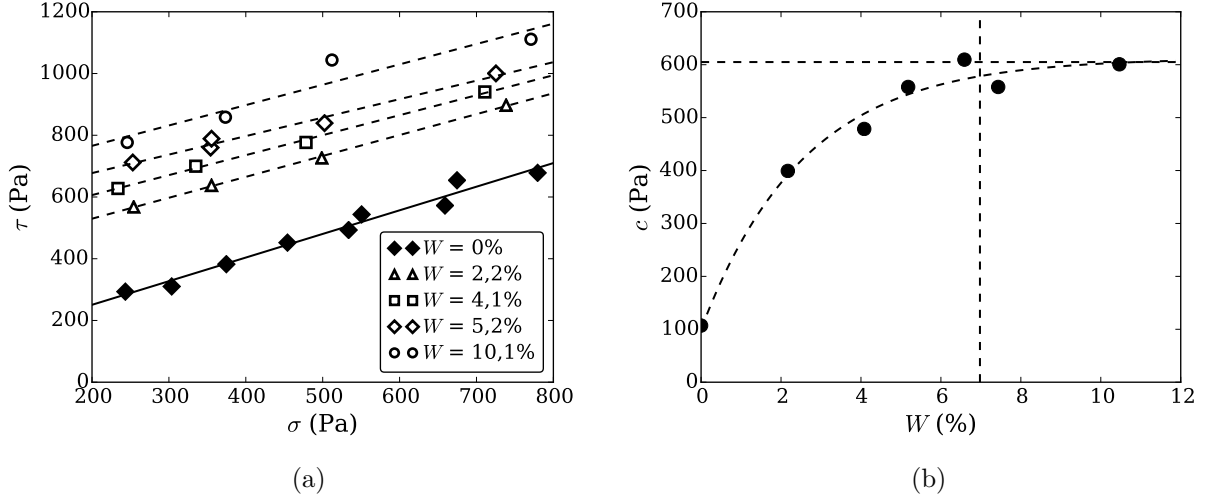


Fig. 1.10 (a) Seuil de plasticité au cisaillement d'un mélange de sable de 200  $\mu\text{m}$  de diamètre avec différentes quantités d'eau. (b) Évolution de la cohésion  $c$  avec la fraction volumique. Données adaptées de [61].

totale de cisaillement  $\tau$  au taux de cisaillement  $\dot{\gamma}$  grâce à une viscosité effective  $\eta_{eff}$  dépendante de la densité en particules :  $\tau = \eta_{eff}(\phi)\dot{\gamma}$ . La description des écoulements granulaires secs est plus récente, avec l'émergence il y a dix ans d'une rhéologie locale frictionnelle  $\mu(I)$  [65, 66, 67, 68]. Dans ce formalisme, la contrainte tangentielle  $\tau$  est reliée à la contrainte normale  $P$  par les lois de friction et de dilatance  $\tau = \mu(I)P$  et  $\phi = \phi(I)$  où  $\mu(I)$  et  $\phi(I)$  sont des lois caractéristiques du matériau et dépendantes d'un nombre adimensionné  $I$ , appelé nombre d'inertie [66, 67] :

$$I = \frac{\dot{\gamma}d_g}{\sqrt{P/\rho_g}} \quad (1.2.25)$$

Différentes lois de frictions empiriques  $\mu(I)$  ont été proposées dans la littérature, parfois difficile à discriminer [69], permettant de décrire différentes gammes de nombres d'inertie  $I$  mais la plus pertinente est à ce jour celle proposée par Jop *et al.* [68]. La rhéologie frictionnelle peut également être traduite sous la forme d'une rhéologie viscoplastique en reliant la contrainte de cisaillement  $\tau$  au taux de cisaillement  $\dot{\gamma}$  :  $\tau = \eta_{eff}(I)\dot{\gamma}$  avec  $\eta_{eff} = \mu(I)P/|\dot{\gamma}|$ . Contrairement aux fluides newtoniens ou non-newtoniens classiques, la contrainte tangentielle présente ici une dépendance explicite avec la contrainte normale  $P$ . Récemment, Boyer *et al.* [70] ont étendu le formalisme développé pour les matériaux secs aux suspensions au moyen d'expériences de rhéométrie à pression de confinement imposée. Dans ce cas, le nombre adimensionné pertinent est le nombre d'inertie visqueux tenant compte du fluide interstitiel [71] :

$$I_v = \frac{\eta\dot{\gamma}}{P}. \quad (1.2.26)$$

En considérant une contribution frictionnelle due à l'aspect granulaire de la suspension et une contribution hydrodynamique due au fluide interstitiel, les auteurs sont parvenus à décrire le comportement des suspensions granulaires denses au moyen de lois constitutives  $\tau = \mu(I_v)P$  et  $\phi = \phi(I_v)$ .

### Propriétés rhéologiques et taux de saturation

Entre ces deux cas extrêmes, parfaitement sec et complètement immergé, la rhéologie des matériaux granulaires insaturés reste un vaste domaine très peu exploré. Ceci s'explique par la

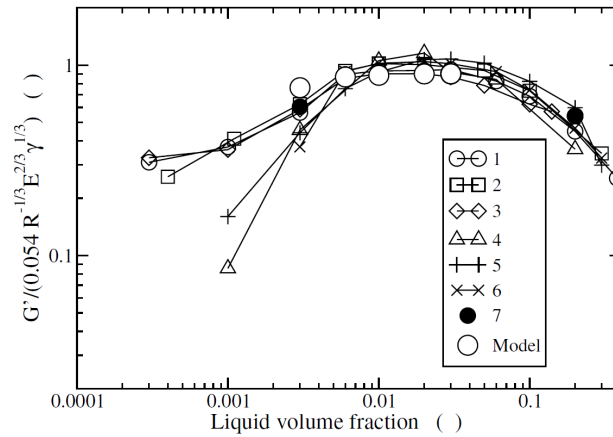


Fig. 1.11 Évolution du module élastique de cisaillement  $G'$  normalisé en fonction de la fraction volumique de liquide  $W$ , données tirées de [40]. Pour cette gamme de faibles déformations, le module de cisaillement résulte de l'attraction capillaire du liquide et de la déformation élastique des grains, à l'origine de l'adimensionnement proposé.

complexité des interactions entre grains que nous avons décrites et par leurs dépendances avec le taux de saturation. Ces effets entraînent des changements de comportement rhéologique entre les régimes pendulaire, funiculaire et capillaire.

Pour de faibles déformations (inférieures à  $10^{-4}$  %), le matériau présente un comportement élastique, en dessous du seuil de mise en écoulement. Møller & Bonn [40] ont mesuré la dépendance, avec le taux de saturation, du module élastique de cisaillement  $G'$  d'un matériau granulaire humide. Les mesures réalisées par rhéométrie conventionnelle sur des échantillons de différentes saturations montrent une variation non linéaire du module de cisaillement avec le taux de saturation (Fig. 1.11). L'augmentation de  $G'$  à faible taux de saturation s'explique par la formation progressive de ponts capillaires, pilotée par la rugosité des grains puis par le diamètre des grains. Le nombre de ponts croît alors rapidement pour atteindre une valeur maximale dans le régime pendulaire [72]. Le module de cisaillement décroît ensuite lorsque les ponts capillaires fusionnent dans le régime funiculaire. En supposant que la force cohésive agit uniquement entre grains reliés par une interface liquide/air et n'existe plus dans les clusters liquides, le modèle théorique de Mitarai & Nakanishi [73] fournit des résultats similaires.

Pour un cisaillement plus important, la déformation du matériau induit un déplacement irréversible des particules les unes par rapport aux autres. La contrainte seuil de mise en écoulement du matériau est alors franchie. Les mesures rhéométriques dans ce régime nécessitent de prendre de nombreuses précautions pour éviter les artéfacts dus aux inhomogénéités dans la structure de l'empilement lors de la déformation du matériau. Des phénomènes d'avalanches ou d'arches peuvent notamment apparaître localement [75], rendant inopérante les mesures macroscopiques qui supposent une déformation homogène dans le matériau. Fournier *et al.* [39] ont proposé un montage expérimental de rhéométrie utilisant une cellule de cisaillement imposée par une différence de pression [8, 39]. La contrainte seuil est alors évaluée, en fonction du volume de liquide injecté dans le matériau granulaire humide, en mesurant l'hystérésis de la différence de pression. L'évolution de la contrainte seuil est représentée sur la Fig. 1.12(a) [39]. Comme pour le module élastique, on constate que la contrainte augmente fortement lors de l'entrée dans le régime pendulaire, puis diminue dans les régimes funiculaire et capillaire et devient nulle pour une suspension dense ( $W > 0,37$ ).

Ces expériences mettent également en évidence l'influence de la vitesse de cisaillement sur la mise en écoulement du matériau granulaire humide [39]. Contrairement aux matériaux secs pour

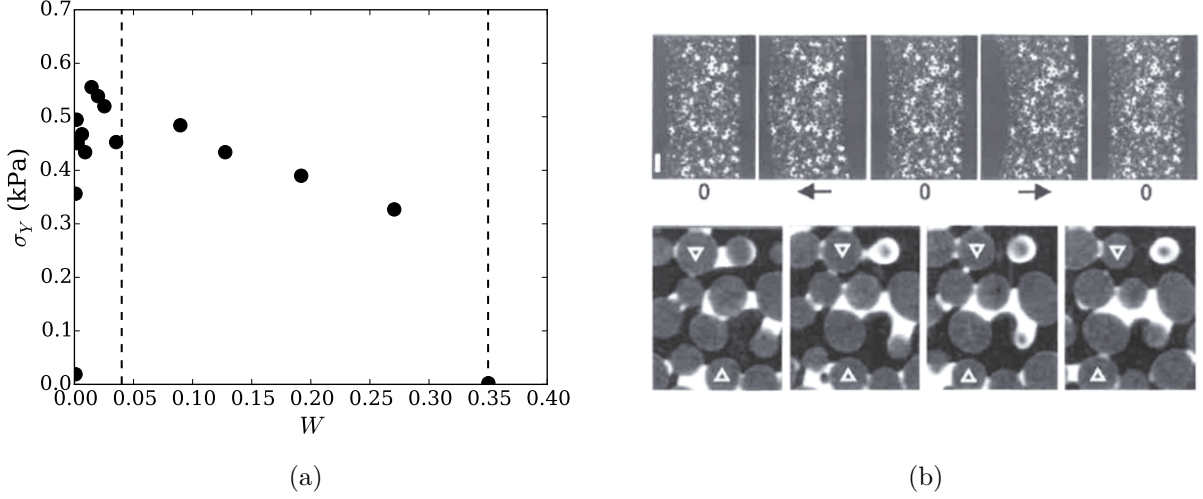


Fig. 1.12 (a) Évolution de la contrainte seuil de plasticité  $\sigma_Y$  au-delà de laquelle le matériau est mis en écoulement en fonction de la fraction volumique de liquide  $W$ . Les régimes pendulaire, funiculaire et capillaire sont séparés par les lignes en pointillés noirs. (b) Coupe longitudinale, réalisées par tomographie par rayons X, de la cellule de cisaillement par différence de pression permettant de mesurer la contrainte seuil [39]. Les images du bas sont un zoom d'une expérience similaire permettant de voir la rupture et la formation de ponts capillaires induites par le cisaillement du matériau granulaire humide. Images tirées de [74].

lesquels le seuil est uniquement frictionnel, les matériaux humides couplent la dynamique à l'échelle du pont capillaire à la friction des contacts, comme le montre la Fig 1.12(b) illustrant la rupture et la formation de ponts capillaires sous cisaillement. Ce constat impose de tenir compte du temps de relaxation des ponts capillaires [24, 72]. La cinétique de formation et de ruptures des ponts capillaires apparaît alors essentielle pour comprendre le comportement rhéologique macroscopique du matériau.

### Dynamique à l'échelle du pont liquide

La compréhension du comportement macroscopique d'un matériau granulaire humide nécessite de s'intéresser à la dynamique à l'échelle des grains. Lorsqu'un pont capillaire est étiré, il emmagasine de l'énergie élastique, liée à sa tension de surface, jusqu'à la rupture du pont à une distance d'étirement  $s_c$ . Dans le même temps, la viscosité du liquide engendre une dissipation visqueuse dans le pont en déformation. On évalue la dissipation capillaire à la rupture en calculant le travail de la force capillaire  $F_{cap}$  exprimée par l'Eq. (1.2.13) [34] jusqu'à la rupture :

$$\Delta E_{cap} = \int_0^{s_c} F_{cap} ds \simeq 5,5\sqrt{\bar{V}}\gamma r_g^2 \cos\theta \quad (1.2.27)$$

L'influence de la viscosité a fait l'objet de nombreux travaux motivés par les problématiques de granulation [76] ou pour étudier les régimes d'interactions à l'échelle de deux grains [26]. La force visqueuse d'un pont capillaire étiré à une vitesse relative  $v = ds/dt$  s'écrit [76] :

$$F_{visc} \simeq \frac{3}{2}\pi\eta r_g^2 \frac{v}{s}, \quad (1.2.28)$$

qui diverge lorsque  $s \rightarrow 0$ . La divergence a cependant une limite puisque l'échelle de rugosité  $\delta$  doit être considérée comme longueur de coupure. En intégrant jusqu'à la rupture du pont, en supposant une vitesse d'étirement constante, l'énergie dissipée par la viscosité s'écrit :

$$\Delta E_{visc} = \int_{\delta}^{s_c} F_{visc} ds \simeq \frac{3\pi}{2} r_g^2 \eta v \ln\left(\frac{s_c}{\delta}\right). \quad (1.2.29)$$

On peut comparer l'influence des deux procédés de dissipation en calculant le ratio des deux énergies précédentes, calculées entre  $\delta$  et  $s_c$  [8] :

$$\frac{\Delta E_{visc}}{\Delta E_{cap}} \simeq \frac{0,86Ca}{\cos \theta} \tilde{s}_c^{-3/2} \ln \left( \frac{\tilde{s}_c}{\tilde{\delta}} \right), \quad (1.2.30)$$

avec  $\tilde{s}_c = s_c/r_g$ ,  $\tilde{\delta} = \delta/r_g$ ,  $\tilde{V} \simeq \tilde{s}_c^3$  et en introduisant le nombre capillaire  $Ca = (v\eta)/\gamma$ , comparant les effets visqueux aux effets capillaires. La dissipation visqueuse prend donc le pas sur la dissipation capillaire à la rupture lorsque le nombre capillaire (proportionnel à la vitesse) augmente.

### Loi constitutive en régime pendulaire homogène

Les deux parties précédentes ont mis en lumière toute la complexité qui entoure la rhéologie des matériaux granulaires insaturés de par la nature triphasique du système et des interactions liquide-grains qui en découlent et évoluent avec le taux de saturation. Des travaux récents ont néanmoins tenté d'étendre le formalisme de la rhéologie frictionnelle aux matériaux granulaires humides dans la limite du régime pendulaire. Ces matériaux cohésifs en écoulement ont été abordés dans un premier temps grâce à des simulations numériques discrètes (DEM - Discrete Elements Methods) 2D [77, 78] ou 3D [79, 80]. Dans le cas des matériaux granulaires humides, la cohésion est assurée par le réseau de ponts capillaires décrit précédemment. Elle est modélisée dans les simulations numériques par une loi de contact assurant une force cohésive décroissante pour une distance inter-grains  $s$  comprise entre 0 et  $s_c$  [79, 80]. La cohésion n'apparaît qu'après un premier contact entre les grains et disparaît après rupture du pont, pour une distance supérieure à  $s_c$ . Récemment, des expériences de rhéologies couplées à de l'imagerie en tomographie par rayons X ont apporté un point de comparaison aux résultats expérimentaux [43].

Contrairement aux matériaux secs, les matériaux insaturés ne sont pas uniquement décrits par le nombre d'inertie  $I$  mais requièrent l'introduction d'un nouveau nombre sans dimension  $P^*$  comparant la force typique induite par la pression  $P$  à la force capillaire  $F_{cap}$  :

$$P^* = \frac{Pd_g^2}{F_{cap}} \quad (1.2.31)$$

avec  $F_{cap} = \pi\gamma d_g \cos \theta$  la force capillaire maximale entre deux grains définie précédemment. On peut alors écrire le coefficient de friction et la compacité comme :  $\mu_w = \mu_w(I, P^*)$  et  $\phi_s = \phi_s(I, P^*)$ . Les Fig. 1.13(a)-(b), tirées de Badetti *et al.* [43], montrent l'évolution de  $\mu_w$  et  $\phi_s$  en fonction de  $I$  pour différentes valeurs de  $P^*$  ( $P^* \rightarrow \infty$  correspond au cas sec où la cohésion capillaire est nulle) pour des données numériques et expérimentales. Les simulations retranscrivent assez bien les résultats expérimentaux après calibration sur la rhéologie frictionnelle pour le cas sec [80]. La loi de friction est obtenue en généralisant le critère de Mohr-Coulomb cohésif :

$$\mu_w(I) = \mu(I) + \frac{C^*(I, P)}{P^*} \quad (1.2.32)$$

où  $C^*$  est la cohésion  $c = \mu\sigma_c$  normalisée par la force capillaire  $F_{cap}$ . En reprenant le modèle de Rumpf évoqué dans le cas statique [60], on peut écrire la cohésion adimensionnée  $C^*$  comme :

$$C^* = \frac{cd_g^2}{F_{cap}} = \frac{3}{2}\mu \frac{Z^*\phi}{\pi} \quad (1.2.33)$$

où  $Z$  est la coordinence des contacts liquides (prise égale à 6,2 par Badetti *et al.* [43]) et  $\mu$  le coefficient de friction sec. En combinant les Eq. (1.2.32) et (1.2.33), on en déduit une loi rhéologique décrivant le coefficient de friction en fonction de la loi de compacité  $\phi(I, P^*)$  :

$$\mu_w(I, P^*) = \mu_d(I) \left[ 1 + \frac{Z\phi(I, P^*)}{\pi P^*} \right]. \quad (1.2.34)$$

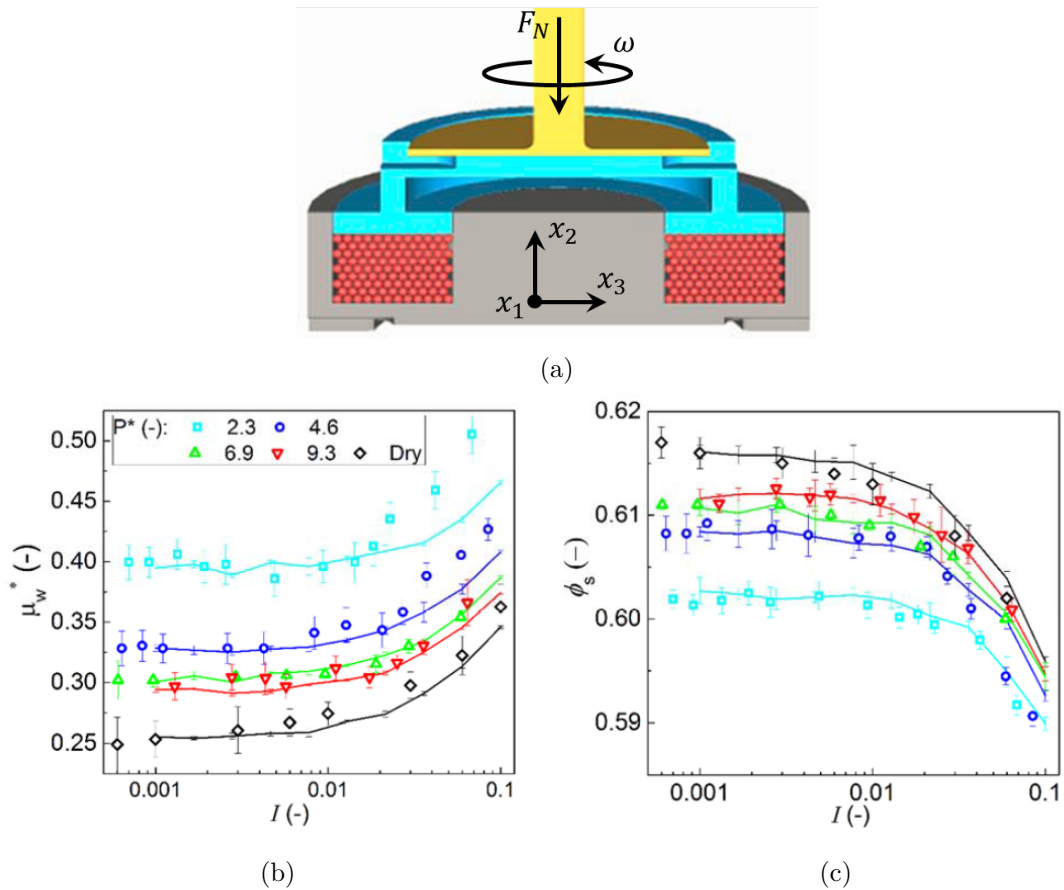


Fig. 1.13 (a) Schéma du dispositif expérimental de rhéométrie à force normale imposée. (b) Évolution du coefficient de friction  $\mu$  d'un matériau granulaire humide en fonction du nombre d'inertie  $I$ . (c) Évolution de la compacité  $\phi$  d'un matériau granulaire humide en fonction du nombre d'inertie  $I$ . Les symboles représentent les données expérimentales tandis que les lignes correspondent aux simulations numériques. Données issues de [43].

Cette loi rhéologique s'accorde assez bien avec les résultats expérimentaux [43], permettant une description des écoulements granulaires humides dans le régime pendulaire, ce qui suppose des ponts indépendants les uns des autres. Cependant, des questions subsistent notamment autour du déplacement du liquide au cours de l'écoulement du matériau, qui est négligé dans cette approche, et sur l'apparition d'hétérogénéités qui en découle.

Cette section nous a permis de dresser un panorama des connaissances actuelles sur les matériaux granulaires humides homogènes, en partant du grain et des interactions à son échelle pour aboutir aux propriétés macroscopiques du matériau, à la fois structurelles et mécaniques. Les concepts introduits ici seront réutilisés tout au long de la thèse, tant pour décrire l'état de répartition du liquide et sa morphologie au sein de l'empilement que pour appréhender les interactions entre grains ou entre des phases granulaires aux propriétés différentes. Ce panorama montre également que si la compréhension des matériaux granulaires insaturés a considérablement progressé, de nombreux aspects restent méconnus en particulier lorsque le matériau n'est plus homogène ou qu'il est soumis à des situations dynamiques. La prise en compte de la dynamique du liquide, jusqu'alors considéré comme un liant passif réparti entre les grains, devient alors primordiale.

### 1.3 Transport de liquide dans un matériau granulaire statique

Nous avons jusqu'à présent discuté de l'impact du liquide sur les propriétés d'un matériau granulaire statique et homogène en fonction de la quantité de liquide injecté. Dans le cadre d'un mélange entre les grains et le liquide, il est nécessaire d'identifier les mécanismes permettant le transfert du liquide au sein du milieu. Dans cette partie, nous nous intéressons au déplacement d'un fluide dans un empilement granulaire statique. L'empilement se comporte alors comme un milieu poreux dont les propriétés structurelles résultent des caractéristiques des grains qui le composent.

#### 1.3.1 Transport liquide en milieux poreux

Le mécanisme de transport du liquide au sein de la matrice poreuse dépend fortement de la quantité de liquide disponible, reliée au taux de saturation. En deçà d'une saturation critique, le liquide est prisonnier de la rugosité des particules. Le transport du liquide est alors quasiment nul. Dans la suite, nous distinguons deux cas : le matériau granulaire insaturé, dans lequel le liquide apparaît sous forme de ponts capillaires et le matériau granulaire saturé où la matrice poreuse est envahie de liquide.

#### Transport en milieu insaturé

Considérons un matériau granulaire humide insaturé dans le régime pendulaire. Les ponts capillaires sont disjoints et la majeure partie des pores est occupée par de l'air comme schématisé sur la Fig. 1.14. Le liquide peut néanmoins se déplacer par phase gazeuse à travers les poches d'air. Ce processus suit les lois de diffusion et est particulièrement efficace à petite échelle, pour des tailles de pores  $d_p$  de l'ordre du micron ou des nanopores. Cependant, en raison de la géométrie du matériau poreux, le coefficient de diffusion est plus faible que dans un espace libre. La loi de Fick, régissant la diffusion du liquide en phase vapeur s'écrit alors [83] :

$$\mathbf{j} = -BD\nabla C \quad (1.3.1)$$

avec  $B = T\varepsilon S_g$  un préfacteur caractérisant la diffusion au sein du milieu poreux, dépendant de la tortuosité  $T$ , de la porosité  $\varepsilon = 1 - \phi$  et de la saturation en vapeur. Ce processus de diffusion de vapeur est d'autant plus efficace que le taux de saturation est élevé puisque les ponts capillaires créent des relais de diffusion [84, 82].

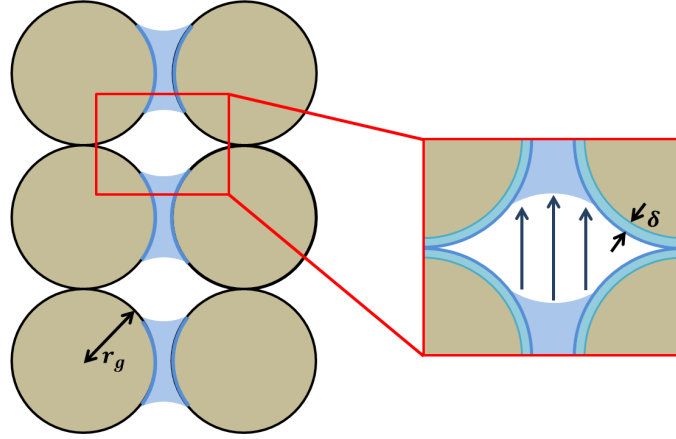


Fig. 1.14 Schématisation du transport de liquide dans un empilement granulaire insaturé. Le liquide peut se déplacer en phase vapeur dans les pores ou en phase liquide grâce à la rugosité des grains. Schéma inspiré par [81, 82].

Par ailleurs, même si le transport de liquide ne peut se faire à l'échelle du pores, il existe une autre échelle plus petite à laquelle un écoulement est possible. En effet, la rugosité des grains offre une voie de passage pour le liquide qui peut s'écouler le long des particules pour alimenter d'autres ponts capillaires. Considérons des particules sphériques de rugosité  $\delta$  comme représentées sur la Fig. 1.14. Un film liquide, d'épaisseur  $\delta$ , est entraîné par un gradient de pression  $\nabla p$  entre deux ponts capillaires. En supposant un écoulement de Poiseuille, la vitesse typique du liquide vaut :

$$u \simeq -\frac{\delta^2}{8\eta} \nabla p. \quad (1.3.2)$$

Ces écoulements de rugosité sont à l'origine de fronts précurseurs d'imprégnation, observés dans les expériences d'imbibition capillaire [85]. Par ailleurs, ces effets de rugosité modifient également les propriétés de mouillage en abaissant l'angle de contact effectif [86, 87].

### Écoulement dans un milieu poreux saturé

On considère à présent un matériau granulaire statique et complètement saturé d'un liquide newtonien et incompressible. Le déplacement du fluide se fait ici à l'échelle des pores, de taille caractéristique  $d_p$ . Le régime d'écoulement dépend du nombre de Reynolds particulaire  $Re_p$ . Pour un écoulement de vitesse  $u$ , on définit le nombre de Reynolds associé à l'écoulement dans le milieu poreux par :

$$Re_p = \frac{\rho u \bar{d}_p}{\eta} \quad (1.3.3)$$

avec  $\eta$  et  $\rho$  la viscosité et la densité du fluide. Pour de faibles nombres de Reynolds ( $Re_p < 10$ ), l'écoulement dans la matrice poreuse est décrit par l'équation de Darcy qui relie linéairement la vitesse moyenne du liquide  $\mathbf{u}_{Darcy}$  au gradient de pression  $\nabla p$  [88] :

$$\mathbf{u}_{Darcy} = (1 - \phi) \mathbf{u}_p = -\frac{k}{\eta} (\nabla p - \rho \mathbf{g}) \quad (1.3.4)$$

avec  $\phi$  la compacité de l'empilement granulaire (et  $1 - \phi$  la porosité),  $u_p$  la vitesse moyenne du liquide dans les pores et  $k$  la perméabilité du milieu. La perméabilité dépend de la complexité de l'empilement granulaire et caractérise la résistance visqueuse que va opposer le milieu poreux au passage du fluide. Elle est directement liée à la taille des pores, elle-même liée à la taille des



grains qui composent cet empilement. Ce paramètre structurel est mesurable expérimentalement (cf. chap. 2) mais peut aussi être évalué théoriquement. Pour un empilement dense de grains sphériques monodisperses, le modèle de Carman-Kozeny permet d'estimer la perméabilité en fonction du diamètre des grains  $d_g$  et de la compacité  $\phi$  [22, 88] :

$$k = \frac{\bar{d}_g^2 (1 - \phi)^3}{A \phi^2}, \quad (1.3.5)$$

où  $A$  est une constante qui peut varier entre 150 et 180 selon les modèles [89, 90, 91]. Cette formule s'avère cependant peu pertinente pour prédire la perméabilité d'un empilement polydisperse puisque la taille des pores est beaucoup plus petite que la taille moyenne des grains composant le milieu poreux.

Pour des nombres de Reynolds plus importants (typiquement  $Re_p > 10$ ), la vitesse du fluide au sein du matériau poreux n'est plus linéaire avec le gradient de pression. Un terme correctif est nécessaire pour prendre en compte les effets inertiels qui génèrent une dissipation supplémentaire à l'échelle du pores. Cet effet est modélisé par l'équation de Forchheimer [88, 92, 93] :

$$\nabla p = -\frac{\eta}{k} \mathbf{u}_{Darcy} \left( 1 + \frac{k\rho\beta}{\eta} |\mathbf{u}_{Darcy}| \right), \quad (1.3.6)$$

où  $\beta$  est le coefficient de Forchheimer (en  $\text{m}^{-1}$ ), typiquement de l'ordre de grandeur de  $1/\sqrt{k}$ . Le terme quadratique traduit l'effet des termes convectifs non linéaires de l'équation de Navier-Stokes. À ces nombres de Reynolds, il n'y a pas encore d'apparition de turbulence dans les pores, mais même en régime laminaire, les fortes variations de module et de direction de la vitesse d'un pore à l'autre rendent l'effet du terme  $(\mathbf{u} \cdot \nabla) \mathbf{u}$  non négligeable [94]. Pour des petits nombres de Reynolds,

$$\frac{k\rho\beta}{\eta} |\mathbf{u}_{Darcy}| \ll 1 \quad (1.3.7)$$

et on retrouve bien l'équation de Darcy (1.3.4) valide à bas nombre de Reynolds. Pour les matériaux granulaires considérés dans ce travail ( $d_g \sim 200 - 1000 \mu\text{m}$ ) avec de l'eau ( $\rho = 1000 \text{ g.cm}^{-3}$  et  $\eta = 10^{-3} \text{ Pa.s}$ ), la vitesse limite de validité de l'équation de Darcy varie entre  $10 \text{ mm.s}^{-1}$  et  $50 \text{ mm.s}^{-1}$ . Ces faibles valeurs de vitesse incitent à une prudente évaluation du domaine de validité de la loi de Darcy, au-delà duquel il faudra utiliser l'équation de Forchheimer.

### 1.3.2 Ascension capillaire dans un empilement granulaire

Tout amateur de café sucré a déjà réalisé l'expérience consistant à tremper un morceau de sucre dans une tasse de café. Le liquide envahit alors le sucre avant que ce dernier ne se désagrège complètement. Il s'agit d'une expérience d'ascension capillaire à la manière de celles réalisées au début du XX<sup>ème</sup> siècle par Washburn [95] dans des capillaires en verre. Pour le cas du sucre, c'est le réseau poreux qui se comporte comme une multitude de capillaires de géométrie complexe. Le liquide pénètre dans les pores sous l'effet de la dépression capillaire  $p_c$  résultant de l'effet de la tension de surface et due à la courbure de l'interface liquide/air, pilotée par l'angle de contact  $\theta$ .

On considère à présent un empilement granulaire composé de grains sphériques de diamètre  $d_g$  en contact avec un réservoir de liquide, comme représenté sur la Fig. 1.15. Le liquide envahit le matériau poreux et forme un front d'imprégnation. Au cours de son passage entre les grains, l'interface liquide/air change de courbure en fonction de sa position entre les grains. Le rayon de courbure du ménisque varie donc d'une fraction de rayon de particule (le rayon de pore  $r_p$  vaut typiquement un dixième du rayon de grain  $r_g$  [96]) au rayon du grain lui-même au moment du contact [97]. La dynamique d'imprégnation étant limitée par la dynamique la plus lente, la dépression capillaire permettant le déplacement du fluide s'écrit :

$$p_c = \frac{4\gamma \cos \theta}{d_g}. \quad (1.3.8)$$

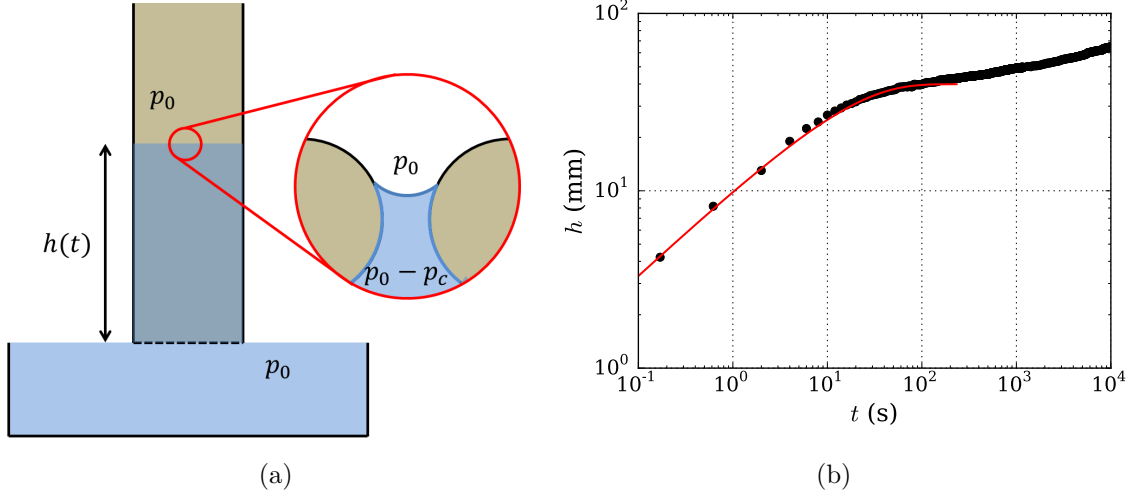


Fig. 1.15 (a) Schéma d'une expérience de montée capillaire dans un matériau granulaire mis en contact avec un réservoir de liquide. (b) Évolution de la hauteur du front de liquide dans un matériau granulaire statique mis en contact avec un liquide. Les billes de verre composant l'empilement ont été préalablement lavées, séchées et activés sous UV/O<sub>3</sub> ( $\theta \simeq 10^\circ$ ). La courbe rouge correspond à un ajustement effectué avec l'Eq. (1.3.12). La valeur de  $h_J$  déduite des données est cependant plus bien faible que la valeur théorique :  $h_{exp} = 40 \text{ mm} < h_J = 70 \text{ mm}$  (cf. sous-section 1.3.3) .

La dynamique d'ascension capillaire est modélisée par l'équation de Darcy, dans laquelle la pression motrice est la dépression capillaire à laquelle s'oppose le poids du fluide :

$$u_p = \frac{dh}{dt} = \frac{k}{\eta(1-\phi)} \left( \frac{p_c - \rho gh}{h} \right). \quad (1.3.9)$$

À faible hauteur ( $h \ll p_c/\rho g$ ), la dynamique est dominée par la capillarité. L'Eq. (1.3.9) conduit à la dynamique en racine carrée du temps :

$$h(t) \sim \sqrt{\frac{2kp_c}{\eta(1-\phi)}} t. \quad (1.3.10)$$

L'imprégnation capillaire est limitée à temps long par la gravité. La dynamique d'ascension sature alors à une hauteur limite, appelée hauteur de Jurin, définie par :

$$h_J = \frac{4\gamma \cos \theta}{\rho g \bar{d}_g} \quad (1.3.11)$$

La Fig. 1.15(b) présente l'évolution temporelle du front d'imbibition verticale dans un empilement granulaire constitué de billes de verre sphériques de diamètre  $d_g = 300 - 380 \mu\text{m}$  traitées sous UV/O<sub>3</sub> afin de les rendre très hydrophiles ( $\theta \simeq 10^\circ$ ). La solution implicite de la l'Eq. (1.3.9) décrit la dynamique complète d'ascension capillaire dans un matériau poreux vertical. Cette dynamique est communément appelée loi de Lucas-Washburn [95, 98] et s'écrit [99, 100] :

$$t = \frac{h_J}{V^*} \ln \left( \frac{h_J}{h_J - h} \right) - \frac{h}{V^*} \quad (1.3.12)$$

où  $V^* = k\rho g/(1-\phi)\eta$  est la vitesse caractéristique d'imprégnation sous gravité. Cette solution analytique est tracée en rouge sur la Fig. 1.15(b) et décrit bien la dynamique en racine carrée du temps à temps court, suivie d'une saturation.

Bien qu'ancien, le problème de l'imbibition capillaire reste toujours activement étudié [85, 101, 102, 103, 104, 105]. Des travaux récents ont notamment porté sur l'imprégnation depuis un pont source en 2D [106] et en 3D [91], ainsi que sur l'influence de la structuration de l'empilement [97]. L'apport de nouvelles techniques de mesure comme l'imagerie par tomographie par rayons X [107] ou le suivi du signal RMN du liquide [108] permettent d'explorer cette problématique sous un nouvel angle.

### 1.3.3 Piégeage de la ligne de contact

En réalité, l'ascension capillaire dans un milieu poreux est plus complexe que la description faite par Washburn en transposant le cas du tube capillaire. Delker *et al.* [99] ont en effet découvert que la phase d'ascension capillaire, classiquement décrite par la dynamique de Lucas-Washburn (1.3.12), atteignait une hauteur inférieure à la hauteur de Jurin  $h_J$  et était suivie par un régime complètement différent et qualifié par les auteurs de *régime anormal*. Ceci explique la valeur de hauteur de saturation, issue de l'ajustement des données sur la Fig. 1.15, soit inférieure à  $h_J$ . On peut par ailleurs observer une ascension lente au-delà de cette hauteur. Différents travaux expérimentaux [99, 100] ont permis de mettre en évidence cette transition. Concrètement, en quelques minutes ou dizaines de minutes, le fluide atteint les 2/3 de sa hauteur maximale  $h_J$  en suivant une dynamique de Lucas-Washburn avant de ralentir fortement et de suivre une dynamique très lente l'amenant à une hauteur proche de  $h_J$  en plusieurs jours.

Dans ce second régime, le front se déplace par sauts successifs de la ligne de contact à l'échelle du pore [100, 109]. L'origine physique de ce phénomène résulte du piégeage de l'interface à l'échelle du pore générant des fluctuations au niveau de la ligne triple et de pression capillaire, qui peuvent être décrites théoriquement par l'équation :

$$\frac{dh}{dt} = v_0 \left( \frac{p}{p_T} - 1 \right)^\beta \quad (1.3.13)$$

où  $p$  et  $p_T$  sont respectivement la pression motrice et la pression seuil à vaincre pour détacher la ligne de contact. Ce régime stochastique d'imbibition capillaire reste encore aujourd'hui mal compris car il résulte de nombreux effets. Une variation de mouillabilité des grains ainsi que la polydispersité de la taille des pores peuvent également amplifier ce processus. Même si nous n'étudions pas ce régime à proprement parler dans la thèse, il est intéressant de le mentionner et garder en mémoire son existence, en particulier lorsque l'ascension capillaire sera comparée à d'autres mécanismes de transport comme l'accrétion granulaire que nous évoquerons par la suite.

Lago & Araujo [100] ont proposé une expression analytique de la hauteur de transition, notée  $h_{eq}$ , en considérant la géométrie de l'empilement granulaire. En introduisant un angle de raccordement entre le ménisque et les grains, ils déterminent une nouvelle expression de la pression capillaire moyenne, dont la valeur est plus faible que celle de l'Eq. (1.3.8). Cette expression traduit l'idée d'un blocage géométrique du fluide qui ne peut pas accéder verticalement aux couches de grains supérieures. Pour des grains parfaitement mouillants,  $\theta = 0^\circ$ , le calcul prédit :

$$h_{eq} \simeq \frac{2,587\gamma}{\rho g \bar{d}_g} \simeq \frac{2}{3} h_J \quad (1.3.14)$$

Ce modèle prédit assez bien les mesures expérimentales de  $h_{eq}$  [100]. Plus récemment, Shikhmurzaev & Sprittles [109] ont modélisé l'ensemble de la dynamique d'ascension capillaire en traduisant un angle de contact dynamique présentant une fluctuation aléatoire et un angle seuil fixant la pression à vaincre pour détacher la ligne de contact. Ce modèle reproduit également correctement les résultats expérimentaux [99, 100].

Dans la suite du manuscrit, nous distinguerons donc plusieurs hauteurs capillaires. La hauteur de Jurin  $h_J$  dont l'expression est donnée par l'Eq. (1.3.11) correspond à la hauteur maximale

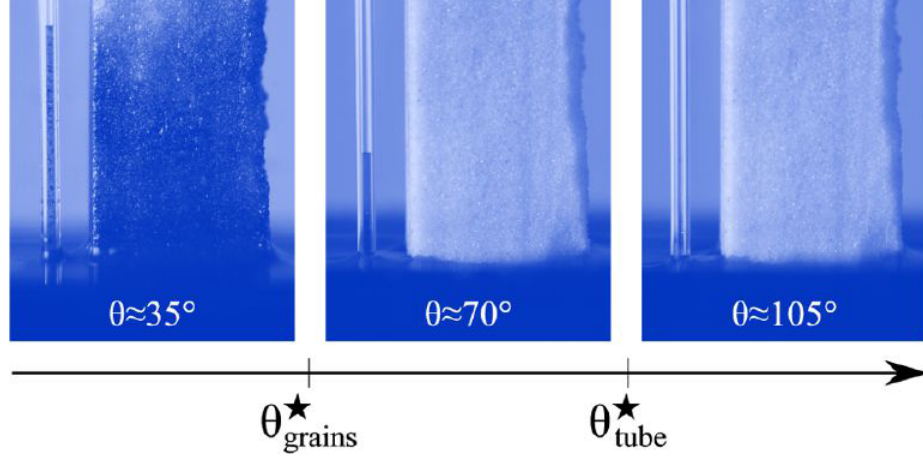


Fig. 1.16 Comparaison de l'imprégnation capillaire spontanée dans un tube de faible diamètre et dans un milieu poreux en fonction de l'angle de contact  $\theta$  [110]. L'angle de contact seuil permettant l'imprégnation spontanée d'un matériau poreux est plus faible que celui d'un tube.

atteignable par imbibition capillaire. L'expression de la pression capillaire sous-jacente est associée à l'échelle du grain [Eq. (1.3.8)] et décrit bien les dynamiques d'imbibition horizontale [97]. On notera dans la suite  $h_{eq}$  la hauteur de transition entre le régime d'imbibition capillaire vertical (dynamique de Washburn) et le régime d'imbibition stochastique. Cette hauteur correspond à la hauteur de saturation réellement mesurée au cours des expériences [voir Fig. 1.15(b)], plus faible que  $h_J$  en raison de la géométrie de l'empilement. Enfin, on peut définir la hauteur  $h_\infty$  comme

$$h_\infty = \frac{4\gamma \cos \theta}{\rho g d_p}, \quad (1.3.15)$$

où  $d_p$  est le diamètre des pores. Cette hauteur est associée à la pression capillaire maximale atteignable dans le milieu granulaire, c'est-à-dire au niveau de la taille des pores. Expérimentalement, elle correspond à la hauteur de liquide restant dans un matériau granulaire saturé sous drainage et vaut typiquement  $h_\infty = 10\gamma/(\rho g d_g)$  [54].

Nous avons jusqu'à présent considéré des écoulements capillaires dans des réseaux de grains hydrophiles. Or la mouillabilité des grains est un paramètre essentiel pour caractériser l'affinité du matériau avec le liquide auquel on cherche à le mélanger. Dans la suite, nous considérons l'influence de l'angle de contact liquide-grain sur l'imprégnation capillaire.

### 1.3.4 Mouillabilité des poudres et des grains

La pression capillaire motrice dans le processus d'imbibition dépend de l'angle de contact entre le liquide et les grains  $\theta$ . L'expression (1.3.8) induit que la pression capillaire est nulle pour un angle de contact égal à  $90^\circ$ , ce qui définit la limite classique de mouillage d'un matériau. Pour un angle inférieur à  $90^\circ$ , on parle de matériau hydrophile alors que pour un angle supérieur à  $90^\circ$ , on qualifiera le matériau d'hydrophobe, voire de superhydrophobe pour un angle supérieur à  $120 - 150^\circ$ . Ainsi, pour  $\theta < 90^\circ$ , l'imprégnation capillaire dans un tube de faible diamètre est possible. Pour un matériau granulaire, on observe expérimentalement que ce seuil  $\theta^*$  est plus bas, de l'ordre de  $50^\circ$  [110, 111, 112], comme illustrée par la Fig. 1.16 tirée de Raux *et al.* [110]. Ce paradoxe s'explique par la géométrie de l'empilement granulaire qui empêche le ménisque d'atteindre les couches de grains supérieures lorsque l'angle de contact est trop élevé. L'angle critique peut être évalué théoriquement par une analyse géométrique en 2D et en 3D [110] :

$$\theta_{2D}^* = \arccos(\sqrt{3} - 1) \simeq 43^\circ \quad \text{et} \quad \theta_{3D}^* = \arccos\left(\sqrt{\frac{8}{3}} - 1\right) \simeq 51^\circ \quad (1.3.16)$$

Notons que Lago & Araujo [100] ont également prédit l'existence d'un seuil d'imprégnation spontanée en considérant un empilement selon une maille cubique dans le calcul de la pression capillaire en fonction de l'angle de contact. Leur calcul prédit une pression capillaire qui s'annule pour une valeur  $\theta \simeq 66^\circ$ , légèrement supérieure au calcul géométrique précédent. Bien que mouillants, ces grains requièrent donc une surpression hydrostatique pour forcer l'imprégnation.

## 1.4 Dynamique des matériaux granulaires humides hétérogènes

Après s'être focalisés sur l'influence du liquide sur les propriétés des matériaux granulaires homogènes, c'est-à-dire dans lequel le liquide est réparti spatialement de manière uniforme, ainsi qu'au processus de transport de liquide au sein d'un empilement granulaire humide, nous nous intéressons dans cette partie aux matériaux granulaires humides hétérogènes soumis à des sollicitations dynamiques. Les hétérogénéités se traduisent par une répartition non uniforme du liquide avec des zones plus ou moins riches en liquide qui coexistent et peuvent interagir ensemble. Cette thématique, encore peu étudiée d'un point de vue fondamental, est au cœur de ce travail de thèse. Pour l'heure, nous présentons un aperçu des différentes approches de cette thématique proposées dans la littérature. Nous évoquons dans un premier temps une approche mécanique de la cinétique de mélange permettant une description globale du milieu. Dans un second temps, nous nous focaliserons sur les interactions locales à l'échelle du grain pouvant se produire dans un matériau humide initialement homogène soumis à des vibrations. Pour finir, nous décrirons différentes interactions apparaissant entre des phases hétérogènes, dont la quantité de liquide contenue dans chaque phase peut être très différente.

### 1.4.1 Cinétique de mélange

L'omniprésence de la problématique du mélange granulaire dans les applications industrielles, notamment cimentaires et pharmaceutiques, a motivé les recherches visant à comprendre et optimiser les procédés de mélanges. Ainsi la littérature scientifique spécifique à ces matériaux regorge d'études sur la cinétique et les mécanismes d'incorporation, et de mélange, d'un liquide dans un matériau granulaire. Les systèmes applicatifs étudiés sont extrêmement difficiles à modéliser puisqu'ils couplent la complexité intrinsèque du matériau cimentaire (polydispersité, morphologie des grains, réactivité ...) à une situation dynamique de malaxage dans laquelle la quantité et la répartition du liquide ne cesse d'évoluer. L'objectif de ces travaux est alors essentiellement de dégager des lois phénoménologiques afin de décrire l'état du mélange, d'y associer une compréhension qualitative des mécanismes sous-jacents et d'optimiser le procédé.

L'état de mélange d'un matériau granulaire humide peut être suivi en mesurant l'évolution de la puissance consommée par le malaxeur pour mettre en mouvement sa pâle mélangeuse [3, 4, 113, 114, 115]. Cette méthode fournit des informations rhéologiques sur le milieu puisque le taux de déformation est assimilable à la vitesse de rotation de la pâle et la puissance consommée est reliée à la contrainte opposée par le milieu au mouvement de la pâle [116]. Couplée à une observation de l'échantillon, cette technique permet de décrire qualitativement la transition entre les différents états de malaxage. La Fig. 1.17 reporte des photographies d'un béton ultra haute performance au cours de son mélange avec de l'eau, tirées de Cazacliu & Roquet [3]. Ce type de béton présente une distribution de taille très polydisperse afin de maximiser la compacité de l'empilement final mais, en contrepartie, est très difficile à mélanger. L'évolution de la puissance consommée par le malaxeur ainsi que ses fluctuations sont représentées sur la Fig. 1.18. Ce type de courbe permet de distinguer les différentes étapes du mélange en fonction de la répartition du liquide. Sa description emploie des concepts tirés de la littérature consacrée à la granulation humide [76, 114], schématisée sur la Fig. 1.19 et que nous détaillons à présent.

Le mélange commence avant même l'introduction du liquide. Cette phase de prémélange à

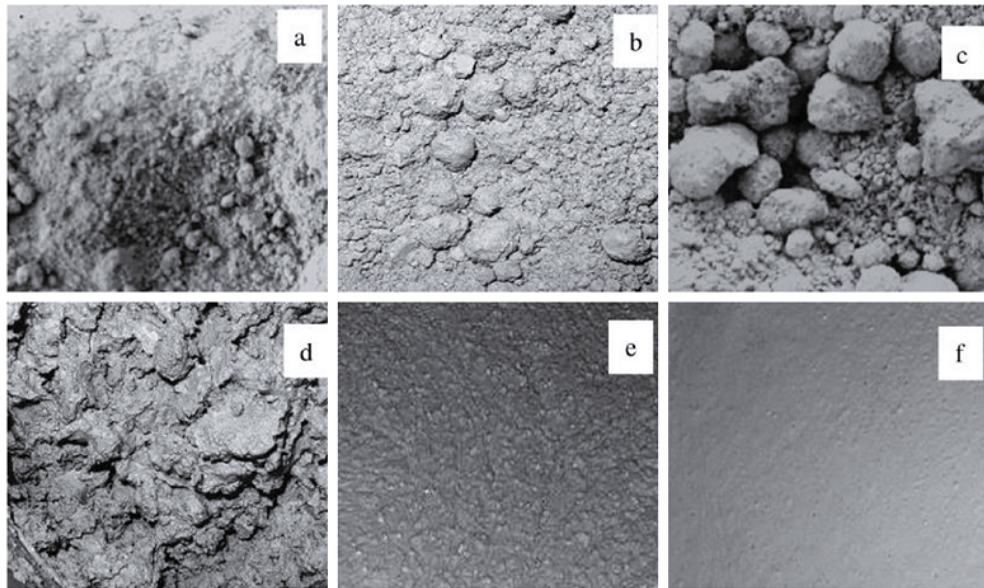


Fig. 1.17 Évolution de la morphologie du mélange d'un béton ultra haute performance après 30 s (a), 90 s (b), 120 s (c), 180 s (d), 360 s (e) et 480 s (f) suivant l'introduction du liquide. Tirées de [3].

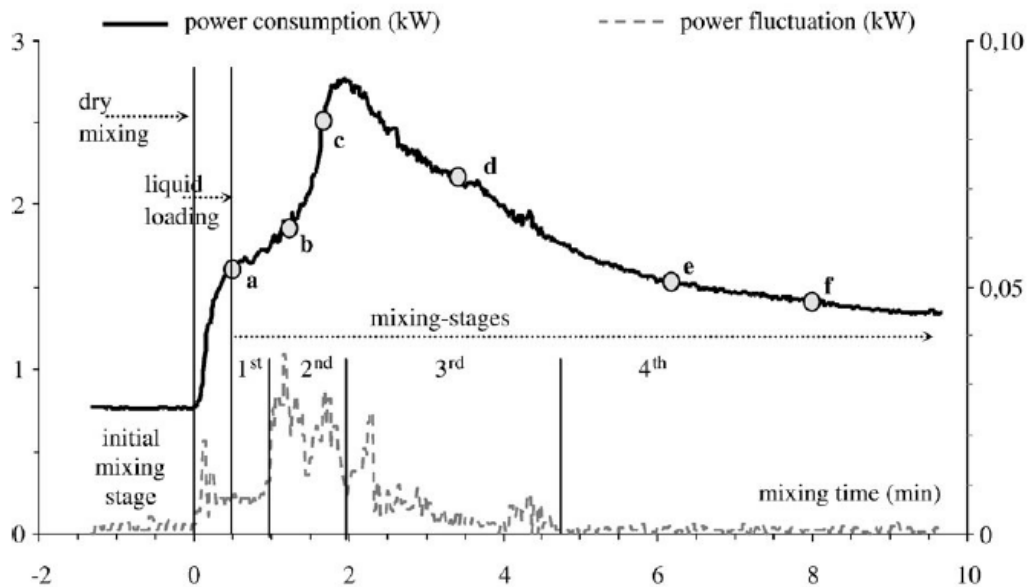


Fig. 1.18 Évolution de la puissance consommée et de ses fluctuations au cours du mélange d'un béton ultra haute performance [3].

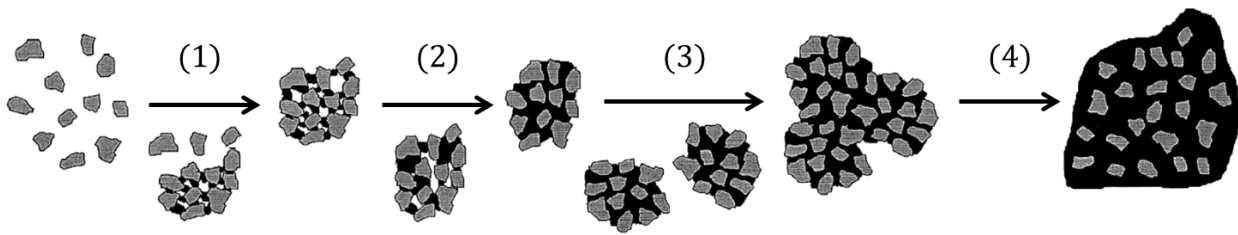


Fig. 1.19 Différentes étapes de malaxage en fonction de la quantité d'eau injectée dans le matériau granulaire. Illustrations adaptées de [119].

sec s'effectue avec une consommation de puissance constante et peu de fluctuations, reflétant l'interaction de la pâle avec le matériau granulaire [117, 118]. La dissipation est alors uniquement due à la friction entre les grains. L'ajout du liquide engendre une forte augmentation, à la fois de la puissance consommée et des fluctuations. Le matériau garde encore son aspect sec mais de petits agrégats font leurs apparitions [Fig. 1.17(a)]. Ces agrégats grossissent à mesure que le mélange se réalise [Fig. 1.17(b)]. Dans cette première phase de mélange, la formation des agrégats résulte de la nucléation de ponts capillaires entre les grains (1). La cohésion capillaire qu'ils génèrent se traduit par une augmentation de la consommation de puissance avant de se stabiliser lorsque les agrégats entrent dans l'état funiculaire (2). Une nouvelle hausse de la consommation de puissance est relevée au début de la seconde phase de mélange. Les agrégats, alors saturés et disséminés, coalescent en créant des ponts liquides les uns avec les autres (3) [Fig. 1.17(c)]. La dissipation capillaire augmente de nouveau et le matériau prend l'apparence d'une pâte épaisse, dans l'état capillaire (on parle aussi de "*raspberry-like*" shape en anglais) [Fig. 1.17(d)]. À l'issue de cette seconde phase, la consommation de puissance atteint son maximum avant de décroître lors du passage en suspension (4). Cette transition correspond au point de fluidité au-delà duquel la dissipation énergétique est essentiellement liée à la viscosité de la suspension granulaire devenue homogène [Fig. 1.17(f)].

Cette approche globale du mélange granulaire à l'aide de la mesure de puissance dissipée permet de décrire phénoménologiquement le mélange et d'optimiser les compositions granulaires et les méthodes d'incorporation du liquide, en cherchant à minimiser la consommation énergétique requise pour obtenir un mélange homogène [4, 115]. Néanmoins elle ne permet pas d'établir une description des mécanismes d'interaction à l'échelle des grains et du liquide. Pour atteindre ce dessein, il est nécessaire de revenir à des configurations plus simples afin de minimiser les sources de complexité.

### 1.4.2 Matériaux granulaires humides sous vibrations

Une manière assez simple d'introduire de l'énergie dans un système consiste à le faire vibrer en le soumettant à une agitation extérieure. Dans le cas des matériaux granulaires, l'agitation mécanique, si elle est suffisamment importante, conduit à la fluidisation du système et à une mise en mouvement erratique des grains, un peu à la manière d'un mouvement moléculaire dans un liquide [1]. Lorsque les grains sont secs, la condition de mise en mouvement est déterminée simplement : en considérant un réservoir rempli de grains soumis à une agitation verticale périodique d'amplitude  $A \cos(\omega t)$ , où  $\omega = 2\pi f$  est la pulsation de l'oscillation, l'accélération maximale subie par le matériau granulaire vaut alors  $A\omega^2$ . Si cette accélération est inférieure à la gravité, les grains restent au repos mais si elle devient supérieure, ils sont mis en lévitation à chaque période, entraînant la fluidisation du matériau. On définit alors  $\Gamma = A\omega^2/g$  l'accélération normalisée par la gravité et  $\Gamma_c$  le seuil de fluidisation. Dans le cas sec, la fluidisation est attendue pour une accélération  $\Gamma > 1$ , ce qui est relativement bien vérifié expérimentalement avec  $\Gamma_c \simeq 1,2$  [1, 120]. En ajoutant à présent du

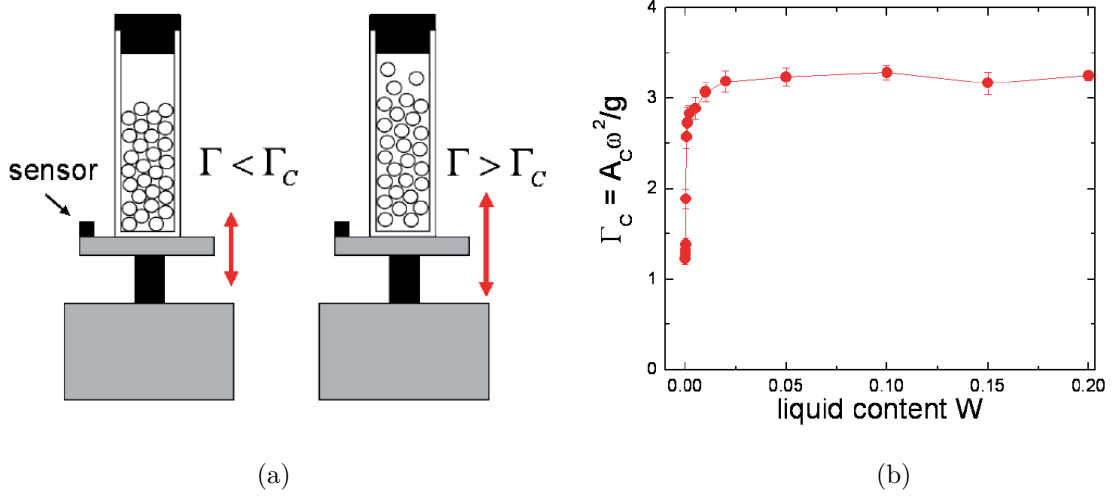


Fig. 1.20 (a) Schéma d'une expérience de fluidisation d'un matériau granulaire par vibration verticale, en dessous et au-dessus du seuil de fluidisation. (b) Évolution de l'accélération seuil normalisée  $\Gamma_c$  en fonction de la quantité de liquide  $W$  pour des billes de verre de rayon  $r_g = 380 \mu\text{m}$ . Schémas et données issus de [121].

liquide, on s'attend à modifier ce seuil de fluidisation et la dynamique des particules en raison de la cohésion capillaire.

### Seuil de fluidisation

L'influence du liquide sur le seuil de fluidisation d'un matériau granulaire humide a été étudiée en utilisant un dispositif expérimental d'agitation verticale, représenté schématiquement sur la Fig. 1.20(a) [8, 41, 121]. L'évolution typique du seuil  $\Gamma_c$  est reportée sur la Fig. 1.20(b) pour des billes de verre de rayon  $r_g = 280 \mu\text{m}$  avec une quantité d'eau  $W$  croissante. L'ajout de liquide entraîne bien une hausse du seuil de fluidisation qui est néanmoins constant et ne dépend pas de la quantité de liquide  $W$ , hormis pour les faibles valeurs de  $W$ . Cette indépendance provient du fait que la force capillaire inter-grains ne dépend pas de la quantité de liquide comme nous l'avons vu précédemment. Nous détaillons à présent le calcul du seuil de fluidisation afin de mettre en exergue les ingrédients physiques responsables de ce phénomène.

Le seuil théorique de fluidisation peut être obtenu en comparant la force d'accélération imposée au matériau granulaire humide à la force d'adhésion capillaire entre les grains et les parois du récipient. L'ensemble des grains est accéléré par l'agitateur, si bien que la force qui en découle s'applique sur l'ensemble de l'échantillon de masse totale  $2\pi\phi\rho_g R^2 H$ , en considérant ici un récipient cylindrique de rayon  $R$  rempli de grains sur une hauteur  $H$ . La force appliquée par l'agitateur sur les grains s'écrit donc

$$F_{acc} = 2\pi\phi\rho_g R^2 H(\Gamma - 1)g. \quad (1.4.1)$$

La force capillaire exercée entre les grains et les parois du réservoir est assimilable à la force exercée par des grains mouillés et frottants contre une paroi plane, avec  $F_{cap} = 4\pi\gamma r_g \cos\theta$  [28]. La force capillaire totale  $F_T$  correspond à la force d'un pont capillaire, multipliée par le nombre de grains  $n_c$  en contact avec la paroi :  $n_c = \phi_c \times S$ , avec  $S$  la surface de contact et  $\phi_c$  la densité surfacique de contacts. On obtient donc

$$F_T = F_{cap} \times \phi_c \pi R(2H\mu + R), \quad (1.4.2)$$

où le premier terme correspond à la contribution des parois latérales et le second tient compte de la contribution du fond. Le coefficient de friction  $\mu$  intervient car les parois latérales agissent



tangentiellement sur les grains. Le seuil de fluidisation est franchi lorsque  $F_{acc} > F_T$ , conduisant à l'accélération critique [74] :

$$\Gamma_c \simeq 1 + \frac{3,27\gamma \cos \theta}{r_g g \phi \rho_s} \left( \frac{2\mu}{R} + \frac{1}{H} \right), \quad (1.4.3)$$

en prenant  $\phi_c \simeq 0,26/r_g^2$  pour un empilement compact aléatoire [74]. Ce seuil théorique prédit bien les mesures expérimentales ainsi que les dépendances à la tension de surface, la taille des grains et la hauteur de remplissage du réservoir [121]. La force induite par l'accélération des grains permet donc leur mise en mouvement en dépassant la force cohésive capillaire, on parle de fluidisation par force.

Pour une accélération normalisée  $\Gamma$  plus élevée, une transition supplémentaire est observée dans la phase fluidisée. Cette dernière se sépare en deux phases coexistant ensemble, l'une dense, l'autre diluée telle un gaz [122]. Ce type de transition apparaît lorsque l'énergie cinétique des grains devient comparable à l'énergie de rupture des ponts liant les grains. On parle alors de fluidisation par énergie puisque ce sont les énergies capillaire et cinétique qui gouvernent la transition [8].

Ces exemples illustrent l'un des effets du liquide sur la dynamique d'un matériau granulaire soumis à une agitation mécanique. En présence de polydispersité ou de deux populations de tailles de grains distinctes, l'apport de liquide peut également favoriser ou non le mélange des grains en annihilant la ségrégation [123]. Ce phénomène apparaît au-delà d'une quantité de liquide critique, dépendante de la taille des grains, lorsque l'énergie cinétique des particules n'est plus suffisante pour rompre les ponts capillaires. Dans ce cas, le liquide agit donc comme un facteur d'homogénéisation du matériau granulaire humide en maintenant une cohésion entre les grains. Néanmoins, lorsque la dynamique devient trop violente et que le liquide est en trop grande quantité, ces deux effets engendrent des hétérogénéités, on parle alors d'agglomération [49].

### Agglomération et granulation

On considère des matériaux granulaires humides, initialement homogènes, présentant des quantités de liquide  $W$  plus importantes (entre 0,1 et 0,5) et soumis à une accélération très grande devant la gravité ( $A\omega^2/g \gg 1$ ). Dans ces nouvelles conditions, le système ne se fluidise pas mais forme spontanément des agglomérats de grains et de liquide, comme représentés sur la Fig. 1.21(a) [49]. Après quelques minutes, le système atteint un état d'équilibre avec des agglomérats présentant une distribution de taille stationnaire [cf. Fig. 1.21(b)]. La taille moyenne des clusters dépend linéairement du diamètre des grains et augmente avec la quantité de liquide. Les agrégats présentent donc un nombre constant de grains et leur taille est directement liée à la cohésion générée par la quantité de liquide.

La compréhension précise de ce phénomène reste encore très discutée. La granulation, ou agglomération, résulte essentiellement des impacts entre les différents agglomérats qui peuvent à la fois fusionner ou se fragmenter en fonction de leur composition ou des sollicitations auxquelles ils sont soumis [76], rendant délicate la prédiction d'une quelconque dynamique de croissance. Par ailleurs, la proportionnalité de la taille moyenne des agrégats avec le diamètre des grains reste source d'interrogations. Les auteurs font en effet le constat que les raisonnements classiques, considérant une contrainte cohésive  $\sigma \sim \gamma/d_g$ , prédisent une taille  $D \propto \sigma \propto 1/d_g$ , contraire aux résultats expérimentaux [49]. La maîtrise de ce procédé, pourtant très répandu dans l'industrie (*high-shear granulation*), reste par conséquent encore très empirique.

#### 1.4.3 Interactions granulaires hétérogènes

Jusqu'à présent, nous nous sommes attachés à décrire la dynamique dans les matériaux granulaires humides initialement homogènes soumis à des sollicitations. Or les phénomènes d'agglomération, que nous venons de voir, mettent en lumière l'importance des hétérogénéités qui peuvent

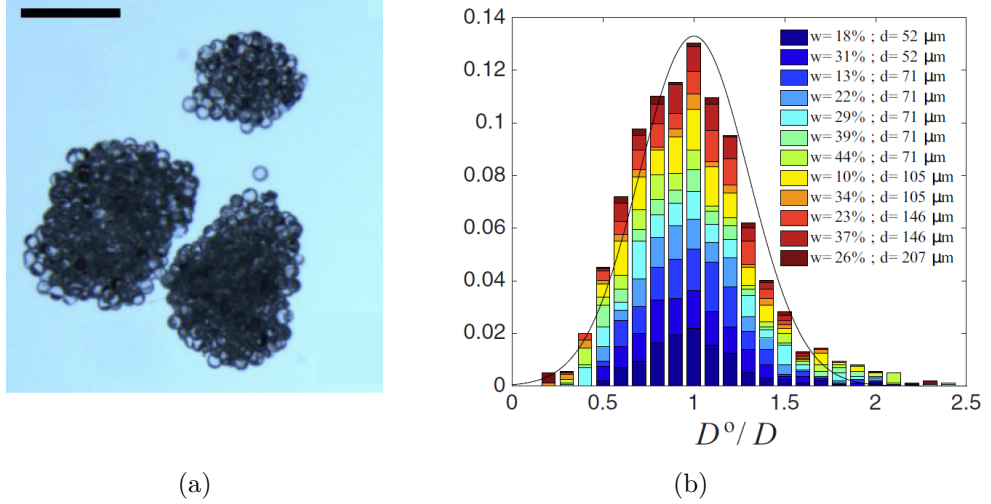


Fig. 1.21 (a) Photographies d'agglomérats obtenus avec des billes de verre de diamètre  $d_g = 146 \mu\text{m}$  et une quantité de liquide  $W = 0,37$  pour une vitesse de  $0,9 \text{ m/s}$  soit  $\Gamma \simeq 18$ . La barre d'échelle vaut  $1 \text{ mm}$ . (b) Distribution normalisée de la taille moyenne  $D$  des agglomérats pour différents diamètres de grains  $d_g$  et différentes valeurs de  $W$ . La distribution gaussienne permet de voir l'asymétrie de la distribution. Données tirées de [49].

apparaître dans un mélange granulaire et des interactions à l'échelle de ces hétérogénéités, plus ou moins riches en liquide. Dans cette partie, nous décrivons les phénomènes pouvant se produire lors de la rencontre d'un matériau granulaire humide avec un matériau granulaire sec dans des situations dynamiques. Des échanges de liquide et de grains sont attendus à l'interface entre les phases, engendrant un changement de morphologie de l'interface. Nous considérons successivement le cas d'un matériau granulaire contenant peu de liquide puis celui d'un matériau riche en liquide, interagissant avec un écoulement granulaire sec.

### Matériau granulaire insaturé - Érosion granulaire

Le passage d'un écoulement granulaire sur un matériau granulaire peu saturé en liquide (état pendulaire) peut engendrer son érosion si la force appliquée par l'écoulement est suffisamment grande pour rompre les ponts capillaires et emporter le grain, on parle alors d'érosion granulaire. Ce phénomène intéresse particulièrement les géophysiciens qui cherchent à comprendre la morphologie des formations rocheuses résultant de ce type d'échange granulaire [124, 125]. Conceptuellement, l'érosion granulaire ressemble beaucoup à l'érosion d'un lit de grains par un écoulement de liquide, décrite par des modèles de transport sédimentaire, très utile pour la prédiction des transports fluviaux [126, 127]. La principale différence réside ici dans la nature de la contrainte imposée par l'écoulement sur le matériau humide, qui sous-tend la loi d'érosion [128].

Lefebvre & Jop ont mesuré les taux d'érosion granulaire à l'aide d'expériences modèles en tambour tournant, illustrée sur la Fig. 1.22(a), en modifiant à la fois la taille des grains, la viscosité et la tension de surface du liquide [129]. La force moyenne appliquée par l'écoulement peut-être estimée en considérant une contrainte de Bagnold, d'origine collisionnelle [130], ou une contrainte gravitaire. La contrainte de Bagnold s'écrit en fonction du taux de cisaillement  $\dot{\gamma}$  comme  $\tau_B \propto \rho_g d_g^2 \dot{\gamma}^2$ . Le taux de cisaillement en tambour tournant est donné par  $\dot{\gamma} = (1/2)\sqrt{g/d_g}$  [65], de sorte que la contrainte s'écrit  $\tau_B \propto \rho_g g d_g$ . La contrainte gravitaire résulte, elle, du frottement de la couche de grains s'écoulant sur l'agrégat  $\tau_g = \rho_g g h \mu$  où  $h$  et  $\mu$  sont respectivement l'épaisseur de la couche et le coefficient de friction. En utilisant ces expressions, on trouve que la force moyenne exercée sur un grain  $\bar{F} = \tau \pi r_g^2$  est 10 à 100 fois plus faible que la force capillaire exercée par un

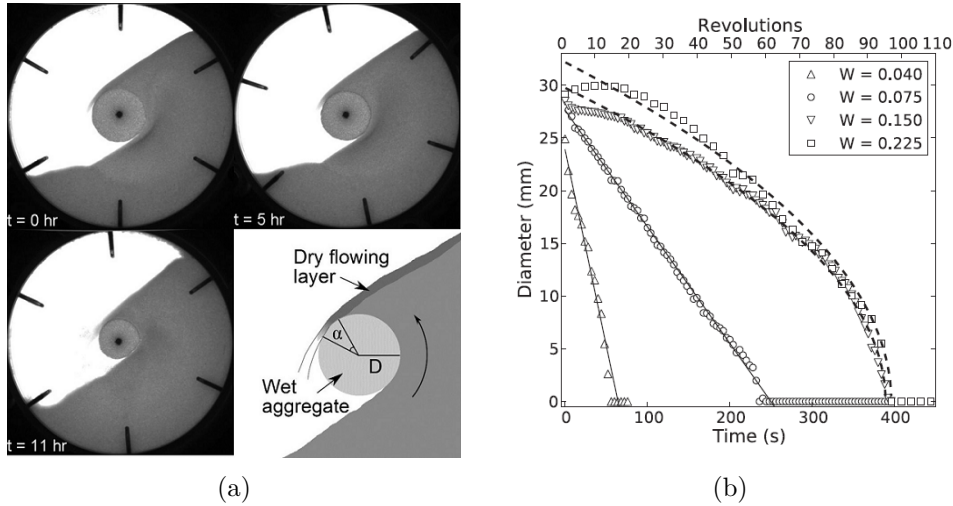


Fig. 1.22 (a) Expérience d'érosion d'un agrégat humide en tambour tournant. L'agrégat est composé de billes de verre et d'huile silicone V100. (b) Évolution temporelle du diamètre d'un agrégat composé de grains de phonolite et d'eau. Les courbes en trait plein sont des ajustements linéaires tandis que celles en pointillés sont des ajustements en racine carrée. Figures tirées de [129].

pont sur ce même grain. Cela signifie que l'érosion granulaire provient des fluctuations de forces exercées par l'écoulement sur l'agrégat, dont la distribution  $P(f)$  suit une loi exponentielle dans un écoulement cisailée [131] :

$$P(f) = \frac{f^2}{2F_0^3} e^{-\frac{f}{F_0}}, \quad (1.4.4)$$

avec  $F_0$  relié à la force moyenne telle que  $\bar{F} = 3F_0$ . Une loi d'érosion peut être écrite, dans ce modèle stochastique, en considérant que seules les forces  $f$  supérieures à la force capillaire  $F_{cap}$  contribuent à l'érosion, à un taux  $1/t_{rupt}$  où  $t_{rupt}$  est le temps de rupture du pont, et avec une probabilité d'occurrence  $P(f)df$  [129] :

$$E_s = \frac{\alpha T}{2\pi} \int_{F_{cap}}^{\infty} \frac{1}{t_{rupt}(f)} P(f) df, \quad (1.4.5)$$

où le terme  $\alpha/2\pi$  correspond à la portion d'agrégat exposée à l'écoulement. Le temps de rupture est la somme d'un temps inertiel comparant l'écart au seuil capillaire  $f - 2\pi\gamma r_g \cos\theta$  à l'inertie, dominant à faible viscosité, et un temps visqueux comparant l'écart au seuil capillaire aux effets visqueux [129]. En considérant ces deux temps, on obtient une loi d'érosion permettant de prédire correctement les taux d'érosion constants mesurés expérimentalement [129] ainsi que la morphologie de l'agrégat soumis à un écoulement érodant [132].

L'érosion granulaire est par conséquent un phénomène stochastique dépendant des fluctuations de force imposées par l'écoulement granulaire qui peuvent vaincre la cohésion capillaire. Le modèle met également en avant l'importance de l'inertie et de la viscosité qui gouvernent le taux d'érosion au travers du temps de rupture des ponts capillaires. Cette description tient tant que l'agrégat est dans un état pendulaire. Pour des quantités de liquide plus importantes ( $W > 0,2$ ), l'agrégat commence à croître en captant des grains avant de s'éroder, on parle alors d'accrétion granulaire [133].

### Matériau granulaire saturé - Tour granulaire

Qu'elles soient artificielles ou naturelles, les sculptures en sable sont sans aucun doute l'un des exemples les plus parlants et spectaculaires des propriétés des matériaux granulaires humides,



Fig. 1.23 (a) Tours de sable façonnées par un vent glacial les érodant, Lac Michigan, USA. Photographie de Joshua Nowicki. (b) "Drip towers" sur une plage. Sculpture réalisée par Sandcastle Matt.

comme le rappellent les Fig. 1.23(a)-(b). Dans ce paragraphe, nous discutons des tours granulaires en mettant l'accent sur les mécanismes responsables de leur construction, qui relèvent d'une interaction entre un matériau granulaire humide saturé et un matériau granulaire sec. Le cas des "drip towers" [Fig. 1.23(b)] est particulièrement édifiant puisqu'elles sont bâties en faisant s'égoutter une suspension de sable mouillé sur du sable sec. Ces structures ont fait l'objet d'une étude pour comprendre leur dynamique de croissance et leur morphologie en fonction de la fréquence d'émission des gouttes [134, 135]. Les auteurs ont notamment montré que la croissance des tours résultait d'une compétition entre le temps de drainage du liquide et la fréquence d'impacts des gouttes, que nous détaillons ici.

Les tours sont construites en accumulant périodiquement des gouttes, de volume  $V$ , de suspensions modèles de billes de verre, émises à un débit  $Q$  et à une hauteur  $H$  d'un lit de grains secs [cf. Fig. 1.24]. Le temps entre l'émission de deux gouttes successives  $T$  s'écrit alors  $T = V/(QT)$ . En impactant le substrat sec, la goutte se fige et une partie du liquide qu'elle contient est absorbée par le substrat. La succession d'impacts de gouttes permet de construire la tour au rythme du débit d'émission, comme illustré sur la Fig. 1.24(b). La structure interne de la tour, observée par microtomographie X, révèle une saturation complète de la porosité et une compacité  $\phi^*$  supérieure à  $\phi$ , la compacité initiale de la suspension. La stabilité mécanique de la tour provient alors de la dépression capillaire à l'interface liquide-air, dans l'état capillaire.

Pour des faibles hauteurs, la dynamique de croissance de la tour est linéaire en temps : lorsqu'une goutte impacte la tour, elle se fige et l'excès de liquide est drainé jusqu'à la base de la tour. La vitesse de croissance est donc proportionnelle au débit et s'écrit simplement

$$v_G = \frac{\phi}{\phi^*} \frac{Q}{s}, \quad (1.4.6)$$

avec  $s$  la section de la tour. Un changement de dynamique de croissance apparaît lorsque le temps entre deux impacts de gouttes successifs devient plus petit que le temps nécessaire au drainage du liquide. En modélisant le transport de liquide par une dynamique de Lucas-Washburn [95], le flux de liquide drainé s'écrit  $j_D = kp_c/(\eta h)$  avec  $h$  la hauteur de la tour alors que le flux de liquide excédentaire s'écrit  $j_L = v_G(\phi^* - \phi)/\phi$ . L'égalité des deux flux correspond à la hauteur de transition [Fig. 1.24(c)] [134] :

$$h_x = \frac{kp_c}{\eta} \frac{\Phi}{v_G}, \quad (1.4.7)$$

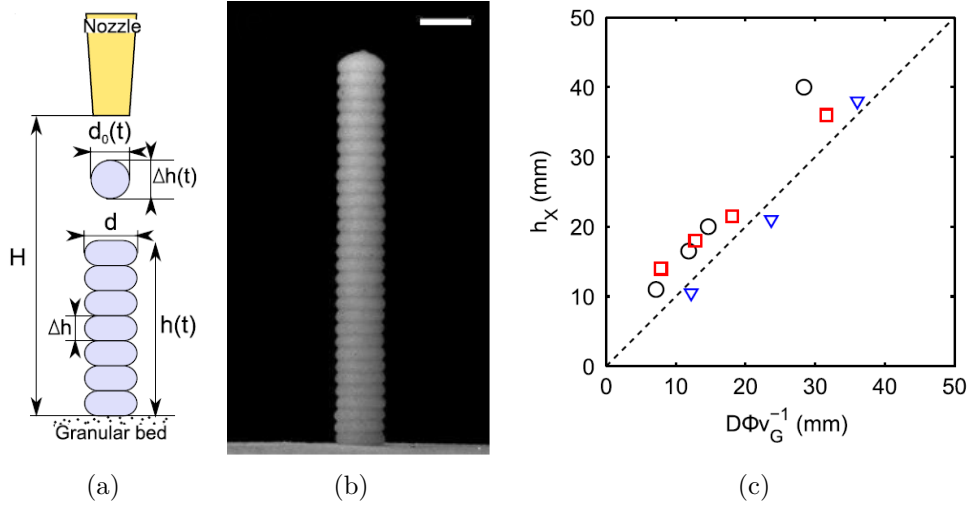


Fig. 1.24 (a) Schéma d'une expérience modèle de croissance de "drip tower". (b) Photographie d'une tour granulaire construite par un goutte-à-goutte d'une suspension granulaire de billes de verre sur un lit de grains de 10 mm. (c) Évolution de la hauteur de transition  $h_x$  en fonction de  $D/v_G$ , avec  $D = kp_c/\eta$  traduisant l'équilibre entre le flux de drainage et le flux d'arrivée des gouttes. Figures tirées de [134].

où  $\Phi = \phi/(\phi^* - \phi)$ . La dynamique de croissance de la tour résulte donc de l'interaction d'une suspension dense sur le lit granulaire sec au travers de la compétition entre le temps d'émission des gouttes et le temps de transport du liquide, qui conditionne par ailleurs la morphologie de la tour ainsi que sa stabilité [134].

Une autre manière de construire une tour granulaire consiste à verser du sable sec sur du sable humide. Si la quantité de liquide contenue dans le substrat humide est suffisamment importante (funiculaire ou capillaire), une tour émerge dans la direction du jet [136], là où un simple tas conique se serait formé si le substrat avait été sec. Ce phénomène est un très bel exemple d'accrétion granulaire que nous abordons à présent.

La dynamique de croissance et la stabilité mécanique des tours granulaires construites par accrétion ont été étudiées par Pacheco-Vázquez *et al.* avec du sable et de l'eau [136]. La Fig. 1.25(a) présente un schéma du dispositif expérimental où un jet dilué de sable sec impacte un substrat granulaire, composé du même sable mais de différentes hauteurs  $h_s$ , connecté à un réservoir de liquide afin de le saturer par montée capillaire. Une série de photographies d'une tour en train de croître est présentée sur la Fig. 1.25(b). Si le mécanisme de capture n'est pas encore clairement identifié, l'évolution temporelle de la hauteur de la tour durant la croissance semble suivre une loi logarithmique en temps de la forme [136] :

$$h(t) = h^*(W) \ln \left( 1 + \frac{v_0 t}{h^*(W)} \right), \quad (1.4.8)$$

où  $v_0$  est la vitesse initiale de croissance et  $h^*(W)$  est une hauteur caractéristique dépendant, légèrement, de  $W$  la fraction volumique de liquide, modifiée en changeant la hauteur de grains pré-imbibés. Cette fonction, complètement différente des lois d'imbibition classiques, évoquées dans la section 1.3, capture de façon plutôt robuste la dynamique d'accrétion verticale et indique que la vitesse de croissance décroît exponentiellement avec la hauteur de la tour :

$$v(h) = v_0 e^{-h/h^*}. \quad (1.4.9)$$

Les auteurs traduisent cette dynamique de croissance en terme de probabilité de capture, ou probabilité de collage,  $\mathcal{P}_{capt}(h)$  proportionnelle au taux de croissance. Une diminution exponentielle

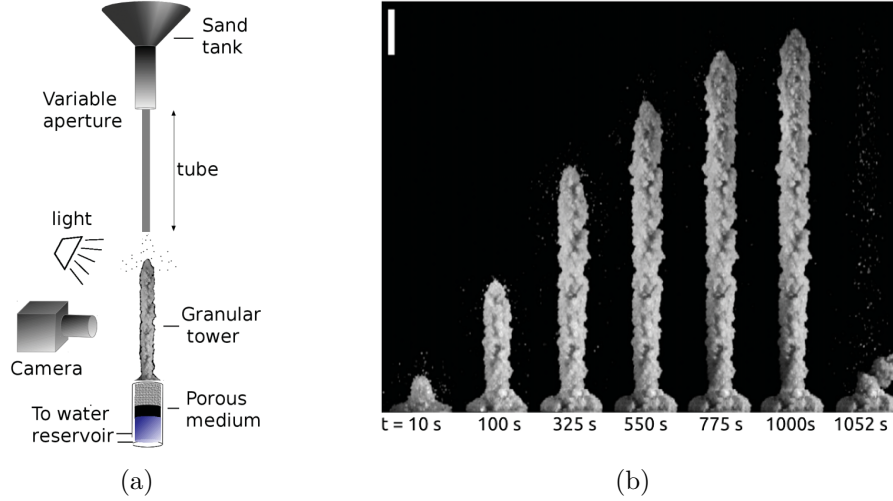


Fig. 1.25 (a) Schéma du dispositif expérimental de croissance de tour granulaire par un jet de sable sec sur un substrat de sable humide. (b) Photographies d'une tour granulaire à différents instants. Figures tirées de [136].

de cette probabilité est attendue afin d'expliquer la dynamique de croissance. Cependant, l'origine physique d'une telle diminution reste en discussion. Pacheco-Vázquez *et al.* ont supposé que le degré de saturation de l'édifice varie exponentiellement avec la hauteur, ce qui est confirmé par des mesures de pesées macroscopiques.

Enfin, en comparant la cohésion imposée par la dépression de Laplace à l'interface liquide-air à la somme du poids de la tour et de la pression appliquée par le jet sur cette dernière, il est possible de prédire le domaine d'existence des tours granulaires [136]. La hauteur maximale de stabilité peut également être estimée dans le régime pendulaire par [137] :

$$h_{crit} = \left( \frac{9J_{(-1/3)}^2 G R_T^2}{16\rho_g g} \right), \quad (1.4.10)$$

où  $R_T$  est le rayon de la tour,  $J_{(-1/3)} \simeq 1,8663$  est la plus petite racine positive de la fonction de Bessel d'ordre  $-1/3$  et  $G = 0,054r_g^{-1/3} E^{2/3} \gamma^{1/3}$  est le module élastique du matériau granulaire humide et  $E$  le module d'Young des grains. Cette formule prédit une hauteur critique de 150 mm, atteinte expérimentalement pour une fraction volumique  $W = 0,78$  [136]. Cette analyse est cependant discutable car la tour n'est pas en état pendulaire pour une fraction volumique si élevée, mais plutôt dans l'état funiculaire ou capillaire [136].

À travers ces exemples de croissance de tours granulaires et d'érosion d'agrégats, nous avons vu plusieurs types d'interactions hétérogènes entre une phase granulaire plus ou moins riche en liquide et une autre qui en est dépourvue. Les mécanismes restent néanmoins mal compris ou sujets à discussion, notamment en ce qui concerne la capture et le transport de liquide lors de l'accrétion granulaire ou la compétition avec l'érosion. Ils sont pourtant fondamentaux pour bien décrire les différents échanges rencontrés lors du mélange granulaire. À présent, nous exposons la problématique de la thèse axée sur la compréhension et la modélisation des différents mécanismes d'échange entre une phase sèche et une phase humide.

## 1.5 Problématique de la thèse

Comme nous l'avons vu précédemment, l'incorporation de liquide dans un matériau granulaire sec lors d'un mélange modifie fortement les propriétés du matériau et peut engendrer la formation

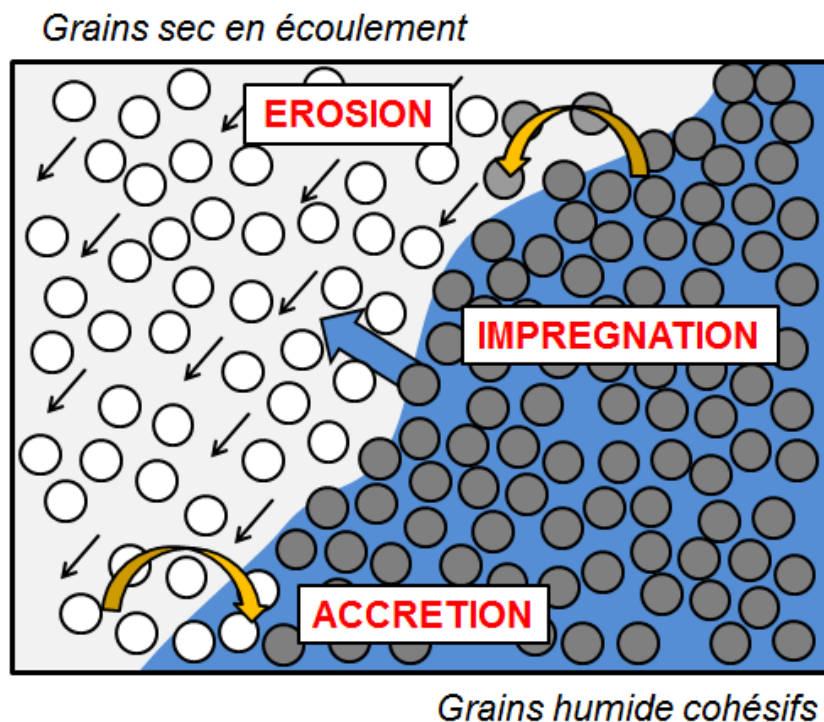


Fig. 1.26 Schéma des différents phénomènes d'échanges entre une phase granulaire sèche en écoulement et une phase granulaire humide.

d'hétérogénéités importantes. Un mélange réussi consiste à lisser ces hétérogénéités afin d'obtenir une préparation homogène dans laquelle le liquide est uniformément réparti. Les contraintes industrielles imposent par ailleurs que ce mélange soit réalisé le plus rapidement possible, en utilisant des matériaux parfois difficiles à incorporer au liquide comme des grains hydrophobes ou peu denses. Au regard de la littérature exposée, il apparaît que les situations très hétérogènes d'une part et les régimes dynamiques d'autre part, mettant en jeu des écoulements granulaires, demeurent des domaines peu explorés alors même qu'ils sont fortement présents dans les applications.

Dans cette thèse, nous nous attachons à décrire les différents mécanismes pilotant les interactions existant dans un mélange hétérogène de grains et de liquide. Cette configuration est modélisée par la mise en écoulement d'un matériau granulaire sec, frictionnel mais non-cohésif, sur un matériau granulaire humide et cohésif. À l'interface entre ces deux phases, des phénomènes d'échange de grains et de liquide sont possibles, comme schématisés sur la Fig. 1.26. La nature de ces échanges dépend grandement de la quantité de liquide présente dans la phase humide (voir Fig. 1.27). Pour de faibles quantités de liquide, dans le régime pendulaire, la phase sèche vient arracher des grains présents à l'interface de la phase humide, on parle d'érosion granulaire [133] évoquée dans la section 1.4.3. Pour des quantités de liquide plus importantes, lorsque la phase humide est dans l'état capillaire, le liquide est présent en quantité suffisante pour capturer d'autres grains à l'interface sec-humide. On parle alors d'accrétion granulaire. Ce phénomène reste encore peu étudié [133, 136] et fait l'objet d'une bonne partie de cette thèse. Notre démarche a consisté à isoler les mécanismes contribuant à la dynamique du phénomène, à l'aide d'expériences modèles, afin de les comprendre et de les modéliser. L'influence des différents paramètres, à la fois cinétiques et physico-chimiques, ont également fait l'objet d'une investigation approfondie. Enfin, pour des quantités de liquide très importantes, typiquement lorsque le liquide est en excès par rapport aux grains, la phase humide n'est plus capable de retenir le liquide qui se reprend dans l'écoulement granulaire sec, on peut alors parler d'imprégnation dynamique. Cette configuration correspond par exemple à l'incorpo-

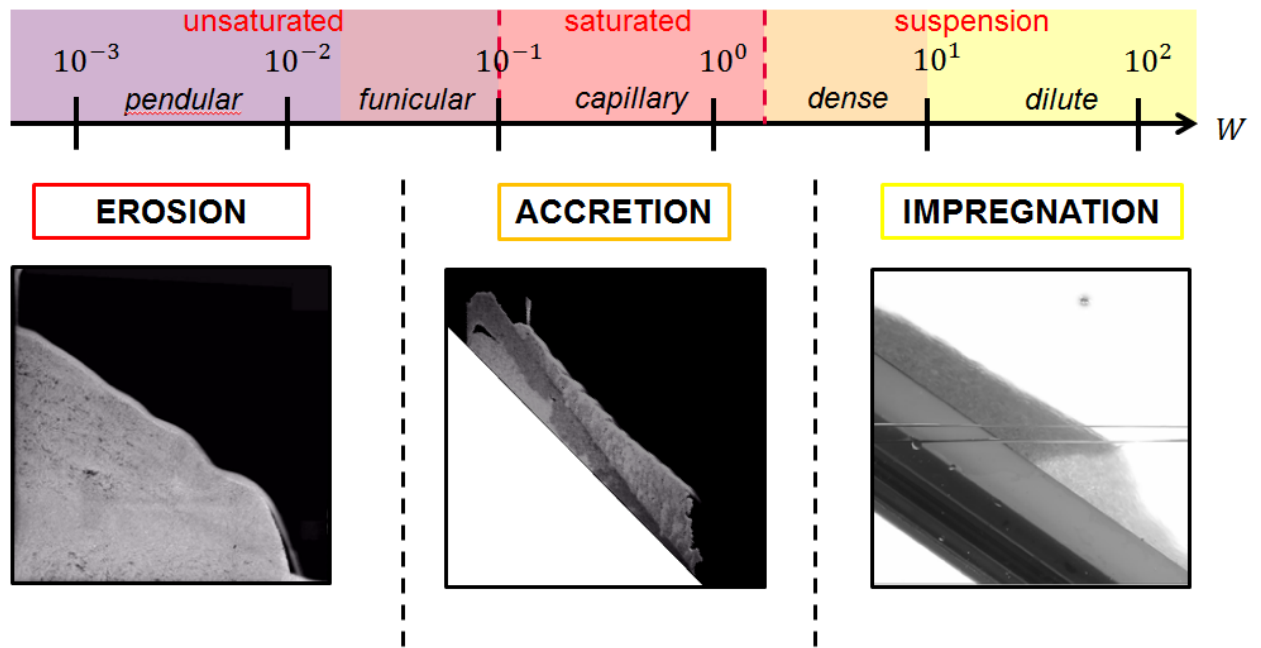


Fig. 1.27 Récapitulatif des différentes interactions entre un matériau granulaire humide et un écoulement granulaire sec en fonction de la quantité de liquide disponible. L'image illustrant l'érosion correspond à l'érosion d'un tas humide par un écoulement dense, tirée de [132]. Celle illustrant l'accrétion, tirée de [133], est une expérience d'écoulement granulaire sec sur un tas saturé. Enfin, l'image illustrant l'impregnation correspond à une expérience de pénétration d'un écoulement granulaire dense, sur un plan incliné confiné, dans un réservoir de liquide.

ration d'un jet granulaire dans un réservoir de liquide, caractérisée par une phase d'impregnation du jet. Le transfert de liquide peut être la conséquence d'effets capillaire ou hydrostatique et est déterminant pour la qualité et l'homogénéité du mélange final. Ce problème a été traité dans cette thèse, à la fois expérimentalement, numériquement et théoriquement, à partir d'une analogie avec les matériaux poreux en translation dans un liquide. L'objectif est de quantifier l'impact de la vitesse d'immersion sur la morphologie des fronts d'impregnation et les conséquences sur l'emportement d'air. Cette situation pose plus généralement la problématique de l'impact du mouvement granulaire sur la dynamique d'imbibition. Cette question a été étudiée de façon préliminaire au moyen d'expériences d'imbibition dans un matériau granulaire vibré, dans le but de comprendre l'effet des vibrations sur la dynamique d'ascension du liquide pour optimiser la mouillabilité d'un matériau granulaire. Ce dernier point sera évoqué dans les perspectives de ce travail de thèse.





# Chapitre 2

## Méthodes et techniques de caractérisation

### Sommaire du chapitre

---

<b>2.1 Propriétés des grains</b>	<b>41</b>
2.1.1 Matériaux granulaires	41
2.1.2 Granulométrie	42
2.1.3 Angle de contact	44
<b>2.2 Caractérisation d'un empilement granulaire</b>	<b>45</b>
2.2.1 Compacité	46
2.2.2 Perméabilité	46
<b>2.3 Microtomographie par rayons X</b>	<b>48</b>
2.3.1 Éléments théoriques de tomographie en faisceau parallèle	48
2.3.2 Microtomographie de laboratoire	50
2.3.3 Traitement des images	51

---

Ce chapitre vise à décrire les propriétés des matériaux granulaires utilisés ainsi que différentes méthodes de caractérisation des grains et des liquides et les méthodes d'imagerie utilisées tout au long de ces travaux de thèse. Les montages expérimentaux spécifiques à l'étude d'un phénomène seront présentés au fil de la thèse dans les chapitres qui leur sont consacrés.

Les différents types de grains utilisés ont permis de faire varier la taille, la densité, la mouillabilité et la sphéricité des particules. Dans un premier temps, nous caractériserons ces propriétés qui modifient fortement les interactions entre les grains et le liquide et entre les grains eux-mêmes. Par ailleurs, comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent, un empilement granulaire statique se comporte vis-à-vis d'un fluide comme un matériau poreux. Les propriétés du matériau poreux équivalent sont intimement liées aux propriétés individuelles des grains. Dans un second temps, nous nous attacherons à quantifier ces paramètres tels que la porosité et la perméabilité de l'empilement. Enfin, dans une troisième partie, nous aborderons les méthodes d'imagerie utilisées et en particulier la microtomographie par rayons X qui permet de sonder la structure interne des matériaux granulaires humides et d'en distinguer les différentes phases.

### 2.1 Propriétés des grains

#### 2.1.1 Matériaux granulaires

Les matériaux granulaires utilisés dans ce travail sont pour la plupart des grains modèles, c'est-à-dire des billes parfaitement sphériques, qui suppriment l'influence de la forme des grains. Il est

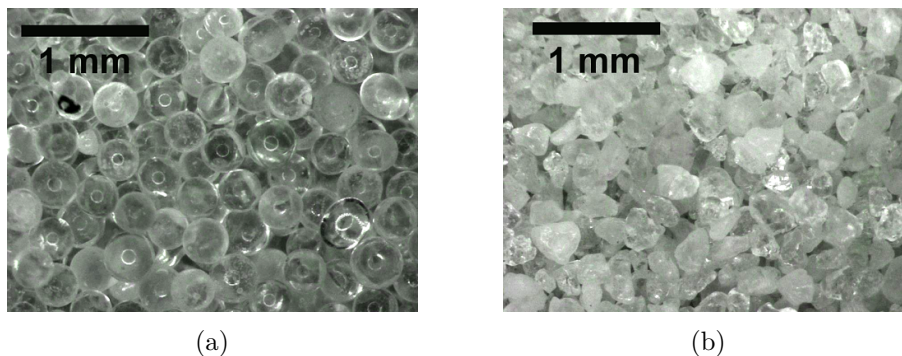


Fig. 2.1 Photographies des grains prise à la loupe binoculaire. (a) Billes de verre ( $d_g = 300 - 380 \mu\text{m}$ ). (b) Grains de sable de Roncevaux tamisés ( $d_g = 60 - 300 \mu\text{m}$ ).

important de noter que la quasi-totalité des descriptions théoriques sur les propriétés rhéologiques des matériaux granulaires ne s'appliquent qu'à ce type de matériaux modèles [138].

La plupart des expériences ont été effectuées avec des microbilles de verre, fournies par Marteau & Lemarié [Fig. 2.1(a)]. Elles sont obtenues par sphérification de particules de verre broyées qui, en étant emportées par un flux de gaz chauds, fondent partiellement et prennent une forme sphérique. Les grains produits ont une forme régulière mais sont très polydisperses, nécessitant de les tamiser avant de les utiliser. En effet, la polydispersité induit des phénomènes de ségrégation qui peuvent perturber les écoulements granulaires cisailés [139, 140, 141]. De plus, l'intensité des effets capillaires dépend fortement de la taille des grains<sup>1</sup> et peut induire des hétérogénéités de comportement dans les mélanges liquide-grains polydisperses.

Afin de modifier la densité des grains, des microbilles de polystyrène ont également été utilisées. Elles sont produites par la société Microbeads grâce à un procédé de polymérisation en émulsion qui permet, en jouant sur le temps de polymérisation, de produire des particules de différentes tailles [142]. Ce procédé fournit des grains de distributions de tailles très monodisperses dont les propriétés de mouillage varient en fonction des agents stabilisants employés pour la fabrication.

Enfin, des matériaux "réels" ont également été utilisés pour se rapprocher davantage des matériaux rencontrés dans l'industrie ou dans la nature et comparer leur comportement à celui des matériaux modèles. Nous prenons ici du sable de Roncevaux, issu des carrières de Roncevaux et traditionnellement utilisé pour la fusion du verre [Fig. 2.1(b)]. Il est bien plus anguleux qu'un sable de plage et présente une granulométrie plus fine.

Néanmoins, il faut souligner que tous ces matériaux se distinguent de matériaux cimentaires ou géophysiques par leur absence de réactivité. La réactivité dans les empilements granulaires est un problème très complexe qui peut se traduire par une variation de volume des grains, entraînant une réorganisation géométrique [143, 144], ou par la création de liaisons inter-grains. Ces aspects ne seront pas abordés dans la thèse qui se concentrera sur les interactions entre des grains inertes et un liquide non réactif avec les grains.

Les propriétés des différents lots de grains utilisés au cours de la thèse sont répertoriés dans le tableau 2.1. Les méthodes de mesure de la distribution de taille de grains et d'angle de contact avec l'eau sont détaillées dans la suite de cette section.

## 2.1.2 Granulométrie

Avant d'être utilisés pour des expériences, les grains sont lavés avec l'eau et du savon puis rincés abondamment à l'eau puis à l'eau distillée afin d'éliminer les poussières et les restes de tensio-

1. Le poids d'un grain s'écrit  $(\pi/6)\rho_g d_g^3$  alors que la force capillaire entre deux grains s'écrit  $2\pi d_g \gamma \cos \theta$ , si bien que les effets capillaires sont plus efficaces pour les petits grains :  $F_{cap}/P \sim 1/d_g^2$

Matériau granulaire	$\rho$ (g.cm <sup>-3</sup> )	$d_g$ ( $\mu\text{m}$ )	$\bar{d}_g$ ( $\mu\text{m}$ )	$\theta$ ( $^\circ$ )
billes de verre	2,45	300-380	340	27 $\pm$ 5
		400-460	435	33 $\pm$ 5
		510-620	570	28 $\pm$ 5
billes de verre activées	2,45	300-380	340	5 $\pm$ 5
billes de verre usées	2,45	300-380	340	50 $\pm$ 5
		800-1300	1050	45 $\pm$ 5
billes de verre peintes	2,45	140-320	260	76 $\pm$ 5
		280-420	350	72 $\pm$ 5
sable de Roncevaux	2,6	60-300	140	< 55
		220-420	290	
billes de polystyrène	1,05	250	250	40 $\pm$ 5
		500	500	110 $\pm$ 5

Table 2.1 Propriétés des matériaux granulaires utilisés durant la thèse.

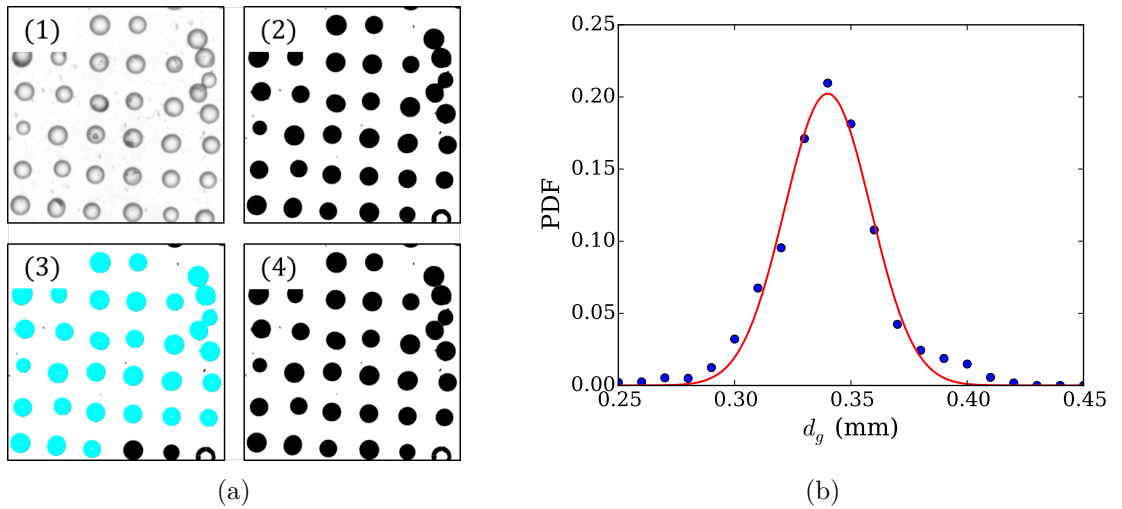


Fig. 2.2 (a) Exemple du traitement d'images réalisé pour déterminer la distribution de taille de grains. Un seuillage de type Otsu est appliqué pour binariser l'image et faire apparaître les grains (fonctions *Threshold* puis *Fill holes*, 1  $\rightarrow$  2). Un algorithme de *Watershed* est ensuite utilisé pour séparer les grains en contact les uns des autres sans modifier substantiellement leur aire (2  $\rightarrow$  2). Enfin les grains sont segmentés avec la fonction *Analyze particles* qui évalue, entre autres, l'aire et les diamètres min/max des grains (3  $\rightarrow$  4). (b) Distribution des diamètres moyens ( $d_{mean} = (d_{min} + d_{max})/2$ ) d'un lot de billes de verre tamisées (300-380  $\mu\text{m}$ ). L'ajustement gaussien (en rouge) permet d'évaluer un diamètre moyen  $\bar{d}_g = 340 \mu\text{m}$ .

actifs. Les grains sont ensuite tamisés dans une colonne de tamis, installée sur une table vibrante, pour réduire la gamme granulométrique. Une fois tamisés, la distribution de taille des grains est déterminée par une analyse optique. Plusieurs échantillons de grains sont prélevés et déposés sur un ruban adhésif au travers d'un tamis de grande taille de maille afin de disposer les grains selon un quadrillage. Les échantillons sont installés sur un panneau lumineux et photographiés portion par portion à l'aide d'une caméra CCD équipée d'un objectif de microscope. Un grand nombre d'images doivent être réalisées afin de disposer d'une bonne représentation statistique. Les images sont ensuite traitées avec le logiciel ImageJ en suivant le protocole décrit sur la Fig. 2.2(a). Une distribution de taille typique est présentée sur la Fig. 2.2(b) pour les billes de verre de diamètre 300-380  $\mu\text{m}$ .

### 2.1.3 Angle de contact

L'angle de contact entre un grain et un liquide est mesuré en plaçant une bille à une interface liquide-air. Les deux méthodes présentées ici ne sont valables que dans l'hypothèse où la gravité est négligeable devant les effets capillaires, c'est-à-dire pour  $r_g \ll \kappa^{-1}$ , où  $\kappa^{-1}$  est la longueur capillaire définie par

$$\kappa^{-1} = \sqrt{\frac{\gamma}{\rho g}}. \quad (2.1.1)$$

Les longueurs capillaires de quelques liquides usuels sont présentés dans le tableau 2.2.

	$\gamma$ (mN.m <sup>-1</sup> )	$\rho$ (g.cm <sup>-3</sup> )	$\kappa^{-1}$ (mm)
eau	72	1,0	2,72
glycérol	63	1,26	2,26
éthanol	22	0,79	1,70

Table 2.2 Longueur capillaire de quelques liquides usuels.

### Mesure en cuve parallélépipédique

Un grain unique est placé à la surface d'un bain du liquide considéré. Le grain est piégé à l'interface par les effets capillaires et présente un angle  $\theta$  avec l'interface liquide. Cet angle est déterminé en mesurant la profondeur d'enfoncement  $\delta$  du centre de la bille par rapport à l'interface air/liquide telle que  $\delta = r_g \cos \theta$  comme illustré sur la Fig. 2.3. Le liquide doit être préparé dans un réservoir parallélépipédique, comme une cuve de spectrophotomètre, pour limiter les distorsions optiques dues aux courbures des ménisques aux parois. Il est préférable d'utiliser une cuve faite d'un matériau peu mouillant afin de limiter la remontée du liquide aux parois. Les photos sont prises à l'aide d'un appareil photo Nikon D7100 équipé d'un objectif de focale 105 mm Macro ou de focale variable 80-200 mm Macro. D'autres objectifs de type loupe binoculaire peuvent également être utilisés pour avoir de meilleurs grossissements et résoudre de plus petits grains [110].

Cette méthode est particulièrement bien adaptée pour mesurer de faibles angles de contact ( $\theta < 30^\circ$ ) car la partie de la bille immergée est très bien imagée. Néanmoins, elle nécessite de piéger le grain à proximité de la paroi de la cuve pour éviter les distorsions optiques dues à l'eau, ce qui peut entraîner des perturbations à cause du ménisque raccordant l'interface à la paroi.

### Mesure sur une goutte pendante

Cette méthode consiste à créer une goutte pendante du liquide considéré à la surface de laquelle un grain est placé afin de mesurer son angle de contact. La goutte est générée à l'aide d'une seringue équipée d'une aiguille de diamètre 1 mm. A l'aide d'une pointe, d'une petite spatule ou

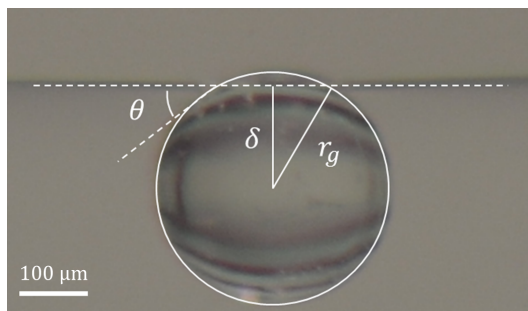


Fig. 2.3 Photographie d'une bille de verre de 335  $\mu\text{m}$  de diamètre à l'interface air-eau. L'angle de contact vaut ici  $\theta = 27^\circ$ .

d'une aiguille de diamètre inférieur à celui du grain, un grain est placé à l'interface liquide-air de la goutte. Le grain se déplace en bas de la goutte et se stabilise comme on le voit sur la Fig. 2.4. Les photos sont prises à l'aide d'un appareil photo Nikon D7100 équipé d'un objectif de focale 105 mm Macro ou de focale variable 80-200 mm Macro puis traitées à l'aide du logiciel ImageJ. La surface de la goutte et celle de la particule sont ajustées par des cercles permettant de déterminer proprement le point de contact ainsi que les tangentes. L'angle est ensuite déterminé à l'aide de l'outil de mesure d'angle d'ImageJ.

Contrairement à la précédente, cette méthode ne nécessite pas de piéger la particule à proximité d'une paroi et permet de générer une interface liquide-air bien nette. Néanmoins, cette méthode est peu performante pour mesurer de faibles angles de contact ( $\theta < 30^\circ$ ) en raison du fort enfoncement de la particule dans la goutte qui la rend difficile à discerner et à ajuster. Elle est plutôt utilisée pour des grains présentant un grand angle de contact comme le polystyrène [145].

Ces méthodes permettent de déterminer l'angle d'avancée, qui est à priori l'angle pertinent dans les problèmes d'imprégnation. Une éventuelle hystérésis de l'angle de contact ne peut cependant pas être mesurée.

## 2.2 Caractérisation d'un empilement granulaire

Un liquide s'écoule dans un empilement granulaire comme dans un matériau poreux, pourvu que l'écoulement ne modifie pas la structure de l'empilement. Comme nous l'avons vu dans l'introduction, les écoulements en milieux poreux peuvent être décrits, à bas nombre de Reynolds, par l'équation de Darcy. Cette équation relie linéairement la vitesse du fluide dans les pores au

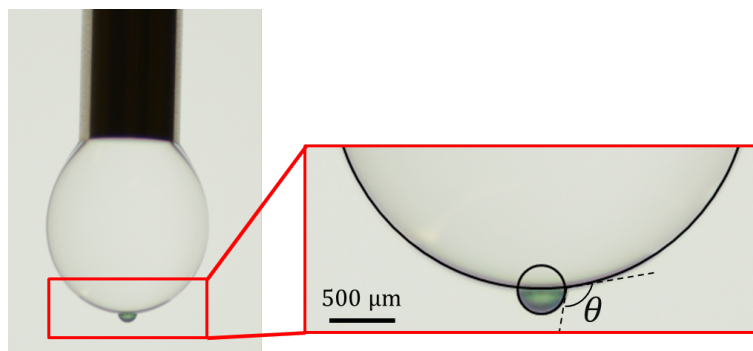


Fig. 2.4 (à gauche) Photographie d'une goutte pendante d'eau à la surface de laquelle est piégée une bille de verre recouverte d'une couche de peinture. (à droite) Agrandissement de l'interface eau-air-bille. L'angle de contact vaut ici  $\theta = 72^\circ$ .

gradient de pression à l'échelle de l'empilement :  $(1 - \phi)u_p = (k/\eta)\nabla p$ . Le pré-facteur dépend à fois de la viscosité du fluide et des propriétés structurales de l'empilement, à savoir la compacité  $\phi$  et la perméabilité  $k$ . Ces paramètres pour différents lots de grains sont résumés dans le tableau 2.3 et les méthodes de mesure sont détaillées ci-après.

Matériau granulaire	$d_g$ ( $\mu\text{m}$ )	$\bar{d}_g$ ( $\mu\text{m}$ )	$\phi$	$k$ ( $10^{-10}$ m <sup>2</sup> )
billes de verre	300-380	340	0,59	0,8
	400-460	435	0,61	1,0
	800-1300	1050	0,62	11,6
billes de verre peintes	140-320	260	0,60	5,5
	280-420	350	0,61	1,1

Table 2.3 Propriétés des matériaux poreux constitués par les grains de différentes granulométries.

### 2.2.1 Compacité

La compacité  $\phi$  et la porosité  $\varepsilon$  sont reliées par l'expression  $\varepsilon = 1 - \phi$ . Ces paramètres physiques sont évalués expérimentalement en mesurant le volume  $V_g$  occupé par une masse  $M_g$  de grains. Connaissant la densité du matériau  $\rho_g$ , la porosité s'écrit :

$$\varepsilon = 1 - \phi = 1 - \left( \frac{M_g}{\rho_g V_g} \right) \quad (2.2.1)$$

La Fig. 2.5(a) montre l'évolution de la masse de grains en fonction du volume occupé par les grains, qui permet de déduire la compacité  $\phi$  et donc la porosité  $\varepsilon$ . Cette mesure dépend fortement du mode de préparation de l'empilement, qu'il soit sec ou immergé . Il est en effet bien connu qu'en tapotant un matériau granulaire, en le vibrant ou en le cisailant de manière cyclique, ce dernier se compacte [146, 147, 148, 149, 150, 151]. La Fig. 2.5(b) illustre cet effet en présentant l'évolution de la porosité d'un empilement granulaire en fonction du nombre d'impacts. Dans la suite de la thèse, toutes les expériences d'imprégnation dans des matériaux granulaires seront réalisées sur des empilements préalablement compactés en suivant ce protocole afin d'améliorer la reproductibilité des expériences en contrôlant la porosité.

### 2.2.2 Perméabilité

La perméabilité de l'empilement granulaire est mesurée expérimentalement à l'aide d'un tube en U, fabriqué à partir d'un tube en L en verre au bout duquel est disposé un tamis poreux [134]. Ce tube en L est relié à un autre tube droit en plastique pour obtenir le tube en U. Le tube en verre est rempli avec les grains étudiés qui sont ensuite compactés pour atteindre la compacité maximale. Une photographie du montage est présentée sur la Fig. 2.6(a). Le matériau granulaire est saturé avec de l'eau et les deux branches du tube sont remplies jusqu'à des niveaux  $z_1$  et  $z_2$  différents tel que  $z_2 > z_1$ . L'évolution du niveau d'eau, de part et d'autre du tube, est enregistrée à l'aide d'une caméra standard (Nikon D7100 équipé d'un objectif à focale 35 mm) à une fréquence de 30 im/s. La différence de hauteur  $\Delta z = z_2 - z_1$  est reportée sur la Fig. 2.6(b) en fonction du temps pour trois lots de billes de verre de différentes granulométrie et décroît exponentiellement avec un temps caractéristique  $\tau$ , relié à la perméabilité de l'empilement. En effet, en utilisant la loi de Darcy, on peut écrire la vitesse macroscopique du fluide en dehors du milieu poreux comme :

$$u_{Darcy} = -\frac{k}{\eta}\nabla p \quad \text{avec} \quad u_{Darcy} = -\frac{dz_1}{dt} = \frac{dz_2}{dt}. \quad (2.2.2)$$

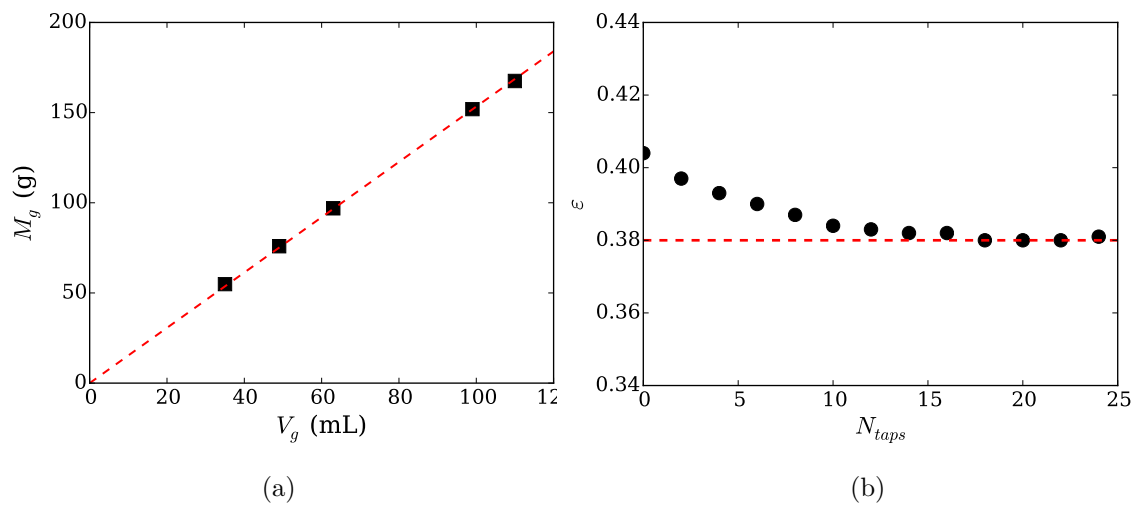


Fig. 2.5 (a) Relation linéaire entre la masse des grains et le volume occupé par ces derniers pour des billes de verre de diamètre 400-460  $\mu\text{m}$ . La pente est égale à  $\phi\rho_g$  et permet de remonter à la porosité de l'empilement, ici  $\epsilon = 0,39$  et  $\phi = 0,61$ . (b) Compaction d'un matériau granulaire soumis à une série de chocs. Une compacité constante est atteinte après une quinzaine d'impacts délivrés au réservoir contenant les grains.

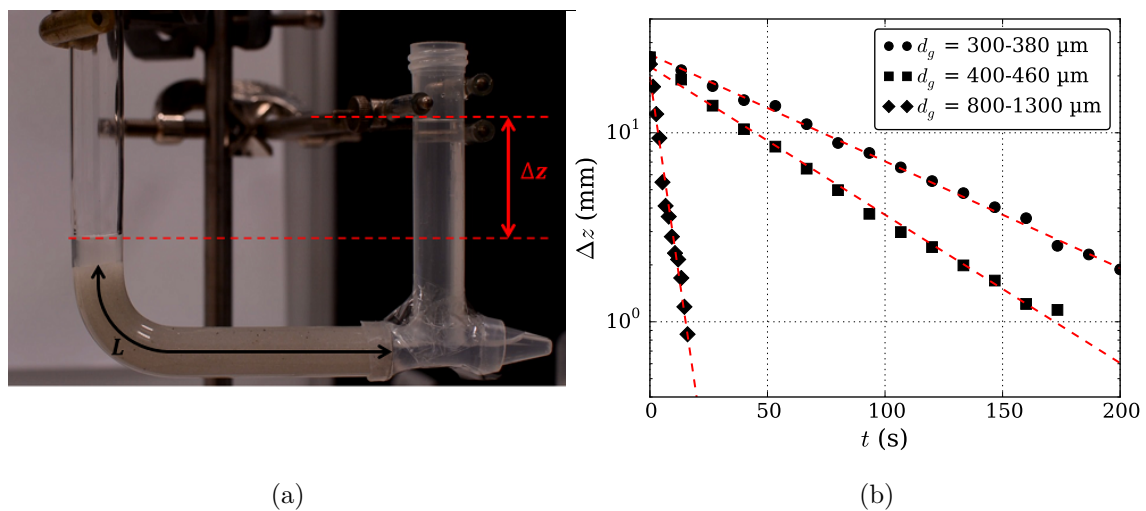


Fig. 2.6 (a) Photographie du dispositif en U rempli de grains et de liquide, utilisé pour déterminer la perméabilité du matériau. (b) Diminution exponentielle de la différence de hauteur  $\Delta z$  entre les niveaux de liquide de part et d'autre du tube en fonction du temps pour différents lots de grains.



Le gradient de pression est imposé par la différence de pression hydrostatique résultant de la différence de hauteur  $\Delta z$ . Cela conduit à une équation différentielle décrivant l'évolution temporelle de  $\Delta z$  :

$$\frac{d\Delta z}{dt} = -\frac{2k}{\eta} \frac{\rho g}{L} \Delta z, \quad (2.2.3)$$

où  $L$  est la longueur du milieu poreux traversée par le fluide. Cette équation prédit une décroissance exponentielle de la différence de hauteur  $\Delta z = \Delta z_0 \exp(-t/\tau)$ , avec un temps caractéristique  $\tau$  qui s'écrit :

$$\tau = \frac{\eta L}{2k\rho g}. \quad (2.2.4)$$

La mesure de ce temps permet ainsi de remonter à la perméabilité, mesurée pour différents lots de grains et dont les valeurs sont résumées dans le Tab. 2.3.

## 2.3 Microtomographie par rayons X

La microtomographie par rayons X est un outil performant pour l'étude de la structure des matériaux complexes [152]. Cette technique d'imagerie radiographique, non-destructive, permet de reconstruire la structure 3D interne d'un matériau avec une résolution spatiale proche du micromètre. Son usage a notamment permis d'importantes avancées dans l'étude des fractures dans les matériaux [153], celles des poudres, mousses et autres matériaux poreux en utilisant l'imagerie tridimensionnelle pour caractériser la forme des particules ou la porosité, mais également en biologie pour l'étude de matériaux fibreux comme le papier ou le bois. Des méthodes *in situ* permettent également un suivi en temps réel d'un matériau réactif comme le mélange granulaire vitrifiable utilisé lors de la fusion du verre [7].

La tomographie par rayons X est donc une technique pertinente pour l'étude des matériaux granulaires humides, à la fois multiphasiques et hétérogènes. Cette partie présente les principes mathématiques sur lesquels s'appuient la tomographie ainsi que le fonctionnement du tomographe de laboratoire utilisé au cours de la thèse. Enfin, les traitements numériques utilisés pour exploiter les données seront évoqués dans un dernier temps.

### 2.3.1 Éléments théoriques de tomographie en faisceau parallèle

La tomographie par rayons X consiste à reconstruire coupe par coupe l'objet analysé à partir de radiographies obtenues sous différents angles. Les principes mathématiques brièvement décrits ici sont détaillés dans les ouvrages de Kak & Slaney [154] et Grangeat [155].

En traversant l'objet, un rayon X est partiellement diffusé par effet Compton et absorbé par effet photoélectrique. En notant  $s$  le chemin optique dans le matériau, l'intensité du rayon en sortie de l'échantillon  $I$  est atténuée par rapport à l'intensité incidente  $I_0$ . La loi de Beer-Lambert relie le rapport des intensités au coefficient d'atténuation linéique du matériau  $\mu$  :

$$\frac{I}{I_0} = \exp\left(-\int_s \mu(s) ds\right), \quad (2.3.1)$$

en supposant un matériau non diffractant illuminé par une source monochromatique parallèle. L'objectif de la tomographie par rayons X est donc de déterminer une cartographie du coefficient d'atténuation  $\mu(x, y)$  de l'objet dans le plan  $x, y$  normal à l'axe de rotation. Si les différents matériaux composant l'objet atténuent différemment les rayons X, il sera possible de les distinguer en transmission. Des matériaux peu denses comme le plastique ou le carbone atténuent peu les rayons X et apparaissent lumineux en transmission alors que les matériaux denses comme les métaux atténuent fortement les rayons X et apparaissent plus sombres. Il est également possible de jouer sur les énergies d'absorption de certains éléments comme l'iode, utilisé comme agent de contraste dans

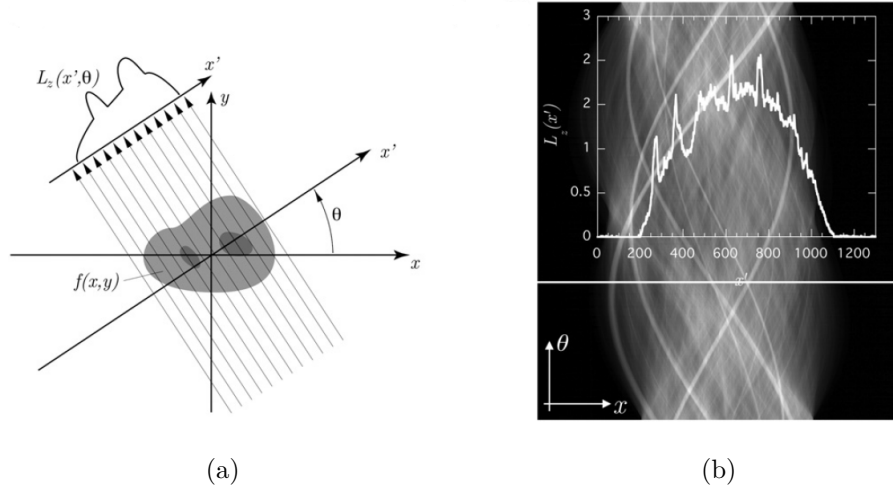


Fig. 2.7 (a) Illustration du modèle d'atténuation des rayons X utilisé pour la reconstruction tomographique. Dans le plan  $(x, y)$  (normal à l'axe de rotation), l'objet imagé est représenté par sa fonction spatiale d'atténuation des rayons X,  $\mu(x, y)$ . Pour chaque angle  $\theta$ , un profil d'atténuation  $P_\theta(t)$  est projeté sur l'axe  $t$ . L'intensité est ensuite représentée pour chaque angle  $\theta$  en fonction de  $t$  par une ligne en niveau de gris, ce qui constitue un sinogramme comme montré en (b). L'intensité d'une des lignes est tracée en insert. Illustrations tirées de [152].

nos expériences. Une expérience de tomographie consiste à enregistrer une série de radiographies de l'objet sur une plage angulaire de  $0$  à  $360^\circ$ . Une radiographie complète  $P$  de l'objet, prise à un angle  $\theta$  avec un décalage  $t$  par rapport au centre s'écrit comme une projection de l'atténuation :

$$P_\theta(t) = \int_{x=-\infty}^{+\infty} \int_{y=-\infty}^{+\infty} \mu(x, y) \delta(t - x \cos \theta - y \sin \theta) dx dy, \quad (2.3.2)$$

où  $\delta$  est l'impulsion de Dirac. Cette projection est la transformée de Radon de l'atténuation.

Une fois les projections angulaires réalisées, comme illustrées sur la Fig. 2.7, un sinogramme est obtenu, où chaque ligne correspond à une projection angulaire en niveau de gris. À partir de ces projections, il est possible de reconstruire la fonction spatiale  $\mu(x, y)$  de l'absorbance par un algorithme de rétroprojection filtrée. Cet algorithme est utilisé aussi bien par les tomographes de laboratoire que par les expériences sur synchrotron. Il s'appuie à la fois sur la transformée de Fourier rapide (FFT) pour passer de l'espace réel  $(x, y)$  à l'espace de Fourier  $(u, v)$  et sur la transformée de Radon inverse. En effectuant un changement de repère par rotation d'angle  $\theta$ , on écrit :

$$P_\theta(t) = \int_{x=-\infty}^{+\infty} \int_{y=-\infty}^{+\infty} \mu(x, y) \delta(t - x \cos \theta - y \sin \theta) dx dy \quad (2.3.3)$$

$$= \int_{s=-\infty}^{+\infty} \mu(t \cos \theta - s \sin \theta, t \sin \theta + s \cos \theta) ds. \quad (2.3.4)$$

La transformée de Fourier de cette fonction, dans les coordonnées polaires  $(w, \theta)$  est donc

$$\tilde{P}_\theta(\omega) = \int \int_{-\infty}^{+\infty} \mu(t \cos \theta - s \sin \theta, t \sin \theta + s \cos \theta) ds dt \quad (2.3.5)$$

$$= \int \int_{-\infty}^{+\infty} \mu(x, y) e^{-2i\pi w(x \cos \theta + y \sin \theta)} dx dy \quad (2.3.6)$$

$$= \tilde{\mu}(w \cos \theta, w \sin \theta) \quad (2.3.7)$$

En effectuant un grand nombre de projection de l'objet, on peut ainsi construire un échantillonnage de sa transformée de Fourier. On reconstruit ensuite l'objet en prenant la transformée de Fourier inverse qui fait apparaître un filtre linéaire passe-haut en coordonnées polaires :

$$\mu(x, y) = \int_0^{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} \tilde{\mu}(w, \theta) e^{2i\pi w(x \cos \theta + y \sin \theta)} w \, dw d\theta, \quad (2.3.8)$$

Cette équation correspond à la transformée inverse de Radon et montre que pour chaque angle  $\theta$ , la contribution est filtrée linéairement par le terme  $w$ . Les projections sont propagées sur toute l'image dans la direction où elles avaient été projetées, d'où le nom de "reconstruction par rétroprojection filtrée" utilisée pour l'algorithme.

### 2.3.2 Microtomographie de laboratoire

Les expériences de tomographie sont réalisées sur le microtomographe de laboratoire installé à Saint-Gobain Recherche. Les rayons X sont générés par un tube à rayons X à fenêtre latérale. Ce dispositif est constitué d'un canon vertical à électrons bombardant en un point une plaque de tungstène inclinée à  $45^\circ$ . Les rayons X résultent du rayonnement de freinage (*Bremsstrahlung*) et des émissions caractéristiques de la fluorescence du tungstène et éclairent l'échantillon à travers une fenêtre en béryllium. Le faisceau produit est fortement polychromatique et non cohérent. En réglant indépendamment la tension d'accélération des électrons (jusqu'à 150 kV) et le courant du canon (jusqu'à 500  $\mu\text{m}$ ), il est possible de modifier l'étendue du spectre d'émission (jusqu'à 150 keV) et l'intensité du faisceau.

Contrairement à la tomographie synchrotron effectuée avec un faisceau parallèle et monochromatique, la source du tomographe de laboratoire est polychromatique et ponctuelle, ce qui génère des artéfacts et limite les performances de cette méthode. Le polychromatisme induit un artéfact de durcissement du faisceau, appelé *beam hardening*. Au cours de la traversée des rayons X dans l'échantillon, les composantes de basse énergie sont plus absorbées que les composantes de haute énergie. Le spectre du faisceau évolue donc vers les hautes énergies, ce qui fausse la reconstruction du coefficient d'atténuation décrite par la loi de Beer-Lambert (2.3.1). Des filtres polynomiaux peuvent être appliqués lors de la reconstruction pour corriger ces artéfacts. Des filtres de cuivre ou d'aluminium peuvent également être placés derrière la fenêtre de béryllium pour absorber les rayons X de faible énergie. La forme conique du faisceau induit également des artéfacts de *cone beam* qui entraînent un flou sur les extrémités inférieure et supérieure de l'échantillon. En effet, l'échantillon est en rotation au sein d'un faisceau divergeant si bien que les extrémités de l'échantillon sortent du champ d'exposition pendant la rotation. Enfin, l'effet de pénombre résultant de la non-ponctualité de la source limite la résolution spatiale de l'image.

En pratique, la résolution de la microtomographie de laboratoire est de 4  $\mu\text{m}$  et exige des temps d'exposition de 0,5 à 1 s par projection. En fonction de l'intensité de la source, des temps plus longs peuvent être nécessaires et un moyennage sur plusieurs images est également effectué. La reconstruction de l'échantillon nécessite aussi un grand nombre de projections espacées de façon régulière en angle, entre 0 et  $360^\circ$ . Un nombre de 1440 images est typiquement requis pour une bonne reconstruction d'un objet occupant tout le champ d'exposition<sup>2</sup>. Une expérience de tomographie prend donc entre 20 min et 1h afin d'acquérir l'ensemble des projections nécessaires à la reconstruction, ce qui rend impossible la réalisation d'expériences *in situ*, réservées aux dispositifs synchrotron présentant des temps d'exposition bien plus faibles.

---

2. Il est possible de réduire le nombre de projections nécessaires si l'échantillon n'occupe qu'une portion latérale du champ d'exposition.

### 2.3.3 Traitement des images

Au cours de ce travail de thèse, la tomographie par rayons X a été utilisée comme un outil permettant de sonder l'intérieur des matériaux granulaires humides afin de mieux comprendre comment se répartit le liquide. Cet outil a été particulièrement pertinent pour comprendre les processus d'accrétion où le liquide migre au sein des agrégats et où la structure granulaire peut évoluer en interagissant avec l'écoulement. Cependant, les traitements réalisés sur les données tomographiques restent classiques et ont surtout servi à déterminer l'état de saturation ou la compacité d'un matériau granulaire humide. Pour ce faire, il est nécessaire d'avoir un bon contraste entre les différentes phases solide, liquide et gazeuse. La séparation du liquide et les grains d'un côté et de l'air de l'autre est aisée puisque l'air n'absorbe pas les rayons X. Un seuillage de type Otsu permet de réaliser cette première séparation. La séparation des phases liquide et grains nécessite par contre d'augmenter le contraste d'absorption. Pour le cas d'un mélange billes de verre/eau ou sable/eau qui sont les mélanges les plus étudiés dans ce travail, on peut remplacer l'eau par une solution aqueuse d'iodure de zinc  $\text{ZnI}_2$  concentrée à 0,5 mg/mL pour rendre la phase liquide plus absorbante<sup>3</sup> [41]. L'ajout de cet agent de contraste n'est cependant pas sans conséquence puisqu'il augmente la densité du fluide ( $\rho = 1,5 \text{ g.cm}^{-3}$ ) ainsi que l'angle de contact ( $\theta > 55^\circ$ ) empêchant l'imprégnation spontanée des billes de verre.

La Fig. 2.8 illustre la problématique de la segmentation des différentes phases d'un mélange billes de verre/solution aqueuse de  $\text{ZnI}_2$ . Les Fig. 2.8(a)-(b) montrent une coupe transverse d'un matériau granulaire humide dans un tube en plastique avant et après segmentation. La Fig. 2.8(c) représente l'histogramme des niveaux de gris de la Fig. 2.8(a) : le premier pic correspond à l'air, le second au grains et la dérive à haut niveau de gris correspond au liquide. Les flèches S1 et S2 correspondent aux seuillages Otsu respectivement de tout l'histogramme et de l'histogramme réduit à la partie supérieure à S1. Ces seuillages permettent une bonne segmentation des trois phases dont les fractions respectives sont représentées sur la Fig. 2.8(d) sur toute l'épaisseur de l'échantillon.

---

3. L'iode absorbe fortement les rayons X par effet photoélectrique en raison de son numéro atomique assez élevé  $Z = 53$ . L'iodure de zinc présente l'avantage d'être facilement soluble dans l'eau en grande quantité avec une solubilité de  $4,5 \text{ g.mL}^{-1}$  !

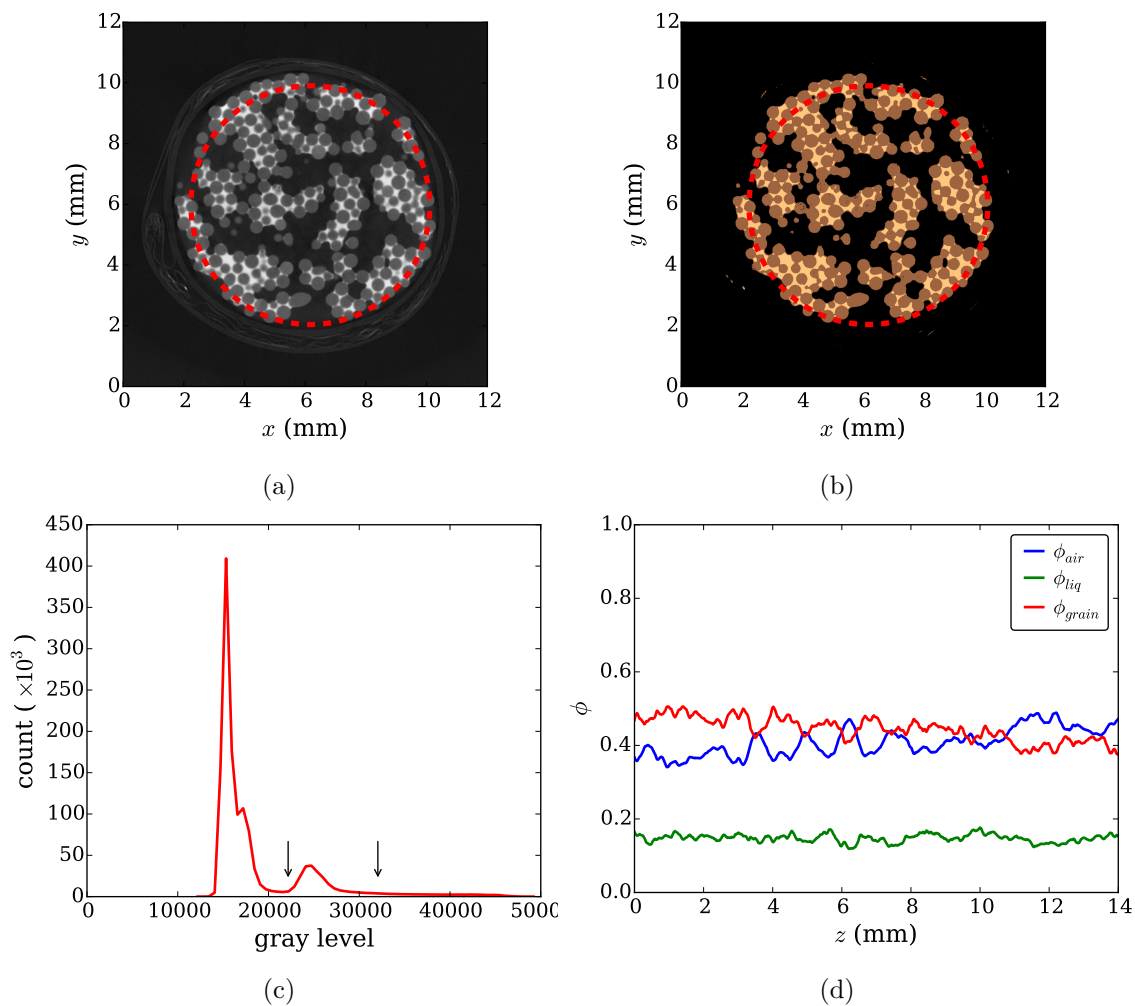


Fig. 2.8 (a) Coupe transverse d'un matériau granulaire humide imagé par microtomographie X. Le liquide est dopé avec de l'iodure de zinc pour améliorer le contraste entre les grains et le liquide. (b) Segmentation des différentes phases par seuillage Otsu. (c) Histogramme des niveaux de gris de l'image originale. Les flèches correspondent aux seuils utilisés pour la segmentation. (d) Évolution de la fraction volumique de chaque phase air-liquide-grains contenu dans le cylindre matérialisé par le cercle rouge pointillé.

# Chapitre 3

## Dynamique et mécanismes d'accrétion granulaire sous un jet dilué

### Sommaire du chapitre

---

<b>3.1</b>	<b>Croissance d'agrégat à l'horizontal</b>	<b>54</b>
3.1.1	Dispositif expérimental	54
3.1.2	Microstructure de l'agrégat	56
3.1.3	Régimes de croissance	56
3.1.4	Influence de la mouillabilité du support	59
<b>3.2</b>	<b>Mécanisme de capture</b>	<b>60</b>
3.2.1	Probabilité de capture	60
3.2.2	Distribution surfacique du liquide	61
3.2.3	Modélisation de la distribution de liquide	63
3.2.4	Mécanismes de dissipation énergétique	66
<b>3.3</b>	<b>Dynamique d'accrétion granulaire</b>	<b>68</b>
<b>3.4</b>	<b>Croissance de tours granulaires</b>	<b>69</b>
3.4.1	Dynamique de croissance logarithmique	69
3.4.2	Rétraction gravitaire des ménisques	72
3.4.3	Influence de la vitesse d'impact	76
3.4.4	Influence des propriétés du liquide et des grains	79
<b>3.5</b>	<b>Conclusion</b>	<b>82</b>

---

Dans ce chapitre, nous nous intéressons au processus d'accrétion correspondant à la capture de grains secs en mouvement par un matériau granulaire humide. Nous nous focalisons dans un premier temps sur le phénomène de capture et sur la dynamique associée à ce processus au moyen d'expériences modèles consistant à faire impacter un jet granulaire sec, dilué et homogène, sur un matériau granulaire humide saturé. Ce chapitre est divisé en quatre parties traitant dans un premier temps d'expériences d'accrétion horizontale pour s'affranchir des effets de gravité puis d'accrétion verticale. Le dispositif expérimental sera présenté dans la section 3.1, où nous nous intéresserons à la phénoménologie de l'accrétion granulaire et à la structure de l'agrégat ainsi formé. Dans la section 3.2, nous étudierons plus en détail le mécanisme pilotant la capture des grains secs afin de modéliser un taux de capture, appelé *probabilité de capture*, permettant d'aborder quantitativement la dynamique de croissance de l'agrégat dans la section 3.3. Enfin, dans la section 3.4, nous utiliserons les résultats obtenus grâce aux expériences à l'horizontale afin d'apporter un regard et une compréhension nouvelle au problème de la croissance des tours granulaires [136] qui constitue un cas d'accrétion verticale. La gravité joue alors un rôle déterminant dans la dynamique

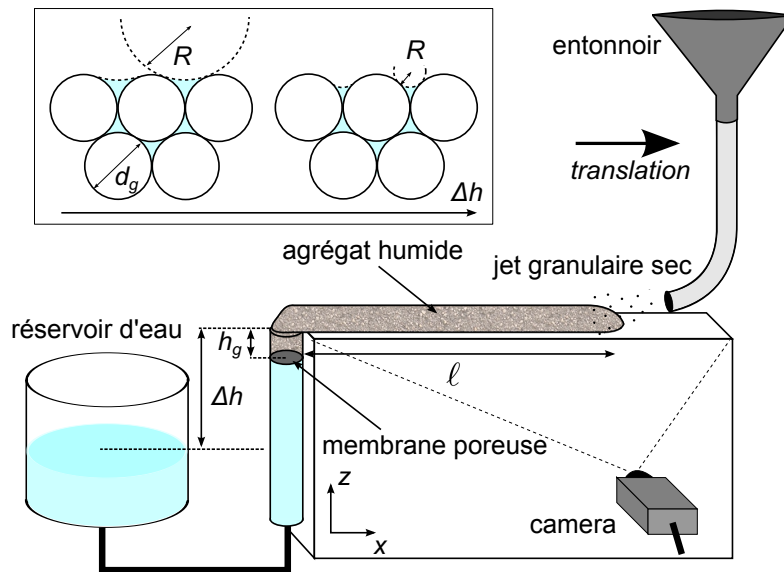


Fig. 3.1 Représentation schématique du dispositif expérimental. Insert : Illustrations de la forme des ménisques en fonction de la différence de hauteur  $\Delta h$ .

de croissance de la tour, à la manière de ce qui est observé pour la dynamique d'imbibition capillaire [95] bien que les lois soient très différentes. Les trois premières parties de ce chapitre reprennent largement des résultats que nous avons publiés dans *Physical Review Letters* [156].

## 3.1 Croissance d'agrégat à l'horizontal

Nous proposons d'étudier le processus d'accrétion entre un matériau granulaire humide et un jet de grains secs au moyen d'une expérience modèle d'accrétion horizontale à dépression hydrostatique imposée. À la manière des expériences d'imbibition par capillarité, cette configuration permet de s'affranchir des effets de la gravité.

### 3.1.1 Dispositif expérimental

Les expériences d'accrétion granulaire sont réalisées en propulsant des billes de verre sphériques, de diamètre  $d_g = 300 - 380 \mu\text{m}$ , sur un substrat humide composé des mêmes billes, à débit constant (Fig. 3.1). Le substrat humide est composé d'une couche d'épaisseur  $h_g = 10 \text{ mm}$  de billes de verre, préparé dans un tube en polypropylène de 10 mm de diamètre, et connecté à un réservoir de liquide afin d'imprégner les grains. Le substrat humide et le liquide sont séparés par une membrane poreuse (un tamis métallique de maille  $100 \mu\text{m}$ ) ne laissant passer que le liquide. Le niveau d'eau du réservoir est ajusté afin de modifier la dépression hydrostatique dans le fluide interstitiel. On note  $\Delta h$  la différence de hauteur entre le niveau d'eau et le haut du matériau granulaire humide, comme indiqué sur le schéma du dispositif expérimental présenté sur la Fig. 3.1. Le substrat est complètement saturé en liquide et le saut de pression capillaire associé à la courbure locale des ménisques interfaciaux, à la surface du substrat, compense la dépression hydrostatique liée à l'altitude par rapport au niveau d'eau du réservoir  $\Delta h$ . En l'absence d'écoulement, à l'interface eau/air, l'équilibre de pression s'écrit :

$$p_0 - \frac{2\gamma}{R_c} = p_0 - \rho g \Delta h, \quad (3.1.1)$$

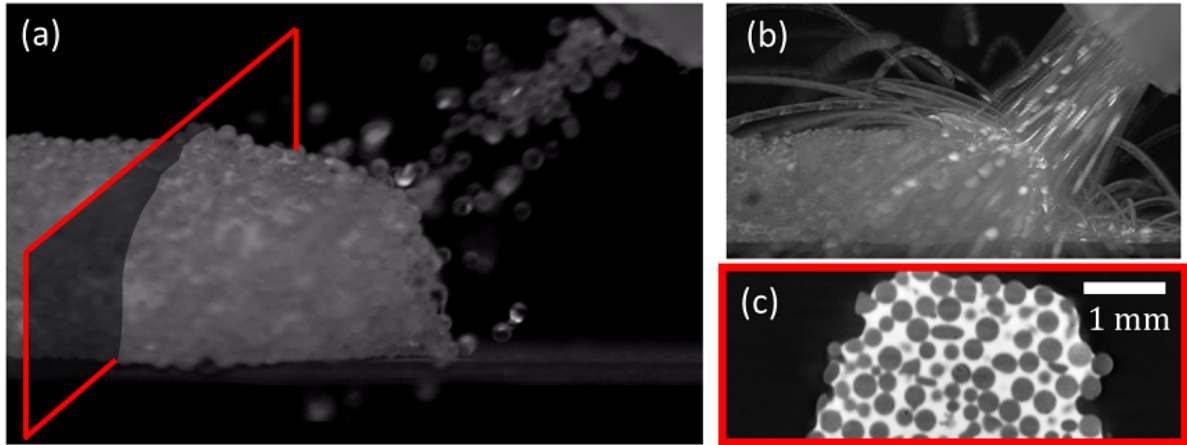


Fig. 3.2 (a) Photographie de l'impact de billes de verre sur un agrégat humide composé des mêmes grains. La section transverse en rouge schématise une coupe d'une reconstruction 3D issue d'acquisitions par tomographie par rayons X. (b) Superposition d'images d'impacts de grains sur l'agrégat (200 images séparées de 0,5 ms). (c) Coupe transverse d'une reconstruction 3D réalisée par tomographie par rayons X d'un agrégat humide. Le liquide correspond aux zones blanches tandis que les grains et l'air apparaissent respectivement en gris et en noir.

où  $p_0$  est la pression atmosphérique,  $\gamma = 71 \pm 1 \text{ mN.m}^{-1}$  la tension de surface de l'eau,  $\rho = 1 \text{ g.cm}^{-3}$  la masse volumique de l'eau et  $R_c$  le rayon de courbure moyen des ménisques à l'interface liquide/air. Les billes de verre sont versées dans un entonnoir en inox équipé d'une bague en sortie afin de contrôler le débit. Pour les expériences de ce chapitre, le débit est pris constant et égal à  $Q_g = 1,1 \text{ g.s}^{-1}$ . En sortie d'entonnoir, les grains traversent une grille métallique permettant de diluer le jet avant de s'écouler dans un tube en inox de longueur  $L = 20 \text{ cm}$  et de diamètre intérieur 6 mm, au bout duquel est adapté un embout flexible afin d'orienter le jet. Grâce à ce système, on obtient un jet dilué et collimaté par le tube en inox qui impacte le substrat avec un angle d'environ  $45^\circ$  avec l'horizontale et une vitesse constante  $v_g \simeq 1,6 \text{ m.s}^{-1}$ , imposée en régime dilué par la longueur du tube ( $L = 20 \text{ cm}$ ). En impactant le substrat humide, une partie des grains secs sont captés et forment un agrégat humide qui croît par accréation. Le système d'alimentation est alors translaté en continu, en couissant durant l'expérience, afin de suivre la croissance de l'agrégat. Ainsi, l'extrémité du tube est maintenue à une distance constante de la pointe de l'agrégat, typiquement 5 mm, tout au long de l'expérience. Il est important de noter que, comme la croissance est horizontale, la dépression hydrostatique dans le fluide interstitiel au repos reste constante durant l'expérience.

L'agrégat est soutenu pendant sa croissance par une fine plaque de PMMA de 6 mm de largeur pour éviter qu'il ne se casse sous son propre poids. En raison de sa faible largeur, le support évite l'accumulation des grains qui ne sont pas capturés par l'agrégat. Ces derniers rebondissent sur l'agrégat et retombent en dehors de la zone de jet. Le PMMA a été choisi pour ses propriétés de mouillage puisqu'il est moins hydrophile que le verre ( $\theta_{PMMA} = 70^\circ \pm 5^\circ$  et  $\theta_{verre} = 30^\circ \pm 5^\circ$ ) et ne perturbe donc pas la croissance de l'agrégat par la formation d'un film précurseur de liquide sur le support. Cette hypothèse sera discutée à la fin de cette section. Enfin, la dynamique de croissance de l'agrégat est enregistrée au moyen d'une caméra CCD acquérant une image toutes les deux secondes puis analysée grâce à un traitement d'image sous ImageJ et Python.



### 3.1.2 Microstructure de l'agrégat

La microstructure de l'agrégat est observée grâce à de l'imagerie par tomographie à rayons X réalisée à Saint-Gobain Recherche. Cette méthode permet de reconstruire la structure interne d'un objet en 3D par contraste d'absorption des rayons X par les différents éléments qui le composent. Le principe général de la tomographie est expliqué dans le chapitre 2. Les rayons X sont générés par un canon à électrons bombardant une plaque de tungstène comme détaillé précédemment. Pour ces expériences, la tension d'accélération des électrons est prise égale à 130 kV et le courant du canon à 75  $\mu\text{A}$ . Dans les matériaux granulaires humides, trois matériaux peuvent être distingués : l'air qui est transparent aux rayons X, l'eau qui les absorbe légèrement et les billes de verre qui les absorbent un peu plus. Afin d'augmenter le contraste entre les différentes phases, l'eau est remplacée par une solution aqueuse d'iodure de zinc  $\text{ZnI}_2$  concentrée à 0,5  $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$  [41]. L'iodure de zinc absorbe davantage les rayons X et permet une meilleure segmentation des phases. L'ajout de  $\text{ZnI}_2$  ne modifie pas la tension de surface du liquide [41] mais augmente la densité ( $\rho_{liq} = 1,5 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ ) ainsi que l'angle de contact, entraînant une perte d'imprégnation spontanée dans les billes de verre qui n'empêche cependant pas la formation d'un agrégat.

Un agrégat est produit par accréition de billes de verre sur un substrat composé de grains saturés par la solution aqueuse de  $\text{ZnI}_2$ . L'agrégat est ensuite déconnecté du réservoir, placé dans une enceinte fermée, et installé dans le tomographe. Un tissu imbibé de liquide est ajouté dans l'enceinte afin de maintenir une atmosphère humide et limiter l'évaporation pouvant se produire durant l'acquisition. Une bonne reconstruction tomographique nécessite de réaliser 1400 projections, également réparties angulairement sur  $180^\circ$  pour une durée moyenne d'acquisition de 40 min. La reconstruction 3D présente une résolution spatiale de 7,5  $\mu\text{m}$  permettant de bien résoudre les grains composant l'agrégat.

La Fig. 3.2(a) montre une image agrandie de l'interaction entre l'agrégat humide et le jet granulaire sec prise par caméra rapide. La Fig. 3.2(b) correspond à la même image mais superposée aux 200 images suivantes, permettant ainsi de suivre la trajectoire des particules avant et après impact (chaque image superposée est séparée de 0,5 ms de la précédente). On distingue clairement qu'une grande partie des grains injectés rebondissent sur l'agrégat sans être capturés. La Fig. 3.2(c) montre une coupe d'une reconstruction tomographique réalisée sur un agrégat [comme schématisée sur la Fig. 3.2(a)]. L'air apparaît en noir alors que les grains sont gris et le liquide apparaît en blanc. La reconstruction 3D montre que l'agrégat est complètement saturé et ne présente quasiment pas de bulles d'air emprisonnées au sein de l'empilement.

L'agrégat est donc en état capillaire : sa cohésion est assurée par la dépression capillaire interfaciale aux niveaux des ménisques liquide-air. Cela signifie que le liquide remplit tous les pores à chaque nouveau grain capturé et ne crée pas uniquement des ponts capillaires entre les grains. Une matrice continue de liquide existe donc au sein de l'agrégat et relie les extrémités de ce dernier. Ainsi, pour des pertes de charges négligeables, l'équilibre de pression, au niveau des interfaces au repos, est toujours régi par l'Eq. (3.1.1) puisque l'agrégat croît horizontalement, donc à dépression hydrostatique constante. Enfin, en segmentant les différentes phases, on peut déterminer la compacité de l'empilement en mesurant la fraction représentée par la phase solide, égale à  $\phi = 0,63 \pm 0,01$  (cf. chap. 2). Nous n'avons jamais observé la formation de structures sensiblement moins compactes au cours des divers expériences.

### 3.1.3 Régimes de croissance

Nous avons étudié l'influence de la dépression hydrostatique sur la croissance de l'agrégat humide en réalisant des séries d'expériences en faisant varier la différence de hauteur  $\Delta h$  entre le niveau d'eau du réservoir et l'altitude de l'agrégat (voir Fig. 3.1). Deux séries d'images d'agrégat en croissance, réalisées pour deux valeurs de  $\Delta h$ , sont reportées sur la Fig. 3.3. On distingue clairement que la croissance ralentit à mesure que  $\Delta h$  augmente, traduisant une diminution de

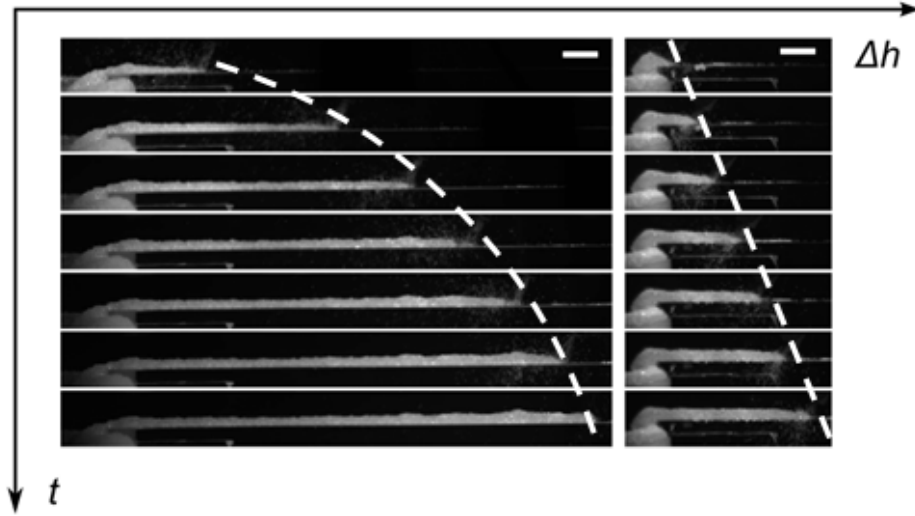


Fig. 3.3 Séries de photographies de la croissance d'agrégats horizontaux pour différentes dépressions hydrostatiques  $\rho g \Delta h$ . (A gauche)  $\Delta h = 0,5$  cm. (A droite)  $\Delta h = 4,9$  cm. Les clichés sont séparés par une durée de 40 s et la barre d'échelle vaut 1 cm. Les courbes en pointillés blancs représentent les dynamiques temporelles de croissance.

l'efficacité du processus de capture. Par ailleurs, les séries temporelles montrent également un changement de dynamique en fonction de  $\Delta h$ . Pour l'étudier, nous avons réalisé une série de croissances d'agrégats pour différentes valeurs de  $\Delta h$ . La Fig. 3.4(a) reporte trois dynamiques obtenues pour une dépression  $\Delta h = 5$  mm, ce qui permet de se convaincre de la reproductibilité des expériences. Une série de données pour différentes dépressions  $\rho g \Delta h$  est tracée sur la Fig. 3.4(b). On retrouve bien un passage progressif d'une dynamique en racine carrée du temps à une dynamique linéaire à mesure que l'on augmente  $\Delta h$ . Ce changement est d'autant plus visible sur la Fig. 3.5(a) reportant, en échelle logarithmique, l'évolution de la longueur  $\ell$  de l'agrégat, en fonction du temps, pour un débit  $Q_g$  et une vitesse d'impact  $v_g$  constants. La dynamique de croissance présente une transition progressive d'un régime linéaire à grand  $\Delta h$  où  $\ell$  est proportionnelle à  $t$  à un régime diffusif à petit  $\Delta h$  où  $\ell$  est proportionnelle à  $t^{1/2}$ .

L'existence de ces deux régimes peut être comprise en considérant le mécanisme local de capture par accréation granulaire et les processus nécessaires à la capture d'un grain. Comme l'illustre le schéma de la Fig. 3.5, l'agrégat se construit en deux temps : le liquide doit atteindre sa position d'équilibre à la surface de l'agrégat afin de capturer un grain qui impacte l'interface liquide-air. On peut associer un temps caractéristique à chaque étape, un temps caractéristique de capture, noté  $\tau_{capt}$ , et un temps caractéristique de transport visqueux du liquide au sein du réseau granulaire constituant l'agrégat, noté  $\tau_{visc}$ . À faible dépression hydrostatique ( $\Delta h$  faible), la courbure des ménisques interfaciaux est faible et le liquide est disponible à la surface du matériau, rendant la capture des grains très efficace. Le temps de capture  $\tau_{capt}$  est donc faible par rapport au temps de transport visqueux du fluide  $\tau_{visc}$ , qui limite alors la dynamique de croissance de l'agrégat. Ce régime visqueux peut être modélisé comme un régime contrôlé par l'écoulement du liquide au sein d'un matériau poreux, composé des grains capturés par l'agrégat. L'équation de Darcy (1.3.4) permet alors de relier la vitesse macroscopique du fluide à la pression motrice, en l'occurrence la pression capillaire dans les pores  $p_c$  diminuée de la dépression hydrostatique  $\rho g \Delta h$ . Notons que nous n'avons plus égalité des deux pressions car le fluide est en mouvement. La pression capillaire  $p_c$  est ici égale à la pression motrice de l'écoulement qui tire le fluide. La dynamique de Lucas-Washburn [98, 95] décrit l'imbibition dans toute la structure granulaire de longueur  $L^v$  qui est la

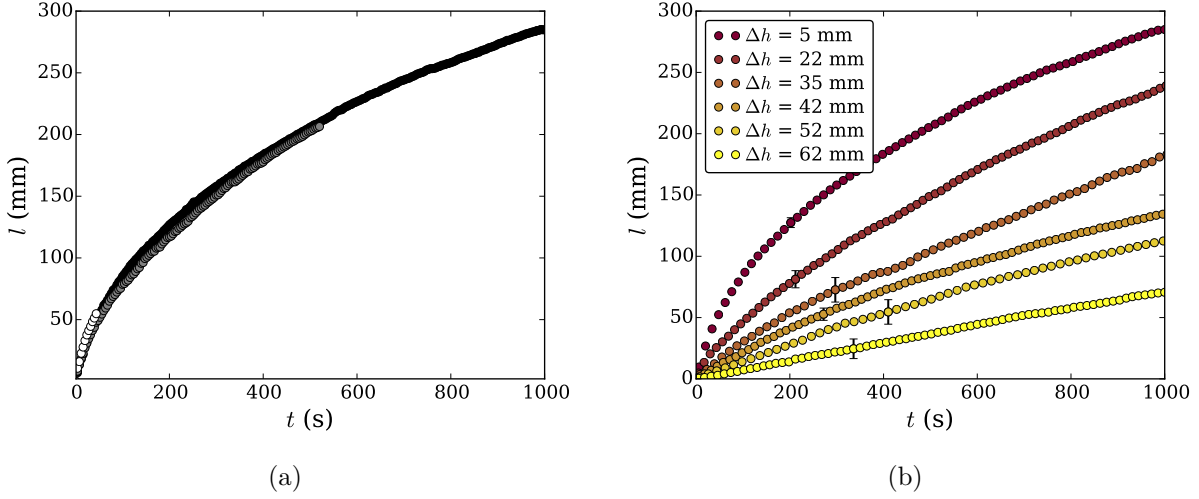


Fig. 3.4 (a) Reproductibilité de la croissance d'un agrégat à l'horizontale,  $\Delta h = 5$  mm. Chaque courbe représente une expérience. (b) Évolution temporelle de la longueur de l'agrégat pour différentes dépressions hydrostatiques, exprimées en fonction de  $\Delta h$ . Chaque courbe correspond à une expérience. Les barres d'erreur traduisent la dispersion des résultats.

somme de la longueur de l'agrégat  $\ell^v$  et de l'épaisseur du substrat pré-imbibé  $h_g$  :

$$L^v(t) = \ell^v(t) + h_g = \sqrt{\frac{2k\Delta p}{(1-\phi)\eta}t + h_g^2} = \sqrt{\frac{2k\Delta p}{(1-\phi)\eta}(t + t_0)}, \quad (3.1.2)$$

où  $k$  est la perméabilité de l'empilement,  $\eta$  la viscosité du fluide,  $t_0$  une constante d'intégration telle que  $L^v(0) = h_g$  et  $\Delta p = p_c - \rho g \Delta h$  est la pression motrice. La pression capillaire est calculée par rapport à la taille des grains comme discuté dans l'introduction [91, 97] et prise égale à  $4\gamma \cos \theta / \bar{d}_g = 753$  Pa, avec  $\theta = 27^\circ (\pm 5^\circ)$  l'angle de contact de l'eau sur les billes de verre. Notons que pour une épaisseur de substrat  $h_g$ , le temps  $t_0$  vaut :

$$t_0 = \frac{h_g^2 (1-\phi)\eta}{2 k\Delta p}. \quad (3.1.3)$$

Dans la gamme de valeurs de  $\Delta h$  étudiée ici, variant entre 5 mm et 62 mm, ce temps vaut entre 0,3 et 1,2 s, ce qui est négligeable par rapport à la durée d'une expérience. Dans la suite, nous ne tiendrons pas compte de ce temps  $t_0$ . Par conséquent, dans le régime visqueux, la longueur de l'agrégat croît en racine carrée du temps, comme observé expérimentalement pour  $\Delta h = 5$  mm à temps longs. Par ailleurs, compte tenu de l'échelle de temps, le départ linéaire, visible sur la Fig. 3.5, n'est pas imputable au régime visqueux.

Un second régime est exploré à grand  $\Delta h$ , correspondant à des dépressions hydrostatiques plus importantes. Dans ce cas, les ménisques interfaciaux sont fortement déformés pour compenser la dépression, rendant l'accessibilité au liquide très limitée pour les grains qui impactent l'agrégat. Le temps nécessaire pour capturer un grain  $\tau_{capt}$  devient très grand devant le temps de transport visqueux  $\tau_{visc}$  et le taux de croissance de l'agrégat est à présent limité par l'efficacité du processus de capture. On peut alors écrire le taux de croissance de l'agrégat en fonction de la fraction de grains capturés par rapport à la quantité de grains injectés. On introduit ainsi la probabilité de capture  $\mathcal{P}_{capt}$  définie comme ce dernier ratio, et on peut écrire la vitesse de croissance de l'agrégat  $u$  en effectuant un bilan de masse :

$$u = \frac{Q_g}{\rho_g \phi S} \mathcal{P}_{capt}, \quad (3.1.4)$$

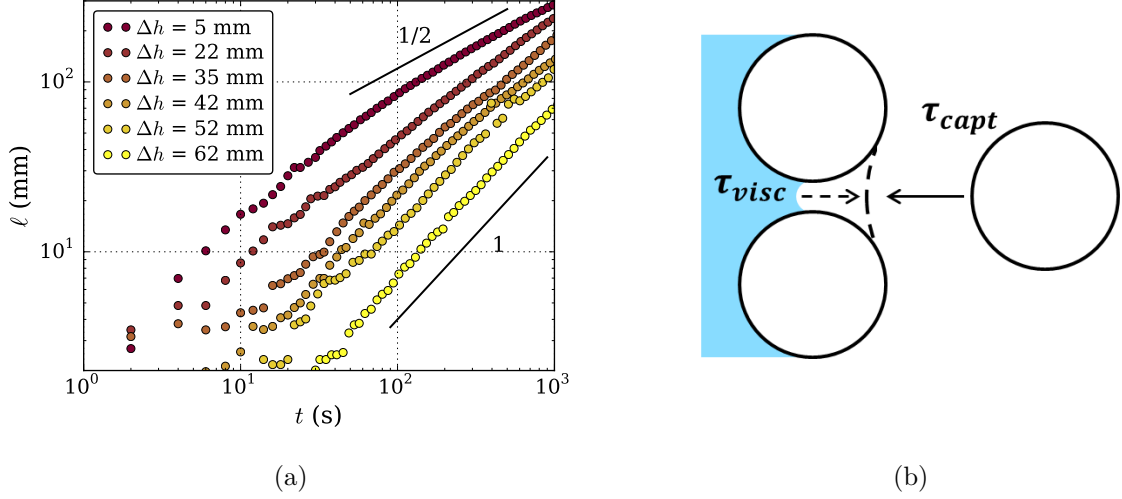


Fig. 3.5 (a) Évolution temporelle de la longueur de l'agrégat pour différentes dépressions hydrostatiques, exprimées en fonction de  $\Delta h$ . Les tracés des lois de puissance sont indicatifs. (b) Schématisation des deux étapes du processus de capture et des temps associés : déplacement visqueux du fluide au travers d'une couche de grains en un temps  $\tau_{visc}$  suivi de la capture d'un grain après un temps d'attente  $\tau_{capt}$ .

où  $\rho_g = 2,5 \text{ g.cm}^{-3}$  est la masse volumique des grains et  $S$  la section transverse de l'agrégat. Dans ce régime limité par la capture, le liquide a le temps de retourner à l'équilibre statique. La dépression est alors constante le long de l'agrégat et la courbure des ménisques à la pointe est imposée par  $\Delta h$  [Eq. (3.1.1)]. Comme tous les paramètres à l'interface sont constants, la probabilité de capture  $\mathcal{P}_{capt}$  est également constante pour une valeur de  $\Delta h$  donnée et on obtient la dynamique de croissance dans le régime de capture :

$$\ell^c(t) = \frac{Q_g}{\rho_g \phi S} \mathcal{P}_{capt} t. \quad (3.1.5)$$

Cette dynamique, linéaire en temps, correspond bien aux observations expérimentales faites pour de grandes dépressions hydrostatiques, reportées sur la Fig. 3.5(a).

Cette analyse permet de comprendre qualitativement l'existence de deux régimes de croissance limités chacun par l'un des processus requis pour la croissance de l'agrégat, à savoir l'apport du liquide par un écoulement visqueux dans l'agrégat et l'apport des grains capturés par le liquide. La sélection d'un de ces deux régimes résulte de l'évolution de l'efficacité du processus de capture avec la dépression hydrostatique que nous allons caractériser dans la partie suivante.

### 3.1.4 Influence de la mouillabilité du support

Afin de s'assurer que la mouillabilité du substrat n'influence pas la dynamique de croissance d'un agrégat, nous avons modifié la nature du substrat et comparé la dynamique d'accrétion. En effet, il faut écarter la possibilité qu'un film liquide précède l'agrégat et ne vienne capter des grains en amont de l'agrégat. Pour cela, le substrat en PMMA est recouvert d'un film de PTFE placé à une distance  $L = 5 \text{ cm}$  du bord du substrat comme indiqué sur le schéma de la Fig. 3.6(a). Le PTFE est un matériau hydrophobe et son angle de contact avec l'eau est mesuré à  $\theta_{PTFE} = 120^\circ \pm 5^\circ$ . La dynamique de croissance est reportée sur la Fig. 3.6(b) en bleu pour  $\Delta h = 10 \text{ mm}$  et  $\Delta h = 53 \text{ mm}$ . Aucun changement de dynamique n'est observé après le passage d'un substrat à un autre, repéré par la ligne pointillée sur la Fig. 3.6(b). La même expérience est réalisée en inversant les substrats et conduit au même résultat.

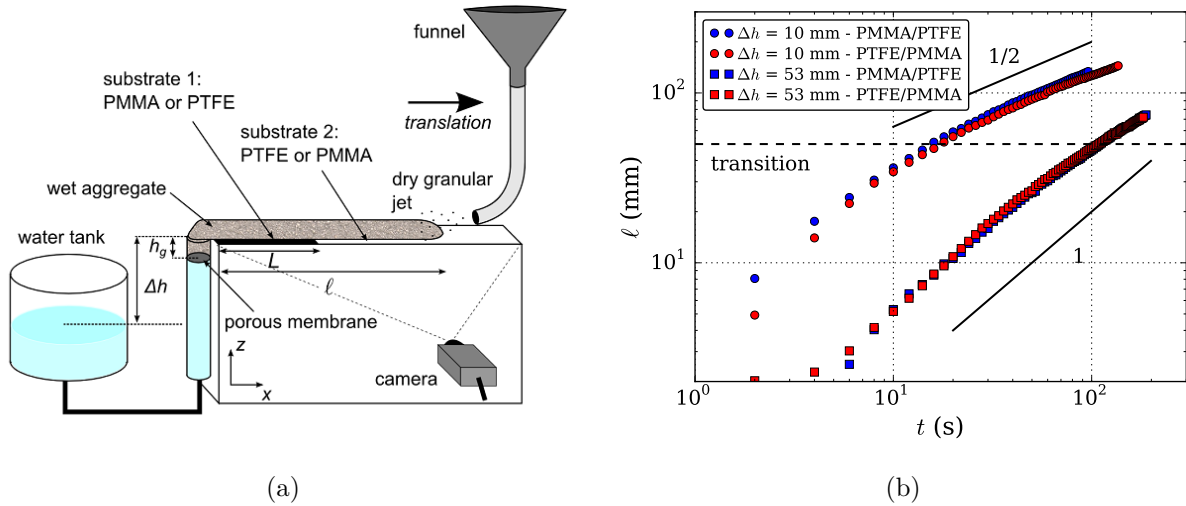


Fig. 3.6 (a) Schéma de l'expérience d'accrétion pour des supports de nature différente. (b) Dynamique de croissance pour chaque support (PMMA/PTFE et PTFE/PMMA) pour différentes valeurs de  $\Delta h$ . Angles de contact :  $\theta_{PMMA} = 70^\circ \pm 5^\circ$ ,  $\theta_{PTFE} = 120^\circ \pm 5^\circ$ . La ligne en pointillés noirs représente la transition entre les deux types de substrats.

Cette expérience permet ainsi de confirmer l'absence de film liquide précurseur sur le substrat soutenant l'agrégat pouvant interférer avec l'accrétion granulaire dans la capture de grains.

## 3.2 Mécanisme de capture

Dans cette partie, nous nous intéressons au mécanisme de capture d'un grain impactant la surface d'un matériau granulaire humide dans le afin de comprendre l'évolution de la probabilité de capture  $\mathcal{P}_{capt}$  avec la dépression hydrostatique. L'évolution de  $\mathcal{P}_{capt}$  avec  $\Delta h$  est à l'origine de la transition entre les régimes de capture et visqueux.

### 3.2.1 Probabilité de capture

Les expériences précédentes montrent que la probabilité de capture  $\mathcal{P}_{capt}$  décroît avec  $\Delta h$  et donc avec la dépression hydrostatique. Pour estimer la variation du taux de capture, on mesure la vitesse initiale de croissance  $v(t=0)$  pour différentes valeurs de  $\Delta h$  en traçant la pente à l'origine comme représenté sur la Fig. 3.7(a). La vitesse initiale est bien reliée à l'efficacité du processus de capture puisqu'aux tout premiers instants, le liquide est quasiment tout le temps à l'équilibre, et déjà disponible à la surface. Ainsi, la capture des grains n'est pas limitée par l'écoulement du fluide dans le matériau granulaire humide. L'évolution de la vitesse initiale de croissance est tracée sur la Fig. 3.7(b) en fonction de  $\Delta h$ . On constate que cette vitesse décroît et que la dépendance avec  $\Delta h$  peut être ajustée par une loi exponentielle :

$$v(\Delta h, t=0) = v_0 \exp\left(-\frac{\Delta h}{h^*}\right). \quad (3.2.1)$$

avec  $v_0$  la vitesse initiale de croissance à dépression nulle ( $\Delta h = 0$ ) et  $h^*$  la hauteur caractéristique de décroissance. L'ajustement des données conduit à  $v_0 = 1,86 \text{ mm.s}^{-1}$  et  $h^* = 20 \text{ mm}$ .

En utilisant le bilan de masse de l'Eq. (3.1.4), on peut relier la probabilité de capture  $\mathcal{P}_{capt}$  au taux de croissance initiale :  $v(\Delta h, t=0) = \mathcal{P}_{capt} Q_g / (\rho_s \phi S)$  de sorte que l'on puisse écrire la

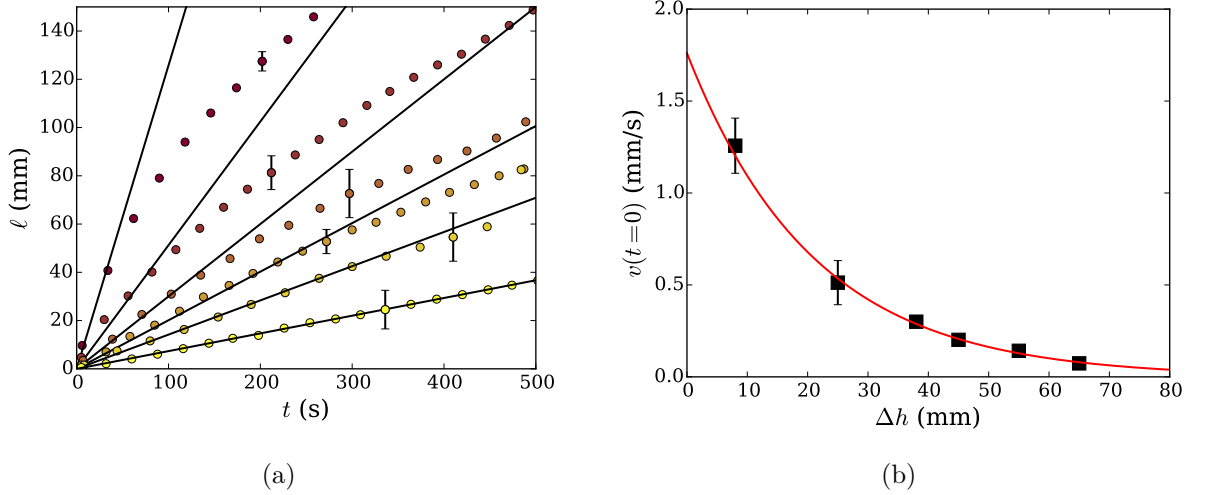


Fig. 3.7 (a) Détermination de la vitesse initiale de croissance de l'agrégat pour différentes valeurs de  $\Delta h$ . Le code couleur est le même que sur la Fig. 3.5(a). (b) Évolution de la vitesse initiale de croissance de l'agrégat en fonction de  $\Delta h$ . La courbe rouge est un ajustement exponentiel :  $v(\Delta h, t = 0) = v_0 \exp(-\Delta h/h^*)$  avec  $v_0 = 1,86 \text{ mm.s}^{-1}$  et  $h^* = 20 \text{ mm}$ .

probabilité de capture comme :

$$\mathcal{P}_{capt}(\Delta h) = \mathcal{P}_0 \exp\left(-\frac{\Delta h}{h^*}\right), \quad (3.2.2)$$

où  $\mathcal{P}_0 = \rho_s \phi v_0 / Q_g$  est la probabilité de capture à dépression nulle, c'est-à-dire lorsque le liquide affleure à la surface du matériau granulaire humide. Cette probabilité reflète, au niveau macroscopique, l'efficacité intrinsèque du procédé de capture et dépend de la capacité d'un grain à dissiper son énergie cinétique pour être capturé par l'agrégat par les effets capillaires dus au liquide. Ce type de loi exponentielle a également été observée par Pacheco-Vázquez *et al.* [136] pour des expériences de croissance de tours granulaires verticales par impacts de grains secs sur un substrat humide.

### 3.2.2 Distribution surfacique du liquide

Afin de comprendre l'évolution de la probabilité de capture avec  $\Delta h$ , nous proposons un modèle associant la variation du taux de capture à la disponibilité du liquide à l'interface liquide-air. En effet, l'agrégat étant saturé, le liquide est présent aux interfaces et la capture résulte vraisemblablement d'un contact entre les grains secs impactant l'agrégat et le liquide permettant leur piégeage. L'hypothèse principale est par conséquent qu'un grain est capturé avec une probabilité  $\mathcal{P}_0$  s'il impacte une zone contenant du liquide.

Cette probabilité est reliée à la dissipation de l'énergie cinétique du grain au moment de l'impact sur la surface granulaire humide et dépend de la nature de l'interaction entre les grains, le film liquide et l'empilement granulaire. Ce problème est complexe puisqu'il faut décrire simultanément les trois couplages qui dépendent notamment des propriétés du liquide. Ce point fera l'objet d'une discussion à la fin de cette partie. La probabilité de capture peut donc s'écrire  $\mathcal{P}_{capt} = \mathcal{P}_0 \phi_{liq}$ , où  $\phi_{liq}$  est la fraction surfacique occupée par le liquide à la surface du matériau granulaire humide.

Expérimentalement, on peut mesurer la fraction surfacique de liquide  $\phi_{liq}$  à la surface d'un empilement de grains saturé en liquide et mis en dépression. Le dispositif expérimental est schématisé sur la Fig. 3.8(a). Le matériau granulaire est composé de billes de zirconium blanches, complètement opaques, de diamètre moyen  $\bar{d}_g = 500 \mu\text{m}$ . Les grains sont imprégnés par un liquide

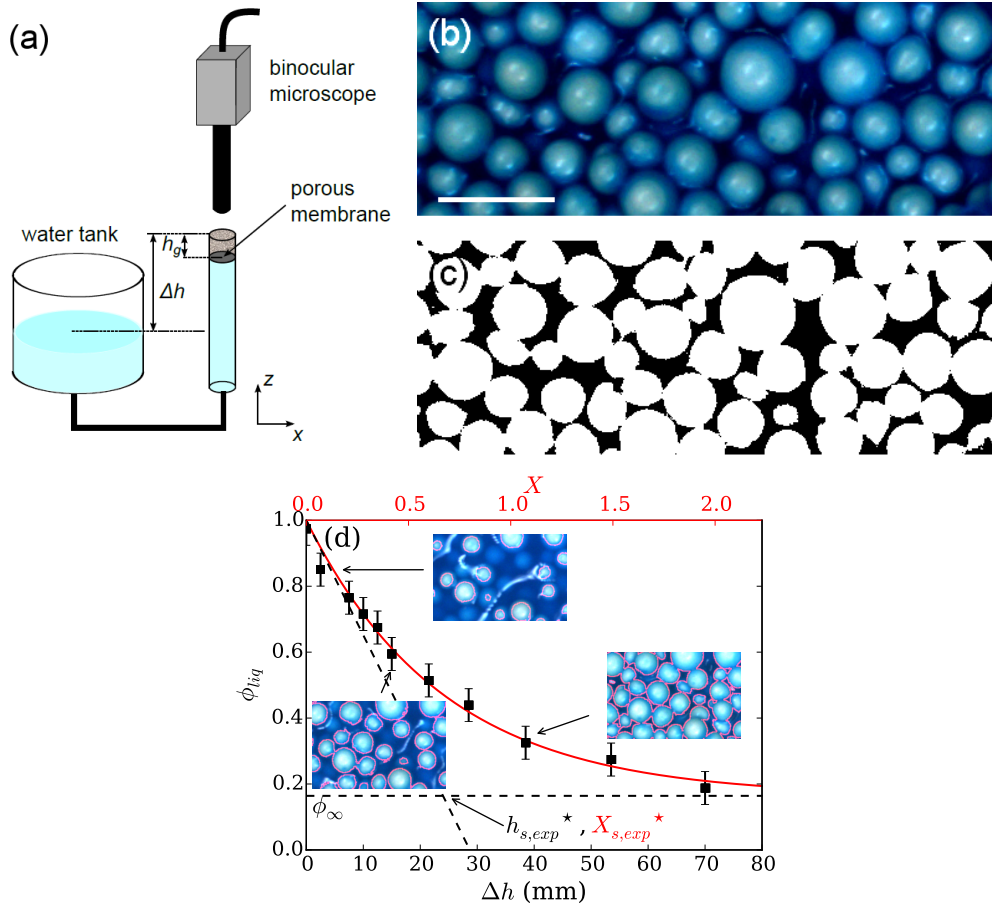


Fig. 3.8 (a) Schéma du dispositif expérimental de visualisation de la répartition du liquide à la surface d'un matériau granulaire humide par microscopie binoculaire. (b) Image de la surface d'un matériau granulaire humide sous dépression ( $\Delta h = 38,5$  mm). Les grains sont des billes de zirconium de diamètre moyen  $\bar{d}_g = 500$   $\mu\text{m}$  et le liquide est du lait teint en bleu par l'ajout d'érioglaucine. La barre d'échelle vaut 2 mm. (c) Image précédente après binarisation de la composante verte de l'image initiale afin d'extraire l'aire apparente du liquide en surface. (d) Évolution de la fraction surfacique de liquide à la surface d'un matériau granulaire humide en fonction de la dépression imposée dans le liquide, proportionnelle à  $\Delta h$ . La courbe rouge correspond à un ajustement exponentiel du type  $\phi(\Delta h) = \phi_\infty + (1 - \phi_\infty) \exp(-\Delta h/h_{s,exp}^*)$  avec  $h_{s,exp}^* = 24 \pm 4$  mm et  $\phi_\infty = 0,16$ .

coloré. Nous utilisons ici du lait afin d'obtenir un liquide parfaitement opaque auquel est ajouté un colorant bleu, de l'érioglaurine, pour distinguer correctement les grains émergeant du liquide après binarisation [voir Fig. 3.8(b)-(c)]. La tension de surface du liquide est mesurée par la méthode de la goutte pendante et vaut  $\gamma = 44 \pm 2 \text{ mN.m}^{-1}$ . Notons que l'angle de contact entre les grains de zirconium et le liquide vaut  $\theta = 65^\circ (\pm 5^\circ)$ .

La fraction liquide est mesurée par binarisation pour différentes dépressions hydrostatiques  $\rho g \Delta h$  et tracée sur la Fig. 3.8(d). Les données expérimentales présentent une dépendance exponentielle avec  $\Delta h$  comme les vitesses initiales de croissance d'accrétion et peuvent être ajustées avec une loi du type :

$$\phi(\Delta h) = \phi_\infty + (1 - \phi_\infty) \exp\left(-\frac{\Delta h}{h_{s,exp}^*}\right), \quad (3.2.3)$$

avec  $h_{s,exp}^*$  la hauteur caractéristique de rétraction des ménisques et  $\phi_\infty$  la fraction surfacique minimale, associée à la taille des pores débouchant à la surface de l'empilement et correspondant à une porosité de surface. Les paramètres d'ajustement optimaux pour ces conditions expérimentales sont :  $h_{s,exp}^* = 24 \pm 4 \text{ mm}$  et  $\phi_\infty = 0,16$ .

On compare la valeur de  $h_{s,exp}^*$  correspondant à la distribution surfacique du liquide à la valeur de  $h^*$  obtenue par les expériences d'accrétion. Les propriétés de mouillage du liquide et la taille des grains étant différentes d'une expérience à l'autre, il est nécessaire de définir un paramètre sans dimension prenant en compte ces effets. On définit donc la courbure adimensionnée  $X = d_g/2R_c$ , reliée à la différence de hauteur  $\Delta h$  par l'Eq. (3.1.1) telle que :

$$X = \frac{d_g \rho g}{4\gamma} \Delta h, \quad (3.2.4)$$

qui est une longueur adimensionnée découlant de l'équilibre de pression. On peut ainsi réécrire les hauteurs caractéristiques issues de chaque expérience en terme de longueur sans dimension, ce qui conduit à  $X^* = 0,23$  et  $X_{s,exp}^* = 0,67 \pm 0,11$ . Par conséquent, bien que les dépendances soient similaires, la surface apparente de liquide disponible à l'interface liquide-air ne semble pas être un critère suffisant pour décrire la variation de la probabilité de capture. Il est donc nécessaire de prendre en compte le volume de liquide dans les sites de capture.

### 3.2.3 Modélisation de la distribution de liquide

Nous proposons dans la suite une estimation théorique de l'évolution de la fraction de liquide à la surface d'un empilement de grains monodisperses saturés en liquide. Par des arguments géométriques, nous déterminons d'abord la variation d'aire apparente de liquide en surface avant de considérer le volume de liquide disponible dans les sites de capture, entre les grains.

#### Fraction surfacique de liquide

On considère un matériau granulaire composé de grains sphériques monodisperses de diamètre  $d_g$  organisés dans un empilement hexagonal compact. On étudie la répartition du liquide à la surface de cette empilement, soumis à une dépression hydrostatique. On se concentre sur un hexagone unité tracé entre les centres de 6 grains comme illustré en vue de dessus sur la Fig. 3.9(a). La surface totale projetée de cet hexagone vaut  $S_T = 6\sqrt{3}(d_g/2)^2$ . La couche de grains est imprégnée par un liquide mouillant de tension de surface  $\gamma$ , de masse volumique  $\rho$  et d'angle de contact avec les grains  $\theta$ . Pour simplifier les considérations géométriques, on se limite au cas parfaitement mouillant, c'est-à-dire  $\theta = 0^\circ$ . À l'interface liquide-air, la forme du ménisque entre trois grains est assimilée à une portion de sphère de rayon  $R_c$  comme schématisé sur le Fig. 3.9(b). On note  $h_{liq}$  la hauteur



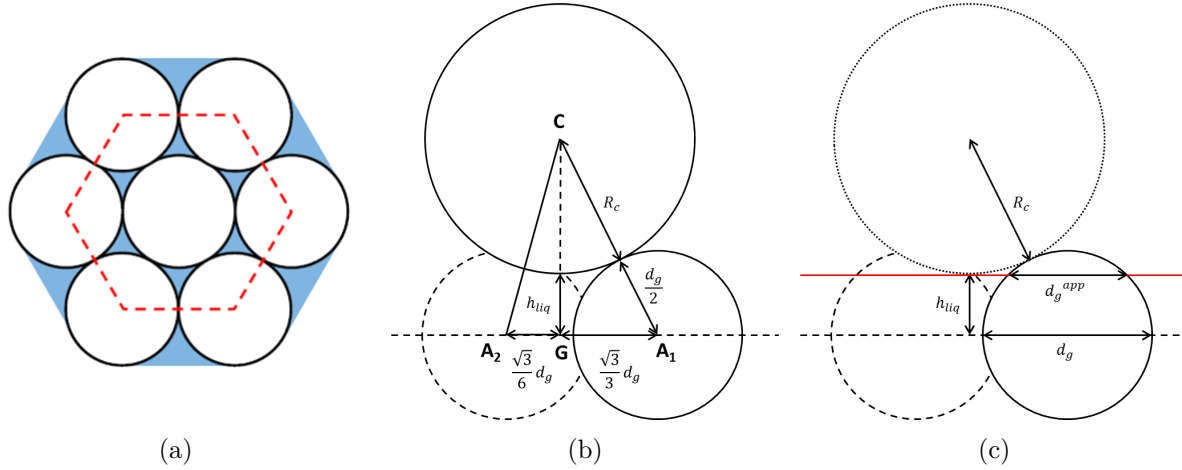


Fig. 3.9 (a) Schéma de la couche supérieure d'un matériau granulaire humide composé de grains monodisperses - vue de dessus. (b) Approximation de la forme d'un ménisque entre trois grains comme une portion de sphère de rayon  $R_c$  - vue de coté. (c) Approximation de la surface de liquide projetée en négligeant la courbure des ménisques.

minimale de liquide entre les trois grains [Fig. 3.9(b)] et on peut écrire la relation géométrique :

$$(h_{liq} + R_c)^2 + \left(\frac{\sqrt{3}}{3} d_g\right)^2 = \left(R_c + \frac{d_g}{2}\right)^2, \quad (3.2.5)$$

qui permet de déterminer l'expression de  $h_{liq}$  :

$$h_{liq} = R_c \sqrt{1 + \frac{d_g}{R_c} - \frac{1}{3} \left(\frac{d_g}{2R_c}\right)^2} - R_c. \quad (3.2.6)$$

La hauteur de liquide entre les grains diminue donc lorsque le rayon de courbure diminue, ce qui se traduit par un enfoncement du ménisque entre les grains. On détermine ensuite l'aire occupée par le liquide à la surface de l'empilement. Pour faciliter le calcul, la courbure des ménisques est négligée pour le calcul de l'aire apparente et on assimile la forme de l'interface air-liquide à une interface plane qui intersecte les grains à une hauteur  $h_{liq}$  du plan médian (passant par les centres des grains de la couche) comme illustré par la Fig 3.9(c). Par conséquent, le diamètre apparent des grains émergeant hors du liquide  $d_g^{app}$  s'écrit :

$$\frac{d_g^{app}}{2} = \sqrt{\left(\frac{d_g}{2}\right)^2 - h_{liq}^2}. \quad (3.2.7)$$

On note  $S^{app}$  la surface apparente occupée par la partie des grains hors du liquide dans un hexagone unité. Cette surface apparente s'écrit en fonction de la surface projetée d'un grain  $S_g^{app}$  :

$$S^{app} = 3 S_g^{app} = 3\pi \left(\frac{d_g^{app}}{2}\right)^2. \quad (3.2.8)$$

Finalement, la fraction surfacique occupée par le liquide  $\phi_{liq}$  peut s'écrire :

$$\phi_{liq} = \frac{S_{liq}}{S_T} = 1 - \frac{S^{app}}{S_T} = 1 - \frac{\pi}{2\sqrt{3}} \left(\frac{d_g^{app}}{d_g}\right)^2. \quad (3.2.9)$$

Cette fraction surfacique dépend du rapport entre le rayon des grains et le rayon de courbure du ménisque  $X = d_g/2R_c$ . Le rapport s'exprime également en fonction de la différence de hauteur  $\Delta h$

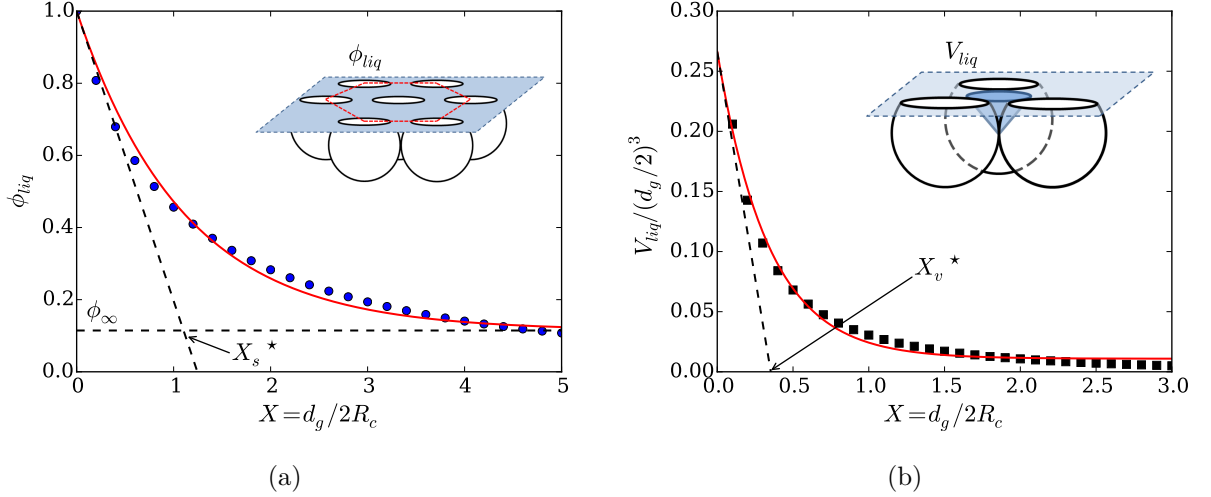


Fig. 3.10 (a) Évolution de la fraction surfacique de liquide  $\phi_{liq}$ , calculée à la surface d'un matériau granulaire humide composé d'un empilement hexagonal de grains monodisperses, en fonction de la courbure adimensionnée  $X = 2d_g/R_c$ . Les données sont ajustées par une fonction exponentielle décroissante  $\phi_{liq}(X) = \phi_\infty + (1 - \phi_\infty) \exp(-X/X_s^*)$  avec  $X_s^* = 1, 10$  et  $\phi_\infty = 0, 11$ . (b) Évolution du volume d'un site de capture, adimensionné par le volume d'un grain, en fonction de la courbure adimensionnée  $X = 2d_g/R_c$ . Les données sont ajustées par une décroissance exponentielle  $\tilde{V}(X) = \tilde{V}_0 \exp(-X/X_v^*)$  avec  $X_v^* = 0, 34$  et  $\tilde{V}_0 = 0, 26$ .

imposant une dépression hydrostatique dans le liquide interstitiel. L'évolution de la fraction surfacique de liquide théorique  $\phi_{liq}$  est tracée sur la Fig. 3.10(a) en fonction de la hauteur adimensionnée  $X$  et peut être ajustée par une décroissance exponentielle :

$$\phi_{liq}(X) = \phi_\infty + (1 - \phi_\infty) \exp(-X/X_s^*). \quad (3.2.10)$$

Cette variation en exponentielle décroissante est similaire à celle mesurée expérimentalement. Les paramètres d'ajustement optimaux sont :  $\phi_\infty = 0, 11$  et  $X_s^* = 1, 10$ . Ces paramètres de décroissance sont en bon accord avec les mesures expérimentales de la distribution surfacique de liquide en fonction de la dépression hydrostatique imposée au fluide interstitiel. Les écarts observés peuvent être expliqués par les différentes hypothèses du modèle, à savoir l'empilement hexagonal compact de grains sphériques monodisperses, la mouillabilité totale ( $\theta = 0^\circ$ ) et l'assimilation du ménisque à un plan intersectant les grains. Notons par ailleurs que l'impact de cette dernière simplification est moindre lorsque l'angle de contact entre les grains et le liquide est plus élevé.

### Variation de volume dans un site de capture

L'accord observé entre les mesures expérimentales de fraction surfacique de liquide  $\phi_{liq}$  avec le modèle géométrique développé dans la section précédente permet de valider la pertinence de cette approche pour modéliser la répartition du liquide à la surface d'un matériau granulaire sous dépression. Néanmoins, la surface apparente n'est pas suffisante pour prédire la dépendance du taux de capture avec la forme des interfaces car les valeurs expérimentale et théorique de  $X^*$  sont sensiblement différentes. En effet, cela reviendrait à considérer que la capture d'un grain est indépendante de l'épaisseur du film liquide sur lequel il impacte. Or de nombreux travaux sur l'impact de particules sur un film liquide [157, 158, 159, 160, 161] ont démontré que le coefficient de restitution d'un grain impactant un film liquide diminue avec l'épaisseur de ce film. On considère donc à présent que le taux de capture est proportionnel au volume de liquide disponible dans les sites de capture situé entre les grains.

Un site de capture est assimilé à un cône inscrit entre trois grains au contact, comme schématisé dans l'insert de la Fig. 3.10(b). On note  $r_{liq}$  et  $h_{liq}$  le rayon et la profondeur du cône respectivement. En reprenant les hypothèses précédentes sur la forme et la position du ménisque, le rayon du cône s'écrit :

$$r_{liq} = \frac{2\sqrt{3}}{3}r_g - r_g^{app}, \quad (3.2.11)$$

avec  $r_g^{app}$  le rayon apparent de la partie émergée des grains exprimé par l'Eq. (3.4.14). Le volume  $V$  du cône s'écrit ensuite en fonction de  $h_{liq}$ , défini par l'Eq. (3.4.10), et de  $r_{liq}$  :

$$V = \frac{1}{3}\pi h_{liq} r_{liq}^2. \quad (3.2.12)$$

L'évolution du volume d'un site de capture théorique, normalisé par le volume d'un grain, est tracée en fonction de la courbure adimensionnée  $X$ , reliée à la dépression hydrostatique imposée au fluide interstitiel, sur la Fig. 3.10(b). Les points calculés peuvent être ajustés par une loi exponentielle  $\tilde{V}(X) = \tilde{V}_0 \exp(-X/X_v^*)$  avec  $\tilde{V} = V/(d_g/2)^3$ . Un bon accord est obtenu entre l'ajustement et les données pour les paramètres  $X_v = 0,34$  et  $\tilde{V}_0 = 0,26$ . Notons que l'ajustement est réalisé pour les points tels que  $X < 3$  puisqu'à trop faible rayon de courbure, l'approximation conique ne capture plus correctement le volume du site de capture et tend vers zéro.

La valeur de  $X_v$  est plus proche de la valeur  $X^*$  tirée des expériences d'accrétion et représentant l'échelle de pression caractéristique de la décroissance de la probabilité de capture  $\mathcal{P}_{capt}$ . Ceci semble indiquer que la diminution du taux de capture est due à la rétraction des ménisques aux interfaces liquide-air, se traduisant par une diminution du volume de liquide disponible au sein des sites de capture. Ce modèle simplifié permet ainsi de fournir une interprétation physique de la diminution du taux de capture cohérente avec les résultats expérimentaux. Cependant, il ne fournit qu'une description statique de la zone de capture et ne prend pas en compte l'effet de l'impact du grain sec au moment de la capture qui va vraisemblablement réorganiser le milieu granulaire. Par ailleurs, si ce modèle explique l'évolution de la probabilité de capture et sa diminution avec  $\Delta h$ , il ne fournit en revanche pas d'éléments sur le mécanisme de capture lorsqu'un grain impacte correctement l'empilement granulaire humide. Un modèle complet consisterait à coupler les aspects surfaciques et volumiques en définissant des sites de capture dont le volume serait suffisant pour capturer un grain.

Cette approche permet déjà de tenir compte de la disponibilité du liquide dans le processus de capture. Dans la partie suivante, nous discuterons des différentes sources de dissipations énergétiques permettant la capture d'une particule.

### 3.2.4 Mécanismes de dissipation énergétique

On s'intéresse à présent au mécanisme de capture d'un grain par l'agrégat humide. Pour être capturé, un grain doit dissiper toute son énergie cinétique en impactant le matériau granulaire humide. On note  $E_c$  l'énergie cinétique du grain, égale à

$$E_c = \frac{1}{2} \left( \frac{1}{6} \pi d_g^3 \right) \rho_s v_g^2. \quad (3.2.13)$$

Pour une vitesse  $v_g = 1,6 \text{ m.s}^{-1}$  (vitesse relevée expérimentalement), l'énergie cinétique d'un grain de diamètre  $d_g = 340 \text{ } \mu\text{m}$  vaut  $E_c \simeq 6,6 \times 10^{-8} \text{ J}$ . Le liquide est évidemment nécessaire à la capture puisqu'il crée les jonctions liquides entre les grains qui permettent à la structure d'être cohésive. Cependant, il n'est pas suffisant pour permettre seul le collage d'une particule. Pour s'en convaincre, on calcule la dissipation énergétique due au liquide présent à la surface du matériau granulaire humide en l'assimilant à un film liquide plat, d'épaisseur  $d_g/4$ , dans une situation analogue à celle de la Fig. 3.11. Comme nous l'avons rappelé dans le chapitre 1, le liquide dissipe de l'énergie par

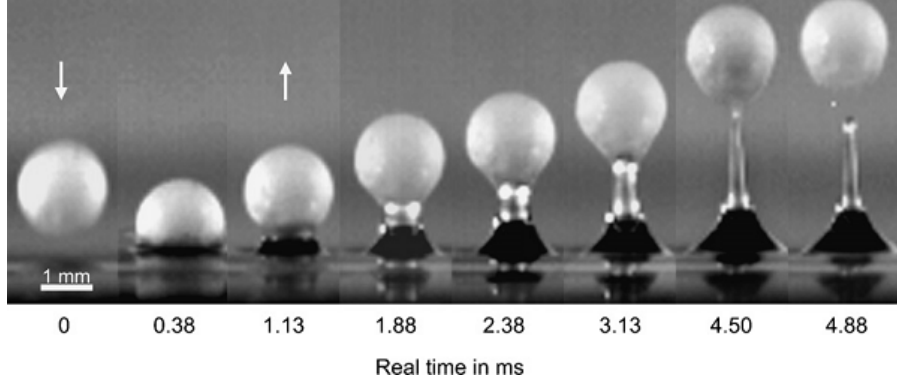


Fig. 3.11 Images de l'impact d'un grain d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  arrivant à une vitesse de  $2,36 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$  sur une surface lisse recouverte d'un film d'eau d'épaisseur  $400 \mu\text{m}$ , issus de Antonyuk *et al.* [159].

déplacement visqueux lors de la pénétration du grain et de l'étirement du pont mais également par dissipation capillaire en déformant le pont jusqu'à la rupture. L'énergie dissipée par capillarité s'écrit [8, 160] :

$$E_{cap} \simeq 5,5 \sqrt{V_b} r_g \gamma \cos \theta, \quad (3.2.14)$$

avec  $V_b$  le volume du pont capillaire, telle que la demi-longueur de rupture du pont  $s_c$  soit égale à  $V_b^{1/3}$ . Une estimation empirique possible du volume du pont est  $d_g^3/16$  [160], ce qui correspond à une demi-longueur de rupture  $s_c \simeq 0,4 d_g$ , cohérente avec les images issues de travaux d'Antonyuk *et al.* [159] sur les impacts de billes d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  sur des films aqueux (voir Fig. 3.11). L'estimation de la dissipation capillaire donne  $E_{cap} \simeq 6,8 \times 10^{-9} \text{ J}$ , soit 10 % de l'énergie cinétique du grain. À cela s'ajoute la dissipation visqueuse lors de la pénétration du grain dans l'épaisseur  $d_g/4$  du film et lors de l'étirement sur une distance  $s_c \simeq 0,4d_g$ . La dissipation visqueuse totale s'écrit [8, 158, 160, 161] :

$$E_{visc} = \frac{3}{2} \pi \eta d_g^2 v_g \left[ \ln \left( \frac{d_g}{4\delta} \right) + \ln \left( \frac{s_c}{\delta} \right) \right], \quad (3.2.15)$$

où  $\delta = 5 \mu\text{m}$  est une estimation de la rugosité du grain. Le calcul de la dissipation visqueuse donne  $E_{visc} \simeq 5,3 \times 10^{-9} \text{ J}$ , ce qui représente moins de 10 % de l'énergie cinétique  $E_c$ .

Ces estimations montrent que les dissipations dues au liquide ne permettent pas de dissiper l'ensemble de l'énergie cinétique des particules impactant l'agrégat. L'effet de l'inertie du fluide peut être également pris en compte [160] mais est négligeable par rapport aux autres effets compte tenu de la faible taille des grains considérés. La dissipation supplémentaire, et en réalité dominante dans ce problème, est la dissipation imputée à l'empilement granulaire dense. En effet, Crassous *et al.* [162] ont étudié le coefficient de restitution d'un matériau granulaire sec soumis à l'impact d'un grain suivant l'angle d'incidence. Ce coefficient, défini comme le rapport de la vitesse après impact sur la vitesse avant impact, varie entre 0,3 et 0,5 pour des angles d'incidence de  $30^\circ$  à  $60^\circ$ . Cela représente une dissipation de 75 à 90 % de l'énergie cinétique initiale du grain. L'énergie est transférée d'un grain à l'autre par des chaînes de contacts/collisions qui peuvent être modélisées comme une marche aléatoire avec pertes successives d'énergie [162, 163]. De telles chaînes de forces sont notamment observables expérimentalement grâce aux techniques de photoélasticité [164, 165, 166, 167]. On peut cependant penser que le fluide interstitiel va un peu diminuer cette dissipation par collisions mais dans le même temps, elle va augmenter la dissipation visqueuse. Finalement, en considérant ces trois sources principales de dissipation, on peut donc conclure que l'énergie cinétique est complètement dissipée à chaque impact. Or le calcul de la probabilité  $\mathcal{P}_0$  à partir de  $v_0$  montre que seul 2,5 % des grains émis est réellement capturé à  $\Delta h = 0$ , c'est-à-dire pour une surface recouverte de liquide. Cela signifie que les sites effectifs de capture ne représentent qu'une très petite portion de la surface de l'agrégat, situé vraisemblablement au milieu des cônes

définis dans le modèle théorique. Le positionnement du grain impactant, au sein des sites de capture, est donc crucial pour permettre de le loger, en déplaçant les autres grains en surface, et de le piéger correctement.

### 3.3 Dynamique d'accrétion granulaire

La transition observée entre les deux régimes limites, à savoir le régime visqueux à faible dépression hydrostatique et le régime de capture à grande dépression hydrostatique, s'explique par la dépendance de la probabilité de capture  $\mathcal{P}_{capt}$  avec la dépression dans le fluide interstitiel. Cette transition se manifeste lorsque les taux de croissance associés à chaque régime limite deviennent comparable. Les taux de croissance visqueux et par capture peuvent s'écrire à partir des l'Eq. (3.1.2) et (3.1.5) :

$$u_{visc} = \sqrt{\frac{k\Delta p}{2(1-\phi)\eta t}} \quad \text{et} \quad u_{capt} = \frac{Q_g}{\rho_s\phi S} \mathcal{P}_{capt}. \quad (3.3.1)$$

L'égalité de ces deux termes permet de définir un temps caractéristique  $t_c$  et une longueur caractéristique  $\ell_c$  qui traduisent le moment de la transition entre les deux régimes :

$$t_c = \frac{k}{2(1-\phi)\eta} \left( \frac{\rho_s\phi S}{\mathcal{P}_{capt}Q_g} \right)^2 \Delta p \quad \text{et} \quad \ell_c = \frac{k}{2(1-\phi)\eta} \frac{\rho_s\phi S}{\mathcal{P}_{capt}Q_g} \Delta p. \quad (3.3.2)$$

Ces deux paramètres de coupures dépendent de  $\Delta h$  à travers la probabilité de capture mais également la pression motrice  $\Delta p = p_c - \rho g \Delta h$ . La perméabilité  $k$  peut être déterminée grâce à la formule de Carman-Kozeny [22] :

$$k = \frac{\bar{d}_g^2}{180} \frac{(1-\phi)^3}{\phi^2}, \quad (3.3.3)$$

et vaut  $8 \times 10^{-11} \text{ m}^2$  en prenant  $\bar{d}_g = 340 \text{ }\mu\text{m}$  et  $\phi = 0.63$ . On peut ainsi retracer les données expérimentales présentées sur la Fig. 3.5(a) en les adimensionnant par  $t_c$  et  $\ell_c$  comme effectuée sur la Fig. 3.12(a) où  $\zeta = \ell/\ell_c$  et  $\tau = t/t_c$ . On constate que toutes les données expérimentales pour différentes valeurs de  $\Delta h$  se superposent sur une même courbe maitresse qui décrit la transition entre le régime visqueux à grand  $\tau$  et le régime de capture à petit  $\tau$ .

La forme analytique de cette courbe maitresse peut être déterminée en considérant un modèle à deux temps comme évoqué au début de cette partie. En effet, la capture d'un grain s'effectue après que le fluide a atteint sa position d'équilibre au bout d'un temps visqueux  $\tau_{visc}$  et que le grain est capturé par l'agrégat au bout d'un temps d'attente  $\tau_{capt}$ . L'expression du temps visqueux s'obtient en traduisant le taux de croissance, écrit comme une équation de Darcy, à l'échelle d'une taille de grain :

$$u_{visc} = \frac{d_g}{\tau_{visc}} = \frac{k}{(1-\phi)\eta} \frac{\Delta p}{\ell} \quad \Rightarrow \quad \tau_{visc} = \frac{(1-\phi)\eta \ell d_g}{k \Delta p}. \quad (3.3.4)$$

De même, en reprenant l'Eq. (3.1.5) du taux de capture à l'échelle d'un grain, il vient :

$$u_{capt} = \frac{d_g}{\tau_{capt}} = \frac{Q_g \mathcal{P}_{capt}}{\rho_s \phi S} \quad \Rightarrow \quad \tau_{capt} = \frac{d_g \rho_s \phi S}{Q_g \mathcal{P}_{capt}}. \quad (3.3.5)$$

En sommant ces deux expressions, on obtient le temps  $\delta t = \tau_{visc} + \tau_{capt}$  requis pour que l'agrégat croisse d'une taille de grain  $d_g$ . Le taux de croissance s'écrit alors :

$$\frac{d\ell}{dt} = \frac{d_g}{\tau_{visc} + \tau_{capt}} = \left( \frac{(1-\phi)\eta}{k} \frac{\ell}{\Delta p} + \frac{\rho_s \phi S}{Q_g \mathcal{P}_{capt}} \right)^{-1}. \quad (3.3.6)$$

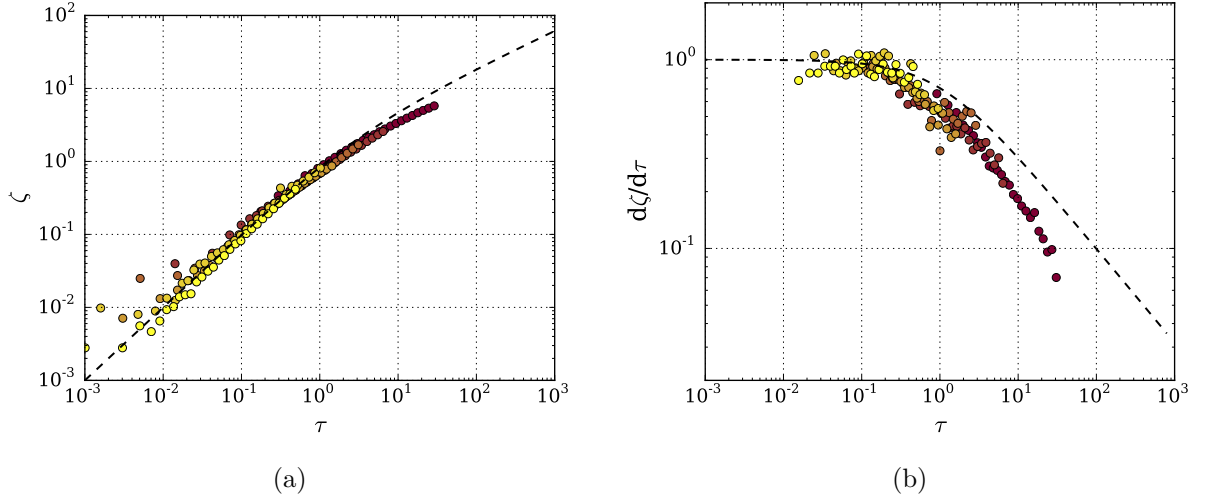


Fig. 3.12 (a) Évolution de la longueur de l'agrégat adimensionnée  $\zeta$  en fonction du temps adimensionné  $\tau$ . La courbe en pointillés noirs correspond à la prédiction théorique de l'Eq. 3.3.8. (b) Évolution de la vitesse de croissance adimensionnée  $d\zeta/d\tau$  en fonction du temps adimensionné  $\tau$ . La courbe en pointillés noirs correspond à la prédiction théorique de l'Eq. (3.3.7).

En utilisant les expressions de  $t_c$  et  $\ell_c$ , on peut adimensionner l'Eq. (3.3.6) :

$$\frac{d\zeta}{d\tau} = \frac{1}{1 + \zeta/2}, \quad (3.3.7)$$

qui admet une solution analytique :

$$\zeta(\tau) = 2(\sqrt{1 + \tau} - 1). \quad (3.3.8)$$

Cette solution est tracée sur la Fig. 3.12(a) et la solution correspondant au taux de croissance sur la Fig. 3.12(b) afin d'être comparée aux résultats expérimentaux. On constate un bon accord entre les points expérimentaux et théoriques même si un décalage subsiste pour le taux de croissance  $d\zeta/d\tau$ . Ceci peut être causé par l'expression choisie pour la pression capillaire  $p_c$ , calée sur celle dans un capillaire de diamètre  $d_g$  et qui surestime la dépression dans le milieu poreux [97, 100]. Cependant, la transition progressive entre les deux régimes est bien capturée par le modèle, ce qui valide l'approche considérant une succession des deux procédés, tous deux limitant pour la dynamique de croissance.

## 3.4 Croissance de tours granulaires

Les travaux menés sur la croissance d'agrégats horizontaux ont permis de déterminer la dynamique d'accrétion et de comprendre le mécanisme de capture qui explique la dépendance de la probabilité de capture avec la dépression imposée au fluide interstitiel, et donc avec l'altitude. Dans cette partie, nous nous intéressons maintenant à la croissance d'agrégats verticaux, aussi appelés tours granulaires, pour lesquels la gravité va jouer un rôle prédominant dans la dynamique de croissance.

### 3.4.1 Dynamique de croissance logarithmique

Les expériences de croissance de tours granulaires sont réalisées en utilisant un dispositif similaire à celui présenté précédemment mais en orientant le jet verticalement. Le jet granulaire impacte

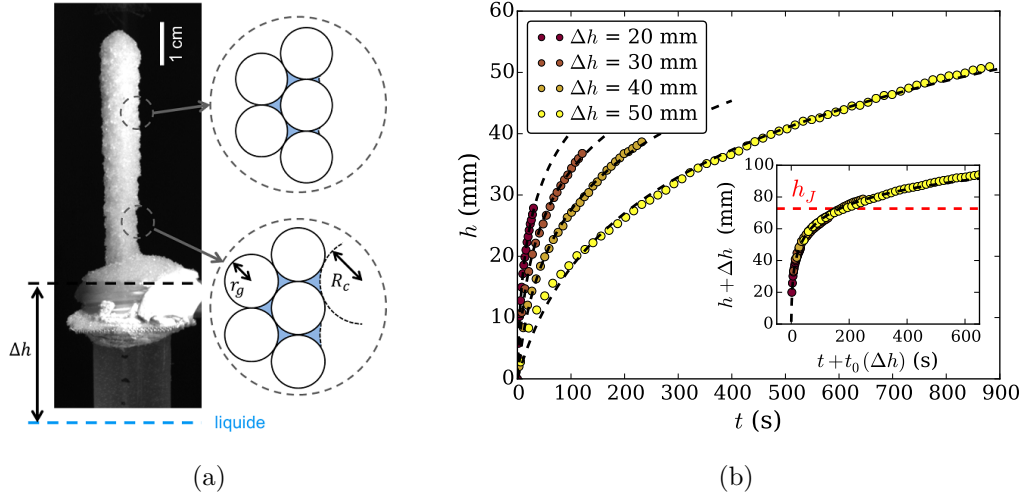


Fig. 3.13 (a) Photographie d'une tour granulaire composée de billes de verre de diamètres  $d_g = 300 - 380 \mu\text{m}$ . La différence de hauteur entre le niveau d'eau et la base de la tour est notée  $\Delta h$ . Une représentation schématique de la morphologie des ménisques à deux altitudes est également dessinée pour illustrer la rétraction des ménisques. (b) Dynamique de croissance de tours granulaires verticales pour différentes dépressions hydrostatiques à leur base (différentes valeurs de  $\Delta h$ ). Des ajustements logarithmiques sont tracés en pointillés noirs. Les valeurs de  $h^*$  sont quasiment identiques pour chacun des ajustements. En insert, superposition des courbes de croissance  $z = h + \Delta h$  en fonction du temps  $t + t_0(\Delta h)$ . La hauteur de Jurin théorique  $h_J$ , calculée avec l'Eq. (3.4.2), est tracée en pointillé rouge.

un substrat, d'épaisseur  $h_g = 10$  mm, composé de grains immergés sous une dépression hydrostatique  $\rho g \Delta h$ , imposée par la différence de hauteur entre le haut du substrat et le niveau d'eau du réservoir. Comme précédemment, le jet est généré en versant les grains, à un débit  $Q_g = 1,1 \text{ g}\cdot\text{s}^{-1}$ , dans un entonnoir relié à un tube en inox de longueur  $L = 20$  cm. Ce dispositif expérimental est très proche de celui utilisé par Pacheco-Vázquez *et al.* [136] où la dépression hydrostatique était contrôlée en préparant un substrat d'épaisseur variable connecté à un réservoir de liquide et imprégné par montée capillaire. Notre système présente l'intérêt de maintenir une dissipation visqueuse constante dans le substrat quelle que soit la dépression imposée. Nous ajoutons par ailleurs un capillaire en verre, de diamètre inférieur à celui des grains, pour stabiliser mécaniquement la tour durant sa croissance et éviter qu'elle ne se casse sous son propre poids [136]. Ce capillaire ne modifie cependant pas la dynamique de croissance.

Une photographie d'une tour granulaire réalisée avec des billes de verre ( $d_g = 300 - 380 \mu\text{m}$ ) est présentée sur la Fig. 3.13(a). La dynamique de croissance de la tour est reportée sur la Fig. 3.13(b) en traçant l'évolution temporelle de la hauteur de la tour pour plusieurs dépressions hydrostatiques  $\rho g \Delta h$ . Conformément aux observations effectuées par Pacheco-Vázquez *et al.* [136] pour des tours granulaires composées de grains de sable, la dynamique de croissance  $h(t)$  peut être correctement capturée par une fonction logarithmique  $h(t) = h^* \ln[1 + [v_i(\Delta h)/h^*]t]$ . De plus, en traçant  $z(t) = h(t) + \Delta h$  en fonction du temps  $\tilde{t} = t + t_0(\Delta h)$ , on constate que toutes les courbes de croissance se superposent sur une courbe maîtresse qui peut être ajustée par la fonction logarithmique généralisée :

$$z(\tilde{t}) = h^* \ln \left( 1 + \frac{v_0}{h^*} \tilde{t} \right), \quad (3.4.1)$$

avec  $v_0 = v_i(\Delta h = 0)$ . Cette superposition illustre une fois encore que l'accrétion granulaire est un phénomène local dépendant de la différence de hauteur entre le niveau de liquide du réservoir et la position de la surface de la tour impactée par les grains  $\Delta h + h(t)$ . À mesure que la tour

grandit, la dépression hydrostatique du fluide interstitiel augmente, ce qui entraîne une rétraction des ménisques aux interfaces [Fig. 3.13(a)]. La diminution du taux de capture en fonction de la hauteur résulte donc du changement de morphologie des ménisques à la surface de l'agrégat. Notons qu'une tour granulaire peut croître au-delà de la hauteur de Jurin, définie comme la hauteur maximale atteignable par imbibition capillaire. Cette hauteur théorique correspond à la hauteur d'équilibre entre la pression motrice d'origine capillaire et le poids du liquide et est exprimée dans la littérature comme :

$$h_J = \frac{4\gamma \cos \theta}{\rho g \bar{d}_g}. \quad (3.4.2)$$

Pour des grains de diamètre moyen 340  $\mu\text{m}$ , la hauteur de Jurin vaut  $h_J = 75$  mm et est tracée sur la Fig. 3.13(b). À la hauteur de Jurin, le rayon de courbure des ménisques aux interfaces liquide-air est alors égal au rayon des grains  $r_g$ . Or dans le cas des tours granulaires, la véritable limite de hauteur correspond au rayon de courbure minimal supportable par l'empilement granulaire. Celui-ci est égal au rayon des pores débouchant à la surface. Les mesures expérimentales [41, 54] donnent une hauteur limite :

$$h_\infty \simeq \frac{10\gamma}{\rho g \bar{d}_g}, \quad (3.4.3)$$

qui vaut alors  $h_\infty = 187$  mm. Dans toutes les expériences réalisées, cette limite n'a jamais été atteinte et de loin, ce qui peut laisser penser que le taux de capture s'annule pour une hauteur plus faible que  $h_\infty$ .

Comme nous l'avons vu précédemment, le taux de capture (ou probabilité de capture) diminue exponentiellement avec la dépression hydrostatique  $\rho g z$  où  $z = \Delta h + h$  et a pour expression  $\mathcal{P}_{capt}(z) = \mathcal{P}_0 \exp(-z/h^*)$ . Notons  $u(z)$  le taux de croissance de la tour en fonction de la hauteur  $z$  évaluée par rapport à la surface du réservoir de liquide. Le taux de croissance peut s'écrire en fonction de la probabilité de capture par le bilan de masse de l'Eq. (3.1.4) :

$$u(z) = \frac{dz}{dt} = \frac{Q_g}{\rho_s \phi S} \mathcal{P}_{capt}(z) = \frac{Q_g \mathcal{P}_0}{\rho_s \phi S} \exp\left(-\frac{z}{h^*}\right) = v_0 \exp\left(-\frac{z}{h^*}\right), \quad (3.4.4)$$

avec  $v_0 = \mathcal{P}_0 Q_g / (\rho_s \phi S)$ . En intégrant cette équation, on retrouve bien la loi logarithmique de l'Eq. (3.4.1), formulée empiriquement par Pacheco-Vázquez *et al.* [136]. Notons que lors de la croissance verticale de tours granulaires, le régime visqueux n'est pas observable. En effet, il n'apparaît que sur les premiers centimètres alors que les tours sont construites avec une dépression initiale supérieure à quelques centimètres afin que la cohésion soit capable de supporter le poids de la tour.

Cette expression présente néanmoins le problème de ne pas avoir de hauteur limite de croissance : la croissance devient exponentiellement lente à mesure que la tour grandit mais n'atteint jamais de hauteur limite. Cette hauteur limite, notée  $h_c$ , peut être introduite en écrivant la probabilité de capture comme une probabilité exponentielle décalée pour s'annuler à  $h_c$  :

$$\mathcal{P}_{capt}(z) = \begin{cases} \mathcal{P}_0 \left( e^{-z/h^*} - e^{-h_c/h^*} \right) & \text{pour } z < h_c. \\ 0 & \text{pour } z > h_c. \end{cases} \quad (3.4.5)$$

Le sens de cette hauteur critique tient dans le fait que, à une certaine altitude, bien que du liquide soit encore disponible en surface, le grain impactant ne parvient pas à l'atteindre car le rayon de courbure des ménisques est trop faible. On peut ainsi penser que cette hauteur critique dépend de la vitesse et est d'autant plus petite que la vitesse d'impact est faible jusqu'à atteindre  $h_J$  pour  $v_g = 0$ . En introduisant cette nouvelle expression de la probabilité de capture dans le bilan de masse de l'Eq. (3.4.4), on obtient :

$$\int_0^z \frac{dz}{e^{-z/h^*} - e^{-h_c/h^*}} = \int_0^t v_0 dt. \quad (3.4.6)$$



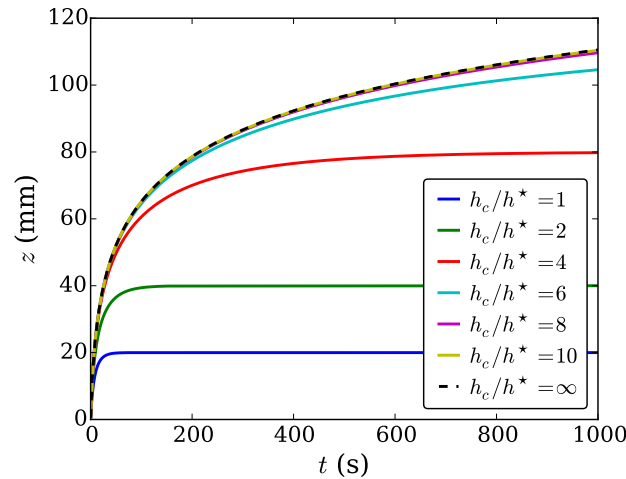


Fig. 3.14 Influence de la hauteur critique de capture sur la dynamique de croissance d'une tour granulaire. La fonction de croissance logarithmique de l'Eq. (3.4.1) est tracée en pointillés noirs avec  $h^* = 20$  mm et  $v_0 = 5$  mm.s<sup>-1</sup>, qui sont des paramètres de croissance proche de ceux déterminés expérimentalement.

Cette équation différentielle peut être résolue en introduisant les variables  $Z$  et  $Z_c$  :

$$Z = e^{-z/h^*} \quad \text{et} \quad Z_c = e^{-h_c/h^*}, \quad (3.4.7)$$

ce qui conduit à

$$\int_1^Z \frac{dZ}{Z(Z_c - Z)} = \int_0^t \frac{v_0}{h^*} dt. \quad (3.4.8)$$

En intégrant cette équation différentielle entre  $t = 0$  et  $t$ , correspondant à  $z = 0$  et  $z$ , on obtient la solution implicite décrivant la croissance d'une tour granulaire jusqu'à la hauteur  $h_c$  :

$$t = \frac{h^*}{v_0} e^{h_c/h^*} \left[ -\frac{z}{h^*} - \ln \left( \frac{e^{-z/h^*} - e^{-h_c/h^*}}{1 - e^{-h_c/h^*}} \right) \right] \quad (3.4.9)$$

La Fig. 3.14 illustre l'influence de la valeur de la hauteur critique  $h_c$  sur la dynamique temporelle de croissance d'une tour granulaire. La courbe en pointillés noirs correspond à la loi de croissance logarithmique pour un jeu de paramètres similaires à ceux obtenus expérimentalement ( $v_0 = 5$  mm.s<sup>-1</sup> -  $h^* = 20$  mm). En prenant la hauteur  $h_\infty$  comme hauteur limite de croissance ( $h_\infty/h^* \simeq 10$ ), on constate que la dynamique de croissance n'est pas impactée, à l'échelle de nos expériences qui n'excèdent pas 30 min. En effet, l'influence de la hauteur critique ne se fait sentir que sur une échelle spatiale de l'ordre de  $h^*$ . Par conséquent, pour des temps raisonnables vis-à-vis de nos expériences, la hauteur limite ne commence à modifier la croissance de la tour que pour un rapport  $h_c/h^* < 6$ .

### 3.4.2 Rétraction gravitaire des ménisques

La rétraction des ménisques à la surface d'un matériau granulaire humide, en raison d'une hausse de la dépression hydrostatique, a été mis en évidence expérimentalement par les expériences de microscopie évoquées dans la section précédente. Dans l'accrétion verticale, cet effet peut être mesuré macroscopiquement en calculant le rapport entre la masse de liquide et la masse de grains, le long de la tour. Cette mesure a permis à Pacheco-Vázquez *et al.* [136] de mettre en évidence une diminution exponentielle de ce rapport, que nous noterons  $\omega = m_{liq}/m_g$ . Bien que le lien entre la

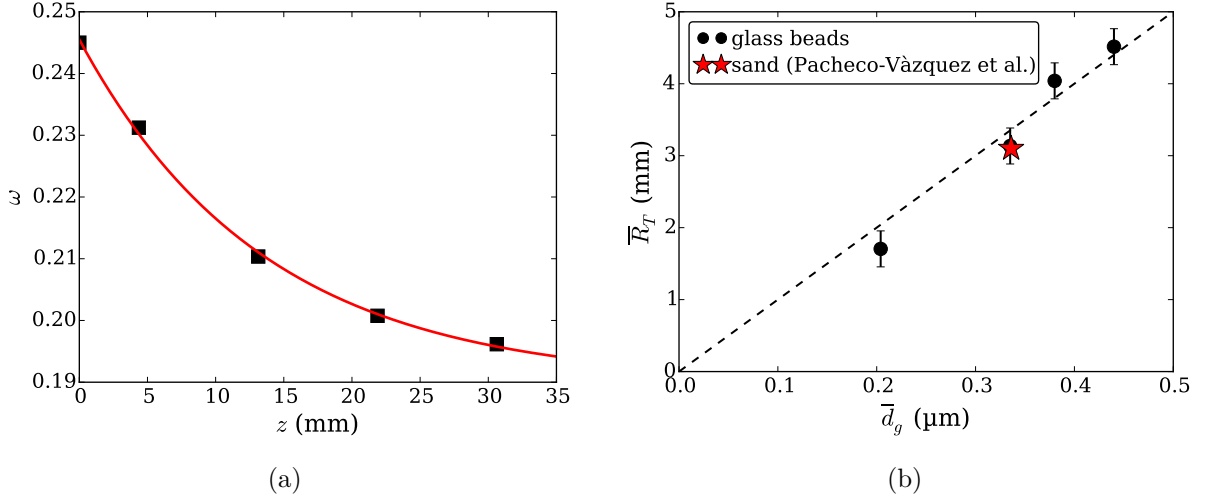


Fig. 3.15 (a) Évolution spatiale du rapport massique  $\omega = m_g/m_{liq}$  dans une tour granulaire construite par accrétion de billes de verre de diamètre  $d_g = 100 - 320 \mu\text{m}$  avec  $\Delta h = h_g = 6,5 \text{ cm}$ . La courbe rouge correspond à un ajustement exponentiel des points expérimentaux. (b) Évolution du rayon d'une tour en fonction de la taille moyenne des billes qui la composent. Dans toutes les expériences, le diamètre interne du tube colimatant le jet vaut 6 mm. Le diamètre des tours varie peu avec la vitesse d'impact. Les barres d'erreurs traduisent la dispersion typique des données. L'étoile rouge correspond au rayon des tours observés par Pacheco-Vázquez *et al.* [136]. Un ajustement linéaire des données est tracé en pointillés noirs.

diminution de la quantité de liquide dans la tour et le ralentissement du taux de capture avec la hauteur de la tour avait été fait, cette variation n'avait pas été localisée à la surface de la tour mais attribuée à une saturation partielle de l'empilement et l'apparition de poches d'air (passage de l'état *capillaire* à l'état *funiculaire*), ce que nos données tomographiques infirment.

Pour s'en convaincre, une fois construite, une tour granulaire est découpée en petits morceaux d'environ 1 cm de long tout en la gardant connectée au réservoir de liquide. Une fois débitée, chaque portion est pesée, mise à sécher à l'étuve à  $60^\circ \text{C}$  puis re-pesée pour obtenir les masses de liquide et de grains pour chaque portion. Le rapport  $\omega$  est ensuite déduit et son évolution suivant l'altitude est tracée sur la Fig. 3.15(a). Le rapport massique décroît donc à mesure que la tour grandit et les points relevés expérimentalement peuvent être ajustés par une fonction exponentielle décroissante  $\omega(z) = (\omega_0 - \omega_\infty) \exp(-z/h^*)$ , où  $\omega_0$  correspond au rapport massique à dépression nulle,  $\omega_\infty$  au rapport massique minimum lorsque les ménisques ont atteint leur courbure maximale, c'est-à-dire la courbure du pore, et  $h^*$  la hauteur caractéristique de rétraction des ménisques.

On modélise à présent l'amplitude de cette rétraction en reprenant le modèle de fraction surfacique de liquide développé dans la section 3.2. Grâce à des considérations géométriques, nous avons montré que l'épaisseur de liquide  $h_{liq}$  à la surface d'une couche de grains sous dépression, imposant un rayon de courbure  $R_c$ , s'écrivait :

$$h_{liq} = R_c \sqrt{1 + 2 \frac{r_g}{R_c} - \frac{1}{3} \left( \frac{r_g}{R_c} \right)^2} - R_c. \quad (3.4.10)$$

Cette relation, déterminée pour un empilement compact, peut être généralisée dans le cas d'un empilement lâche en introduisant le paramètre  $\epsilon$  tel que  $2\epsilon$  est la distance inter-grains bord à bord [Fig. 3.16(a)]. Dans ce cas, la hauteur  $h_{liq}^\epsilon$  s'écrit :

$$h_{liq}^\epsilon = R_c \sqrt{1 + 2 \frac{r_g}{R_c} - \frac{1}{3} \left( \frac{r_g}{R_c} \right)^2 - \frac{4}{3} \left( \frac{\epsilon}{R_c} \right)^2 \left( 1 + \frac{2 r_g}{\epsilon} \right)} - R_c. \quad (3.4.11)$$

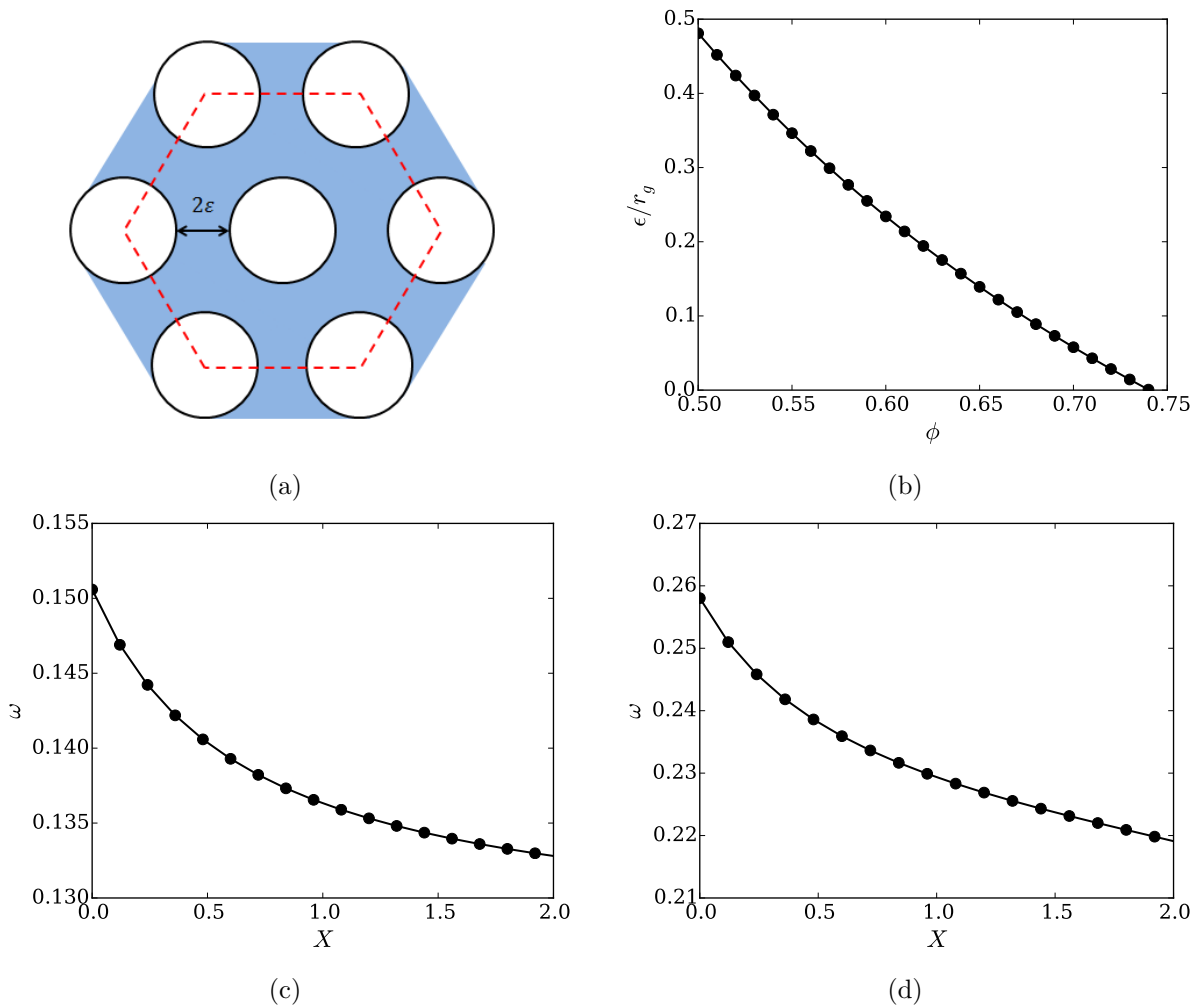


Fig. 3.16 (a) Schéma de la couche supérieure d'un matériau granulaire humide composé de grains monodisperses arrangés suivant un empilement lâche - vue de dessus. La distance inter-grains est notée  $2\epsilon$ . (b) Relation entre l'espacement inter-grains  $\epsilon$  et la compacité  $\phi$  déduite de l'Eq. (3.4.19). (c) Évolution du rapport massique calculé pour une tour de compacité  $\phi = 0,74$  et une couronne d'espacement  $\epsilon = 0$ . (d) Évolution du rapport massique calculé pour une tour de compacité  $\phi = 0,63$  et une couronne d'espacement  $\epsilon = 26 \mu\text{m}$ .

Dans la suite, nous prendrons  $h_{liq}^\epsilon$  à la place de  $h_{liq}$ , et on a bien  $h_{liq}^{\epsilon=0} = h_{liq}$ . Considérons une tranche de la tour granulaire, à une altitude  $z$ , d'épaisseur  $2\sqrt{3}(r_g + \epsilon)$ , ce qui correspond à deux couches de grains en empilement hexagonal. L'aire de cette tranche s'écrit alors

$$\mathcal{A} = 2\pi R_T 2\sqrt{3}(r_g + \epsilon), \quad (3.4.12)$$

avec  $R_T$  le rayon de la tour granulaire. Comme on peut le voir sur la Fig. 3.15(b), le rayon de la tour croît linéairement avec le rayon des grains, dans la gamme des tailles étudiées dans ce travail. Dans la suite, on prendra donc  $R_T = 20r_g$  conformément aux résultats expérimentaux. Nos résultats sont par ailleurs concordants avec les images de tours publiées dans [136]. On note  $m_g^{ext}$  la masse de grains dans la couronne extérieure de la tour, composée d'une demi-épaisseur de grains. Cette masse s'exprime simplement comme le nombre de grains à la surface de la tranche multiplié par la moitié du volume d'un grain :

$$m_g^{ext} = 2 \times \frac{2}{3} \pi \rho_g r_g^3 \left( \frac{\pi R_T}{r_g + \epsilon} \right). \quad (3.4.13)$$

Le volume de liquide dans la couronne varie lui en fonction de la hauteur de liquide  $h_{liq}^\epsilon$  et du rayon apparent du grain, lui-même relié à  $h_{liq}^\epsilon$  par :

$$r_g^{app} = \sqrt{r_g^2 - h_{liq}^{\epsilon 2}}. \quad (3.4.14)$$

Ainsi le volume de liquide  $m_{liq}^{ext}$  s'écrit comme le volume de la couronne moins le volume des grains immergés :

$$m_{liq}^{ext} = \rho \left[ h_{liq} \mathcal{A} - \pi h_{liq}^\epsilon \left( r_g^2 + (r_g^{app})^2 + \frac{h_{liq}^{\epsilon 2}}{3} \right) \left( \frac{\pi R_T}{r_g + \epsilon} \right) \right]. \quad (3.4.15)$$

On obtient finalement le rapport  $\omega = m_{liq}/m_g$  en calculant les masses de liquide et de grains sur toute la tranche avec une contribution interne (le cœur de la tour) constante et une contribution extérieure (la couronne) variant avec le rayon de courbure  $R_c$ . On écrit donc :

$$m_g = m_g^{bulk} + m_g^{ext}(X) = \phi \rho_g 2\sqrt{3}r_g \pi (R_T - r_g)^2 + m_g^{ext}(X) \quad (3.4.16)$$

et

$$m_{liq} = m_{liq}^{bulk} + m_{liq}^{ext}(X) = (1 - \phi) \rho 2\sqrt{3}r_g \pi (R_T - r_g)^2 + m_{liq}^{ext}(X), \quad (3.4.17)$$

ce qui permet de déduire  $\omega(z)$  puisque le rayon de courbure varie comme l'inverse de l'altitude :

$$R_c = \frac{2\gamma}{\rho g z}. \quad (3.4.18)$$

Enfin, pour comparer le modèle théorique aux résultats expérimentaux, il est nécessaire de retranscrire la compacité  $\phi$  en un espacement inter-grains  $\epsilon$ . En supposant toujours que l'empilement est organisé suivant un réseau hexagonal compact, on obtient :

$$\epsilon = \frac{\pi}{3\sqrt{2}\phi} - 1. \quad (3.4.19)$$

Cette correspondance est tracée sur la Fig. 3.16(b). La compacité typique d'une tour granulaire est de  $\phi = 0,63$ , ce qui équivaut à un espacement inter-grains  $\epsilon = 26 \mu\text{m}$ . L'évolution théorique du rapport massique est tracée sur les Fig. 3.16(c)-(d), respectivement pour des espacements  $\epsilon = 0$  et  $\epsilon = 26 \mu\text{m}$ , c'est-à-dire des compacités  $\phi = 0,74$  et  $\phi = 0,63$ . Le rapport massique théorique varie de manière similaire aux mesures expérimentales. Pour le cas compact, l'amplitude de variation est moindre car la couche est très dense. Par contre, en considérant la bonne compacité, l'amplitude de décroissance de  $\omega$  est du même ordre de grandeur que celle relevée expérimentalement. Cette variation de masse de liquide s'explique donc bien uniquement par la rétraction des ménisques soumis à un gradient hydrostatique.

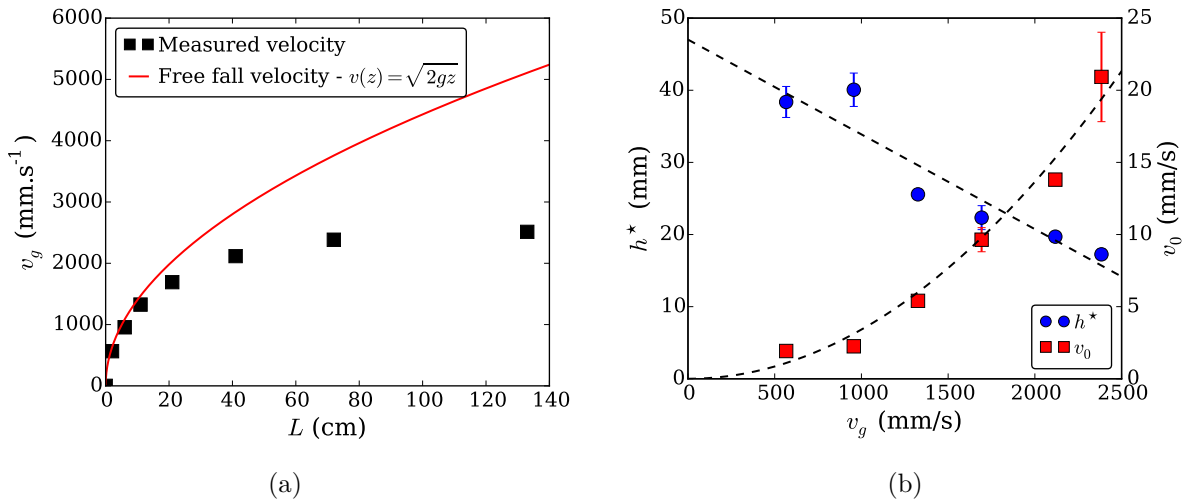


Fig. 3.17 (a) Vitesse d'impact des grains en fonction de la longueur du tube dans lequel sont injectés les grains. La courbe rouge correspond à la vitesse terminale de chute libre des grains. (b) Évolution des paramètres de croissance avec la vitesse d'impact  $v_g$ . En bleu, la hauteur caractéristique de rétraction des ménisques  $h^*$ , en rouge, la vitesse de croissance à dépression nulle  $v_0$ , lorsque les ménisques ont un rayon de courbure nul. Les courbes pointillées sont un guide pour l'œil.

### 3.4.3 Influence de la vitesse d'impact

On s'intéresse dans cette partie à l'influence de la vitesse d'impact sur la dynamique de croissance d'un agrégat vertical. La vitesse est contrôlée en modifiant la longueur  $L$  du tube dans lequel chutent les grains, variant de 5 à 120 cm. Le jet granulaire dilué nous permet de faire varier la vitesse d'impact indépendamment du débit de grains, qui reste toujours constant dans ces expériences, égal à  $Q_g = 1,1 \text{ g.s}^{-1}$ . La vitesse d'impact, notée  $v_g$  varie donc entre 0,5 et 2,5 m.s<sup>-1</sup>, mesurée à l'aide d'une caméra rapide. Ces expériences sont réalisées avec des billes de verre présentant une distribution granulométrique plus large  $d_g = 100 - 320 \text{ }\mu\text{m}$ . La dépression hydrostatique est identique d'une expérience à une autre :  $\Delta h = h_g = 5,5 \text{ cm}$ . Chaque courbe de croissance est ajustée par la fonction logarithmique de l'Eq. (3.4.1), et les paramètres de croissance  $v_0$  et  $h^*$  sont tracés sur la Fig. 3.17(a) en fonction de  $v_g$ . On constate que la vitesse de croissance à dépression nulle augmente avec la vitesse d'impact des grains alors que dans le même temps, la hauteur caractéristique de rétraction des ménisques diminue.

La vitesse  $v_0$  retranscrit, en terme de taux de croissance, la probabilité de capturer un grain lorsqu'il impacte le liquide. Comme nous l'avons vu dans la section précédente, un grain n'est pas capturé dès lors qu'il rencontre du liquide mais doit impacter dans une zone optimale que l'on appelle site de capture, situé entre les grains, là où la quantité de liquide est la plus importante et le nombre de contacts permettant la dissipation énergétique le plus grand. L'augmentation de la vitesse de croissance  $v_0$  avec  $v_g$  peut s'interpréter comme une plus grande disponibilité des sites de capture. En impactant la surface, les grains mobilisent les autres grains aux alentours et ouvrent le site de capture, permettant au grain de s'y loger. Ainsi, plus la vitesse d'impact est grande, plus il est aisé pour un grain de se créer son espace au sein de l'empilement et de réorganiser la surface.

L'interprétation de la diminution de  $h^*$  est plus complexe. En effet, cette hauteur caractéristique de rétraction des ménisques semble être un paramètre structurel : en fonction de l'agencement des grains, les ménisques devront plus ou moins se rétracter pour s'adapter à la géométrie de la surface, compte tenu de leur courbure fixée par la dépression. On peut alors s'attendre à une variation de compacité  $\phi$  en fonction de la vitesse d'impact  $v_g$ . En effet, en reprenant le calcul

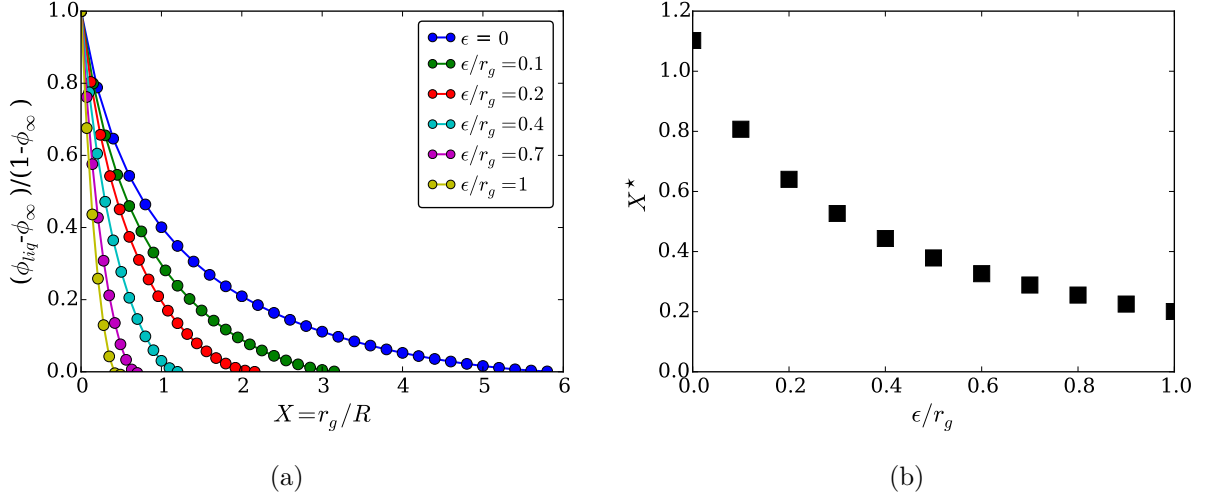


Fig. 3.18 (a) Variation de la fraction surfacique de liquide  $(\phi_{liq} - \phi_\infty)/(1 - \phi_\infty)$  en fonction du rayon de courbure adimensionné  $X$ , proportionnel à la dépression hydrostatique, pour différentes valeurs de l'espacement inter-grains  $\epsilon$ . La tangente à l'origine coupe l'axe des abscisses à la hauteur normalisée  $X^*$ , correspondant à la hauteur caractéristique de rétraction des ménisques normalisée. (b) Évolution de la hauteur caractéristique normalisée  $X^*$  en fonction de l'espacement inter-grains.

de la fraction surfacique de liquide  $\phi_{liq}$  de l'Eq. (3.2.9) en considérant un empilement lâche, on peut déterminer l'évolution de la fraction surfacique sous dépression pour différentes valeurs de l'espacement inter-grains  $\epsilon$ . On remplace alors  $h_{liq}$  par  $h_{liq}^\epsilon$  dans le calcul de  $d_g^{app}$ , nécessaire pour déduire  $\phi_{liq}$ . L'évolution de la fraction surfacique  $\phi_{liq}$  est tracée en fonction de  $X$ , le rayon de courbure normalisée par  $d_g$  et proportionnel à  $z$ , pour différentes valeurs de  $\epsilon$  sur la Fig. 3.18(a). La fraction surfacique est écrite sous forme  $(\phi_{liq} - \phi_\infty)/(1 - \phi_\infty)$  pour que la tangente à l'origine intersecte l'axe des abscisses à la hauteur caractéristique de décroissance  $X^*$ . L'évolution de cette hauteur caractéristique est tracée sur la Fig. 3.18(b) en fonction de  $\epsilon$ . Ces calculs démontrent que la hauteur caractéristique de décroissance de l'aire de liquide disponible à la surface d'un matériau granulaire humide décroît à mesure que l'espacement inter-grains augmente. En terme de compacité, cela signifie que plus la compacité est élevée, plus la hauteur caractéristique de rétraction est grande, c'est-à-dire que les ménisques se rétractent peu.

Des tours construites sous différentes vitesses d'impact ont été imagées par microtomographie X afin d'en étudier la microstructure interne. Un exemple est présenté sur la Fig. 3.19. La compacité interne moyenne dans la tour est évaluée en calculant la fraction occupée par la partie solide sur chaque tranche. La compacité sur une épaisseur de 1 cm est représentée sur la Fig. 3.19(b), correspondant à l'image de tour de la Fig. 3.19(a). La compacité est constante le long de la tour pour une vitesse d'impact donnée. En faisant varier la vitesse d'impact, on découvre que la compacité change peu, pour des variations de vitesses d'impact entraînant de forte variation de  $h^*$  [Fig. 3.19(c)]. Ce résultat est assez surprenant puisqu'une variation de compacité aurait pu expliquer une variation de  $h^*$ .

Les résultats expérimentaux révèlent donc que la compacité interne de la tour ne varie pas avec la vitesse d'impact. De plus, les gammes de variation de  $h^*$  relevées expérimentalement nécessiteraient des espacements colossaux entre les grains, supérieurs à un demi rayon, soit des compacités inférieures à 0,5, irréalistes pour un agencement homogène. Néanmoins, de tels espacement peuvent être envisagés si la surface de l'empilement est hétérogène. En raison de la vitesse des grains à l'impact, l'empilement peut se désorganiser en surface créant des poches localement très lâches et d'autres plus compacts. Le bilan en terme de rétraction surfacique des ménisques peut être grossièrement évalué en considérant un pavage de portions de différentes compacités. En prenant

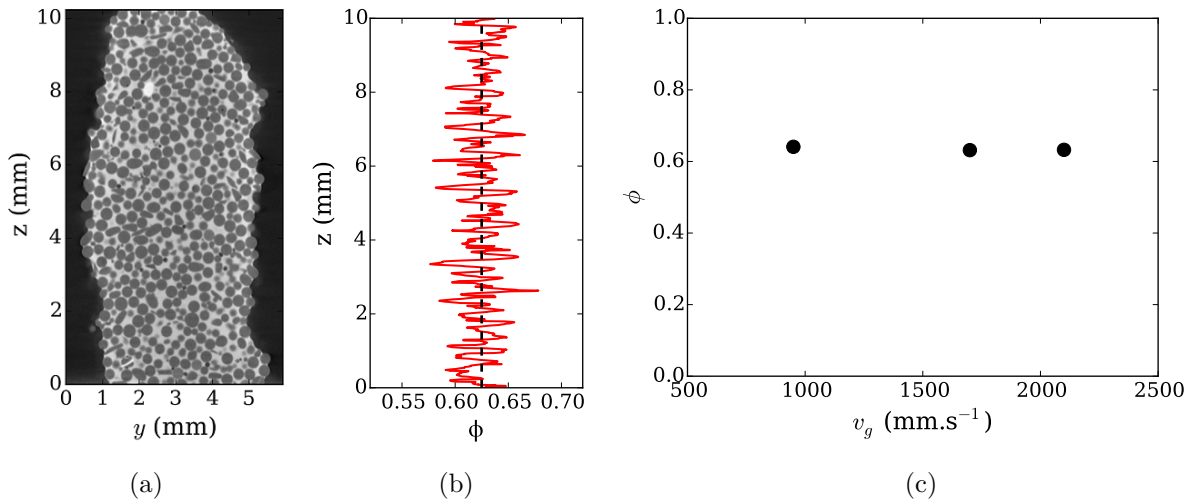


Fig. 3.19 (a) Coupe longitudinale d'une tour granulaire construite par accrétion de billes de verre ( $d_g = 300 - 380 \mu\text{m}$ ) avec une solution aqueuse d'iodure de zinc. (b) Évolution longitudinale de la compacité interne d'une tour. La compacité est évaluée en mesurant la fraction surfacique occupée par les grains pour chaque section transversale. La compacité interne moyenne est tracée en pointillé noir. (c) Compacité interne  $\phi$  de tours granulaires obtenues par accrétion de billes de verre impactant l'agrégat à différentes vitesses d'impact  $v_g$ .

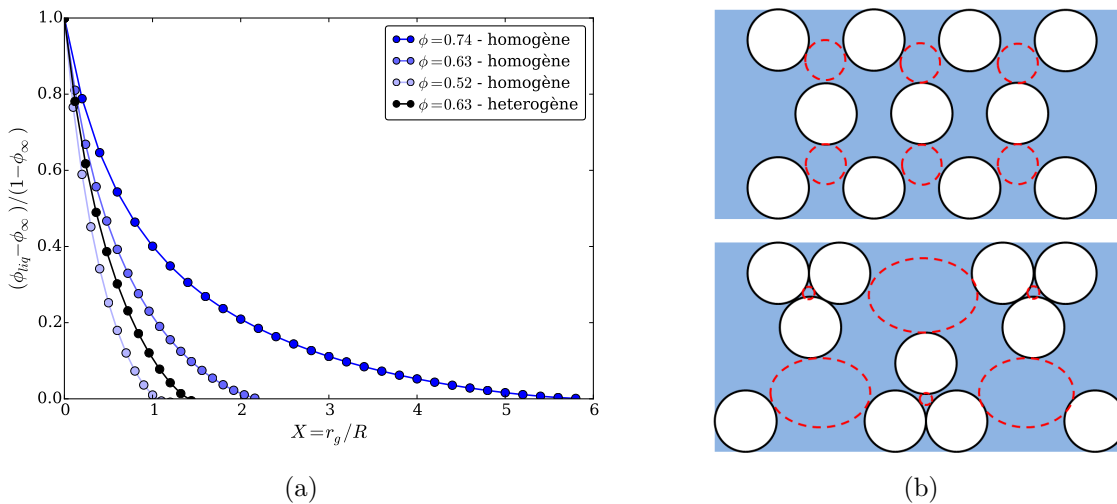


Fig. 3.20 (a) Variation de la fraction surfacique de liquide en fonction de  $X$  pour différentes valeurs de compacité homogène et hétérogène. L'hétérogénéité est introduite en considérant la surface comme un pavage de différentes compacités :  $4/6$  à  $\phi = 0,63$ ,  $1/6$  à  $\phi = 0,74$  et  $1/6$  à  $\phi = 0,52$ . La compacité moyenne reste égale à  $0,63$  mais avec des hétérogénéités. (b) Illustration du changement de taille des sites de capture résultant de l'hétérogénéité d'une surface granulaire humide.

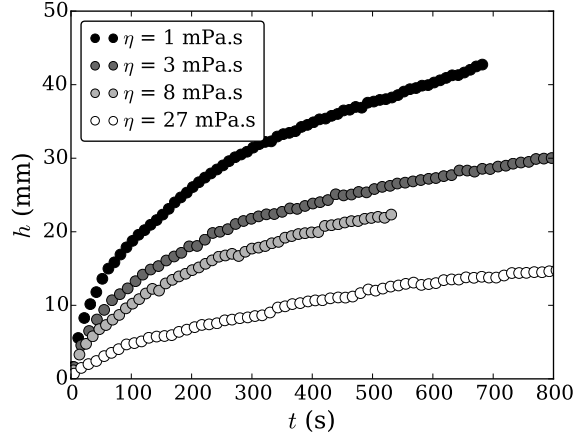


Fig. 3.21 Dynamique de croissance de tours granulaires pour différents mélanges eau-glycérol. Les agrégats sont produits par accréation de billes de verre ( $d_g = 300 - 380 \mu\text{m}$ ) injectés à un débit  $Q_g = 1,1 \text{ g.s}^{-1}$  à une vitesse  $v_g \simeq 2 \text{ m.s}^{-1}$ . Le substrat humide est composé des mêmes grains, ensilés dans un tube de 15 mm de diamètre, sur une hauteur  $h_g = 39 \text{ mm}$  soumis à une dépression  $\Delta h = 39 \text{ mm}$ . Les tours ont toujours la même allure et la même largeur.

par exemple un pavage composé de 4/6 des blocs ayant une compacité égale à 0,63, 1/6 ayant une compacité égale à 0,74 et 1/6 ayant une compacité égale à 0,52, la compacité moyenne vaut toujours  $\bar{\phi} = 0,63$  mais la répartition du liquide en surface est différente. L'évolution de  $\phi_{liq}$  dans ce cas hétérogène est tracée en noir sur la Fig. 3.20(a). On constate que l'hétérogénéité se traduit par une rétraction plus prononcée et une diminution de  $X^*$ , donc de  $h^*$ . Ce processus peut expliquer la diminution de  $h^*$  relevée expérimentalement lorsque la vitesse d'impact est accrue, tout en étant concordant avec le fait que la compacité ne change pas. Cette approche va également dans le sens d'une l'augmentation de  $v_0$  avec  $v_g$  puisque plus la surface est hétérogène, plus la surface de liquide "utile" à la capture, c'est-à-dire contenant suffisamment de liquide et le bon agencement des grains pour en piéger un autre, est grande en raison de la création de sites plus larges [Fig. 3.20(b)].

### 3.4.4 Influence des propriétés du liquide et des grains

Dans cette partie, nous nous concentrons à présent sur les effets des paramètres physico-chimiques du liquide et des grains sur la dynamique de croissance d'un agrégat et sur les mécanismes de capture qu'ils modifient. Ces travaux sont encore préliminaires et visent à discuter qualitativement l'influence de plusieurs paramètres tels que la viscosité, la tension de surface, l'angle de contact ou la forme des grains. Comme nous l'avons vu dans la section 3.2, la capture d'un grain requiert de dissiper l'énergie cinétique de ce grain par plusieurs mécanismes : la dissipation visqueuse lors de l'enfoncement et du rebond du grain, la dissipation capillaire associée à l'étirement du pont et la dissipation granulaire résultant des chocs entre particules dans le réseau granulaire. Modifier les propriétés du liquide et des grains revient donc à modifier l'ampleur de chaque processus de dissipation. Les expériences de croissance de tour granulaire sont ici utilisées comme un outil permettant de décrire l'influence de chaque mécanisme.

#### Viscosité du fluide interstitiel

La viscosité du fluide interstitiel est modifiée en remplaçant l'eau par des mélanges eau-glycérol. La tension de surface et la densité du glycérol étant proches de celles de l'eau ( $\gamma = 66 \text{ mN.m}^{-1}$  -  $\rho = 1,26 \text{ g.cm}^{-3}$ ), on les considérera constantes devant la variation de viscosité, d'un facteur 3 à



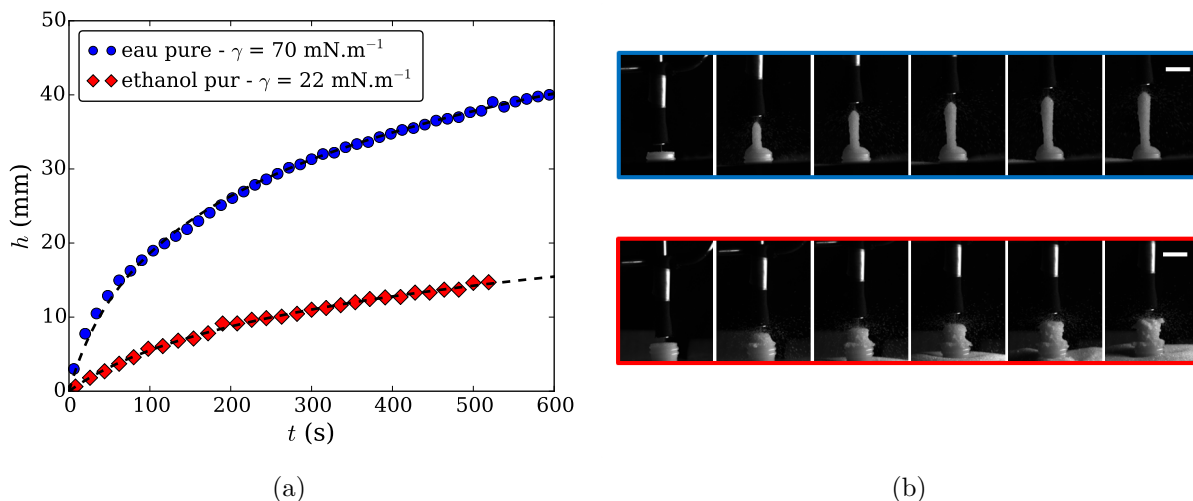


Fig. 3.22 (a) Dynamique de croissance de tours granulaires constituées de billes de verre de diamètre  $d_g = 300 - 380 \mu\text{m}$  et d'eau ou d'éthanol. Paramètres :  $Q_g = 1,1 \text{ g.s}^{-1}$  -  $\Delta h = 39 \text{ mm}$  -  $h_g = 39 \text{ mm}$  -  $v_g \simeq 2 \text{ m.s}^{-1}$ . (b) (en haut) Série de photographies de la croissance d'une tour avec de l'eau -  $\Delta t = 250 \text{ s}$ . (en bas) Série de photographies de la croissance d'une tour avec de l'éthanol -  $\Delta t = 250 \text{ s}$ .

27 en fonction de la quantité de glycérol ajoutée. Différents mélanges eau-glycérol (0%, 33%, 50% et 66% en volume) sont utilisés pour faire croître des agrégats par accréation de billes de verre de diamètre  $d_g = 300 - 380 \mu\text{m}$ . Les viscosités sont mesurées à l'aide d'un rhéomètre cône-plan. Pour toutes les expériences, une dépression constante  $\Delta h = 39 \text{ mm}$  est imposée dans un empilement granulaire saturé de même hauteur  $h_g = \Delta h$ . Les courbes de croissance sont tracées pour plusieurs viscosités sur la Fig. 3.21. On constate que l'augmentation de la viscosité se traduit par une perte d'efficacité du processus de capture puisque l'agrégat croît moins vite et moins haut à mesure que le fluide devient plus visqueux.

Ce résultat peut paraître contre-intuitif si l'on considère la seule dissipation visqueuse. En effet, l'énergie perdue par déplacement visqueux augmente linéairement avec la viscosité du liquide, ce qui devrait se traduire par un gain d'efficacité au niveau de la capture. Or la principale source de dissipation est d'origine granulaire et provient de l'impact du grain sur un réseau granulaire mobile capable de dissiper de l'énergie par une série de chocs entre les grains qui le composent [162]. L'élévation de la viscosité réduit l'efficacité de ce mode de dissipation puisque les grains sont moins mobiles et que les taux de transfert lors des chocs diminuent. À mesure que la viscosité du fluide augmente, l'agrégat se rigidifie et devient moins déformable, ne permettant plus aux grains incidents de s'implanter correctement au sein de l'agrégat. Lorsque la viscosité est grande, la tour se comporte comme une plaque rigide, dissipant très peu d'énergie lors du choc [159].

### Tension de surface et mouillabilité

L'influence de la tension de surface est testée en remplaçant l'eau par de l'éthanol, dont la tension de surface est trois fois inférieure à celle de l'eau ( $\gamma = 22 \text{ mN.m}^{-1}$ ) et la viscosité et la densité varient peu. La dynamique de croissance d'une tour granulaire avec de l'éthanol, réalisée dans les mêmes conditions que précédemment, est tracée sur la Fig. 3.22(a). On se limitera à des expériences courtes pour limiter l'évaporation du liquide. À première vue, la diminution de la tension de surface induit une chute de l'efficacité de la capture puisque la croissance est fortement ralentie. Il ne faut cependant pas oublier qu'en raison de la différence de tension superficielle, l'état

initial du substrat est différent : le rayon de courbure des interfaces liquide-air s'écrit en effet

$$R_c = \frac{2\gamma}{\rho g \Delta h}. \quad (3.4.20)$$

La différence de hauteur  $\Delta h$  étant identique dans les deux cas, le rayon de courbure avec l'éthanol vaut

$$R_c^{eth} = R_c^{eau} \left( \frac{\gamma_{eau}}{\gamma_{eth}} \right) \frac{\rho_{eth}}{\rho_{eau}}, \quad (3.4.21)$$

soit un rayon de courbure pour l'éthanol 2,5 fois plus faible que celui de l'eau ( $\rho_{eth} = 0,789 \text{ g/cm}^{-3}$ ). La comparaison des deux dynamiques nécessite par conséquent de faire appel aux paramètres de croissance  $h^*$  et  $v_0$  afin de s'affranchir des effets purement géométriques de positionnement des ménisques. L'ajustement des données par une loi logarithmique conduit aux valeurs suivantes :

pour l'éthanol :

$$h^* = 7,9 \text{ mm} \quad - \quad v_0 = 10,8 \text{ mm.s}^{-1}, \quad (3.4.22)$$

pour l'eau :

$$h^* = 14,0 \text{ mm} \quad - \quad v_0 = 6,4 \text{ mm.s}^{-1}. \quad (3.4.23)$$

L'efficacité du processus de capture, proportionnelle à  $v_0$ , augmente donc lorsque la tension de surface diminue. Comme pour la viscosité, ce constat peut paraître surprenant du point de vue de la dissipation capillaire mais ne l'est pas du point de vue de la mobilité granulaire. En effet, même si la dépression capillaire est identique à une altitude donnée, une plus faible tension de surface favorisera la déformation des interfaces en déplaçant les grains. Il est alors plus facile pour un grain de se faire une place dans l'empilement lors de l'impact, de la même manière que pour une vitesse d'impact élevée. Ce point est par ailleurs visible expérimentalement sur la morphologie même des tours qui sont beaucoup plus larges et écrasées avec l'éthanol. Comme on peut le voir sur la Fig. 3.22(b), le rayon de la tour peut être supérieur à celui du tube d'injection. Cette analyse est également cohérente avec une diminution de la hauteur  $h^*$  puisque la surface est également plus facilement désorganisable et donc plus hétérogène.

Intéressons nous à présent au rôle de la mouillabilité des grains, au travers de l'angle de contact  $\theta$ . Dans la totalité du chapitre, nous avons uniquement considéré des interactions entre des grains et des liquides mouillants. Or la qualité du mouillage d'un liquide sur les grains peut fortement modifier les propriétés d'imprégnation de ce dernier dans un empilement granulaire [110]. Pour tester l'effet de la mouillabilité, nous avons substitué les billes de verre mouillantes par des billes de verre recouvertes d'un revêtement de peinture les rendant non-mouillantes (cf. chap 2). Ces grains présentent un angle de contact  $\theta = 72 \pm 5^\circ$  et ne s'imprègnent donc pas spontanément comme on peut le voir sur les Fig. 3.23(a)-(b). De manière surprenante, il est tout de moins possible de bâtir une tour granulaire avec de tels grains, dont une photographie est présentée sur la Fig. 3.23(c). La dynamique de croissance de cet agrégat est tracée sur la Fig. 3.23(d) et comparée au cas des grains mouillants. La croissance est plus lente que pour les grains mouillants mais reste néanmoins possible puisque l'impact des grains sur l'agrégat permet de se soustraire au blocage géométrique des ménisques, responsable de la non-imprégnation des grains non-mouillants.

### Grains réels : polydispersité et angularité

Pour finir, on considère le cas de matériaux granulaires plus réalistes, à savoir du sable. Nous utilisons ici du sable de Roncevaux (cf. chap. 2), qui est un sable de carrière, fin mais très anguleux. La Fig. 3.24(a) montre la courbe de croissance d'une tour construite avec ce sable de Roncevaux, comparée aux billes de verre dans les mêmes conditions. La croissance est très rapide et la tour atteint des hauteurs supérieures au cas des billes de verre. Cela s'explique à la fois par la plus grande polydispersité et l'irrégularité des grains qui créent des pores plus petits, favorisant l'ascension du

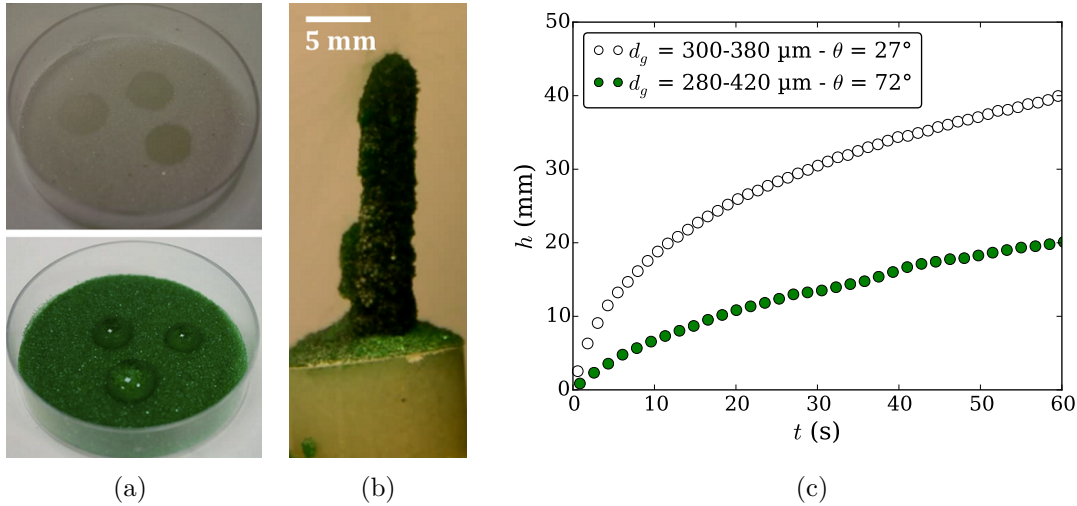


Fig. 3.23 (a) (en haut) Photographie de l'imprégnation spontanée de billes de verre mouillantes. (en bas) Non-imprégnation spontanée de billes de verre recouvertes d'un revêtement de peinture les rendant non-mouillantes. (b) Photographie d'une tour granulaire produite par accrétion de grains non-mouillants sur un substrat de grains mouillants. (c) Dynamique de croissance de tours granulaires constituées de grains mouillants ou non-mouillants. Paramètres :  $Q_g = 1,1 \text{ g}\cdot\text{s}^{-1}$  -  $\Delta h = 27 \text{ mm}$  -  $h_g = 10 \text{ mm}$  -  $v_g \simeq 2 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ .

liquide. Parallèlement, l'angularité et la rugosité des grains de sable génèrent des dissipations supplémentaires par frottement des grains les uns avec les autres. Les particules sont donc plus facilement capturées et le taux de capture augmente fortement par rapport à celui des grains sphériques. La grande efficacité de capture modifie également la morphologie des tours qui sont plus corruguées qu'avec des grains sphériques. Les grains sont en effet capturés à l'apex de la tour mais peuvent aussi être piégés le long de la tour après avoir rebondi, engendrant des faciès dendritiques comme sur les Fig. 3.24(b)-(c).

### 3.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons étudié la dynamique de croissance d'un matériau granulaire humide par accrétion granulaire en régime dilué ainsi que les mécanismes qui sous-tendent ce phénomène. Au moyen d'une expérience modèle de croissance horizontale d'agrégat saturé, nous avons mis en évidence deux dynamiques de croissance en fonction de la dépression imposée dans le matériau, reliées aux mécanismes limitant la croissance. À faible dépression, la croissance de l'agrégat est limitée par le transport visqueux du liquide au sein de l'empilement granulaire pour qu'il atteigne la surface du matériau. À plus grande dépression, la croissance est limitée par la vitesse de capture des grains secs par les interfaces liquides. Nous avons montré que le mécanisme de capture était local et dépendait de la quantité de liquide disponible à la surface d'un agrégat saturé en liquide. La dépression imposée dans le liquide du matériau granulaire se traduit à la surface par une rétraction des ménisques qui diminue l'aire de liquide disponible à la surface pour la capture. Le processus de capture peut être modélisée par une probabilité de capture  $\mathcal{P}_{capt}$  proportionnelle à la quantité de liquide disponible à l'interface pour piéger des grains. Cette probabilité décroît exponentiellement avec la dépression hydrostatique et capture bien la transition entre les régimes de capture et visqueux puisque cette probabilité engendre un temps caractéristique de capture  $\tau_{capt}$  à comparer avec le temps de transport visqueux  $\tau_{visc}$ . Ce travail a fait l'objet d'une publication dans Physical Review Letters [156].

Dans un second temps, nous avons ré-examiné la question de la croissance des tours granulaires

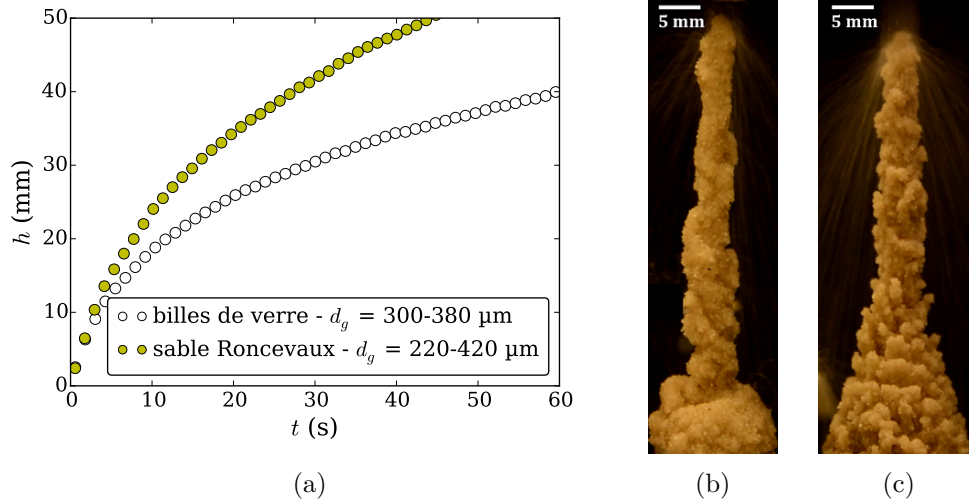


Fig. 3.24 (a) Dynamique de croissance de tours granulaires constitués de sable de Roncevaux (tamisé) ou de billes de verre. Paramètres :  $Q_g = 1,1 \text{ g.s}^{-1}$  -  $\Delta h = 27 \text{ mm}$  -  $h_g = 10 \text{ mm}$  -  $v_g \simeq 2 \text{ m.s}^{-1}$ . (b) Photographie d'une tour granulaire réalisée avec du sable de Roncevaux de diamètre  $d_g = 220 - 420 \mu\text{m}$ . (c) Photographie d'une tour granulaire réalisée avec du sable de Roncevaux de diamètre  $d_g = 60 - 300 \mu\text{m}$ .

construites par accréation d'un jet de grains secs [136]. La dynamique de croissance logarithmique qui les caractérise est le résultat de la décroissance exponentielle de la probabilité de capture, elle-même conséquence de la rétraction gravitaire des ménisques à mesure que la tour croît. Différents paramètres expérimentaux comme la vitesse d'impact ou les propriétés physico-chimiques ont ensuite été testés à travers cette expérience pour comprendre leur influence sur la probabilité de capture. Ces différents paramètres modifient les mécanismes de dissipation (visqueuse, capillaire et granulaire) dans des sens contraires, rendant leur modélisation non triviale.



# Chapitre 4

## Accrétion granulaire sous écoulement dense cisailé

### Sommaire du chapitre

---

<b>4.1</b>	<b>Expériences sur plan incliné</b>	<b>86</b>
4.1.1	Montage expérimental	86
4.1.2	Dynamique de croissance de l'agrégat	87
4.1.3	Morphologie de l'agrégat	90
4.1.4	Ségrégation et capture sélective	92
<b>4.2</b>	<b>Influence du débit massique sur la dynamique de croissance</b>	<b>93</b>
4.2.1	Mesure du champ de vitesse	93
4.2.2	Dynamique de croissance	95
<b>4.3</b>	<b>Modélisation de l'effet du cisaillement</b>	<b>97</b>
4.3.1	Nombre d'inertie granulaire	97
4.3.2	Dynamique d'accrétion sous cisaillement	99
4.3.3	Loi d'accrétion	102
<b>4.4</b>	<b>Conclusion</b>	<b>103</b>

---

Dans ce chapitre, nous abordons le problème de l'accrétion granulaire dans une nouvelle géométrie permettant d'étudier l'influence des propriétés de l'écoulement granulaire dense sur le processus de capture des grains. Les travaux présentés dans le chapitre 3 visaient essentiellement à comprendre la physique à l'origine du phénomène de capture rencontré lors de l'impact d'un grain sec sur un agrégat humide saturé. Les écoulements considérés jusqu'alors étaient relativement simples, à savoir des jets dilués de grains en chute libre dans l'air avec une vitesse d'impact élevée. Dans ce chapitre, nous nous intéressons aux écoulements granulaires denses cisailés qui constituent une catégorie d'écoulements beaucoup plus proches des applications réelles, aussi bien en géophysique [12, 168] qu'industrielles (mélangeur à pales [116, 169], four tournant [170], vidange de silo). Le dispositif expérimental d'écoulement sur plan incliné confiné sera décrit dans la section 4.1. La phénoménologie de la croissance de l'agrégat et les spécificités liées aux écoulements cisailés seront également discutées. La section 4.2 sera consacrée à l'étude de l'influence du débit de grains sur la dynamique de croissance de l'agrégat. Ce paramètre est primordial puisqu'il contrôle à la fois l'épaisseur de l'écoulement et le taux de cisaillement moyen. Enfin, dans la section 4.3, nous proposerons une modélisation de l'interaction entre l'écoulement granulaire sec et l'agrégat humide afin de comprendre et rationaliser le rôle de l'écoulement dense sur la dynamique d'accrétion. Ce travail aboutira à la détermination d'une loi d'accrétion dans les écoulements granulaires denses et cisailés.

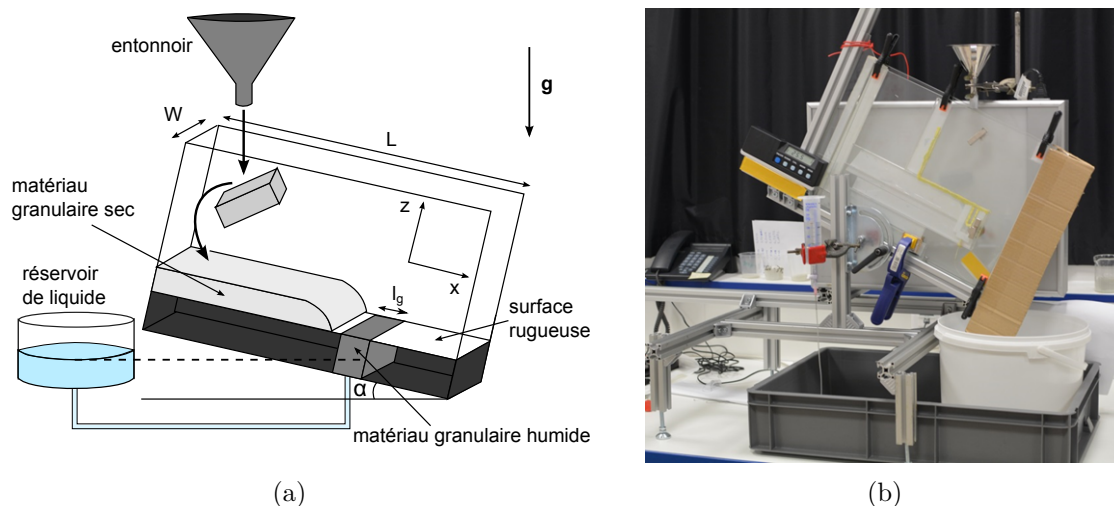


Fig. 4.1 (a) Schéma du montage expérimental d'accrétion sur plan incliné rugueux. (b) Photographie du dispositif expérimental. L'inclinaison du plan est mesurée par un inclinomètre digital. Un panneau LED est placé derrière le plan incliné afin d'éclairer les grains et de distinguer les parties imprégnées des parties sèches par contraste d'absorption : les grains saturés en liquide transmettent davantage la lumière et apparaîtront plus clairs.

## 4.1 Expériences sur plan incliné

Dans cette partie, nous introduisons un nouveau système expérimental d'accrétion sur plan incliné. Le plan incliné rugueux est un dispositif historique pour l'étude des écoulements granulaires denses puisqu'il permet de générer des écoulements stationnaires et uniformes avec un taux de cisaillement imposé par l'angle d'inclinaison  $\alpha$  [138, 171]. Cette configuration a fait l'objet de nombreux travaux, tant expérimentaux que numériques en utilisant des méthodes d'éléments discrets (DEM). Les principaux résultats sont répertoriés dans l'article du GDR MiDi, publié en 2004, qui fait un état des lieux complet des connaissances de l'époque [65].

Les écoulements stationnaires présentent un profil vertical de vitesse de Bagnold en  $u(z) \sim z^{3/2}$  pour des épaisseurs  $h$  suffisamment grandes et qui devient linéaire proche de l'épaisseur d'arrêt  $h_{stop}$  [172]. La vitesse moyenne suivant la verticale  $\bar{u}$  suit une relation empirique  $\bar{u}/\sqrt{gh} \sim h/h_{stop}(\alpha)$  [171, 172, 173], appelée *flow rule*, à l'origine de la rhéologie locale  $\mu(I)$  décrivant les écoulements granulaires denses [67, 68]. Cette rhéologie a notamment permis de modéliser plusieurs aspects des écoulements granulaires denses à surface libre comme la forme du front d'avalanche [69, 174], les écoulements sur fonds meubles [68], l'apparition d'ondes de surface, dite ondes de Kapiza [175, 176, 177] ainsi que les effets de confinements par les parois latérales [178, 179].

### 4.1.1 Montage expérimental

Les expériences d'accrétion sous écoulement cisailé sont réalisées dans une configuration de plan incliné confiné. Le montage expérimental, schématisé sur la Fig. 4.1(a), est constitué d'un plan, rendu rugueux en collant des grains de diamètre 400-460  $\mu\text{m}$ , de longueur  $L = 20$  cm, de largeur  $W = 12$  mm et confiné entre deux plaques de verre constituant les parois latérales. Le plan peut s'incliner d'un angle  $\alpha$  compris entre  $0^\circ$  et  $45^\circ$  et l'écoulement est alimenté en grains par un entonnoir métallique déversant des grains à un débit massique  $Q_g$  constant. Le débit est imposé en modifiant l'ouverture de l'entonnoir et varie de 1 à 20  $\text{g}\cdot\text{s}^{-1}$ . Un obstacle est disposé entre le plan et la sortie de l'entonnoir afin de réorienter les grains et de les ralentir avant de s'écouler dans le canal. La rugosité du plan impose une condition de vitesse basale nulle, essentielle pour assurer le

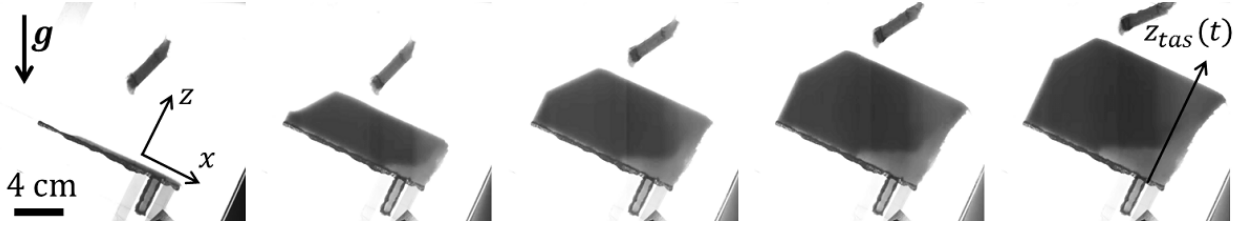


Fig. 4.2 Série d'images montrant l'évolution de l'agrégat et du tas statique retenu en amont, en fonction du temps. Les grains s'écoulent de la gauche vers la droite et rencontrent la zone humide, située en bas à droite du plan, connectée à un réservoir de liquide à une différence de hauteur  $\Delta h = 15$  mm. L'agrégat, saturé en liquide, apparaît en gris clair par rétro-éclairage alors que les grains secs sont plus sombres. Le tas est statique et seule la couche supérieure est en écoulement au niveau du sommet de l'agrégat où l'on peut discerner le jet en chute libre une fois l'agrégat franchi. Les grains, des billes de verre de 300-380  $\mu\text{m}$ , sont injectés à un débit massique  $Q_g = 2,2 \text{ g.s}^{-1}$ . Chaque image est séparée de 500 s.

contrôle du taux de cisaillement  $\dot{\gamma}$ . Une photographie du montage est présentée sur la Fig. 4.1(b).

Les grains employés pour les expériences sont des micro-billes de verre sphériques et mouillantes. Trois populations de grains ont été utilisées :  $d_g = 300 - 380 \mu\text{m}$ ,  $d_g = 400 - 460 \mu\text{m}$  et  $d_g = 510 - 620 \mu\text{m}$ . Les caractéristiques de ces micro-billes sont détaillées dans le chapitre 2. Dans la suite, on notera  $\bar{d}_g$  le diamètre moyen des grains.

L'écoulement granulaire dense interagit avec un matériau granulaire humide composé, pour chaque expérience, de billes de verre de diamètre  $d_g = 400 - 460 \mu\text{m}$ , et disposé en aval du plan. Les grains sont ensilés, sur une hauteur  $h_g = 40$  mm, dans une cavité réalisée dans le plan incliné, de même largeur que le plan  $W = 12$  mm et de longueur  $\ell_g = 10$  mm, comme défini sur la Fig. 4.1(a). Les grains humides sont connectés à un réservoir de liquide dont la surface libre est positionnée à une hauteur  $\Delta h = 15$  mm sous l'altitude de la surface des grains mouillés. La dépression hydrostatique  $\Delta p = \rho g \Delta h$  est maintenue constante tout au long des expériences pour garder les mêmes conditions de capture. Comme nous l'avons vu dans le chapitre 3, à l'interface liquide-air, l'équilibre de pression s'écrit :

$$p_0 - \rho g \Delta h = p_0 - \frac{2\gamma}{R_c}, \quad (4.1.1)$$

d'où un rayon de courbure des ménisques

$$R_c = \frac{2\gamma}{\rho g \Delta h} \quad (4.1.2)$$

où  $\rho$  est la masse volumique du liquide,  $\gamma$  la tension de surface et  $R_c$  le rayon de courbure des ménisques aux interfaces.

#### 4.1.2 Dynamique de croissance de l'agrégat

Les grains injectés en amont du canal s'écoulent sur la pente rugueuse en formant un écoulement dense stationnaire<sup>1</sup>. En rencontrant la zone granulaire humide, une fraction des grains secs est piégée par le liquide et commence à former un agrégat humide. Cet agrégat croît sur toute la largeur du canal et l'obstrue, formant un obstacle qui empêche l'écoulement des grains. Ce "barrage granulaire", stabilisé par la cohésion et la friction aux parois, retient un tas de grains

1. Cette observation ne vaut qu'à faible débit. En raison du confinement latéral, à débit plus élevé, un écoulement sur tas se forme et l'angle d'avalanche est supérieur à celui du plan [180]. L'angle d'inclinaison  $\alpha$  est donc pris supérieur ou égal à l'angle d'avalanche afin d'éviter la formation du tas.



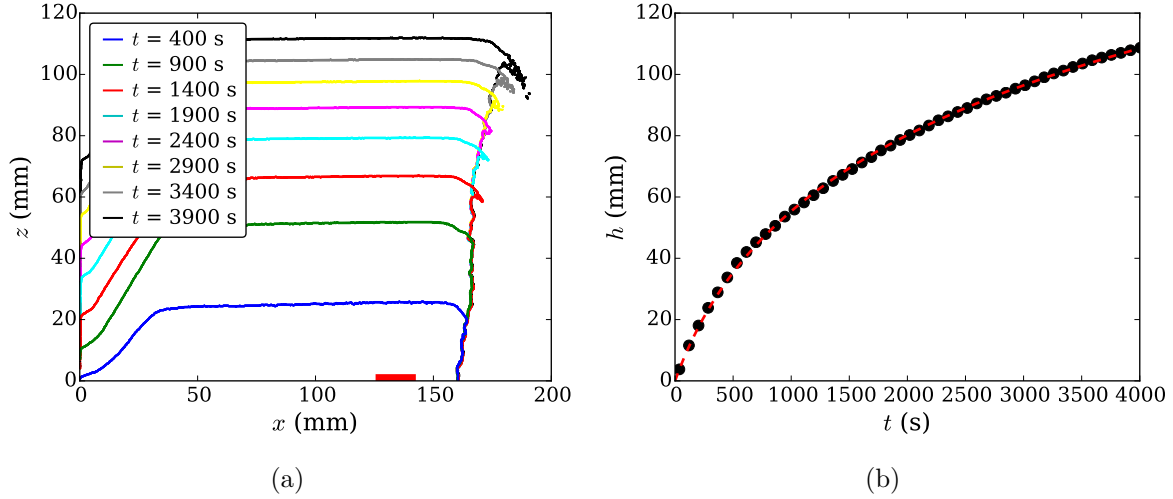


Fig. 4.3 (a) Évolution de la morphologie du tas de grains retenu par l'agrégat en fonction du temps, dans le référentiel du plan incliné. Le trait rouge symbolise la position du matériau granulaire humide permettant l'accrétion des grains secs. Les paramètres expérimentaux sont les mêmes que pour la Fig. 4.2. (b) Dynamique temporelle de croissance de l'agrégat. La hauteur  $h(t) = z_{tas} - \delta$  est ajustée par la loi logarithmique de l'Eq. (4.1.3). La dynamique complète est obtenue en reconnectant les portions de courbes à même altitude.

secs et statiques en amont du plan. L'écoulement passe donc d'une configuration plan incliné à un écoulement sur tas et continue d'interagir avec l'agrégat, lui permettant de poursuivre sa croissance par accrétion. L'écoulement sur tas est une autre configuration d'écoulement granulaire très étudiée dans la littérature [65]. Comme nous le verrons dans la section 4.2, ces écoulements sont également stationnaires et leurs propriétés (angle d'avalanche, épaisseur d'écoulement, vitesse de surface) dépendent uniquement du débit  $Q_g$  et de la largeur du canal  $W$  [178, 180]. La transition entre l'écoulement sur plan incliné et l'écoulement sur tas intervenant très tôt, nous considérerons dans la suite que l'accrétion résulte uniquement de l'interaction de ce dernier type d'écoulement avec l'agrégat humide.

La dynamique de croissance de l'agrégat est enregistrée au moyen d'une caméra CCD à faible vitesse d'acquisition, entre 12 et 30 im/min. La croissance est assez lente et les expériences peuvent durer entre 30 min et 3 h. Une série d'images montrant l'évolution de l'agrégat et du tas statique au cours du temps est présentée sur la Fig 4.2 pour des grains de diamètres  $d_g = 300 - 380 \mu\text{m}$  et un débit  $Q_g = 2,2 \text{ g.s}^{-1}$ . La hauteur de l'agrégat est mesurée en suivant l'évolution temporelle de la hauteur du tas  $z_{tas}(t)$ , où  $z_{tas}$  est mesuré perpendiculairement au plan incliné (Fig. 4.2). En effet, cet axe correspond, en première approximation, à la direction de croissance de l'agrégat. La hauteur de l'agrégat  $h$ , perpendiculairement au plan, est ensuite déduite en soustrayant l'épaisseur de la couche en écoulement  $\delta$  tel que  $h = z_{tas} - \delta$ . La forme du tas correspondant aux photographies de la Fig. 4.2 est tracée, à différents instants, sur la Fig. 4.3(a). La dynamique de croissance de l'agrégat en est déduite et tracée sur la Fig. 4.3(b). Cette courbe est bien ajustée par la loi de croissance logarithmique introduite dans le chapitre 3 pour décrire la croissance verticale d'une tour granulaire construite par accrétion de grains secs provenant d'un jet dilué de grains. Cette fonction s'écrit dans le cas du plan incliné :

$$h(t) = z^* \ln \left( 1 + \frac{v_i}{z^*} t \right), \quad (4.1.3)$$

où  $z^*$  et  $v_i$  sont respectivement la hauteur caractéristique et la vitesse initiale de croissance. Ces paramètres directement obtenus en ajustant les données expérimentales sont ensuite reliés au

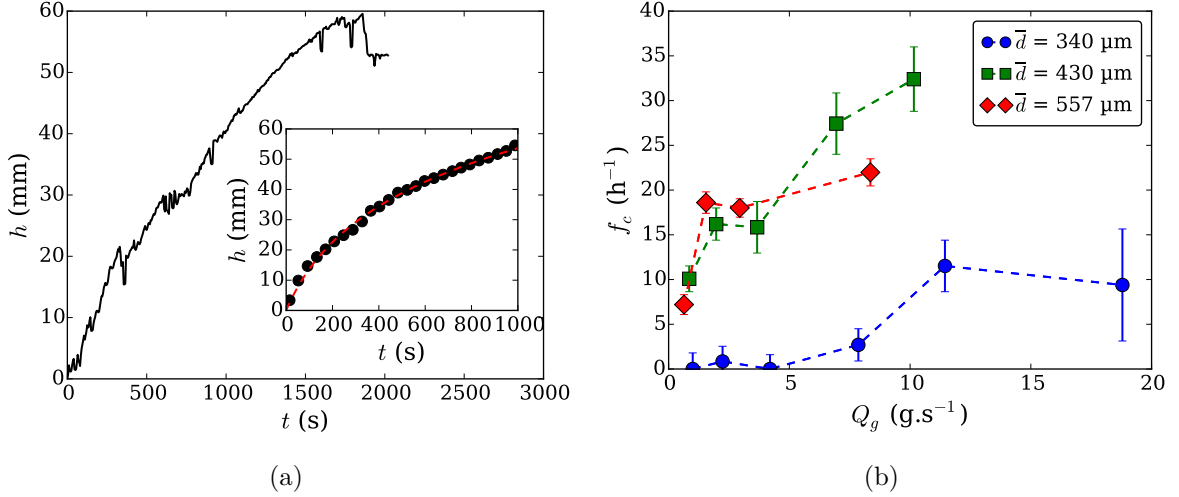


Fig. 4.4 (a) Croissance, ponctuée de cassures, d'un agrégat produit par l'écoulement de grains de diamètre  $d_g = 400 - 460 \mu m$  sur un agrégat saturé, en dépression  $\Delta p = -\rho g \Delta h$ , avec  $\Delta h = 15$  mm. Le débit massique d'alimentation en grains vaut  $Q_g = 6,9 \text{ g} \cdot \text{s}^{-1}$ . La courbe en insert correspond à la croissance nette de l'agrégat, ajustée en pointillés rouges par l'Eq. (4.1.3). (b) Évolution de la fréquence de cassures en fonction du débit massique de grains  $Q_g$  pour différentes tailles de grains.

mécanisme de capture par accréation. On introduit  $h^*$  la hauteur caractéristique de rétraction verticale des ménisques sous gravité et  $v_0$  la vitesse de croissance verticale par accréation en présence de liquide, c'est-à-dire à dépression nulle ( $\Delta h = 0$ ), tels que :

$$h^* = z^* \cos \alpha \quad \text{et} \quad v_0 = v_i \exp\left(-\frac{\Delta h}{h^*}\right) \quad (4.1.4)$$

Comme nous l'avons vu au chapitre 3, ces deux paramètres traduisent la physique de la capture en prenant en compte la rétraction des ménisques à l'interface sec-humide et l'efficacité du processus de capture en présence de liquide. Ainsi, en ré-écrivant l'Eq. (4.1.3) en fonction de  $h^*$  et  $v_0$ , il vient :

$$h(t) = \frac{h^*}{\cos \alpha} \ln \left( 1 + \cos \alpha \frac{v_0 e^{\Delta h/h^*}}{h^*} t \right). \quad (4.1.5)$$

Il est important de noter que la croissance d'un agrégat n'est pas toujours régulière [Fig. 4.4(a)]. En effet, bien que stabilisé par la friction pariétale, l'agrégat peut se briser au cours de la croissance sous la pression de l'écoulement qui emporte par moments des fragments d'agrégats. Néanmoins, ces évènements n'impactent pas la croissance globale car l'accréation est un processus local qui ne dépend que de la dépression à la surface de l'agrégat humide, comme nous l'avons vu dans le chapitre 3. En raccordant les portions de courbes, avant et après rupture, à altitude constante, on retrouve la croissance complète. Comme on peut le voir sur la Fig. 4.4(b), la fréquence de cassure  $f_c$ , définie comme le nombre de ruptures par heure, augmente avec le diamètre des grains et le débit d'injection qui induit une augmentation du taux de cisaillement appliqué par l'écoulement sur l'agrégat [178]. Dans le cas des tours granulaires, Pacheco *et al.* [136] ont montré que la stabilité mécanique des tours résultait de l'équilibre des forces cohésives induits par les ménisques avec le poids de la tour d'une part et la pression normale imposée par le jet de grains d'autre part. La perte de cet équilibre se traduit par une rupture par flambage de la tour à sa base. Dans cette géométrie, il apparaît alors que le seuil de rupture diminue linéairement avec le débit de grains et la vitesse d'impact, qui étaient décorréliées dans ses expériences [136]. Pour les écoulements cisailés considérés ici, seule la contrainte tangentielle participe à la fragmentation de l'agrégat en emportant des morceaux de ce dernier, proches du sommet de l'agrégat. Le frottement pariétal encaisse en

effet une grande partie du poids de la colonne de grains par effet Janssen [181, 182, 183], ce qui explique que l'agrégat ne cède pas à sa base au contraire des tours. On peut estimer la cohésion de l'agrégat au point de rupture et la comparer à la contrainte imposée par l'écoulement. La contrainte cohésive  $\sigma_c$  en régime saturé dépend de la dépression capillaire aux interfaces, fixée dans notre cas par la hauteur de l'agrégat :

$$\sigma_c = p_c = \rho gh. \quad (4.1.6)$$

avec  $h$  l'altitude de la cassure par rapport au niveau de l'eau. L'amplitude des forces de cohésion n'est donc pas reliée à la taille des grains contrairement aux états insaturés où la force cohésive dépend du réseau de ponts capillaires [137]. Pour une altitude typique de fracture de 10 cm, la contrainte cohésive vaut  $\sigma_c \simeq 1000$  Pa. La contrainte due à l'écoulement peut être modélisée par la contrainte de Bagnold [130] qui provient d'une analyse dimensionnelle et s'exprime comme

$$\tau_B = f(\phi)\rho_g d_g^2 \dot{\gamma}^2, \quad (4.1.7)$$

où  $f$  est une fonction de la compacité  $\phi$ . L'augmentation du nombre de cassures de l'agrégat peut donc s'expliquer par l'augmentation de la contrainte due à l'écoulement, qui augmente avec  $d_g$  et  $Q_g$ . On peut estimer le taux de cisaillement typique par  $\dot{\gamma} \simeq (1/2)\sqrt{g/d}$  [65], d'où  $\tau_B \simeq (1/2)\rho_g g d_g$  qui vaut alors  $\tau_B \simeq 14$  Pa pour des billes de verre de diamètre 560  $\mu\text{m}$ . Cette contrainte est donc 100 fois plus faible que la contrainte cohésive, ce qui est en contradiction avec l'observation expérimentale de l'arrachement localisé de l'agrégat. Cette conclusion suggère que les cassures observées ne sont pas issues d'un processus d'arrachement des grains en surface de l'agrégat mais plutôt la conséquence de l'application d'un couple trop important par l'écoulement sur l'agrégat.

### 4.1.3 Morphologie de l'agrégat

Durant sa croissance, la morphologie de la zone saturée change, conséquence de deux phénomènes : l'ascension du liquide par la capture de grains en écoulement qui déplacent les interfaces fluides et l'imbibition capillaire dans le tas statique retenu par l'agrégat. Les Figs. 4.5(a) et 4.5(c) montrent respectivement une photographie d'un agrégat et du tas qu'il retient, distinguables par le contraste d'absorption de la lumière rétro-émise, et les contours de ce même agrégat à différents instants. On constate que l'agrégat, délimité par le front saturé, croît à la fois de façon anisotrope, dans la direction de croissance de l'agrégat, mais également de façon isotrope, dans une moindre mesure. La direction de croissance est quasiment perpendiculaire à l'écoulement sur tas, dont l'inclinaison est égale à l'angle de tas et dépend du débit [178, 180] mais reste cependant proche de l'angle d'inclinaison du plan  $\alpha = 25^\circ$  dans la gamme étudiée. La propagation anisotrope est due à l'accrétion granulaire qui mobilise le liquide dans la direction de croissance de l'agrégat. L'expansion de la base, plus isotrope, est liée à l'imprégnation capillaire qui se développe en parallèle de l'accrétion. Pour s'en convaincre, une expérience d'imbibition capillaire a été réalisée dans un tas incliné statique, dans les mêmes conditions de pression hydrostatique que les expériences d'accrétion, c'est-à-dire  $\Delta p = -\rho g \Delta h$  au niveau de la source avec  $\Delta h = 1,5$  cm. Une photographie et l'évolution temporelle de la morphologie des fronts d'imbibition sont représentées sur les Figs. 4.5(b) et 4.5(d). Les fronts sont similaires à ceux relevés dans la partie isotrope des fronts d'accrétion et l'évolution temporelle est également très comparable. Néanmoins, le front d'imbibition dû à l'accrétion semble légèrement accélérer le transport de liquide par rapport au processus uniquement piloté par la capillarité.

La zone liée à l'imbibition capillaire est d'autant plus étendue que les grains sont petits puisque la pression capillaire décroît comme l'inverse du diamètre de grains. Par ailleurs, la dynamique d'imbibition capillaire influe sur la dynamique d'accrétion. Expérimentalement, on constate que l'imbibition capillaire est plus forte lorsque l'agrégat croît rapidement. Le liquide est orienté préférentiellement vers l'interface agrégat/écoulement en raison du pompage capillaire, conséquence

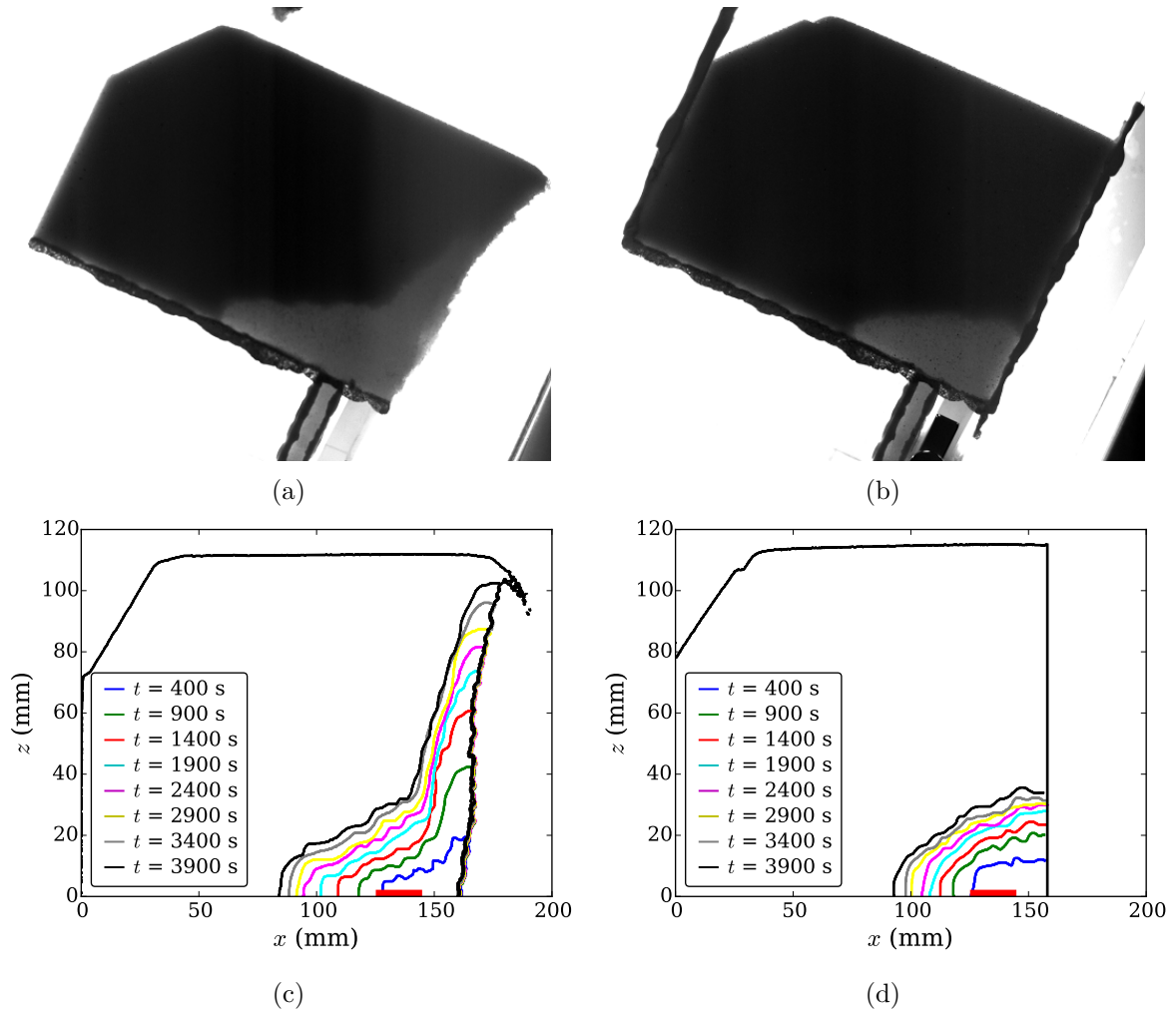


Fig. 4.5 (a) Photographie d'un agrégat sur plan incliné et du front d'imprégnation dans le tas statique retenu en amont. Les grains saturés apparaissent en gris clair alors que les grains secs apparaissent sombres en éclairage arrière. L'expérience est réalisée avec des grains de diamètre 300-380  $\mu\text{m}$  et un débit massique de  $2,5 \text{ g}\cdot\text{s}^{-1}$ . La photographie est prise après 4100 s. (b) Photographie du front d'imprégnation d'une expérience d'imbibition dans un tas incliné statique réalisée avec les mêmes grains. La photographie est également prise après 4100 s. La dépression imposée à la source est identique à celle de l'expérience d'accrétion, équivalente à  $\Delta h = 1,5 \text{ cm}$ . (c) Évolution temporelle de la morphologie de l'agrégat saturé s'expansant par accrétion. (d) Évolution temporelle de la morphologie du front d'imprégnation par imbibition capillaire dans un tas incliné.

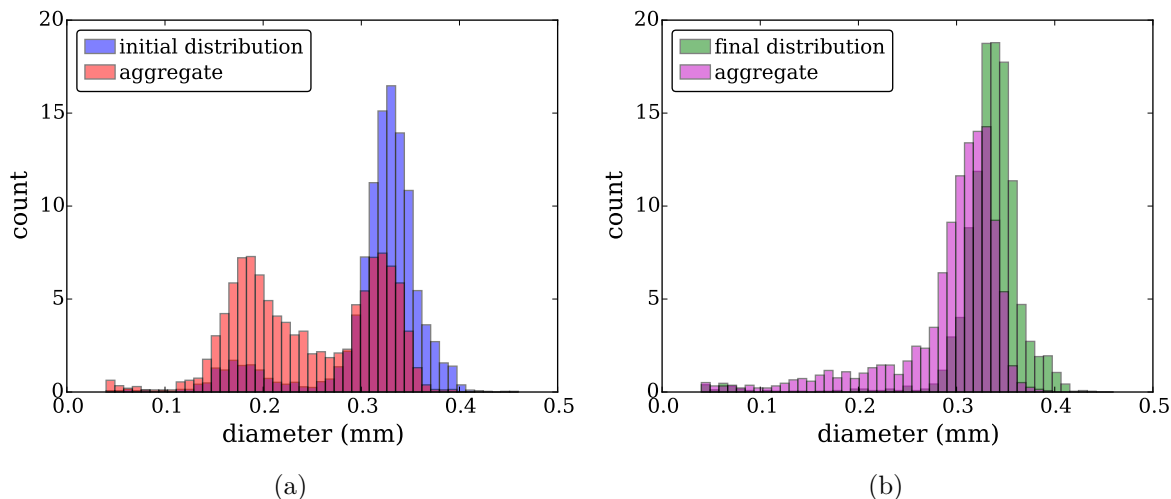


Fig. 4.6 Distributions de taille des grains de l'écoulement granulaire dense et dans l'agrégat composé des grains capturés par accréation. (a) Pour une distribution initiale bimodale 10-90% (pic à  $d_g = 160 \mu\text{m}$  et  $d_g = 340 \mu\text{m}$ ), la composition de l'agrégat est de 50-50% mettant en évidence une capture sélective des plus petites particules. (b) Pour une distribution épurée des plus petits grains, la composition de l'agrégat est quasiment identique à celle de l'écoulement.

de la capture des grains qui ne laissent pas le temps nécessaire au fluide pour s'étendre dans les grains statiques.

#### 4.1.4 Ségrégation et capture sélective

Lorsqu'un matériau granulaire composé de grains de différentes tailles mais de même densité est soumis à un écoulement cisailé dans le champ de pesanteur, un phénomène de ségrégation est habituellement observé [184]. Les plus petits grains tombent vers le fond de l'écoulement alors que les plus gros remontent à la surface. Ce phénomène est visible dans un grand nombre de configurations expérimentales [185], aussi bien en tambour tournant [140, 186, 187], qu'en plan incliné [139, 184, 188] et en écoulement sur tas [141, 186, 189]. En régime stationnaire, la ségrégation opère une stratification en taille dans l'écoulement, les gros grains remontant en surface, là où la vitesse est la plus élevée. En régime intermittent, caractérisé par des séries d'avalanches, visible typiquement pour des écoulements sur tas à faible débit, la ségrégation génère des séries de strates par dépôts successifs de gros grains [141]. Dans ces conditions, l'ajout de liquide et d'effets capillaires ne peut que complexifier un peu plus le problème. En effet, la ségrégation en taille induit une capture sélective des plus petits grains d'une distribution de taille.

Dans notre cas, le phénomène de ségrégation vient se superposer à la croissance de l'agrégat : en dévalant la pente du tas, l'écoulement granulaire ségrège et seuls les plus petits grains, situés en bas de l'écoulement, entrent en contact avec l'agrégat saturé. Pour mettre en évidence ce phénomène, une distribution faiblement bimodale (10-90 %, en nombre) est utilisée pour une expérience d'accréation. La distribution de taille de grains est représentée sur la Fig. 4.6(a) en bleu et présente deux pics à  $160 \mu\text{m}$  et  $340 \mu\text{m}$ . Après l'expérience, les grains composant l'agrégat sont analysés et leur distribution est représentée sur la Fig. 4.6(a) en rouge. Les positions des maxima restent inchangées mais le poids relatif de chaque population est fortement modifié par la capture puisqu'il est quasiment à 50-50 % en nombre. Cette sélectivité est problématique pour la reproductibilité et la représentativité des expériences car ce phénomène donne un poids considérable aux queues inférieures de distributions, très difficiles à éliminer par tamisage.

Dans la suite de ce chapitre, nous avons raffiné le tamisage et tiré profit de cette capture sélective

des petites particules pour resserrer la distribution des tailles de grains. En effet, en utilisant un lot de grains dans une expérience d'accrétion de ce type et en éliminant ensuite l'ensemble des grains capturés par l'agrégat ainsi que les grains retenus en amont par le tas, également ségrégué, il est possible d'éliminer les plus petits grains du lot et de réaliser des expériences reproductibles. La Fig. 4.6(b) reporte en vert la distribution de taille d'un lot ainsi raffiné et celle de l'agrégat récupéré après une expérience d'accrétion sur plan incliné. Les deux distributions sont presque identiques, permettant d'assimiler la distribution dans l'agrégat à celle dans l'écoulement granulaire.

La ségrégation est généralement un phénomène à proscrire dans les procédés industriels qui visent à mélanger efficacement des matériaux granulaires de différentes tailles en vue de coupler leurs propriétés, par exemple dans le cas des lessives en poudre, ou d'induire des réactions entre les grains comme pour la fusion du mélange vitrifiable [7]. Néanmoins, elle peut aussi être un outil efficace pour séparer des grains et offrir une nouvelle forme de tamisage, pourvu que les grains puissent être facilement récupérés par la suite. La capture sélective en figeant le système entre l'agrégat, le tas statique et la couche en écoulement est une méthode efficace pour épurer une distribution granulaire de ses éléments les plus fins, de manière plus simple que les montages imaginés à l'époque par Savage & Lun [184]. Dans le même esprit, citons également la ségrégation par *macroratchets* qui offre une méthode de séparation élégante [190].

## 4.2 Influence du débit massique sur la dynamique de croissance

Dans cette partie, nous nous intéressons à l'influence du débit de grains sur la dynamique de croissance de l'agrégat. Comme nous l'avons vu dans la section précédente, l'écoulement sur plan incliné laisse rapidement place à un écoulement sur tas qui interagit durablement avec l'agrégat et permet la croissance de ce dernier. Or les propriétés de l'écoulement sur tas telles que l'angle d'avalanche, l'épaisseur en écoulement et la vitesse de surface dépendent directement du débit massique imposé [178, 180]. Dans un premier temps nous caractériserons les propriétés de l'écoulement granulaire avant d'étudier son impact sur la dynamique de croissance par accrétion.

### 4.2.1 Mesure du champ de vitesse

Le champ de vitesse de l'écoulement granulaire quasi-2D est mesuré, à la paroi, à partir de films enregistrés avec une caméra rapide Phantom V611 à une vitesse d'acquisition de 2000 im/s. L'écoulement est rétro-éclairé par un puissant panneau LED permettant de visualiser les grains par transmission et d'éviter les reflets. Le profil de vitesse est obtenu par un traitement d'image de type flot optique adapté aux écoulements granulaires (Fig. 4.7). Cette technique consiste à calculer la vitesse moyenne d'un écoulement en mesurant l'angle des trajectoires dessinées par les particules sur un diagramme spatio-temporel tracé dans la direction de l'écoulement [138, 191].

Le profil de vitesse  $V_x(z)$ , orienté suivant la direction  $\mathbf{e}_x$ , est représenté schématiquement sur la Fig. 4.7(a). Le profil est obtenu en réalisant une série de diagrammes spatio-temporels à différentes profondeurs  $z$  de l'écoulement, la référence  $z = 0$  étant prise au niveau de la surface libre. Un exemple de diagramme est présenté sur la Fig. 4.7(b). Les différentes lignes correspondent aux traces laissées par le passage des billes rétro-éclairées, ce qui donne des lignes brillantes. Les pentes permettent ensuite de remonter à la vitesse moyenne de l'écoulement, à une profondeur donnée. La vitesse moyenne est obtenue en effectuant la transformée de Fourier du diagramme et en l'ajustant par régression linéaire comme illustrée sur la Fig. 4.7(c). Cette technique permet d'obtenir facilement une cartographie du champ de vitesse. Cependant, elle nécessite d'imposer une direction à l'écoulement (ici suivant  $\mathbf{e}_x$ ) et ne donne pas accès à l'autre composante, ici la composante verticale. En outre, cette technique optique ne donne accès qu'à la vitesse en paroi, plus faible que la vitesse au centre du canal en raison de la friction pariétale [178]. Dans la suite,

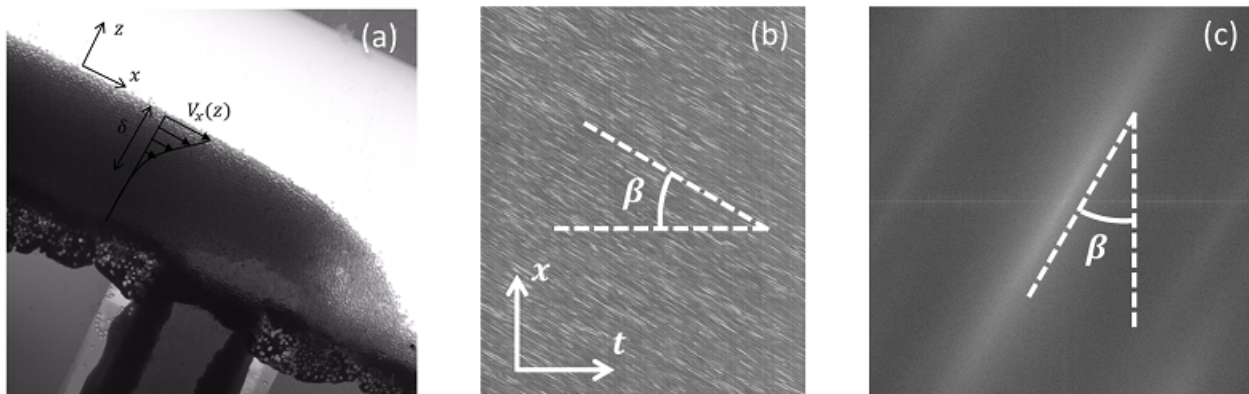


Fig. 4.7 (a) Illustration du profil de vitesse  $V_x(z)$  dans la couche en écoulement en amont de l'agrégat. (b) Diagramme spatio-temporel issu d'une vidéo enregistrée à 2000 im/s. Les lignes matérialisent la trace laissée par le passage des grains et sont orientées d'un angle  $\beta$ , ce qui donne une mesure de la vitesse  $u = (L/T) \tan \alpha$  avec  $L$  la longueur de l'image et  $T$  le temps de la vidéo. (c) Transformée de Fourier (FFT) de l'image (b) permettant de mesurer plus précisément l'angle  $\beta$ . Cette opération est réalisée pour plusieurs profondeurs  $z$  afin d'obtenir un profil complet.

nous supposons toutefois que la vitesse est homogène sur toute la largeur du système et nous l'assimilerons à la vitesse pariétale.

Cette méthode est utilisée pour mesurer le champ de vitesse au cours d'une expérience d'accrétion sur plan incliné, à proximité de l'agrégat et au niveau de l'écoulement sur tas. Un exemple est présenté sur la Fig. 4.8 pour un écoulement de billes de verre de diamètres  $d_g = 300 - 380 \mu\text{m}$  à un débit  $Q_g = 7,9 \text{ g.s}^{-1}$ . La position de l'agrégat est matérialisée par un rectangle rouge. On constate que le profil de vitesse loin de l'agrégat et à proximité de l'agrégat sont assez similaires et présentent la forme caractéristique d'un écoulement sur tas, c'est-à-dire une partie plutôt linéaire à proximité de la surface libre, suivie d'une queue exponentielle dans la zone de fluage, raccordant la couche en écoulement au tas statique. Cette mesure laisse penser que la présence de l'agrégat modifie assez peu le champ de vitesse dans l'écoulement granulaire et que l'interaction entre les grains en écoulement et la zone humide s'effectue à faible vitesse.

Les différents écoulements sur tas sont caractérisés, dans le régime stationnaire et uniforme, pour chaque taille de grains et chaque débit d'alimentation en déterminant le profil de vitesse  $V_x(z)$ . Des exemples de profils, relevés pour des grains de diamètres  $d_g = 300 - 380 \mu\text{m}$ , sont représentés sur la Fig. 4.9(a). À mesure que le débit s'accroît, la vitesse maximale, localisée à la surface,  $V_{surf} = V_x(0)$  augmente, tout comme l'épaisseur de la couche en écoulement. Cette

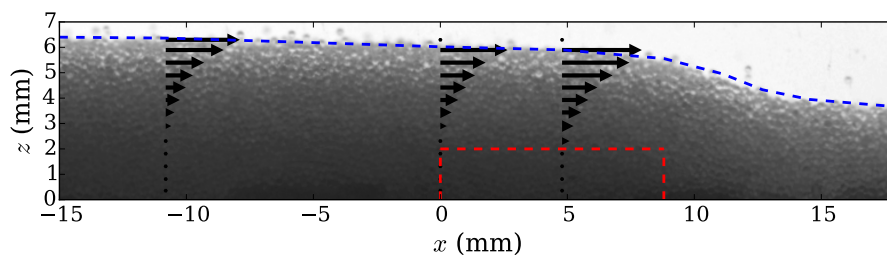


Fig. 4.8 Profils de vitesse d'un écoulement granulaire déterminé à proximité de l'agrégat lors de sa croissance par accrétion. L'agrégat est représenté par un rectangle rouge.

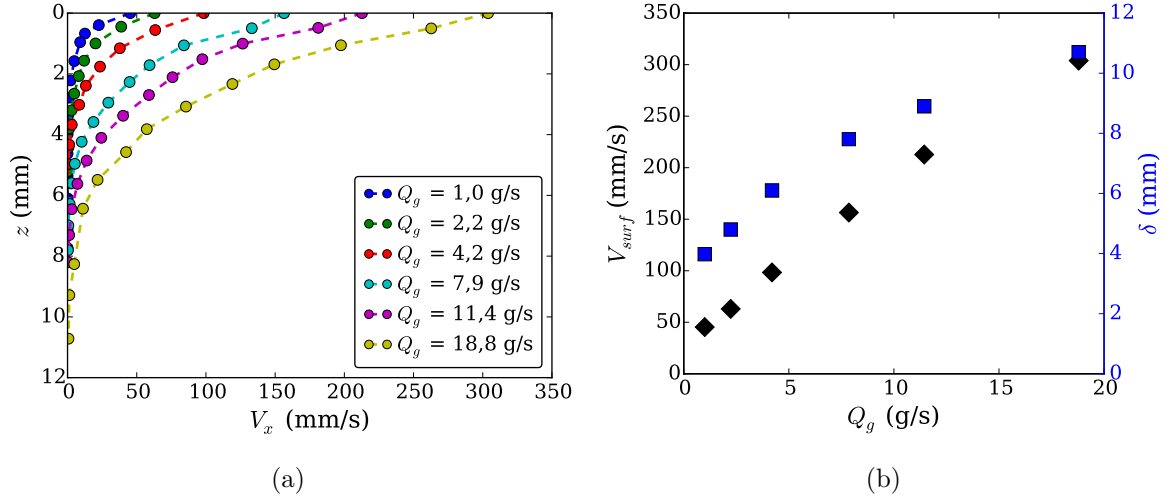


Fig. 4.9 (a) Profils de vitesse d'écoulement sur tas stationnaire, mesurés à la paroi pour différents débits massiques  $Q_g$ . (b) Évolution de la vitesse de surface  $V_{surf} = V_x(z = 0)$  (losanges noirs) et de l'épaisseur (carrés bleus) en écoulement  $\delta$  en fonction du débit massique  $Q_g$ . Pour ces deux figures, les grains utilisés ont des diamètres  $d_g = 300 - 380 \mu\text{m}$ .

épaisseur, notée  $\delta$ , est évaluée expérimentalement en mesurant la profondeur à laquelle la vitesse  $V_x(\delta)$  devient inférieure à  $0,5 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ . L'évolution de ces deux paramètres en fonction du débit massique est reportée sur la Fig. 4.9(b). La dépendance vis-à-vis du débit est assez proche des mesures faites par Jop *et al.* [178] pour différentes largeurs de canal. Dans notre cas, la largeur du canal vaut  $W = 12 \text{ mm}$  et correspond à un nombre de grains compris entre 20 et 30 en fonction de leur diamètre. Cela représente un confinement important, induisant une faible épaisseur de couche en écoulement, inférieure à  $20 d_g$ , mais une vitesse de surface élevée.

#### 4.2.2 Dynamique de croissance

Nous nous intéressons à présent à l'influence du débit massique de grains sur la dynamique de croissance d'un agrégat. Ce paramètre peut en effet agir à la fois sur le nombre de grains entrant

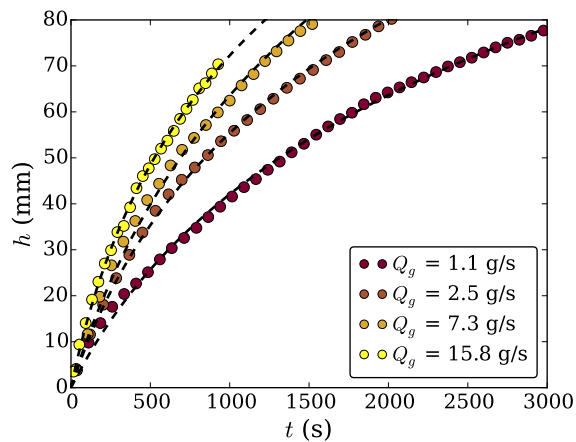


Fig. 4.10 Évolution temporelle de la hauteur d'un agrégat croissant par accrétion de grains secs en fonction du débit de grains injectés. Les billes de verre ont un diamètre compris entre  $300 \mu\text{m}$  et  $380 \mu\text{m}$ .



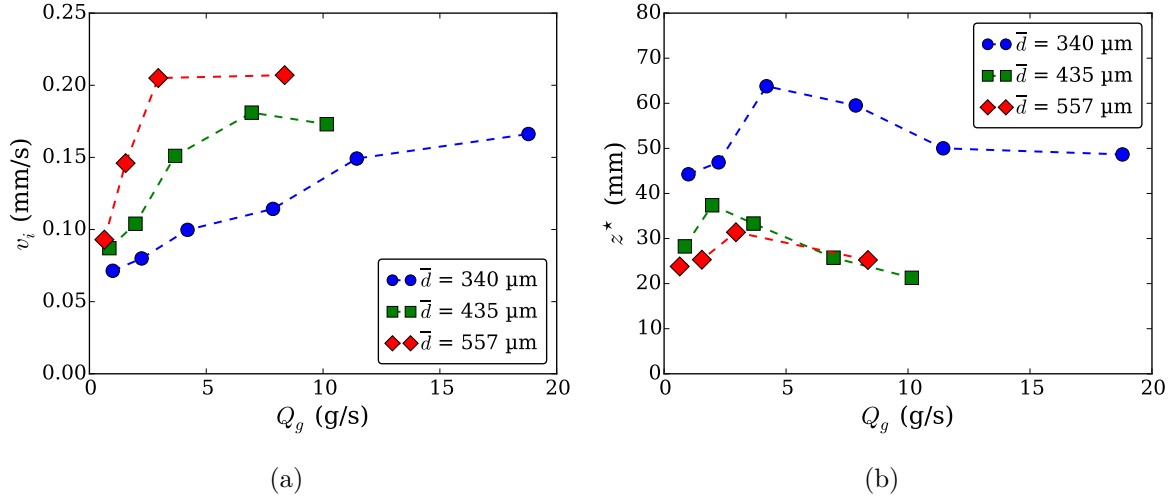


Fig. 4.11 Évolution de (a) la vitesse initiale de croissance  $v_i$  et de (b) la hauteur caractéristique de croissance  $z^*$ , en fonction du débit massique  $Q_g$ .

effectivement en contact avec l'agrégat humide [136] mais également sur l'interaction granulaire sec-humide à l'interface en modifiant les propriétés de l'écoulement comme nous l'avons vu précédemment. Les dynamiques de croissance d'agrégats soumis à différents débits de grains sont tracées sur la Fig. 4.10. À première vue, une élévation du débit massique tend à accélérer la dynamique de croissance globale même si dans le même temps, la fréquence de cassures de l'agrégat augmente également (cf. Sect. 4.1). Chaque croissance peut être correctement capturée par l'Eq. (4.1.3) avec les paramètres ajustables  $v_i$  et  $z^*$ . L'évolution de ces paramètres, en fonction du débit, est reportée sur les Figs. 4.11(a)-(b), pour différentes tailles de grains.

On constate que la vitesse initiale de croissance  $v_i$  augmente fortement avec le débit jusqu'à sembler saturer, pour un certain débit  $Q_g$ , diminuant avec la taille des grains. Parallèlement, la hauteur caractéristique de croissance varie, dans une gamme de valeurs plus restreinte, en exhibant un maximum pour un débit différent en fonction de la taille des grains. Comme nous l'avons discuté dans le chapitre 3, les paramètres  $v_i$  et  $z^*$  pilotent respectivement la dynamique aux temps courts et aux temps longs puisque :

$$\frac{dh}{dt} \sim v_i \quad \text{quand } t \rightarrow 0 \quad \text{et} \quad \frac{dh}{dt} \sim \frac{z^*}{t} \quad \text{quand } t \rightarrow +\infty. \quad (4.2.1)$$

Compte tenu de la faible amplitude des variations de  $z^*$  avec le débit, l'accélération de la croissance avec le débit est la conséquence de l'augmentation de la vitesse  $v_i$  à temps courts. Finalement, afin de remonter à la signification de chaque terme, on trace, sur la Fig. 4.12, l'évolution de la hauteur caractéristique de rétraction  $h^*$  et de la vitesse de croissance à dépression nulle  $v_0$  comme définis par l'Eq. (4.1.4). Les dépendances de ces paramètres avec le débit sont sensiblement les mêmes que celles de  $z^*$  et  $v_i$ , si ce n'est que la saturation de la vitesse observée à grand débit semble moins visible.

Finalement, pour une taille de grains donnée, plus le débit massique est important, plus la vitesse de croissance  $v_0$ , reliée au taux de capture, augmente alors que la hauteur caractéristique  $h^*$  de rétraction des ménisques augmente puis diminue en présentant un maximum. La vitesse de croissance est d'autant plus grande que les grains sont grands et la position du maximum de  $h^*$  semble varier légèrement avec  $Q_g$ .

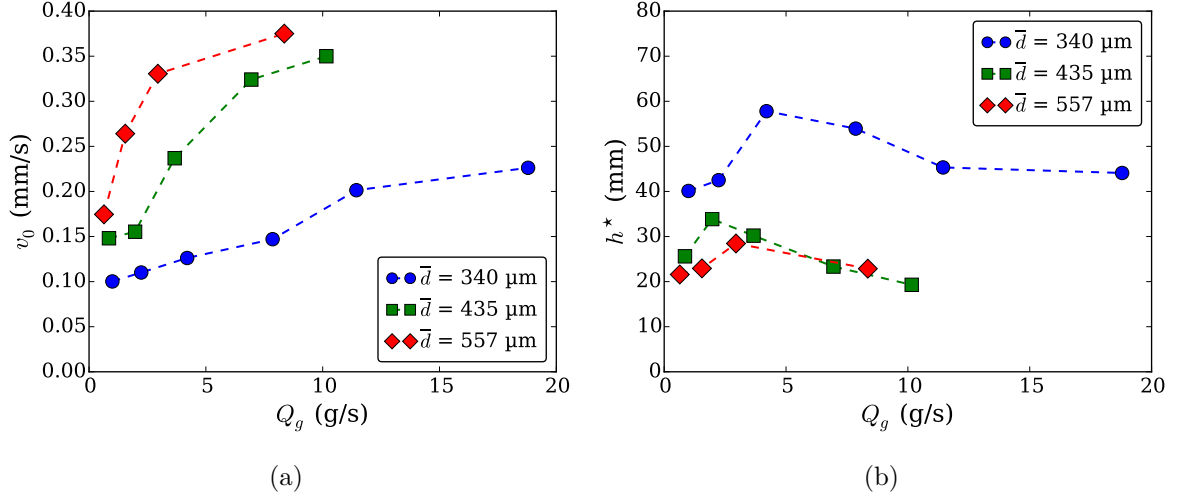


Fig. 4.12 Évolution de (a) la vitesse d'accrétion  $v_0$  à dépression nulle ( $\Delta p = 0$ ) et de (b) la hauteur caractéristique de rétraction des ménisques  $h^*$  à l'interface agrégat/écoulement, avec le débit massique  $Q_g$ .

### 4.3 Modélisation de l'effet du cisaillement

Dans cette partie, nous proposons de modéliser l'influence du débit de grains en considérant l'effet de l'écoulement d'une couche dense de grains sur un agrégat saturé. La compréhension du mécanisme microscopique d'interaction entre les grains secs en écoulement et les grains humides statiques est introduite à travers la définition du nombre d'inertie granulaire  $I$  permettant de comparer les contributions normale et tangentielle. Ce nombre sans dimension permet de tenir compte des caractéristiques de l'écoulement qui sont contrôlées de façons non-indépendantes par le débit  $Q_g$ .

#### 4.3.1 Nombre d'inertie granulaire

Nous rappelons ici l'interprétation du nombre d'inertie introduite par le GDR MiDi [65]. Considérons un écoulement granulaire composé de grains sphériques de diamètre  $d_g$  et de densité  $\rho_g$ , soumis à un cisaillement simple. On note  $\tau$  et  $P$  les contraintes de cisaillement et normale imposées à l'écoulement et  $\dot{\gamma}$  le taux de cisaillement. Une analyse dimensionnelle du problème permet de définir un unique nombre sans dimension contrôlant le système, appelé nombre d'inertie et défini comme [66, 67] :

$$I = \frac{\dot{\gamma} d_g}{\sqrt{P/\rho_g}} \quad (4.3.1)$$

Ce nombre sans dimension est à la base de la rhéologie frictionnelle  $\mu(I)$  décrivant les écoulements granulaires denses, brièvement décrite dans l'introduction. Physiquement, ce nombre peut être interprété comme le rapport de deux temps [65] :

$$I = \frac{T_P}{T_\gamma}, \quad (4.3.2)$$

où  $T_P = d_g/\sqrt{P/\rho_g}$  est un temps de réarrangement microscopique du grain relié à la pression de confinement qui lui est imposée et  $T_\gamma = 1/\dot{\gamma}$  est un temps macroscopique de déplacement d'un grain soumis à un cisaillement moyen. Ces deux temps peuvent être estimés en considérant deux couches de grains en écoulement l'une par rapport à l'autre, comme schématisé sur la Fig. 4.13. La

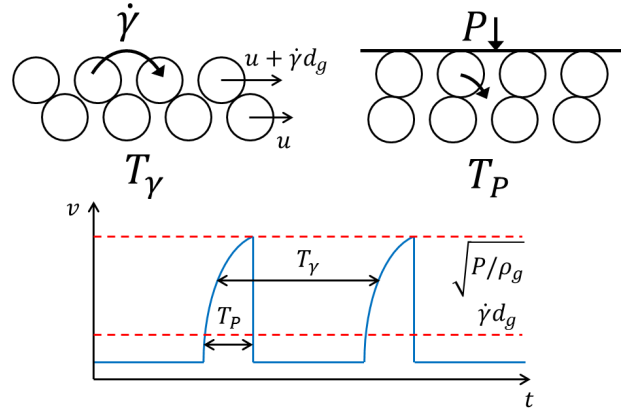


Fig. 4.13 Schéma illustrant le sens physique des temps typiques de déformation  $T_\gamma$  et de confinement  $T_P$ . Schéma adapté de l'article du GDR MiDi [65].

différence de vitesse entre les deux couches cisailées s'écrit  $\Delta u = \dot{\gamma}d_g$ . Par conséquent, le temps mis par un grain pour se déplacer de son diamètre et passer par-dessus le grain devant lui vaut  $T_\gamma = d_g/\Delta u = 1/\dot{\gamma}$ . Le second temps peut s'interpréter comme le temps de chute d'un grain dans un trou de taille  $d_g$  sous l'effet d'une pression de confinement  $P$ . En écrivant la loi de Newton, on obtient que  $\rho_g d_g^4/T_P^2 = P d_g^2$ , ce qui donne le temps de chute microscopique  $T_P = d_g/\sqrt{P/\rho_g}$ .

Le nombre d'inertie peut aussi être interprété comme le rapport de la contribution tangentielle de l'écoulement, liée au taux de cisaillement dans la couche, et la contribution normale, résultant de la pression imposée par le confinement sur l'écoulement. Cette interprétation est particulièrement intéressante dans le cas de l'accrétion puisque la capture d'un grain résulte d'une compétition entre le cisaillement tangentiel des grains qui tend à empêcher le piégeage d'une particule sur l'agrégat et la pression de confinement, due au poids de la couche dans le cas des écoulements à surface libre, qui favorise la capture du grain par le substrat humide. Cette vision est schématisée sur la Fig. 4.14(a) qui définit également les paramètres d'écoulement mesurés expérimentalement  $V_{surf}$  et  $\delta$ . Le taux de cisaillement, dans notre cas, peut être évalué par le rapport de la vitesse de surface  $V_{surf}$  sur l'épaisseur de la couche en écoulement  $\delta$ , en supposant que le profil de vitesse est linéaire dans la zone en écoulement. Cette approximation est raisonnable pour les écoulements sur fonds meubles [192]. De plus, la pression de confinement est causée par le poids de la couche en écoulement et s'écrit donc  $P = \phi\rho_g\delta \cos\alpha$ . Ainsi, le nombre d'inertie moyen dans les écoulements étudiés expérimentalement s'écrit :

$$\langle I \rangle = \frac{V_{surf} \bar{d}_g}{\delta \sqrt{\phi g \delta} \cos \theta} \quad (4.3.3)$$

L'évolution du nombre d'inertie moyen en fonction du débit sans dimension  $\tilde{Q}$  est tracée sur la Fig. 4.14(b) pour différentes tailles de grains. Ce débit adimensionné est défini par rapport au diamètre des grains par :

$$\tilde{Q} = \frac{Q}{\bar{d}_g \sqrt{g \bar{d}_g}}, \quad (4.3.4)$$

avec  $Q = Q_g/(W\phi\rho_g)$  le débit volumique par unité de largeur. Les expériences réalisées explorent donc une gamme de nombre d'inertie allant de 0,02 à 0,05 dans laquelle les écoulements sont denses et relativement faiblement cisailés.

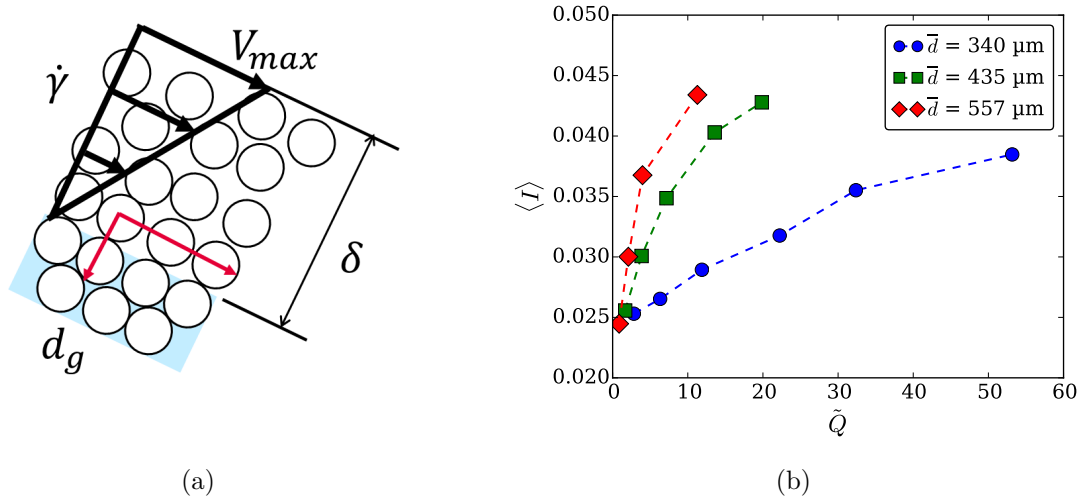


Fig. 4.14 (a) Schéma d'une couche de grains secs en écoulement sur un agrégat humide mettant en évidence les paramètres importants pour la définition du nombre d'inertie moyen  $\langle I \rangle$ . (b) Évolution du nombre d'inertie moyen  $\langle I \rangle$ , calculé à partir de l'Eq. (4.3.3), pour différentes tailles de grains et différents débits.

### 4.3.2 Dynamique d'accrétion sous cisaillement

#### Taux de croissance à dépression nulle

On s'intéresse tout d'abord à la vitesse de croissance à dépression nulle  $v_0$ , dont la dépendance avec le débit  $Q_g$  est tracée sur la Fig. 4.12(a). Ce taux de croissance caractérise l'efficacité du processus de capture dans le cas le plus favorable au piégeage, c'est-à-dire lorsque le liquide affleure à la surface du matériau granulaire humide.

On peut écrire cette vitesse en fonction d'un temps de capture  $t_c$  nécessaire au piégeage d'une couche de grains, entraînant la croissance d'une hauteur  $d_g$  :  $v_0 = d_g/t_c$ . Pendant ce temps  $t_c$ , un nombre  $N_p$  de grains ayant une vitesse  $u_g = \dot{\gamma}d_g$  passent sur un site de capture, dont la taille correspond à un diamètre de grain. On peut écrire ce nombre comme :

$$N_p = \frac{u_g t_c}{d_g} = \dot{\gamma} t_c. \quad (4.3.5)$$

Enfin, la probabilité de capture à  $\Delta p = 0$ , notée  $\mathcal{P}_0$ , est définie comme le rapport du nombre de grains capturés (en l'occurrence  $N_c = 1$  ici) et du nombre de grains passant sur un site de capture :

$$\mathcal{P}_0 = \frac{1}{N_p} = \frac{v_0}{\dot{\gamma}d_g}. \quad (4.3.6)$$

Le rapport  $v_0/\dot{\gamma}d_g$  est tracé en fonction du nombre d'inertie moyen  $\langle I \rangle$  et pour différentes tailles de grains sur la Fig. 4.15(a). On constate que le taux de capture est quasi-indépendant du nombre d'inertie, donc du taux de cisaillement adimensionné, pour les plus petits grains. Dans le régime d'écoulement considéré, la cinétique des grains n'intervient pas et seule la fréquence de passage des particules sur les sites de capture modifie le taux de croissance de l'agrégat. Cette analyse ne prévaut cependant pas pour les plus gros grains ( $d_g = 560\mu\text{m}$ ), pour lesquels une diminution du taux de capture est observée en fonction de  $\langle I \rangle$ . Cette baisse de l'efficacité de piégeage à trop haut taux de cisaillement peut s'interpréter comme un effet de taille fini de l'agrégat humide, qui s'étend sur une distance  $\ell_g$  constante dans toutes les expériences. En effet, pour être capturé, un grain doit dissiper son énergie cinétique, qui s'écrit  $e_c \propto \rho_g d_g^3 u^2 \propto \rho_g d_g^5 \dot{\gamma}^2$ . Cette dissipation s'opère par transfert d'énergie, à chaque choc, entre le grain sec et les grains en surface de l'agrégat,

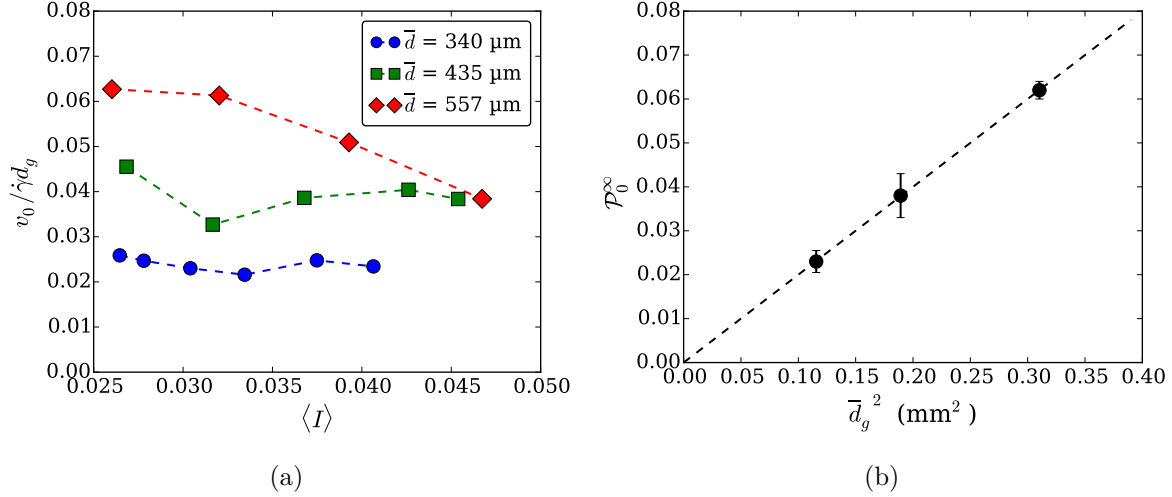


Fig. 4.15 (a) Variation de la probabilité de capture  $\mathcal{P}_0 = v_0 / \dot{\gamma} d_g$  avec le nombre d'inertie moyen pour différentes tailles de grains. (b) Évolution de la probabilité de capture extrapolée à un agrégat infini  $\mathcal{P}_0^\infty$  en fonction du carré du diamètre des grains. Cette probabilité est mesurée en prenant les valeurs sur les plateaux du graphique (a).

qui dissipent eux-même cette énergie par déplacement visqueux et par chocs secondaires. Or, le nombre de chocs possibles sur l'agrégat s'écrit  $\ell_g / d_g$  et décroît donc avec la taille des grains, pour une distance  $\ell_g$  fixée, si bien que le processus devient de moins en moins efficace à mesure que  $d_g$  et  $I$  augmente, l'énergie à dissiper étant plus grande et le nombre de chocs possibles plus faible.

On observe également que la probabilité de capture  $\mathcal{P}_0$  augmente avec le diamètre des grains. La valeur de  $\mathcal{P}_0$  est déterminée pour chaque taille de grains dans le régime des faibles valeurs de  $\langle I \rangle$  et reportée sur la Fig. 4.15(b) en fonction de  $\bar{d}_g^2$ . On note cette probabilité  $\mathcal{P}_0^\infty$  puisqu'elle correspond au cas d'une zone d'interaction infinie entre l'écoulement sec et l'agrégat humide, sans ressentir l'effet de taille de l'agrégat. On constate que  $\mathcal{P}_0^\infty$  est proportionnelle au carré du diamètre des grains. Ce résultat surprenant traduit une meilleure efficacité de la capture, dans ce régime d'écoulement dense et lent, pour des plus gros grains. Un raisonnement énergétique ne permet pas d'appréhender ce résultat puisque l'énergie cinétique  $e_c$  croît comme  $d_g^3$  alors que les dissipations visqueuse et capillaire croissent en  $d_g^2$ , induisant un taux de capture plus faible. En supposant maintenant que dans la gamme de tailles étudiée, les grains parviennent à dissiper suffisamment d'énergie cinétique pour être piégé, on peut interpréter ce résultat par le fait que les sites de capture voient leur surface efficace croître proportionnellement à  $d_g^2$ .

Finalement, les résultats peuvent être résumés par une loi d'échelle reliant la vitesse de croissance à  $\Delta p = 0$  d'un agrégat humide :

$$v_0 = \mathcal{P}_0(\gamma, \eta, \rho, d_g) \dot{\gamma} d_g \quad \text{avec} \quad \mathcal{P}_0(\gamma, \eta, \rho, d_g) \propto d_g^2. \quad (4.3.7)$$

### Hauteur caractéristique de rétraction des interfaces liquides

Nous nous focalisons à présent sur l'évolution de la hauteur caractéristique de rétraction des ménisques à l'interface liquide-air de l'agrégat humide et dont la dépendance avec le débit est tracée sur la Fig. 4.12(b). Comme nous l'avons vu au chapitre 3, cette longueur est corrélée à la structuration de l'empilement granulaire à la surface de l'agrégat. Plus la surface est désorganisée et lâche, plus cette longueur est faible. En effet les ménisques s'enfoncent fortement pour s'adapter à la géométrie de la surface et sont en conséquence peu accessibles aux grains. À l'inverse, une surface ordonnée et compacte présentera une hauteur caractéristique très élevée car les ménisques se rétractent beaucoup moins. L'évolution de  $h^*$  est par conséquent profondément liée à l'interaction

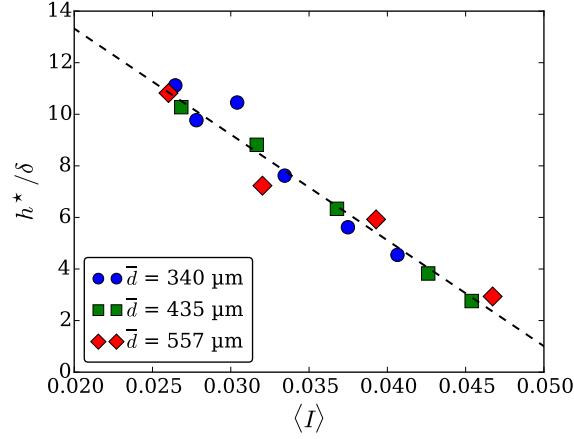


Fig. 4.16 Évolution de la hauteur caractéristique de rétraction des ménisques à la surface d'un agrégat saturé  $h^*$ , normalisé par l'épaisseur de la couche de grains en écoulement, en fonction du nombre d'inertie moyen associé à l'écoulement.

de l'écoulement granulaire avec l'agrégat qui va structurer sa surface. Là encore, les contributions normale et tangentielle de l'écoulement vont avoir tendance à agir différemment : le cisaillement induit par l'écoulement déstructure l'agrégat en déplaçant tangentiellement les grains à la surface de l'agrégat alors que la pression induite par le poids de la couche empêche la désorganisation et maintient une certaine structuration de l'empilement. L'évolution de la hauteur  $h^*$  en fonction de  $\langle I \rangle$  est tracée sur la Fig. 4.16. La hauteur de rétraction est normalisée par l'épaisseur de la couche en écoulement  $\delta$  qui correspond à l'échelle typique de pression imposée par la couche. En effet, le nombre d'inertie ne compare que le poids relatif des contributions normale et tangentielle mais à une valeur de  $\langle I \rangle$  donnée peut correspondre différentes épaisseurs de couche, modifiant ainsi le confinement ressenti au niveau de l'agrégat.

Sur la Fig. 4.16, on constate un assez bon regroupement des données expérimentales sur une droite affine décroissante, traduisant une diminution de la hauteur de rétraction avec  $\langle I \rangle$ , à pression granulaire imposée. Cette hauteur étant liée la désorganisation de la surface de l'agrégat, comme nous l'avons vu dans le chapitre 3, pour un confinement donné, la surface de l'agrégat est d'autant plus désorganisée et décompactée que le taux de cisaillement est important. Notons que le rapport  $h^*/\delta$  peut également être interprété comme un nombre de cohésion  $1/P^*$ , introduit au chapitre 1 pour la rhéologie des matériaux granulaires humides, et généralisant le nombre de Bond en comparant la force de cohésion capillaire et la pression imposée par la couche sur un grain :

$$\frac{1}{P^*} = \frac{\gamma d_g}{(\delta \rho_g g) d_g^2}. \quad (4.3.8)$$

Or l'équilibre de pression à l'interface liquide-air donne

$$\rho g h^* \sim \frac{\gamma}{d_g}, \quad (4.3.9)$$

ce qui conduit à écrire le rapport  $h^*/\delta$  comme :

$$\frac{h^*}{\delta} \sim \frac{\gamma}{\rho g \delta d_g} = \frac{1}{P^*}. \quad (4.3.10)$$

Ce nombre sans dimension compare ainsi les effets capillaires à l'échelle du grain aux effets de pression gravitaire à l'échelle de l'écoulement granulaire. Ces derniers prennent le pas sur les propriétés capillaires à mesure que le cisaillement de l'écoulement augmente.

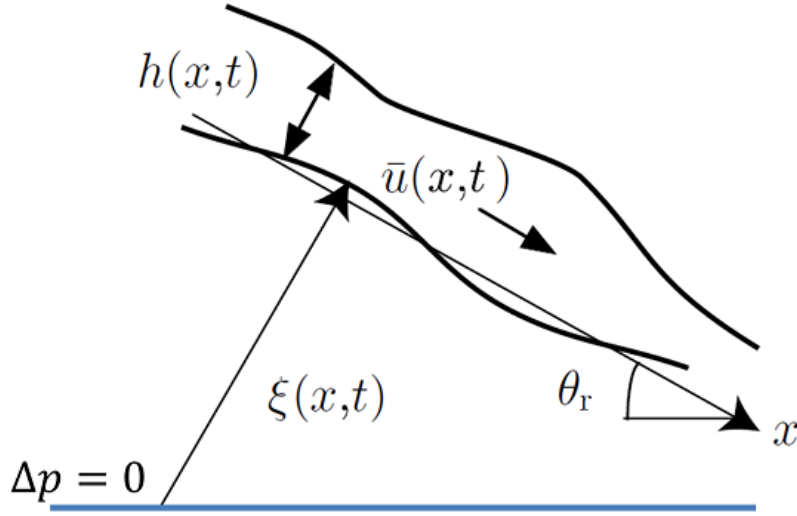


Fig. 4.17 Schéma d'un écoulement modélisé par les équations de Saint-Venant sur un talus humide.

Enfin, ces résultats permettent d'établir une loi empirique d'évolution de la hauteur caractéristique de rétraction en fonction des propriétés de l'écoulement granulaire :

$$h^*(\rho, \gamma, \eta, \delta, \langle I \rangle) = \delta [\beta_0(\rho, \gamma, \eta) - f(\rho, \gamma, \eta) \langle I \rangle]. \quad (4.3.11)$$

### 4.3.3 Loi d'accrétion

Dans cette dernière partie, nous formalisons les résultats précédents afin d'établir une loi d'accrétion permettant la modélisation d'un écoulement granulaire dense sur un tas humide saturé. Considérons une couche d'épaisseur  $h(x, t)$  s'écoulant sur un talus de grains saturés d'épaisseur  $\xi(x, t)$  comme défini sur la Fig. 4.17. En supposant un réservoir infini de liquide dans le tas humide, on se place dans les conditions permettant l'accrétion des grains secs sur le fond humide sans limitation par l'apport de liquide.

On utilise l'approche de Saint-Venant pour décrire les écoulements de faibles épaisseurs et adaptée par Douady *et al.* [193] pour les écoulements sur fond érodable. Ces écoulements ont fait l'objet de plusieurs travaux afin de traduire les transferts de matières entre deux couches, l'une en mouvement et l'autre statique [194], et ont été repris récemment pour décrire l'érosion d'un tas granulaire humide par un écoulement granulaire sec [132]. L'approche de Saint-Venant [195] consiste à moyenner la vitesse de l'écoulement sur l'épaisseur en utilisant de l'hypothèse de couche mince qui autorise de négliger la composante normale de vitesse. On note donc  $\bar{u}(x, t)$  la vitesse moyennée sur l'épaisseur telle que

$$\bar{u}(x, t) = \int_0^h u(x, z, t) dz \quad (4.3.12)$$

L'équation de conservation de la masse moyennée s'écrit alors :

$$\frac{\partial(h + \xi)}{\partial t} + \frac{\partial h \bar{u}}{\partial x} = 0. \quad (4.3.13)$$

L'équation de conservation de la quantité de mouvement moyennée s'écrit de façon similaire :

$$\rho_g \left( \frac{\partial \bar{u}}{\partial t} + \alpha \frac{\partial h \bar{u}^2}{\partial x} \right) = \rho_g g h \cos \theta_r \left( \tan \theta_r - \mu_b(\bar{u}, h) - \frac{\partial(h + \xi)}{\partial t} \right) \quad (4.3.14)$$

où  $\theta_r$  est la pente du tas en croissance et  $\alpha$  est le facteur de forme modélisant la spécificité du profil de vitesse, défini par la relation  $\bar{u}^2 = \alpha \bar{u}^2$ . Le membre de droite de l'Eq. (4.3.14) correspond aux forces appliquées sur l'écoulement, à savoir le poids, la friction basale avec  $\mu_b$ , le coefficient de friction à l'interface entre l'écoulement et le fond humide et la pression granulaire. À ces deux équations s'ajoutent une troisième traduisant l'échange entre la phase humide et la phase sèche en écoulement, appelée loi d'accrétion :

$$\frac{\partial \xi}{\partial t} = \varphi(\xi, \bar{u}, h). \quad (4.3.15)$$

avec  $\varphi$  le taux d'accrétion. Ce dernier dépend à la fois de la position de l'interface  $\xi(x, t)$  et des paramètres de l'écoulement. On peut ainsi l'écrire :

$$\varphi(\xi, \bar{u}, h) = \frac{\mathcal{P}_0 d_g \bar{u}}{h} \exp\left(-\frac{\xi \cos \theta_r}{h \beta_0 - f \frac{\bar{u} d_g}{\beta \sqrt{gh}}}\right), \quad (4.3.16)$$

avec  $\mathcal{P}_0 = d_g^2 \mathcal{F}(\gamma, \eta, \rho)$  le taux de capture,  $h \beta_0(\gamma, \eta, \rho)$  la hauteur caractéristique de rétraction des ménisques sous gravité et  $f(\gamma, \eta, \rho)$  un coefficient sans dimension caractérisant la dépendance de  $h^*$  avec  $\bar{u}$  et  $h$ .

## 4.4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons étudié l'interaction d'un écoulement granulaire dense et sec avec un agrégat saturé en liquide. À l'aide d'un dispositif expérimental de plan incliné rugueux et confiné, nous avons montré que l'accrétion sous écoulement dense et cisailé suivait un mécanisme de capture identique à celui régissant la capture de grains secs tombant en un jet gravitaire dilué sur une surface granulaire humide (cf. chap. 3). Dans chacun des cas, une croissance verticale logarithmique est observée, reflet de la diminution exponentielle du taux de capture, elle-même imputée à la rétraction gravitaire des ménisques à l'interface entre l'agrégat et l'écoulement de grains secs. Expérimentalement, notre montage permet d'établir une configuration d'accrétion stationnaire où un écoulement sur tas interagit en continu avec l'agrégat humide. En caractérisant d'un côté les propriétés de l'écoulement granulaire (angle de tas, profil de vitesse et épaisseur coulante) et les paramètres de croissance de l'agrégat de l'autre, nous sommes parvenus à quantifier l'influence de l'écoulement sur la dynamique d'accrétion. On constate notamment que, dans le régime étudié, le taux de cisaillement ne modifie pas l'efficacité du processus de capture mais impacte uniquement la vitesse de croissance, en permettant le passage d'un plus grand nombre de grains. Par ailleurs, l'écoulement modifie la disponibilité du liquide à la surface de l'agrégat en le cisillant et en le compressant. Cela se traduit au niveau de la croissance par un retrait du liquide plus prononcé à haut taux de cisaillement, conséquence de la désorganisation de la surface par les grains secs. L'écoulement granulaire modifie donc la dynamique d'accrétion en agissant au travers de la structuration de l'agrégat et non directement à l'échelle du mécanisme de capture.

Ce travail a finalement permis la détermination d'une loi d'accrétion dépendant à la fois des paramètres cinétiques de l'écoulement granulaire et de la taille des particules. La prochaine étape consiste à tester cette loi d'accrétion dans des géométries plus complexes que celle étudiée ici, en 3D notamment, où la croissance peut être à la fois verticale et horizontale. Cependant, cette loi d'accrétion reste incomplète puisqu'elle ne tient pas compte des propriétés du liquide (viscosité, tension de surface, densité) dont les effets sur le mécanisme de capture sont complexes et pour l'instant peu quantitatifs (cf. chap 3). De même, nos travaux ont soulevé l'importance de la taille de la zone d'interaction sec-humide ainsi qu'une dépendance du taux de capture avec la taille des particules dont l'origine reste à préciser. Un travail supplémentaire est nécessaire afin de parvenir à modéliser complètement cet aspect, qui apparaît lorsque le temps de passage des grains devient



comparable au temps de capture. Ce dernier point rappelle que la compréhension quantitative du processus de capture en terme de dissipation énergétique et d'interactions entre le grain et le site de capture reste parcellaire. Notre travail constitue donc un pas important vers la modélisation des échanges interfaciaux entre matériaux granulaires secs et saturés.

# Chapitre 5

## Croissance et structure d'un agrégat isolé

### Sommaire du chapitre

---

<b>5.1 Dispositif expérimental de tambour tournant</b> . . . . .	<b>105</b>
5.1.1 Montage expérimental . . . . .	106
5.1.2 Écoulement en tambour tournant . . . . .	106
5.1.3 Structure des agrégats . . . . .	108
<b>5.2 Dynamique de croissance d'un agrégat libre</b> . . . . .	<b>110</b>
5.2.1 Influence de la quantité de liquide . . . . .	110
5.2.2 Loi de croissance . . . . .	111
5.2.3 Taille critique et érosion granulaire . . . . .	114
<b>5.3 Conclusion et perspectives</b> . . . . .	<b>116</b>

---

Dans ce chapitre, nous nous intéressons à l'évolution d'un agrégat granulaire humide, isolé dans un écoulement dense de grains secs. Contrairement aux deux chapitres précédents, l'agrégat possède une quantité limitée de liquide et est libre de bouger au sein de l'écoulement granulaire. Les grains sont mis en mouvement dans un tambour tournant permettant d'obtenir un écoulement stationnaire et cyclique. Le dispositif expérimental sera présenté dans la section 5.1. La nature des écoulements granulaires générés y sera notamment détaillée, tout comme la microstructure des agrégats formés. La dynamique de croissance des agrégats fera l'objet de la section 5.2, dans laquelle nous tâcherons de faire émerger le mécanisme à l'origine de l'expansion de l'agrégat. Cette partie se fonde sur des expériences réalisées à l'aide de matériaux granulaires plus réalistes vis-à-vis des applications, du sable de Roncevaux, qui présente de très bonnes propriétés de capture, comme nous l'avons vu dans le chapitre 3. Ces travaux font échos aux procédés industriels de granulation dits à "bas taux de cisaillement", comme les assiettes granultrices (*granulation dish*), utilisées pour l'agglomération de grosses particules ou le revêtement d'agrégats.

### 5.1 Dispositif expérimental de tambour tournant

Le tambour tournant fait parti des configurations expérimentales classiques pour l'étude des écoulements granulaires [65]. Dans l'industrie, cette configuration est rencontrée dans les fours tournants, utilisés dans de nombreux domaines (agroalimentaire, cimentaire, traitement des déchets) pour réaliser généralement des traitements thermiques sur des quantités industrielles de matériaux [170]. Ces fours se présentent sous la forme de longs tubes de plusieurs mètres de diamètre et dizaines de mètres de long, chauffés et mis en rotation, afin d'induire un écoulement favorisant les transferts thermiques dans le four. Ce système peut également servir de mélangeur [196] mais présente le défaut d'induire une ségrégation dans le matériau granulaire, les gros grains étant amenés

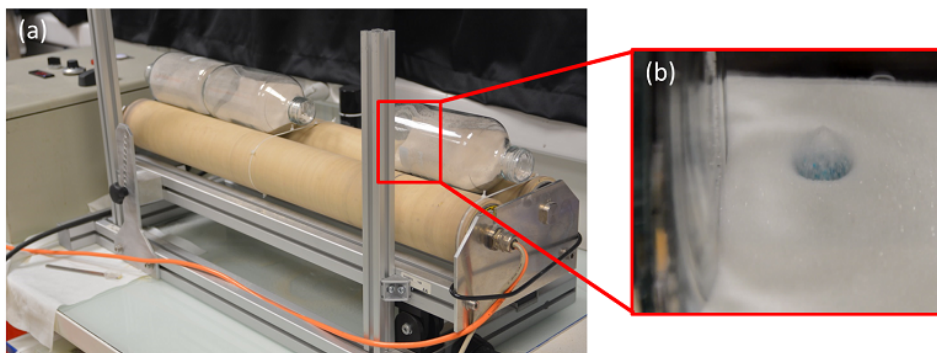


Fig. 5.1 (a) Photographie du montage de mise en rotation des flacons cylindriques induisant les écoulements en tambour tournant. (b) Photographie d'un agrégat composée d'eau colorée à l'érioglaurine et de billes de verre de diamètre  $d_g = 200 - 250 \mu\text{m}$  à la surface d'un écoulement de billes de verre.

en périphérie du tambour [187]. Dans notre étude, l'intérêt du tambour tournant réside dans la périodicité des écoulements qu'il génère, ce qui permet d'observer l'évolution de l'agrégat dans un système fermé sur des temps longs.

### 5.1.1 Montage expérimental

Le dispositif expérimental utilisé est constitué d'un cylindre large, en verre, de 20 cm de long et de diamètre  $D_{tambour} = 10$  cm. Dans les faits, ce cylindre est un flacon en verre cylindrique dont seul le col est déformé. Un système large comme celui-ci permet à l'agrégat de se déplacer librement dans l'écoulement sans être perturbé par les parois mais également d'introduire plusieurs agrégats en parallèle sans qu'ils n'interagissent entre eux. Le cylindre est mis en rotation par deux rouleaux tournant dans le même sens, à une vitesse linéaire variant entre 0 et  $0,2 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ , soit une vitesse de rotation de 0 à 40 tr/min pour les flacons. Une photographie du dispositif expérimental en fonctionnement est présentée sur la Fig. 5.1(a). Les grains utilisés dans ce chapitre sont des grains de sable tamisés dont le diamètre  $d_g$  est compris entre  $60 \mu\text{m}$  et  $300 \mu\text{m}$ . D'autres expériences, évoquées à la fin de ce chapitre, ont été réalisées avec des billes de verre de diamètre  $d_g = 200 - 250 \mu\text{m}$ . Enfin, pour toutes les expériences présentées ici, le taux de remplissage du tambour est de 25%.

### 5.1.2 Écoulement en tambour tournant

Les écoulements rencontrés dans un tambour tournant dépendent de la vitesse de rotation du cylindre, notée  $\Omega$ . Pour une très faible vitesse de rotation, le cylindre ne parvient pas à entraîner les grains qui glissent sur la paroi de ce dernier, on parle de régime de glissement. À vitesse plus élevée, les grains suivent la rotation du cylindre et s'écoulent en surface lorsque l'angle du tas atteint l'angle d'avalanche. Ce régime avalancheux est donc caractérisé par une succession d'avalanches distinctes. En augmentant davantage la vitesse, on atteint le régime continu caractérisé par un écoulement stationnaire des grains en surface. Les expériences qui suivent sont réalisées dans ce régime où l'écoulement granulaire est piloté par la vitesse de rotation du cylindre.

L'écoulement des grains dans le régime continu s'effectue en deux temps : (1) une phase de rotation en profondeur durant laquelle les grains ont un mouvement de rotation solide en suivant la paroi du cylindre puis (2) une phase d'écoulement en avalanche lorsque les grains atteignent la surface. Ces deux phases sont visibles sur les Fig. 5.2(a)-(b), tirées de [196], montrant une pose longue des grains et leurs trajectoires. On appelle couche active la zone où les grains s'écoulent en

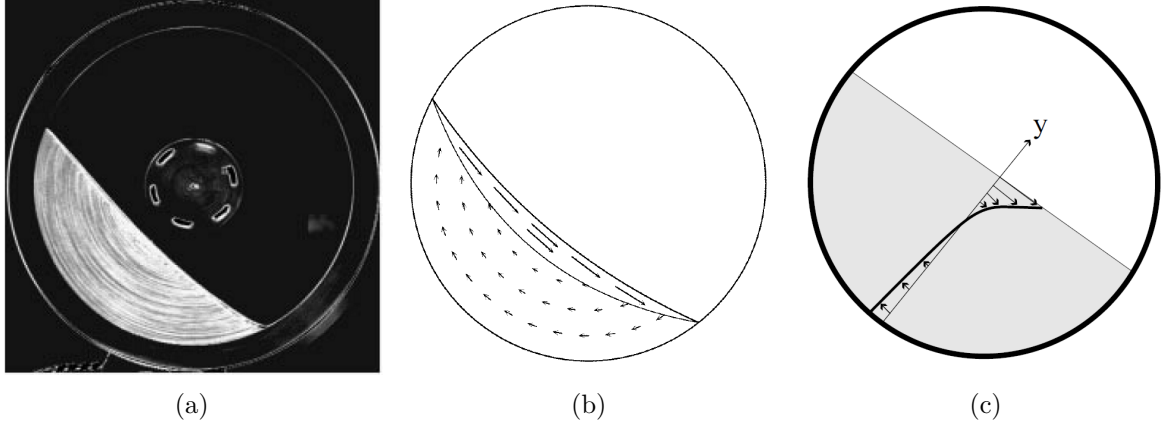


Fig. 5.2 (a) Photographie d'un écoulement granulaire en tambour tournant, avec un temps d'exposition long, permettant de visualiser les trajectoires des particules noires disséminées dans des grains blancs [196]. (b) Trajectoires des grains dans un tambour tournant [196]. (c) Champ de vitesse d'un écoulement en tambour tournant [65].

avalanche et couche passive (ou zone statique) celle où les grains suivent la rotation du cylindre (statique dans le référentiel du cylindre).

Le champ de vitesse d'un écoulement granulaire en tambour est assez similaire à celui observé dans les écoulements sur fond meuble étudiés dans le chapitre 4 [65, 192]. Une illustration d'un champ de vitesse typique est présentée sur la Fig. 5.2(c). On y retrouve une partie linéaire au niveau de la couche active, qui concentre l'essentiel du cisaillement, et une queue de profil tendant exponentiellement vers zéro dans la zone passive, en rotation solide avec le cylindre. Le taux de cisaillement dans la partie linéaire est à peu près constant et son amplitude est de l'ordre de [65] :

$$\dot{\gamma} \simeq \frac{1}{2} \sqrt{\frac{g}{d_g}} \quad (5.1.1)$$

On note  $h_0$  l'épaisseur maximale de la couche active, comme défini sur la Fig. 5.3. Le profil de vitesse étant linéaire dans cette région, le taux de cisaillement peut alors s'écrire  $\dot{\gamma} = V_{max}/h_0 = \bar{V}/(2h_0)$ , où  $\bar{V}$  est la vitesse moyenne dans la couche. Le débit de grains s'écoulant dans la couche active vaut ainsi  $Q = \bar{V}h_0$ . En égalisant ce débit d'avalanche avec le débit de grains remontant dans la zone passive par rotation solide avec le cylindre, on peut montrer que l'épaisseur de la couche en écoulement vaut [197, 198] :

$$h_0 \simeq \sqrt{\frac{2\Omega}{\dot{\gamma}}(R^2 - R_0^2)} \quad (5.1.2)$$

où  $R_0$  est défini sur la Fig. 5.3 et caractérise le taux de remplissage. L'épaisseur de cette couche augmente donc comme la racine carrée de la vitesse angulaire  $\Omega$ . Dans la suite, nous nous placerons dans la situation où l'épaisseur de la couche active est supérieure au rayon initial de l'agrégat, afin que ce dernier soit advecté par l'écoulement granulaire. À l'inverse, si l'épaisseur de la couche devient trop faible, l'agrégat entre en contact avec le lit statique et reste alors bloqué au milieu de l'avalanche. L'influence de la vitesse de rotation et de l'épaisseur de la couche sera notamment discutée dans la fin de ce chapitre.

Dans les expériences, nous imposons une vitesse de rotation de 18 tr/min, soit  $\Omega = 1,88 \text{ rad.s}^{-1}$ . La couche active présente alors une épaisseur approximative  $h_0 \simeq 8 \text{ mm}$ . Les agrégats ayant un rayon initial de quelques millimètres, inférieur à l'épaisseur de la couche active, ils sont entraînés par l'écoulement.

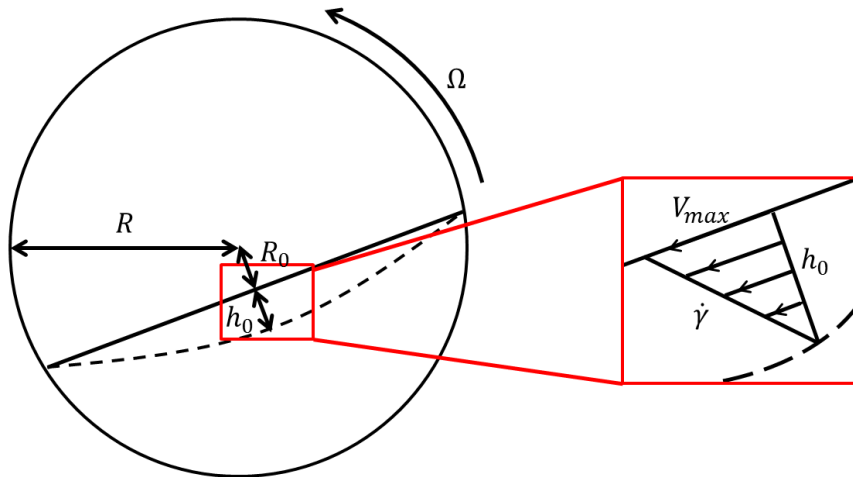


Fig. 5.3 Schéma décrivant les propriétés d'un écoulement en tambour tournant.

### 5.1.3 Structure des agrégats

**Macrostructure** - Les agrégats sont initialement formés en lâchant une goutte de liquide de volume  $V$  dans un échantillon de grains. Ce volume est mesuré précisément à l'aide d'une micropipette à volume fixe ( $V = 20, 50, 100 \mu\text{L}$ ). La goutte imprègne les grains et crée un agrégat humide de forme aplatie. Cet agrégat est ensuite transféré dans l'écoulement dense de grains, dans le tambour tournant [Fig. 5.1(b)] puis prélevé à un temps  $t$  afin d'être pesé ou analysé. La dynamique de croissance d'un agrégat est ensuite reconstruite à partir des mesures de masses effectuées sur des agrégats prélevés à différents instants. Un exemple de dynamique de croissance d'agrégat est reporté sur la Fig. 5.4 pour des agrégats composés initialement de grains de sable et d'eau dans un écoulement de sable de même granulométrie. Ces mesures dépendent de l'histoire individuelle de chaque agrégat, plusieurs prélèvements sont donc effectués afin de tenir compte de la variabilité de la croissance.

Sur la Fig. 5.4, on observe une forte augmentation de la masse de l'agrégat, notée  $m_{agg}$ , en fonction du temps puisqu'elle est multipliée par 3 en l'espace de 5 min, avant de ralentir et d'atteindre une valeur à peu près constante  $m_{agg}^{\infty} \simeq 4 m_0$  où  $m_0$  est la masse initiale de l'agrégat. On peut comparer cette dynamique de croissance à celle d'un agrégat en statique en suivant l'évolution d'un agrégat disposé dans un tas de grains (carré blancs sur la Fig. 5.4). L'augmentation de la masse de l'agrégat statique est marginale, gagnant à peine 25% sur la même durée.

**Microstructure** - La dynamique de l'écoulement granulaire autour de l'agrégat est donc responsable de forte croissance de l'agrégat isolé. Une telle augmentation de masse nécessite un transport du liquide au sein de la matrice granulaire pour permettre la capture de grains de sable. Des expériences de microtomographie par rayons X ont été réalisées afin de visualiser la répartition du liquide au sein de l'agrégat. Une série de coupes médianes, effectuées sur des agrégats prélevés à différents temps, est présentée sur la Fig. 5.5 et montre l'évolution de leur microstructure au cours de leur croissance. L'agrégat est initialement saturé [Fig. 5.5(a)] avant de capturer des grains à sa périphérie, entraînant un transport de liquide du cœur, partiellement saturé, vers l'extérieur [Fig. 5.5(b)-(d)]. On constate que les gros pores se vident au centre, puisque la pression capillaire  $y$  est plus faible, au profit du remplissage de plus petits pores périphériques. Ce transport mène à une dispersion complète du liquide au sein de l'agrégat qui finit par former des ponts capillaires entre les grains. Cet état correspond au ralentissement et à la stabilisation de la variation de masse de l'agrégat [Fig. 5.5(e)].

La croissance d'un agrégat, isolé dans un écoulement granulaire, s'effectue donc grâce à la

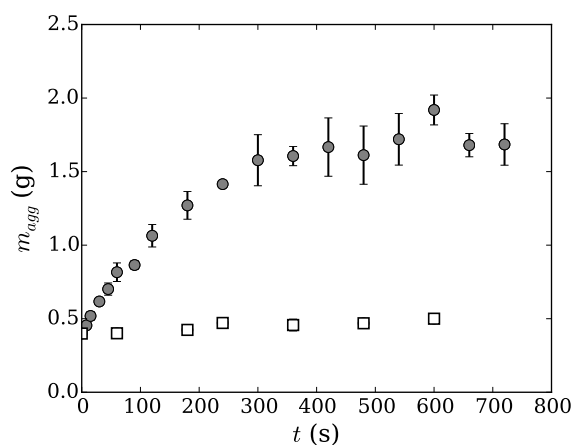


Fig. 5.4 Évolution temporelle de la masse d'un agrégat constitué de grains de sable de Roncevaux et d'une solution aqueuse de  $ZnI_2$ , dans un écoulement du même sable en tambour tournant à 18 tr/min, en fonction du temps. Chaque point représente la moyenne de la masse de 5 agrégats prélevés après un même temps de séjour dans le tambour. La barre d'erreur correspond à l'écart moyen entre les différentes valeurs. Les carrés blancs représentent la variation de masse d'un agrégat enfoui dans un tas statique du même sable.

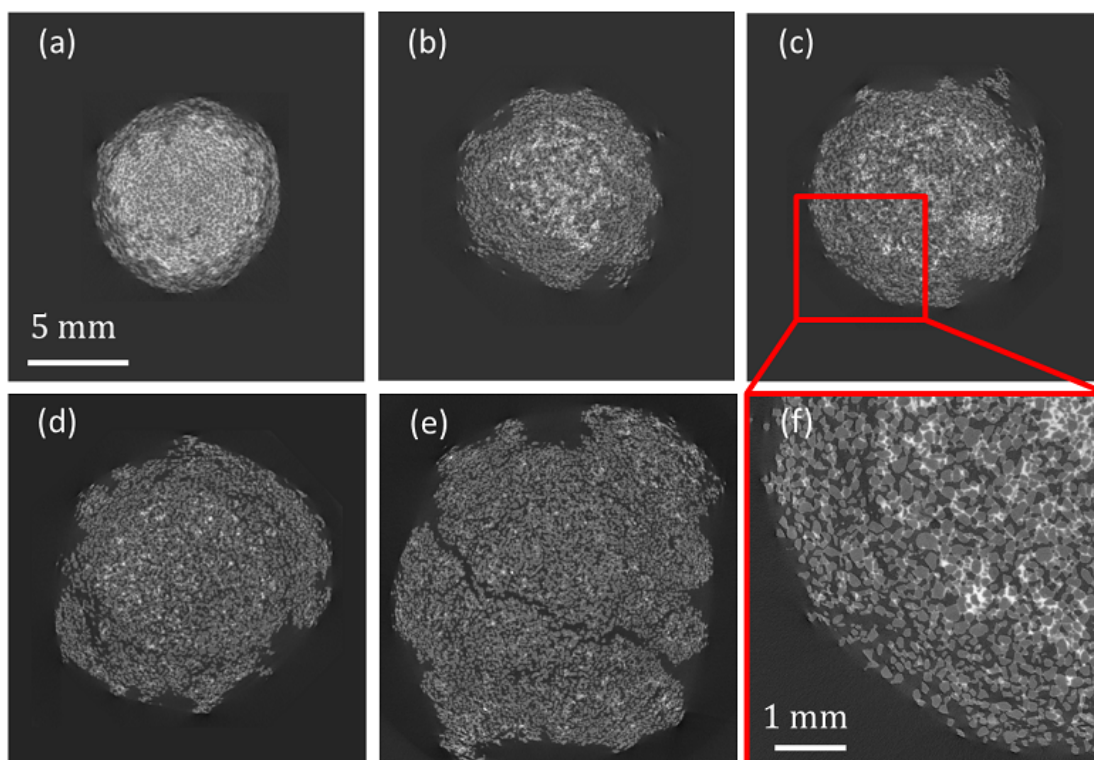


Fig. 5.5 Coupes médianes de la reconstruction 3D d'acquisitions tomographiques par rayons X d'un agrégat au cours de sa croissance, dans un écoulement en tambour tournant. L'agrégat est constitué d'eau dopé à l'iodure de zinc (gris clair) et de grains de sable (gris sombre). (a)  $t = 0$  s, (b)  $t = 30$  s, (c)  $t = 100$  s, (d)  $t = 180$  s, (e)  $t = 360$  s. (f) Agrandissement pour  $t = 100$  s.

réorganisation du liquide au sein de l'agrégat, qui passe, progressivement et à mesure qu'il capte des grains, d'un état capillaire saturé à un état pendulaire. Le déplacement du liquide peut être attribué au collage de petits grains à la périphérie de l'agrégat [Fig. 5.5(f)], générant des gradients de pression capables de mobiliser le liquide. Dans la suite, nous nous intéressons à la dynamique de croissance de l'agrégat.

## 5.2 Dynamique de croissance d'un agrégat libre

### 5.2.1 Influence de la quantité de liquide

Intéressons-nous tout d'abord à l'influence de la quantité de liquide injectée initialement dans l'agrégat. La Fig. 5.6(a) reporte les valeurs de la masse initiale de l'agrégat  $m_0$  en fonction du volume de liquide  $V$ . On constate une augmentation linéaire de la masse avec le volume, donnant accès à la compacité  $\phi$  de l'agrégat. Les barres d'erreurs traduisent la variabilité, assez faibles, des masses initiales, mesurées sur dix agrégats différents. Ceci signifie que la compacité initiale des agrégats est assez proche d'un agrégat à l'autre. En notant  $V$  et  $V_g$  les volumes initiaux de liquide et grains constituant l'agrégat, supposé en régime capillaire, on peut écrire :

$$\phi = \frac{V_g}{V + V_g} \quad \Rightarrow \quad V = V_g \left( \frac{1 - \phi}{\phi} \right). \quad (5.2.1)$$

La masse  $m_0$  dépend donc linéairement du volume  $V$  :

$$m_0 = V \left[ \rho + \rho_g \left( \frac{\phi}{1 - \phi} \right) \right] = \Psi V, \quad (5.2.2)$$

et  $\phi$  peut être déduite de l'ajustement des données expérimentales [Fig. 5.6(a)] :

$$\phi = \frac{\Psi - \rho}{\rho_g + (\Psi - \rho)}. \quad (5.2.3)$$

Par cette méthode, la compacité des agrégats, composés de grains de sable polydisperse, est évaluée à  $\phi \simeq 0,70$ .

L'évolution temporelle de la masse des agrégats, pour différents volumes initiaux de liquide, est présentée sur la Fig. 5.6(b). Le liquide utilisé ici est une solution aqueuse d'iodure de zinc. On constate des dynamiques de croissance assez similaires quel que soit le volume initialement injecté avec un important gain de masse suivi d'une stabilisation de la masse. On suppose que la quantité de liquide est conservée dans l'agrégat et qu'il reste sphérique tout au long de sa croissance. Notons  $r$  le rayon de l'agrégat à un instant  $t$  et  $r_0$  son rayon initial, la variation de masse  $m_{agg} - m_0$  peut alors s'écrire :

$$m_{agg} - m_0 = \frac{4}{3}\pi\rho_g\phi r^3 + \rho V - \left( \frac{4}{3}\pi\rho_g\phi r_0^3 + \rho V \right) = \frac{4}{3}\pi\rho_g\phi(r^3 - r_0^3), \quad (5.2.4)$$

en considérant, en première approximation, une compacité  $\phi = 0,7$  constante. Comme nous l'avons vu dans la section précédente, l'agrégat grossit en captant des grains en périphérie et en vidant son cœur initialement saturé. La croissance se fait donc au travers d'une couronne d'épaisseur  $\delta r$ , tel que  $r = r_0 + \delta r$ . Au début de la croissance, pour  $\delta r \ll r_0$ , on peut approximer  $r^3 = (r_0 + \delta r)^3 \simeq r_0^3 + 3r_0^2\delta r$ . Comme nous l'avons vu au chapitre 3, le taux de croissance initial dépend de la probabilité de capture des grains et de la surface de liquide disponible à l'interface liquide-air. Le gain de masse de l'agrégat s'écrit finalement :

$$m_{agg} - m_0 = 4\pi\phi\rho_g r_0^2 \delta r. \quad (5.2.5)$$

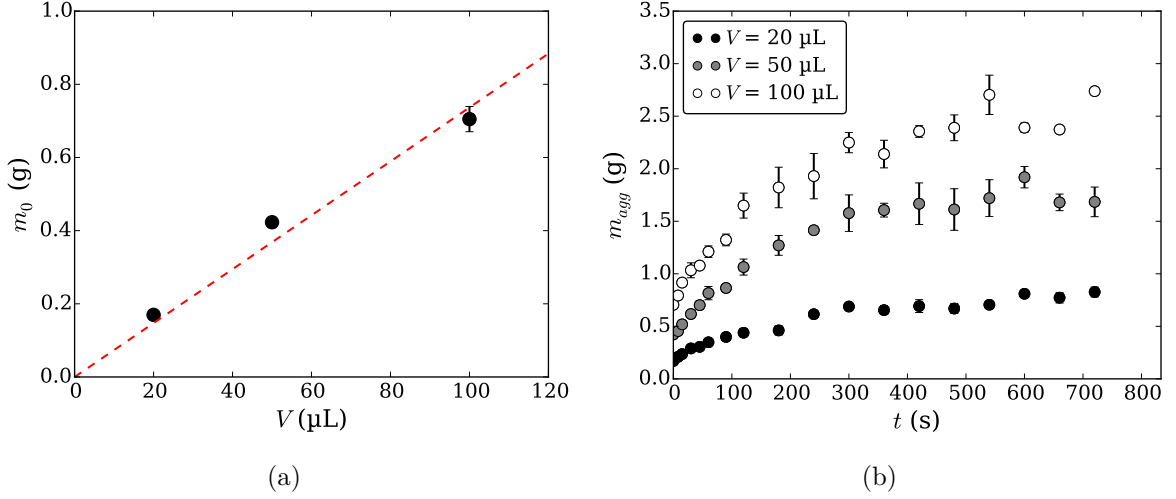


Fig. 5.6 (a) Dépendance de la masse initiale de l'agrégat avec le volume de liquide injecté, permettant de déterminer une compacité  $\phi = 0,7$  d'après l'Eq. (5.2.3). (b) Évolution temporelle de la masse d'un agrégat de sable de diamètre  $d_g = 60 - 300 \mu\text{m}$  et de solution aqueuse de  $\text{ZnI}_2$  dans un écoulement granulaire pour différents volumes initiaux de liquide.

La dépendance de la masse de l'agrégat avec le rayon initial  $r_0$ , donc avec le volume  $V$  injecté, peut alors être supprimée en divisant la variation de masse par  $r_0^2$  proportionnel à  $m_0^{2/3}$ , d'où la loi d'échelle

$$\frac{m_{agg} - m_0}{m_0^{2/3}} \propto \delta r. \quad (5.2.6)$$

Nous reportons l'expression  $(m_{agg} - m_0)/m_0^{2/3}$  en fonction du temps pour différents volumes sur la Fig. 5.7. On constate une bonne superposition des données expérimentales, en particulier au début de la croissance. Cela signifie que la probabilité de capturer des grains aux premiers instants est la même dans chacun des cas, peu importe le volume initial. La dynamique de croissance de l'agrégat est alors uniquement gouvernée par la fraction surfacique de liquide disponible à la surface de l'agrégat, proportionnelle à la surface totale de ce dernier. Comme pour les agrégats saturés étudiés dans le chapitre 3, la dynamique de croissance aux premiers instants est limitée par la capture des grains.

### 5.2.2 Loi de croissance

On s'intéresse à présent à la loi de croissance de l'agrégat lors de son interaction avec l'écoulement granulaire en tambour tournant. L'évolution temporelle du gain de masse normalisée  $(m_{agg} - m_0)/m_0$ , pour des agrégats constitués de grains de sable et d'eau ou de glycérol, est tracée en représentation logarithmique sur la Fig. 5.8. Le temps est ici adimensionné par la vitesse de rotation du tambour via le nombre de tours  $N_T = t \times \Omega$ . Les deux courbes suivent une même loi de puissance sub-linéaire :

$$\frac{m_{agg} - m_0}{m_0} \propto t^\alpha \quad \text{avec} \quad \alpha \simeq 0,7. \quad (5.2.7)$$

L'agrégat composé de glycérol pur ( $\eta = 1,49 \text{ Pa.s}$ ) croît cependant quatre fois moins vite que l'agrégat composé d'eau dopé à l'iodure de zinc ( $\eta = 10^{-3} \text{ Pa.s}$ ). La viscosité du liquide a donc un impact sur la vitesse de croissance, tout comme la mouillabilité, beaucoup plus faible pour la solution aqueuse d'iodure de zinc que pour le glycérol. Les effets sont cependant difficiles à décorrélérer. Cette loi de croissance est valide jusqu'au ralentissement et à la stabilisation de la



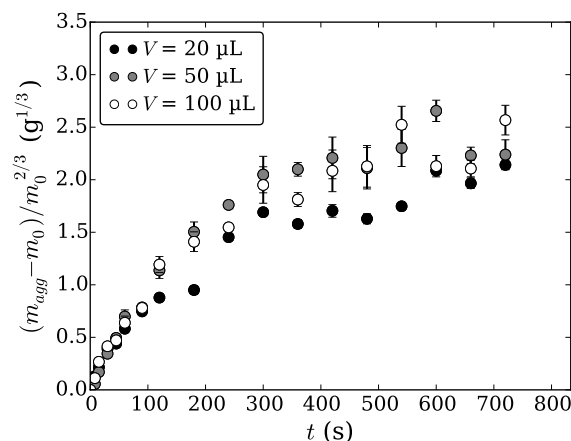


Fig. 5.7 Évolution temporelle de la variation de masse de l'agrégat  $m_{agg} - m_0$  divisée par  $m_0^{2/3}$ , proportionnelle à l'aire initiale de l'agrégat.

croissance de l'agrégat. Notons que la masse maximale de l'agrégat est aussi 3 fois plus grande avec le glycérol qu'avec de l'eau dopée, constat qui sera discuté dans le paragraphe suivant.

Comme nous l'avons vu dans le chapitre 3, la croissance par accréation requiert à la fois de capturer des grains, à la périphérie de l'agrégat, et de drainer le liquide pour alimenter les pores qui se forment. Si la croissance est limitée par le taux de capture, on voit immédiatement, en reprenant l'Eq. (5.2.5), que le taux de croissance  $(m_{agg} - m_0)/m_0 \propto \delta r$  avec  $d\delta r/dt = \mathcal{P}_{capt}$  constant. Par conséquent, la variation de masse attendue dans le régime de capture doit évoluer linéairement en temps, ce qui n'est pas observé expérimentalement. Ce résultat suggère donc que la croissance est limitée par le transport du liquide au sein de la matrice granulaire, dont nous proposons une modélisation ici. Les images réalisées à l'aide de la tomographie par rayons X ont montré que le liquide se répandait dans l'agrégat en formant des "canaux liquides" dans un réseau insaturé. On peut alors penser que le transport s'effectue dans un réseau secondaire le long des grains, que nous modéliserons par une perméabilité effective, plus faible que la perméabilité du matériau granulaire s'il était saturé.

On assimile donc le cœur saturé de l'agrégat à un réservoir de liquide, alimentant une imbibition tri-dimensionnelle dans un matériau granulaire et donc la croissance de l'agrégat, au travers d'un

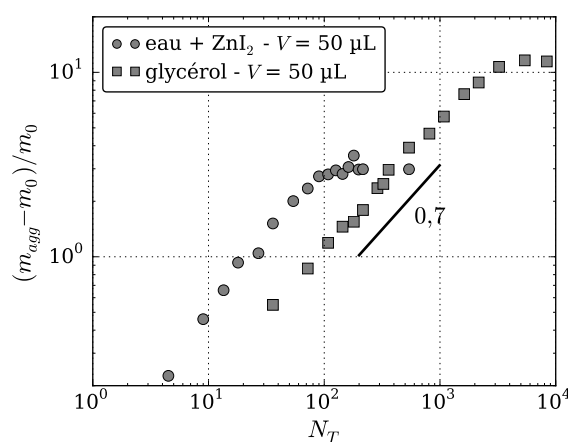


Fig. 5.8 Évolution temporelle de la variation de masse normalisée d'agrégats composés de grains de sable de diamètre  $d_g = 60 - 300 \mu\text{m}$  et d'eau dopée à l'iodure de zinc ou de glycérol.

réseau de canaux, de perméabilité  $k_{eff}$ . Nous développons ici un modèle d'imbibition radiale à partir d'une source ponctuelle étendue, inspiré de [91]. On note  $r_0$  le rayon initial de l'agrégat saturé et  $r(t)$  le rayon de l'agrégat à l'instant  $t$ , assimilé à la position du front d'imprégnation dans les différents canaux, comme reporté sur la Fig. 5.9(a). Le liquide est mobilisé par la dépression capillaire

$$p_c^p = \frac{2\gamma \cos \theta}{r_p}, \quad (5.2.8)$$

résultant de l'accrétion des petits grains à la surface de l'agrégat qui crée des pores, de rayon  $r_p$ , et qui pompe le liquide du cœur vers la surface. Expérimentalement, on constate que le cœur se vide progressivement mais nous considérons dans le calcul que  $r_0$  reste constant car seul les plus gros pores se vident. On suppose par ailleurs que la croissance est uniquement radiale et on note  $q(t)$  le débit volumique de liquide au niveau du front. L'équation de Darcy relie le gradient de pression à la vitesse d'écoulement radiale, et peut être écrite, en fonction du débit  $q(t)$  :

$$-\frac{dp}{dr} = \frac{\eta q(t)}{4\pi r^2 k_{eff}} \quad (5.2.9)$$

La pression au niveau du cœur saturé est reliée à la courbure locale des ménisques et vaut  $p_c^{cœur} = -2\gamma/R_c$ , tandis que la pression au front vaut  $-p_c^p$ . La différence de pression, moteur des écoulements s'écrit  $\Delta p_c = p_c^p - p_c^{cœur}$ . En intégrant l'Eq. (5.2.9) entre  $r$  et  $r_0$ , on obtient ensuite

$$\Delta p_c = \frac{\eta q(t)}{4\pi k_{eff}} \left( \frac{1}{r} - \frac{1}{r_0} \right). \quad (5.2.10)$$

En remplaçant  $q(t)$  par son expression en fonction de la vitesse locale  $u_r = dr/dt$ ,  $q(t) = 4\pi(1 - \phi)r^2 u_r$ , dans l'Eq. (5.2.10), il vient

$$r^2 \frac{dr}{dt} \left( \frac{1}{r} - \frac{1}{r_0} \right) = \frac{k_{eff} \Delta p_c}{(1 - \phi)\eta}. \quad (5.2.11)$$

Puis en intégrant cette équation, on détermine une expression implicite du rayon d'imbibition  $r(t)$  [91] :

$$\frac{1}{3r_0}(r^3 - r_0^3) - \frac{1}{2}(r^2 - r_0^2) = \frac{k_{eff} \Delta p_c}{(1 - \phi)\eta} t. \quad (5.2.12)$$

La masse de l'agrégat est finalement obtenue en fonction du rayon  $r$  :

$$m_{agg} = \frac{4}{3}\pi \left[ \phi \rho_g r^3 + (1 - \phi)\rho r_0^3 \right]. \quad (5.2.13)$$

Ainsi, la variation de masse normalisée s'écrit en fonction des rayons d'agrégats comme

$$\frac{m_{agg} - m_0}{m_0} = \frac{r^3 - r_0^3}{r_0^3} \left( \frac{\phi \rho_g}{\phi \rho_g + (1 - \phi)\rho} \right) \propto \frac{r^3 - r_0^3}{r_0^3}, \quad (5.2.14)$$

À temps long, c'est-à-dire lorsque  $r \gg r_0$ , l'Eq. (5.2.12) se ramène à une loi de puissance  $r \propto t^{1/3}$  et donc  $m_{agg} \propto t$  [91]. Cette limite n'est cependant jamais atteinte pour les agrégats que nous étudions puisque  $m_{agg}^\infty \simeq 10 m_0$ , soit  $r^\infty \simeq 3 r_0$ . Ceci explique que la variation de masse de l'agrégat suit une loi de puissance sub-linéaire. Le modèle théorique est comparé aux données expérimentales sur la Fig. 5.9. Une comparaison rigoureuse est délicate car la différence de pression capillaire  $\Delta p_c$  et la perméabilité  $k_{eff}$  ne peuvent être qu'estimées approximativement. Cependant, ces deux paramètres n'affectent pas la forme de la loi de puissance, en représentation logarithmique, mais la décale uniquement suivant le temps en modifiant le préfacteur de la loi de puissance. En prenant  $r_0 = 3$  mm dans le modèle, conformément aux observations expérimentales

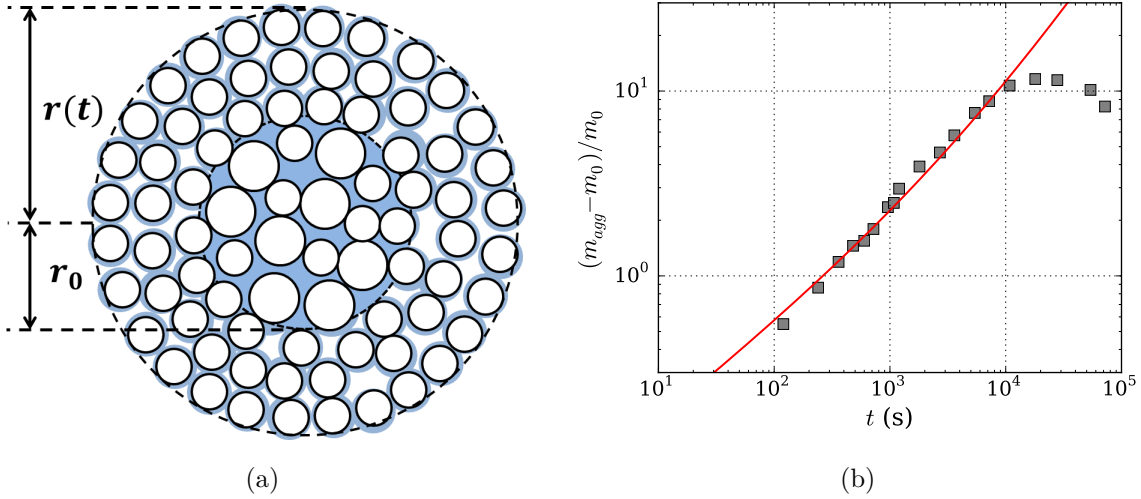


Fig. 5.9 (a) Schématisation du transport de liquide du cœur saturé de l'agrégat vers la périphérie. Le liquide se déplace le long des grains, créant une porosité secondaire plus faible que la porosité de l'empilement, caractérisée par une perméabilité  $k_{eff}$ . (b) Comparaison de la dynamique temporelle de croissance d'un agrégat sable-glycérol ( $V = 50 \mu\text{L}$ , carré gris) avec la prédiction théorique issue du modèle d'imbibition capillaire [Eqs. (5.2.14) et (5.2.12)] (trait plein rouge) avec  $r_0 = 3 \text{ mm}$ . Une bonne superposition des courbes est obtenue pour  $\Delta p_c = 2\gamma(1/r_g^p - 1/r_g^g) = 1600 \text{ Pa}$ , correspondant à  $r_g^p = 50 \mu\text{m}$ ,  $r_g^g = 150 \mu\text{m}$  et  $k_{eff} = 5.10^{-13} \text{ m}^2$ .

pour  $V = 50 \mu\text{L}$ , la prédiction théorique correspond bien aux mesures expérimentales. Une bonne superposition est obtenue en prenant  $\Delta p_c = 2\gamma(1/r_g^p - 1/r_g^g) = 1600 \text{ Pa}$ , pour un rayon de petits grains  $r_g^p = 50 \mu\text{m}$  et un rayon de gros grains  $r_g^g = 150 \mu\text{m}$ , et une perméabilité effective  $k_{eff} = 5.10^{-13} \text{ m}^2$ , qui sont des valeurs plausibles compte tenu de la distribution de taille de grains utilisée expérimentalement ( $d_g = 60 - 300 \mu\text{m}$ ).

L'accord entre le modèle théorique et les données expérimentales semble indiquer que la dynamique de croissance d'un agrégat isolé dans un écoulement granulaire dense résulte de l'imbibition capillaire radiale d'un matériau granulaire insaturé à partir d'une source sphérique large de volume fini. Dans ce cas, la croissance de l'agrégat est limitée par le déplacement visqueux du liquide dans le réseau granulaire et non par le taux de capture des grains. Le mouvement des grains avoisinant l'agrégat est cependant essentiel pour générer les gradients de pression, nécessaires à la mise en mouvement du fluide, en favorisant la sélection et le collage de petits grains en périphérie de l'agrégat. La compréhension de cette dynamique n'est pour autant pas complète puisque le support et le moteur du transport de liquide reste sujet à discussion. La valeur de la perméabilité, plus faible que celle du matériau granulaire s'il était saturé laisse à penser que le liquide s'écoule entre les grains, à travers un réseau moins perméable mais suffisamment étroit pour permettre le passage de petites quantités de liquide.

À la suite de cette phase de croissance, l'expansion de l'agrégat commence à ralentir et la description précédente, supposant un réservoir infini de liquide dans le cœur saturé n'est plus pertinente. Nous décrivons dans la suite ce régime critique et l'évolution de l'agrégat au-delà de ce point.

### 5.2.3 Taille critique et érosion granulaire

Comme nous l'avons vu avec les agrégats constitués de grains de sable et d'eau, au-delà d'une certaine masse et d'une certaine taille, la croissance de l'agrégat ralentit fortement jusqu'à atteindre un état stationnaire. Les images réalisées par tomographie montrent que dans cet état critique,

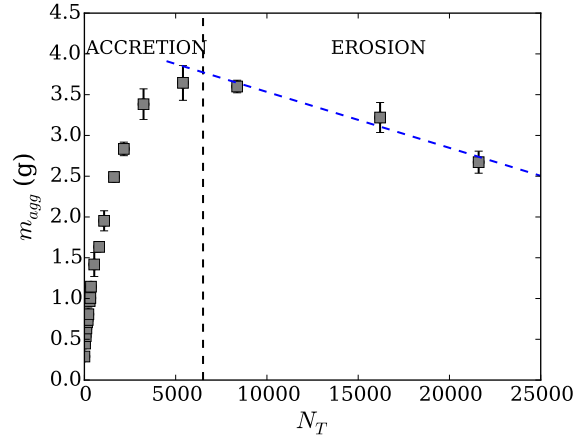


Fig. 5.10 Succession des phases d'accrétion puis d'érosion dans la dynamique d'évolution d'un agrégat de sable et de glycérol, en mouvement dans un écoulement granulaire. Le taux d'érosion est ajusté en pointillés bleus.

le cœur initialement saturé s'est en bonne partie vidé et que le liquide est réparti dans tout l'agrégat sous forme de ponts capillaires plus ou moins connectés. Dans le cas du mélange sable-glycérol, l'augmentation maximale de masse de l'agrégat atteint dix fois celle de l'agrégat initial (contre trois seulement pour l'eau). La fraction volumique de liquide  $W$  dans l'agrégat vaut alors  $W_0 m_0 / (m_{agg} - m_0)$  où  $W_0$  est la fraction volumique de liquide dans l'agrégat initial saturé égale à  $(1 - \phi) / \phi = 0,43$ . La taille critique  $W \simeq 0,05$ , correspond au seuil de percolation relevé par Scheel *et al.* [41] (transition pendulaire - funiculaire). En dessous de ce seuil, les transferts de liquide deviennent très difficiles et la croissance s'arrête. Par ailleurs, l'agrégat est susceptible d'être érodé par l'écoulement des grains [129]. Cette phase d'érosion est aisément observable pour les agrégats composés de grains de sable et de glycérol, dans lesquels le liquide ne peut pas s'évaporer au cours de l'expérience, permettant des expériences très longues. La Fig. 5.10 reporte à nouveau l'évolution de la masse de l'agrégat en fonction du temps pour des mélanges sable-glycérol.

Le taux d'érosion relevé ici est assez faible (de l'ordre de  $0,02 \text{ mg.s}^{-1}$ , soit  $10^{-2}$  couche/s) en raison de la faible inertie des grains secs interagissant avec l'agrégat et de l'importante viscosité du liant liquide. Les taux mesurés sont néanmoins comparables aux valeurs relevées pour un système similaire [129]. Ce type de dynamique par accrétion/érosion a déjà été observée par [133] dans des expériences d'agrégats statiques en tambour tournant (cf. Chap 1). En utilisant des grains plus gros et plus denses, pour lesquels les taux d'érosion sont plus élevés, les auteurs ont pu suivre toute la dynamique d'érosion et constatent notamment une accélération de l'érosion lorsque le rayon de l'agrégat tend vers zéro. Compte tenu des observations effectuées par tomographie, on peut associer cette accélération finale à la migration du liquide ayant quitté le cœur de l'agrégat pour la périphérie, le rendant du même coup moins cohésif.

Notons par ailleurs qu'avec de l'eau (dopée au  $\text{ZnI}_2$ ), le seuil de percolation évoqué plus haut n'est jamais franchi. L'agrégat est érodé avant même d'avoir atteint cet état car les taux d'érosion sont trop élevés, ce qui est imputable à la plus faible viscosité et la plus faible cohésion capillaire induite par la solution aqueuse d'iodure de zinc. Cette compétition entre accrétion et érosion se traduit par l'état stationnaire constaté précédemment dans lequel la masse de l'agrégat reste constante au cours du temps.

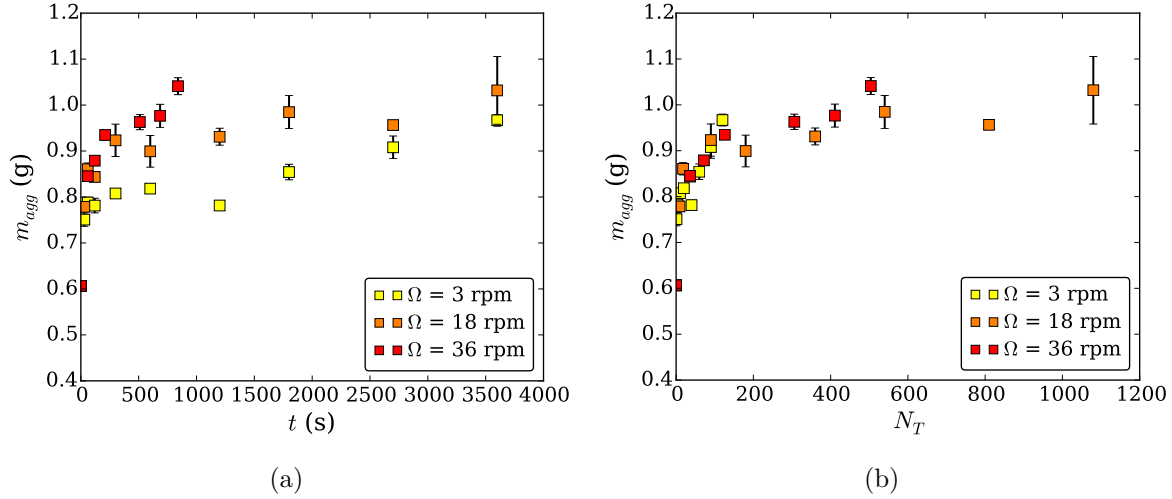


Fig. 5.11 (a) Évolution de la masse d'agrégats constitués de billes de verre, de diamètre  $d_g = 200 - 250 \mu\text{m}$ , et d'eau pure en fonction du temps, pour différentes vitesses de rotation  $\Omega$ . (b) Évolution de la masse d'agrégats en fonction du nombre de tours de tambour, pour différentes vitesses de rotation  $\Omega$  du tambour. Notons que l'agrégat ne croît pas avec la solution aqueuse de  $\text{ZnI}_2$  utilisée dans les expériences avec les grains de sable.

### 5.3 Conclusion et perspectives

Dans ce chapitre, nous avons étudié l'évolution d'un agrégat isolé dans un écoulement granulaire dense. Au moyen d'expériences en tambour tournant, nous avons pu mettre en évidence l'existence d'une phase de croissance au cours de laquelle l'agrégat capte des grains par accréation, jusqu'à atteindre une taille critique et entrer dans une phase de régression durant laquelle l'agrégat est érodé par l'écoulement environnant. La tomographie par rayons X a montré qu'au cours de la phase de croissance, le cœur de l'agrégat, initialement saturé en liquide, sert de réservoir de liquide pour le collage des grains en périphérie. Ce dernier se vidange et le liquide se répand dans l'agrégat en formant un réseau de ponts capillaires assurant la cohésion de la structure. L'agrégat passe donc d'un état capillaire à un état pendulaire.

La phase de croissance peut être modélisée en supposant qu'elle est limitée par le déplacement visqueux du liquide, bien que la mobilité des grains environnants soit nécessaire pour la capture. Le déplacement du fluide, du cœur vers la périphérie de l'agrégat, résulte de la capture de petits grains générant des dépressions capillaires élevées. En utilisant un modèle d'imbibition capillaire radiale depuis une source finie, nous avons déterminé une solution théorique prédisant correctement la loi d'échelle décrivant la hausse de masse relevée expérimentalement.

Ce travail reste cependant très préliminaire et de nombreux points restent à éclaircir afin de comprendre complètement le phénomène. La question du support du transport de liquide reste notamment un point d'ombre. La réalisation des mêmes expériences de croissance d'agrégat avec des billes de verre faiblement polydisperses ( $d_g = 200 - 250 \mu\text{m}$ ) conduit par ailleurs à des croissances extrêmement faibles par rapport à celles reportées avec des grains de sable [voir Fig. 5.11(a)]. Cette dynamique ralentie semble être une confirmation de la nécessité de capter des plus petits grains, ce que la faible polydispersité restreint mais reflète également la moindre efficacité de capture des grains, comme nous l'avons discuté dans le chapitre 3. La vitesse de rotation du tambour est également un paramètre important puisqu'il influe sur l'épaisseur de la couche de grains en écoulement, mais que nous n'avons pas traité dans cette étude. Les quelques expériences réalisées avec les billes de verre pour différentes valeurs de  $\Omega$  semblent cependant indiquer une absence d'effet, ce qui signifie que la dynamique de croissance est contrôlée, au premier ordre, par le nombre d'avalanches

et non par le temps de séjour [Fig. 5.11(b)].

Ces différents résultats présentent un intérêt certain pour les procédés de granulation à bas taux de cisaillement, utilisés traditionnellement pour produire de gros agrégats à partir de grains d'une centaine de micromètres. Une meilleure maîtrise de la croissance des agrégats et de leur structure pourrait permettre d'envisager des agglomérations mieux contrôlées ou avec des compositions plus complexes.



# Chapitre 6

## Imprégnation et entrainement d'air dans un jet granulaire dense

### Sommaire du chapitre

---

<b>6.1</b>	<b>Du jet granulaire dense au matériau poreux</b>	<b>120</b>
<b>6.2</b>	<b>Dispositif expérimental et phénoménologie</b>	<b>121</b>
6.2.1	Dispositif expérimental	121
6.2.2	Phénoménologie	123
<b>6.3</b>	<b>Régime transitoire d'imprégnation</b>	<b>124</b>
6.3.1	Dynamique d'imprégnation	124
6.3.2	Modèle d'imbibition 1D	125
<b>6.4</b>	<b>Étude expérimentale du front stationnaire</b>	<b>128</b>
6.4.1	Morphologie du front d'imprégnation	128
6.4.2	Effet de la mouillabilité des grains	130
<b>6.5</b>	<b>Modélisation théorique du front stationnaire</b>	<b>131</b>
6.5.1	Équation de Forchheimer	132
6.5.2	Profil du front d'imbibition	132
6.5.3	Validation du modèle : Imbibition horizontale sous immersion	133
6.5.4	Confrontation du modèle à la forme des fronts 2D expérimentaux	136
6.5.5	Origine et évolution de la profondeur d'imprégnation $h_0$	137
<b>6.6</b>	<b>Simulation numérique du profil d'imprégnation en régime stationnaire</b>	<b>139</b>
6.6.1	Principe de la méthode numérique	139
6.6.2	Grains non-mouillants - $\tilde{p}_c = 0$	141
6.6.3	Grains mouillants - $\tilde{p}_c > 0$	144
6.6.4	Conclusion et récapitulatif	146
<b>6.7</b>	<b>Du matériau poreux modèle au jet granulaire dense</b>	<b>147</b>
6.7.1	Jet libre et jet confiné	147
6.7.2	Sélection de la vitesse de vidange	150
6.7.3	Influence de la mouillabilité des grains	153
<b>6.8</b>	<b>Conclusion</b>	<b>154</b>

---

Ce chapitre traite de la pénétration d'un jet granulaire dense dans un réservoir d'eau. À la différence d'un fluide classique, le jet granulaire adopte un comportement singulier : il s'imprègne progressivement tout en emportant de l'air au sein du liquide environnant. Dans un premier temps nous exposerons la démarche de notre étude consistant à modéliser le jet granulaire dense, dans sa phase d'immersion, par un matériau poreux plongé dans un bain à vitesse imposée. Le dispositif



expérimental permettant d'étudier la morphologie du front d'imprégnation sera détaillé dans la section 6.2. Ce front est caractérisé par l'apparition d'une forme stationnaire après un régime transitoire court. Ce régime transitoire fera l'objet de la section 6.3 où nous montrerons que la dynamique est limitée par l'écoulement vertical entrant par le fond du matériau poreux. Les sections 6.4 et 6.5 seront consacrées à la description expérimentale et la modélisation analytique du front stationnaire d'imprégnation. L'effet de la mouillabilité des grains et de la réorientation des écoulements sera notamment discuté afin de comprendre l'origine de la forme du profil. Dans la section 6.6, nous introduirons une méthode numérique développée pour pousser plus loin la modélisation théorique, en considérant des écoulements plus complexes dans le milieu poreux lors de son immersion. Enfin, dans la dernière section 6.7, nous reviendrons sur le problème du jet afin de comparer les observations expérimentales à celles effectuées dans le cas des matériaux poreux et de discuter les différences.

## 6.1 Du jet granulaire dense au matériau poreux

L'entrée d'un écoulement granulaire dense dans un liquide est une situation classique pour mélanger des grains à un liquide. En effet, le gâchage du plâtre ou la préparation du mortier pour carrelage se fait en versant la préparation sèche directement dans un réservoir d'eau avant de mélanger énergiquement l'ensemble. L'étape d'incorporation est donc primordiale puisque cette phase conditionne l'obtention d'un mélange final homogène. Comprendre et modéliser l'interaction entre les grains et le liquide au moment de la pénétration de l'écoulement dense permettrait de mieux prédire les transferts possibles entre l'écoulement granulaire et le liquide (énergie, quantité de mouvement, matière). Ces transferts sont particulièrement importants dans le cadre des écoulements géophysiques, s'établissant à grande échelle cette fois. On peut citer notamment la prédiction de l'amplitude des vagues générées par un effondrement granulaire [16, 17, 18, 19], dont nous avons discuté précédemment, dans le chapitre 1.

L'impact d'un jet granulaire dense sur une surface a attisé la curiosité des physiciens depuis quelques dizaines d'années, en raison des analogies possibles entre les matériaux granulaires et les liquides classiques. Dans cet esprit, Cheng *et al.* [199] ont réalisé des expériences de "nappes liquides" (type cloches de Savart [200]) en faisant impacter un jet dense de grains sur un obstacle. Les auteurs ont notamment mis en évidence un comportement de fluide dénué de tension de surface. Cette situation d'impact d'un jet sur une surface solide a également été modélisée numériquement en utilisant des méthodes discrètes [201]. Cependant, rares sont les travaux qui explorent l'impact d'un jet granulaire dans un liquide. Si le comportement des écoulements granulaires immergés, dans un fluide interstitiel visqueux, a fait l'objet de plusieurs travaux, tant expérimentaux que numériques [54, 202, 203, 204, 205], la transition entre l'écoulement sec et l'écoulement immergé reste méconnue. On peut néanmoins citer le travail expérimental sur l'impact et la pénétration d'un projectile granulaire dans un liquide [206] qui a mis en lumière l'influence critique de la fragmentation du matériau granulaire dans l'interaction avec le liquide.

L'étude de la pénétration d'un jet granulaire dans un liquide est un sujet délicat de par la structure du jet elle-même. En effet, contrairement à un fluide non miscible qui interagirait avec le liquide sans se mélanger, le matériau granulaire, s'il est hydrophile, s'imprègne en traversant le bain. Le couplage entre le jet et le liquide est donc complexe et s'effectue aussi bien à l'échelle macroscopique du jet qu'à l'échelle du grain qui se mouille. Pour simplifier la situation, nous nous focalisons sur la phase de pénétration du jet comme représentée sur la Fig. 6.1. Cette série de photographies illustre les premiers instants de l'entrée dans l'eau d'un jet dense de billes de verre de diamètres  $d_g = 800 - 1300 \mu\text{m}$ . Au moment de la traversée de l'interface liquide-air, le jet reste compact, déforme l'interface et commence à s'imprégner. Un front d'imprégnation en forme de V apparaît et marque la délimitation entre la région imprégnée par le liquide, en périphérie, et la région sèche au centre qui entraîne de l'air. Ce n'est qu'une fois imprégnés que les grains

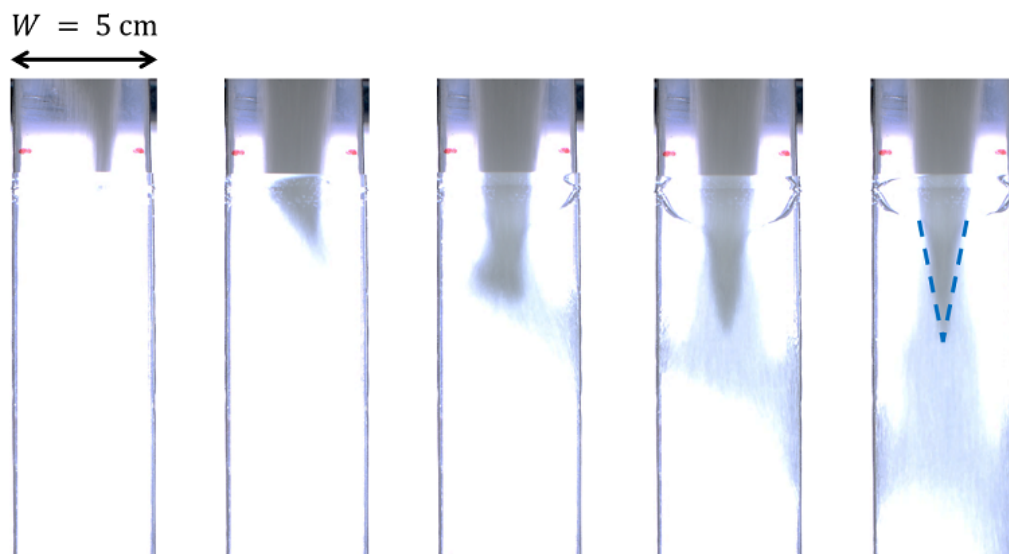


Fig. 6.1 Série de photographies de l'entrée dans l'eau d'un jet dense de billes de verre ( $d_g = 800 - 1300 \mu\text{m}$ ). Le jet est confiné entre 2 plaques parallèles de PMMA de 5 cm de largeur, séparées de 12 mm, orthogonalement au plan de la photo. Une durée de 33 ms sépare chaque cliché.

commencent à se disperser dans le liquide et que le jet se délite.

Dans ce chapitre, nous modélisons la phase de pénétration d'un jet granulaire dense dans un liquide par un matériau poreux compact, constitué des mêmes grains, plongeant dans un liquide à une vitesse constante. Cette modélisation expérimentale permet d'étudier la dynamique d'imprégnation dans le matériau granulaire et la morphologie du front d'imprégnation. Ce front caractérise l'entraînement d'air dans le liquide par les grains en écoulement. Ce phénomène est particulièrement néfaste pour les applications industrielles qui visent à obtenir un mélange granulaire humide homogène en limitant au maximum l'apparition de bulles d'air, source d'hétérogénéités spatiales. L'entraînement d'air est également important en géophysique car il peut modifier la quantité de mouvement transférée d'un matériau granulaire à un liquide lors de l'immersion de ce dernier.

## 6.2 Dispositif expérimental et phénoménologie

### 6.2.1 Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental est composé d'un moteur linéaire translatant un matériau poreux dans une cuve remplie de liquide comme illustré sur la Fig. 6.2(a). Le milieu poreux est constitué de billes de verre sphériques ensilées dans une cellule parallélépipédique transparente de 40 cm de long et de largeur  $W$  variable de 5, 10 ou 20 cm [Fig. 6.2(b)]. La cellule est composée de deux plaques de PMMA transparentes mises en regard avec un entrefer de 12 mm. Les parois latérales et inférieure sont constituées d'une grille métallique d'ouverture  $250 \mu\text{m}$ , perméable au liquide mais pas aux grains qui ont un diamètre supérieur<sup>1</sup>. La faible épaisseur de la cellule permet de visualiser les fronts d'imprégnation se propageant dans le matériau poreux par contraste de transmission de la lumière émise par un panneau LED placé derrière la cuve. Un exemple de front d'imprégnation visualisé par cette méthode est présenté sur le Fig. 6.2(c).

1. L'influence de l'ouverture de la grille sera discutée dans la section 6.5.5.

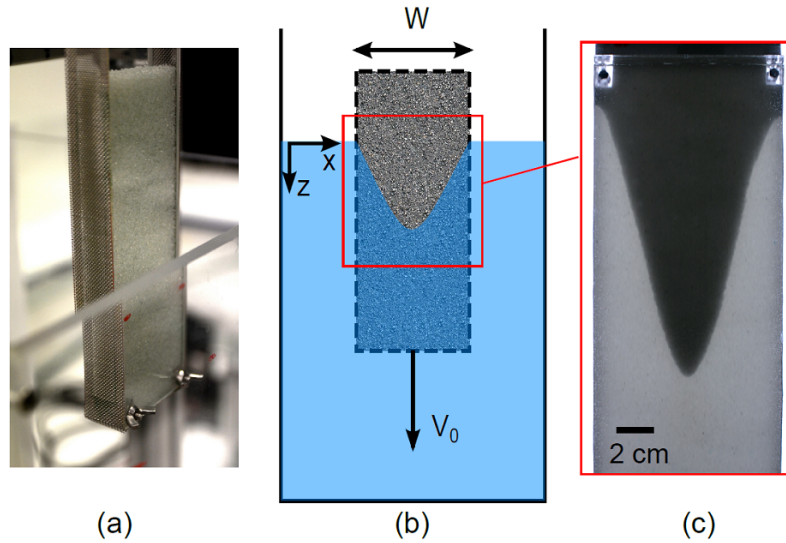


Fig. 6.2 (a) Photographie du matériau poreux modèle, composé d'une cellule en PMMA remplie de billes de verre. Les parois latérales et inférieures sont composées d'une grille métallique d'ouverture  $250 \mu\text{m}$ . (b) Schéma du dispositif expérimental. La vitesse de translation  $V_0$  est imposée par un moteur linéaire vertical. (c) Exemple d'un front stationnaire d'imprégnation dans un matériau poreux en translation dans une cuve remplie d'eau. Le matériau est éclairé par un panneau LED placé derrière la cellule et la cuve. La zone claire est complètement saturée en eau alors que la zone sombre est composée de grains secs.

Le matériau poreux est translaté verticalement à une vitesse constante  $V_0$  variant entre  $1 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$  et  $150 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ . La dynamique d'imprégnation est enregistrée par une caméra standard (Nikon D7100 équipé d'un objectif de focal  $35 \text{ mm}$ ) à une fréquence de  $30 \text{ im/s}$  et analysée par un traitement d'image pour extraire la forme du front et son évolution temporelle.

Le matériau poreux est préparé en remplissant la cellule avec les billes de verre puis en les compactant en tapotant une quinzaine de fois la cellule. Cette étape permet d'atteindre une compaction élevée qui minimise la porosité et de préparer le milieu poreux de façon reproductible, comme indiquée dans le chapitre 2. Des lots de billes de verre de différentes tailles et de différentes mouillabilités sont utilisés afin de modifier les propriétés des matériaux poreux étudiés. Les billes de verre natives présentent un angle de contact entre  $30^\circ$  et  $45^\circ$ . Cet angle de contact peut être modifié par un revêtement de peinture (grains en provenance de Sigmund Lindner) et monte jusqu'à  $75^\circ$ . Le tableau 6.1 récapitule les différents paramètres caractérisant les matériaux poreux (angle de contact  $\theta$ , perméabilité  $k_1$ , compacité  $\phi$ ). La mesure de la perméabilité est réalisée à bas nombre de Reynolds, dans un régime où l'équation de Darcy est valable. Une autre mesure de perméabilité peut être réalisée à haut nombre de Reynolds afin de déterminer la valeur du coefficient de Forchheimer  $\beta$  requis pour modéliser les écoulements en milieux poreux à plus haut Reynolds [88, 92, 93]. Cette valeur est notée  $k_2$  dans le tableau 6.1. La méthode de mesure sera détaillée dans la section 6.5. Enfin, une troisième valeur est utilisée pour ajuster les prédictions théoriques aux résultats expérimentaux. Cette valeur, notée  $k$  dans le tableau 6.1, sera utilisée dans la suite du chapitre. La différence entre les valeurs expérimentales et les valeurs optimales dans les modèles est relativement faible pour des mesures de perméabilité (moins de 20 %) et peut s'expliquer par une préparation légèrement différente du matériau poreux entre la cellule expérimentale et le dispositif de mesure, qui n'ont pas la même géométrie, ce qui peut générer des différences de compaction entre les deux systèmes.

$d_g$ ( $\mu\text{m}$ )	$k_1$ ( $10^{-10}$ m <sup>2</sup> )	$k_2$ ( $10^{-10}$ m <sup>2</sup> )	$k$ ( $10^{-10}$ m <sup>2</sup> )	$\beta$ ( $10^5$ m <sup>-1</sup> )	$\theta$ ( $^\circ$ )	$\phi$
300 – 380	0,8	0,8	0,7	3,1	$42 \pm 5$	0,59
400 – 460	1,0	1,3	1	1,4	$33 \pm 5$	0,61
800 – 1300	11,6	12,1	10	0,1	$45 \pm 5$	0,62
140 – 320	5,5	-	-	-	$76 \pm 5$	0,60
280 – 420	1,1	-	-	-	$72 \pm 5$	0,61

Table 6.1 Propriétés des grains composant les matériaux poreux utilisés pour les expériences. La valeur  $k_1$  est obtenue expérimentalement en supposant que l'équation de Darcy est valable, les valeurs  $k_2$  et  $\beta$  sont déterminées en s'appuyant sur l'équation de Forchheimer (paragraphe 6.5.1) et la valeur  $k$  correspond à la valeur permettant un meilleur ajustement des données expérimentales.

## 6.2.2 Phénoménologie

Une séquence de photographies issues d'une expérience typique est présentée sur la Fig. 6.3 pour des billes de verre de diamètres 400-460  $\mu\text{m}$  ensilées dans une cellule de largeur  $W = 10$  cm immergée à une vitesse de 30  $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$ . Lorsque le milieu poreux est plongé dans le liquide, de l'air est entraîné par la porosité du matériau et le liquide pénètre, à la fois latéralement et verticalement dans les pores, créant un front d'imprégnation qui sépare la partie du matériau envahie par le fluide (en gris clair) et la partie sèche (en noir). La dynamique d'imprégnation est caractérisée par une phase transitoire pour un temps  $t < \tau$ , au cours de laquelle le front d'imprégnation progresse dans le milieu poreux, en translation, en changeant de forme. Au-delà, pour un temps  $t > \tau$ , le profil devient stationnaire dans le référentiel du laboratoire et adopte une forme de V arrondi.

Ces fronts d'imprégnation rappellent ceux observés lors de l'immersion de surfaces poilues synthétiques étudiées en vue de comprendre les problématiques d'entraînement d'air dans les fourrures animales [207]. De la même manière, l'industrie textile ou celle des matériaux composites regorgent d'exemples d'applications nécessitant de plonger des matériaux fibreux dans des liquides pour les recouvrir d'un revêtement [208, 209], on parle alors d'enduction de fibres. Ces problèmes sont cependant différents de celui du matériau granulaire car les matériaux fibreux induisent une forte anisotropie qui oriente les écoulements de liquide [207].

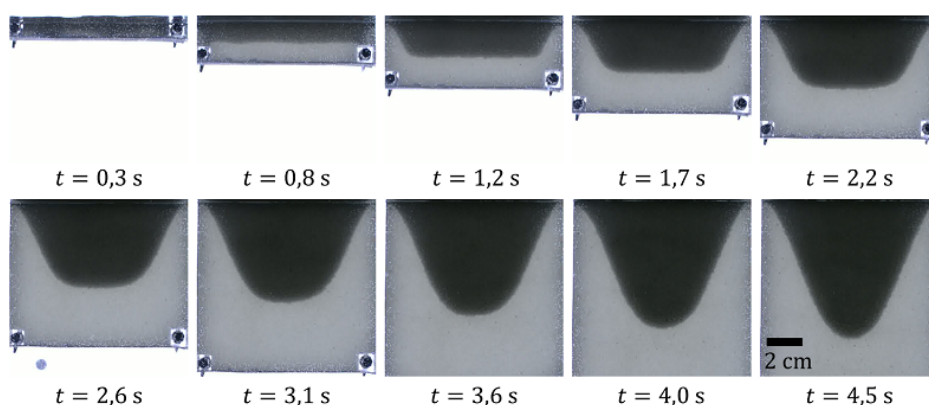


Fig. 6.3 Série temporelle d'un matériau poreux de largeur  $W = 10$  cm composé de grains de diamètre  $d_g = 400 - 460$   $\mu\text{m}$ , plongé dans l'eau à une vitesse  $V_0 = 30$   $\text{mm}/\text{s}$  durant le régime transitoire. L'origine du temps est prise lorsque la partie inférieure du matériau poreux touche la surface de l'eau.

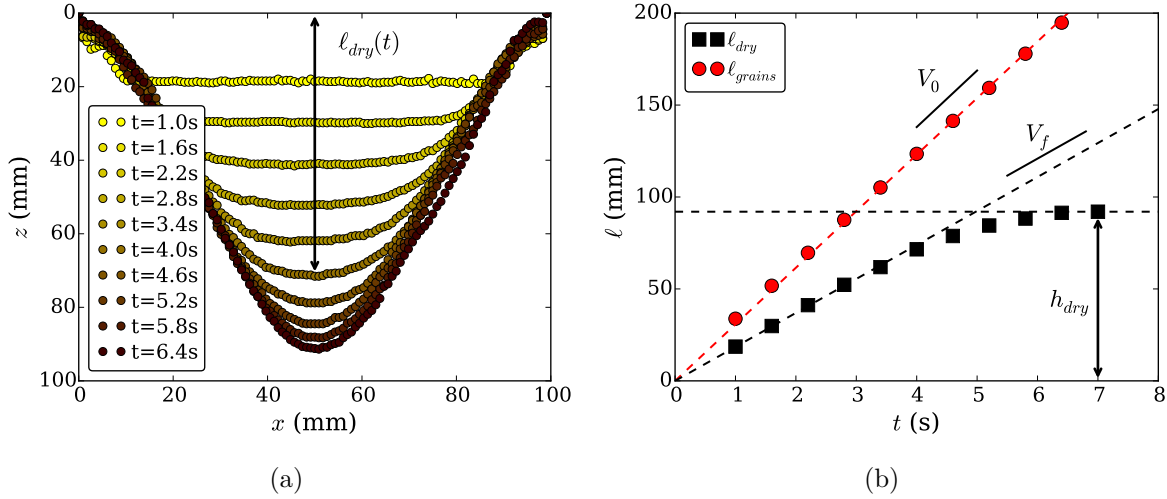


Fig. 6.4 (a) Profils d'imprégnation durant le régime transitoire, issus de l'expérience présentée dans la Fig. 6.3, à différents instants. (b) Évolution de la longueur d'air  $\ell_{dry}$  entraînée sous la surface du réservoir de liquide. La longueur  $\ell_{grains}$  correspond à la longueur de matériau poreux emportée sous la surface de liquide.

### 6.3 Régime transitoire d'imprégnation

Dans cette partie, nous nous intéressons au régime transitoire, pour  $t < \tau$ , caractérisé par une évolution continue du front d'imprégnation avant d'atteindre le régime stationnaire.

#### 6.3.1 Dynamique d'imprégnation

Le régime transitoire est étudié en observant l'évolution temporelle du changement de forme du profil d'imprégnation. La forme du front d'imprégnation est reportée à différents instants sur la Fig. 6.4(a). Le profil évolue d'un front plat, à temps court, vers un front en forme de V, tout en gardant une pente constante. La dynamique transitoire est ainsi caractérisée par une augmentation de la longueur verticale d'air entraînée sous le niveau d'eau, notée  $\ell_{dry}(t)$ . L'évolution temporelle de  $\ell_{dry}(t)$  est reportée sur la Fig. 6.4(b) pour la même expérience. Cette longueur d'air entraînée augmente linéairement avec une vitesse  $V_f$  constante avant de saturer à une valeur constante correspondant à  $\ell_{dry}(t \rightarrow \infty) = h_{dry}$ , longueur maximale d'air entraînée par le matériau poreux lorsque le régime stationnaire est atteint.

En utilisant  $h_{dry}$  et  $\tau = h_{dry}/V_f$  comme échelles caractéristiques de longueur et de temps, on adimensionne la longueur  $\ell_{dry}$  et le temps  $t$  pour tous les résultats expérimentaux obtenus avec les différents lots de grains mouillants. La dynamique adimensionnée est représentée sur la Fig. 6.5. Une loi d'ajustement empirique permet de capturer cette dynamique avec seulement un paramètre d'ajustement :

$$\frac{\ell_{dry}}{h_{dry}} = f\left(\frac{t}{\tau}\right) \quad \text{avec} \quad f(\xi) = \left(1 - e^{-\xi^n}\right)^{1/n} \quad \text{et} \quad n \simeq 4.5. \quad (6.3.1)$$

Le régime transitoire est gouverné par l'imbibition provenant de la paroi inférieure du matériau poreux. En effet, le liquide envahit aussi le milieu poreux par les parois latérales en créant un front de pente constante, résultat de la compétition entre l'imprégnation par le liquide et la translation du matériau poreux dans le liquide. Le régime stationnaire est atteint lorsque les deux fronts latéraux se rejoignent et aboutissent à une forme de V. Avant ceci, la longueur d'imprégnation  $\ell_{dry}$  est limitée par les écoulements 1D verticaux. Par conséquent, le régime transitoire et l'augmentation

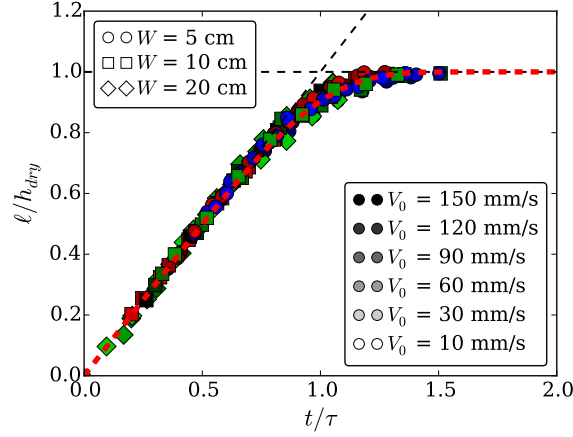


Fig. 6.5 Longueur adimensionnée d'air entraînée sous la surface du réservoir de liquide  $\ell/h_{dry}$  en fonction du temps adimensionné  $t/\tau$ . Ce graphique résume les résultats de 30 jeux de paramètres (tailles de grains, largeurs de cellule, vitesses d'immersion). Les expériences avec billes de verre de diamètre  $d_g = 300 - 380 \mu\text{m}$ ,  $d_g = 400 - 460 \mu\text{m}$  et  $d_g = 800 - 1300 \mu\text{m}$  sont tracées en bleu, rouge et vert respectivement. La courbe en pointillé rouge correspond à l'ajustement empirique de l'Eq. (6.3.1).

linéaire de  $\ell_{dry}(t)$  avant la saturation peuvent être modélisés en considérant l'imbibition dans un matériau poreux 1D uniforme déplacé verticalement dans un bain de liquide.

### 6.3.2 Modèle d'imbibition 1D

On considère un matériau poreux 1D vertical (dont les parois sont imperméables) translaté dans un bain liquide à une vitesse constante  $V_0$  (Fig. 6.6). Le matériau poreux est caractérisé par sa perméabilité  $k$ , sa porosité  $\varepsilon$ , le diamètre de grains moyen  $\bar{d}_g$  et l'angle de contact  $\theta$  entre les billes de verre et le liquide. On note  $p_c$  le saut de pression capillaire au niveau du front d'imprégnation [91, 97] :

$$p_c = \frac{4\gamma \cos \theta}{\bar{d}_g}, \quad (6.3.2)$$

avec  $\gamma$  la tension de surface entre l'eau et l'air. Comme discuté dans l'introduction, la pression capillaire motrice est associée au diamètre des grains qui limite le déplacement du fluide. Le nombre de Reynolds calculé sur la taille des grains s'écrit :

$$Re_p = \frac{\rho u \bar{d}_g}{\eta}, \quad (6.3.3)$$

avec  $\rho$  la densité du fluide,  $\eta$  la viscosité dynamique du fluide et  $u$  la vitesse caractéristique dans les pores. Dans le régime transitoire étudié dans cette partie,  $u$  vaut typiquement 10 mm/s, donc  $Re_p$  varie entre 1 et 10 en fonction de la taille des grains étudiés. Dans cette gamme de nombres de Reynolds, l'écoulement du fluide dans le milieu poreux est modélisé par l'équation de Darcy :

$$\mathbf{u}_{Darcy} = (1 - \phi)\mathbf{u}_p = -\frac{k}{\eta}(\nabla p - \rho\mathbf{g}) \quad (6.3.4)$$

où  $\mathbf{u}_p$  est la vitesse moyenne du liquide dans le milieu poreux. Le fluide est à la fois mobilisé par la dépression capillaire à l'interface liquide-air et par la surpression hydrostatique liée à l'enfoncement du matériau poreux dans le fluide.

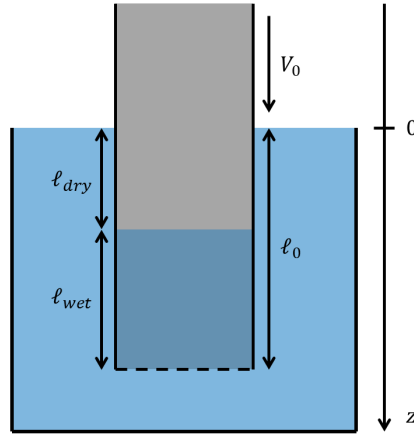


Fig. 6.6 Schéma de l'imbibition dans un matériau poreux 1D translaté dans un liquide à une vitesse  $V_0$ . L'imprégnation des grains ne se fait que suivant la direction  $z$ .

On note  $\ell_0$  la position du front du matériau poreux qui représente la longueur totale de matériau immergée sous la surface libre. Cette longueur peut être décomposée en une partie imbibée notée  $\ell_{wet}$  et une partie sèche  $\ell_{dry}$  qui matérialise l'entraînement d'air sous la surface libre de liquide (Fig. 6.6). Le matériau poreux étant translaté à vitesse constante  $V_0$ , on peut écrire

$$\ell_0 = V_0 t = \ell_{dry} + \ell_{wet}. \quad (6.3.5)$$

L'équation de Darcy (6.3.4) unidirectionnelle, projetée suivant  $z$ , s'écrit

$$\frac{d\ell_{wet}}{dt} = \frac{k}{\eta(1-\phi)} \left( \frac{p_c + \rho g \ell_0}{\ell_{wet}} - \rho g \right). \quad (6.3.6)$$

en associant la vitesse du fluide à l'échelle du pore à la vitesse de déplacement de l'interface sèche-humide  $u_p = d\ell_{wet}/dt$ . On note  $V^*$  la vitesse caractéristique d'imbibition sous gravité définie par :

$$V^* = \frac{k\rho g}{\eta(1-\phi)}. \quad (6.3.7)$$

Cela permet d'introduire la longueur adimensionnée  $L_{wet} = \ell_{wet}/h_J$  et le temps adimensionné  $T = tV^*/h_J$ , où  $h_J$  est la hauteur de Jurin définie par l'équilibre entre la force capillaire et le poids, tel que  $h_J = p_c/\rho g$ . Il s'agit de l'adimensionnement classique utilisé pour la détermination de la dynamique de Lucas-Washburn [99]. L'Eq. (6.3.6) devient alors

$$\frac{dL_{wet}}{dT} = \frac{1 + (V_0/V^*)T}{L_{wet}} - 1. \quad (6.3.8)$$

La résolution analytique complète de l'Eq. (6.7) est détaillée en annexe de ce chapitre. La dynamique d'imbibition théorique, obtenue numériquement, est tracée pour différentes valeurs de  $V_0/V^*$  sur la Fig. 6.7(a). Pour  $V_0/V^* = 0$ , on retrouve l'équation de Lucas-Washburn 1D [95, 98, 99, 100] discutée dans l'introduction, régissant l'imprégnation capillaire dans un matériau granulaire statique sous gravité. La dynamique du front est pilotée par la capillarité et suit une loi diffusive en  $t^{1/2}$  avant d'atteindre une hauteur critique due aux effets de gravité, correspondant à la hauteur de Jurin  $h_J$ . Pour une valeur modérée du rapport  $V_0/V^*$ , un régime capillaire est observé aux temps courts, puis la Fig. 6.7(a) montre un régime d'imprégnation à vitesse constante, dominé par la surpression hydrostatique. Ces vitesses de fronts à temps longs sont reportées sur le Fig. 6.7(b) en fonction de la vitesse d'immersion sans dimension  $V_0/V^*$ . Une expression analytique de la vitesse

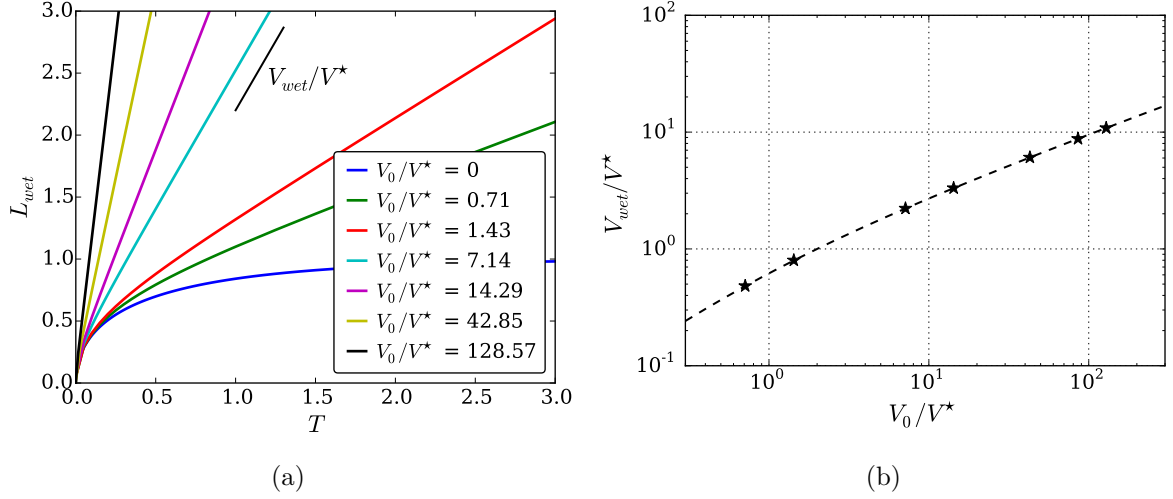


Fig. 6.7 (a) Solution numérique de l'Eq. (6.3.8), fournissant  $L_{wet}$  en fonction de  $T$ , pour différentes valeurs du rapport  $V_0/V^*$ . (b) Évolution de la vitesse d'imbibition  $V_{wet}/V^*$  en fonction de la vitesse d'immersion adimensionnée  $V_0/V^*$ . La ligne en pointillés noirs correspond à la solution de l'Eq. (6.3.10).

du front d'imprégnation  $V_{wet}$  peut être obtenue à temps long, c'est-à-dire pour  $(V_0/V^*)T \gg 1$ , à partir de l'Eq. (6.3.8). Le terme capillaire peut ainsi être négligé devant le terme hydrostatique :

$$\frac{dL_{wet}}{dT} = \left(\frac{V_0}{V^*}\right) \frac{T}{L_{wet}} - 1. \quad (6.3.9)$$

Cette équation admet une solution du type  $L_{wet} = \nu T$  avec  $\nu$  constant [209]. Cette famille de solutions est cohérente avec les observations expérimentales qui suggèrent que la vitesse de montée du front est constante dans le régime transitoire. En injectant cette solution dans l'Eq. 6.3.9, il vient

$$\nu^\pm = -\frac{1}{2} \pm \frac{1}{2} \sqrt{1 + 4 \left(\frac{V_0}{V^*}\right)}, \quad (6.3.10)$$

où seule la solution positive a un sens physique. Cette solution peut également être retrouvée en considérant le comportement à temps long de la solution implicite analytique complète que nous déterminerons en annexe de ce chapitre. L'expression (6.3.10) est tracée en pointillés noirs sur la Fig. 6.7(b). Ceci confirme bien que la dynamique à temps long est dominée par la pression hydrostatique et que la capillarité peut être négligée.

La vitesse  $V_{wet}$  décrit la vitesse du front d'imprégnation par rapport au fond du milieu poreux et est reliée à la vitesse de front  $V_f$ , mesurée expérimentalement par rapport à la surface libre du liquide :

$$V_f = V_0 - V_{wet}. \quad (6.3.11)$$

La vitesse du front normalisée  $V_f/V^*$  est reportée en fonction de la vitesse d'immersion normalisée  $V_0/V^*$  sur la Fig. 6.8. La prédiction théorique simplifiée issue de l'Eq. (6.3.10) est tracée en trait noir pointillé et comparée aux résultats expérimentaux pour différentes tailles de grains et différentes largeurs de matériaux poreux. Des données supplémentaires sont issues d'expériences d'imbibition sous immersion unidirectionnelle afin des les confronter aux résultats en 2D transitoire. Ces expériences consistent simplement à translater, à vitesse constante, un tube rempli de grains dans un réservoir de liquide. Les résultats tirés des expériences 1D et 2D se superposent sur une même courbe et sont bien prédits par le modèle analytique d'imprégnation unidirectionnelle verticale. Ce résultat confirme que le régime transitoire est gouverné par l'imprégnation par le bas de la cellule.



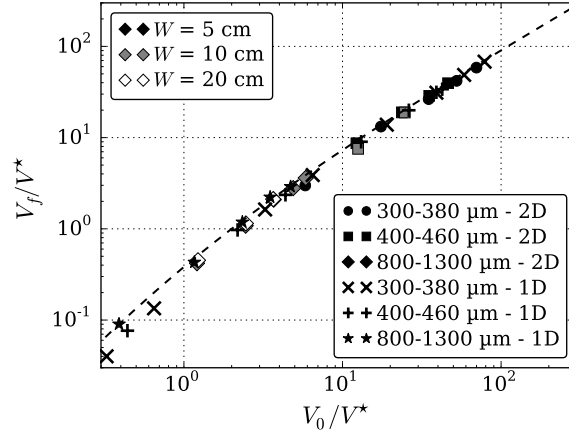


Fig. 6.8 Évolution de la vitesse du front  $V_f/V^*$  en fonction de la vitesse d'immersion  $V_0/V^*$  pour différentes tailles de grains et différentes largeurs de milieux poreux. Les données issues des expériences d'imprégnation verticale 1D sont également tracées.

Pour déterminer la durée de ce régime transitoire, il est maintenant nécessaire de comprendre l'imprégnation latérale. Ceci sera fait en s'intéressant aux profils stationnaires dans la partie suivante.

## 6.4 Étude expérimentale du front stationnaire

Nous étudions à présent le régime stationnaire atteint après la phase transitoire. Cet état stationnaire est caractérisé par un front stable et stationnaire dans le référentiel du laboratoire alors que le matériau poreux est toujours en translation dans le liquide. Ce front résulte de la compétition entre l'entraînement des fluides par la translation du milieu poreux et l'imprégnation par le liquide. Cette partie traite de la caractérisation expérimentale de la morphologie du front pour des matériaux poreux composés de grains mouillants puis non-mouillants.

### 6.4.1 Morphologie du front d'imprégnation

La morphologie du front d'imprégnation stationnaire est caractérisée par un profil en forme de V présentant un épaulement à proximité de la surface libre du bain de liquide ainsi qu'une courbure à la pointe du V [Fig. 6.9(a)]. La longueur maximale d'air entraînée sous la surface libre est notée  $h_{dry}$ . Afin de décrire le front d'imprégnation, on définit également  $\theta$  l'angle de demi-ouverture du profil du front d'imprégnation tel que  $1/\tan\theta$  est la pente du profil du front en V et  $R_c$  le rayon de courbure de la pointe du profil. Le rayon de courbure est calculé en ajustant le centre du profil d'imprégnation par une fonction parabolique et en extrayant sa courbure locale. Les mesures de l'angle  $\theta$  et du rayon de courbure  $R_c$  sont décrites sur la Fig. 6.9.

L'évolution des valeurs de  $\tan\theta$ , mesurées pour chaque profil de front stationnaire en V, est reportée sur la Fig. 6.10(a) en fonction de la vitesse d'immersion adimensionnée  $V_0/V^*$  pour différents diamètres de grains et différentes largeurs de cellule. Les données expérimentales se regroupent correctement sur une courbe unique, démontrant que l'équilibre entre la pénétration du fluide dans le milieu poreux et la translation du matériau poreux conduit à une forme spécifique du front d'imprégnation. Les données expérimentales suivent une loi de puissance de la vitesse, d'exposant  $\alpha$ , tel que :

$$\tan\theta \propto \left(\frac{V_0}{V^*}\right)^\alpha \quad \text{avec} \quad \alpha = -0,65. \quad (6.4.1)$$

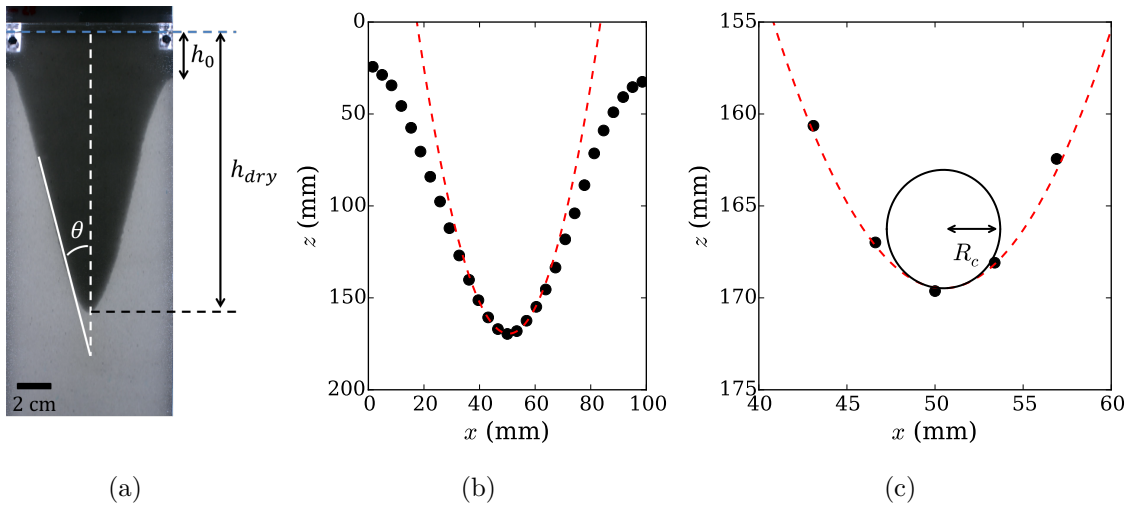


Fig. 6.9 (a) Photographie d'un front d'imprégnation stationnaire ( $d_g = 400 - 460 \mu\text{m}$ ,  $W = 10 \text{ cm}$ ,  $V_0 = 60 \text{ mm.s}^{-1}$ ). (b) Profil du front extrait à partir d'une expérience. La ligne en pointillés rouges correspond à un ajustement parabolique du centre du profil. (c) Agrandissement de la pointe du profil. La parabole permet de mesurer le rayon de courbure  $R_c$ .

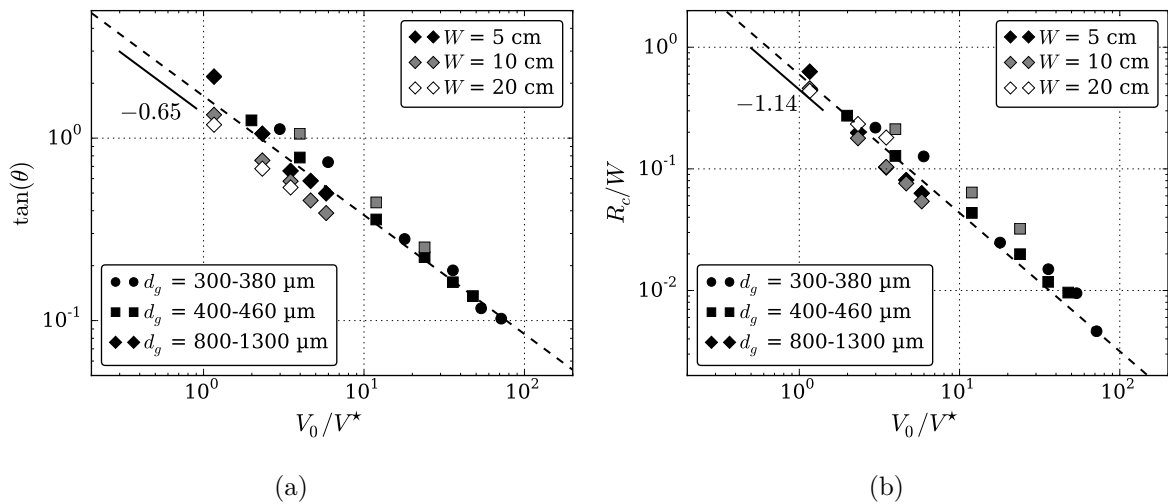


Fig. 6.10 (a) Évolution de la pente principale  $\tan \theta$  du profil stationnaire d'imprégnation en fonction de la vitesse d'immersion adimensionnée  $V_0/V^*$  pour différents matériaux poreux mouillants et différentes largeurs de cellule. (b) Évolution du rayon de courbure du profil d'imprégnation  $R_c$ , adimensionné par la largeur de la cellule  $W$ , en fonction de la vitesse d'immersion adimensionnée  $V_0/V^*$ .

De la même manière, les rayons de courbure  $R_c$  mesurés à la pointe des profils d'imprégnation sont tracés sur la Fig. 6.10(b) en fonction de  $V_0/V^*$ . En adimensionnant  $R_c$  par la largeur  $W$  du matériau poreux, on obtient une bonne superposition des points expérimentaux. Ce résultat indique que la courbure du front adimensionné est invariante par changement d'échelle et qu'elle ne dépend que du rapport d'aspect du front d'imprégnation. Par ailleurs, les données expérimentales suggèrent que le rayon de courbure à la pointe du profil évolue comme l'inverse de la vitesse d'immersion :

$$\frac{R_c}{W} \propto \left( \frac{V_0}{V^*} \right)^\beta \quad \text{avec} \quad \beta = -1,14, \quad (6.4.2)$$

de sorte que plus la vitesse d'immersion est grande, plus la pointe du profil en  $V$  est courbée.

#### 6.4.2 Effet de la mouillabilité des grains

Nous étudions à présent l'influence de la mouillabilité des grains composant le matériau poreux. Les grains recouverts d'un revêtement de peinture présentent un angle de contact d'environ  $75^\circ$ . Ces grains sont considérés comme non-mouillants puisque l'effet de la capillarité est négligeable, c'est-à-dire que la pression capillaire est quasiment nulle. De plus, un angle de contact supérieur à  $55^\circ$  empêche l'imprégnation spontanée d'un empilement granulaire en raison de l'inaccessibilité géométrique de la porosité du matériau par le ménisque [110]. Les matériaux poreux non-mouillants sont plongés dans une cuve d'eau, dans les mêmes conditions expérimentales que précédemment. Après un régime transitoire, un état stationnaire est également atteint mais contrairement au cas des grains mouillants, le profil est décalé d'une profondeur  $h_0$  et aucun épaulement n'est observable à proximité du point d'entrée (insert de la Fig. 6.11).

L'évolution de  $\tan \theta$ , dans le cas non-mouillant, est reportée sur la Fig. 6.11(a) en fonction de  $V_0/V^*$ . Une transition est cette fois-ci observée, caractérisée par un changement de l'exposant dans la loi de puissance ajustant les données expérimentales :

$$\tan \theta \propto \left( \frac{V_0}{V^*} \right)^\alpha, \quad \text{avec} \quad \begin{cases} \alpha = -0,64 & \text{pour } V_0/V^* < 5. \\ \alpha = -0,50 & \text{pour } V_0/V^* > 5. \end{cases} \quad (6.4.3)$$

À grande vitesse d'immersion ( $V_0/V^* > 5$ ), l'exposant  $\alpha$  correspond bien à la prédiction théorique proposée par Nasto *et al.* [207] qui néglige les effets capillaires et suppose une imprégnation purement latérale dans un réseau de fibres orthogonales à la direction d'immersion. À basse vitesse d'immersion ( $V_0/V^* < 5$ ), un exposant  $\alpha \simeq -0,66$  est mesuré, similaire à celui obtenu pour les grains mouillants. Ce résultat semble indiquer que cet exposant  $\alpha \simeq -0,66$  à basse vitesse ne provient pas des effets capillaires et que la forme du front d'imprégnation, ainsi que sa variation avec la vitesse d'immersion, est plutôt la conséquence de l'orientation des écoulements, induits par la surpression hydrostatique, dans le matériau poreux.

Le front d'imprégnation dans un matériau poreux non-mouillant est aussi caractérisé par une profondeur d'entrée du liquide en deçà de laquelle le liquide ne pénètre pas dans le milieu poreux, comme illustrée dans l'insert de la Fig. 6.11(b). Cette longueur, notée  $h_0$  et appelée profondeur d'entrée dans la suite du chapitre, est mesurée pour différentes tailles de grains et différentes vitesses d'immersion  $V_0$ . Elle augmente avec  $V_0$  et varie typiquement entre 10 et 200 mm dans la gamme de vitesses d'immersion étudiée (1 à 150 mm.s<sup>-1</sup>).

En statique, la profondeur d'entrée correspond à la pression hydrostatique de forçage nécessaire pour imprégner le matériau poreux, ainsi que la grille métallique qui maintient les grains, dont l'angle de contact est supérieur à l'angle critique d'imprégnation des matériaux granulaires  $\theta^* \simeq 55^\circ$  [110]. Cet angle et la surpression associée peuvent être reliés à l'accessibilité du réseau poreux pour le liquide par des arguments géométriques [100, 110, 111, 112]. On note  $h_0^*$  la profondeur d'entrée en statique, c'est-à-dire pour  $V_0 = 0$ . Pour un angle de contact donné, la valeur de  $h_0^*$  dépend

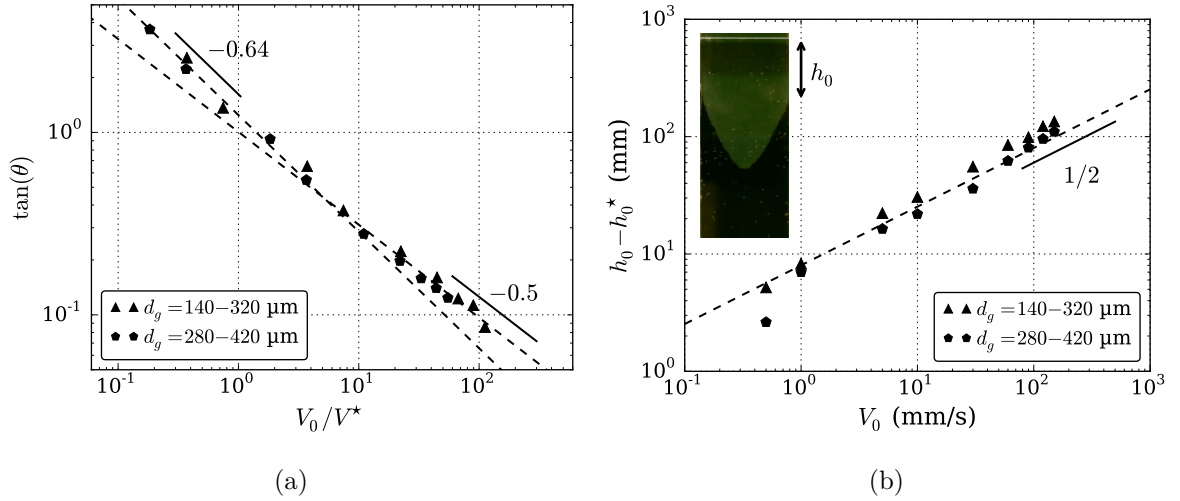


Fig. 6.11 Évolution de la pente principale  $\tan \theta$  du profil stationnaire d'imprégnation en fonction de la vitesse d'immersion sans dimension pour deux matériaux poreux non-mouillants ( $d_g = 140 - 320 \mu\text{m}$  et  $d_g = 280 - 420 \mu\text{m}$  pour un angle de contact  $\theta \simeq 75^\circ$ ). (b) Évolution de la profondeur latérale d'entrée  $h_0 - h_0^*$  en fonction de la vitesse d'immersion  $V_0$  pour différents lots de grains non-mouillants.

uniquement de la taille des grains [110] et de la nature de la grille, en particulier la taille des ouvertures. Dans toutes les expériences présentées ici, l'ouverture de la grille reste inchangée. Nous discuterons cet effet dans la section 6.5.5. Les valeurs de  $h_0 - h_0^*$  sont tracées sur la Fig. 6.11(b) en fonction de la vitesse d'immersion  $V_0$  pour deux tailles de grains non-mouillants. On constate que la profondeur d'entrée augmente en  $V_0^{1/2}$  dans une gamme de longueurs bien trop grandes pour être cohérente avec un entrainement visqueux d'air le long de la surface du matériau poreux [210]. Une explication plus plausible consiste à considérer la grille et la première couche de grains juste derrière comme un second matériau poreux de plus faible perméabilité, en raison de la faible différence de taille entre l'ouverture de la grille ( $d_{grille} = 250 \mu\text{m}$ ) et le diamètre des grains ( $d_g = 140 - 320 \mu\text{m}$  et  $d_g = 280 - 420 \mu\text{m}$ ), qui induirait un retard dans l'imprégnation, se traduisant par une augmentation de la longueur  $h_0$ . L'influence de la grille et l'origine physique de la profondeur d'entrée  $h_0$  seront discutées plus en détails dans la section 6.5.5 de ce chapitre.

## 6.5 Modélisation théorique du front stationnaire

Cette partie propose une modélisation théorique de la forme du front d'imprégnation dans le régime stationnaire. L'écoulement du fluide dans le milieu poreux en translation est assimilé, dans un premier temps, à un écoulement purement horizontal afin de faciliter la résolution analytique du problème. Cette hypothèse n'est pas valable le long de l'ensemble du profil mais nous verrons qu'elle permet une description relativement satisfaisante d'une partie du front d'imprégnation.

Comme nous l'avons vu précédemment, le front d'imprégnation résulte de la compétition de plusieurs effets : l'imbibition capillaire, les écoulements produits par la surpression hydrostatique lorsque le matériau est immergé et la translation du matériau poreux dans le liquide. À cause des effets capillaires, la vitesse du fluide peut être localement très importante et sortir de la gamme des écoulements à bas nombre de Reynolds, pour lesquels l'utilisation de l'équation de Darcy est valable. Par conséquent, dans cette partie, nous déterminerons la forme du profil d'imprégnation en utilisant l'équation de Forchheimer introduite dans le chapitre 1, qui constitue une extension de l'équation de Darcy à plus grand nombre de Reynolds.

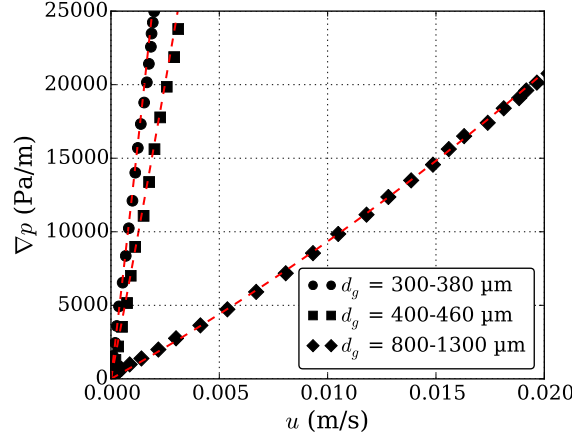


Fig. 6.12 Évolution du gradient de pression en fonction de la vitesse de Darcy pour différentes distributions de tailles de grains à haut nombre de Reynolds.

### 6.5.1 Équation de Forchheimer

L'équation de Darcy est valable pour des écoulements à bas nombre de Reynolds, typiquement  $Re_p < 10$ . Pour des valeurs plus élevées de  $Re_p$ , la vitesse du fluide n'est plus proportionnelle au gradient de pression et un terme correctif est alors nécessaire afin de tenir compte des effets inertiels [94]. L'équation de Forchheimer s'écrit [88] :

$$\nabla p = -\frac{\eta}{k} \mathbf{u}_{Darcy} \left( 1 + \frac{k\rho\beta}{\eta} |\mathbf{u}_{Darcy}| \right), \quad (6.5.1)$$

où  $\beta$  est le coefficient de Forchheimer (en  $m^{-1}$ ) qui est typiquement de l'ordre de grandeur de  $1/\sqrt{k}$

La valeur du coefficient  $\beta$  est déterminée expérimentalement pour chaque lot de grains mouillants utilisés dans les expériences. Pour cela, une surpression hydrostatique importante est imposée dans le dispositif de tube en U présenté dans le chapitre 2. Cette surpression plus importante permet d'explorer des vitesses d'écoulement plus grandes et de sortir du régime de validité de l'équation de Darcy. La Fig. 6.12 montre l'évolution du gradient de pression hydrostatique  $\nabla p = \rho g \Delta z / L$  en fonction de la vitesse  $u = (1/2)d\Delta z/dt$ . On distingue nettement que la loi  $\nabla p = f(u)$  dévie de la relation linéaire, en particulier pour les plus gros grains. Les valeurs de  $\beta$  sont déterminées par un ajustement quadratique et récapitulées dans le tableau 6.1

### 6.5.2 Profil du front d'imbibition

L'équation de Forchheimer s'écrit dans le cas d'un écoulement sous gravité

$$(1 - \phi) \mathbf{u}_p \left[ 1 + (1 - \phi) \frac{k\rho\beta}{\eta} |\mathbf{u}_p| \right] = -\frac{k}{\eta} (\nabla p - \rho \mathbf{g}), \quad (6.5.2)$$

où  $\mathbf{u}_p$  est la vitesse moyenne dans les pores tel que  $\mathbf{u}_{Darcy} = (1 - \phi) \mathbf{u}_p$ . On suppose que les lignes de courant sont strictement horizontales dans le référentiel du matériau poreux et que le champ de vitesse est uniforme le long de la direction horizontale, c'est-à-dire  $\mathbf{u}_p(x, z) = u_x(z) \mathbf{e}_x$  (Fig. 6.13). La validité de ces hypothèses dépend à la fois de la vitesse d'immersion  $V_0$  et des propriétés du matériau poreux et sera discutée à la fin de cette partie.

Le long de la direction  $x$ , dans le référentiel du matériau poreux, le gradient de pression horizontal est donné par la pression hydrostatique, la pression capillaire et la position  $x_f(z)$  du front.

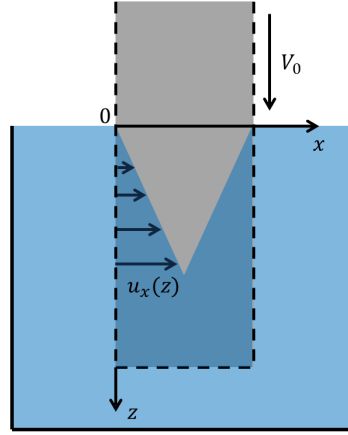


Fig. 6.13 Schéma de l'imbibition dans un matériau poreux 2D translaté dans un liquide à une vitesse  $V_0$ . L'imprégnation des grains ne se fait que suivant la direction  $x$ .

Nous ajoutons à  $x_f(z)$  une longueur modélisant la résistance hydraulique introduite par la grille métallique accolée au matériau poreux :

$$\nabla \mathbf{p} \cdot \mathbf{e}_x = -\frac{p_c + \rho g z}{x_f(z) + \ell_g}. \quad (6.5.3)$$

Cette longueur est prise égale à 2 mm pour tous les calculs, permettant une bonne correspondance entre profils expérimentaux et théoriques, comme nous le verrons par la suite. L'Eq. (6.5.3) projetée le long de la direction  $x$  devient :

$$u_x(z) \left[ 1 + (1 - \phi) \frac{k \rho \beta}{\eta} u_x(z) \right] = \frac{k}{\eta(1 - \phi)} \left[ \frac{p_c + \rho g z}{x + \ell_g} \right], \quad (6.5.4)$$

On introduit  $V^*$  la vitesse caractéristique d'imprégnation sous gravité,  $\tilde{V}$  la vitesse caractéristique de Forchheimer et  $h_J$  la hauteur de Jurin telle que :

$$V^* = \frac{k \rho g}{\eta(1 - \phi)}, \quad \tilde{V} = \frac{1}{(1 - \phi)} \sqrt{\frac{g}{\beta}}, \quad h_J = \frac{p_c}{\rho g}. \quad (6.5.5)$$

L'Eq. (6.5.2) devient alors :

$$\frac{u_x(z)}{V_0} \left( 1 + \frac{V^*}{\tilde{V}^2} u_x(z) \right) = \frac{V^*}{V_0} \left( \frac{h_J + z}{x_f(z) + \ell_g} \right). \quad (6.5.6)$$

Expérimentalement, le terme  $(V^*/\tilde{V}^2)u_x$  varie de 0,1 à 10 le long du profil d'imprégnation, ce qui justifie pleinement l'utilisation de la correction inertielle pour prédire correctement la forme du front. L'Eq. (6.5.6) peut alors être réécrite sous une forme intégrable

$$\frac{u_x(z)}{V_0} = \frac{-1 + \left[ 1 + 4 \left( \frac{V^*}{\tilde{V}} \right)^2 \left( \frac{h_J + z}{x_f(z) + \ell_g} \right) \right]^{1/2}}{2 \left( \frac{V^* V_0}{\tilde{V}^2} \right)}. \quad (6.5.7)$$

### 6.5.3 Validation du modèle : Imbibition horizontale sous immersion

Dans un premier temps, les prédictions théoriques sont comparées à des expériences d'imbibition 1D dans un matériau granulaire horizontal translaté verticalement et à vitesse  $V_0$  constante

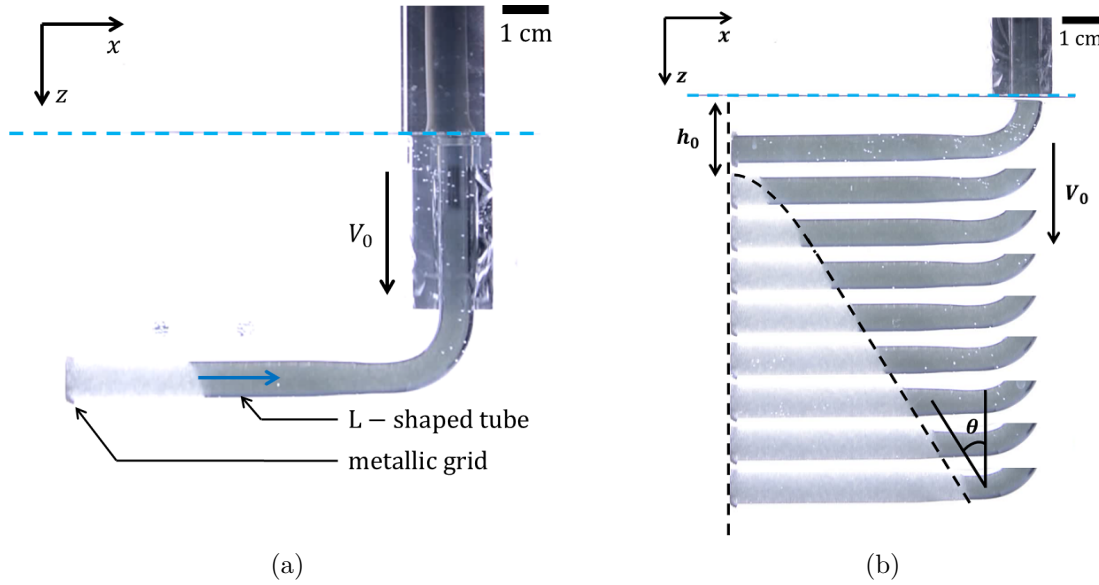


Fig. 6.14 (a) Photographie de l'expérience d'imprégnation 1D horizontale dans un milieu granulaire. Les grains sont confinés dans un tube en L obstrué par une grille métallique de taille de maille  $250 \mu\text{m}$ . Le dispositif est translaté verticalement à une vitesse constante  $V_0$  et le front d'imprégnation est visualisé par contraste d'absorption entre la partie imbibée (plus claire) et la partie sèche (plus foncée). (b) Série temporelle de la propagation du front d'imprégnation dans le milieu granulaire composé de billes de verre de diamètre  $d_g = 800 - 1300 \mu\text{m}$  plongé dans l'eau à une vitesse  $V_0 = 60 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ .

dans un réservoir de liquide [Fig. 6.14(a)]. Cette situation reproduit expérimentalement les hypothèses formulées dans le modèle. Les grains sont ensilés dans un tube de verre en forme de L de 1 cm de diamètre, obstrué par une grille métallique de même ouverture que celle utilisée pour les expériences d'immersion de matériaux poreux. Le système expérimental est représenté sur la Fig. 6.14(a). La propagation du front d'imprégnation est enregistrée pour différentes vitesses d'immersion et pour les trois lots de grains mouillants. Une série de clichés est représentée sur la Fig. 6.14(b) pour des grains de diamètres  $800\text{-}1300 \mu\text{m}$  et fait apparaître un ralentissement à faible profondeur suivi d'une propagation du front à vitesse constante dans le référentiel du tube. Par ailleurs, comme dans le cas des grains non-mouillants, l'imprégnation ne démarre qu'au-delà d'une profondeur  $h_0$  qui varie faiblement avec  $V_0$ .

Dans le cas de la translation à vitesse constante  $V_0$ , on a  $z(t) = V_0 t$ . En prenant  $u_x(z) = dx_f/dt$ , l'Eq. (6.5.7) devient

$$\frac{1}{V_0} \frac{dx_f}{dt} = \frac{-1 + \left[ 1 + 4 \left( \frac{V^*}{V} \right)^2 \left( \frac{h_f + V_0 t}{x_f + \ell_g} \right) \right]^{1/2}}{2 \left( \frac{V^* V_0}{V^2} \right)}. \quad (6.5.8)$$

On résout l'Eq. (6.5.8) en la discrétisant à l'aide d'une méthode Runge-Kutta d'ordre 4 implémentée sur Python. La condition initiale  $x_f(t_0) = 0$ , avec  $t_0 = h_0/V_0$ , traduit le fait que le profil d'imprégnation stationnaire ne démarre qu'à une certaine profondeur  $h_0$  dans le référentiel du laboratoire. Ce décalage résulte d'un blocage de la ligne de contact à l'entrée de la grille métallique qui présente un comportement hydrophobe et empêche l'imprégnation spontanée, couplé au retard induit par la traversée de la grille et de la première couche de grains. Les prédictions théoriques  $x_f = f(t = z/V_0)$  sont tracées en pointillés noirs sur la Fig. 6.15(a) et comparées aux résultats expérimentaux. On constate un très bon accord entre théorie et expérience avec comme seul paramètre ajustable, la valeur de la longueur  $\ell_g$  modélisant la résistance hydraulique induite par

la grille à l'entrée du milieu poreux et prise égale à 2 mm dans tous les calculs. L'épaulement à proximité de la surface du bain liquide est due au gradient de pression capillaire qui domine pour une profondeur  $z \ll h_J$ . La partie du front à pente constante résulte plutôt de l'effet du gradient de pression hydrostatique qui croît linéairement avec le profondeur, comme la distance entre le front et la paroi latérale par laquelle entre le liquide. Cette bonne correspondance valide également l'utilisation de l'équation de Forchheimer à la place de l'équation de Darcy. Afin de s'en convaincre, on peut reprendre le calcul précédent en négligeant la correction inertielle, l'Eq. (6.5.6) se réduit alors à

$$\frac{dx_f}{dt} = V^* \left( \frac{h_J + V_0 t}{x_f + \ell_g} \right), \quad (6.5.9)$$

qui admet une solution analytique pour la même condition initiale  $x_f(t_0 = h_0/V_0) = 0$ . En notant  $z = V_0 t$  pour trouver le profil du front, on obtient :

$$x_f(z) = \left[ \left( \frac{V^*}{V_0} \right) (z - h_0)^2 \left( 1 + \frac{2(h_0 + h_J)}{z - h_0} \right) + \ell_g^2 \right]^{1/2} - \ell_g. \quad (6.5.10)$$

Cette solution est tracée en pointillés rouges sur la Fig. 6.15(a) pour les trois premières valeurs de  $V_0$ . Cette nouvelle prédiction théorique surestime systématiquement la position du front réellement observée dans les expériences car elle ne tient pas compte du terme dissipatif supplémentaire lorsque la vitesse du fluide dans les pores devient trop grande. Ce décalage est particulièrement important à proximité de la surface libre, pour  $z < h_J$ , puisque c'est là que le terme correctif intervient réellement. Plus en profondeur, les vitesses d'imprégnation sont plus faibles et le terme inertiel devient négligeable. Il en découle que les profils issus des équations de Darcy et Forchheimer sont parallèles pour une profondeur  $z \gg h_J$ .

La pente des profils d'imprégnation dans la zone linéaire est mesurée sur les profils expérimentaux pour différentes vitesses d'immersion. Les valeurs de ces pentes sont reportées sur la Fig. 6.15(b) sous la forme de  $\tan \theta$  [voir 6.14(b)]<sup>2</sup>, en fonction de la vitesse normalisée  $V_0/V^*$ . On constate que les points expérimentaux suivent une loi de puissance en  $(V_0/V^*)^{-1/2}$ . Cet exposant peut être prédit théoriquement en simplifiant la solution (6.5.10) pour une profondeur grande devant la profondeur d'action des effets capillaires, c'est-à-dire  $z - h_0 \gg h_0 + h_J$ . Dans ce cas, la solution analytique se réduit à

$$x(z) = \left( \frac{V^*}{V_0} \right)^{1/2} (z - h_0), \quad (6.5.11)$$

ce qui conduit à

$$\tan \theta = \frac{dx}{dz} = \left( \frac{V_0}{V^*} \right)^{-1/2}. \quad (6.5.12)$$

On retrouve donc la loi d'échelle proposée par [207], tracée en pointillés noirs sur la Fig. 6.15(b) et qui se superpose bien aux points expérimentaux. Ceci confirme bien que la dissipation non-linéaire modélisée par le terme correctif de Forchheimer se localise essentiellement à proximité de la surface libre, pour une faible profondeur  $z \ll h_J$ . Dans cette région, le gradient de pression est en effet très important puisque la pression capillaire est constante alors que la distance entre le front et la paroi latérale croît linéairement. Au-delà de cette profondeur, le profil d'imprégnation peut être simplement décrit par un écoulement de Darcy puisque le gradient de pression hydrostatique et la distance entre le front et la paroi latérale augmentent tous les deux linéairement, donc le gradient de pression reste constant et suffisamment faible le long du profil.

Outre cet effet inertiel, le modèle précédent se fonde sur l'hypothèse d'un écoulement horizontal. En toute rigueur, si l'on considère un milieu 2D de largeur infinie et sans effet capillaire, la résolution

2. On rappelle que  $1/\tan \theta$  est la pente du profil stationnaire avec  $\theta$  l'angle de demi-ouverture défini en analogie des profils observés dans les matériaux poreux



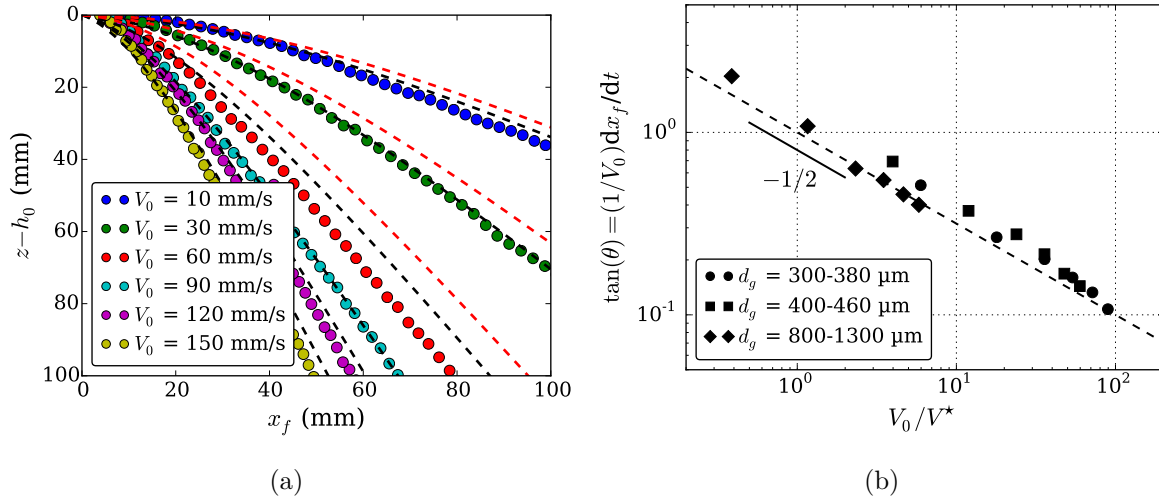


Fig. 6.15 (a) Profils spatiaux d'imprégnation pour des expériences d'immersion d'un matériau poreux 1D horizontal. Les grains utilisés ont un diamètre  $d_g = 800 - 1300 \mu\text{m}$ . Les profils sont obtenus en superposant les positions successives du front d'imprégnation comme illustré sur la Fig. 6.14(b). La courbe en pointillés noirs correspond à la prédiction théorique obtenue en utilisant l'Eq. (6.5.6) alors que la courbe en pointillés rouges représente la prédiction de l'Eq. (6.5.9). (b) Évolution de la vitesse d'imprégnation horizontale dans la partie linéaire, exprimée sous la forme  $\tan \theta$ , en fonction de la vitesse d'immersion sans dimension  $V_0/V^*$ .

de l'écoulement de Darcy produit une interface rectiligne avec une vitesse purement horizontale dans le référentiel du milieu poreux. Nous allons maintenant comparer cette solution 2D infinie aux résultats expérimentaux en géométrie confinée.

#### 6.5.4 Confrontation du modèle à la forme des fronts 2D expérimentaux

La solution de l'Eq. (6.5.8), obtenue par intégration numérique, est comparée aux fronts d'imprégnation stationnaires issus des expériences d'imbibition dans un matériau poreux 2D plongé dans un liquide, décrites dans la section 6.4. Les solutions sont déterminées en prenant la condition initiale  $x(t_0 = h_0/V_0) = 0$  comme précédemment. Des exemples sont tracés sur la Fig. 6.16 pour différentes tailles de grains et différentes largeurs de cellule ( $W = 5, 10$  et  $20$  cm). Les prédictions théoriques reproduisent bien les profils expérimentaux sur la première moitié supérieure du profil, à proximité de la surface du bain. Sur la seconde partie du profil, un écart apparaît, conséquence directe de l'hypothèse de milieu semi-infini qui ne prédit pas de raccordement à un second demi-profil. Cette région de raccordement, au centre du profil, est beaucoup plus délicate à décrire car le champ de pression, et les lignes de courant en décollant, sont plus complexes. Il n'est donc guère surprenant que l'hypothèse d'écoulement purement latéral ne fonctionne plus. Une concentration des gradients de pression s'opère à proximité de la pointe du profil, imposant une inflexion des lignes de courant. Cette inflexion est liée à l'isotropie du matériau granulaire qui n'impose pas de direction préférentielle au flux de liquide, contrairement à un réseau de fibres par exemple. La réorientation des lignes de courant et les effets 2D sera d'autant plus prépondérante que le rapport  $V_0/V^*$  est petit et donc notamment pour les plus gros grains où  $V^*$  est plus élevé. Il est donc parfaitement logique d'observer la plus faible concordance entre la théorie et les résultats expérimentaux pour des gros grains ( $d_g = 800 - 1300 \mu\text{m}$ ) dans une cellule large ( $W = 20$  cm) [Fig. 6.16(c)]. À l'inverse, pour un matériau peu perméable et de faible largeur, les lignes de courant se courbent peu sur la longueur du profil et la concordance avec la théorie est plutôt bonne.

Le calcul analytique permet de déterminer la forme de la première moitié du front d'impré-

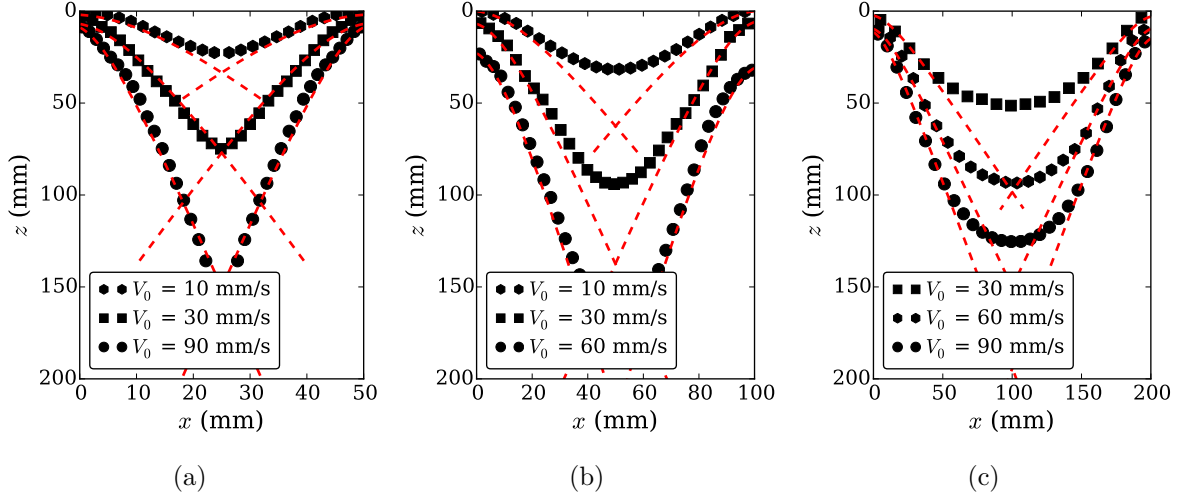


Fig. 6.16 Profils de fronts d'imprégnation pour différents paramètres. La prédiction théorique issue de la résolution numérique de l'Eq. (6.5.7) est tracée en pointillé rouge. (a)  $d_g = 300 - 380 \mu\text{m}$  -  $W = 5 \text{ cm}$ . (b)  $d_g = 400 - 460 \mu\text{m}$  -  $W = 10 \text{ cm}$ . (c)  $d_g = 800 - 1300 \mu\text{m}$  -  $W = 20 \text{ cm}$ .

gnation, lorsque l'écoulement reste unidirectionnel et horizontal. Cependant, ce calcul ne permet pas de correctement prédire les pentes des profils relevés expérimentalement puisqu'il prévoit une variation de  $\tan \theta$  comme  $(V_0/V^*)^{-1/2}$  quelle que soit la mouillabilité des grains<sup>3</sup>, alors que les expériences, pour des grains mouillants, montrent une évolution  $\tan \theta \propto (V_0/V^*)^{-2/3}$ . Cette différence de loi d'échelle tient à la fois des effets 2D des écoulements dans le matériau granulaire mais également de l'influence de la mouillabilité des grains puisqu'une transition est observée dans la loi d'échelle pour les grains non-mouillants. La complexité des écoulements autour de la pointe du profil nous obligera donc à passer par des simulations numériques pour déterminer la forme complète des fronts d'imprégnation, comme nous le verrons dans la section 6.6.

### 6.5.5 Origine et évolution de la profondeur d'imprégnation $h_0$

Nous revenons à présent sur l'évolution de la profondeur d'imprégnation  $h_0$  avec la vitesse d'immersion  $V_0$  étudiée pour les matériaux poreux composés de grains non-mouillants. Comme évoqué précédemment, cette longueur mesurée macroscopiquement comme une longueur sèche emportée sous la surface du bain de liquide augmente en racine carrée de la vitesse d'immersion. Cet effet est modélisé en considérant le rôle de la grille métallique qui maintient les grains au sein de la cellule. L'ouverture de la grille ( $250 \mu\text{m}$ ) étant comparable à la taille des grains, l'arrangement des grains sur la grille crée des pores de plus petite taille et donc un milieu poreux effectif de faible porosité sur une épaisseur  $\delta$ . Cette longueur est de l'ordre de grandeur du diamètre des grains et nous considérerons dans la suite que  $\delta \sim d_g$ . La perméabilité effective de la couche  $k_g$  est plus faible que la perméabilité  $k$  du reste du matériau poreux. Par conséquent, la traversée de cette couche induit un retard dans l'imprégnation du milieu poreux qui se traduit par une hauteur sèche mesurée macroscopiquement. La Fig. 6.17(a) propose un schéma de l'effet de retard induit par la présence de la grille.

Compte tenu de la faible taille des pores effectifs sur cette couche  $\delta$  et de la non-mouillabilité des grains et de la grille, l'écoulement dans la couche résulte de la surpression hydrostatique et est modélisé par une équation de Darcy. Comme nous l'avons vu dans la section 6.5, lorsque les effets capillaires sont négligeables, le profil d'imprégnation correspond au profil asymptotique et la pente

3. On suppose que  $z - h_0 \gg h_0 + h_J$ , par conséquent, les effets capillaires sont négligés pour l'estimation de la pente

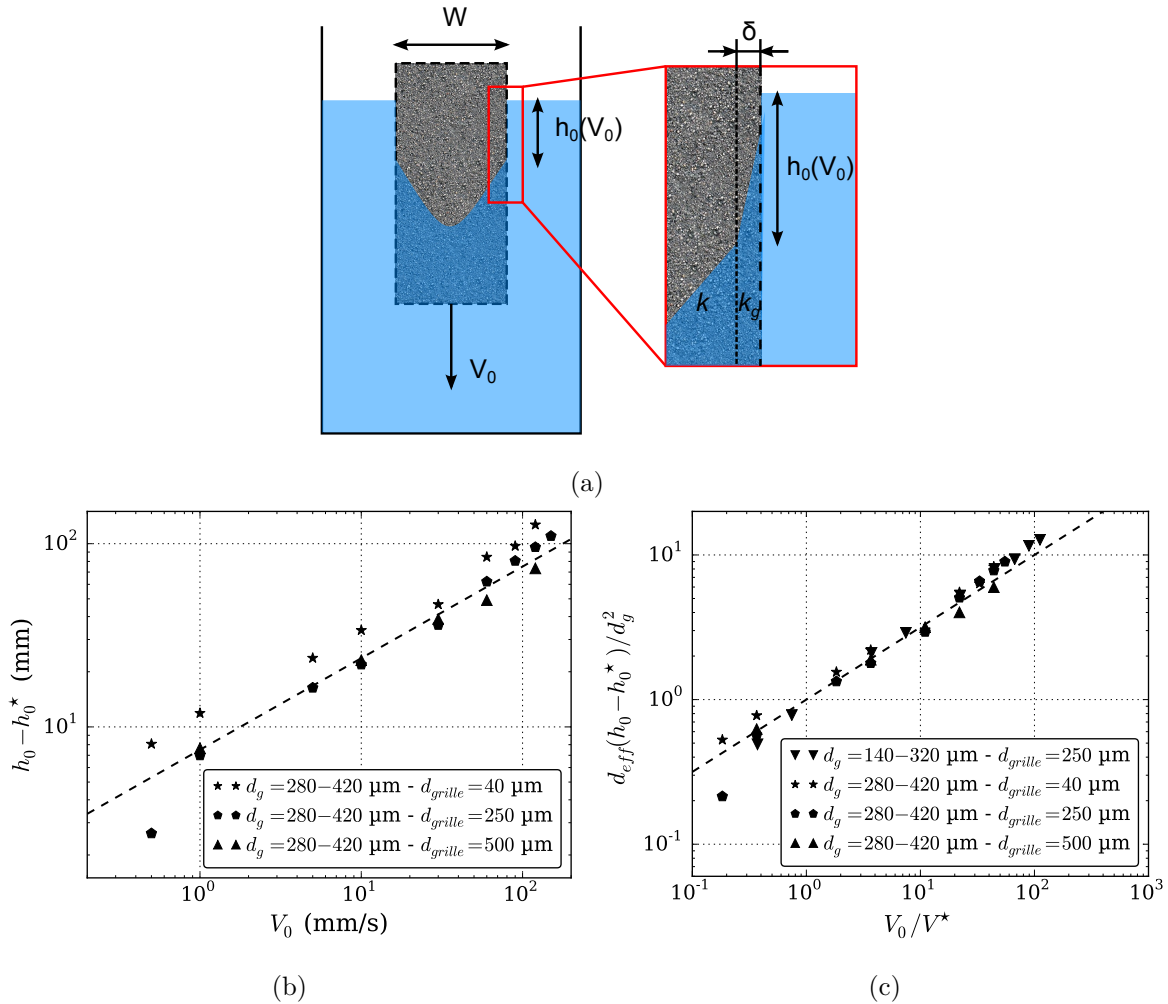


Fig. 6.17 (a) Schéma illustrant l'origine physique de la profondeur d'imprégnation  $h_0$ . La longueur  $h_0^*$  correspond au forçage hydrostatique nécessaire pour imprégner des grains non-mouillants ( $\theta > \theta^* \simeq 55^\circ$  [110]). L'arrangement des grains sur la grille métallique (en pointillés noirs) est modélisé par une couche d'épaisseur  $\delta$  de faible perméabilité  $k_g$ . (b) Évolution de la profondeur d'imprégnation  $h_0 - h_0^*$  en fonction de la vitesse d'immersion  $V_0$  pour différentes ouvertures de grilles et des grains de diamètre 280-420  $\mu\text{m}$ . (c) Évolution de la profondeur d'imprégnation normalisée  $d_{eff}(h_0 - h_0^*)/d_g^2$  pour différents lots de grains et différentes ouvertures de tamis.

vaut alors :

$$\tan \theta = \frac{\delta}{h_0 - h_0^*} = \left( \frac{V_0}{V_g^*} \right)^{-1/2}, \quad (6.5.13)$$

où  $V_g^*$  est la vitesse caractéristique d'imprégnation sous gravité dans la couche d'épaisseur  $\delta$  et  $h_0^*$  la profondeur de forçage en statique. Cette vitesse est liée à la perméabilité effective  $k_g$  telle que :

$$V_g^* = \frac{k_g \rho g}{(1 - \phi) \eta} = \left( \frac{d_{eff}}{d_g} \right)^2 \frac{k \rho g}{(1 - \phi) \eta} = \left( \frac{d_{eff}}{d_g} \right)^2 V^*, \quad (6.5.14)$$

en utilisant la formule de Carman-Kozeny [22], qui exprime la perméabilité proportionnellement au carré de la taille de pores, et en supposant la même compacité entre les deux zones. Le diamètre  $d_{eff}$  correspond ici au diamètre des pores effectifs créés par le positionnement des grains sur la grille et dépend du rapport entre l'ouverture de la grille et le diamètre des grains. La Fig. 6.17(b) montre l'évolution de  $h_0 - h_0^*$  en fonction  $V_0$  pour différentes ouvertures de grille. On constate que la valeur de  $h_0 - h_0^*$  augmente lorsque l'ouverture de la grille diminue, correspondant à la diminution de la perméabilité de grille.

Par conséquent, la profondeur d'imprégnation peut s'écrire en fonction de la vitesse d'immersion :

$$\frac{h_0 - h_0^*}{d_g} \simeq \frac{d_g}{d_{eff}} \sqrt{\frac{V_0}{V^*}}. \quad (6.5.15)$$

La Fig. 6.17(c) recueille toutes les valeurs de  $d_{eff}(h_0 - h_0^*)/d_g^2$  pour différentes tailles de grilles et de grains non-mouillants en fonction de  $(V_0/V^*)^{1/2}$ . L'obtention d'une bonne superposition des données nécessite de prendre une valeur de  $d_{eff}$  variant entre 5 et 10  $\mu\text{m}$ . Cette taille de pores effective est cohérente avec l'espacement possiblement créé par l'agencement de la grille avec la première couche de grains, compte tenu de la faible différence de taille entre les deux.

## 6.6 Simulation numérique du profil d'imprégnation en régime stationnaire

La démarche analytique développée dans la section 6.5 nécessite d'imposer une direction à l'écoulement pour simplifier la résolution. Cette hypothèse sur le champ de vitesse n'est pertinente qu'à proximité de la surface libre mais ne l'est plus près de la pointe du profil où les lignes de courant se courbent. Nous proposons donc une approche numérique afin de déterminer le profil du front en régime stationnaire. Cette approche permet à la fois d'avoir accès au champ de vitesse dans le matériau poreux imprégné de liquide en considérant l'isotropie du matériau granulaire et d'étudier séparément le rôle de la géométrie et de la mouillabilité pour comprendre pleinement le poids de chaque effet.

### 6.6.1 Principe de la méthode numérique

On propose de résoudre numériquement le champ de pression  $p(x, z)$  du liquide confiné dans un milieu poreux dont l'interface liquide-air est matérialisée par un front d'imprégnation de géométrie imposée. Le champ de pression associé est déterminé avec les conditions limites adéquates, puis le champ de vitesse correspondant  $\mathbf{u}(x, z)$  est calculé à partir du champ de pression. Le calcul numérique est effectué dans le référentiel galiléen du milieu poreux, en translation dans le liquide, et dans lequel le front est stationnaire. Ceci impose que la vitesse du liquide à l'interface avec l'air soit constante le long du front.

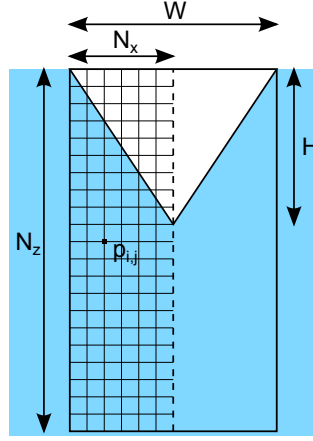


Fig. 6.18 Schéma du modèle numérique dans le régime stationnaire.

Le champ de vitesse du fluide  $\mathbf{u}_p = u_x \cdot \mathbf{e}_x + u_z \cdot \mathbf{e}_z$  au sein du milieu poreux est obtenu en résolvant l'équation de Darcy (6.3.4), qui s'écrit dans sa forme adimensionnée :

$$\tilde{\mathbf{u}} = -\tilde{\nabla}(\tilde{p} + \tilde{z}), \quad (6.6.1)$$

avec

$$\tilde{\mathbf{u}} = \frac{\mathbf{u}_p}{V^*}, \quad \tilde{p} = \frac{p}{\rho g W}, \quad \tilde{x} = \frac{x}{W}, \quad \tilde{z} = \frac{z}{W}, \quad \tilde{\nabla} = \frac{\partial}{\partial \tilde{x}} \mathbf{e}_x + \frac{\partial}{\partial \tilde{z}} \mathbf{e}_z. \quad (6.6.2)$$

Comme nous l'avons vu dans la partie précédente, l'équation de Darcy n'est valable que pour un nombre de Reynolds assez faible qui peut être localement dépassé en raison des forts gradients de pression capillaire à proximité de la surface libre. Néanmoins, ce modèle permet de décrire correctement la pente du profil d'imprégnation plus en profondeur et tout le profil lorsque les effets capillaires sont faibles. Cette partie ayant pour objectif de reproduire la forme du profil d'imprégnation loin de la surface pour comprendre l'origine des pentes observées, nous utiliserons donc l'équation de Darcy qui permet une résolution numérique simple. En effet en couplant l'Eq. (6.6.1) avec l'équation d'incompressibilité de l'écoulement en milieu poreux

$$\tilde{\nabla} \cdot \tilde{\mathbf{u}} = 0, \quad (6.6.3)$$

on obtient une équation Laplacien qui régit l'évolution du champ de pression pour le profil avec les conditions aux bords adéquates :

$$\tilde{\nabla}^2 \tilde{p} = 0. \quad (6.6.4)$$

Le matériau poreux est discrétisé sur un maillage rectangulaire de largeur  $N_x$  et de hauteur  $N_z$  comme schématisé sur la Fig. 6.18. Du fait de la symétrie du problème, le champ de pression est résolu sur la moitié du milieu poreux et l'autre moitié est déduite par symétrie. Le champ de pression discrétisé  $p_{i,j}$  est défini au niveau du nœud  $i, j$  (avec  $i$  suivant l'horizontale et  $j$  suivant la verticale) et on note  $\Delta$  le pas du maillage carré, tel que  $\Delta = 1/N_x$ , puisque le problème est adimensionné par la largeur  $W$ . La discrétisation de l'Eq. (6.6.4) conduit à

$$\frac{1}{\Delta} \left( \frac{\tilde{p}_{i+1,j} - \tilde{p}_{i,j}}{\Delta} - \frac{\tilde{p}_{i,j} - \tilde{p}_{i-1,j}}{\Delta} \right) + \frac{1}{\Delta} \left( \frac{\tilde{p}_{i,j+1} - \tilde{p}_{i,j}}{\Delta} - \frac{\tilde{p}_{i,j} - \tilde{p}_{i,j-1}}{\Delta} \right) = 0. \quad (6.6.5)$$

La détermination du champ de pression consiste donc à résoudre le système linéaire composé de  $N_x \times N_z$  équations à  $N_x \times N_z$  inconnues :

$$\tilde{p}_{i+1,j} + \tilde{p}_{i-1,j} + \tilde{p}_{i,j+1} + \tilde{p}_{i,j-1} - 4\tilde{p}_{i,j} = 0. \quad (6.6.6)$$

La simulation numérique est réalisée en considérant un matériau poreux statique dans lequel un profil d'imprégnation spécifique est imposé pour délimiter la frontière entre la zone sèche et la zone humide. La pression à l'interface sec-humide s'écrit donc  $p_0 - p_c$  où  $p_0$  est la pression atmosphérique et  $p_c$  la dépression capillaire. La pression le long de la paroi latérale du milieu poreux varie comme la pression hydrostatique  $p_0 + \rho g z$  et augmente linéairement avec la profondeur. De plus, comme le champ est résolu sur la moitié du matériau poreux, une condition de symétrie est imposée sur l'autre côté du domaine. Enfin, sans modifier les résultats, la pression atmosphérique est prise nulle  $p_0 = 0$ . Pour résumer, les conditions aux limites normalisées s'écrivent :

$$\begin{cases} \tilde{p}_{0,j} = j \times \Delta = j/n_x, \text{ paroi verticale hydrostatique} \\ \tilde{p}_{i,N_z} = N_z/N_x, \text{ paroi du fond hydrostatique} \\ \tilde{p}_{N_x,j} = \tilde{p}_{N_x-1,j}, \text{ axe de symétrie} \\ \tilde{p}_{i_F,j_F} = -\tilde{p}_c, \text{ à l'interface air/liquide} \end{cases} \quad (6.6.7)$$

La résolution du système linéaire avec les conditions limites et la géométrie du profil d'imprégnation permet de déterminer le champ de pression en chaque point du maillage. La vitesse du fluide associée à cette géométrie est calculée en utilisant l'équation de Darcy (6.6.1) projetée suivant  $\mathbf{e}_x$  et  $\mathbf{e}_z$  :

$$\begin{cases} \tilde{u}_x = -\tilde{\nabla}_x \tilde{p}, \\ \tilde{u}_z = -\tilde{\nabla}_z (\tilde{p} + \tilde{z}). \end{cases} \quad (6.6.8)$$

Un exemple de norme du champ de vitesse  $\|\tilde{u}(\tilde{x}, \tilde{z})\| = \sqrt{\tilde{u}_x^2 + \tilde{u}_z^2}$  et des lignes de courant associées, pour un profil de front donné, sont tracées sur la Fig. 6.19(a) pour des grains non-mouillants ( $\tilde{p}_c = 0$ ). La composante verticale de la vitesse est ensuite évaluée le long de l'interface sec-humide. Si le profil du front d'imprégnation imposé a priori dans le code numérique est stable et stationnaire alors la projection verticale de la vitesse le long du profil est constante. La Fig. 6.19(b) montre l'évolution de  $\tilde{\mathbf{u}}_t(\tilde{x}_F, \tilde{z}_F) \cdot \mathbf{e}_z$  en fonction de  $\tilde{x} = x/W$  correspondant à la Fig. 6.19(a). La projection verticale de la vitesse tangente au front est, dans ce cas, constante le long de l'interface et le profil est stationnaire. La vitesse d'immersion correspondant à ce profil est donc la vitesse au niveau du front  $\|\tilde{\mathbf{u}}_t(\tilde{x}_F, \tilde{z}_F) \cdot \mathbf{e}_z\| = V_0$ .

### 6.6.2 Grains non-mouillants - $\tilde{p}_c = 0$

Dans un premier temps, nous nous intéressons au cas d'un matériau poreux composé de grains non-mouillants. La dépression capillaire est alors nulle<sup>4</sup>  $\tilde{p}_c = 0$  et la condition imposée sur le champ de pression au niveau de l'interface liquide-air est  $p_{i_F,j_F} = p_0 = 0$ . La forme du front d'imprégnation est modélisée, sur le demi-domaine  $[0; W/2]$ , par la fonction suivante, qui permet d'obtenir des profils réalistes :

$$\tilde{z}(\tilde{x}) = \frac{H}{W} \left( \frac{1}{C^n + 1} - \frac{(1 - \tilde{x})^{n+1}}{C^n + (1 - \tilde{x})^n} \right), \quad (6.6.9)$$

où  $H$ ,  $C$  et  $n$  sont trois paramètres ajustables permettant de modifier la forme du profil. Ces paramètres sont optimisés afin d'obtenir un profil d'imprégnation présentant une projection verticale de vitesse constante sur l'interface liquide-air, ce qui correspond à un front d'imprégnation stationnaire dans le temps se déplaçant à cette même vitesse. Le paramètre  $H/W$  contrôle le rapport d'aspect sans courbure du front, l'exposant  $n$  modifie la pente du profil et le paramètre  $C$  influe sur la courbure au centre. Cet ajustement est réalisé manuellement pour différents profils. Cette

4. Cette assertion n'est rigoureusement exacte que pour un tube dont l'expression (6.3.2) est tirée. Pour un matériau granulaire, l'expression de la pression capillaire est plus complexe, comme nous le discuterons à la fin de cette partie

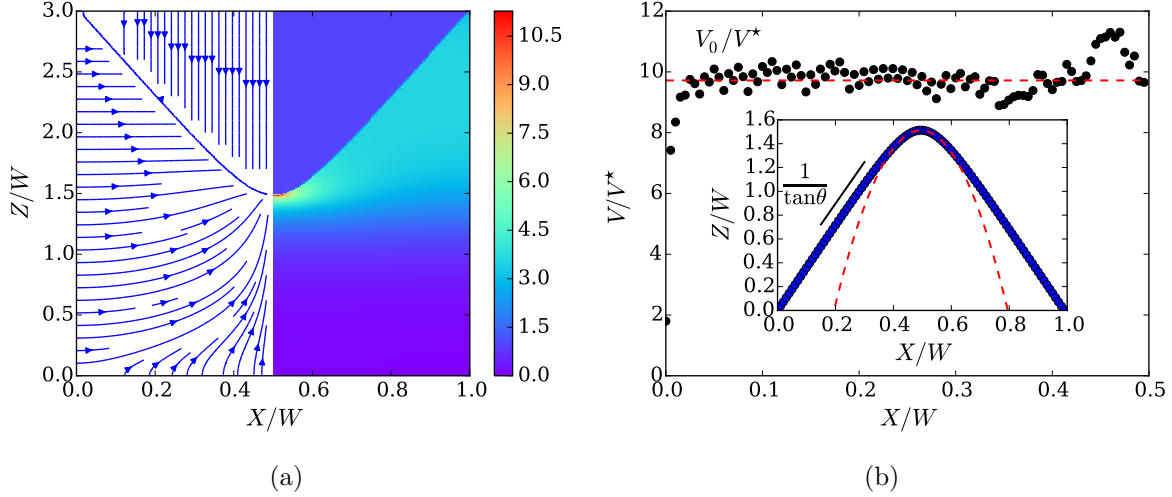


Fig. 6.19 (a) Exemples de lignes de courant (à gauche) et d'amplitude de vitesse (à droite) observées en régime d'imbibition stationnaire pour des matériaux poreux composés de grains non-mouillants ( $\tilde{p}_c = 0$ ). Les lignes de courant au-dessus du front sont un artéfact. (b) Projection verticale de la vitesse tangentielle  $V/V^*$  mesurée le long du front. Cette vitesse est à peu près constante, comme l'illustre la ligne rouge horizontale, ce qui signifie que le front est stable et stationnaire et qu'il se déplace à une vitesse  $V_0/V^*$ . Insert : Profil adimensionné correspondant.

méthode, bien que fastidieuse, permet d'avoir une interface bien définie puisque décrite analytiquement. Une autre méthode consiste à partir d'un profil linéaire, d'en évaluer la vitesse verticale au front pour le modifier par itérations successives afin de converger vers un profil stable. Cependant, les simulations étant réalisées sur des maillages relativement grossiers (typiquement  $5 \times 10^4$  points), il aurait fallu utiliser une technique d'extrapolation des valeurs de pression ou raffiner le maillage localement, ce que nous n'avons pas implémenté. Nous avons finalement conservé la première méthode.

**Pente du profil stationnaire** - Les évolutions de  $\tan\theta$  et du rayon de courbure  $R_c$  des fronts stationnaires simulés sont représentées sur les Fig. 6.20(a)-(b). Ces données sont obtenues sur les profils simulés en suivant le même protocole que précédemment (Fig. 6.19). Les résultats numériques sont en accord avec les données expérimentales pour des lots de grains non-mouillants ( $\theta \simeq 80^\circ$ ) présentés sur la Fig. 6.11(a) puisque  $\tan\theta$  diminue comme une puissance de  $V_0/V^*$  telle que :

$$\tan\theta \propto \left(\frac{V_0}{V^*}\right)^\alpha, \quad \text{avec} \quad \begin{cases} \alpha = -0,66 & \text{pour } V_0/V^* < 10. \\ \alpha = -0,50 & \text{pour } V_0/V^* > 10. \end{cases} \quad (6.6.10)$$

Les exposants des lois de puissance sont très proches de ceux déterminés expérimentalement et la transition apparaît pour une valeur du rapport  $V_0/V^*$  très similaire. Les simulations numériques reproduisent donc fidèlement l'évolution de la pente du profil stationnaire mais également la courbure au centre du profil. En effet, le rayon de courbure, adimensionnée par la largeur du milieu poreux varie comme

$$\frac{R_c}{W} \propto \left(\frac{V_0}{V^*}\right)^{-0,95}, \quad (6.6.11)$$

avec un exposant qui est également proche de la valeur  $\beta = 1,14$  obtenue pour les expériences avec les grains mouillants [Fig. 6.10(b)]. Cependant, les rayons de courbure simulés sont environ deux fois plus petits que ceux mesurés expérimentalement.

**Champ de vitesse** - Les simulations numériques donnent également accès au champ des vitesses dans le milieu poreux et aux lignes de courant associées. Les Fig. 6.21(a)-(b) donnent deux

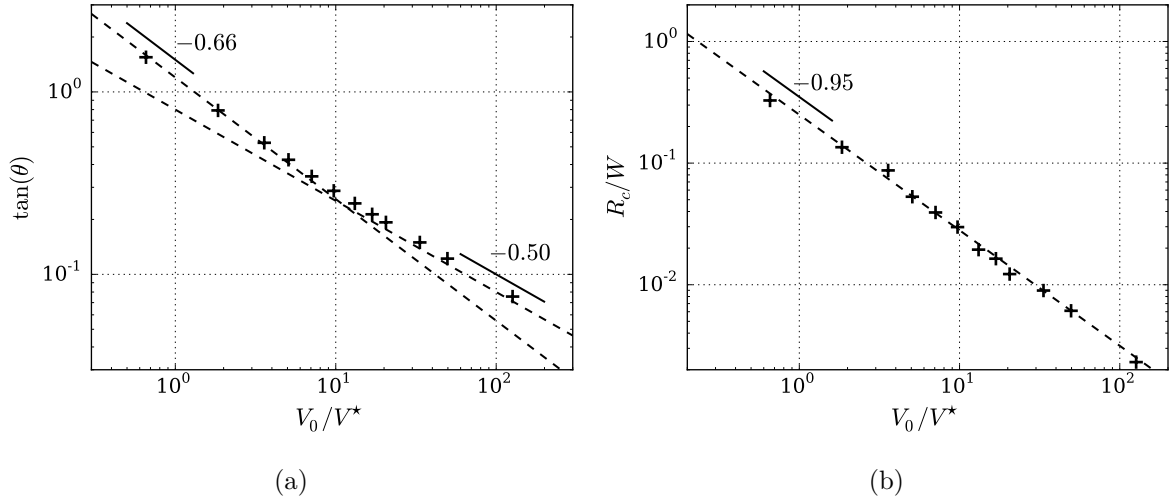


Fig. 6.20 (a) Évolution de la pente  $\tan \theta$  du profil du front d'imprégnation stationnaire en fonction de la vitesse d'immersion adimensionnée  $V_0/V^*$ . (b) Évolution du rayon de courbure adimensionné  $R_c/W$  du centre du profil d'imprégnation en fonction de la vitesse d'immersion adimensionnée  $V_0/V^*$ . Sur ces deux graphiques, les simulations sont tracées en (+) noir et l'ajustement en pointillés noirs. Les simulations numériques sont réalisées avec un maillage de largeur constante  $N_x = 100$  et de longueur variant entre  $N_z = 600$  et  $N_z = 1300$  en fonction du rapport d'aspect  $H/W$  du profil d'imprégnation (entre 1 et 7). Dans chaque cas, des tests sont effectués pour vérifier que la longueur du domaine est suffisamment grande pour ne pas influencer la vitesse de front.

exemples de formes de front d'imprégnation et les écoulements associés. La Fig. 6.21(a) correspond à une vitesse d'immersion  $V_0/V^* = 0,65$  se situant avant la transition de loi de puissance tandis que la Fig. 6.21(b) se situe après cette transition avec  $V_0/V^* = 49,6$ . On constate que, lorsque le rapport  $V_0/V^*$  est supérieur à 10, les écoulements sont principalement horizontaux et que la zone dans laquelle les écoulements sont les plus courbés est très restreinte et localisée à proximité de la pointe. Dans ce cas, l'hypothèse d'écoulement horizontal développée dans la section 6.5 est valable et prédit correctement l'évolution de la pente du profil avec la vitesse. À l'inverse, pour  $V_0/V^*$  inférieur à 10, comme sur la Fig. 6.21(a), les lignes de courant ne sont plus horizontales et remontent vers le front. Cela engendre un aplatissement du profil qui se traduit par une augmentation de  $\tan \theta = dx/dz$ . Par ailleurs, on peut interpréter le rayon de courbure  $R_c$  comme une longueur caractéristique d'influence de la pointe du front d'imprégnation. Plus le rayon de courbure est grand, plus la zone impactée par la flexion des lignes de courant est vaste, ce qui se traduit par une plus forte déformation du profil d'imprégnation par rapport au profil triangulaire.

Ces résultats numériques suggèrent que la transition résulte d'un changement de morphologie des écoulements. L'exposant  $\alpha = -0,66$  obtenu à basse vitesse d'immersion est alors la conséquence de la courbure des lignes de courant des écoulements dans le matériau granulaire dont la zone d'influence croît comme l'inverse de la vitesse. En dessous d'un rayon critique normalisé  $R_c^*/W \simeq 5 \times 10^{-2}$ , la redirection des lignes de courant est très localisée et n'influence la forme du profil qu'à la pointe, revenant à une configuration d'écoulements anisotropes horizontaux. Ce rayon critique correspond à  $\tan \theta \simeq 0,5$ , ce qui signifie que la transition apparaît pour un profil présentant un rapport d'aspect  $a < 0,5$  confirmant les observations expérimentales [voir Fig. 6.11(a)].

On peut également interpréter physiquement le rayon de courbure  $R_c$  de la pointe comme une longueur caractéristique sur laquelle les lignes de courant se courbent. En effet,  $R_c$  correspond à la demi-largeur du front d'imprégnation à la pointe. On peut ainsi estimer par  $R_c/\tan \theta$  la hauteur sur laquelle les écoulements doivent se courber pour remonter et atteindre la pointe arrondie du profil. Les lignes de courant présentées notamment sur la Fig. 6.21 montrent que les lignes de



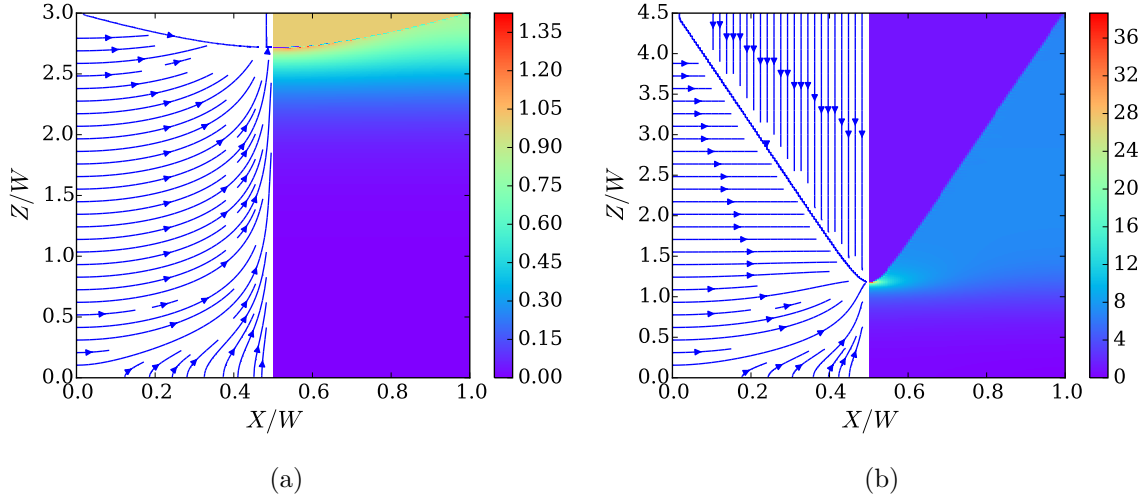


Fig. 6.21 Lignes de courant (à gauche) et norme du champ de vitesse (à droite) pour deux fronts d'imprégnation stationnaires simulés avec des grains non-mouillants ( $\tilde{p}_c = 0$ ). Front d'imprégnation simulé correspondant (a) à une vitesse d'immersion  $V_0/V^* = 0,65$  sur un maillage de taille  $100 \times 600$  et un rapport d'aspect  $H/W = 1$  (b) à une vitesse d'immersion  $V_0/V^* = 49,6$  sur un maillage de taille  $100 \times 900$  avec un rapport d'aspect  $H/W = 3,5$ .

courant remontant vers le centre du profil émergent d'une iso-pression  $\rho g W / (2 \tan \theta)$  où  $W / (2 \tan \theta)$  correspond à la profondeur de la pointe du profil sans courbure. Le gradient de pression vertical à proximité de la pointe vaut alors  $\nabla p \sim \rho g W / R_c$ . En appliquant l'équation de Darcy, on écrit que

$$V_0 \sim \frac{k}{\eta(1-\phi)} \nabla p \quad \Rightarrow \quad \frac{R_c}{W} \sim \left( \frac{V_0}{V^*} \right)^{-1}. \quad (6.6.12)$$

Cette prédiction théorique reproduit bien la loi d'échelle observée à la fois expérimentalement et numériquement, dont l'origine est purement géométrique et résulte de la courbure des lignes de courant à proximité du centre du profil.

### 6.6.3 Grains mouillants - $\tilde{p}_c > 0$

Les simulations réalisées pour l'instant sans effets capillaires ont permis de mettre en évidence un changement de direction des écoulements, à proximité de la pointe du profil, compatible avec les expériences effectuées avec les grains non-mouillants. Cependant, les grains mouillants ne présentent pas cette rupture de comportement, en particulier nous observons une pente  $\tan \theta$  proportionnelle à  $(V_0/V^*)^{-0,66}$  sur toute la gamme de vitesses étudiée. Afin de tester le rôle de la nature des grains, nous nous intéressons à présent à l'influence de la capillarité sur la pente du profil d'imprégnation. Comme nous l'avons vu dans la section 6.5, la capillarité induit un épaulement à proximité de la surface libre, où ses effets sont prédominants, mais elle n'impacte pas la pente du profil, pour un milieu semi-infini. Dans le cas de fronts stationnaires, le milieu poreux n'est pas infini et le front est confiné entre une première courbure due à la capillarité et une seconde due à la convergence des écoulements à la pointe. Ce type de profil est approximé numériquement, sur le demi-domaine  $[0; W/2]$ , par une fonction du type :

$$\tilde{z}(\tilde{x}) = \frac{H}{W} \left( \frac{1}{C_1^n + 1} - \frac{(1-\tilde{x})^{n+1}}{C_1^n + (1-\tilde{x})^n} + (1-\tilde{x}) \frac{\tilde{x}^{n+1}}{C_2^n + \tilde{x}^n} \right). \quad (6.6.13)$$

où  $C_1$  et  $C_2$  sont respectivement les paramètres de courbures à la pointe du profil et à la surface libre. Les paramètres  $H$  et  $n$  modifient toujours le rapport d'aspect et la pente du profil. Ces

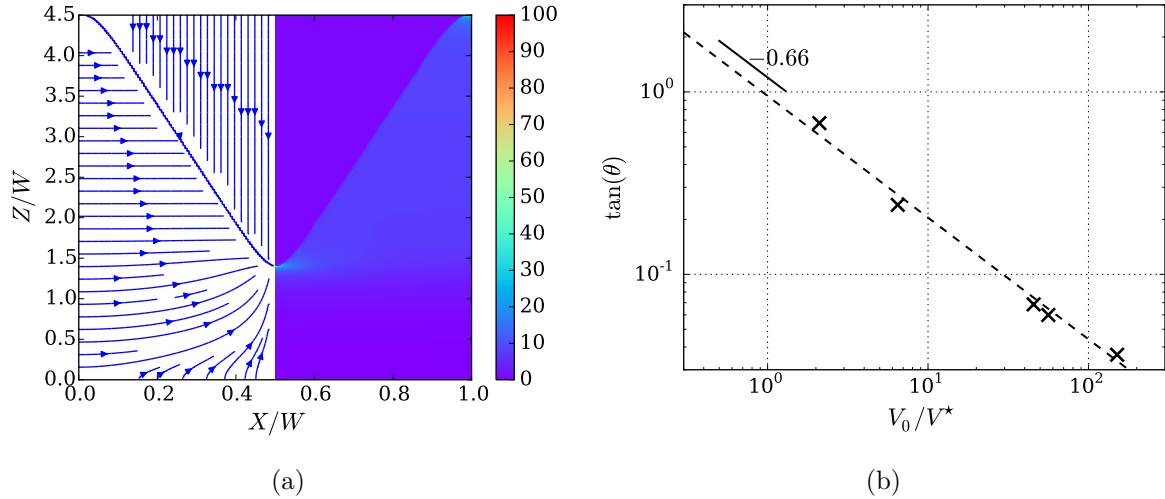


Fig. 6.22 (a) Lignes de courant et amplitude des vitesses simulées pour un front d'imprégnation stationnaire dans un matériau poreux composé de grains mouillants ( $\tilde{p}_c > 0$ ,  $V_0/V^* = 44,4$ ,  $H/W = 6,5$ ). (b) Évolution de la pente principale  $\tan \theta$  en fonction de la vitesse d'immersion adimensionnée  $V_0/V^*$  pour des grains mouillants. Les points sont ajustés par une loi de puissance d'exposant 0,66 tracée en pointillés noirs.

quatre paramètres sont utilisés afin de générer des profils stationnaires en considérant la nouvelle condition de pression le long du front  $\tilde{p}_{i_F, j_F} = -\tilde{p}_c$  avec  $\tilde{p}_c > 0$  pour des grains mouillants. Un exemple de front d'imprégnation est présenté sur la Fig. 6.22(a) pour une pression capillaire  $\tilde{p}_c = 1$ . Physiquement, cela correspond à  $p_c = \rho g W$ , soit une hauteur de Jurin  $h_J$  égale à la largeur du milieu poreux, soit quelques centimètres. On constate que les écoulements restent horizontaux sur une grande partie du profil et que le rayon de courbure à la pointe du profil n'est pas influencé par l'épaulement capillaire à la surface.

Notons que la simulation de ce type de profil peut poser problème à faible vitesse d'immersion. En effet, la pression capillaire induit un gradient de pression important. Si la vitesse de translation du matériau poreux est trop faible, l'imbibition capillaire prend le pas sur l'entraînement du milieu poreux et l'obtention d'un front stationnaire nécessite de permettre au fluide de monter au-dessus de la surface du réservoir. Cette situation, visible expérimentalement à basse vitesse, apparaît lorsque la vitesse typique d'imprégnation capillaire devient comparable à la vitesse d'immersion. Cette vitesse typique s'écrit :

$$V_c^* = \frac{k p_c}{\eta W}. \quad (6.6.14)$$

Dans toutes les simulations réalisées avec capillarité,  $\tilde{p}_c = 1$ , ce qui implique  $p_c = \rho g W$  et donc  $V_c^* = V^*$ . Les remontées capillaires n'apparaissent donc pas pour  $V_0 \gg V^*$ , soit en pratique  $V_0/V^* > 50$ . Une modification du code numérique a donc été nécessaire afin de permettre l'imprégnation du fluide sur une couche en dehors du réservoir. Ceci a été fait en imposant une condition de flux nulle à la paroi latérale en dehors du réservoir. La condition  $V_0 \gg V_c^*$  fixe par ailleurs le seuil de validité de l'hypothèse d'écoulement horizontal à proximité de la surface libre. Une estimation de la vitesse pour les grains de diamètre  $\bar{d}_g = 430 \mu\text{m}$  donne  $V_c^* = 5 \text{ mm.s}^{-1}$  soit  $V_c^* = 2V^*$ . L'hypothèse n'est donc rigoureuse que pour  $V_0 > 30 \text{ mm.s}^{-1}$  mais fonctionne également plutôt bien pour des vitesses plus faibles.

Une fois les profils stationnaires obtenus, la pente centrale du front est mesurée comme précédemment. L'évolution de  $\tan \theta$  est présentée sur la Fig. 6.22(b) en fonction de  $V_0/V^*$ . À nouveau, les simulations numériques sont en accord avec les résultats expérimentaux [Fig. 6.10(a)] puisque  $\tan \theta$  varie comme  $(V_0/V^*)^{-0,66}$ . Bien que les écoulements soient toujours horizontaux, la loi de

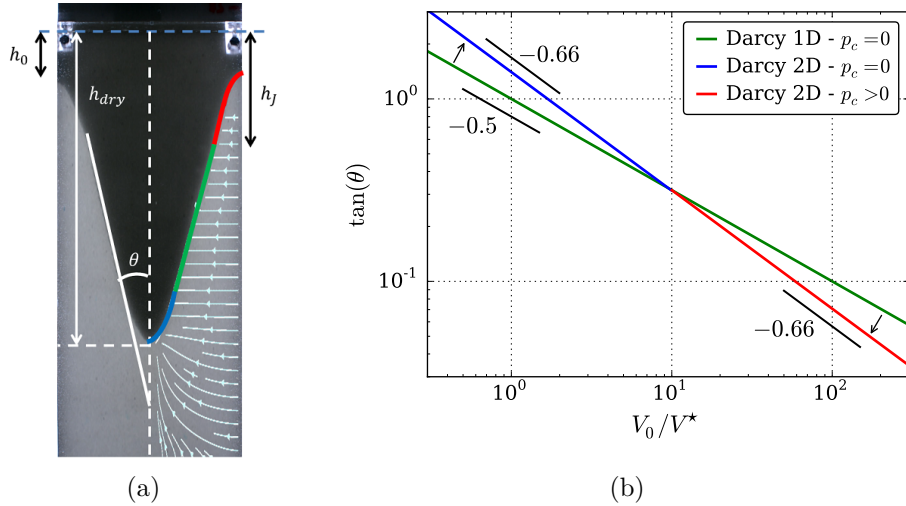


Fig. 6.23 (a) Profil d'imprégnation stationnaire découpé en trois parties suivant l'effet prédominant dans la morphologie du front. Les lignes de courant sont issues d'une simulation numérique. (b) Récapitulatif des lois d'échelle caractérisant l'évolution de la pente moyenne du profil d'imprégnation  $\tan \theta$  en fonction de la vitesse normalisée d'immersion  $V_0/V^*$ . La courbe verte correspond à une imprégnation dans un poreux infiniment large ou parfaitement anisotrope dans lequel les écoulements sont strictement horizontaux, gouvernés par l'hydrostatique. La courbe bleue correspond à une déviation pour un milieu poreux de largeur finie, dans lequel les lignes de courant se fléchissent à proximité de la pointe du profil en forme de V, induisant une courbure. La courbe rouge introduit en plus un effet capillaire qui courbe les profils d'imprégnation à faible profondeur ( $z < h_J$ ).

puissance change et la transition observée sans capillarité à haute vitesse disparaît pour laisser place à un exposant  $\alpha \simeq 0,66$  sur 2 décades de  $V_0/V^*$ . Ce résultat est dû au confinement du front d'imprégnation entre la courbure capillaire et la courbure liée aux écoulements à la pointe. À grande vitesse, la courbure capillaire raidit le front, diminuant ainsi la valeur de  $\tan \theta = dx/dz$ . À basse vitesse, le front est trop plat pour être sensible à ce changement de forme et la capillarité a peu d'effet sur la pente du front. Cependant, rien ne justifie la valeur de l'exposant qui reste empirique et à peu près constante sur toutes les gammes de vitesses et de largeurs étudiées expérimentalement et numériquement.

#### 6.6.4 Conclusion et récapitulatif

La forme du front stationnaire résulte donc de la combinaison d'effets capillaires et hydrostatiques prédominants à différentes échelles et différentes vitesses d'entraînement. La pression capillaire est prépondérante à faible profondeur pour les grains mouillants, lorsque  $z \leq h_J$ , et est responsable de la courbure concave du front à proximité de la surface libre, qui peut être décrite analytiquement. La surpression hydrostatique prend le pas à plus grande profondeur, pour  $z \gg h_J$ . Cette surpression, linéairement croissante avec la profondeur, induit des écoulements latéraux loin de la pointe du profil. Ceux-ci se courbent finalement en s'en approchant, ce qui est permis par la largeur finie du matériau granulaire, afin de régulariser la forme du profil. En fonction de la vitesse d'immersion et en absence de capillarité, une transition sépare les gammes de vitesses pour lesquelles le profil d'imprégnation est piloté par des écoulements latéraux ou courbés. Les Fig. 6.23(a)-(b) résument l'impact des différents effets - hydrostatique, capillarité et géométrie - sur la forme du profil d'imprégnation et sur sa dépendance à la vitesse d'immersion.

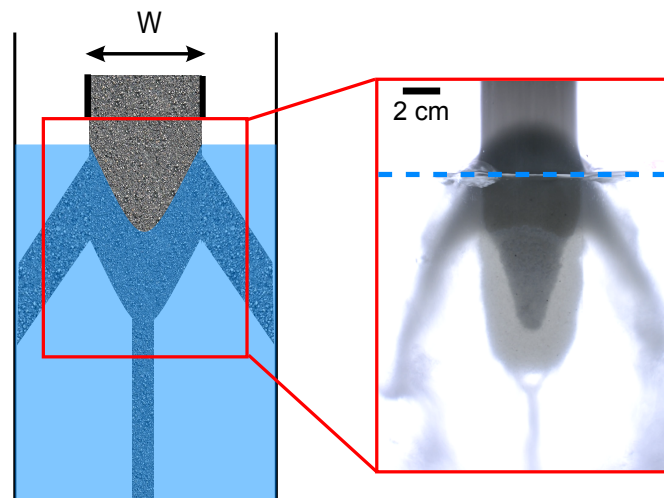


Fig. 6.24 Schéma d'un jet dense de grains, libre latéralement et confiné entre deux plaques de PMMA transparentes. Le jet s'imprègne latéralement en suivant un front en forme de V avant de s'évacuer par le centre à un débit inférieur au débit d'alimentation. Des jets secondaires apparaissent sur les côtés pour évacuer le trop-plein de grains. La photographie à droite correspond à un jet dense de billes de verre de diamètre  $d_g = 400 - 460 \mu\text{m}$ .

## 6.7 Du matériau poreux modèle au jet granulaire dense

### 6.7.1 Jet libre et jet confiné

Revenons à présent au problème initial du jet granulaire dense entrant dans un liquide. Nous réalisons des expériences de jet granulaire dans des conditions proches de celles des milieux poreux, avec un jet libre de largeur  $W = 5 \text{ cm}$  confiné entre deux plaques de PMMA séparées d'une distance de 12 mm (Fig. 6.24). Le jet est ainsi quasi-2D, ce qui permet de visualiser le front d'imprégnation à l'intérieur. La Fig. 6.24 illustre la morphologie d'un jet granulaire dense composé de billes de verre de diamètre  $d_g = 400 - 460 \mu\text{m}$  pénétrant dans un réservoir rempli d'eau. Le jet ralentit en traversant l'interface liquide-air et s'imprègne tout en restant dense. Le front prend la forme d'un V, caractéristique des imprégnations 2D vu précédemment, mais nos expériences sont trop courtes pour atteindre un état stationnaire. Après avoir été imbibés, les grains ne s'évacuent pas immédiatement et forment un "bouchon granulaire", composé de grains secs et de grains immergés, qui se vidange avec un certain débit que nous noterons  $Q_c$ . La formation de ce bouchon entraîne une accumulation de grains secs à la surface du réservoir qui s'échappent alors latéralement car le débit d'arrivée des grains est plus élevé que le débit de vidange  $Q_c$ . Ceci entraîne l'apparition de jets secondaires latéraux, visibles sur la Fig. 6.24.

L'apparition de jets secondaires complexifie la situation puisque le débit de grains alimentant le jet principal est différent du débit total d'alimentation. Pour y voir plus clair et se focaliser sur l'interaction entre le jet granulaire et le liquide, nous confignons latéralement ce dernier par deux grilles métalliques, de faible diamètre d'ouverture ( $250 \mu\text{m}$ ), laissant passer le liquide mais empêchant l'étalement latéral des grains (voir Fig 6.25). Comme pour le jet libre, un front d'imprégnation apparaît, entraînant la formation d'un bouchon de grains secs et de grains immergés qui se dispersent dans le liquide à un débit critique  $Q_c$ . Cependant, en raison du confinement latéral des grains, le surplus de grains ne peut plus être évacué. Le débit d'alimentation en grains secs, en provenance

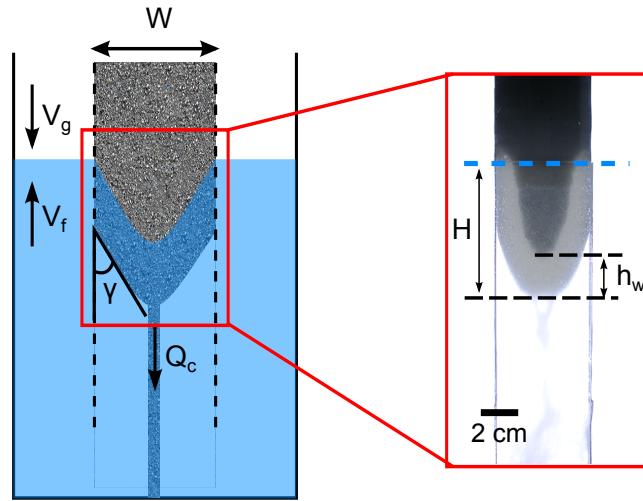


Fig. 6.25 Schéma d'un jet dense de grains confiné latéralement par un tamis d'ouverture  $250 \mu\text{m}$  laissant passer l'eau mais pas les grains. Un régime stationnaire s'établit, dont la photographie est une illustration pour des billes de verre de diamètre  $d_g = 400 - 460 \mu\text{m}$ , caractérisé par des fronts d'imprégnation et d'évacuation stable se déplaçant à même vitesse par rapport aux grains.

du réservoir, s'adapte donc et diminue brutalement pour égaliser le débit d'évacuation. Un régime stationnaire se met en place avec une vitesse de chute des grains constante et la formation d'un front d'imprégnation et d'un front d'évacuation tous deux stationnaires, délimitant respectivement les grains secs des grains immergés et les grains immergés, restés denses, du liquide pur. Ce régime stationnaire est par ailleurs indépendant de la vitesse de chute des grains, puisqu'il est gouverné par l'évacuation des grains. Un exemple de front stationnaire est présenté sur la Fig. 6.25 pour des grains mouillants de diamètre  $d_g = 400 - 460 \mu\text{m}$ . On retrouve une situation similaire à celle du milieu poreux en translation dans un liquide, à la différence près que le milieu poreux imprégné n'est plus parfaitement rectangulaire mais décrit un angle  $\gamma$  par rapport au cas du poreux, ce qui va entraîner des différences dans le champ de vitesse, et que la vitesse d'alimentation en grains n'est pas contrôlée *a priori*, mais sélectionnée par le système.

Ce régime stationnaire permet de mesurer à la fois la vitesse d'entrée des grains dans l'eau et la forme du front de mouillage stationnaire, caractérisé par une pente moyenne  $\tan \theta$  et un rayon de courbure  $R_c$  à la pointe. Ces valeurs sont mesurées pour les trois lots de grains mouillants. Les résultats sont tracés sur les Fig. 6.26(a)-(b) qui reprennent également les résultats obtenus pour les matériaux poreux. La vitesse d'arrivée des grains en régime stationnaire est notée  $V_0$  pour faire écho au travail sur les matériaux poreux. Pour les jets confinés, elle est adimensionnée par une vitesse caractéristique  $V^*$  calculée en utilisant la formule de Carman-Kozeny [22] :

$$V^* = \frac{\rho g d_g^2}{\eta 180} \left( \frac{1 - \phi}{\phi} \right)^2, \quad (6.7.1)$$

avec  $\phi$  la compacité du jet prise égale à 0,6. On constate que les valeurs de  $\tan \theta$  pour les jets confinés stationnaires sont comparables et compatibles avec celles mesurées pour les matériaux poreux, justifiant bien notre approche d'approximation de la pénétration d'un jet granulaire dense par l'immersion d'un matériau poreux. Par contre, les rayons de courbures mesurés à la pointe sont plus élevés pour les jets que pour les milieux poreux. On peut expliquer ce décalage par la géométrie du jet, et en particulier la frontière entre la zone dense immergée et le liquide. En effet, on

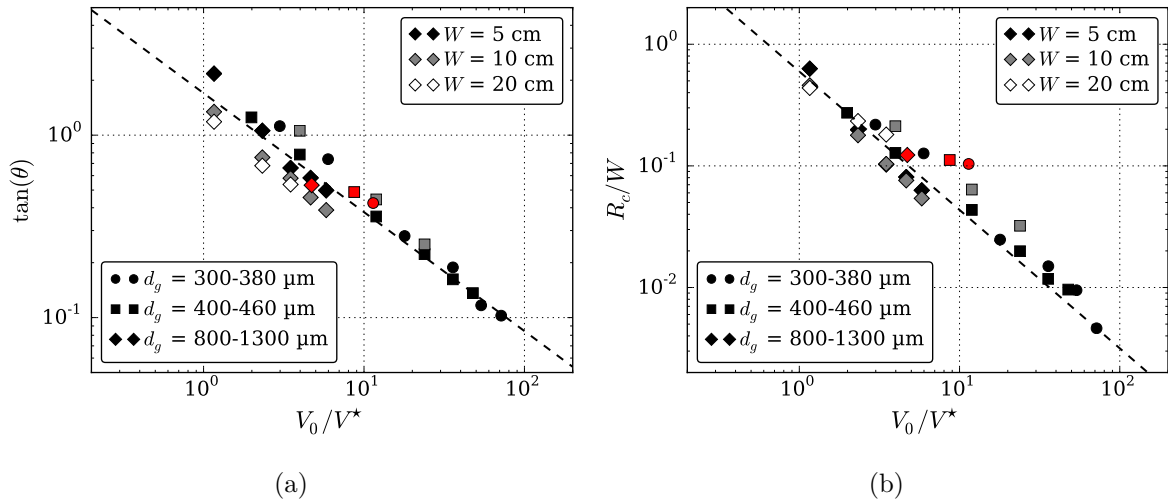


Fig. 6.26 (a) Évolution de la pente moyenne  $\tan \theta$  du profil stationnaire d'imprégnation en fonction de la vitesse d'immersion adimensionnée  $V_0/V^*$ . (b) Évolution du rayon de courbure de la pointe du profil stationnaire  $R_c/W$  en fonction de la vitesse d'immersion adimensionnée  $V_0/V^*$ . Les données en noir et blanc correspondent aux expériences réalisées avec des matériaux poreux [voir Fig. 6.10(a)] et les points rouges sont issus des mesures en jets granulaires confinés stationnaires.

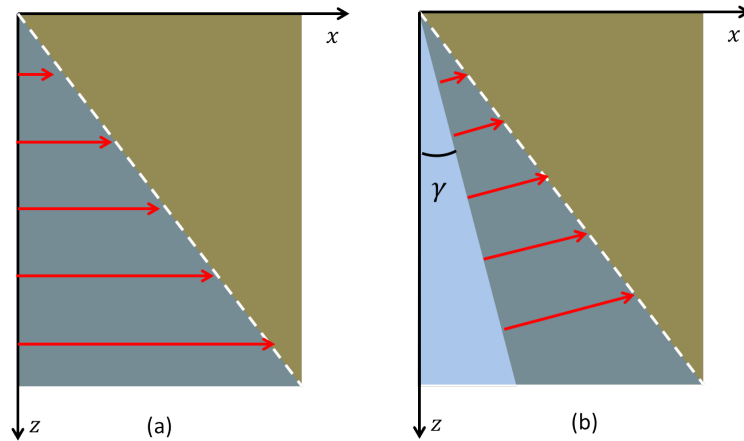


Fig. 6.27 (a) Schéma du champ de vitesse dans un coin de matériau poreux imprégné en partant d'une paroi verticale soumise à un gradient de pression hydrostatique. Cette configuration est similaire à celle du matériau poreux rentrant dans l'eau. (b) Schéma du champ de vitesse dans un coin de matériau poreux imprégné en partant d'une paroi inclinée d'un angle  $\gamma$ , soumise à un gradient de pression hydrostatique. Cette configuration est similaire à celle du jet confiné, définie dans la Fig. 6.25.

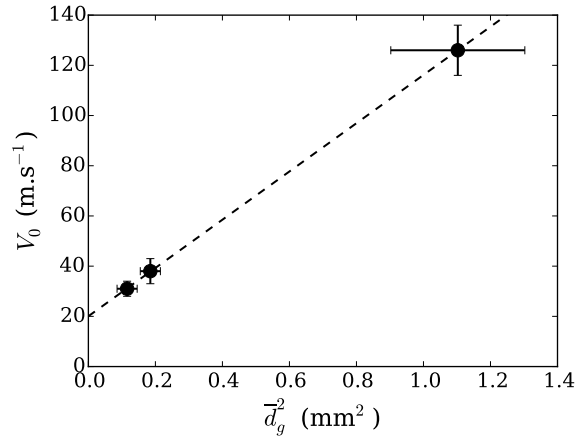


Fig. 6.28 Vitesse du jet stationnaire en fonction du carré du diamètre moyen des grains composant le jet.

peut montrer que les lignes de courant, dans un coin de matériau granulaire soumis à un gradient de pression hydrostatique, sont perpendiculaires à l'interface grains/liquide, comme illustré sur la Fig. 6.27<sup>5</sup>. Les lignes de courant, dans la phase poreuse, convergent donc davantage vers la pointe du profil, entraînant une augmentation du rayon de courbure. La comparaison au milieu poreux n'est donc possible que pour un angle d'ouverture du front d'évacuation relativement faible pour limiter la réorientation des lignes de courant. Cependant cet effet ne semble pas modifier la pente du profil et reste limité à la pointe. On peut en revanche rapprocher cette morphologie à celle, transitoire, observée lors de l'entrée d'un matériau poreux rigide dans l'eau (Fig. 6.3) lorsque le fond n'est pas encore très éloigné comme c'est le cas aux premiers instants.

### 6.7.2 Sélection de la vitesse de vidange

On s'intéresse à présent au régime stationnaire pour lequel les débits d'arrivée de grains secs et d'évacuation des grains immergés sont égaux (Fig. 6.25). Une fois imprégné, les grains continuent à chuter dans le liquide statique. Cette situation est similaire à celle d'un lit fluidisé, dans lequel une couche de grains de compacité  $\phi$  est soulevée par un écoulement de fluide, en se plaçant dans le référentiel du liquide. Dans le cas du jet, la couche de grains fluidisée est la partie immergée, en déplacement dans le liquide. Cela génère un contre-écoulement dans la couche, qui maintient une compacité élevée dans la phase immergée. La décompaction et l'évacuation des grains s'effectue ensuite lorsque la friction visqueuse du contre-écoulement sur la couche granulaire n'est plus suffisante pour contrebalancer le poids de la couche. Cette vitesse augmente avec la taille des grains comme présenté sur la Fig. 6.28, avec une dépendance en  $\bar{d}_g^2$ .

**Modèle unidirectionnel** - Abordons dans un premier temps ce problème en 1D. Un jet granulaire confiné de compacité  $\phi$  pénètre dans un liquide et s'imprègne verticalement avec des fronts, d'imprégnation et d'évacuation des grains, horizontaux (Fig. 6.29). On note  $H$  la profondeur du front d'évacuation, délimitant la phase granulaire immergée de la phase liquide et  $H - h_w$  la profondeur du front d'imprégnation, délimitant la phase granulaire sèche de la phase granulaire immergée (Fig. 6.29). Un grain se désolidarise de la couche immergée d'épaisseur  $h_w$  lorsque la force visqueuse imposée par l'écoulement du fluide, dans le référentiel de la couche de grains, ne compense plus le poids déjaugé du grain. On peut ainsi écrire la vitesse critique comme une vitesse

5. Pour un coin d'angle  $\gamma = \pi/\gamma'$ , le calcul s'effectue facilement en réalisant deux transformations topologiques conformes  $z \rightarrow w = z^{\gamma'}$  puis  $w \rightarrow f = (1/\pi) \ln(w)$  permettant de passer d'une géométrie en coin à une géométrie à deux bords parallèles dans le plan complexe.

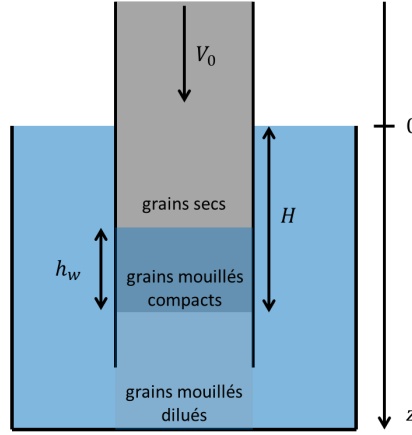


Fig. 6.29 Schéma de l'imbibition dans un jet granulaire 1D. L'imprégnation et la dispersion des grains ne se font que suivant la direction  $z$ .

critique d'Ergun :

$$u_c = \frac{d_g^2}{180} \left( \frac{1-\phi}{\phi} \right)^2 \frac{\Delta\rho g}{\eta} = \frac{u_{Stokes}}{10} \left( \frac{1-\phi}{\phi} \right)^2, \quad (6.7.2)$$

en ne considérant pas une force visqueuse de Stokes sur un grain (donnant  $u_{Stokes} = (d_g^2/18)\Delta\rho g/\eta$ ) mais une force visqueuse de Darcy qui tient compte des effets collectifs dûs aux grains environnants, grâce à la formule de Carman-Kozeny. Cette vitesse microscopique, à l'échelle du grain lorsque le fluide pénètre dans la phase granulaire, détermine la vitesse critique de vidange des particules immergées. Les deux fronts étant stationnaires et les vitesses verticales, la stationnarité impose que  $V_0 = u_c$ . En prenant une compacité extérieure  $\phi = 0,6$ , on obtient une vitesse de front stationnaire  $V_0 = 7 \text{ mm.s}^{-1}$  pour  $\bar{d}_g = 430\mu\text{m}$ , inférieure à la vitesse relevée expérimentalement. À l'inverse, en prenant la vitesse de Stokes, calculée pour un grain seul, la vitesse critique vaut  $150 \text{ mm.s}^{-1}$ . D'autres expressions sont également possibles, exprimant différentes dépendances de la vitesse avec la compacité  $\phi$  [211]. Campos & Guedes de Carvalho ont par ailleurs montré expérimentalement que la vitesse limite, nécessaire pour maintenir en suspension compact un matériau granulaire immergé, valait approximativement 2,5 fois la vitesse d'Ergun [212]. En prenant cette vitesse comme vitesse seuil, on retrouve des valeurs assez proches de nos mesures expérimentales. Dans tous les cas, les expressions théoriques de la vitesse seuil capturent bien la dépendance en  $d_g^2$  mais ne prédisent pas l'offset pressenti par les données expérimentales [Fig. 6.28].

On peut ensuite déterminer l'épaisseur du front stationnaire en connaissant les vitesses d'écoulement. L'écriture de l'équation de Darcy sur la couche imprégnée conduit à :

$$u_c = \frac{k}{(1-\phi)\eta} \left( \frac{\rho g H}{h_w} \right). \quad (6.7.3)$$

Enfin, la pression sous la couche immergée doit équilibrer et retenir le poids des grains qui la surplombe. On effectue alors un bilan de force qui s'écrit à l'équilibre :

$$M_J g + S \rho g h_w (1-\phi) - S \rho g H = 0, \quad (6.7.4)$$

où  $M_J$  est la masse de la colonne de grains secs corrigée par l'effet Janssen dû aux parois de la cellule et qui équivaut à la masse d'une hauteur fixe  $\lambda$  de grains, reliée au coefficient de friction des grains sur les parois, d'où  $M_J = S \rho_g \lambda \phi$ . En combinant les Eqs. (6.7.2), (6.7.3) et (6.7.4), on peut alors exprimer  $h_w$  et  $H$  uniquement en fonction des densités et de la compacité :

$$h_w = \frac{\lambda \rho_g \phi}{\Delta\rho - \rho(1-\phi)} \quad \text{et} \quad H = \left( \frac{\Delta\rho}{\rho} \right) h_w \quad (6.7.5)$$



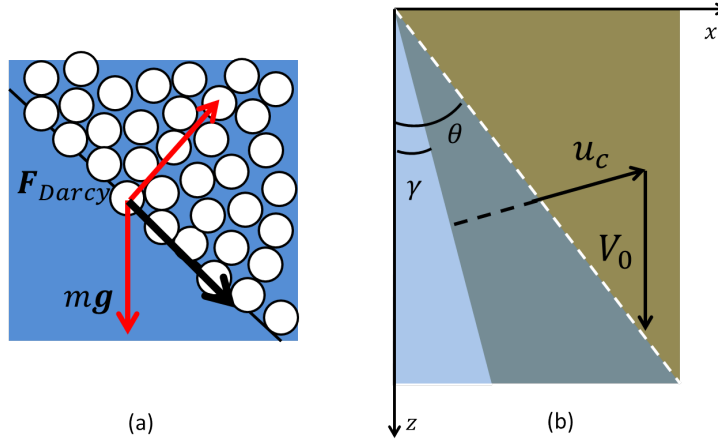


Fig. 6.30 (a) Bilan de force sur les grains situés au niveau du front de décompaction d'un jet 2D. (b) Équilibre des vitesses amenant à la condition de stationnarité des fronts de décompaction et d'imprégnation d'un jet 2D.

La position du front et l'épaisseur de la couche imprégnée sont donc indépendantes de la taille des grains et ne sont sensibles qu'à la compacité de la phase granulaire. Expérimentalement pour les jets confinés, bien que la géométrie soit différente, on constate que l'épaisseur de la zone immergée et la position du front varient également assez peu avec la taille des grains :  $h_w^{exp} \simeq 18$  mm et  $H^{exp} \simeq 55$  mm. La comparaison avec les valeurs expérimentales nécessite d'imposer une longueur de saturation  $\lambda$ . En prenant  $\lambda = (We)/2(W + e)k\mu \simeq 12$  mm avec un coefficient de redistribution  $k = 1$  et un coefficient de friction  $\mu = 0,4$  ainsi qu'une compacité  $\phi = 0,6$  dans le calcul précédent, on trouve  $h_w^{theo} = 16$  mm et  $H^{theo} = 24$  mm. Malgré la simplification portant sur la géométrie, les valeurs des épaisseurs sont du même ordre de grandeur que celles relevées expérimentalement.

**Vitesse critique en 2D** - On revient à présent sur l'imprégnation dans la géométrie 2D réellement mesurée expérimentalement. Les écoulements de fluide étant orthogonaux au front de décompaction, le bilan de force sur le grain introduit une correction en  $\sin \gamma$  où  $\gamma$  est l'angle d'ouverture du front de décompaction (voir Fig. 6.25 et Fig. 6.30). La vitesse critique de détachement d'un grain, équilibrant le poids vertical et la force de friction visqueuse, orthogonale au front, vaut alors [Fig. 6.30(a)] :

$$u_c = \sin \gamma \frac{d_g^2}{180} \left( \frac{1 - \phi}{\phi} \right)^2 \frac{\Delta \rho g}{\eta}. \quad (6.7.6)$$

Cette orientation des écoulements à l'entrée de la phase granulaire immergée est visible expérimentalement puisque le détachement des grains ne se fait pas verticalement mais le long du front, dans la direction résultante de la somme du poids et de la force de friction, lorsque cette dernière devient trop faible. En supposant que les lignes de courant restent orthogonales au front de décompaction jusqu'à arriver au front d'imprégnation [ Fig. 6.30(b)], la condition de stationnarité au front impose que le champ de vitesse total (écoulement dans le poreux + translation verticale à  $V_0$ , voir Fig. 6.30(b)) soit parallèle au front, donc que la résultante normale soit nulle, d'où

$$\sin \theta V_0 = u_c \quad \Rightarrow \quad V_0 = \frac{\sin \gamma}{\sin \theta} \frac{d_g^2}{180} \left( \frac{1 - \phi_0}{\phi_0} \right)^2 \frac{\Delta \rho g}{\eta}. \quad (6.7.7)$$

Expérimentalement, on constate que  $\gamma$  est très proche de  $\theta$ , donc la vitesse critique de décollement en 2D est très proche de la vitesse en 1D. Ce constat explique que la dépendance de la vitesse seuil avec  $d_g^2$  soit bien vérifiée. Le décalage entre l'ordre de grandeur de la vitesse théorique et celle mesurée expérimentalement peut s'expliquer à la fois par le choix de l'expression de la vitesse seuil, comprise expérimentalement entre une vitesse de Stokes pour le grain isolé et une vitesse

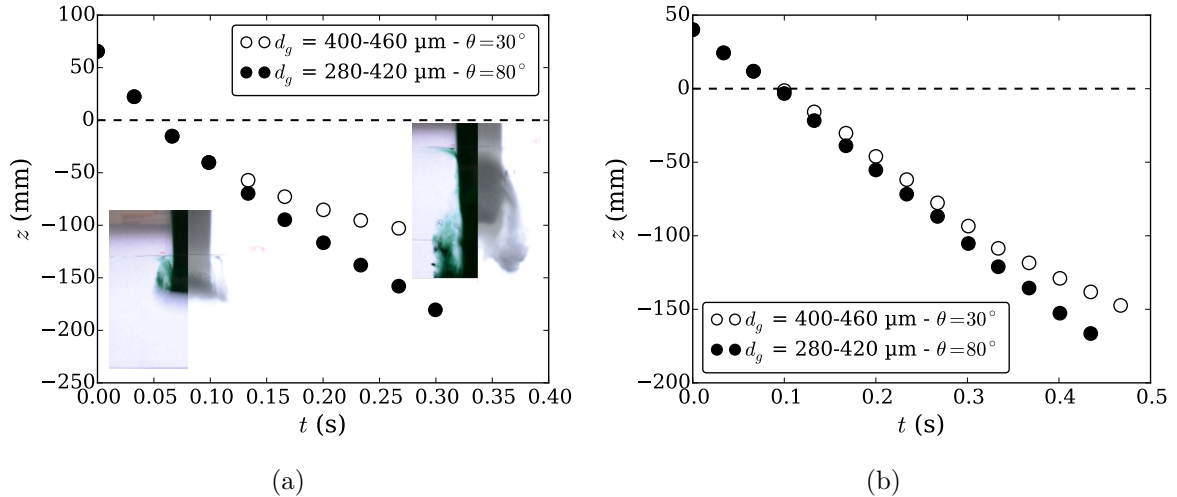


Fig. 6.31 (a) Évolution temporelle de la profondeur  $z$  de la tête d'un jet granulaire composé de grains mouillants (en blanc) et non-mouillants (en noir). Les photographies illustrent la morphologie des deux jets à différents instants, avec ou non de l'imprégnation. (b) Évolution temporelle de la profondeur d'enfoncement d'un matériau poreux rempli de grains mouillants (en blanc) et non-mouillants (en noir), lâché en chute libre dans un réservoir d'eau. La masse de la cellule contenant les grains ( $m = 300$  g) est compensée par un contreponds pour que la chute soit uniquement due aux poids des grains.

de Carman-Kozeny pour un milieu poreux, et par le fait que la porosité n'est pas nécessairement constante d'une taille de grains à l'autre. Ceci est d'autant plus probable que les distributions granulométriques sont assez larges, notamment pour les grains de diamètres  $d_g = 800 - 1300 \mu\text{m}$ . Par ailleurs, pour cette dernière distribution, l'hypothèse de distribution monodisperse devient très discutable pour l'utilisation de la formule de Carman-Kozeny.

### 6.7.3 Influence de la mouillabilité des grains

Nous discutons enfin de l'effet de la mouillabilité des grains sur la dynamique du jet. Ce point, encore en réflexion, constitue une perspective de notre travail sur les propriétés de mouillage des grains. En se basant sur l'étude des matériaux poreux, nous avons montré que la mouillabilité ne modifiait pas fondamentalement la morphologie de l'imprégnation dans l'empilement granulaire. En effet, la forme du front reste inchangée que les grains soient mouillants ou non mouillants mais la position du front est décalée d'une profondeur  $h_0$ , traduisant la surpression hydrostatique nécessaire pour forcer l'imprégnation et vaincre la pression capillaire. Ce phénomène apparaît dès  $55^\circ$  dans les empilements granulaires [110]. De fait, on peut s'attendre à ce qu'un jet de grains non mouillants s'imprègne comme un jet de grains mouillants pour une profondeur plus importante.

**Jet granulaire** - En réalisant l'expérience, on constate que le jet granulaire composé de grains non mouillants ( $\theta \simeq 80^\circ$ ) se comporte assez différemment puisqu'il traverse le liquide du bain sans s'imprégner, à la manière d'un fluide non miscible et plus dense. Ce comportement résulte d'une interaction différente entre le jet granulaire et le liquide environnant. Pour s'en convaincre, l'évolution temporelle de la position de la tête du jet est reportée sur la Fig. 6.31(a) pour des jets granulaires mouillants et non-mouillants. Des photographies des deux jets sont également présentées à différents instants. Au moment de traverser l'interface liquide-air, les deux jets ont une forme similaire et plongent à la même vitesse. Puis rapidement, le jet mouillant s'imprègne et ralentit jusqu'à atteindre une profondeur quasi-constante lorsqu'un "bouchon granulaire" se forme. Pour le jet non-mouillant, l'imprégnation est très faible et le ralentissement du jet est beaucoup

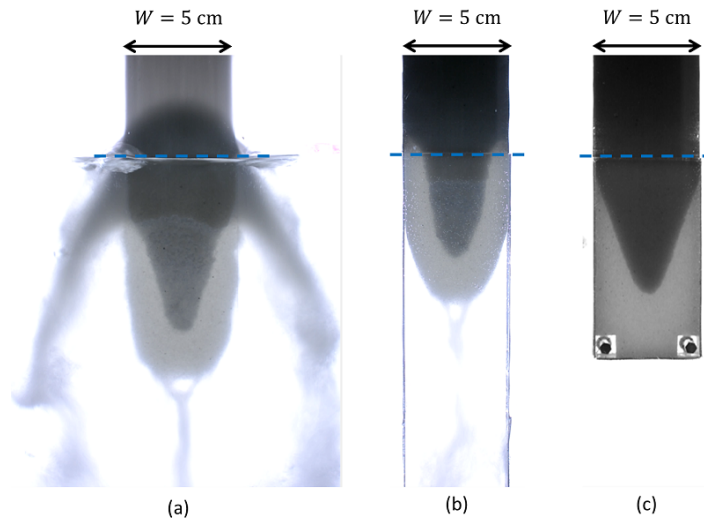


Fig. 6.32 Récapitulatif du passage (a) d'un jet granulaire libre en chute libre dans un réservoir d'eau à (b) un jet granulaire confiné entrant dans l'eau puis à (c) un matériau poreux confiné et translaté dans le réservoir. Dans chacun des cas, on observe la formation d'un front d'imprégnation en forme de V.

plus limité. La présence ou non d'imprégnation dans la porosité semble donc être à l'origine de cette différence de comportement.

**Chute d'un milieu poreux** - La même expérience est ensuite réalisée avec un matériau poreux constitué soit de grains mouillants, soit de grains non-mouillants. Les grains sont ensilés dans la cellule en PMMA de largeur  $W = 5$  cm, d'épaisseur  $e = 12$  mm et de longueur  $H = 30$  cm puis lâchés en chute libre dans le liquide en partant d'une hauteur  $\Delta H = 4$  cm au dessus de la surface du liquide. La masse de la cellule vide est compensé par un contrepois pour que le déplacement du matériau poreux soit uniquement causé par le poids des grains. L'évolution de la profondeur d'enfoncement du bloc poreux est reportée en fonction du temps sur la Fig. 6.31(b) pour des grains mouillants et non-mouillants. Comme pour le jet, on constate que la vitesse de plongée dans le liquide est identique initialement pour les deux types de grains avant de diminuer pour les grains mouillants. L'origine de cette différence de comportement n'est pas triviale puisque plusieurs effets évoluent dans des sens différents. La poussée d'Archimède est importante dans le cas des grains non-mouillants et diminue lorsque le liquide imprègne le matériau, ce qui induirait un ralentissement du matériau non-mouillant. À l'inverse, l'apport de liquide dans le poreux crée un effet de masse ajoutée qui ralentit le déplacement du matériau mouillant. Cependant, en quantifiant cet effet, on se rend compte qu'il est marginal à l'échelle de l'expérience. La compréhension de ce résultat nécessite peut être de considérer l'interaction du bloc poreux avec le fluide environnant et non pas uniquement les transferts de fluide du bain vers le milieu poreux. L'origine du ralentissement d'un matériau poreux pendant qu'il s'imprègne reste donc un point à éclaircir mais semble bien être à l'origine de la singularité du comportement du jet non-mouillant lors de son entrée dans un liquide.

## 6.8 Conclusion

Ce chapitre a permis d'explorer la transition entre un matériau granulaire sec en écoulement et un matériau granulaire saturé, lors de la pénétration de ce dernier dans un liquide en large excès. En partant de la problématique du jet dense de grains, nous avons extrait une situation modèle permettant de caractériser l'interaction entre des grains secs et un liquide au travers de l'étude de l'immersion d'un matériau poreux compact. Cette démarche est résumée par la Fig. 6.32. Cette

configuration a fait l'objet d'une étude complète tant expérimentale que numérique pour comprendre toutes les étapes de l'imprégnation et de l'entraînement d'air dans un matériau poreux en mouvement dans un liquide. L'imprégnation est notamment caractérisée par une phase transitoire pilotée par l'imbibition verticale au cours de laquelle la morphologie du front d'imprégnation évolue jusqu'à atteindre un front stationnaire dont la forme est gouvernée par les écoulements pénétrant latéralement dans le matériau.

Fort de la compréhension d'une configuration modèle, notre travail a permis d'aboutir à plusieurs conclusions concernant la problématique initiale du jet granulaire entrant dans un liquide. La forme du front d'imprégnation, dans les gammes de vitesse étudiées, correspond bien à ce qui est observé dans les matériaux poreux même si des différences liées à la géométrie subsistent. Par ailleurs, nous avons déterminé un seuil d'évacuation des grains une fois qu'ils sont imprégnés. Ce seuil de dispersion gouverne la mise en suspension des particules après imbibition et limite le débit de grains qui peuvent être solubilisés par le liquide. Enfin, la mouillabilité des particules modifie sensiblement l'interaction du jet avec le fluide en permettant ou non la dissipation de l'énergie cinétique du jet lors de son imprégnation.

Ce travail constitue un élément de compréhension de la physique entourant la transition sec-humide lors de la pénétration d'un écoulement granulaire dense en apportant une description plus fine de l'interaction entre le liquide et les grains lors de cette phase transitoire. Cependant, un important travail reste à accomplir afin de mieux modéliser le couplage hydrodynamique entre le jet granulaire et le fluide extérieur qui n'a pas été considéré dans cette étude. Ce couplage, sensible à la fois aux propriétés des grains (densité, mouillage) et à celle du liquide, reste un frein à une compréhension globale de la transition entre le matériau granulaire sec et la suspension dense.

## Annexe : Expression analytique de la dynamique transitoire d'imbibition verticale

Dans cette partie, nous déterminons une solution analytique implicite de l'Eq. (6.3.8) décrivant l'imbibition dans un matériau poreux 1D translaté dans un réservoir de liquide à vitesse constante  $V_0$ . On rappelle d'abord l'Eq. (6.3.8) :

$$\frac{dL_{wet}}{dT} = \frac{1 + (V_0/V^*)T}{L_{wet}} - 1, \quad (6.8.1)$$

avec  $L_{wet}$ ,  $T$  et  $V^*$  la longueur adimensionnée, le temps adimensionnée et la vitesse caractéristique d'imprégnation sous gravité. On introduit une variable temporelle réduite  $\tilde{T}$  définie par :

$$\tilde{T} = \frac{V_0}{V^*}T + 1, \quad (6.8.2)$$

de sorte que l'Eq. (6.8.1) se réécrit :

$$\frac{V_0}{V^*} \frac{dL_{wet}}{d\tilde{T}} = \frac{\tilde{T}}{L_{wet}} - 1. \quad (6.8.3)$$

On définit une nouvelle variable  $\tilde{u}$  par

$$\tilde{u} = \frac{L_{wet}}{\tilde{T}}, \quad (6.8.4)$$

et l'Eq. (6.8.3) devient, après simplification :

$$\frac{V_0}{V^*} \frac{d\tilde{u}}{d\tilde{T}} = \frac{1}{\tilde{T}} \left( \frac{1}{\tilde{u}} - 1 - \frac{V_0}{V^*} \tilde{u} \right). \quad (6.8.5)$$

Finalement, on définit la variable  $\tilde{U}$  et le paramètre  $\tilde{V}_0$  tels que

$$\tilde{U} = \frac{2V_0}{V^*} \tilde{u}, \quad \tilde{V}_0 = \left( \frac{4V_0}{V^*} + 1 \right)^{1/2}, \quad (6.8.6)$$

et l'Eq. (6.8.5) peut se réécrire :

$$\frac{d\tilde{U}}{d\tilde{T}} = \frac{1}{\tilde{T}} \left[ \frac{\tilde{V}_0^2 - (\tilde{U} + 1)^2}{\tilde{U}} \right]. \quad (6.8.7)$$

L'Eq. (6.8.7) peut ensuite s'exprimer sous une forme intégrable :

$$\frac{d\tilde{T}}{\tilde{T}} = \frac{d\tilde{U}}{2\tilde{V}_0} \left[ \frac{-(\tilde{V}_0 + 1)}{\tilde{V}_0 + \tilde{U} + 1} + \frac{\tilde{V}_0 - 1}{\tilde{V}_0 - (\tilde{U} + 1)} \right]. \quad (6.8.8)$$

Enfin, en intégrant l'Eq. (6.8.8) avec la condition initiale  $\tilde{U}(\tilde{T} = 1) = 0$  correspondant à  $L_{wet}(T = 0) = 0$ , la solution de l'équation d'imprégnation sous immersion s'écrit :

$$\ln \tilde{T}_0 - \ln \tilde{T} = \frac{1}{2} \left[ \left( 1 + \frac{1}{\tilde{V}_0} \right) \ln (\tilde{V}_0 + \tilde{U} + 1) + \left( 1 - \frac{1}{\tilde{V}_0} \right) \ln (\tilde{V}_0 - (\tilde{U} + 1)) \right], \quad (6.8.9)$$

avec

$$\ln \tilde{T}_0 = \frac{1}{2} \left[ \left( 1 + \frac{1}{\tilde{V}_0} \right) \ln (\tilde{V}_0 + 1) + \left( 1 - \frac{1}{\tilde{V}_0} \right) \ln (\tilde{V}_0 - 1) \right]. \quad (6.8.10)$$

Finalement, la relation implicite  $\tilde{U}(\tilde{T})$  se simplifie comme suit :

$$\tilde{T}^2 = \frac{1}{\left(1 + \frac{\tilde{U}}{\tilde{V}_0+1}\right)^{1+\frac{1}{\tilde{V}_0}} \left(1 - \frac{\tilde{U}}{\tilde{V}_0-1}\right)^{1-\frac{1}{\tilde{V}_0}}}, \quad (6.8.11)$$

dont les variables réduites  $\tilde{T}$  et  $\tilde{U}$  sont rappelées ci-dessous, ainsi que le paramètre  $\tilde{V}_0$  :

$$\tilde{T} = \frac{V_0}{V^*}T + 1, \quad \tilde{U} = \frac{2L_{wet}}{T + (V^*/V_0)}, \quad \tilde{V} = \left(\frac{4V_0}{V^*} + 1\right)^{1/2}. \quad (6.8.12)$$

Afin de retourner au comportement aux temps longs, nous prenons la limite à  $\tilde{T} \rightarrow 1$  et le membre de droite de l'Eq. (6.8.11) doit diverger, soit :

$$1 - \frac{\tilde{U}}{\tilde{V} - 1} \rightarrow 0, \quad (6.8.13)$$

ce qui conduit à l'expression approchée suivante :

$$L_{wet} = \nu T \quad \text{avec} \quad \nu = -\frac{1}{2} + \frac{1}{2} \sqrt{1 + 4 \left(\frac{V_0}{V^*}\right)}. \quad (6.8.14)$$

On retrouve alors la dépendance analytique de la vitesse du front d'imprégnation avec la vitesse d'immersion, vérifiée expérimentalement dans la partie précédente.



# Chapitre 7

## Conclusions et perspectives

### Sommaire du chapitre

---

<b>7.1 Principaux résultats</b> . . . . .	<b>159</b>
7.1.1 Dynamique et mécanismes de croissance par accrétion . . . . .	159
7.1.2 Effets du cisaillement sur la structure et la croissance des agrégats . . . . .	160
7.1.3 Morphologie des fronts d'imprégnation . . . . .	161
<b>7.2 Limites</b> . . . . .	<b>162</b>
7.2.1 Description locale du mécanisme de capture . . . . .	162
7.2.2 Interaction hydrodynamique du jet granulaire avec le bain liquide . . . . .	162
<b>7.3 Travaux en cours et perspectives</b> . . . . .	<b>163</b>
7.3.1 Transport de liquide dans des matériaux granulaire en mouvement . . . . .	163
7.3.2 Mélange dans les matériaux granulaires hétérogènes . . . . .	166
<b>7.4 Conclusion générale</b> . . . . .	<b>170</b>

---

Ce chapitre dresse le bilan du travail accompli au cours de cette thèse ainsi que les perspectives et travaux futurs. Nous résumons les principaux résultats présentés dans ce manuscrit puis plusieurs pistes de perspectives issues de ce travail. Certaines ont d'ores et déjà été abordées au cours de la thèse et nous donnons un aperçu de quelques résultats préliminaires.

### 7.1 Principaux résultats

Tout au long de cette thèse, nous nous sommes intéressés aux mécanismes d'interaction entre un matériau granulaire sec en écoulement et un liquide. Deux phénomènes ont été particulièrement étudiés durant ce travail : l'accrétion granulaire d'un matériau sec en écoulement sur une phase humide saturée (Chap. 3 et 4) et l'imprégnation dynamique dans un écoulement dense de grains pénétrant dans un liquide (Chap. 6). Le phénomène d'érosion a également été observé dans certaines expériences (Chap. 5) lorsque le matériau granulaire humide devient insaturé. En combinant une approche expérimentale avec des considérations théoriques, sous forme de lois d'échelle ou de calculs analytiques, ainsi qu'une approche numérique, nous avons pu montrer que l'interaction entre des matériaux granulaires secs et humides induit des phénomènes d'échanges, de grains et de liquide, dont nous avons déterminé les origines physiques et identifié les mécanismes sous-jacents. Nous proposons ici un résumé des principaux résultats de la thèse.

#### 7.1.1 Dynamique et mécanismes de croissance par accrétion

L'expérience d'accrétion horizontale présentée dans le chapitre 3 a permis d'étudier la dynamique de croissance d'un agrégat soumis à un jet granulaire dilué et grossissant à partir d'un



matériau granulaire humide, saturé et connecté à un réservoir de liquide. Grâce à l'imagerie par microtomographie X, nous avons démontré que l'agrégat ainsi formé est saturé, dans l'état capillaire, et que sa cohésion est assurée par la dépression capillaire aux interfaces liquide-air.

En modifiant la dépression hydrostatique  $\rho g \Delta h$ , nous avons mis en évidence l'existence de deux régimes de croissance distincts : un régime limité par le déplacement du liquide à travers le réseau granulaire pour atteindre la surface du matériau, appelé *régime visqueux*, et un régime limité par la dynamique de capture des grains secs qui doivent impacter une zone riche en liquide pour être piégés, baptisé *régime de capture*. Le passage d'un régime à l'autre résulte de la diminution de la probabilité de capture d'un grain lorsque la dépression hydrostatique augmente, se traduisant par une rétraction des ménisques en raison de la dépression capillaire et une fraction surfacique de liquide, disponible pour capturer des grains, plus faible.

Nous avons par ailleurs montré que l'accrétion est un phénomène local associé à la disponibilité du liquide à la surface du matériau granulaire humide. La probabilité de capture est proportionnelle à la fraction surfacique de liquide  $\phi_{liq}$ , répartie dans des sites de capture dans lesquels les grains peuvent se loger. La rétraction gravitaire des ménisques interfaciaux se traduit par une diminution de la quantité de liquide disponible à la surface pour capter des grains, réduisant de fait la probabilité de capture suivant une loi exponentielle

$$\mathcal{P}_{capt}(\Delta h) = \mathcal{P}_0 \exp\left(-\frac{\Delta h}{h^*}\right) \propto \phi_{liq}(\Delta h). \quad (7.1.1)$$

Les paramètres  $\mathcal{P}_0$  et  $h^*$  caractérisent respectivement l'efficacité du processus de capture lorsqu'un grain impacte une surface recouverte de liquide et la longueur caractéristique de rétraction des ménisques sous gravité.

Enfin, la rétraction des ménisques et la diminution du taux de capture associée sont à l'origine de la dynamique de croissance logarithmique observée dans les expériences d'accrétion verticale. Les propriétés physico-chimiques du liquide et la cinétique des grains influent par ailleurs sur la dynamique de croissance des agrégats en modifiant l'efficacité du mécanisme de capture et la répartition du liquide aux interfaces.

### 7.1.2 Effets du cisaillement sur la structure et la croissance des agrégats

Comme nous l'avons vu dans le chapitre 4, la dynamique logarithmique d'accrétion verticale, observée dans le cas d'un écoulement granulaire dilué, se généralise pour des écoulements denses et cisailés. Les expériences réalisées sur un plan incliné rugueux ont ainsi permis d'étudier l'influence du taux de cisaillement appliqué par l'écoulement granulaire sec, sur la dynamique de croissance d'un agrégat saturé. La capture des grains s'effectuant à l'interface entre l'agrégat et l'écoulement, la vitesse des grains  $y$  est faible et n'affecte pas l'efficacité de la capture, comme cela est le cas pour des impacts verticaux de grains à plus grande vitesse.

Nous avons ainsi montré que le taux de cisaillement agit sur la dynamique de croissance de deux façons : (1) en modifiant la fréquence de passage des grains et donc le nombre de grains effectivement en contact avec l'agrégat humide par unité de temps et (2) en changeant la distribution surfacique des grains et du liquide, créant plus ou moins de sites propices à la capture de nouveaux grains. Un taux de cisaillement élevé entraîne en effet une désorganisation des grains à la surface, libérant des espaces et forçant la rétraction des ménisques pour satisfaire à la géométrie de l'interface. Cet effet est capturé par le nombre d'inertie moyen  $\langle I \rangle$  qui compare la contribution tangentielle de l'écoulement, reliée au taux de cisaillement, à la contribution normale, découlant de la pression de confinement. Une loi d'échelle sur la hauteur de rétraction des ménisques a ainsi pu être déduite des résultats expérimentaux :

$$h^* = \delta[\beta_0 - f\langle I \rangle]. \quad (7.1.2)$$

Ces travaux ont ainsi permis d'isoler le rôle de l'écoulement granulaire dense dans le processus d'accrétion et l'émergence d'une loi d'accrétion. Couplée à la loi d'érosion, déterminée lorsque la

phase humide est peu saturée [129], cette loi permet d'envisager une description locale des échanges pouvant se produire entre des hétérogénéités granulaires au cours du mélange en fonction de la teneur en liquide dans l'agrégat.

### 7.1.3 Morphologie des fronts d'imprégnation

Les expériences d'entrée de jets granulaires denses dans un réservoir de liquide ont mis en évidence l'apparition d'un front d'imprégnation stationnaire en forme de V, caractéristique de la compétition entre la dynamique de pénétration du liquide dans le matériau granulaire et le déplacement des grains dans le réservoir. Le jet restant compact au moment d'entrer dans le liquide, nous avons montré que cette situation peut être modélisée au premier ordre par la translation d'un matériau poreux dans un liquide.

Dans le cadre de cette expérience modèle, détaillée dans le chapitre 6, nous avons ainsi pu étudier et comprendre l'origine de la morphologie des fronts d'imprégnation, en fonction de la taille des grains, de leur mouillabilité et de la largeur des matériaux poreux considérés. Ces travaux ont mis en avant l'importance de la vitesse d'immersion adimensionnée  $V_0/V^*$  qui gouverne la forme du profil d'imprégnation en V, où  $V_0$  est la vitesse d'entrée du matériau poreux dans l'eau et  $V^* = k\rho g/[\eta(1-\phi)]$  est la vitesse caractéristique d'imprégnation gravitaire. En effet, dans la gamme de taille de grains étudiée, la pénétration du liquide résulte à la fois d'effets capillaires à l'échelle du pore, de surpressions hydrostatiques générées par l'enfoncement du matériau poreux et d'effets géométriques liés à la forme du matériau. La pression hydrostatique détermine la forme globale du front en fixant une pente dépendant de  $V_0/V^*$ . Les effets capillaires, pour des grains mouillants ou non-mouillants, sont cependant notables à faible profondeur, induisant un épaulement capillaire ou une longueur sèche entraînée sous la surface libre, selon le signe de la pression capillaire, dépendant de la mouillabilité. La forme de la pointe du profil en V est par ailleurs sensible à la courbure des lignes de courant à proximité de la pointe, plus ou moins marquée selon la perméabilité et la largeur du matériau. La combinaison de ces trois effets donne un profil plus complexe qu'attendu, ce qui nous a conduits à utiliser des outils analytiques et numériques pour décrire finement l'influence de l'ensemble de ces effets.

Ce travail permettra d'aborder à présent de nouvelles configurations d'écoulements granulaires denses pénétrant dans un liquide tant que l'écoulement reste dense. Ceci était notamment le cas des jets granulaires libres et confinés évoqués dans la fin du chapitre 6, présentant un profil de vitesse uniforme sur la largeur du jet. Le cas des écoulements granulaires sur un plan incliné est également un prolongement intéressant par leur similitude avec les situations géophysiques. La Fig. 7.1 en donne deux illustrations. En traversant l'interface liquide-air, les grains sont ralentis par le changement de fluide interstitiel. Pour une pente donnée, en-deçà d'une épaisseur limite, l'imprégnation du jet s'accompagne d'une décompaction des grains dans le liquide et une augmentation de l'épaisseur de l'écoulement immergé. Un état d'équilibre s'établit alors, égalisant les débits de grains secs et immergés :  $\phi_s h_s V_s = \phi_w h_w V_w$  [Fig. 7.1(a)]. Au-dessus de l'épaisseur limite, l'écoulement de grains reste dense après imprégnation et l'épaisseur varie peu. Le débit de grains immergés est alors plus faible que le débit de grains secs, bloquant les grains à l'interface tel un obstacle et entraînant la formation d'un ressaut granulaire remontant la pente [Fig. 7.1(b)] [191]. Un régime stationnaire s'établit avec un écoulement sur tas entrant dans un liquide. Le front d'imprégnation prend alors une forme de S reflétant la non-uniformité du profil de vitesse dans l'écoulement granulaire.

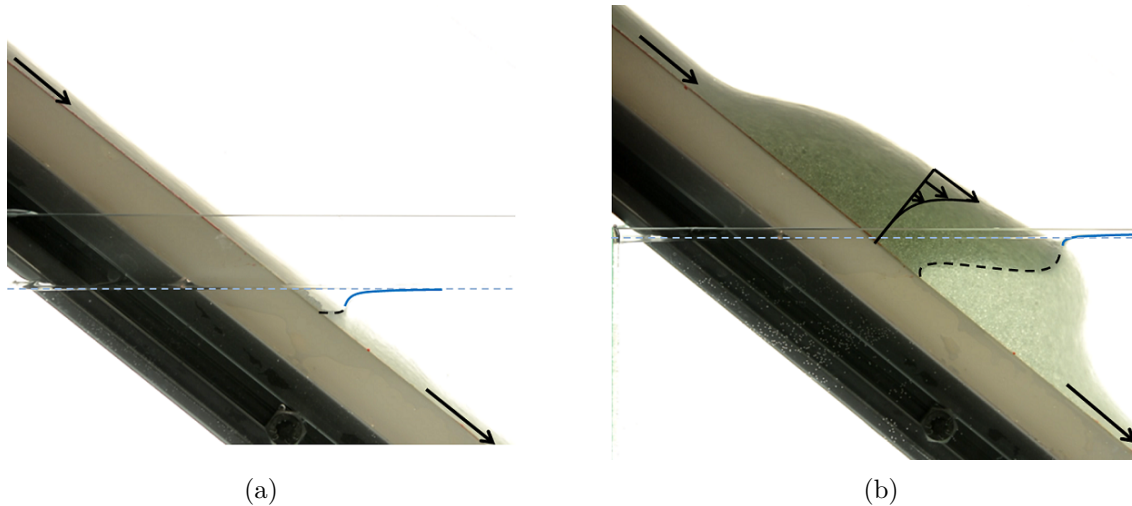


Fig. 7.1 Pénétration d'un écoulement granulaire dans un liquide. Les grains sont des billes de verre mouillantes de diamètre  $d_g$  compris entre 800 et 1300  $\mu\text{m}$ , dévalant une pente lisse et confinée ( $e = 12$  mm) pour entrer dans un réservoir rempli d'eau. L'angle d'inclinaison vaut ici  $\alpha = 38,6^\circ$ . (a) Écoulement granulaire d'épaisseur  $h_s = 4$  mm, de débit inférieur à la valeur seuil. (b) Écoulement granulaire d'épaisseur  $h_s = 8$  mm, de débit supérieur à la valeur seuil. La position de référence de la surface libre est tracée en pointillés et la position réelle est tracée en bleu. Le champ de vitesse de l'écoulement est indicatif.

## 7.2 Limites

### 7.2.1 Description locale du mécanisme de capture

La loi d'accrétion proposée à l'issue du chapitre 4 constitue un premier pas important en vue de modéliser les interactions entre des hétérogénéités granulaires. Elle ne prend cependant en compte que les aspects de la dynamique granulaire, liée à la taille des particules, à l'épaisseur de la couche ou la vitesse moyenne de celle-ci. L'effet des propriétés du liquide reste un point à éclaircir pour pleinement modéliser l'accrétion granulaire.

Les travaux présentés dans le chapitre 3 ont permis de dégager des tendances générales quant aux effets de la viscosité, de la tension de surface ou de l'angle de contact mais leur mise en équation reste délicate. Ceci est principalement dû à la méconnaissance du mécanisme local de capture des grains, lors de la mise en contact de ces derniers avec le liquide. Les bilans énergétiques ont prouvé que la capture ne pouvait résulter que d'une action commune des dissipations visqueuse, capillaire et surtout granulaire, à travers les chocs inélastiques dans l'empilement. La décorrélation de ces différents effets n'est cependant pas triviale et nécessitera un travail spécifique, à la manière de ceux effectués pour les impacts de particules sur des surfaces déformables ou recouvertes de liquide [158, 159, 160, 161]. Une première piste serait cependant de considérer en première approximation que l'essentiel de la dissipation s'effectue par les chocs inter-grains, et que les propriétés du liquide vont avant tout modifier cette source de dissipation. L'influence de la viscosité, qui tend expérimentalement à réduire l'efficacité de la capture en diminuant le taux de croissance, plaide pour cette approche.

### 7.2.2 Interaction hydrodynamique du jet granulaire avec le bain liquide

La modélisation d'un écoulement granulaire dense pénétrant dans un liquide comme un matériau poreux entrant dans le même liquide fonctionne relativement bien lorsque l'on considère des grains mouillants suffisamment gros pour limiter l'amplitude des effets capillaires. Les surpressions

hydrostatiques contrôlent alors largement la dynamique des écoulements générés dans le jet granulaire et la morphologie des fronts d'imprégnation, transitoires ou stationnaires, est très similaire à celle des matériaux poreux en translation. Cette approche suppose cependant que la vitesse du jet soit connue pour pouvoir déterminer la forme du front associé. Lorsque le jet interagit peu avec le liquide contenu dans le bain et qu'il s'imprègne rapidement ( $V_0 \leq V^*$ ), la vitesse dans le liquide est très proche de la vitesse de chute des grains (Fig. 6.1). L'interaction entre le jet, en tant que structure macroscopique, et le liquide est alors marginale. Elle devient beaucoup plus importante lorsque la vitesse de chute devient supérieure à la vitesse de pénétration du liquide  $V_0 > V^*$ . Dans ce cas, le jet granulaire a le temps de parcourir une grande distance avant de s'imprégner et la description hydrodynamique complète de l'interaction jet-liquide devient nécessaire. En fonction de la mouillabilité des grains qui composent le jet, ce dernier pourrait être considéré plutôt comme un jet liquide miscible (grains mouillants) ou plutôt non-miscible (grains non-mouillants).

## 7.3 Travaux en cours et perspectives

Plusieurs perspectives et travaux futurs ont d'ores et déjà été évoqués à l'issue des différents chapitres. Nous discutons ici de plusieurs de pistes et d'autres perspectives, en continuité plus ou moins étroite avec les travaux décrits dans ce manuscrit. On peut ainsi distinguer deux grands axes : le transport de liquide dans un matériau granulaire mis en mouvement et le mélange dans les matériaux granulaires hétérogènes. Certains de ces sujets ont déjà été abordés dans la thèse et ont fait l'objet de travaux préliminaires dont nous exposons quelques résultats ici.

### 7.3.1 Transport de liquide dans des matériaux granulaire en mouvement

L'une des perspectives de la thèse consistera à poursuivre l'étude des échanges et du transport de liquide dans des situations dynamiques différentes ou des géométries plus complexes afin de poursuivre la compréhension de l'influence de la dynamique granulaire sur les interactions entre liquides et grains.

#### Accrétion autour d'une source ponctuelle

La détermination de la loi d'accrétion permet à présent d'envisager l'étude de configurations expérimentales plus complexes. Dans cet esprit, l'étude de l'accrétion à partir d'une source ponctuelle de liquide débouchant sur un plan incliné large, rugueux constitue un exemple classique d'écoulement tridimensionnel autour d'un obstacle. Contrairement au cas confiné étudié dans la thèse, la formation de l'agrégat ne modifiera que très localement l'écoulement granulaire en changeant la topologie du fond du plan et par conséquent la topologie de la surface libre. En utilisant une méthode de profilométrie à l'aide de nappes laser, classiquement utilisée pour l'étude des fronts d'avalanches [69, 174] ou des instabilités de surfaces [213], il est possible de déterminer quantitativement l'évolution de la forme suivant plusieurs profils. La reconstruction complète de la topographie tri-dimensionnelle peut également être envisagée en utilisant une méthode de Moiré [214, 215].

L'introduction d'un nouveau degré de liberté devrait se traduire par une croissance suivant plusieurs directions présentant des dynamiques différentes. En considérant un plan, incliné d'un angle  $\alpha$  (de l'ordre de  $25^\circ$ ), et un point source constitué d'un matériau granulaire humide en dépression  $\rho g \Delta h$ , on peut penser que l'agrégat aura tendance à croître dans un premier temps perpendiculairement au front (comme en 2D) avant de poursuivre sa croissance latéralement, en restant à une dépression hydrostatique constante et donc un taux de croissance constant. L'émergence de l'agrégat est également susceptible de retenir un tas de grains secs derrière lui, limitant par ailleurs l'accrétion ascendante le long du plan incliné.

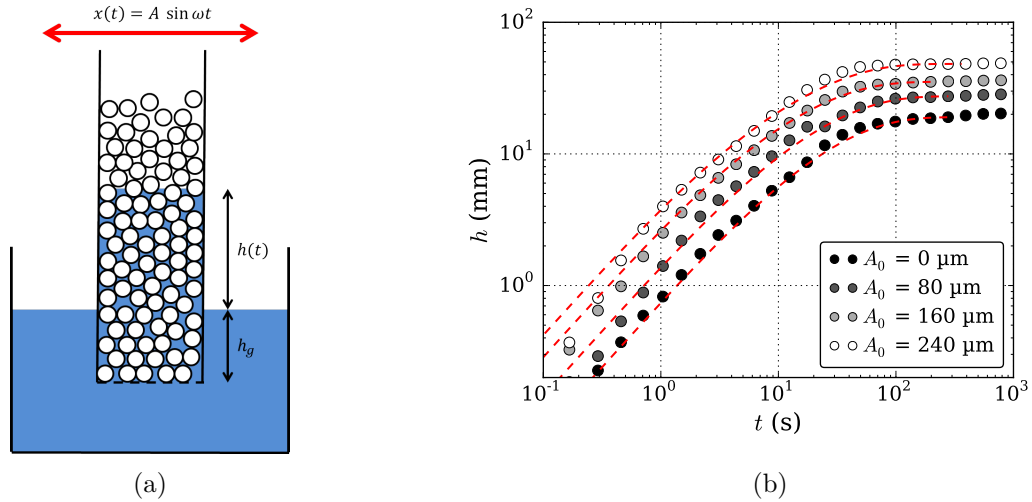


Fig. 7.2 (a) Schéma du dispositif expérimental d'imprégnation capillaire sous vibrations. (b) Dynamique d'ascension capillaire de l'eau dans des billes de verre de diamètre  $d_g = 300 - 380 \mu\text{m}$  pour différentes amplitudes de vibrations. Les courbes en pointillé rouge représentent des ajustements par la loi de Lucas-Washburn (7.3.1).

### Imbibition capillaire dans les matériaux granulaires vibrés

Le chapitre 6 a montré l'influence de l'écoulement granulaire sur les propriétés d'imprégnation du liquide dans le matériau. Ces résultats interrogent plus généralement sur l'effet du mouvement granulaire sur la dynamique de transport de liquide, et en particulier sur la dynamique d'imbibition capillaire. Nous avons commencé à étudier cet aspect en considérant des expériences d'imbibition dans des matériaux granulaires soumis à des vibrations. Les vibrations sont connues pour modifier les propriétés rhéologiques des matériaux granulaires secs, en modifiant la nature des contacts inter-grains [216, 217], ainsi que celles des suspensions en induisant de la lubrification entre les grains qui fluidisent le mélange [218]. Ces aspects sont très utilisés dans les procédés industriels pour éviter les phénomènes de blocages dans les silos à grains, augmenter la compacité des bétons ou améliorer l'étalement des plâtres. Mais on peut également s'interroger sur l'apport des vibrations dans les processus d'incorporation de liquide, dans la perspective de faciliter le mélange d'un matériau granulaire avec un liquide.

Des expériences préliminaires ont été réalisées pour quantifier l'impact des vibrations sur la dynamique d'ascension capillaire. Le dispositif expérimental, schématisé sur la Fig. 7.2(a), permet de suivre l'ascension d'un front d'imprégnation dans un empilement granulaire soumis à des vibrations horizontales sinusoïdales induites par un pot vibrant. Le matériau granulaire, des billes de verre de diamètre  $d_g = 300 - 380 \mu\text{m}$ , est préparé dans un tube en verre de 20 cm de long et 10 mm de diamètre interne, bouché par une grille d'ouverture  $250 \mu\text{m}$ . Le pot vibrant induit un déplacement horizontal du matériau  $x(t) = A \sin \omega t$ , où  $\omega = 2\pi f$  est la pulsation reliée à la fréquence d'oscillation, qui est mesuré grâce à un accéléromètre disposé sur le tube. Le matériau granulaire est ensuite connecté à un réservoir rempli d'eau et la dynamique d'imbibition est observée en mesurant l'évolution de la hauteur du front d'imprégnation  $h(t)$ .

La dynamique d'imbibition pour différentes amplitudes de vibrations est reportées sur la Fig. 7.2(b) pour des billes de verre non préalablement lavées et présentant un angle de contact  $\theta = 45 \pm 5^\circ$ , en représentation logarithmique. On distingue clairement que la mise sous vibration du matériau granulaire se traduit par une amélioration de la dynamique d'imbibition puisque le front monte plus vite et plus haut. La dynamique peut cependant toujours être ajustée par une loi de Lucas-Washburn, adaptée pour tenir compte de la hauteur  $h_g$  de grains pré-imprégnés [Fig.

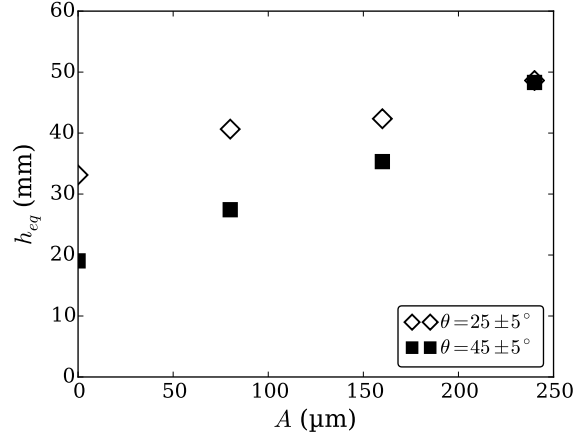


Fig. 7.3 Évolution de la hauteur de saturation  $h_{eq}$  avec l'amplitude des vibrations, pour une fréquence  $f = 100$  Hz et des billes de verre de diamètres  $d_g = 300 - 380 \mu\text{m}$  de différentes mouillabilités.

7.2(a)] :

$$t = \frac{h_{eq} + h_g}{V^*} \ln \left( \frac{h}{h_{eq} - h} \right) - \frac{h}{V^*}, \quad (7.3.1)$$

où  $V^* = k\rho g/\eta(1 - \phi)$  est la vitesse caractéristique d'imprégnation sous gravité dans le milieu. La présence de la longueur  $h_g$  modifie la dynamique au temps court qui est linéaire avant de ralentir et suivre une loi diffusive capillaire [Fig. 7.2(b)]. L'ajustement des données permet d'extraire une hauteur de saturation  $h_{eq}$  caractéristique de la mouillabilité du matériau granulaire. L'évolution de  $h_{eq}$  en fonction de l'amplitude de vibration  $A$  est reportée sur la Fig. 7.3 pour des grains préalablement lavés ( $\theta = 25 \pm 5^\circ$ ) et non préalablement lavés ( $\theta = 45 \pm 5^\circ$ ). Dans chaque cas, on observe une augmentation de  $h_{eq}$  avec l'amplitude mais cette dernière est plus marquée pour les grains peu mouillants qui ont une hauteur de saturation plus faible en statique. Cependant, dans les deux cas, la valeur atteinte pour l'amplitude de vibration maximale  $A = 240 \mu\text{m}$  est identique. On peut penser que la mise sous vibration du matériau granulaire se traduit par une mise en mouvement des lignes triples au niveau des points d'accrochages du front d'imprégnation. Selon l'amplitude des vibrations, la ligne de contact peut alors être déplacée, forçant l'imprégnation au-delà de la limite géométrique imposée par l'angle de contact.

### Granulation en phase humide

Nos travaux nous offrent à présent une meilleure compréhension des mécanismes locaux d'échanges à l'échelle du grain. Le chapitre 5 a notamment montré que les concepts de transports visqueux et de dynamique de capture pouvaient être appliqués à la croissance d'agrégats isolés dans un écoulement de grains secs. Ce point est un premier pas dans l'optique de décrire les étapes d'un mélange granulaire ou le processus de croissance d'agrégats lors de la granulation de poudres humides. La prochaine étape consistera à comprendre l'interaction à l'échelle des agrégats lors de leur coalescence après impact. Ces phénomènes inter-agrégats semblent en effet essentiels pour déterminer l'origine de la distribution de taille des granules obtenues. Des travaux récents ont en particulier montré que la taille moyenne des agrégats croît linéairement avec la taille des grains qui la composent [49], ce que nous observons également avec la largeur des tours granulaires. Des parallèles sont probablement possibles pour identifier les principes physiques régissant cette sélection.

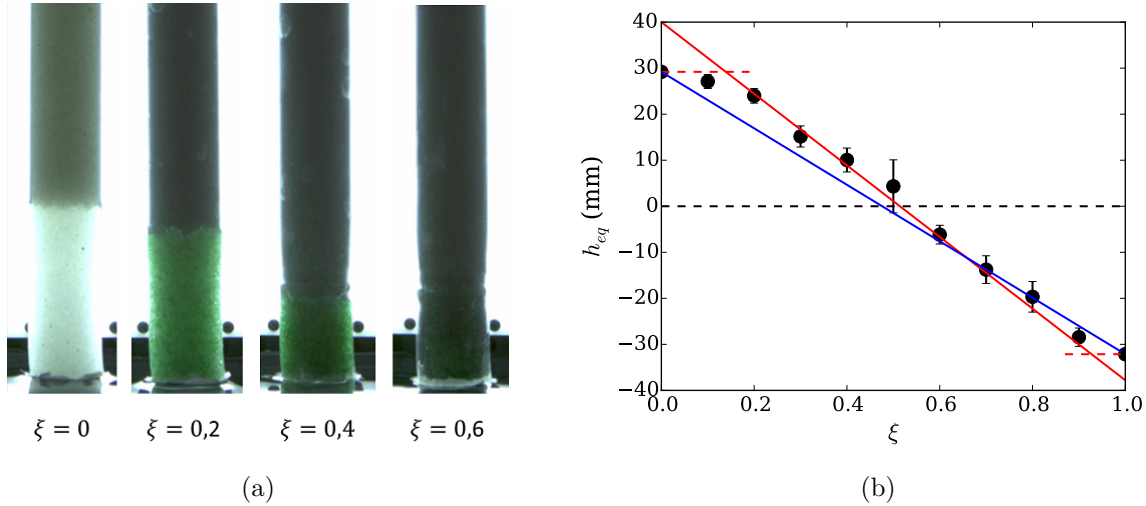


Fig. 7.4 (a) Photographies de mélanges granulaires de billes mouillantes ( $\theta = 30^\circ$ ) et non-mouillantes ( $\theta = 80^\circ$ ), de différentes concentrations  $\xi$ , en contact avec un réservoir d'eau pendant 30 min. Au delà de  $\xi = 0,5$ , le matériau granulaire ne s'imbibe plus spontanément. Le tube en verre contenant les grains présente un diamètre de 10 mm. (b) Évolution de la hauteur de saturation  $h_{eq}$  avec la fraction de grains non-mouillants  $\xi$ . La droite rouge est un ajustement linéaire des données entre  $\xi = 0,2$  et  $\xi = 0,9$ . La droite bleue correspond à la prédiction extrapolée à partir de l'Eq. (7.3.4).

### 7.3.2 Mélange dans les matériaux granulaires hétérogènes

Un autre axe de travaux futurs, découlant de la thèse et des problématiques industrielles et géophysiques sous-jacentes, concerne la prise en compte des hétérogénéités dans les matériaux granulaires. Ces hétérogénéités de propriétés (taille, mouillabilité, densité) vont modifier les interactions avec le liquide, aussi bien en statique qu'en dynamique.

#### Mouillabilité des mélanges de grains

Le travail réalisé au cours de la thèse a essentiellement porté sur des matériaux granulaires modèles présentant des propriétés homogènes. En pratique, en particulier dans l'industrie cimentaire ou plâtrière, les matériaux granulaires sont bien souvent composés de grains de différentes natures, aux propriétés de mouillage variables. Ces différences de mouillabilités rendent les matériaux difficiles à mélanger au liquide, si bien que de telles compositions peuvent être impossibles à utiliser. L'une des perspectives de ce travail de thèse sera donc de caractériser l'impact de l'apport de grains non-mouillants sur les propriétés de mouillage d'un matériau granulaire et d'établir des protocoles de mélange adaptés pour forcer l'imprégnation.

Nous avons débuté l'étude de la mouillabilité des mélanges granulaires en statique dans le cadre du stage de M2 d'Inès Raies, en étudiant l'imbibition capillaire d'un liquide dans un empilement constitué d'une fraction  $\xi$  (en volume) de grains non-mouillants ( $d_g = 300 - 400 \mu\text{m}$  -  $\theta_{nw} = 80^\circ$ ) et une fraction  $(1 - \xi)$  de grains mouillants ( $d_g = 300 - 400 \mu\text{m}$  -  $\theta_w = 30^\circ$ ). Comme nous l'avons vu dans le chapitre 1, la dynamique de montée capillaire suit une loi de Lucas-Washburn [98, 95] avec une dynamique capillaire en racine carrée du temps jusqu'à une hauteur de saturation  $h_{eq}$ , inférieure à la hauteur de Jurin  $h_J$ , en raison d'un blocage géométrique des lignes triples dans l'empilement [100, 109]. Au-delà de cette hauteur, la cinétique d'imbibition devient beaucoup plus lente jusqu'à la hauteur de Jurin. La mesure de cette hauteur, en fonction du pourcentage de grains non-mouillants, permet ainsi de quantifier l'effet de l'apport de grains non-mouillants sur la mouillabilité globale de l'empilement.

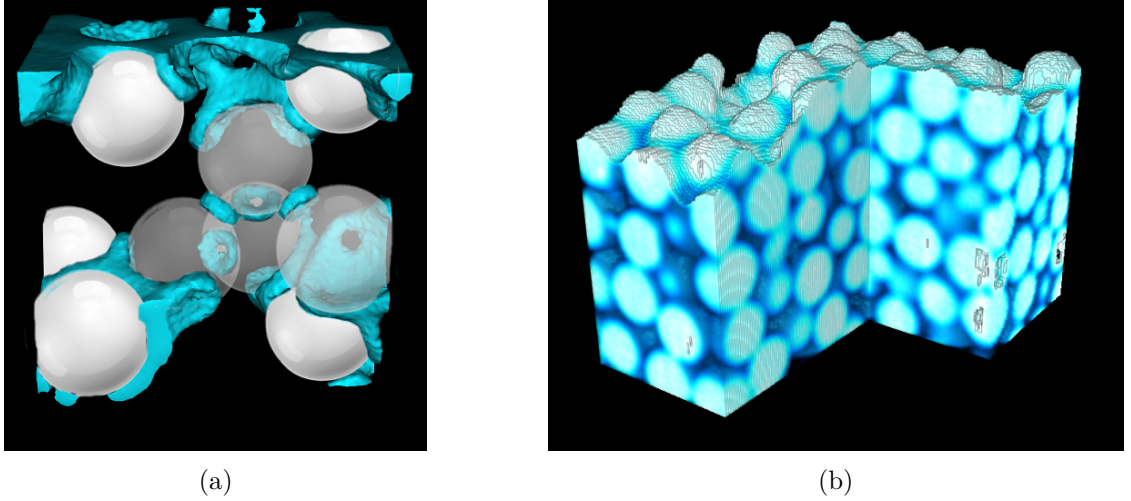


Fig. 7.5 Reconstructions 3D d'un matériau granulaire humide insaturé imagé par microtomographie à rayons X. Le matériau granulaire est composé de billes de verre de diamètre entre 300 et 380  $\mu\text{m}$  et d'eau dopée à l'iodure de zinc.

La Fig. 7.4(a) montre quatre photographies de mélanges de grains, de différentes concentrations en grains non-mouillants, en contact avec un réservoir d'eau et imprégnés jusqu'à la hauteur de saturation  $h_{eq}$ . On constate tout d'abord qu'au-delà d'une fraction  $\xi = 0,5$  de grains non-mouillants ( $\theta_{nw} = 80^\circ$ ) dans des grains mouillants ( $\theta_w = 30^\circ$ ), le liquide n'imprègne plus spontanément le matériau poreux. La hauteur d'équilibre devient alors négative et il est nécessaire de forcer l'imprégnation en appliquant une surpression hydrostatique. Cette limite d'imprégnation spontanée peut être interprétée comme la preuve d'un angle de contact effectif dans l'empilement granulaire. Lorsque l'angle dépasse  $55^\circ$ , le liquide est alors bloqué géométriquement à l'entrée des pores et l'imbibition spontanée est impossible [110]. Nous avons mesuré l'évolution de la hauteur  $h_{eq}$  en fonction de fraction volumique  $\xi$  de grains non-mouillants. Les données expérimentales sont reportées sur la Fig. 7.4(b). On observe une diminution continue de la hauteur  $h_{eq}$  de  $h_{eq} \simeq 30$  mm pour 100% de grains mouillants à  $h_{eq} \simeq -30$  mm pour 100% de grains non-mouillants. La diminution semble plutôt linéaire même si elle présente des épaulements pour  $\xi \leq 0,2$  et  $\xi \geq 0,9$ .

La valeur de la hauteur de Jurin  $h_J$  a été déterminée dans le chapitre 1 en équilibrant la force capillaire, motrice de l'ascension de la ligne triple, avec le poids du liquide mobilisé. Une autre approche consiste à raisonner en terme de minimisation de l'énergie de mouillage [25]. Dans un capillaire de rayon  $R$ , la hauteur de Jurin correspond à la hauteur équilibrant le gain d'énergie interfaciale  $\Delta E_\gamma = 2\pi RH(\gamma_{SV} - \gamma_{SL}) = 2\pi Rh\gamma \cos\theta$  avec le coût de l'énergie potentielle de gravité  $E_p = (1/2)\pi R^2 h^2 \rho g$ , où  $\gamma$ ,  $\gamma_{SV}$  et  $\gamma_{SL}$  sont respectivement la tension de surface liquide/gaz, la tension de surface solide/gaz et la tension de surface solide/liquide. Le même type de raisonnement peut être fait avec les mélanges granulaires. En considérant un empilement granulaire de section  $S$  et de compacité  $\phi$ , l'énergie  $\mathcal{E}$  du liquide saturant l'empilement granulaire sur une hauteur  $h$  peut alors s'écrire :

$$\mathcal{E} = -\phi\gamma Sh \frac{4\pi r_g^2}{(4/3)\pi r_g^3} [\xi \cos\theta_{nw} + (1-\xi) \cos\theta_w] + (1-\phi)Sh\rho g \times \frac{h}{2}. \quad (7.3.2)$$

La hauteur de Jurin d'un tel mélange granulaire vaut alors :

$$h_J(\xi) = \left( \frac{\phi}{1-\phi} \right) \frac{6\gamma[\xi \cos\theta_{nm} + (1-\xi) \cos\theta_m]}{\rho g r_g} \quad (7.3.3)$$

correspondant à la moyenne pondérée des hauteurs de Jurin des matériaux homogènes le composant

$$h_J(\xi) = \xi h_J^{nm} + (1-\xi) h_J^m. \quad (7.3.4)$$



On retrouve alors un résultat similaire à celui proposé par [219, 220] pour décrire la mouillabilité des mélanges de poudres. En transposant ce raisonnement sur la hauteur de saturation  $h_{eq}$  réellement mesurées, plus faibles que  $h_J$  en raison de la cinétique d'imbibition et des blocages de lignes triples, on s'attendrait à observer une diminution linéaire de  $h_{eq}$  avec  $\xi$  entre les valeurs relevées pour les grains mouillants et non-mouillants. Cette prédiction est d'ailleurs tracée en bleu sur la Fig. 7.4(b). En réalité, en dessous de 10 à 20 %, la présence des grains non-mouillants n'affectent pas le comportement de l'empilement qui garde les propriétés des grains mouillants et inversement. La prise en compte d'un seuil de percolation, typiquement de l'ordre de 0,12 pour un empilement hexagonal [221] pourrait expliquer le comportement relevé expérimentalement. La reconstruction d'images en 3D obtenues la microtomographie à rayons X peut être envisagée dans les phases statiques lorsque la hauteur de saturation est atteinte pour observer la forme du front d'imprégnation ou la répartition du liquide autour de grains de différentes mouillabilités (illustration sur la Fig. 7.5 pour des billes de verre hydrophiles).

Ce travail est toujours en cours avec Inès Raies et Solenn Moro en vue de prédire la mouillabilité de mélanges granulaires réellement utilisés dans les matériaux de construction.

### Immersion de matériaux granulaires stratifiés

L'étude de l'imprégnation dans les jets granulaires denses avait, entre autres, pour motivation la problématique de l'entraînement d'air dans le matériau granulaire lors de leur immersion. Compte tenu des vitesses et des tailles de grains étudiées, nous avons systématiquement observé la formation d'un profil en forme de V, dans lequel l'air est chassé au fur et à mesure que le matériau est enfoncé dans le liquide. La situation peut cependant être tout autre si le matériau granulaire n'est plus homogène mais stratifié. L'empilement présente alors des perméabilités différentes en fonction des différentes couches qui le composent. Une couche composée de gros grains (perméabilité élevée) s'imprégnera avec un front moins pentu que la couche composée de plus petits grains (perméabilité plus faible).

L'emprisonnement d'un volume d'air est possible en considérant par exemple un matériau poreux composé d'une couche de hauteur  $H_p$  de petits grains surmontée d'une couche  $H_g$  de gros grains. Les Fig. 7.6(a)-(b) montrent deux matériaux poreux stratifiés de la sorte ( $d_g^p = 300 - 380 \mu\text{m}$  -  $d_g^g = 800 - 1300 \mu\text{m}$ ). En immergeant le matériau à vitesse constante, une poche d'air est emprisonnée dans la couche de petits grains en raison de l'imprégnation rapide de la partie supérieure. Le volume d'air emprisonné dépend à la fois de la hauteur de la couche de petits grains et de la vitesse d'immersion  $V_0$ , pour une largeur donnée, comme on peut le voir sur la Fig. 7.6(c). On constate cependant qu'en deçà d'une certaine vitesse (ici  $V_c \simeq 40 - 50 \text{ mm/s}$ ), le volume d'air emprisonné ne dépend pas de la hauteur  $H_p$  de la couche de petits grains mais uniquement de la vitesse. L'échelle limitante est alors la largeur  $W$  de la cellule.

Le volume d'air emprisonné dans l'empilement de petits grains n'est cependant pas stable. Une vidange du gaz est alors observée à travers la couche de gros grains. En fonction de la vitesse d'immersion, on distingue deux morphologies d'évacuation : (a) À faible vitesse, l'air s'évacue en créant un canal central dans la couche plus perméable qui relie la poche de gaz à l'interface liquide-air. (b) À grande vitesse, un réseau de canaux se propage dans toute la couche de gros grains, créant une arborescence qui prend racine à l'interface entre les deux couches de grains. On peut faire un parallèle entre l'aspect des canaux observés ici et ceux visualisés dans les lits granulaires saturés soumis à une injection de gaz à leur base [222]. Cet échappement d'air entraîne finalement la formation de plusieurs petites poches d'air qui restent stables dans la couche de gros grains en raison de l'hystérésis d'angle de contact et du piégeage géométrique des interfaces.

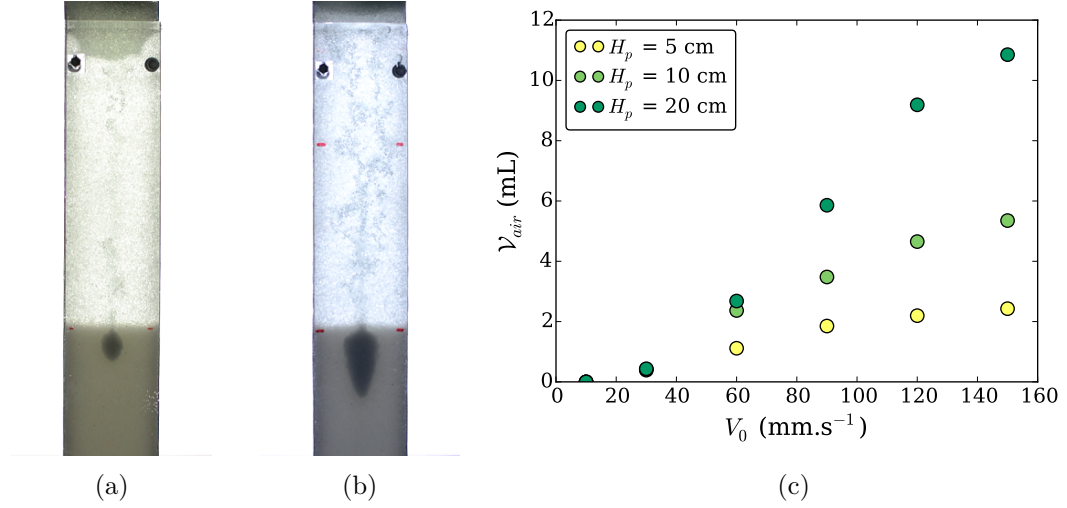


Fig. 7.6 Emprisonnement entre deux couches de grains de différentes perméabilités. La couche inférieure, de hauteur  $H_p$ , est composée de petits grains ( $d_g = 300 - 380 \mu\text{m}$ ) et la supérieure, de hauteur  $H_g$ , est composée de gros grains ( $d_g = 800 - 1300 \mu\text{m}$ ). (a) Échappement de l'air emprisonné dans la couche inférieure via un canal unique (*fracture*) ( $H_p = 10 \text{ cm} - V_0 = 60 \text{ mm.s}^{-1}$ ). La cellule fait 5 cm de large. (b) Échappement de l'air emprisonné dans la couche inférieure via un réseau de canaux (*percolation*) ( $H_p = 10 \text{ cm} - V_0 = 150 \text{ mm.s}^{-1}$ ). (c) Évolution du volume d'air  $V_{air}$  emprisonné dans la couche de faible perméabilité en fonction de la vitesse d'immersion  $V_0$  et de la hauteur de la couche  $H_p$ .

### Jet dense de grains légers et hydrophobes

Les jets granulaires considérés dans le chapitre 6 étaient uniquement composés de particules plus denses que le liquide dans lequel ils étaient injectés. On peut cependant légitimement s'interroger sur le comportement d'un jet granulaire composé de grains de densité proche de celle du liquide, comme des billes de polystyrène versées dans de l'eau. Mélanger de tels grains, qui plus est s'ils sont hydrophobes, relève alors de l'exploit. L'intérêt et l'enjeu sont pourtant immenses puisque de plus en plus de matériaux sont réalisés à l'aide de charges allégées pour réduire le poids des matériaux finaux.

En reprenant le dispositif expérimental de plan incliné confiné et lisse déversant un jet granulaire dense dans un réservoir d'eau, il est possible d'étudier la dynamique de pénétration d'un jet de grains hydrophobes de polystyrène ( $\theta = 105^\circ$ ). Le travail préliminaire réalisé au cours de la thèse et poursuivi lors du stage d'Inès Raies a permis de déterminer deux comportements différents. Pour de faibles angles, l'écoulement granulaire s'étale à la surface du liquide avant de se figer à cause de la friction pariétale. À des angles plus élevés, le jet traverse la surface libre du bain jusqu'à une profondeur maximale avant de remonter sous l'effet de la poussée d'Archimède [Fig. 7.7(a)]. L'enfoncement du jet granulaire semble pouvoir être décrit par le nombre de Froude  $Fr$  défini par

$$Fr = \frac{u_0}{\sqrt{gh_s \cos \alpha}}, \quad (7.3.5)$$

avec  $u_0$  la vitesse du jet entrant dans l'eau,  $h_s$  l'épaisseur du jet et  $\alpha$  l'angle du plan, comme défini sur la Fig. 7.7(b). En effet, comme on peut le voir sur la Fig. 7.7(b), reportant la profondeur maximale d'enfoncement du jet  $z_{max}$  adimensionnée par  $h_s$  en fonction du nombre de  $Fr$ , les données expérimentales semblent bien se superposer. Un bilan d'énergie considérant le transfert de l'énergie cinétique en énergie potentielle ainsi que la dissipation liée au frottement pariétal pourrait expliquer une telle dépendance avec le nombre de Froude.

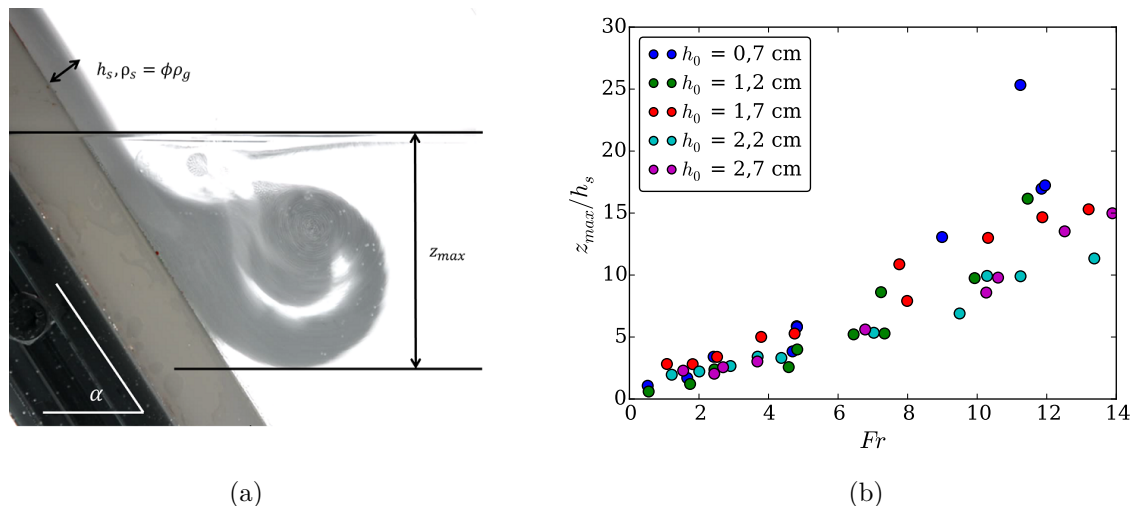


Fig. 7.7 (a) Photographie d'un écoulement dense de billes de polystyrène pénétrant dans l'eau ( $\alpha = 56^\circ$ ,  $h_s = 8$  mm). (b) Évolution de la profondeur maximale d'enfoncement adimensionnée par l'épaisseur en écoulement  $z_{max}/h_s$  en fonction du nombre de Froude pour différentes ouvertures de portes du plan incliné  $h_0$ .

L'interaction entre le jet et le liquide environnant se traduit également par un enroulement du jet dans le liquide. Cependant durant l'ensemble de son passage dans le liquide, le jet ne s'imprègne pas car la surpression hydrostatique n'est jamais suffisante pour vaincre la barrière capillaire due à l'hydrophobie du matériau. Pour réussir à imprégner ces grains, il faut en réalité descendre à des profondeurs de plus de 10 cm pour forcer l'entrée du liquide. Une solution envisagée consiste à réaliser un mélange polystyrène/verre pour alourdir le jet et atteindre des profondeurs compatibles avec l'imprégnation. La problématique de la mouillabilité des mélanges ressurgit par ailleurs car le mouillage du verre est très différent de celui du polystyrène.

## 7.4 Conclusion générale

Ce travail de thèse a permis d'identifier, de caractériser et de modéliser différents mécanismes d'échange entre un matériau granulaire sec en écoulement et un liquide. Ces mécanismes sont impliqués localement dans la transition entre un matériau granulaire initialement sec et un matériau granulaire saturé. D'autres phénomènes découverts et observés dans ce travail restent encore mal compris et nécessiteront un travail futur. Ce travail constitue une avancée dans la compréhension des phénomènes impliqués dans le mélange granulaire et des interactions entre des grains en mouvement et un liquide.

# Bibliographie

- [1] J. Duran, *Powders, and Grains : An Introduction to the Physics of Granular Materials* (Springer-Verlag, 2012). [1.1](#), [1.2.1](#), [1.4.2](#)
- [2] B. Andreotti, Y. Forterre, et O. Pouliquen, *Granular media : between fluid and solid* (Cambridge Univ. Press, 2013). [1.1](#), [1.5](#), [1.2.4](#)
- [3] B. Cazacliu et N. Roquet, “Concrete mixing kinetics by means of power measurement,” *Cem. Concr. Res.* **39**, 182–194 (2009). [1.1](#), [1.4.1](#), [1.17](#), [1.18](#)
- [4] R. Collet, D. Oulahna, A. De Ryck, P. Henri, et M. Martin, “Mixing of a wet granular medium : Effect of the particle size , the liquid and the granular compacity on the intensity consumption,” *Chem. Eng. J.* **164**, 299–304 (2010). [1.1](#), [1.4.1](#), [1.4.1](#)
- [5] L. Forný, A. Marabi, et S. Palzer, “Wetting , disintegration and dissolution of agglomerated water soluble powders,” *Powder Technol.* **206**, 72–78 (2011). [1.1](#)
- [6] S. Shanmugam, “Granulation techniques and technologies : recent progresses,” *BioImpacts* **5**, 55–63 (2015). [1.1](#)
- [7] W. Woelffel, *Réactivité effective des mélanges vitrifiables granulaires silico-sodocalciques* (PhD thesis Univ. Pierre et Marie Curie, 2015). [1.1](#), [2.3](#), [4.1.4](#)
- [8] S. Herminghaus, “Dynamics of wet granular matter,” *Adv. Phys.* **54**, 221–261 (2005). [1.1.2](#), [1.2.1](#), [1.2.3](#), [1.2.4](#), [1.2.5](#), [1.2.5](#), [1.4.2](#), [1.4.2](#), [3.2.4](#), [3.2.4](#)
- [9] R. E. Horton, “Erosional development of streams and their drainage basins; hydrophysical approach to quantitative morphology,” *Geol. Soc. Am. Bull.* **56**, 275–370 (1945). [1.1.2](#)
- [10] J. W. Kirchner, X. Feng, et C. Neal, “Fractal stream chemistry and its implications for contaminant transport in catchments,” *Nature* **403**, 524–527 (2000). [1.1.2](#)
- [11] A. Guérin, O. Devauchelle, et E. Lajeunesse, “Response of a laboratory aquifer to rainfall,” *J. Fluid Mech.* **759**, 1–11 (2014). [1.1.2](#)
- [12] R. M. Iverson, “The Physics of Debris Flows,” *Rev. Geophys.* **35**, 245–296 (1997). [1.1.2](#), [4](#)
- [13] D. M. Wood, *Soil Behaviour and Critical State Soil Mechanics* (Cambridge Univ. Press, 1992). [1.1.2](#)
- [14] K. Kremer, G. Simpson, et S. Girardclos, “Giant Lake Geneva tsunami in ad 563,” *Nat. Geosci.* **5**, 756–757 (2012). [1.1.2](#)
- [15] H. M. Fritz, W. H. Hager, et H. Minor, “Landslide generated impulse waves . 1 . Instantaneous flow fields,” *Exp. Fluids* **35**, 505–519 (2003). [1.1.2](#)
- [16] V. Heller, W. H. Hager, et H.-E. Minor, “Scale effects in subaerial landslide generated impulse waves,” *Exp. Fluids* **44**, 691–703 (2008). [1.1.2](#), [6.1](#)
- [17] S. Viroulet, A. Sauret, et O. Kimmoun, “Tsunami generated by a granular collapse down a rough inclined plane,” *Europhys. Lett.* **105** (2014). [1.1.2](#), [6.1](#)
- [18] G. Zitti, C. Ancey, M. Postacchini, et M. Brocchini, “Impulse waves generated by snow avalanches : Momentum and energy transfer to a water body,” *J. Geophys. Res. Earth Surf.* **121**, 2399–2423 (2016). [1.1.2](#), [6.1](#)

- [19] R. P. Mulligan et W. A. Take, “On the transfer of momentum from a granular landslide to a water wave,” *Coast. Eng.* **125**, 16–22 (2017). [1.1.2](#), [6.1](#)
- [20] W. B. Russel, D. A. Saville, et W. R. Schowalter, *Colloidal Dispersion* (Cambridge Univ. Press, 1989). [1.2.1](#)
- [21] J. N. Israelachvili, *Intermolecular and Surface Forces* (Academic Press, 1992). [1.2.1](#)
- [22] P. C. Carman, “Fluid flow through granular beds,” *Trans. Inst. Chem. Eng.* **15** (1937). [1.2.1](#), [1.3.1](#), [3.3](#), [6.5.5](#), [6.7.1](#)
- [23] S. R. Waitukaitis, V. Lee, J. M. Pierson, S. L. Forman, et H. M. Jaeger, “Size-dependent same-material tribocharging in insulating grains,” *Phys. Rev. Lett.* **112**, 218001 (2014). [1.2.1](#)
- [24] L. Bocquet, E. Charlaix, S. Ciliberto, et J. Crassous, “Moisture-induced ageing in granular media and the kinetics of capillary condensation,” *Nature* **396**, 735–737 (1998). [1.2.1](#), [1.2.2](#), [1.2.4](#), [1.2.5](#)
- [25] P.-G. De Gennes, F. Brochard-Wyart, et D. Quéré, *Capillarity and Wetting Phenomena : Drops, Bubbles, Pearls, Waves* (Springer, 2003). [1.2.2](#), [1.2.2](#), [1.2.3](#), [7.3.2](#)
- [26] O. Pitois, P. Moucheront, et X. Chateau, “Liquid Bridge between Two Moving Spheres : An Experimental Study of Viscosity Effects,” *J. Colloid Interface Sci.* **231**, 26–31 (2000). [1.2.2](#), [1.2.2](#), [1.2.2](#), [1.2.5](#)
- [27] N. Mitarai et F. Nori, “Wet granular materials,” *Adv. Phys.* **55**, 1–45 (2006). [1.2.2](#), [1.6](#), [1.2.3](#), [1.2.3](#), [1.8](#), [1.2.3](#)
- [28] L. R. Fisher et J. N. Israelachvili, “Direct measurement of the effect of meniscus forces on adhesion : A study of the applicability of macroscopic thermodynamics to microscopic liquid interfaces,” *Colloids Surf.* **3**, 303–319 (1981). [1.2.2](#), [1.2.2](#), [1.4.2](#)
- [29] G. Mason et W. C. Clark, “Liquid bridges between spheres,” *Chem. Eng. Sci.* **20**, 859–866 (1965). [1.2.2](#), [1.2.3](#)
- [30] F. M. Orr, L. E. Scriven, et A. P. Rivas, “Pendular rings between solids : meniscus properties and capillary force,” *J. Fluid Mech.* **67**, 723–742 (1975). [1.2.2](#)
- [31] D. Maugis, “Adhesion of elastomers : Fracture mechanics aspects,” *J. Adhes. Sci. Technol.* **1**, 105 (1987). [1.2.2](#), [1.2.2](#)
- [32] G. Lian, C. Thornton, et M. Adams, “A theoretical study of the liquid bridge forces between two rigid spherical bodies,” *J. Colloid Interface Sci.* **161**, 138–147 (1993). [1.2.2](#)
- [33] T. Mikami, H. Kamiya, et M. Horio, “Numerical simulation of cohesive powder behavior in a fluidized bed,” *Chem. Eng. Sci.* **53**, 1927–1940 (1998). [1.2.2](#)
- [34] C. D. Willett, M. J. Adams, S. A. Johnson, et J. P. K. Seville, “Capillary Bridges between Two Spherical Bodies,” *Langmuir* **16**, 9396–9405 (2000). [1.2.2](#), [1.2.5](#)
- [35] F. Soulié, F. Cherblanc, M. S. El Youssoufi, et C. Saix, “Influence of liquid bridges on the mechanical behaviour of polydisperse granular materials,” *Int. J. Numer. Anal. Methods Geomech.* **30**, 213–228 (2006). [1.2.2](#)
- [36] T. C. Halsey et A. J. Levine, “How sandcastles Fall,” *Phys. Rev. Lett.* **80**, 3141–3144 (1998). [1.5](#), [1.2.2](#), [1.2.4](#), [1.2.4](#)
- [37] T. G. Mason, A. J. Levine, D. Ertas, et T. C. Halsey, “Critical angle of wet sandpiles,” *Phys. Rev. E* **60**, 5044–5047 (1999). [1.5](#), [1.2.3](#), [1.2.4](#)
- [38] R. Evans, *Liquids at Interfaces* (Elsevier Science, 1989). [1.2.2](#)
- [39] Z. Fournier, D. Geromichalos, S. Herminghaus, M. M. Kohonen, F. Mugele, M. Scheel, M. Schulz, B. Schulz, C. Schier, R. Seemann, et A. Skudelný, “Dynamics of wet granular matter,” *J. Phys. Condens. Matter.* **17**, 477–502 (2005). [1.2.3](#), [1.2.3](#), [1.2.3](#), [1.2.3](#), [1.2.5](#), [1.12](#)

- [40] P. C. F. Møller et D. Bonn, “The shear modulus of wet granular matter,” *Europhys. Lett.* **80**, 38002 (2007). 1.2.3, 1.2.3, 1.7, 1.11, 1.2.5
- [41] M. Scheel, R. Seemann, M. Brinkmann, M. Di Michiel, A. Sheppard, B. Breidenbach, et S. Herminghaus, “Morphological clues to wet granular pile stability,” *Nat. Mater.* **7**, 189–193 (2008). 1.2.3, 1.2.3, 1.7, 1.2.3, 1.2.3, 1.8, 1.2.4, 1.4.2, 2.3.3, 3.1.2, 3.4.1, 5.2.3
- [42] M. Scheel, R. Seemann, M. Brinkmann, M. Di Michiel, A. Sheppard, et S. Herminghaus, “Liquid distribution and cohesion in wet granular assemblies beyond the capillary bridge regime,” *J. Phys. Condens. Matter.* **20** (2008). 1.2.3, 1.2.3
- [43] M. Badetti, A. Fall, F. Chevoir, P. Aimeidieu, S. Rodts, et J. N. Roux, “Rheology and microstructure of unsaturated granular materials : Experiments and simulations,” arXiv :1802.09765 (2018). 1.2.3, 1.7, 1.2.5, 1.2.5, 1.2.5, 1.13, 1.2.5
- [44] J. D. Bernal et J. Mason, “Packing of Spheres : Co-ordination of Randomly Packed Spheres,” *Nature* **188**, 910–911 (1960). 1.2.3
- [45] A. Donev, I. Cisse, D. Sachs, E. A. Variano, F. H. Stillinger, R. Connelly, S. Torquato, et P. M. Chaikin, “Improving the density of jammed disordered packings using ellipsoids,” *Science* **303**, 990–993 (2004). 1.2.3
- [46] K. Melnikov, R. Mani, F. K. Wittel, M. Thielmann, et H. J. Herrmann, “Grain-scale modeling of arbitrary fluid saturation in random packings,” *Phys. Rev. E* **92** (2015). 1.2.3
- [47] C. Semperebon, M. Scheel, S. Herminghaus, R. Seemann, et M. Brinkmann, “Liquid morphologies and capillary forces between three spherical beads,” *Phys. Rev. E* **94**, 012907 (2017). 1.2.3, 1.2.3
- [48] P. Pierrat et H. S. Caram, “Tensile strength of wet granular materials,” *Powder Technol.* **91**, 83–93 (1997). 1.2.3
- [49] P. S. Raux et A.-L. Biance, “Cohesion and agglomeration of wet powders,” *Phys. Rev. Fluid* **3**, 014301 (2018). 1.2.3, 1.4.2, 1.4.2, 1.4.2, 1.21, 7.3.1
- [50] N. Lu et W. J. Likos, *Unsaturated Soil Mechanics* (John Wiley, 2004). 1.2.3
- [51] N. Lu, M. Asce, B. Wu, et C. P. Tan, “Tensile Strength Characteristics of Unsaturated Tensile Strength Characteristics of Unsaturated Sands,” *J. Geotech. Geoenviron. Eng.* **133**, 144–154 (2007). 1.2.3
- [52] N. Lu, J. W. Godt, et D. T. Wu, “A closed-form equation for effective stress in unsaturated soil,” *Water Resour. Res.* **46**, 1–14 (2010). 1.2.3
- [53] J.-Y. Delenne, V. Richefeu, et F. Radjai, “Liquid clustering and capillary pressure in granular media,” *J. Fluid Mech.* **762** (2015). 1.2.3
- [54] L. Rondon, *Effondrement granulaire : Couplages fluide-grains* (PhD thesis Univ. Aix-Marseille, 2011). 1.2.3, 1.3.3, 3.4.1, 6.1
- [55] C. A. Coulomb, *Mémoires de Mathématiques et de Physique* (Académie Royale des Sciences, 1773). 1.2.4
- [56] Q. Xu, A. V. Orpe, et A. Kudrolli, “Lubrication effects on the flow of wet granular materials,” *Phys. Rev. E* **76**, 031302 (2007). 1.9
- [57] S. Nowak, A. Samadani, et A. Kudrolli, “Maximum angle of stability of a wet granular pile,” *Nat. Phys.* **1**, 50–52 (2005). 1.9, 1.2.4
- [58] R. Albert, I. Albert, D. Hornbaker, P. Schiffer, et A.-L. Barabasi, “Maximum angle of stability in wet and dry spherical granular media,” *Phys. Rev. E* **56**, 6271–6274 (1997). 1.2.4
- [59] P. Tegzes, T. Vicsek, et P. Schiffer, “Avalanche Dynamics in Wet Granular Materials,” *Phys. Rev. Lett.* **89**, 094301 (2002). 1.2.4

- [60] W. Pietsch, E. Hoffman, et H. Rumpf, “Tensile strength of moist agglomerates,” *Ind. Eng. Chem. Prod. Res. Dev.* **8**, 58–62 (1969). [1.2.4](#), [1.2.5](#)
- [61] V. Richefeu, M. S. El Youssoufi, et F. Radjaï, “Shear strength properties of wet granular materials,” *Phys. Rev. E* **73**, 1–11 (2006). [1.2.4](#), [1.10](#)
- [62] I. E. Zarraga, D. A. Hill, et D. T. Leighton, “The characterization of the total stress of concentrated suspensions of noncolloidal spheres in Newtonian fluids,” *J. Rheol.* **44**, 185–220 (2000). [1.2.5](#)
- [63] N. Huang, G. Ovarlez, F. Bertrand, S. Rodts, P. Coussot, et D. Bonn, “Flow of wet granular materials,” *Phys. Rev. Lett.* **94**, 028301 (2005). [1.2.5](#)
- [64] G. Ovarlez, F. Bertrand, et S. Rodts, “Local determination of the constitutive law of a dense suspension of noncolloidal particles through magnetic resonance imaging,” *J. Rheol.* **50**, 259–292 (2006). [1.2.5](#)
- [65] G. MiDi, “On dense granular flows,” *EPJ E* **14**, 341–365 (2004). [1.2.5](#), [1.4.3](#), [4.1](#), [4.1.2](#), [4.1.2](#), [4.3.1](#), [4.3.1](#), [4.13](#), [5.1](#), [5.2](#), [5.1.2](#)
- [66] I. Iordanoff et M. M. Khonsari, “Granular lubrication : toward an understanding between kinetic and dense regime,” *ASME J. Tribol.* **126**, 137–145 (2004). [1.2.5](#), [4.3.1](#)
- [67] F. da Cruz, S. Emam, M. Prochnow, et F. Roux, Jean-Noël adn Chevoir, “Rheophysics of dense granular materials : discrete simulation of plane shear flows,” *Phys. Rev. E* **72** (2005). [1.2.5](#), [4.1](#), [4.3.1](#)
- [68] P. Jop, Y. Forterre, et O. Pouliquen, “A constitutive law for dense granular flows,” *Nature* **441**, 727–730 (2006). [1.2.5](#), [1.2.5](#), [4.1](#)
- [69] G. Saingier, S. Deboeuf, et P.-Y. Lagrée, “On the front shape of an inertial granular flow down a rough incline,” *Phys. Fluids* **28**, 053302 (2016). [1.2.5](#), [4.1](#), [7.3.1](#)
- [70] F. Boyer, l. Guazzelli, et O. Pouliquen, “Unifying suspension and granular rheology,” *Phys. Rev. Lett.* **107**, 188301 (2011). [1.2.5](#)
- [71] C. Cassar, M. Nicolas, et O. Pouliquen, “Submarine granular flows down inclined planes,” *Phys. Fluids* **17**, 103301 (2005). [1.2.5](#)
- [72] M. M. Kohonen, D. Geromichalos, et M. Scheel, “On capillary bridges in wet granular materials,” *Physica A* **339**, 7–15 (2004). [1.2.5](#), [1.2.5](#)
- [73] N. Mitarai et H. Nakanishi, “Simple model for wet granular materials with liquid clusters,” *Europhys. Lett.* **88**, 64001 (2009). [1.2.5](#)
- [74] S. Herminghaus, *Wet Granular Matter : A truly Complex Fluid* (...), 2013). [1.12](#), [1.4.2](#), [1.4.2](#)
- [75] G. Ovarlez, E. Kolb, et E. Clément, “Rheology of a confined granular material,” *Phys. Rev. E* **64**, 060302 (2001). [1.2.5](#)
- [76] S. M. Iveson, d. H. K. Litster, James D a, et B. J. Ennis, “Nucleation, growth and breakage phenomena in agitated wet granulation processes : a review,” *Powder Technol.* **117**, 3–39 (2001). [1.2.5](#), [1.4.1](#), [1.4.2](#)
- [77] P. G. Rognon, J.-N. Roux, M. Naaïm, et F. Chevoir, “Dense flows of cohesive granular materials,” *J. Fluid Mech.* **596**, 21–47 (2008). [1.2.5](#)
- [78] N. Berger, E. Azéma, J.-F. Douce, et F. Radjai, “Scaling behaviour of cohesive granular flows,” *Europhys. Lett.* **112**, 64004 (2015). [1.2.5](#)
- [79] S. Khamseh, J.-N. Roux, et F. Chevoir, “Flow of wet granular materials : A numerical study,” *Phys. Rev. E* **92**, 022201 (2015). [1.2.5](#)
- [80] M. Badetti, A. Fall, F. Chevoir, et J. N. Roux, “Shear strength of wet granular materials : Macroscopic cohesion and effective stress,” *EPJ E* **41**, 68 (2018). [1.2.5](#), [1.2.5](#)

- [81] E. Shahraeeni et D. Or, “Pore-Scale Analysis of Evaporation and Condensation Dynamics in Porous Media,” *Langmuir* **26**, 13924–13936 (2010). 1.14
- [82] E. Shahraeeni et D. Or, “Pore scale mechanisms for enhanced vapor transport through partially saturated porous media,” *Water Resour. Res.* **48**, W05511 (2012). 1.3.1, 1.14
- [83] J. R. Philip et D. A. deVries, “Moisture movement in porous materials under temperature gradients,” *Trans. Am. Geophys. Union* **38**, 10 (1957). 1.3.1
- [84] T. S. Silverman, *A Pore-Scale Experiment to Evaluate Enhanced Vapor Diffusion in Porous Media* (New Mexico Institute of Mining and Technology, 1999). 1.3.1
- [85] J. Bico et D. Quéré, “Precursors of impregnation,” *Europhys. Lett.* **61**, 348–353 (2003). 1.3.1, 1.3.2
- [86] J. Bico, U. Thiele, et D. Quéré, “Wetting of textured surfaces,” *Colloids Surf. A* **206**, 41–46 (2002). 1.3.1
- [87] D. Quéré, “Wetting and Roughness,” *Ann. Rev. Mater. Res.* **38**, 71–99 (2008). 1.3.1
- [88] J. Bear, *Dynamics of Fluids in Porous Media* (Dover, 1988). 1.3.1, 1.3.1, 1.3.1, 6.2.1, 6.5.1
- [89] F. A. L. Dullien, *Porous Media : Fluid Transport and Pore Structure* (Academic Press, 1992). 1.3.1
- [90] M. Ouriemi, P. Aussillous, et E. Guazzelli, “Sediment dynamics. Part 1. Bed-load transport by laminar shearing flows,” *J. Fluid Mech.* **636**, 321–336 (2009). 1.3.1
- [91] J. Xiao, H. A. Stone, et D. Attinger, “Source-like solution for radial imbibition into a homogeneous semi-infinite porous medium,” *Langmuir* **28**, 4208–4212 (2012). 1.3.1, 1.3.2, 3.1.3, 5.2.2, 5.2.2, 5.2.2, 6.3.2
- [92] S. M. Hassanizadeh et W. G. Gray, “High Velocity Flow in Porous Media,” *Transp. in Porous Media* **2**, 521–531 (1987). 1.3.1, 6.2.1
- [93] J. S. Andrade, U. M. S. Costa, M. P. Almeida, H. A. Makse, et H. E. Stanley, “Inertial Effects on Fluid Flow through Disordered Porous Media,” *Phys. Rev. Lett.* **82**, 5249–5252 (1999). 1.3.1, 6.2.1
- [94] E. Guyon, J.-P. Hulin, et L. Petit, *Hydrodynamique Physique* (EDP Sciences, 2012). 1.3.1, 6.5.1
- [95] E. W. Washburn, “The Dynamics of Capillary Flow,” *Phys. Rev.* **17**, 273–283 (1921). 1.3.2, 1.3.2, 1.4.3, 3, 3.1.3, 6.3.2, 7.3.2
- [96] M. Alonso, E. Sainz, F. A. Lopez, et K. Shinohara, “Void-size probability distribution in random packings of equal-sized spheres,” *Chem. Eng. Sci.* **50**, 1983–1988 (1995). 1.3.2
- [97] M. Reyssat, L. Y. Sangne, E. A. van Nierop, et H. A. Stone, “Imbibition in layered systems of packed beads,” *Europhys. Lett.* **86**, 56002 (2009). 1.3.2, 1.3.2, 1.3.3, 3.1.3, 3.3, 6.3.2
- [98] V. R. Lucas, “Ueber das zeitgesetz des kapillaren aufstiegs von ussigkeiten,” *Kolloid Z.* **23**, 15 (1918). 1.3.2, 3.1.3, 6.3.2, 7.3.2
- [99] T. Delker, D. B. Pengra, et P.-z. Wong, “Interface pinning and the dynamics of capillary rise in porous media,” *Phys. Rev. Lett.* **76**, 2902–2905 (1996). 1.3.2, 1.3.3, 1.3.3, 6.3.2, 6.3.2
- [100] M. Lago et M. Araujo, “Capillary Rise in Porous Media,” *J. Colloid Interface Sci.* **234**, 35–43 (2001). 1.3.2, 1.3.3, 1.3.3, 1.3.3, 1.3.4, 3.3, 6.3.2, 6.4.2, 7.3.2
- [101] N. Brielles, F. Chantraine, D. Chulia, P. Branlard, G. Rubinstenn, D. Lasseux, M. Birot, D. Roux, et O. Mondain-monval, “Imbibition and Dissolution of a Porous Medium,” *Ind. Eng. Chem. Res.* **46**, 5785–5793 (2007). 1.3.2
- [102] S. Mendez, E. M. Fenton, G. R. Gallegos, D. N. Petsev, S. S. Sibbett, H. A. Stone, Y. Zhang, et G. P. López, “Imbibition in porous membranes of complex shape : quasi-stationary flow in thin rectangular segments,” *Langmuir* **26**, 1380–1385 (2010). 1.3.2



- [103] X. Clotet, R. Planet, et J. Ortín, “Capillary rise in Hele-Shaw models of disordered media,” *J. Colloid Interface Sci.* **377**, 387–395 (2012). 1.3.2
- [104] B. Géraud, L. Jørgensen, L. Petit, H. Delanoë-Ayari, P. Jop, et C. Barentin, “Capillary rise of yield-stress fluids,” *Europhys. Lett.* **107**, 58002 (2014). 1.3.2
- [105] R. Mensire, J. T. Ault, E. Lorenceau, et H. A. Stone, “Point-source imbibition into dry aqueous foams,” *Europhys. Lett.* **113**, 44002 (2016). 1.3.2
- [106] J. Hyväluoma, P. Raiskinmäki, A. Jäsberg, A. Koponen, M. Kataja, et J. Timonen, “Simulation of liquid penetration in paper,” *Phys. Rev. E* **73**, 036705 (2006). 1.3.2
- [107] K. Singh, H. Scholl, M. Brinkmann, M. Di Michiel, M. Scheel, S. Herminghaus, et R. Seemann, “The Role of Local Instabilities in Fluid Invasion into Permeable Media,” *Sci. Reports* **7**, 444 (2017). 1.3.2
- [108] C. Marlière, *Étude des transferts hydriques en milieu poreux en présence de polymères rétenteurs d’eau : Application au mortier* (PhD thesis Univ. Paris-Est, 2013). 1.3.2
- [109] Y. D. Shikhmurzaev et J. E. Sprittles, “Anomalous dynamics of capillary rise in porous media,” *Phys. Rev. E* **86**, 016306 (2012). 1.3.3, 1.3.3, 7.3.2
- [110] P. S. Raux, H. Cockenpot, M. Ramaioli, D. Quéré, et C. Clanet, “Wicking in a Powder,” *Langmuir* **29**, 3636–3644 (2013). 1.16, 1.3.4, 2.1.3, 3.4.4, 6.4.2, 6.4.2, 6.17, 6.7.3, 7.3.2
- [111] S. Bán, E. Wolfram, et S. Rohrsetzer, “The Condition of Starting of Liquid Imbibition in Powders,” *Colloids Surf.* **22**, 291–300 (1987). 1.3.4, 6.4.2
- [112] N. J. Shirtcliffe, G. McHale, M. I. Newton, F. B. Pyatt, et S. H. Doerr, “Critical Conditions for the Wetting of soils,” *Appl. Phys. Lett.* **89**, 094101 (2006). 1.3.4, 6.4.2
- [113] G. Betz, P. Junker Bürgin, et H. Leuenberger, “Power consumption profile analysis and tensile strength measurements during moist agglomeration,” *Int. J. Pharma.* **252**, 11 – 25 (2003). 1.4.1
- [114] B. Cazacliu, “In-mixer measurements for describing mixture evolution during concrete mixing,” *Chem. Eng. Res. Design* **86**, 1423 – 1433 (2008). 1.4.1
- [115] R. Collet, D. Oulahna, A. De Ryck, P.-H. Jezequel, et M. Martin, “Mixing of a wet granular medium : Influence of the liquid addition method,” *Powder Technol.* **208**, 367 – 371 (2011). 1.4.1, 1.4.1
- [116] C. F. Ferraris, “Concrete Mixing Methods and Concrete Mixers : State of the Art,” *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.* **106**, 391–399 (2001). 1.4.1, 4
- [117] F. Guillard, Y. Forterre, et O. Pouliquen, “Depth-independent drag force induced by stirring in granular media,” *Phys. Rev. Lett.* **110**, 138303 (2013). 1.4.1
- [118] F. Guillard, Y. Forterre, et O. Pouliquen, “Lift forces in granular media,” *Phys. Fluids* **26**, 043301 (2014). 1.4.1
- [119] A. Goldszal et J. Bousquet, “Wet agglomeration of powders : from physics toward process optimization,” *Powder Technol.* **117**, 221 – 231 (2001). 1.19
- [120] G. H. Ristow, “Critical exponents for granular phase transitions,” *Europhys. Lett.* **40**, 625 (1997). 1.4.2
- [121] M. Scheel, *Experimental investigations of the mechanical properties of wet granular matter* (PhD thesis Univ. Göttingen, 2009). 1.20, 1.4.2, 1.4.2
- [122] A. Fingerle, K. Roeller, K. Huang, et H. S., “Phase transitions far from equilibrium in wet granular matter,” *New J. Phys.* **10**, 053020 (2008). 1.4.2
- [123] A. Samadani et A. Kudrolli, “Angle of repose and segregation in cohesive granular matter,” *Phys. Rev. E* **64**, 051301 (2001). 1.4.2

- [124] L. S. Sklar et W. E. Dietrich, “A mechanistic model for river incision into bedrock by saltating bed load,” *Water Resour. Res.* **40** (2004). 1.4.3
- [125] L. Hsu, W. E. Dietrich, et L. S. Sklar, “Experimental study of bedrock erosion by granular flows,” *J. Geophys. Res.* **113** (2008). 1.4.3
- [126] L. E., M. L., et C. F., “Bed load transport in turbulent flow at the grain scale : Experiments and modeling,” *J. Geophys. Res.* **115** (2010). 1.4.3
- [127] F. Charru, H. Moulleron, et O. Eiff, “Erosion and deposition of particles on a bed sheared by a viscous flow,” *J. Fluid Mech.* **519**, 55–80 (2004). 1.4.3
- [128] R. Artoni, A. Santomaso, et P. Canu, “Effective boundary conditions for dense granular flows,” *Phys. Rev. E* **79**, 031304 (2009). 1.4.3
- [129] G. Lefebvre et P. Jop, “Erosion dynamics of a wet granular medium,” *Phys. Rev. E* **88**, 032205 (2013). 1.4.3, 1.22, 1.4.3, 1.4.3, 5.2.3, 5.2.3, 7.1.2
- [130] “Experiments on a gravity-free dispersion of large solid spheres in a newtonian fluid under shear,” *Proc. Royal Soc. Lond. A Math. Phys. Eng. Sci.* . 1.4.3, 4.1.2
- [131] B. Miller, C. O’Hern, et R. P. Behringer, “Stress fluctuations for continuously sheared granular materials,” *Phys. Rev. Lett.* **77**, 3110–3113 (1996). 1.4.3
- [132] G. Lefebvre, A. Merceron, et P. Jop, “Interfacial instability during granular erosion,” *Phys. Rev. Lett.* **116**, 068002 (2016). 1.4.3, 1.27, 4.3.3
- [133] G. Lefebvre, *Incorporation de liquide dans un milieu granulaire, mécanismes du mélange* (PhD thesis Univ. Pierre et Marie Curie, 2013). 1.4.3, 1.5, 1.27, 5.2.3
- [134] J. Chopin et A. Kudrolli, “Building designed granular towers one drop at a time,” *Phys. Rev. Lett.* **107**, 208304 (2011). 1.4.3, 1.4.3, 1.24, 1.4.3, 2.2.2
- [135] J. Chopin et A. Kudrolli, “Pearling and arching instabilities of a granular suspension on a super-absorbing surface,” *Soft Matter* **11**, 659–664 (2015). 1.4.3
- [136] F. Pacheco-Vázquez, F. Moreau, N. Vandewalle, et S. Dorbolo, “Sculpting sandcastles grain by grain : self-assembled sand towers,” *Phys. Rev. E* **86**, 051303 (2012). 1.4.3, 1.4.3, 1.25, 1.4.3, 1.4.3, 1.5, 3, 3.2.1, 3.4.1, 3.4.1, 3.4.1, 3.4.2, 3.15, 3.4.2, 3.5, 4.1.2, 4.2.2
- [137] M. Pakpour, M. Habibi, P. Møller, et D. Bonn, “How to construct the perfect sandcastle,” *Sci. Rep.* **2**, 549 (2012). 1.4.3, 4.1.2
- [138] T. Börzsönyi et R. E. Ecke, “Flow rule of dense granular flows down a rough incline,” *Phys. Rev. E* **76**, 031301 (2007). 2.1.1, 4.1, 4.2.1
- [139] O. Pouliquen, J. Delour, et B. Savage, “Fingering in granular flows,” *Nature* **386**, 816–817 (1997). 2.1.1, 4.1.4
- [140] J. M. Ottino et D. V. Khakhar, “Mixing and segregation of granular materials,” *An. Rev. Fluid Mech.* **32**, 55–91 (2000). 2.1.1, 4.1.4
- [141] J. M. N. T. Gray et C. Ancey, “Segregation, recirculation and deposition of coarse particles near two-dimensional avalanche fronts,” *J. Fluid Mech.* **629**, 387–423 (2009). 2.1.1, 4.1.4
- [142] J. Ugelstad et F. K. Hansen, “Kinetics and mechanism of emulsion polymerization,” *Rubber Chem. and Techn.* **49**, 536–609 (1976). 2.1.1
- [143] S. Dorbolo, F. Ludewig, N. Vandewalle, et C. Laroche, “How does an ice block assembly melt?” *Phys. Rev. E* **85**, 051310 (2012). 2.1.1
- [144] A. Merceron, *Milieus granulaires réactifs : dynamique et structure autour de grains en transformation* (PhD thesis Univ. Pierre et Marie Curie, 2016). 2.1.1
- [145] Y. Timounay, E. Lorenceau, et F. Rouyer, “Opening and retraction of particulate soap films,” *EPL* **111**, 26001 (2015). 2.1.3

- [146] J. B. Knight, C. G. Fandrich, C. N. Lau, H. M. Jaeger, et S. R. Nagel, “Density relaxation in a vibrated granular material,” *Phys. Rev. E* **51**, 3957–3963 (1995). [2.2.1](#)
- [147] M. Nicolas, P. Duru, et O. Pouliquen, “Compaction of a granular material under cyclic shear,” *Eur. Phys. J. E* **3**, 309–314 (2000). [2.2.1](#)
- [148] P. Richard, M. Nicodemi, R. Delannay, R. Ribière, et D. Bideau, “Slow relaxation and compaction of granular systems,” *Nat. Mat.* **4**, 121–128 (2005). [2.2.1](#)
- [149] S. Kiesgen de Richter, C. Hanotin, P. Marchal, S. Leclerc, F. Demeurie, et N. Louvet, “Vibration-induced compaction of granular suspensions,” *Eur. Phys. J. E* **38**, 74 (2015). [2.2.1](#)
- [150] J. J. S. Jerome, N. Vandenberghe, et Y. Forterre, “Unifying impacts in granular matter from quicksand to cornstarch,” *Phys. Rev. Lett.* **117**, 098003 (2016). [2.2.1](#)
- [151] C. Clavaud, A. Bérut, B. Metzger, et Y. Forterre, “Revealing the frictional transition in shear-thickening suspensions,” *Proc. Nat. Acad. Sci.* **114**, 5147–5152 (2017). [2.2.1](#)
- [152] E. N. Landis et D. T. Keane, “X-ray microtomography,” *Mat. Characterization* **61**, 1305 – 1316 (2010). [2.3](#), [2.7](#)
- [153] E. Ferrié, J.-Y. Buffière, et W. Ludwig, “3d characterisation of the nucleation of a short fatigue crack at a pore in a cast al alloy using high resolution synchrotron microtomography,” *Int. J. Fatigue* **27**, 1215 – 1220 (2005). *Fatigue Damage of Structural Materials V.* [2.3](#)
- [154] A. Kak et M. Slaney, *Principles of Computerized Tomographic Imaging* (Classics in Applied Mathematics. Society for Industrial and Applied Mathematics, 2001). [2.3.1](#)
- [155] P. Grangeat, *La tomographie - Fondements mathématiques, imagerie microscopique et imagerie industrielle* (Hermes Science Publications, 2002). [2.3.1](#)
- [156] G. Saingier, A. Sauret, et P. Jop, “Accretion Dynamics on Wet Granular Materials,” *Phys. Rev. Lett.* **118**, 208001 (2017). [3](#), [3.5](#)
- [157] G. Barnocky et R. H. Davis, “Elastohydrodynamic collision and rebound of spheres : Experimental verification,” *Phys. Fluids* **31**, 1324–1329 (1988). [3.2.3](#)
- [158] R. H. Davis, D. A. Rager, et B. T. Good, “Elastohydrodynamic rebound of spheres from coated surfaces,” *J. Fluid Mech.* **468**, 107–119 (2002). [3.2.3](#), [3.2.4](#), [7.2.1](#)
- [159] S. Antonyuk, S. Heinrich, N. Deen, et H. Kuipers, “Influence of liquid layers on energy absorption during particle impact,” *Particuology* **7**, 245–259 (2009). [3.2.3](#), [3.11](#), [3.2.4](#), [3.4.4](#), [7.2.1](#)
- [160] F. Gollwitzer, I. Rehberg, C. A. Kruelle, et K. Huang, “Coefficient of restitution for wet particles,” *Phys. Rev. E* **86**, 011303 (2012). [3.2.3](#), [3.2.4](#), [3.2.4](#), [7.2.1](#)
- [161] T. Müller et K. Huang, “Influence of the liquid film thickness on the coefficient of restitution for wet particles,” *Phys. Rev. E* **93**, 042904 (2016). [3.2.3](#), [3.2.4](#), [7.2.1](#)
- [162] J. Crassous, D. Beladjine, et A. Valance, “Impact of a projectile on a granular medium described by a collision model,” *Phys. Rev. Lett.* **99**, 248001 (2007). [3.2.4](#), [3.4.4](#)
- [163] A. Valance et J. Crassous, “Granular medium impacted by a projectile : Experiment and model,” *EPJ E* **30**, 43 (2009). [3.2.4](#)
- [164] A. H. Clark, L. Kondic, et R. P. Behringer, “Particle scale dynamics in granular impact,” *Phys. Rev. Lett.* **109**, 238302 (2012). [3.2.4](#)
- [165] A. H. Clark, A. J. Petersen, et R. P. Behringer, “Collisional model for granular impact dynamics,” *Phys. Rev. E* **89**, 012201 (2014). [3.2.4](#)
- [166] K. E. Daniels, J. E. Kollmer, et J. G. Puckett, “Photoelastic force measurements in granular materials,” *Rev. Sci. Instrum.* **88**, 051808 (2017). [3.2.4](#)

- [167] T. Takahashi, A. H. Clark, T. Majmudar, et L. Kondic, “Granular response to impact : Topology of the force networks,” *Phys. Rev. E* **97**, 012906 (2018). [3.2.4](#)
- [168] A. Mangeney, “Geomorphology : Landslide boost from entrainment,” *Nat. Geosci.* **4**, 77–78 (2011). [4](#)
- [169] A. Lekhal, S. L. Conway, B. J. Glasser, et J. G. Khinast, “Characterization of granular flow of wet solids in a bladed mixer,” *AIChE J.* **52**, 2757–2766. [4](#)
- [170] A. Boateng, *Rotary Kilns Transport Phenomena and Transport Processes* (Elsevier, 2008). [4](#), [5.1](#)
- [171] O. Pouliquen, “Scaling laws in granular flows down rough inclined planes,” *Phys. Fluids* **11**, 542–548 (1999). [4.1](#)
- [172] L. E. Silbert, J. W. Landry, et G. S. Grest, “Granular flow down a rough inclined plane : Transition between thin and thick piles,” *Phys. Fluids* **15**, 1–10 (2003). [4.1](#)
- [173] S. Deboeuf, E. Lajeunesse, O. Dauchot, et B. Andreotti, “Flow rule, self-channelization, and levees in unconfined granular flows,” *Phys. Rev. Lett.* **97**, 158303 (2006). [4.1](#)
- [174] O. Pouliquen, “On the shape of granular fronts down rough inclined planes,” *Phys. Fluids* **11**, 1956–1958 (1999). [4.1](#), [7.3.1](#)
- [175] O. Pouliquen et Y. Forterre, “Friction law for dense granular flows : application to the motion of a mass down a rough inclined plane,” *J. Fluid Mech.* **453**, 133–151 (2002). [4.1](#)
- [176] Y. Forterre, “Kapiza waves as a test for three-dimensional granular flow rheology,” *J. Fluid Mech.* **563**, 123–132 (2006). [4.1](#)
- [177] J. M. N. T. Gray et A. N. Edwards, “A depth-averaged  $\mu(i)$  -rheology for shallow granular free-surface flows,” *J. Fluid Mech.* **755**, 503–534 (2014). [4.1](#)
- [178] P. Jop, Y. Forterre, et O. Pouliquen, “Crucial role of sidewalls in granular surface flows : consequences for the rheology,” *J. Fluid Mech.* **541**, 167–192 (2005). [4.1](#), [4.1.2](#), [4.1.2](#), [4.1.3](#), [4.2](#), [4.2.1](#), [4.2.1](#)
- [179] J. L. Baker, T. Barker, et J. M. N. T. Gray, “A two-dimensional depth-averaged  $\mu(i)$  -rheology for dense granular avalanches,” *J. Fluid Mech.* **787**, 367–395 (2016). [4.1](#)
- [180] N. Taberlet, P. Richard, A. Valance, W. Losert, J. M. Pasini, J. T. Jenkins, et R. Delannay, “Superstable granular heap in a thin channel,” *Phys. Rev. Lett.* **91**, 264301 (2003). [1](#), [4.1.2](#), [4.1.3](#), [4.2](#)
- [181] M. Sperl, “Experiments on corn pressure in silo cells – translation and comment of janssen’s paper from 1895,” *Granular Matter* **8**, 59–65 (2006). [4.1.2](#)
- [182] G. Ovarlez, C. Fond, et E. Clément, “Overshoot effect in the janssen granular column : A crucial test for granular mechanics,” *Phys. Rev. E* **67**, 060302 (2003). [4.1.2](#)
- [183] T. Cambau, J. Hure, et J. Marthelot, “Local stresses in the janssen granular column,” *Phys. Rev. E* **88**, 022204 (2013). [4.1.2](#)
- [184] S. B. Savage et C. K. K. Lun, “Particle size segregation in inclined chute flow of dry cohesionless granular solids,” *J. Fluid Mech.* **189**, 311–335 (1988). [4.1.4](#)
- [185] J. M. N. T. Gray, “Particle segregation in dense granular flows,” *Annual Review of Fluid Mechanics* **50**, 407–433 (2018). [4.1.4](#)
- [186] J. Gray et K. Hutter, “Pattern formation in granular avalanches,” *Continuum Mech. Therm.* **9**, 341–345 (1997). [4.1.4](#)
- [187] G. Félix et N. Thomas, “Evidence of two effects in the size segregation process in dry granular media,” *Phys. Rev. E* **70**, 051307 (2004). [4.1.4](#), [5.1](#)

- [188] P. Gajjar, K. van der Vaart, A. R. Thornton, C. G. Johnson, C. Ancey, et J. M. N. T. Gray, “Asymmetric breaking size-segregation waves in dense granular free-surface flows,” *J. Fluid Mech.* **794**, 460–505 (2016). [4.1.4](#)
- [189] Y. Fan, Y. Boukerkour, T. Blanc, P. B. Umbanhowar, J. M. Ottino, et R. M. Lueptow, “Stratification, segregation, and mixing of granular materials in quasi-two-dimensional bounded heaps,” *Phys. Rev. E* **86**, 051305 (2012). [4.1.4](#)
- [190] A. Bhateja, I. Sharma, et J. K. Singh, “Segregation physics of a macroscale granular ratchet,” *Phys. Rev. Fluids* **2**, 052301 (2017). [4.1.4](#)
- [191] T. Faug, P. Childs, E. Wyburn, et I. Einav, “Standing jumps in shallow granular flows down smooth inclines,” *Phys. Fluids* **27**, 073304 (2015). [4.2.1](#), [7.1.3](#)
- [192] D. Bonamy, F. Daviaud, et L. Laurent, “Experimental study of granular surface flows via a fast camera : A continuous description,” *Phys. Fluids* **14**, 1666–1673 (2002). [4.3.1](#), [5.1.2](#)
- [193] Douady, S., Andreotti, B., et Daerr, A., “On granular surface flow equations,” *Eur. Phys. J. B* **11**, 131–142 (1999). [4.3.3](#)
- [194] A. Aradian, Élie Raphaël, et P.-G. de Gennes, “Surface flows of granular materials : a short introduction to some recent models,” *C. R. Physique* **3**, 187 – 196 (2002). [4.3.3](#)
- [195] S. B. Savage et K. Hutter, “The motion of a finite mass of granular material down a rough incline,” *J. Fluid Mech.* **199**, 177–215 (1989). [4.3.3](#)
- [196] J. M. N. T. Gray, “Granular flow in partially filled slowly rotating drums,” *J. Fluid Mech.* **441**, 1–29 (2001). [5.1](#), [5.1.2](#), [5.2](#)
- [197] J. Rajchenbach, “Granular flows,” *Adv. Phys.* **49**, 229–256 (2000). [5.1.2](#)
- [198] G. Felix, *Écoulements de milieux granulaires en tambour tournant* (PhD thesis Inst. Nat. Polytech. Lorraine, 2002). [5.1.2](#)
- [199] X. Cheng, G. Varas, D. Citron, H. M. Jaeger, et S. R. Nagel, “Collective Behavior in a Granular Jet : Emergence of a Liquid with Zero Surface Tension,” *Phys. Rev. Lett.* **99**, 188001 (2007). [6.1](#)
- [200] C. Clanet, “Dynamics and stability of water bells,” *J. Fluid Mech.* **430**, 111–147 (2001). [6.1](#)
- [201] P. Müller, A. Formella, et T. Pöschel, “Granular jet impact : probing the ideal fluid description,” *J. Fluid Mech.* **751**, 601–626 (2014). [6.1](#)
- [202] S. Courrech du Pont, P. Gondret, B. Perrin, et M. Rabaud, “Granular avalanches in fluids,” *Phys. Rev. Lett.* **90**, 044301 (2003). [6.1](#)
- [203] D. Doppler, P. Gondret, T. Loiseleux, S. Meyer, et M. Rabaud, “Relaxation dynamics of water-immersed granular avalanches,” *J. Fluid Mech.* **577**, 161–181 (2007). [6.1](#)
- [204] V. Topin, Y. Monerie, F. Perales, et F. Radjaï, “Collapse dynamics and runout of dense granular materials in a fluid,” *Phys. Rev. Lett.* **109**, 188001 (2012). [6.1](#)
- [205] A. Bougouin, L. Lacaze, et T. Bonometti, “Collapse of a neutrally buoyant suspension column : from newtonian to apparent non-newtonian flow regimes,” *J. Fluid Mech.* **826**, 918–941 (2017). [6.1](#)
- [206] J. González Gutiérrez, J. L. Carrillo Estrada, et J. C. Ruiz Suárez, “Penetration of granular projectiles into a water target,” *Sci. Rep.* **4**, 6762 (2014). [6.1](#)
- [207] A. Nasto, M. Regli, P.-T. Brun, J. Alvarado, C. Clanet, et A. E. Hosoi, “Air entrainment in hairy surfaces,” *Phys. Rev. Fluids* **1**, 033905 (2016). [6.2.2](#), [6.4.2](#), [6.5.3](#)
- [208] D. Quéré, “Fluid coating on a fiber,” *Annu. Rev. Fluid Mech.* **31**, 347–384 (1999). [6.2.2](#)
- [209] B. J. Mullins et R. D. Braddock, “Capillary rise in porous, fibrous media during liquid immersion,” *Int. J. Heat Mass Transfer* **55**, 6222 – 6230 (2012). [6.2.2](#), [6.3.2](#)

- [210] E. Lorenceau, F. Restagno, et D. Quéré, “Fracture of a viscous liquid,” *Phys. Rev. Lett.* **90**, 184501 (2003). [6.4.2](#)
- [211] I. Guazzelli et J. F. Morris, *A physical introduction to suspension dynamics* (Cambridge Univ. Press, 2012). [6.7.2](#)
- [212] J. Campos et J. Guedes de Carvalho, “Drag force on the particles at the upstream end of a packed bed and the stability of the roof of bubbles in fluidised beds,” *Chem. Eng. Sci.* **47**, 4057 – 4062 (1992). [6.7.2](#)
- [213] Y. Forterre et O. Pouliquen, “Long-surface-wave instability in dense granular flows,” *J. Fluid Mech.* **486**, 21–50 (2003). [7.3.1](#)
- [214] G. Sansoni, M. Carocci, et R. Rodella, “Three-dimensional vision based on a combination of gray-code and phase-shift light projection : analysis and compensation of the systematic errors,” *Appl. Opt.* **38**, 6565–6573 (1999). [7.3.1](#)
- [215] O. Pouliquen et Y. Forterre, “Friction law for dense granular flows : application to the motion of a mass down a rough inclined plane,” *J. Fluid Mech.* **453**, 133–151 (2002). [7.3.1](#)
- [216] P. Marchal, N. Smirani, et L. Choplin, “Rheology of dense-phase vibrated powders and molecular analogies,” *J. Rheology* **53**, 1–29 (2009). [7.3.1](#)
- [217] P. Marchal, C. Hanotin, L. J. Michot, et S. K. de Richter, “Two-state model to describe the rheological behavior of vibrated granular matter,” *Phys. Rev. E* **88**, 012207 (2013). [7.3.1](#)
- [218] C. Hanotin, P. Marchal, L. J. Michot, C. Baravian, et S. Kiesgen de Richter, “Dynamics of vibrated granular suspensions probed by mechanical spectroscopy and diffusing wave spectroscopy measurements,” *Soft Matter* **9**, 9352–9360 (2013). [7.3.1](#)
- [219] D. Diggins, L. G. Fokkink, et J. Ralston, “The wetting of angular quartz particles : Capillary pressure and contact angles,” *Colloids Surf.* **44**, 299 – 313 (1990). [7.3.2](#)
- [220] L. R. White, “Capillary rise in powders,” *J. Colloid Interface Sci.* **90**, 536 – 538 (1982). [7.3.2](#)
- [221] Clerc, J.P., Giraud, G., Roussenoq, J., Blanc, R., Carton, J. P., Guyon, E., Ottavi, H., et Stauffer, D., “La percolation - modèles, simulations analogiques et numériques,” *Ann. Phys.* **8**, 3–105 (1983). [7.3.2](#)
- [222] G. Varas, G. Ramos, J.-C. Géminard, et V. Vidal, “Flow and fracture in water-saturated, unconstrained granular beds,” *Frontiers Phys.* **3**, 44 (2015). [7.3.2](#)

---

**Sujet : Mécanismes et dynamiques d'interactions entre grains et liquide: du matériau granulaire sec au mélange saturé**

---

**Résumé :** Les matériaux granulaires sont omniprésents, tant dans la nature que dans l'industrie ou dans notre vie quotidienne. Les mélanger à un liquide constitue une opération de base dans de nombreux procédés industriels. Néanmoins, la compréhension et la modélisation des mécanismes d'échanges de liquide et de grains impliqués dans le mélange restent encore méconnus. Dans cette thèse, nous considérons les mécanismes d'interactions apparaissant à l'interface entre un matériau granulaire contenant une quantité variable de liquide et un écoulement de grains secs. En fonction de la quantité de liquide, la phase granulaire humide est soit érodée par l'écoulement sec, soit capte des grains par accrétion granulaire, soit transfère du liquide de la phase humide à la phase sèche par imprégnation. Dans un premier temps, nous nous intéressons aux mécanismes et aux dynamiques d'accrétion granulaire observés lors de l'impact d'un jet dilué de grains secs sur un substrat granulaire saturé en liquide. Nous mettons en avant le rôle du liquide aux interfaces dans la dynamique de croissance et les sources de dissipations énergétiques responsables de la capture des grains secs. Une expérience d'accrétion dans un écoulement dense et cisailé permet ensuite d'étudier l'influence des propriétés de l'écoulement sur la dynamique de capture et d'établir une loi d'accrétion générale. Une configuration d'accrétion d'un agrégat isolé au sein d'un écoulement granulaire en tambour tournant permet enfin d'étendre notre étude au cas des matériaux granulaires non saturés en liquide, croissant par accrétion avant de s'éroder.

Dans un second temps, nous étudions l'imprégnation dans un jet granulaire dense pénétrant dans un réservoir de liquide. En modélisant l'entrée des grains dans l'eau comme l'imprégnation d'un matériau poreux, nous mettons en évidence une relation entre la forme du front d'imbibition et la vitesse d'immersion, et caractérisons l'effet des propriétés physico-chimiques des grains. Ces travaux constituent une avancée dans la compréhension des phénomènes locaux impliqués dans le mélange entre grains et liquide et de la transition d'un milieu granulaire sec à humide.

---

**Mots clés :** Écoulements granulaires, capillarité, mélange, milieux poreux, accrétion, imbibition

---

**Subject : Mechanisms and dynamics of interactions between grains and liquid: from dry to wet granular media**

---

**Abstract** : Granular materials are ubiquitous, both in nature and in industry or in our daily life. Blending grains and liquid is a basic operation at the origin of many industrial processes. Nevertheless, the understanding and the modeling of the mechanisms of exchanges of liquid and grains, implied in the mixing process, remain largely unknown. In this PhD, we propose to investigate the mechanisms of interactions between a granular material containing a variable quantity of liquid and flowing dry grains. Depending on the amount of liquid, the wet granular phase can be eroded by the granular flow, or flowing grains can be captured by granular accretion or the liquid can be transported from the wet to the dry phase by impregnation.

First, we focus on the mechanisms and the dynamics of granular accretion observed after the impact of a dilute granular jet on a wet granular substrate. We highlight the role of liquid interfaces on the growth dynamics and the sources of energy dissipations implied in the capture. Then, using an experiment of accretion with a dense and shear granular flow, we study the influence of the flow properties on the dynamics of capture and we propose a general accretion law. The rotating drum configuration with an isolated aggregate in a granular flow allows us to extend our investigation with the situation of unsaturated granular materials growing by accretion before being eroded.

In the second part of the PhD, we study the impregnation in a dense granular jet penetrating into a liquid bath. By modeling the grains intrusion as the impregnation of a porous medium, we highlight the link between the shape of the front profile and the immersion speed. We also characterize the influence of the physico-chemical properties of the grains. This work constitutes a first step in the understanding of local phenomena implied in granular blending processes and the transition from dry to wet granular media.

---

**Keywords** : Granular flows, capillarity, mixing, porous media, accretion, imbibition