



Détermination de la distribution de tailles de pores d'un milieu poreux

Aimad Oukhlef

► To cite this version:

Aimad Oukhlef. Détermination de la distribution de tailles de pores d'un milieu poreux. Mécanique des fluides [physics.class-ph]. Arts et Métiers ParisTech, 2011. Français. NNT : 2011ENAM0047 . pastel-00657616v2

HAL Id: pastel-00657616

<https://pastel.hal.science/pastel-00657616v2>

Submitted on 1 Feb 2015

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

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

École doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

Doctorat ParisTech

THÈSE

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

Spécialité “ Énergétique ”

présentée et soutenue publiquement par

Aïmad OUKHLEF

le 15 Décembre 2011

Détermination de la distribution de tailles de pores d'un milieu poreux

Directeur de thèse : **Abdelhak AMBARI**
Co-encadrant : **Stéphane CHAMPMARTIN**

Jury

M. **LECOQ Nicolas**, HDR, GPM, Université de Rouen
M. **RIVOALEN Elie**, Professeur, LOMC, Université du Havre
Mme **AHMADI-SENICHAULT Azita**, Professeur, TREFLE, Arts et Métiers ParisTech, Centre de Bordeaux
M. **AMBARI Abdelhak**, Professeur, LAMPA, Arts et Métiers ParisTech, Centre d'Angers
M. **CHAMPMARTIN Stéphane**, Maître de Conférences, LAMPA, Arts et Métiers ParisTech, Centre d'Angers
M. **OULD EL MOCTAR Ahmed**, HDR, LTh., Ecole Polytech Nantes
M. **GUILLAUMAT Laurant**, Professeur, Directeur de l'Ecole Arts et Métiers ParisTech, Centre d'Angers

Arts et Métiers ParisTech - Centre d'Angers
Laboratoire Arts et Métiers ParisTech d'Angers

Rapporteur
Rapporteur
Examineur
Examineur
Examineur
Invité

T
H
È
S
E

*Je tiens à dédier mon mémoire à mes parents, Mohammed
DUKHLEF et Fadma BARBACH qui m'ont soutenu tout au long de
mes études, ainsi que mes sœurs, Fadma et Samira DUKHLEF.*

Avec amour et gratitude...

REMERCIEMENTS

Ce mémoire présente mes travaux de recherche effectués au Laboratoire Arts et Métiers ParisTech du centre d'Angers à l'ENSAM d'Angers, sous la direction du professeur Abdelhak AMBARI et co-encadré par le Maître de Conférences Stéphane CHAMPMARTIN. Je tiens tout d'abord à remercier très chaleureusement le Pr. Abdelhak AMBARI pour m'avoir accueilli au sein du laboratoire de mécanique des fluides du centre de l'ENSAM d'Angers, et pour m'avoir confié ce sujet de recherche. Je tiens également à le remercier pour m'avoir encadré durant ces années avec beaucoup de patience, de disponibilité et de professionnalisme, et pour m'avoir transmis sa passion de la mécanique des fluides. Ce fut très sincèrement un réel plaisir de travailler à ses côtés pendant ces années.

Je tiens également à remercier le MdC Stéphane CHAMPMARTIN pour son co-encadrement, sa grande aide précieuse durant ses années ainsi que ses conseils forts utiles.

J'exprime mes profonds remerciements au Professeur Bouchta SAHRAOUI sans qui je n'aurais pu avoir la chance de réaliser ce travail.

Je veux exprimer ma gratitude aux Professeurs Elie RIVOALEN et Nicolas LECOQ pour avoir accepté de participer au jury de thèse en tant que rapporteurs, ainsi qu'aux Professeurs Azita AHMADI-SENICHAULT et Ahmed OULD EL MOCTAR pour avoir bien voulu juger ce travail et pour l'intérêt qu'ils y ont porté. Sans oublier le Professeur Laurent GUILLAUMAT, Directeur de l'Ecole Arts et Métiers ParisTech d'Angers.

J'exprime également mes profonds remerciements au Dr. Antoine DESPEYROUX pour sa générosité. Il m'a énormément appris en numérique. Je tiens également à exprimer ma gratitude envers le personnel de la bibliothèque particulièrement Madame Béatrice POULAIN qui m'a beaucoup aidé pour me procurer des références bibliographiques ainsi que Madame Rosemary VOSS pour son soutien en anglais. Je tiens également à remercier sans exception tous le personnel de l'Ecole Arts et Métiers ParisTech d'Angers notamment à Madame Anne HERNANDEZ (service administratif), M. Nicolas FRANÇOIS (service administratif), M. Eric MARTELLIERE (TP de transfert thermique) et M. Gilles Delahaye (service de maquette). Un grand merci aussi à tous mes collègues de travail auxquels je souhaite une bonne continuation : Vincent COUANET, Vincent FROGER, Gino CAPILLO et sans oublier les anciens Docteurs de l'ENSAM d'Angers notamment Tarek BRAHAM-BOUCHNAK, Anis HOR, Imade KOUTIRI, Etienne PESSARD et Pierre-Olivier LOGERAIS. Je tiens à remercier tous mes amis qui m'ont soutenu de loin et de près pendant cette thèse notamment Nabil GRIMI (MdC UTC de Compiègne), Said JABBOUR (MdC CRIL-CNRS UMR) et Kamal ELOUARZAKI (Postdoc DCM de Grenoble) ainsi que mes amis de la FST de Beni-Mellal ; Tarek JARI, Badre CHERKI et Youssef AZIM. Un remerciement spécial s'adresse à « Wolfram Mathematica » pour ce fabuleux logiciel. Merci à tous ceux que j'ai pu omettre de citer et qui néanmoins m'ont aidé à mener à terme ce mémoire.

Table des matières

LISTE DES TABLEAUX.....	3
PRINCIPALES NOTATIONS.....	4
INTRODUCTION GENERALE.....	8
CHAPITRE 1 INTRODUCTION	1
1.1 LES MILIEUX POREUX	1
1.2 PARAMETRES GEOMETRIQUES CARACTERISANT UN POREUX.....	3
1.3 CARACTERISATION DES MILIEUX POREUX.....	6
1.4 OBJECTIFS DE LA THESE.....	7
CHAPITRE 2 BIBLIOGRAPHIE SUR LES METHODES EXPERIMENTALES POUR LA DETERMINATION DE LA DISTRIBUTION DE TAILLE DE PORES	8
2.1 INTRODUCTION	8
2.2 POROSIMETRIE AU MERCURE.....	8
2.2.1 Principe.....	8
2.2.2 Validité et limite.....	9
2.3 ADSORPTION ISOTHERME	10
2.3.1 Phénomènes d’adsorption/désorption.....	10
2.3.2 Isothermes d’adsorption	10
2.3.3 Exemple expérimental pour l’alumine	10
2.3.4 Validité et limite.....	12
2.4 THERMOPOROMETRIE	12
2.4.1 Principe.....	12
2.4.2 Validité et limite.....	13
2.5 AUTRES METHODES	14
2.5.1 Stéréologie.....	14
2.5.2 Diffusion aux petits angles	14
2.5.3 Cryoporométrie RMN	14
2.6 RECAPITULATIF DES TECHNIQUES DE CARACTERISATION DES MILIEUX POREUX	15
2.7 CONCLUSION.....	16
CHAPITRE 3 UTILISATION DES FLUIDES A SEUIL POUR LA DETERMINATION DE LA DISTRIBUTION DE TAILLES DE PORES D’UN MILIEU POREUX.....	18
3.1 MODELE DE CARMAN-KOZENY.....	18
3.2 INTRODUCTION AUX FLUIDES A SEUIL.....	20
3.3 MESURE DE LA CONTRAINTE SEUIL	21
3.4 PRINCIPE DE LA METHODE	22
3.5 OBJECTIFS DE L’ETUDE.....	23
3.6 MODELE DE BINGHAM.....	23
3.6.1 Formulation du problème et solution	23
3.6.2 Inversion sous forme adimensionnelle et validation	24
3.7 MODELE DE CASSON	30
3.7.1 Formulation du problème et solution	30

3.7.2 Inversion sous forme adimensionnelle et validation	30
3.8 MODELE DE HERSCHEL-BULKLEY	34
3.8.1 Formulation du problème et solution	34
3.8.2 Inversion sous forme adimensionnelle et validation	35
3.9 MODELE DE ROBERTSON-STIFF	47
3.9.1 Formulation du problème et solution	47
3.9.2 Inversion sous forme adimensionnelle et validation	47
3.10 PROTOCOLE EXPERIMENTAL POUR LA DETERMINATION D'UNE DISTRIBUTION	51
3.10.1 Modèle de Bingham	51
3.10.2 Modèle de Herschel-Bulkley pour $n = 0,5$	54
3.11 RECAPITULATION	55
3.12 CONCLUSION.....	56
CHAPITRE 4 UTILISATION D'UNE METHODE FREQUENTIELLE POUR LA DETERMINATION DE LA DISTRIBUTION DE TAILLES DE PORES D'UN MILIEU POREUX	57
4.1 FLUIDES NEWTONIENS	57
4.1.1 Approche analytique de Womersley	57
4.1.2 Etude numérique.....	60
4.1.3 Détermination de la distribution de tailles de pores d'un milieu poreux par une analyse fréquentielle.....	67
4.2 FLUIDES EN LOI DE PUISSANCE	76
4.2.1 Etude de l'écoulement stationnaire laminaire d'un fluide en loi de puissance dans un tube de section circulaire.....	76
4.2.2 Etude de l'écoulement instationnaire laminaire d'un fluide en loi de puissance dans un tube de section circulaire.....	81
4.2.3 Détermination de la distribution de tailles de pores dans le cas des fluides en loi de puissance	88
CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES	100
ANNEXE A COMPLEMENTS SUR LE CHAPITRE 3.....	102
A.1 MODELE DE BINGHAM.....	102
A.2 MODELE DE CASSON.....	103
A.3 MODELE DE HERSCHEL-BULKLEY.....	104
A.4 MODELE DE ROBERTSON-STIFF	107
ANNEXE B COMPLEMENTS SUR LE CHAPITRE 4.....	110
B.1 ETUDE DE L'ECOULEMENT STATIONNAIRE LAMINAIRE D'UN FLUIDE NEWTONIEN A TRAVERS UN TUBE DE SECTION ELLIPTIQUE	110
B.2 ETUDE DE L'ECOULEMENT INSTATIONNAIRE LAMINAIRE D'UN FLUIDE NEWTONIEN A TRAVERS UN TUBE DE SECTION ELLIPTIQUE.....	112
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	118
LISTE DES FIGURES	126

Liste des tableaux

Tableau 1.1. Principales techniques de caractérisation géométrique des milieux poreux et leurs échelles d'application [28]	6
Tableau 3.1. Exemples de modèles rhéologiques de fluides à contrainte seuil.....	21
Tableau 3.2. Récapitulatif des expressions de la densité de probabilité et de l'écoulement élémentaire pour différents fluides à seuil	55
Tableau 4.1. Comparaison de déphasage théorique et numérique pour différents pas de temps	65
Tableau 4.2. Paramètres de lissage de la distribution normalisée inverse.....	72
Tableau B.1. Comparaison des débits volumiques et des admittances TBF théoriques et numériques pour les deux maillages	112

Principales notations

Notations dimensionnelles

a ou R : rayon d'un seul pore $[m]$

d : diamètre moyen des tubes capillaires $[m]$

$\underline{\underline{D}}$: tenseur taux de déformation $[s^{-1}]$

$\vec{g}$: vecteur de l'accélération de la pesanteur $[m.s^{-2}]$

$\tilde{G}(\omega, r)$: admittance complexe $[m^5.s.kg^{-1}]$

$\tilde{G}(\omega, r, n)$: « inconsistance complexe » $[m^{3n+2}.s^{2-n}.kg^{-1}]$

$\tilde{G}(\omega)$: admittance complexe total exprimée dans l'équation intégrale de Fredholm $[m^5.s.kg^{-1}]$

$\tilde{G}(\omega, a)$: admittance complexe d'un seul tube circulaire de rayon a $[m^5.s.kg^{-1}]$

$\tilde{g}(\omega, r)$: amplitude de l'admittance complexe élémentaire qui représente le noyau de l'équation intégrale de Fredholm $[m^5.s.kg^{-1}]$

$G_c = \pi m_2^2 / \mu$: admittance caractéristique $[m^5.s.kg^{-1}]$

$G_{c,n} = \pi m_2^{(1+3n)/2} / k$: « inconsistance complexe » caractéristique $[m^{3n+2}.s^{2-n}.kg^{-1}]$

$G_{TBF}(r) = \pi r^4 / 8\mu$: admittance aux Très Basses Fréquences (TBF) $[m^5.s.kg^{-1}]$

$G_{TBF}(\omega=0, r, n)$: « inconsistance complexe » aux TBF $[m^{3n+2}.s^{2-n}.kg^{-1}]$

ΔH_0 : enthalpie molaire de fusion $[J.mol^{-1}]$

k : perméabilité du milieu (chapitres : 1, 3) $[m^2]$

k_{CK} : perméabilité de Carman-Koseny $[m^2]$

k : consistance du fluide à seuil de type Herschel-Bulkley ou celle des fluides en loi de puissance $[Pa.s^n]$

L : épaisseur du milieu poreux $[m]$

L_c : longueur totale d'un pore tortueux $[m]$

m, m_1, m_2, m_3 : échelles caractéristiques de longueur de la moyenne des distributions gaussiennes mono, bi et trimodale $[m]$

$\sqrt{m_2}$: racine carrée du moment d'ordre 2 $[m]$

$m_4 = \int_0^\infty r^4 p(r) dr$: moment d'ordre 4 $[m^4]$

P : pression exercée sur le liquide $[Pa]$

P_0 : pression de saturation $[Pa]$

$p_v(r)$: distribution de tailles de pores volumique $[m^2]$

$p(r)$: distribution de tailles de pores $[m^{-1}]$

∇P : gradient de pression $[Pa.m^{-1}]$

∇P_0 : gradient de pression imposée dans le cas instationnaire $[Pa.m^{-1}]$

ΔP : différence de pression $[Pa]$

ΔP_0 : différence de pression imposée dans le cas instationnaire $[Pa]$

Q : débit volumique $[m^3.s^{-1}]$

$q(\nabla P, r)$: débit élémentaire dans un seul capillaire de rayon r $[m^3.s^{-1}]$

$q(\nabla P, r, n)$: débit élémentaire dans un seul capillaire de rayon r pour les fluides de Herschel-Bulkley et de Robertson-Stiff $[m^3.s^{-1}]$

$q_c = \pi \mu L / 8 \rho$: débit caractéristique pour les fluides de Bingham et Casson $[m^3.s^{-1}]$

$q_{c,n} = n \pi L k^{1/n} \tau_0^{(n-1)/n} / (3n+1)(n+1) \rho$: débit caractéristique pour les fluides de Herschel-Bulkley $[m^3.s^{-1}]$

$q_{c,n} = n \pi L k^{1/n} \tau_0^{(n-1)/n} / 2^{1/n} (3n+1) \rho$: débit caractéristique pour les fluides de Robertson-Stiff $[m^3.s^{-1}]$

$Q(\nabla P)$: débit total à travers le milieu poreux $[m^3.s^{-1}]$

$\tilde{Q}(\omega, r)$: amplitude complexe du débit $[m^3.s^{-1}]$

$\tilde{Q}(\omega)$: amplitude complexe du débit total à travers un faisceau de capillaires, exprimé dans l'équation intégrale de Fredholm $[m^3.s^{-1}]$

$\tilde{q}(\omega, r)$: amplitude complexe du débit élémentaire dans un seul tube de rayon r , qui représente le noyau de l'équation intégrale de Fredholm $[m^3.s^{-1}]$

$Q_{TBF} = G_{TBF} \nabla P_0$: débit aux Très Basses Fréquences (TBF) $[m^3.s^{-1}]$

$Q_{TBF}(\omega=0, r, n)$: débit aux TBF pour des fluides en loi de puissance $[m^3.s^{-1}]$

$r = r_p$ ou R_p : rayon du pore $[m]$

r_k : rayon de Kelvin $[m]$

r_H : rayon hydraulique $[m]$

r_0 : rayon du pore critique $[m]$

s ou S_0 : surface spécifique $[m^{-1}]$

S : aire d'interface $[m^2]$

$t_c = 1/\omega = a^2/\nu_{app}$: temps caractéristique $[s]$

t : épaisseur de la couche des molécules adsorbées sur les parois de pores (chapitre 2) $[m]$

t : temps en régime instationnaire $[s]$

ΔT : écart de la température du point triple par rapport à la température du point triple initiale T_0 $[K]$

u : vitesse d'écoulement $[m.s^{-1}]$

$\tilde{u}_c = (\nabla P_0 a^{n+1}/k)^{1/n}$: vitesse caractéristique pour un tube de rayon a $[m.s^{-1}]$

V_p : volume de pores du milieu poreux $[m^3]$

V_s : volume de solide du milieu poreux $[m^3]$

V_t : volume total du milieu poreux $[m^3]$

V_{Hg} : volume des pores envahis par le mercure $[m^3]$

V_l : volume molaire du liquide $[m^3.mol^{-1}]$

$\langle \cdot \rangle$: moyenne d'un variable

Symboles grecs :

$\dot{\gamma}$: taux de cisaillement $[s^{-1}]$

$\delta = \sqrt{\nu/\omega}$: profondeur de pénétration $[m]$

θ : angle de contact entre le solide et le liquide $[^\circ]$

μ : viscosité dynamique dans le cas des fluides newtoniens $[Pa.s]$

μ : viscosité plastique du fluide à seuil de type Bingham $[Pa.s]$

μ ou k_c : viscosité plastique du fluide à seuil de type Casson $[Pa.s]$

$\mu_{app} = k(\tilde{u}_c/2r)^{n-1}$: viscosité apparente du fluide en loi de puissance $[Pa.s]$

ν : viscosité cinématique $[m^2.s^{-1}]$

$\nu_{app} = \mu_{app}/\rho$: viscosité cinématique dans le cas des fluides en loi de puissance $[m^2.s^{-1}]$

ρ : masse volumique du fluide $[kg.m^{-3}]$

σ_g : tension de surface du liquide/gaz $[N.m^{-1}]$

σ_s : tension de surface du liquide/solide $[N.m^{-1}]$

$\sigma, \sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$: écarts types des distributions gaussiennes mono, bi et trimodale $[m]$

τ_0 : contrainte seuil $[Pa]$

$\underline{\underline{\tau}}$: tenseur des contraintes viscoplastiques $[Pa]$

φ : phase de l'admittance complexe $[^\circ]$

ω : pulsation de l'oscillation $[s^{-1}]$

Notations adimensionnelles

$\|\tilde{G}_{Nor.}\| = \|\tilde{G}(\omega, a) / G_{TBF}\|$: module de l'admittance complexe normalisée d'un seul tube circulaire de rayon a

$\tilde{G}_{eq, Nor.}$: admittance complexe totale normalisée

$\tilde{g}^+(\omega^+, r^+) = \tilde{g}(\omega, r) / G_c$: admittance complexe élémentaire (noyau de l'équation intégrale de Fredholm)

$\tilde{g}^+(\omega^+, r^+, n) = \tilde{g}(\omega, r, n) / G_{c, n}$: « inconsistance complexe » adimensionnelle élémentaire (noyau de l'équation intégrale de Fredholm)

$\tilde{G}_{eq}^+(\omega^+) = \tilde{G}_{eq}(\omega) / G_c$: admittance complexe totale équivalente adimensionnelle

$\tilde{G}_{eq}^+(\omega^+, n) = \tilde{G}_{eq}(\omega, n) / G_{c, n}$: « inconsistance complexe » totale équivalente adimensionnelle

$\tilde{g}(\alpha, n)$: « inconsistance complexe » normalisée calculée pour un seul tube par « Fluent »

$He = \rho \tau_0 L^2 / \mu^2$: nombre de Hedström pour les fluides de Bingham et Casson

$He^{H-B} = He^{R-S} = \rho \tau_0^{(2-n)/n} L^2 / k^{2/n}$: nombre de Hedström pour les fluides de Herschel-Bulkley et de Robertson-Stiff

$\nabla P^+ = L \nabla P / 2\tau_0$: gradient de pression adimensionnel

$p^+(r^+)$: distribution de tailles de pores adimensionnelle

$q^+(r^+, \nabla P^+)$: débit élémentaire adimensionnel dans un seul tube capillaire

$q^+(r^+, \nabla P^+, n)$: débit élémentaire adimensionnel dans un seul capillaire pour les fluides de Herschel-Bulkley

$Q^+ = Q/q_c$: débit total adimensionnel à travers le milieu poreux

$q^+ = q/q_c$: débit élémentaire adimensionnel dans un seul capillaire

$r^+ = r/L$: rayon du pore adimensionnel (normalisation du chapitre 3)

$r_0^+ = 2/\nabla P^+$: rayon du pore critique adimensionnel

$r^+ = r/\sqrt{m_2}$: rayon du pore adimensionnel (normalisation de chapitre 4)

$\text{Re}_{\text{IBF}} = \nabla P_0 a^3 / 4\mu\nu$: nombre de Reynolds aux Très Basses Fréquences

$\text{Re}_n = \rho \bar{u}^{2-n} (2a)^n / k$: nombre de Reynolds généralisé

$t^+ = t/t_c$: temps adimensionnel

k_0 : facteur de forme

n : indice de fluidité

$T = L_c/L$: tortuosité

Symboles grecs :

$\alpha = r/\delta = r/\sqrt{(\nu/\omega)}$: nombre de Womersley

$\alpha_n = (\rho\omega)^{1/2} (a^{n+1}/k\nabla P_0^{n-1})^{1/2n}$: nombre de Womersley généralisé

ϕ : porosité du milieu poreux

$\omega^+ = \omega/(\nu/m_2)$: pulsation adimensionnelle

$\omega^+ = \omega/(\nu_{\text{app}}/m_2)$: pulsation adimensionnelle pour les fluides en loi de puissance

Introduction générale

Dans cette étude, on s'intéresse à la recherche et à la conception de nouvelles méthodes non polluantes et simples à utiliser, pour identifier la distribution de tailles de pores d'un milieu poreux. En effet, les méthodes utilisées à ce jour sont basées sur l'utilisation du mercure, l'adsorption isotherme, l'analyse calorimétrique, la résolution RMN, la diffusion de neutrons ou rayons X et la stéréologie. Ces techniques sont soit polluantes soit très compliquées à mettre en œuvre. Géométriquement, les matériaux poreux réels sont extrêmement complexes à décrire comme cela est mentionné dans tous les ouvrages traitant de ce sujet. Les distributions de tailles de pores rencontrées dans les milieux poreux peuvent être monomodales ou multimodales de type gaussien ou autre. Par conséquent, et dans une première approximation, nous les modéliserons sous la forme d'un faisceau de capillaires parallèles de rayons r répartis selon une distribution $p(r)$. Ce modèle, introduit initialement par Purcell continue d'être utilisé dans de nombreuses études. Il est à la base du modèle de Carman-Kozeny. Cette construction de pores qui ne tient pas compte de la tortuosité, de la connectivité des pores, des bras morts, de la forme et du changement de section le long d'un pore parcouru par le fluide n'est qu'apparemment critiquable car des corrections tenant compte de ces paramètres peuvent être introduites par la suite pour complexifier la modélisation. Dans notre étude on va donc supposer que les pores ont des sections circulaires et on ne tient pas compte de la tortuosité qui n'affecte le résultat final que par une augmentation de la longueur des pores. Dans ces conditions, nous proposons deux nouvelles méthodes susceptibles d'être utilisées pour la détermination de tailles de pores. La première technique est basée sur l'injection d'un fluide à seuil de type Bingham sous pression au sein du milieu poreux (méthode invasive). L'esprit de la méthode suggérée est celle qui consiste à utiliser l'effet de seuil présent à l'échelle d'un pore pour scanner la distribution de tailles de pores. Le concept général sur lequel est basée cette étude est qu'un pore ne peut être envahi par certains fluides que lorsque le gradient de pression qu'on lui impose dépasse une valeur critique, qui dépend de la valeur du seuil introduit par la loi de comportement du fluide. Ainsi, on assiste à une invasion des pores de diamètre de plus en plus petit avec l'augmentation du gradient de pression. De cette manière tous les pores peuvent être « scannés » et par conséquent leur distribution déterminée. Ce travail consiste donc à résoudre le problème inverse qui se réduit à la détermination de la distribution de la taille de pores d'un milieu poreux, par la simple mesure de l'évolution du débit volumique d'un fluide à seuil qui le traverse, en fonction du gradient de pression qui lui est imposé.

La deuxième technique ayant le même objectif, propose sur le plan de la conception, l'analyse fréquentielle de la réponse en débit à une perturbation sinusoïdale en pression. Cette technique consiste en l'utilisation de la fonction de transfert hydrodynamique d'un milieu poreux, ou plus précisément en la détermination de son admittance. En effet, comme l'épaisseur de pénétration hydrodynamique dépend de la fréquence d'oscillation du gradient de pression imposée à un capillaire, le comportement de sa fonction de transfert dépend de son diamètre. L'utilisation du même modèle de faisceau de capillaires dont la taille est distribuée suivant une loi de probabilité $p(r)$, permet de calculer son admittance globale par le biais d'une sommation des débits élémentaires pondérés par leur densité de probabilité. L'équation qui en découle constitue une équation intégrale de Fredholm dont la solution permet de déterminer la distribution $p(r)$. Cette technique a été appliquée à plusieurs types de distributions, dans le cas des fluides newtoniens. Cette technique a été appliquée aussi au cas des fluides en loi de puissance, dans les conditions où ce système se comporte de manière linéaire. Pour rendre la résolution de ce dernier problème possible nous introduirons la notion « d'inconsistance complexe ».

Ce travail sera présenté comme suit : au chapitre 2, les différentes techniques expérimentales citées précédemment pour la caractérisation des milieux poreux seront rappelées avec leurs limites de mesure. Le troisième chapitre traite de la méthode basée sur l'utilisation de fluides non-newtoniens à seuil. Le quatrième chapitre décrit la seconde méthode qui s'appuie sur l'analyse dynamique d'un milieu poreux. Nous concluons cette thèse par des extensions et des perspectives possibles pour poursuivre ce travail.

Chapitre 1

Introduction

1.1 Les milieux poreux

Un milieu poreux est composé de petits espaces de vide ou de cavités appelés *pores*, séparés par une matrice solide. Ces pores peuvent être connectés ou non. Ce milieu est caractérisé par deux critères essentiels : le premier définit une propriété géométrique appelée la porosité. Celle-ci s'exprime comme le rapport du volume de tous les pores sur le volume total du matériau. Il existe deux sortes de porosité : la porosité isolée et non-percolante qui ne participe pas aux écoulements. Elle peut être caractérisée par des méthodes d'imagerie et de diffusion aux petits angles [1, 2, 3]. Le second type de porosité est la porosité connectée et percolante correspond à des pores qui participent aux écoulements (il peut néanmoins exister des bras morts qui n'y participent pas). Dans ce travail de thèse on s'intéresse exclusivement à ce type de porosité percolante. Le second critère est la perméabilité qui représente aussi un aspect géométrique décrivant la conductivité du milieu poreux à l'égard de l'écoulement du fluide en régime non inertiel. Celle-ci est liée à la connectivité des espaces vides et à la taille des pores percolants et a été introduite initialement par Darcy [4].

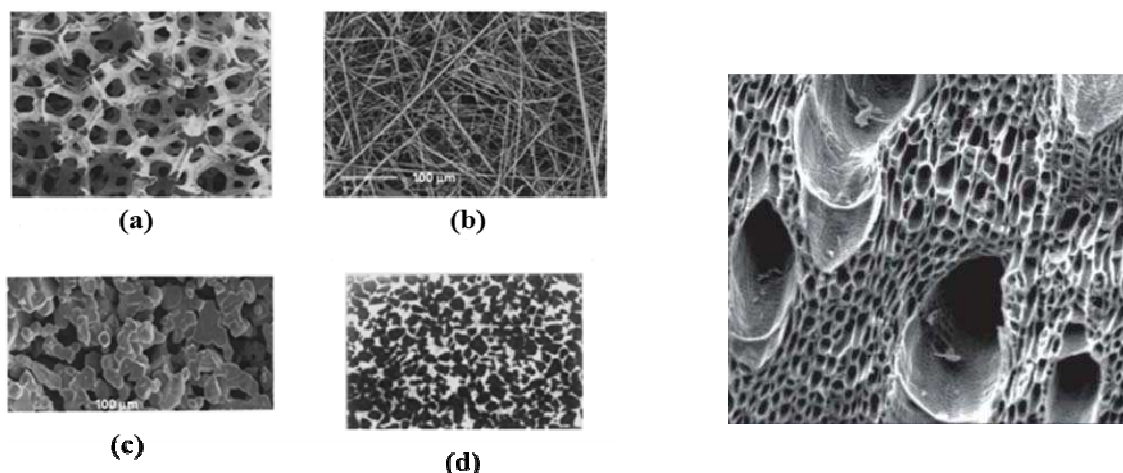
Les applications technologiques des milieux poreux sont très nombreuses et le seront encore plus dans l'avenir avec l'augmentation des coûts de l'énergie et la prise de conscience des problèmes environnementaux. Ils jouent un rôle primordial dans les processus biologiques (végétaux, bois, peau humaine, cartilage, os, ...), naturels (sols, roches poreuses...) et dans de multiples applications industrielles (bétons, poudres, mousse métallique, céramique poreuse, ciment, tissu, ...) (fig. 1.1) [5, 6, 7, 8, 9, 10]. Le génie des procédés est un des domaines qui fait appel aux milieux poreux (catalyse, séchage, filtration, sédimentation, fluidification...). Ces diverses opérations se retrouvent dans des secteurs tels que l'agro-alimentaire, l'industrie pharmaceutique, le traitement des eaux, la filière du bois... Ces milieux poreux permettent de stocker de grandes quantités de gaz (séquestration de CO₂, stockage de H₂) grâce à leur grande surface par unité de volume. L'immobilisation et le comportement de polluants dans les milieux poreux (stockage de déchets, bassin d'infiltration, barrière de confinement, sites industrialisés, MOF -Metal-Organic Frameworks-...) sont autant d'exemples [11] où la connaissance approfondie et la bonne caractérisation des milieux poreux sont essentielles. Une autre application récente concerne le stockage de chaleur en milieu poreux granulaire provenant de collecteurs solaires [12]. Ce stockage actif de chaleur est utilisé dans l'habitat par le biais des matériaux poreux à changement de phase [13]. Les matériaux isolants à base de fibres de bois dans le bâtiment en sont une autre illustration [14]. Dans le domaine de l'acoustique, on utilise des matériaux poreux artificiels comme les plaques de mousse pour les cloisons anti-bruit [15]. Le transport dans les milieux poreux intervient aussi dans l'industrie pétrolière où la diminution des réserves conventionnelles oblige à un fort investissement vers les techniques de récupération tertiaire, notamment pour les sables ou les schistes bitumineux. La présence de pores dans les céramiques poreuses leur confère une importante résistance thermique [16]. Certaines céramiques poreuses sont aussi employées pour les piles combustibles à oxyde solide.

La forte hétérogénéité des milieux poreux et la grande dépendance de leurs propriétés de transport avec la taille des pores qui les constituent ont motivé un intérêt notable pour une bonne caractérisation de ce type de matériaux. Il existe de nombreuses méthodes et notamment celles basées sur l'existence d'un seuil en dessous duquel les pores ne peuvent être envahis. Celles-ci ont été développées pour déterminer la distribution de tailles de pores (DTP). Parmi les plus employées, on peut citer :

(i) la porosimétrie par injection de mercure qui exploite le caractère non mouillant du mercure, associé à sa forte tension superficielle. Pour une pression d'injection donnée, seule la fraction des pores dont

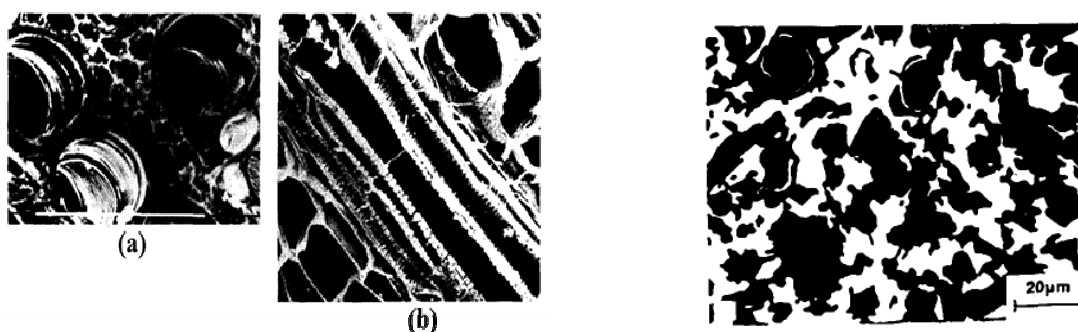
le diamètre est supérieur à une taille critique donnée par la loi de Laplace sera envahie par le mercure. Quoique très courante, cette technique est sujette à quelques critiques notamment vis-à-vis de la nocivité des vapeurs du mercure.

(ii) la méthode de sorption ou adsorption isotherme fondée sur l'utilisation de la condensation capillaire pour en extraire la distribution de tailles de pores.



Divers types de milieux poreux ; (a) : mousse métallique, (b) : matériau fibreux, (c) matériau céramique, (d) : sable de Fontainebleau [17]

Micrographie d'un morceau de charbon de bois
(Source : Best Energies)
<http://electronvert.blogspot.com>



Exemple d'un milieu biologique : (a) coupe transversale et (b) longitudinale des capillaires à l'intérieur d'un tournesol (courtesy of P. Cruiziat, INRA) [7]

Microstructure du ciment (Jennings and Parrott, J. Mat. Science) [7]

Figure 1.1 Exemples de milieux poreux.

Dans la littérature, il existe d'autres techniques qui permettent de caractériser la distribution de tailles de pores [18]. Par contre elles sont plus difficiles à mettre en œuvre et onéreuses (thermoporométrie, diffusion aux petits angles, RMN,...) et parfois destructives, notamment la technique de la stéréologie, ou l'étude directe de la géométrie des sections planes d'un milieu poreux.

Dans les milieux poreux, la forte dépendance des transports diffusifs et convectifs avec la distribution de tailles des pores qui les constituent a motivé cette étude [11, 19, 20, 21, 22, 23]. En effet, la convection prend place dans les milieux perméables dans lesquels les pores sont suffisamment larges

et connectés. Quand ils sont inférieurs au micron (ou dans les bras-morts), c'est le transport par diffusion qui prend le relais. Dans tous les cas, la caractérisation des propriétés géométriques des milieux poreux, telles que la porosité, la surface spécifique, la distribution de tailles de pores est essentielle pour toute modélisation et compréhension des phénomènes de transport dans ces milieux poreux.

L'enjeu principal de ce travail est de proposer deux nouvelles méthodes qui permettent de déterminer la distribution de tailles de pores d'un milieu poreux et qui présentent plus d'avantages : moindres coûts et plus grande facilité de mise en œuvre. La première de ces méthodes utilise des fluides à seuil s'écoulant à travers l'échantillon poreux et la seconde emploie une analyse fréquentielle qui exploite la fonction de transfert hydrodynamique du milieu poreux considéré.

Dans une première approche, le modèle capillaire de Carman-Kozeny a été utilisé. Il permet de modéliser le milieu poreux comme un faisceau de tubes capillaires parallèles. Cependant, malgré l'utilisation d'une telle simplification, la description de la géométrie par ce modèle reste valable car ces deux méthodes sont sensibles principalement au plus petit diamètre de chaque pore parcouru par le fluide.

Comme nous le verrons par la suite, la première technique est stationnaire et la distribution de tailles de pores peut être obtenue à partir de la simple mesure de l'évolution du débit total en fonction du gradient de pression imposé. Par contre la seconde technique est instationnaire et permet d'accéder à la distribution de taille de pores à partir de l'impédance complexe du système soumis à une perturbation harmonique de pression.

Ces approches proposées ont été testées avec succès analytiquement et numériquement pour différentes distributions de tailles de pores classiques de type gaussien, unimodal ou multimodal.

1.2 Paramètres géométriques caractérisant un poreux

Comme les propriétés de transport macroscopiques des matériaux poreux sont gouvernées par le nombre, la distribution de la taille et la forme des pores ainsi que par leurs connectivités, « l'International Union of Pure and Applied Chemistry » (IUPAC) a procédé à une classification des pores en fonction de leur taille : celle-ci est donnée sur le schéma ci-dessous [24] :

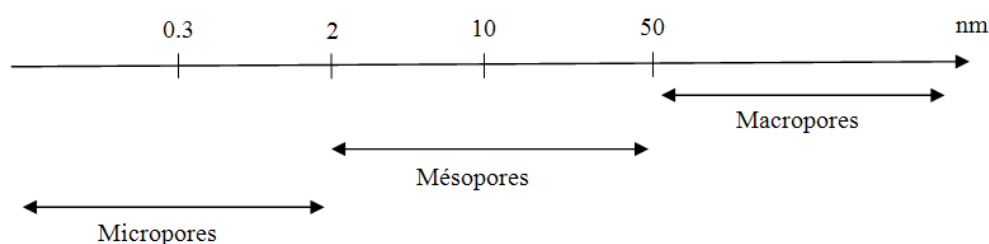


Figure 1.2. Classement des pores selon IUPAC.

Cette classification définit les macropores comme les conduits dont le diamètre est supérieur à 50 nm. A cette échelle, le transport diffusif prédomine largement sur le transport convectif car le nombre de Péclet est très petit. Les méthodes développées dans ce travail nécessitant un transport convectif, les échelles de pores de l'ordre du nanomètre ne seront pas accessibles dans le cadre de cette étude. Pour la méthode basée sur les fluides à seuil, on peut donner une estimation des tailles de pores qu'elle est capable de scanner. En effet, le rayon r_0 d'un pore envahi par un fluide de type Bingham de contrainte seuil τ_0 soumis à un gradient de pression ∇P est donné par la relation :

$$\tau_0 = \frac{r_0 \nabla P}{2} \quad (1.1)$$

La plupart des fluides à seuil ont une contrainte d'écoulement de l'ordre de $\tau_0 = 100 \text{ Pa}$. Pour une différence de pression de 10 bars et un échantillon d'un centimètre d'épaisseur, le gradient de pression vaut $\nabla P = 10^8 \text{ Pa/m}$. Avec ces valeurs classiques, on calcule que le rayon du plus petit pore qu'il est possible d'envahir vaut 2 micromètres. Pour la seconde méthode, il est également possible d'estimer que la taille minimale qu'on peut espérer mesurer dans des temps et des conditions expérimentales acceptables est de l'ordre du micromètre. On retiendra donc le micromètre comme la taille minimale des pores qu'il est possible de caractériser avec nos méthodes. Malgré cette limite, il existe néanmoins de nombreux matériaux dont la structure porale se présente à des échelles de l'ordre du micromètre et au-delà.

D'une manière générale, les matériaux poreux sont définis principalement par des invariants macroscopiques et microscopiques tels que la porosité, la perméabilité, la tortuosité, la surface spécifique et la distribution de tailles de pores.

i)-Porosité :

La porosité est définie comme le rapport du volume des pores V_p sur le volume total V_t de l'échantillon. Autrement dit, c'est la fraction volumique du matériau occupé par les pores (percolants ou pas). Elle s'écrit :

$$\Phi = \frac{V_p}{V_t} = \frac{V_p}{V_s + V_p} \quad (1.2)$$

où V_s est le volume du solide. Φ varie entre 0 (solide plein) et 1 (volume quasiment vide comme les aérogels).

Exemples : pour le sable et le gravier $25 \leq \Phi \leq 40\%$; pour les argiles $40 \leq \Phi \leq 50\%$; pour la craie $10 \leq \Phi \leq 40\%$.

ii)-Perméabilité :

La loi décrivant l'écoulement moyen, à faible nombre de Reynolds, d'un fluide visqueux de viscosité dynamique μ , de vitesse débitante de filtration $\bar{u}$, à travers une épaisseur L d'un milieu poreux saturé soumis à un gradient de pression $\bar{\nabla}P$ est donnée par la loi de Darcy [25] :

$$\bar{u} = -\frac{k}{\mu} (\bar{\nabla}P - \rho \bar{g}) \quad (1.3)$$

où ρ et $\bar{g}$ sont respectivement la masse volumique du fluide et l'accélération de la pesanteur. Dans cette expression, k est un paramètre qui a les dimensions du carré de la taille moyenne des pores : c'est la perméabilité du milieu. Elle indique l'aptitude de ce milieu à être traversé par un écoulement. k est indépendant de la nature du fluide. Elle ne dépend que de la structure du réseau de pores du matériau.

Exemples : pour le grès $5.10^{-12} \leq k \leq 3.10^{-8} \text{ cm}^2$; pour les sols $3.10^{-9} \leq k \leq 10^{-7} \text{ cm}^2$.

iii)-Tortuosité :

Cette notion permet de rendre compte de la complexité du chemin parcouru par le fluide dans le milieu poreux. Pour un échantillon de longueur L , la longueur L_c d'un canal tortueux qui le traverse de part et d'autre est généralement plus grande que L (fig. 1.3). On définit alors la tortuosité comme le rapport de ces deux longueurs (ou du carré de ces longueurs) :

$$T = \frac{L_c}{L} \quad \text{ou} \quad T = \left(\frac{L_c}{L} \right)^2 \quad (1.4)$$

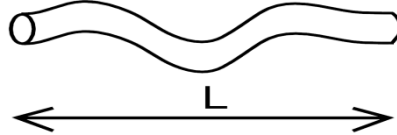


Figure 1.3. Définition de la tortuosité.

Dans le cas où les canaux sont rectilignes, nous avons $T = 1$. Pour des canaux quelconques, $T > 1$. Pour des matériaux faiblement poreux, la valeur de la tortuosité peut être très supérieure à l'unité : pour les mousses métalliques ou céramiques, des valeurs légèrement supérieures à 1, ont été mesurées [26].

iv)-Surface spécifique :

La surface spécifique s est définie comme l'aire d'interface S par unité de volume du matériau V_s :

$$s = \frac{S}{V_s} \quad (1.5)$$

L'interface est en général le lieu où s'expriment les propriétés physico-chimiques du matériau (mouillage, propriétés catalytiques,...). La surface spécifique est une mesure de la quantité de sites qui sont accessibles à des molécules traversant les pores.

v)-Courbure moyenne et courbure gaussienne

Dans l'espace, la courbure d'une surface suffisamment régulière se définit par la donnée de ses rayons de courbures principaux R_1 et R_2 . La courbure moyenne de l'interface sur l'ensemble de l'échantillon s'écrit sous la forme suivante :

$$\langle H \rangle = \frac{1}{2} \left\langle \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right\rangle \quad (1.6)$$

où $\langle \rangle$ désigne la moyenne de l'ensemble des points constituant l'échantillon.

La courbure gaussienne d'une surface est l'inverse du produit de ses deux rayons de courbure principaux. C'est une grandeur topologique qui caractérise la quantité de connexion entre les pores dans le matériau. Elle s'écrit comme suit :

$$\langle K \rangle = \left\langle \frac{1}{R_1} \cdot \frac{1}{R_2} \right\rangle \quad (1.7)$$

On dit qu'un milieu poreux est ouvert quand $\langle K \rangle > 0$ (les pores sont totalement isolés), c'est le cas par exemple d'un empilement de billes. Si $\langle K \rangle < 0$ les pores du milieu sont connectés (sols, éponges, bétons, poudres...) [27].

1.3 Caractérisation des milieux poreux

Différentes techniques expérimentales permettent de caractériser la structure poreuse. On peut distinguer deux catégories de mesure : la première est intrusive (ou invasive), et n'est sensible qu'aux pores connectés et percolants du matériau ; elle consiste à faire pénétrer un fluide (liquide ou gaz) sous pression. Une simple mesure de la quantité de fluide introduite dans le milieu poreux permet de déduire le volume poreux connecté et d'en déduire la porosité effective. Les plus connues sont la porosimétrie au mercure et l'adsorption isotherme. L'usage du mercure est délicat à cause de la toxicité de ses vapeurs et le phénomène de condensation capillaire qui intervient dans l'adsorption isotherme demande généralement beaucoup de temps. Ces techniques seront détaillées dans le deuxième chapitre. La deuxième catégorie de caractérisation correspond aux méthodes non intrusives (non invasives), basées sur la diffusion aux petits angles utilisant soit un rayonnement de neutrons, soit des rayons X. Elles permettent une analyse des propriétés microstructurales des milieux poreux. On trouve enfin des méthodes stéréologiques qui sont destructives tels que la distribution des cordes ou encore des méthodes d'imagerie qui s'intéressent surtout à la morphologie du milieu poreux et qui utilisent les techniques de microscopie (microscopie optique classique, à force atomique (AFM), électronique à balayage (MEB) et électronique à transmission (MET)).

Dans sa thèse, Stéphane RODTS [28] a résumé ces techniques expérimentales visant à la caractérisation géométrique des milieux poreux ainsi que leurs échelles d'application :

Technique	Echelles sondées	Information physique mesurée
Pycnométrie à l'hélium Porosimétrie par pesée	0,1 nm → mm	densité de la matrice solide porosité
Porosimétrie au mercure	10 nm → 300 μm	diamètre d'entrée de pores
Sorption gazeuse	1 nm → 100 nm	surface spécifique tailles de pores
Cryoporométrie	0,1 nm → 100 nm	tailles de pores
Diffusion de rayonnement	0,1 nm → 100 nm en RX	corrélations volume-volume à deux points
RMN	0,1 nm → 1 μm	tailles de pores
	10 μm → 100 μm	forme et connectivité des pores, tortuosité
Analyse image 2D	0,1 nm → mm selon le μ-scope	Stéréologie
Imagerie 3D (IRM, tomoX)	> 1–10 μm	géométrie 3D

Tableau 1.1. Principales techniques de caractérisation géométrique des milieux poreux et leurs échelles d'application [28].

1.4 Objectifs de la thèse

Dans ce travail, on s'intéresse principalement à la caractérisation de la distribution de tailles de pores constituant un matériau poreux. Les distributions rencontrées dans les milieux poreux peuvent être multimodales (bimodales par exemple) [29, 30], de type gaussien, maxwellien [31], log-normal [32] ou Rayleigh [30]. Géométriquement, les matériaux poreux réels sont extrêmement complexes à décrire comme cela est mentionné dans le livre de Scheidegger [8]. Dans une première approximation, nous les modéliserons sous la forme la plus simple d'un faisceau de capillaires parallèles de rayons r répartis selon une distribution $p(r)$. Ce modèle, introduit initialement par Purcell [33] continue d'être utilisé dans de nombreuses études, [34, 35, 36]. Ce modèle est également à la base du modèle de Carman-Kozeny [37, 38]. Cette construction de pores est naturellement critiquable par le fait que le rayon de courbure de l'interface solide/liquide est assimilé au rayon du pore parcouru par le fluide. Cette définition n'est pas exacte du point de vue de la forme des pores (pore de forme quelconque) constituant le milieu poreux. Ce modèle ne tient pas non plus compte d'autres effets comme la connectivité des pores, leurs changements de section qui se traduisent par l'effet bouteille d'encre (important pour les écoulements à seuil), des bras morts [8]. Dans notre étude on va supposer que les pores ont des sections uniformes circulaires et on négligera la tortuosité [8].

Dans ces conditions ; nous proposons dans ce travail deux nouvelles méthodes susceptibles d'être utilisées pour la détermination de tailles de pores. Ces techniques sont basées également sur l'injection d'un fluide sous pression (méthode invasive) au sein d'un milieu poreux en étudiant principalement l'écoulement de ce fluide. La première est basée sur l'utilisation des fluides non-newtoniens à seuil de type Bingham. L'esprit de la méthode que nous suggérons ici est d'utiliser l'effet de seuil présent à l'échelle d'un pore pour scanner la distribution de taille de pores. La deuxième approche que nous nous proposons d'étudier sur le plan analytique et numérique est celle qui utilise l'analyse fréquentielle de la réponse en débit à une perturbation sinusoïdale en pression. La fréquence de coupure de la fonction de transfert d'un capillaire dépend de sa taille (couche limite visqueuse) d'où la répercussion de la distribution de taille de pore sur la coloration du spectre d'une telle fonction de transfert.

Le plan de ce travail sera présenté comme suit : au chapitre 2, les différentes techniques expérimentales citées précédemment pour la caractérisation des milieux poreux seront rappelées avec leurs limites de mesure. Le troisième chapitre traite de la méthode basée sur l'utilisation de fluides non-newtoniens à seuil. Le quatrième chapitre décrit la seconde méthode qui s'appuie sur l'analyse dynamique du système. Nous concluons cette thèse par des extensions et des perspectives possibles pour poursuivre ce travail.

Chapitre 2

Bibliographie sur les méthodes expérimentales pour la détermination de la distribution de taille de pores

2.1 Introduction

Parmi les techniques expérimentales les plus utilisées pour déterminer la distribution de tailles de pores (PSD¹) des matériaux poreux, on distingue les méthodes traditionnelles comme, *la porosimétrie au mercure* et la technique de *l'isotherme d'adsorption*, ainsi que les méthodes alternatives comme *la thermoporométrie* par l'analyse calorimétrique (DSC²) ou par la résolution RMN³, la diffusion aux petits angles (neutrons ou rayons X) et la stéréologie. Par la suite, nous allons exposer, les principes de base de chaque technique, ainsi que leur domaine d'application.

2.2 Porosimétrie au mercure

2.2.1 Principe

Parmi les techniques classiques, on distingue « la porosimétrie au mercure » ou « l'intrusion du mercure ». Pour cette méthode invasive, le fluide introduit sous pression dans le milieu poreux est le mercure qui a la particularité d'être très peu mouillant ($\sigma_{lg} = 0,436 \text{ N/m}$ à 20°C). Les pores du matériau sont généralement supposés être cylindriques. Le matériau est préalablement séché puis introduit dans une enceinte à la pression atmosphérique. On injecte ensuite le mercure sous une pression croissante pour envahir les pores. D'après la loi de Laplace (équ. 2.1) les plus grands pores seront les premiers à être imprégnés par le mercure, puis lorsqu'on augmente la pression, des pores de plus en plus petits sont progressivement envahis (voir figure 2.1) :

$$r = \frac{2\sigma_{lg} \cos \theta}{P} \quad (2.1)$$

où r est le rayon du pore ; σ_{lg} est la tension de surface entre le mercure et l'air ; $\theta = 140^\circ$ est l'angle de contact entre le solide et le liquide ; P est la pression exercée sur le liquide.

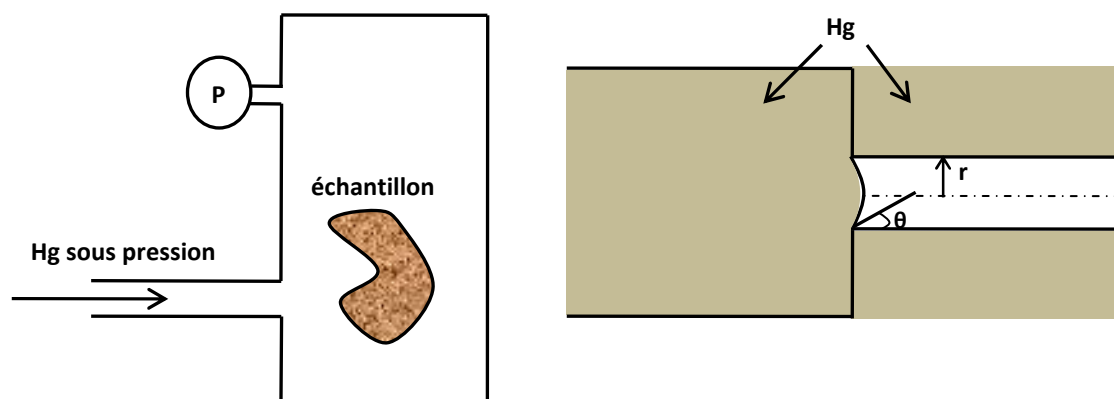


Figure 2.1.Principe de la porosimétrie au mercure [28].

¹Pore Size Distribution

²Differential Scanning Calorimetry

³Resonance Magnetic Nuclear

La mesure du volume de mercure pénétré dans les pores en fonction de la pression donne une courbe d'intrusion-extrusion qui présente un phénomène hystérétique dû à la forme des pores, à leur interconnectivité et à la variation de l'angle de contact d'avancée à l'intrusion et de reculée à l'extrusion.

Un exemple d'une distribution de tailles de pores donné sur la figure 2.2 [5] est interprétée comme la dérivée du volume de mercure par rapport à la pression via la loi de Laplace. Autrement dit, c'est la dérivée du volume dont les pores ont un rayon inférieurs à r par rapport au rayon de pores [39]. Elle s'écrit sous la forme suivante :

$$p_v(r) = \frac{dV(r)}{dr} = \frac{P}{r} \left(\frac{dV_{Hg}}{dP} \right) \quad (2.2)$$

Le volume des pores envahis par le mercure V_{Hg} est égal à la différence du volume total des pores V_0 et du volume $V(r)$ dont les pores sont inférieurs au rayon r , $p_v(r)$ est la densité de volume des pores.

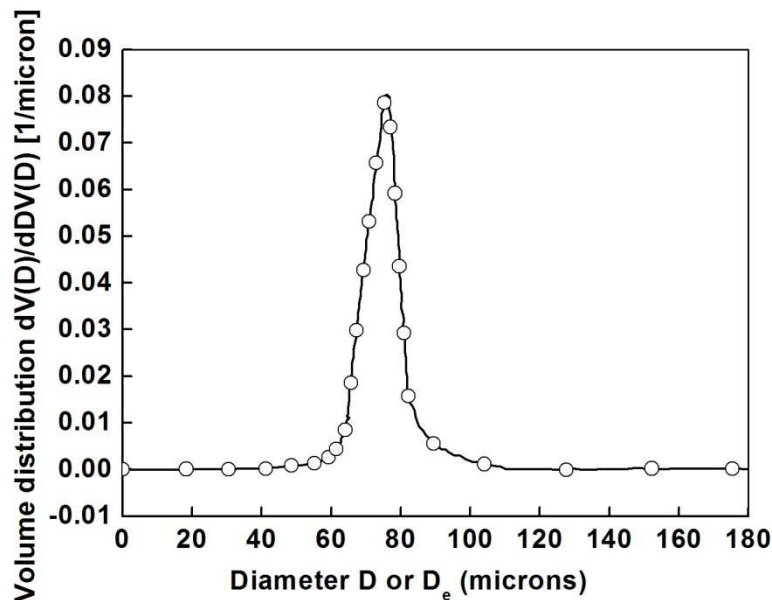


Figure 2.2. Distribution de tailles de pores tirée du livre de F. A. L Dullien [5] où D est le diamètre de pore.

2.2.2 Validité et limite

La porosimétrie au mercure reste l'une des seules à pouvoir analyser des diamètres d'entrée de pores allant de quelques nanomètres jusqu'à quelques centaines de micromètres. Elle permet de déterminer de manière quantitative, la structure poreuse des matériaux. L'hypothèse concernant la forme des pores est plus ou moins contestée [8]. Bien que son utilisation soit très répandue, cette technique comporte de nombreuses limites : i) elle peut constituer par exemple un risque important sur la microstructure de l'échantillon poreux (microfissuration, déshydratation,...) à cause de l'opération préalable de séchage du matériau (plus de 24h à l'étuve ou pompage sous vide) ; ii) pour être capable de scanner tous les pores et notamment les plus petits, on est obligé d'augmenter la pression d'intrusion ce qui peut introduire des déformations et une modification irréversible de la structure poreuse allant même jusqu'à la destruction de l'échantillon ; iii) enfin, l'utilisation du mercure est déconseillée à cause de la toxicité de ses vapeurs.

2.3 Adsorption isotherme

2.3.1 Phénomènes d'adsorption/désorption

L'adsorption est un phénomène consistant en la fixation de molécules de gaz à la surface d'un solide. Ce phénomène tire son origine des forces intermoléculaires de type dipolaire ou Van-der-Waals [40]. On distingue la chimisorption lorsque le phénomène fait intervenir des réactions chimiques et la physisorption dans le cas contraire. Pour l'application à la porosimétrie, le matériau poreux est en présence d'un gaz. Le phénomène inverse par lequel les molécules se détachent est la désorption. On appelle « adsorbat » le gaz qui s'adsorbe et « adsorbant » le solide où l'adsorption a eu lieu.

2.3.2 Isothermes d'adsorption

Cette technique consiste à mesurer la quantité de molécules de gaz adsorbées (le gaz le plus utilisé est l'azote) dans un milieu poreux à température constante (généralement il s'agit d'une température voisine de la température de liquéfaction du gaz, par exemple pour l'azote $T \approx 77 K$), par l'augmentation progressive de la pression dans une enceinte contenant l'échantillon parfaitement sec. Il est possible d'en déduire la surface spécifique d'un solide (surface par unité de masse ou de volume). Les modèles utilisés couramment sont : le modèle de Langmuir [41] dans le cas d'une adsorption monocouche et le modèle B.E.T. [42] dans le cas de multicouches. Cette méthode permet également de déterminer la distribution volumique de tailles de pores. La méthode B.J.H. [43] est basée sur la courbe de désorption. La relation entre la pression imposée et le rayon r_p d'un pore cylindrique est donnée par l'équation de Kelvin-Laplace :

$$\ln\left(\frac{P}{P_0}\right) = -\frac{2\sigma_{lg}V_l \cos\theta}{NkTr_k} \quad (2.3)$$

où P_0 est la pression de vapeur saturante à la température T , r_k le rayon de Kelvin égal à $r_p - t$, où t est l'épaisseur de la couche des molécules adsorbées par les parois du solide, σ_{lg} la tension superficielle de l'interface liquide-gaz, V_l le volume molaire de la phase liquide, N le nombre d'Avogadro, k la constante de Boltzmann. L'angle de mouillage θ entre l'adsorbat et l'adsorbant est souvent considéré égal à 0. Cette relation permet d'exprimer la courbe de désorption en fonction de la pression. La distribution volumique de tailles de pores est alors obtenue par la dérivée de cette courbe.

2.3.3 Exemple expérimental pour l'alumine

Nous illustrons cette technique par un exemple type de résultats tirés de [44]. Sur la figure 2.3, la quantité de gaz adsorbé sur les parois solides à pression relative croissante (pression d'équilibre divisée par la pression de vapeur saturante) constitue ce qu'on appelle la courbe d'adsorption du gaz. Aux fortes valeurs de la pression relative, cette courbe montre un palier de saturation dû à la condensation capillaire ce qui signifie que tous les pores sont remplis et saturés par l'adsorbat. Si on diminue la pression relative, on observe un phénomène d'hystérésis pour la courbe de désorption qui rejoint la branche d'adsorption pour une pression relative généralement comprise entre 0,4 et 0,5 pour le diazote. L'exploitation de cette courbe de désorption va permettre de calculer le volume cumulé de pores ainsi que la distribution volumique de tailles de pores par la méthode B.J.H. [31].

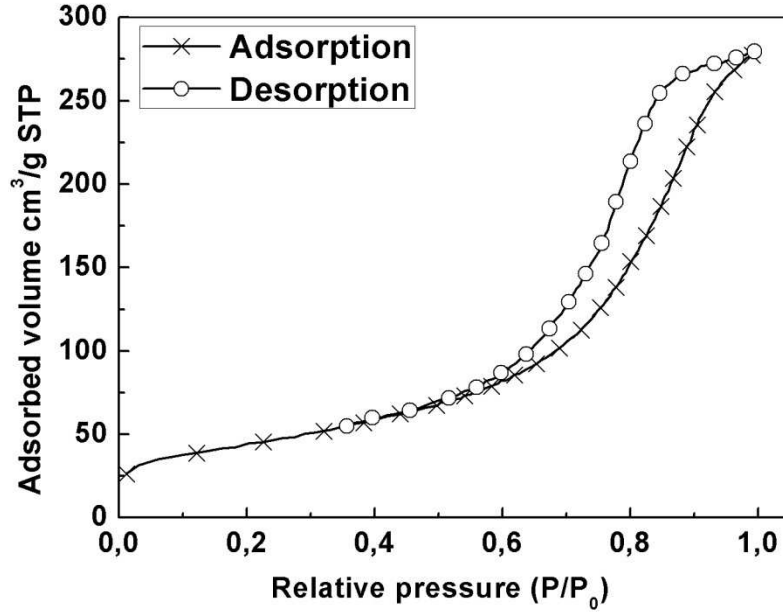


Figure 2.3. Adsorption/ désorption isotherme [44].

Dans la méthode B.J.H., la courbe de désorption est parcourue à pression décroissante par sauts discrets appelés « classes ». L'expression du volume poreux de la classe n s'écrit sous la forme suivante [43] :

$$\delta V_{p,n} = \left(\frac{\bar{r}_{p,n}}{\bar{r}_{p,n} - t_n} \right)^2 \left[\delta V_n - \delta t_n \sum_{i=1}^{n-1} \delta a_{p,i} \left(1 - \frac{t_n}{\bar{r}_{p,i}} \right) \right] \quad (2.4)$$

avec :

δV_n : volume de liquide désorbé dans la $n^{\text{ème}}$ étape de désorption, $[cm^3.g^{-1}]$

$r_{k,n} = r_{p,n} - t_n$: rayon de Kelvin calculé par l'équation de Kelvin pour la pression relative $(P/P_0)_n$, $[nm]$

t_n : épaisseur de la couche multimoléculaire calculée à partir de l'équation empirique de Harkins et Jura [45], $[nm]$

$\bar{r}_{p,n}$: rayon poreux moyen calculé entre les valeurs $r_{p,n} + r_{p,n-1}$, $[nm]$

$\delta a_{p,i}$: aire de la $i^{\text{ème}}$ classe égale à $2\delta V_{p,i} / \bar{r}_{p,i}$, $[cm^3.g^{-1}.nm^{-1}]$

$\delta V_{p,n}$: volume poreux des mésopores qui ont un rayon poreux moyen $\bar{r}_{p,n}$, $[cm^3.g^{-1}]$

$V_{p,n} = \sum_{i=1}^n \delta V_{p,i}$: volume poreux cumulatif, $[cm^3.g^{-1}]$

$p_v(r) = \delta V_{p,n} / \delta \bar{r}_{p,n}$: distribution volumique de tailles de pores $[cm^3.g^{-1}.nm^{-1}]$.

Un exemple de volume cumulé et de distribution volumique de tailles de pores sont représentés sous la figure 2.4 ci-dessous :

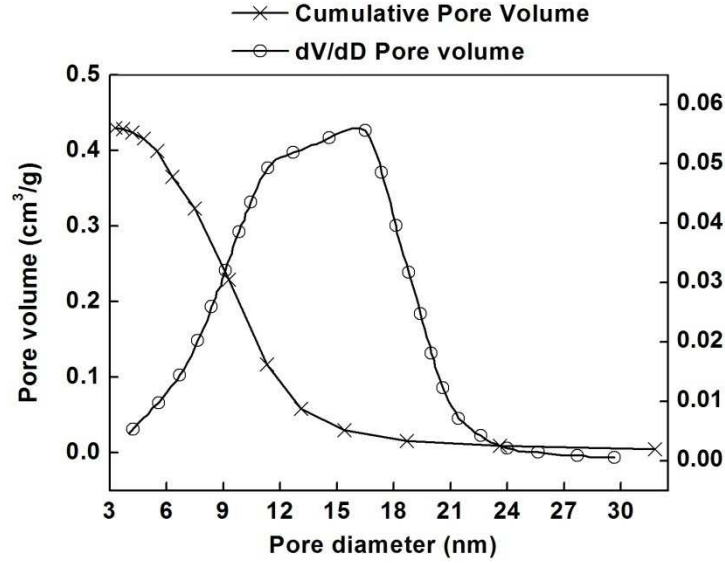


Figure 2.4. Volume cumulé et la distribution volumique de tailles de pores de l'alumine [44].

2.3.4 Validité et limite

Cette technique est généralement non destructive. On peut récupérer facilement l'échantillon mesuré et refaire une autre mesure après séchage sous vide qui permet d'extraire toutes les molécules adsorbées afin que l'ensemble de la porosité soit accessible. Le domaine d'étude des rayons de pores est réduit à ceux inférieurs à 100 nm et la méthode reste toujours précise pour les pores de rayon inférieurs à 10 nm. Le temps pour réaliser un équilibre de condensation capillaire est très lent, l'isotherme demandant à peu près 24h pour être décrite. De plus, un séchage trop important peut provoquer un endommagement de l'échantillon concernant sa microstructure (resserrement du réseau, microfissures...). Cette méthode est invasive et est donc sensible aux effets de connectivités des matériaux poreux (par exemple, effet bouteille d'encre [46]).

2.4 Thermoporométrie

2.4.1 Principe

Une autre technique de caractérisation des pores basée sur l'analyse calorimétrique de la transition de phase liquide-solide du fluide dans un milieu poreux est appelée thermoporométrie. Cette approche proposée par Kuhn [47] et plus tard développée par Brun, Eyrard et al. [48] permet également de déterminer la distribution des tailles de pores dans les milieux poreux. A la congélation, lorsqu'on refroidit un matériau poreux rempli d'un liquide (eau ou benzène généralement), ce liquide subit un écart ΔT de la température du point triple par rapport à la température du point triple initiale T_0 . Cette différence est inversement proportionnelle au rayon du pore R_p où la transition de phase se produit. La relation thermodynamique reliant les deux paramètres est exprimée par l'équation de Gibbs-Thomson (on la nomme également l'équation de Clapeyron-Laplace) [49] :

$$\frac{\Delta T}{T_0} = \frac{2\sigma_{ls}}{\Delta H_0} \frac{V_l}{R_p} \quad (2.5)$$

où σ_{ls} est la tension superficielle du liquide-solide, V_l le volume molaire du liquide, ΔH_0 enthalpie molaire de fusion, R_p le rayon du pore et $\Delta T = T - T_0$, où T_0 est la température du point triple. On peut généraliser cette équation par la formule suivante [49] :

$$R_p = -\frac{A}{\Delta T} + t \quad (2.6)$$

où A est une constante qui dépend du liquide utilisé et t l'épaisseur de la couche du liquide qui ne participe pas à la congélation mais qui reste adsorbée sur la surface du pore. La distribution de tailles de pores est mesurée à partir de l'équation de calibrage (2.6) et de la mesure calorimétrique (courbes de solidification et de fusion). Son expression est donnée sous la forme suivante [50] :

$$\frac{dV_p}{dR_p} = \frac{dQ(T)}{dt} \frac{dt}{d(\Delta T)} \frac{d(\Delta T)}{dR_p} \frac{1}{W_a(T)} \quad (2.7)$$

Où V_p est le volume de pore, dQ/dt est le flux de chaleur par gramme d'échantillon poreux sec donné dans le thermogramme de la figure 2.5, $dt/d(\Delta T)$ est l'inverse du taux de refroidissement, $d(\Delta T)/d(R_p)$ est obtenu par l'équation de Gibbs-Thomson (2.5) et $W_a(T)$ l'énergie apparente définie par Brun [48].

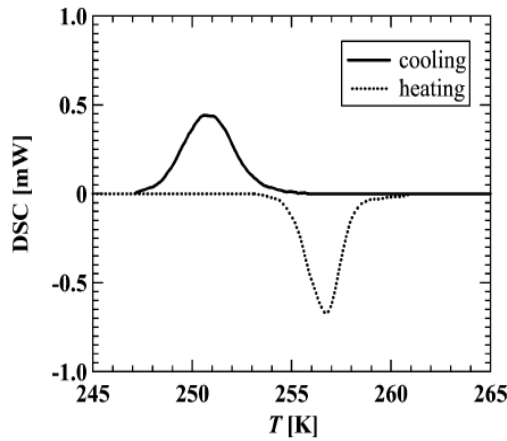


Figure 2.5. Thermogramme pendant la congélation et la fusion de l'eau dans les mésopores de SBA-15⁴ [51].

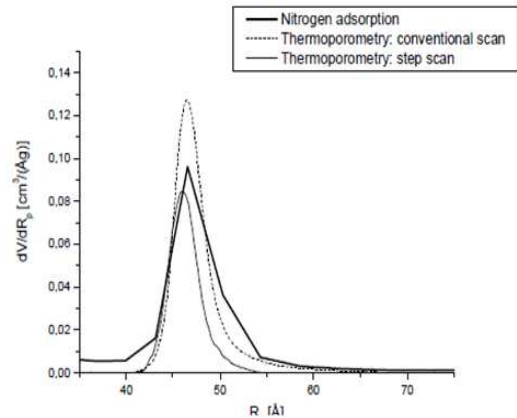


Figure 2.6. Distribution de tailles de pores de SBA-15 [52].

2.4.2 Validité et limite

La technique de la thermoporométrie a été appliquée avec succès à un grand nombre de matériaux poreux, comme les gels de silice, d'oxydes de titane, hydrogels, élastomères et de nombreux liquides tests par exemple l'eau, le benzène, le cyclohexane, le nitrobenzène et le tétrachlorure de carbone. En raison des différentes propriétés physico-chimiques des liquides, différentes tailles de pores peuvent être sondées, selon le solvant utilisé. La gamme de rayon des pores accessibles s'étend entre 2 à 150 nm. La mise en œuvre de cette technique est très lente bien que plus rapide que l'adsorption isotherme. Cette méthode est moins utilisée que les techniques traditionnelles (isotherme d'adsorption et porosimétrie au mercure) à cause de la complexité du matériel qu'elle nécessite.

⁴Silices mésoporeuses de type SBA-15

2.5 Autres méthodes

2.5.1 Stéréologie

La stéréologie est l'étude directe de la géométrie par le biais des relations entre grandeurs mono, bi et tridimensionnelles. Elle permet d'obtenir des informations sur la structure tri-dimensionnelle des pores d'après les caractéristiques bi-dimensionnelles observées. En particulier, la porosité et la surface spécifique sont immédiatement obtenues. Pour déterminer stéréologiquement la distribution du diamètre des pores, on utilise soit une analyse des sections qui est basée sur la distribution de tailles des cercles soit une analyse des cordes (la distribution des cordes) [5, 28]. Il est donc possible de faire une mesure simple et directe de la courbure moyenne des parois des pores [53]. La stéréologie est la seule méthode qui détermine les dimensions des pores de l'ordre du millimètre. Cette méthode est destructive.

2.5.2 Diffusion aux petits angles

Parmi les méthodes non destructives qui permettent de déterminer la distribution de tailles de pores d'un matériau poreux, on distingue les techniques de diffusion aux petits angles, qui utilisent soit un rayonnement de neutrons (appelée SANS⁵), soit des rayons X (SAXS⁶). Ces techniques ne nécessitent pas de séchage préalable. La mesure consiste en l'analyse de la distribution angulaire de l'intensité diffusée par l'échantillon [54, 55, 56]. Elles touchent une gamme de tailles de pores importante entre 1nm et 1µm . Ces méthodes sont assez complexes à mettre en œuvre. Elles utilisent une source synchrotron de forte puissance et une taille d'échantillon réduite. L'interprétation des mesures effectuées sur des matériaux géologiques complexes est souvent délicate.

2.5.3 Cryoporométrie RMN

La cryoporométrie RMN permet également d'accéder à la distribution de tailles de pores (voir la figure 2.7) à partir de la mesure des températures de fusion des fluides en confinement. Pour extraire la densité de probabilité des rayons de pores, il suffit de dériver le signal de l'intensité (amplitude) $I(T)$ obtenue par RMN par rapport à la température T , via la loi de Gibbs-Thomson, dont l'expression est donnée par [57] :

$$p(d) = \frac{2K}{d^2} \frac{\partial I(T)}{\partial T} \quad (2.8)$$

où, $K = \sigma_{ls} V_l T_0 / \Delta H_0$, dont les paramètres sont définis précédemment (voir section 2.4.1) et d le diamètre de pore. Cette technique est également critiquée pour les difficultés d'interprétation de ses résultats (forme des pores, connectivité...). Elle peut être destructive par effets du cycle de congélation/fusion.

⁵Small Angle Neutron Scattering

⁶Small Angle X-ray Scattering

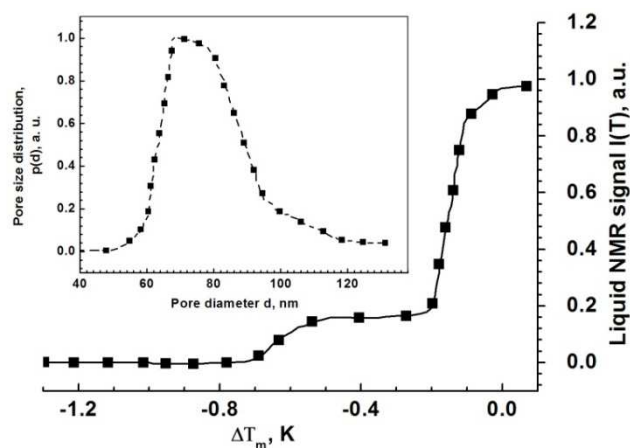


Figure 2.7. Amplitude RMN en fonction de la température et distribution de tailles de pores pour un CPG⁷ imbibé dans l'eau [57].

2.6 Récapitulatif des techniques de caractérisation des milieux poreux

On récapitule sur le schéma ci-dessous (figure 2.8) les différentes techniques caractérisant les milieux poreux en fonction de leurs tailles, ainsi que leurs domaines d'étude. Chaque technique permet d'étudier un caractère spécial de la géométrie d'un milieu poreux, notamment les paramètres géométriques et morphologiques (porosité, surface spécifique, tailles de pores, rugosité de surface...). On distingue sur ce schéma les techniques de caractérisation par imagerie et les techniques porosimétriques [27].

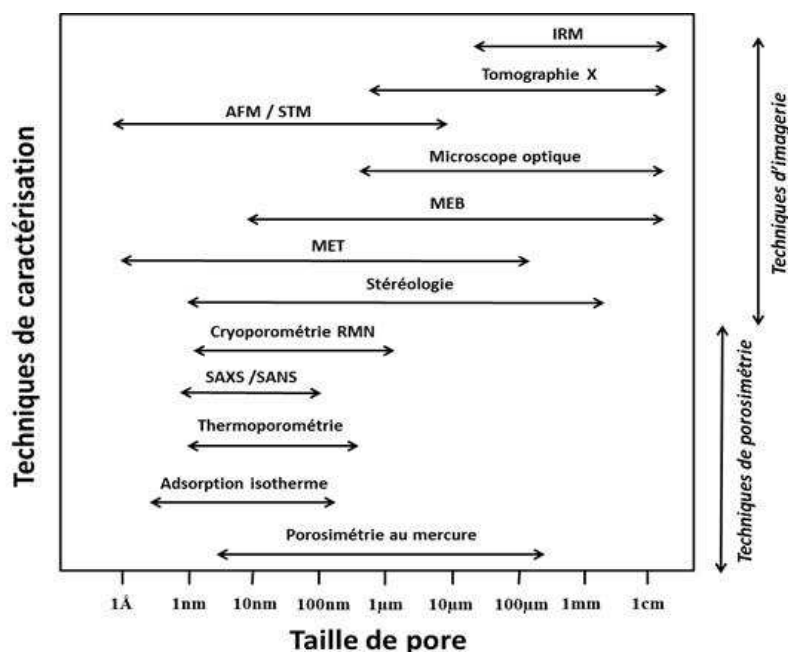


Figure 2.8. Schéma des techniques caractérisant les milieux poreux.

Notons finalement que plusieurs de ces techniques peuvent être mises en œuvre simultanément pour caractériser un milieu poreux. C'est, par exemple, le cas dans le travail de Eko et al. [58] qui ont

⁷Controlled Pore Glasses

utilisé à la fois la diffraction de rayon X, la microscopie électronique à transmission (MET) et la désorption isotherme de l'azote (figure 2.9).

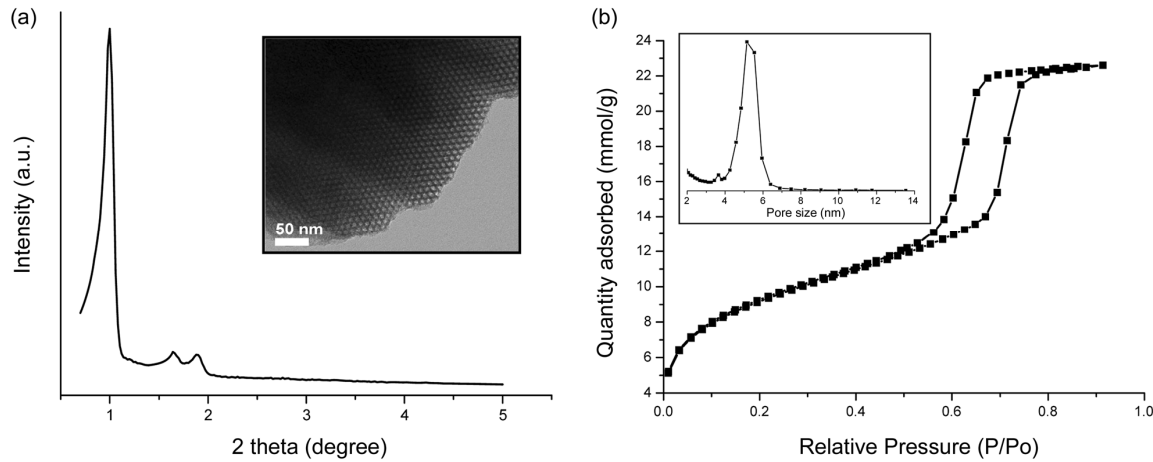


Figure 2.9. (a) : Diffractogramme de rayon X et image de MET de Clpr-SBA-15, (b) : isotherme d'adsorption/ désorption de l'azote et la distribution des tailles de pores de Clpr-SBA-15 calculée par la méthode BJH [58].

2.7 Conclusion

L'étude bibliographique précédente montre que les principales techniques de mesure de la distribution de tailles de pores présentent un certain nombre d'inconvénients comme la toxicité (mercure), la destruction de l'échantillon (stéréologie ou les hautes pressions mises en œuvre), la complexité de l'interprétation des résultats (diffusion aux petits angles et thermoporométrie), la sophistication et le prix des appareils (microscopie), la durée des campagnes de mesure (adsorption isotherme et thermoporométrie)... Dans ce travail, nous proposons deux nouvelles approches alternatives originales susceptibles d'être utilisées pour la détermination de la distribution de tailles des pores : la première est basée sur l'exploitation du caractère non-newtonien d'un fluide à seuil (Bingham, Casson, Herschel-Bulkley...). L'idée générale est que pour mettre en écoulement un tel fluide, il faut imposer aux extrémités d'un pore un gradient de pression supérieur à une valeur critique dépendant de la contrainte seuil du fluide et du rayon de ce pore. Lorsqu'on augmente la valeur du gradient de pression, de plus en plus de fluide traverse l'échantillon et la mesure du débit global permet, par une méthode inverse, de retrouver la distribution des tailles de pores. Son principe est donc similaire à celui de la porosimétrie au mercure, dans le sens où la contrainte seuil des fluides de type Bingham joue un rôle analogue à celui de la tension de surface qui engendre une pression capillaire. A l'instar du modèle de Carman-Kozeny [37, 38], le modèle de faisceaux de capillaires [33, 59] est adopté dans cette étude. La densité de probabilité de trouver un pore dont le rayon est compris entre r et $r + dr$ dans un milieu poreux est alors obtenue comme une fonction des dérivées partielles successives du débit total de fluide (traversant le milieu poreux) par rapport au gradient de pression imposé. L'inversion du problème posé nous a permis de trouver des solutions analytiques pour différents types de fluides à seuil. Cette approche sera développée au chapitre 3. La deuxième méthode consiste à étudier d'une manière analytique et numérique l'analyse fréquentielle de la réponse en débit à une perturbation sinusoïdale en pression $\nabla P(t) = \nabla P_0 \exp(i\omega t)$ d'un fluide newtonien. La fonction de transfert du système ou plus simplement son admittance, définie comme le rapport de la réponse en débit au gradient de pression sinusoïdale imposé : $\tilde{G}(\omega) = \tilde{Q}(t) / \nabla P_0$, est étudiée en fonction de la pulsation ω . Comme, l'admittance (complexe) de ce système dépend de la distribution de la taille de pores, il nous a été possible de résoudre le problème inverse que constitue la détermination de cette distribution en taille de pores par une méthode d'analyse fréquentielle. Cette solution a été possible car le problème de l'invasion de la couche limite hydrodynamique est linéaire [60]. Pour justifier

physiquement l'utilisation de cette technique, il faut se rappeler que la fréquence de coupure de l'admittance d'un capillaire dépend de son rayon r ($\omega^* \sim \nu / r^2$) et que le spectre de l'admittance ainsi que sa phase dépendent fortement de la distribution de tailles de pores. Cette approche originale est développée dans le chapitre 4. En complément à cette méthode, nous avons étendu son utilisation aux fluides en loi de puissance, car notre surprise a été de constater que le système reste linéaire dans certaines conditions qui seront discutées dans le chapitre 4.

Chapitre 3

Utilisation des fluides à seuil pour la détermination de la distribution de tailles de pores d'un milieu poreux

3.1 Modèle de Carman-Kozeny

L'analyse de Carman-Kozeny [37, 38] basé sur le modèle de Purcel [33], consiste à représenter un milieu poreux réel comme un faisceau de tubes de section cylindrique de diamètre moyen d et de longueur L (voir figure 3.1).

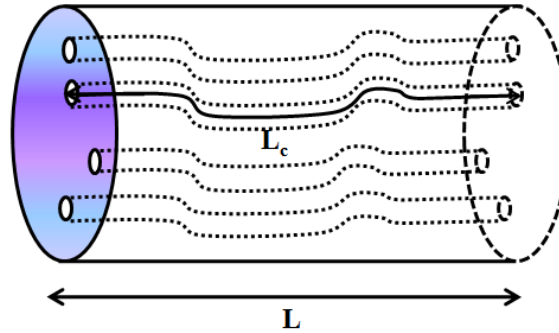


Figure 3.1. Modèle d'un réseau de capillaires en parallèle [61].

Le débit-volumique du fluide soumis à un gradient de pression longitudinal $\Delta P/L_c$ à travers un seul capillaire de longueur L_c est donné par l'équation de Poiseuille :

$$Q = -\frac{\pi d^4}{128\mu} \frac{\Delta P}{L_c} \quad (3.1)$$

Ce qui conduit à une vitesse débitante dans le capillaire égale à :

$$v_c = \frac{d^2}{16k_0\mu} \frac{\Delta P}{L_c} \quad (3.2)$$

où k_0 est un facteur de forme. Cependant, la vitesse moyenne de filtration à travers le milieu poreux est donnée par la loi de Darcy :

$$u_m = -\frac{k}{\mu} \frac{\Delta P}{L} \quad (3.3)$$

où L est la longueur de l'échantillon. Carman [62, 63, 64] a corrigé l'hypothèse de Dupuit-Forchheimer en y introduisant la tortuosité $T = L_c / L$:

$$v_c = \frac{u_m}{\phi} T \quad (3.4)$$

La combinaison des 3 équations précédentes donne :

$$k_{CK} = \frac{\phi d^2}{16k_0 T^2} \quad (3.5)$$

Cependant le diamètre moyen peut s'exprimer en fonction de la surface spécifique S_0 basée sur le volume du solide et de la porosité ϕ :

$$d = \frac{4\phi}{S_0(1-\phi)} \quad (3.6)$$

Dans ces conditions, la perméabilité s'écrit :

$$k_{CK} = \frac{\phi^3}{k_0 T^2 (1-\phi)^2 S_0^2} \quad (3.7)$$

D'après Carman [5], la valeur $k_0 T^2$ qui correspond le mieux aux résultats expérimentaux concernant à des empilements de sphères dures vaut 5. Dans ce cas, comme la surface spécifique est $S_0 = 6/d$, on obtient l'expression d'Ergun classiquement utilisée :

$$k = \frac{\phi^3 d^2}{180(1-\phi)^2} \quad (3.8)$$

Le modèle de faisceau de capillaires parallèles utilise la notion de diamètres moyens d qu'il est nécessaire de définir correctement. Dans le cas où on néglige la tortuosité, Scheidegger [59] a proposé pour une distribution de rayons quelconque de densité de probabilité $p(r)$ l'expression de la perméabilité pour un milieu isotrope suivante :

$$k = \frac{\phi}{8} \int_0^\infty r^2 p(r) dr \quad (3.9)$$

Dans ces conditions, le diamètre moyen est la valeur quadratique moyenne de la distribution :

$$d^2 = \int_0^\infty r^2 p(r) dr \quad (3.10)$$

Limites du modèle

Il est à remarquer que ce modèle ne tient pas compte des autres effets comme : le changement de section des pores, les bras morts et l'interconnexion des pores sous la forme de branches.

3.2 Introduction aux fluides à seuil

On utilise le terme « fluides à contrainte seuil » pour désigner la catégorie de fluides non newtoniens viscoplastiques indépendant du temps. Il s'agit de fluides qui ne s'écoulent pas, avant qu'il ne soient soumis à une contrainte de cisaillement minimale appelée contrainte seuil d'écoulement τ_0 . En effet, de nombreux matériaux industriels, tels que les polymères, gels de polymère, produits alimentaires ou cosmétiques, les suspensions minérales concentrées, fluides électro-rhéologiques et magnéto-rhéologique... ont un comportement rhéologique qui se situe entre un liquide purement visqueux et un solide plastique. L'existence d'une contrainte seuil est essentiellement reconnue pour être responsable de la transition complexe entre la phase solide (gel) et liquide (sol). Pour une utilisation industrielle des fluides complexes viscoplastiques, la notion de la contrainte seuil reste un paramètre important dans leur caractérisation rhéologique. Cette contrainte critique qui accompagne la transition entre le comportement solide (plastique) et visqueux (liquide), est liée à la structure interne du réseau du matériau. Toutefois, cela se produit généralement sur une gamme de contraintes à partir de la limite inférieure, correspondant à la transition progressive entre la déformation élastique et plastique. Celle-ci se termine à une limite plus élevée correspondant à la transition de la déformation plastique vers un écoulement visqueux. L'interprétation physique de cette transition a une grande importance dans les applications industrielles. La contrainte seuil varie en fonction de la concentration des matériaux (induisant un seuil) mis en solution, elle peut varier également avec le pH de la solution étudiée (par exemple, dans le cas de la bentonite, la contrainte de cisaillement décroît brutalement dans la zone acide et augmente légèrement dans la zone basique de la solution [65]). La figure 3.2 montre des types de rhéogrammes de fluides présentant une contrainte seuil, les plus utilisés dans la littérature. On distingue deux types de fluides plastiques : un fluide plastique idéal appelé fluide de Bingham (1922) [66, 67] et un fluide non idéal du type Casson (1959) [68], qui a un comportement plastique rhéofluidifiant (pseudoplastique). Ce dernier cas est plus répandu que les fluides de Bingham. Le plus simple à modéliser est le fluide de Bingham qui ne s'écoule que lorsqu'un seuil minimal de contrainte τ_0^B est dépassé. Ce modèle ne permet que rarement de décrire le comportement rhéologique viscoplastique des matériaux. Cependant, le modèle d'Herschel-Bulkley (1926) [69] permet de décrire la plupart des fluides viscoplastiques. En effet, le rhéogramme de tels fluides finit par devenir curviligne, à l'instar des fluides en loi de puissance rhéofluidifiants ou rhéoépaississants, au-delà d'une certaine contrainte seuil appliquée τ_0^H . Le tableau 3.1 récapitule les principales lois de comportement rhéologiques utilisées pour les fluides à seuil, ainsi que des exemples d'applications industrielles. On peut noter également qu'il existe des modèles de fluides à seuil avec des lois de comportement régularisées par un exposant de croissance de contrainte comme des fluides de type De-Kee, de Yahia et de Khayat et al. (tableau 3.1). D'autres auteurs ont introduit certaines modifications aux lois de comportement classiques, on cite par exemple le modèle de Papanastasiou [70, 71], le modèle de K-L, d'Ofoli et al. [72] ainsi que ceux de Costell ou Duran (1979) et al. [73].

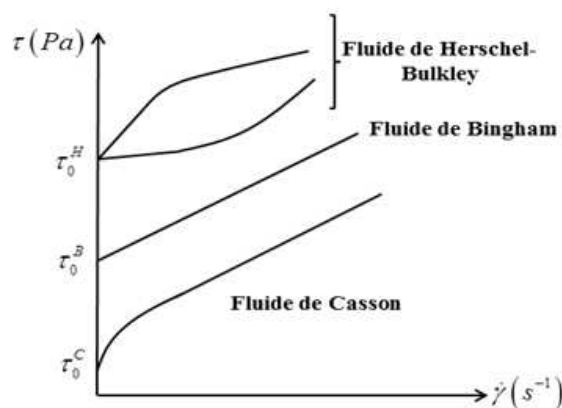


Figure 3.2. Rhéogrammes caractéristiques des fluides présentant un seuil d'écoulement.

Modèle	Loi de comportement	Exemple	Référence
Bingham (1922)	$\tau = \tau_0^B + \mu_B \dot{\gamma}$	Peintures à l'huile, laponites, extrait de viande, suspensions agglomérées...	[25, 66, 67, 74, 75]
Casson (1959)	$\tau^{1/2} = (\tau_0^C)^{1/2} + (k_c \dot{\gamma})^{1/2}$	pâte dentifrice, pâte à pain, peintures dispersion, suspensions de boues...	[68, 76]
Herschel-Bulkley (1926)	$\tau = \tau_0^H + k \dot{\gamma}^n$	Carbopol, boues de forage (Bentonite), polyacrylamide (contrainte seuil très faible), crème et pommade basée sur la gelée de pétrole (vaseline)...	[69, 75, 77, 78]
Robertson-Stiff (1976)	$\begin{cases} \tau = k(\dot{\gamma}_0 + \dot{\gamma})^n \\ \tau_0 = k\dot{\gamma}_0^n \end{cases}$	fluides de forage et boue de ciment...	[79, 80, 81]
Mizrahi-Berk (1972)	$\tau^{1/2} = \tau_0^{1/2} + (k\dot{\gamma}^n)^{1/2}$	pâtes complexes à haute teneur en solide insolubles, jus d'orange concentré, pulpes d'ananas et de mangue, suspension de farine de maïs cuits...	[73, 82, 83]
Heinz-Casson (1959)	$\tau^n = \tau_0^n + (k_c \dot{\gamma})^n$	concentré de gomme xanthane, gelée de pétrole pour la formulation de la crème...	[72, 84]
De Kee	$\tau = \tau_0 + \mu \dot{\gamma} e^{-m\dot{\gamma}}$	ciment et béton frais...	[85]
Yahia and Khayat	$\tau = \tau_0 + 2(\tau_0 \mu \dot{\gamma} e^{-m\dot{\gamma}})^{1/2}$	coulis de ciment...	[86]

Tableau 3.1. Exemples de modèles rhéologiques de fluides à contrainte seuil.

3.3 Mesure de la contrainte seuil

Les techniques développées pour mesurer la contrainte seuil peuvent être classées en deux groupes : i) les méthodes indirectes. Celles-ci sont basées sur la confrontation entre les résultats d'écoulements déterminés expérimentalement et les résultats basés sur les modèles rhéologiques cités ci-dessus $\tau = f(\dot{\gamma})$. La contrainte seuil est alors déterminée par l'extrapolation du rhéogramme à faible taux de cisaillement. Ces méthodes sont très sensibles aux modèles utilisés et à la précision de la mesure rhéologique dans la région de faible taux de cisaillement. ii) les méthodes directes. Une variété de techniques de mesure directe, statique ou dynamique, a été mise au point pour obtenir la contrainte critique. On distingue parmi ces techniques, la palette de torsion, le pénétromètre cylindrique...Uhlherr et al. [87, 88]. En général, pour une caractérisation directe du comportement rhéologique des fluides à seuil, l'utilisation des rhéomètres est nécessaire. On distingue trois classes principales de rhéomètres :i) les rhéomètres à régime permanent (rhéomètre de type Couette...), ii) les rhéomètres dynamiques (rhéomètres à

oscillations forcées) et iii) les rhéomètres à régime transitoire (rhéomètres à fluage) [79]. Ces deux derniers sont dédiés à la détermination du comportement viscoélastique des matériaux linéaires.

3.4 Principe de la méthode

Cette méthode est basée sur l'exploitation du caractère non-newtonien d'un fluide à seuil (Bingham/Casson/Robertson-Stiff/Herschel-Bulkley). L'idée générale est que pour mettre en écoulement un tel fluide à seuil, il faut imposer aux extrémités d'un pore un gradient de pression (∇P) supérieur à une valeur critique dépendant de la contrainte seuil du fluide (τ_0) et du rayon de ce pore (r) à l'instar de la technique de porosimétrie au mercure. Lorsqu'on augmente la valeur du gradient de pression, de plus en plus de fluide traverse l'échantillon. Le principe consiste à tracer la courbe d'évolution du débit en fonction du gradient de pression imposé au milieu poreux (ou l'inverse) et d'en extraire à partir de la formule d'inversion, la distribution de taille des pores. Pour cela on mesure simultanément la pression d'injection et le débit au travers d'un milieu poreux. Les fluides utilisés sont des fluides à seuil plastiques idéals (fluide de Bingham) ou viscoplastiques réels (fluides de type Herschel-Bulkley) qui sont cités précédemment (voir le tableau 3.1) comme la bentonite, le Carbopol, des émulsions... On représente sur la figure 3.3 un dispositif expérimental illustrant la méthode utilisée pour un échantillon de matériau poreux constitué de capillaires parallèles placés entre un réservoir aval et un réservoir amont, ce dernier étant relié à un réservoir de charge dans lequel serait placé le fluide à seuil. La pression à l'amont est imposée par un gaz sous pression. La différence de pression est mesurée par un capteur de pression différentielle. Les prises de pression sont placées juste à l'amont et à l'aval de l'échantillon. Sa longueur est de l'ordre de 20 fois le diamètre du plus gros pore afin d'éviter les effets d'entrée et de sortie. Ces écoulements sont effectués à de faibles nombres de Reynolds. Cette étape consiste à valider les équations de notre modèle basé sur l'utilisation de faisceaux de capillaires comme utilisé par Carman-Kozeny. À la suite de cette validation, l'étape suivante consiste à remplacer le faisceau de capillaires par un échantillon de milieu poreux réel dont la distribution de tailles serait déterminée préalablement par d'autres méthodes disponibles (par exemple par porosimétrie au mercure).

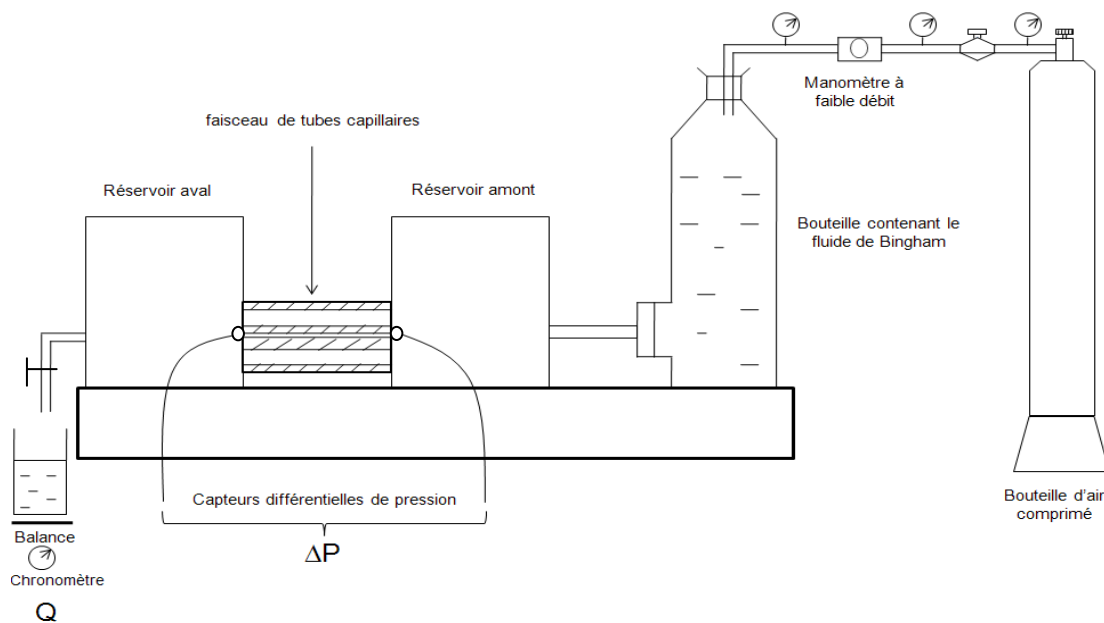


Figure 3.3. Schéma explicatif de principe du dispositif expérimental.

3.5 Objectifs de l'étude

Comme nous l'avons indiqué précédemment, L'objectif fondamental de cette méthode est basé sur l'utilisation d'un fluide non newtonien ayant une contrainte seuil pour extraire la distribution de tailles de pores d'un milieu poreux. En effet, on suggère l'utilisation de l'effet de seuil qui permet de n'envahir que les pores dont le diamètre est supérieur à un diamètre critique, dépendant du gradient de pression imposé. Ceci permet de scanner tous les pores afin d'obtenir leur distribution, qui constitue une information importante sur le milieu poreux. Une analyse théorique sur l'application de cette méthode utilisant un fluide de Bingham a été effectué par Ambari et al (1990) [89]. L'objet de cette étude est d'étendre cette technique aux différents modèles de fluides à seuil et plus particulièrement au modèle de Herschel-Bulkley, qui constitue le comportement le plus réaliste d'un fluide à seuil viscoplastique. A l'occasion, nous avons vérifié analytiquement les différentes formules obtenues, qui constituent les solutions inverses au problème étudié. Cette vérification a été effectuée avec succès sur des densités de probabilité $p(r)$ gaussiennes mono ou multi-modales. En fait, ces lois de probabilité correspondent aux modèles les plus répandus dans les milieux poreux.

3.6 Modèle de Bingham

3.6.1 Formulation du problème et solution

Rappelons que le modèle de milieu poreux utilisé est celui basé sur le modèle de faisceaux de capillaires utilisé déjà par Carman-Koseny. Dans ces conditions, considérons des capillaires disposés en parallèle (fig. 3.4) et dont les rayons r sont distribués suivant une loi de probabilité $p(r)$. L'expression du débit total $Q(\nabla P)$ à travers ce faisceau de capillaires, soumis à un gradient de pression ∇P , en fonction du débit élémentaire $q(\nabla P, r)$ de chaque capillaire et de la densité de probabilité $p(r)$ constitue une équation intégrale linéaire de type Volterra de première espèce pour déterminer $p(r)$:

$$Q(\nabla P) = \int_{r_0 = \frac{2\tau_0}{\nabla P}}^{\infty} q(\nabla P, r) p(r) dr \quad (3.11)$$

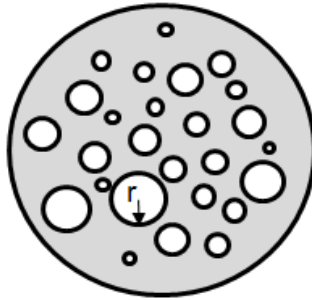


Figure 3.4. Modèle de faisceaux de capillaires distribués.

Pour cette méthode, nous avons besoin de l'expression analytique qui donne le débit élémentaire $q(\nabla P, r)$ de l'écoulement d'un fluide à seuil de type Bingham dans un capillaire dont la loi de comportement s'écrit comme suit [90] :

$$\left\{ \begin{array}{l} \underline{\underline{\tau}} = 2 \left(\mu + \frac{\tau_0}{\sqrt{2 \underline{\underline{D}} : \underline{\underline{D}}}} \right) \underline{\underline{D}} \quad \text{pour } \sqrt{\frac{\underline{\underline{\tau}} : \underline{\underline{\tau}}}{2}} > \tau_0 \\ \underline{\underline{D}} = 0 \quad \text{pour } \sqrt{\frac{\underline{\underline{\tau}} : \underline{\underline{\tau}}}{2}} \leq \tau_0 \end{array} \right. \quad (3.12)$$

où :

τ_0 : est la contrainte seuil du fluide

$\underline{\underline{\tau}}$: le tenseur des contraintes viscoplastiques

$\underline{\underline{D}}$: le tenseur taux de déformation

μ : le coefficient de viscosité plastique du fluide.

Le noyau de l'équation (3.11) est alors donné par l'expression suivante [91] :

$$\left\{ \begin{array}{l} q(\nabla P, r) = \frac{\pi \tau_0 r^4}{4 \mu r_0} \left(1 - \frac{4}{3} \frac{r_0}{r} + \frac{1}{3} \left(\frac{r_0}{r} \right)^4 \right) \quad \text{pour } r > r_0 \quad \text{et} \quad \left(\tau_0 = \frac{\nabla P r_0}{2} \right) \\ q(\nabla P, r) = 0 \quad \text{pour } r \leq r_0 \end{array} \right. \quad (3.13)$$

où r_0 est le rayon limite en dessous duquel le fluide ne s'écoule plus. C'est aussi le rayon de la zone centrale du fluide en écoulement « bouchon ».

Par la résolution de l'équation (3.11) nous obtenons l'expression de $p(r)$ qui s'écrit comme suit (Ambari et al. [89], [92]) :

$$p(r) = \frac{\mu (\nabla P)^2}{\pi \tau_0 r^4} \left[5 \frac{\partial^2}{\partial (\nabla P)^2} + \nabla P \frac{\partial^3}{\partial (\nabla P)^3} \right] Q \Big|_{\nabla P = \frac{2 \tau_0}{r}} \quad (3.14)$$

Remarque :

La vérification de la formule d'inversion présentée ci-dessus nécessite une normalisation des équations. Comme l'échelle de longueur naturelle du problème est le rayon moyen des pores, nous avons procédé avec succès à une normalisation des longueurs par cette échelle de longueur caractéristique (voir annexe A), mais du fait que celle-ci est a priori inconnue, nous lui avons préféré l'épaisseur de l'échantillon L . Même si elle n'est pas naturelle, elle a l'avantage d'être connue a priori (il est à remarquer que la première normalisation reste valable si on connaissait déjà la densité de probabilité déterminée au préalable par une autre méthode comme celle de porosimétrie au mercure). Par conséquent nous avons normalisé le rayon r par la longueur L et la différence de pression par τ_0 .

3.6.2 Inversion sous forme adimensionnelle et validation

On pose :

$$\left\{ \begin{array}{l} r^+ = r / L \\ \nabla^+ P^+ = \Delta P / \tau_0 = \Delta P^+ \end{array} \right. \quad (3.15)$$

Pour simplifier les notations on posera $\nabla^+ P^+ = \nabla P^+$, l'équation de Volterra sans dimension devient :

$$Q^+(\nabla P^+) = \int_{r_0^+ = \frac{2}{\nabla P^+}}^{\infty} q^+(\nabla P^+, r^+) p^+(r^+) dr^+ \quad (3.16)$$

Où, le débit élémentaire adimensionnel devient également :

$$\begin{cases} q^+(\nabla P^+, r^+) = He \left(\nabla P^+ r^{+4} - \frac{8}{3} r^{+3} + \frac{16}{3} \frac{1}{\nabla P^{+3}} \right) \text{ pour } r^+ > r_0^+ \\ q^+(\nabla P^+, r^+) = 0 \text{ pour } r^+ \leq r_0^+ \end{cases} \quad (3.17)$$

Où le nombre de Hedström [93] est donné par :

$$He = \frac{\rho \tau_0 L^2}{\mu^2} = \frac{\tau_0}{\mu \left(\frac{\nu}{L^2} \right)} = \frac{\tau_0}{\tau_v} \quad (3.18)$$

Quant aux débits élémentaire et global ils se trouvent normalisés par le débit caractéristique :

$$q_c = \frac{\pi \mu L}{8 \rho} = \frac{\pi}{8} \left(\frac{\nu}{L} \right) L^2 = \frac{\pi}{8} u_v L^2 \quad (3.19)$$

Où τ_v est la contrainte visqueuse engendrée par la quantité de mouvement et u_v sa vitesse de diffusion.

Suite à cette normalisation, la densité de probabilité de trouver un pore dont le rayon est compris entre r^+ et $r^+ + dr^+$ est donnée par :

$$p^+(r^+) = \frac{(\nabla P^+)^6}{128 He} \left(5 \frac{\partial^2 Q^+}{\partial \nabla P^{+2}} + \nabla P^+ \frac{\partial^3 Q^+}{\partial \nabla P^{+3}} \right) \bigg|_{\nabla P^+ = \frac{2}{r^+}} \quad (3.20)$$

A ce stade nous pouvons introduire une densité de probabilité supposée connue, sous forme normalisée, dans l'équation 3.16. Celle-ci est supposée être une gaussienne qui s'écrit sous la forme :

$$p^+(r^+) = \frac{L}{\sigma \sqrt{2\pi}} \text{Exp} \left[\frac{-L^2 (r^+ - m/L)^2}{2\sigma^2} \right] \quad (3.21)$$

Où σ est l'écart type et m la valeur moyenne.

Pour vérifier l'applicabilité et l'efficacité de la solution de l'équation (3.20) donnant la densité de probabilité, on considère un exemple réel du fluide à seuil de type Bingham (vérifié expérimentalement), dont la contrainte seuil est égale à $\tau_0 \approx 20 \text{ Pa}$ (extrait de viande [75]), de viscosité dynamique $\mu \approx 10 \text{ Pa.s}$, de masse volumique $\rho = 10^3 \text{ kg.m}^{-3}$ et un échantillon de longueur $L = 10^{-2} \text{ m}$. Dans ces conditions le nombre de Hedström est de l'ordre de $He = 0,02$.

Par ailleurs, on prend pour la moyenne des rayons de pores $m = 1 \mu\text{m}$ et un écart type $\sigma = 0,2 \mu\text{m}$. Ces paramètres étant fixés on peut effectuer le calcul direct du débit total en fonction du gradient de pression. La courbe obtenue sera appelée courbe caractéristique « débit-gradient de pression ». La deuxième étape consiste à oublier la densité de probabilité supposée et à utiliser l'expression de

solution du problème inverse (éq. 3.20) pour déterminer la distribution de tailles des pores de ce milieu poreux. La comparaison de cette distribution calculée et celle supposée initialement permet de confirmer ou non la validité de la méthode proposée.

Dans ces conditions, La figure 3.5 donne le débit total par rapport au gradient de pression résultant de l'écoulement du fluide de Bingham dans un tel milieu poreux dont la distribution de taille des pores est gaussienne. Cette figure se caractérise par une première zone aux faibles gradients de pression dans laquelle le débit est nul. Au-delà d'un gradient de pression critique, le débit varie linéairement en fonction du gradient de pression. Ceci est dû à la nature constante de la viscosité plastique. Quant à la figure 3.6 elle est obtenue par inversion du problème dans le cas où $He = 0,02$. Cette figure montre une concordance parfaite entre la distribution gaussienne supposée initialement et la distribution calculée avec la relation obtenue à partir de l'équation 3.20 d'où la parfaite validité de la méthode appliquée à une distribution gaussienne.

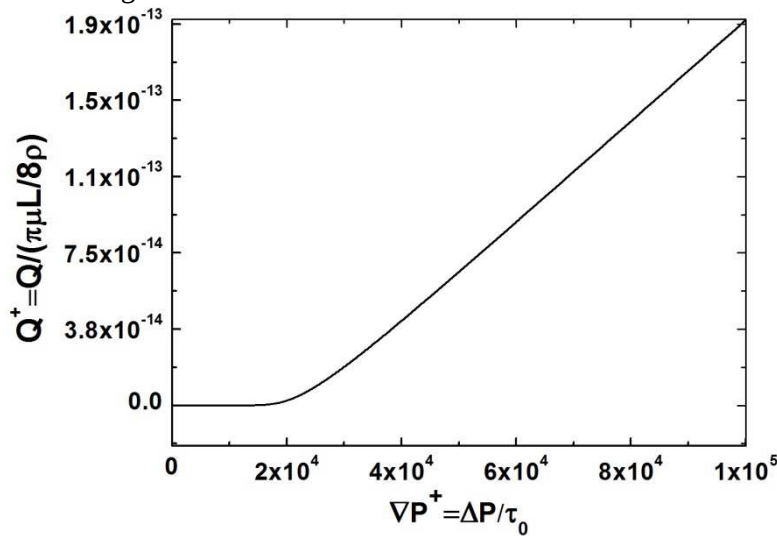


Figure 3.5. Débit total en fonction du gradient de pression dans le cas d'une distribution gaussienne pour un fluide de Bingham.

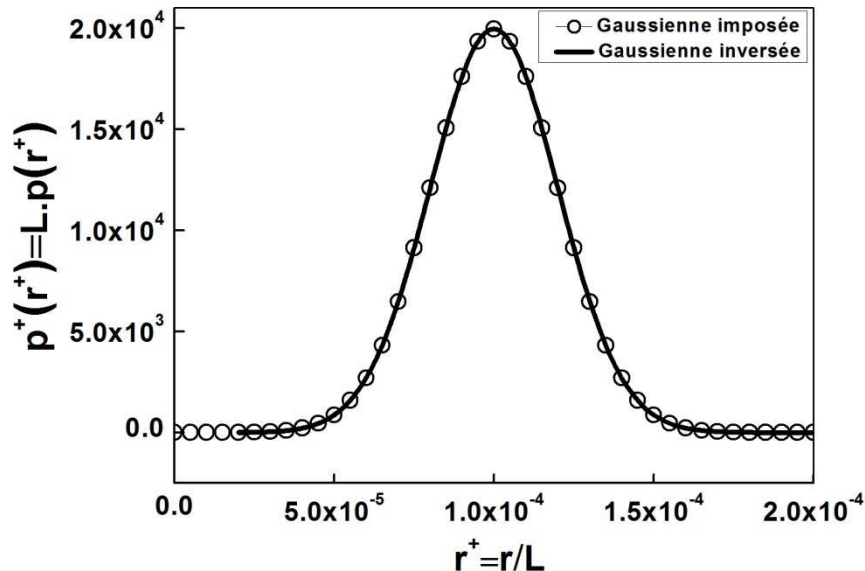


Figure 3.6. Restitution de la distribution supposée à partir de la courbe débit-gradient de pression.

Comme beaucoup de distributions dans les milieux poreux naturels sont bimodales, nous allons vérifier l'efficacité de cette technique avec des distributions plus complexes. Ainsi soit une distribution gaussienne bimodale, avec deux pics m_1 et $m_2 = 2m_1$ et de même écart-type σ telle que :

$$p^+(r^+) = \frac{1}{3} \left(\frac{2L}{\sigma\sqrt{2\pi}} \text{Exp} \left[\frac{-(r^+ - m_1/L)^2}{2(\sigma/L)^2} \right] + \frac{L}{\sigma\sqrt{2\pi}} \text{Exp} \left[\frac{-(r^+ - m_2/L)^2}{2(\sigma/L)^2} \right] \right) \quad (3.22)$$

dans laquelle les rayons et la DTP a été normalisés par la longueur du poreux L . Le débit total en fonction du gradient de pression est alors donné sur la figure 3.7.

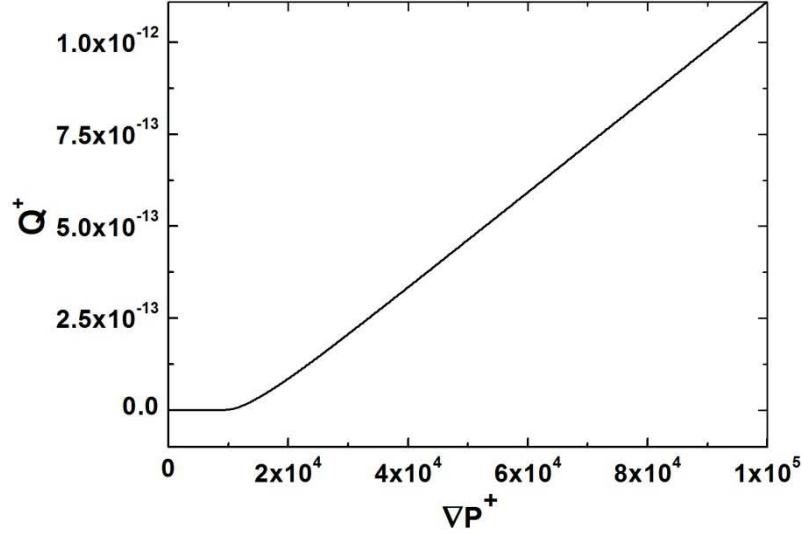


Figure 3.7. Débit global en fonction du gradient de pression dans le cas d'une distribution bimodale pour un fluide de Bingham.

Maintenant, si l'équation 3.20 est appliquée à cette courbe caractéristique représentée ci-dessus, le résultat est tracé sur la figure 3.8 ci-dessous. Encore une fois on peut remarquer le bon accord entre la DTP initiale et celle calculée par inversion.

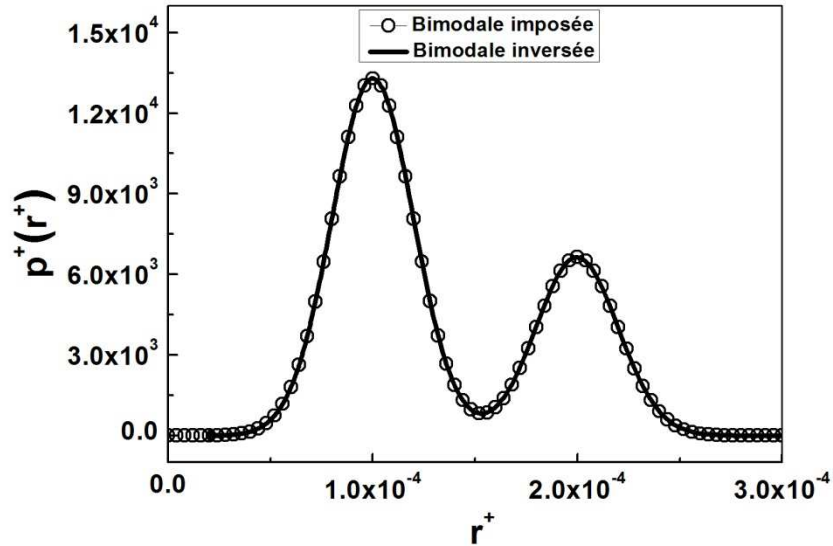


Figure 3.8. Restitution de la distribution originale à partir de la courbe débit-gradient de pression.

Pour confirmer encore ce résultat à toute autre distribution, une distribution bimodale a été utilisée, avec deux pics m_1 et $m_2 = 2m_1$ et deux écart-type différents σ_1 et $\sigma_2 = 2\sigma_1$, cette distribution peut s'écrire comme suit :

$$p^+(r^+) = \frac{1}{2} \left(\frac{L}{\sigma_1 \sqrt{2\pi}} \exp \left[\frac{-(r^+ - m_1/L)^2}{2(\sigma_1/L)^2} \right] + \frac{L}{\sigma_2 \sqrt{2\pi}} \exp \left[\frac{-(r^+ - m_2/L)^2}{2(\sigma_2/L)^2} \right] \right) \quad (3.23)$$

La courbe caractéristique non-dimensionnelle débit total/gradient de pression est obtenue sur la figure 3.9 ainsi que la figure 3.10 représente le résultat obtenu avec succès de la distribution inverse en utilisant l'équation 3.20 :

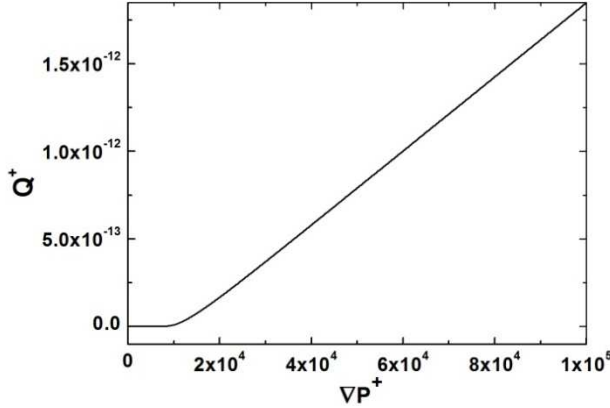


Figure 3.9. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et $\sigma_2 = 2\sigma_1$ en utilisant un fluide de Bingham.

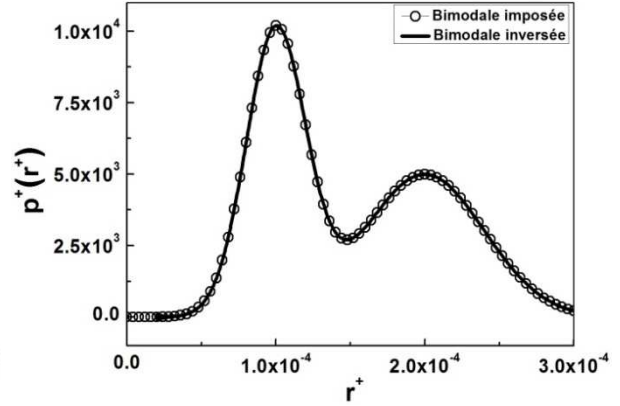


Figure 3.10. : Comparaison entre DTP initiale et celle calculée pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et $\sigma_2 = 2\sigma_1$ en utilisant un fluide de Bingham.

Enfin, la méthode d'inversion est bien valable quelque que soit la distribution du milieu poreux. En effet, considérons par exemple une distribution encore plus complexe de type gaussienne tri-modale, avec trois pics m_1 , $m_2 = 2m_1$ et $m_3 = 3m_1$ et trois écart-type σ_1 , $\sigma_1 = 2\sigma_2/3$ et $\sigma_3 = 2\sigma_1$. Cette distribution peut s'exprimer comme :

$$p^+(r^+) = \frac{1}{3} \left(\frac{L}{\sigma_1 \sqrt{2\pi}} \exp \left[\frac{-(r^+ - m_1/L)^2}{2(\sigma_1/L)^2} \right] + \frac{L}{\sigma_2 \sqrt{2\pi}} \exp \left[\frac{-(r^+ - m_2/L)^2}{2(\sigma_2/L)^2} \right] + \frac{L}{\sigma_3 \sqrt{2\pi}} \exp \left[\frac{-(r^+ - m_3/L)^2}{2(\sigma_3/L)^2} \right] \right) \quad (3.24)$$

La caractéristique « débit total/gradient de pression » est montrée sur la figure 3.11, ensuite si on applique aux résultats la formule de l'équation 3.20, on retrouve encore la distribution initialement choisie comme le montre la figure 3.12 ci-dessous :

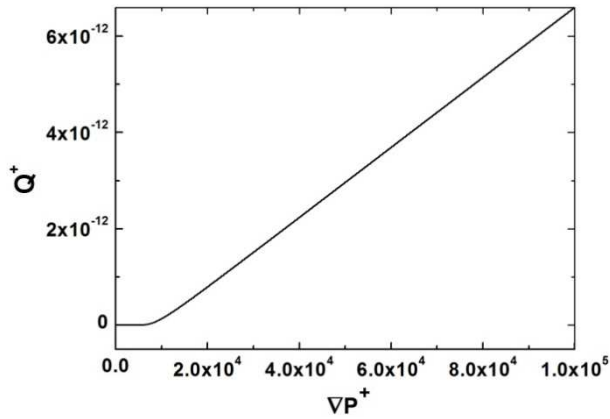


Figure 3.11. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une distribution tri-modale où $m_2 = 2m_1$, $m_3 = 3m_1$ et $\sigma_1 = 2\sigma_2/3$, $\sigma_3 = 2\sigma_1$ en utilisant un fluide de Bingham.

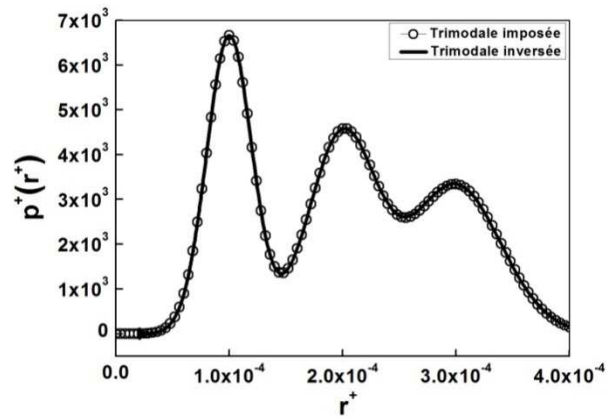


Figure 3.12. : Comparaison entre DTP initiale et celle calculée pour une distribution tri-modale où on retrouve bien $m_2 = 2m_1$, $m_3 = 3m_1$ et $\sigma_1 = 2\sigma_2/3$, $\sigma_3 = 2\sigma_1$ en utilisant un fluide de Bingham.

Conclusion :

Les résultats obtenus avec le modèle de Bingham sont très encourageants, mais comme il est très difficile de trouver un fluide ayant un comportement de Bingham idéal, nous allons généraliser notre analyse, dans les paragraphes suivants, aux cas des fluides à seuil visco-plastiques plus complexes comme : les fluides de Casson, de Herschel-Bulkley et finalement les fluides de Roberston-Stiff. Ceci en considérant les différentes distributions citées précédemment. Le choix de ces modèles est justifié par le fait qu'ils sont plus courants que celui de Bingham (voir tableau 3.1).

3.7 Modèle de Casson

3.7.1 Formulation du problème et solution

Nous avons étendu notre étude aux cas d'un fluide à seuil rhéofluidifiant (pseudo-plastique) appelé communément fluide de Casson. En effet, lorsque la contrainte augmente la vitesse de déformation du matériau devient plus lente que celle que donnerait un fluide de Bingham (relation linéaire). Parmi les fluides qui se comportent suivant ce type de modèle, on peut distinguer certaines suspensions de particules colloïdales (les peintures par exemple). Une utilisation pratique des fluides de Casson concerne les boues de forage (voir tableau 3.1).

La loi de comportement pour ce type de fluide s'écrit comme suit :

$$\left\{ \begin{array}{l} \underline{\underline{\tau}} = 2 \left(\frac{\tau_0}{\sqrt{2 \underline{\underline{D}} : \underline{\underline{D}}}} + \mu + 2 \left(\frac{\mu \tau_0}{\sqrt{2 \underline{\underline{D}} : \underline{\underline{D}}}} \right)^{1/2} \right) \underline{\underline{D}} \quad \text{pour } \sqrt{\frac{\underline{\underline{\tau}} : \underline{\underline{\tau}}}{2}} > \tau_0 \\ \underline{\underline{D}} = 0 \quad \text{pour } \sqrt{\frac{\underline{\underline{\tau}} : \underline{\underline{\tau}}}{2}} \leq \tau_0 \end{array} \right. \quad (3.25)$$

De la même manière que dans la section précédente consacrée au fluide de Bingham, le débit total à travers les pores capillaires en parallèle dont les rayons sont distribués selon une densité de probabilité $p(r)$ est obtenu par la même équation intégrale de Volterra (éq. 3.11). Dans le cas d'un fluide à seuil de « Casson », le noyau de cette équation, correspond au débit élémentaire à travers un seul capillaire a été recalculé et est aussi donné par, [94, 95] :

$$\left\{ \begin{array}{l} q(\nabla P, r) = \frac{\pi \tau_0 r^4}{4 \mu r_0} \left(1 - \frac{16}{7} \left(\frac{r_0}{r} \right)^{1/2} + \frac{4}{3} \left(\frac{r_0}{r} \right) - \frac{1}{21} \left(\frac{r_0}{r} \right)^4 \right) \quad \text{pour } r > r_0 \text{ et } \left(\tau_0 = \frac{\nabla P r_0}{2} \right) \\ q(\nabla P, r) = 0 \quad \text{pour } r \leq r_0 \end{array} \right. \quad (3.26)$$

La détermination de la fonction de densité de probabilité $p(r)$ par la résolution de l'équation intégrale de Volterra conduit à une nouvelle formule de la distribution de tailles de pores, son expression, obtenue pour la première fois, est donnée en fonction des dérivés partielles successives du débit total $Q(\nabla P)$ par rapport au gradient de pression ∇P :

$$p(r) = \frac{2\mu(\nabla P)^2}{\pi \tau_0 r^4} \left[\frac{15}{2} \frac{\partial^2}{\partial \nabla P^2} + \frac{15}{2} \nabla P \frac{\partial^3}{\partial \nabla P^3} + (\nabla P)^2 \frac{\partial^4}{\partial \nabla P^4} \right] Q \Big|_{\nabla P = \frac{2\tau_0}{r}} \quad (3.27)$$

3.7.2 Inversion sous forme adimensionnelle et validation

Comme effectué précédemment, le rayon r et la densité de probabilité $p(r)$ sont normalisés par la longueur L , alors que le gradient de pression est normalisé par τ_0/L ($r^+ = r/L$, $\nabla P^+ = \nabla P L / \tau_0$). On obtient ainsi la même expression que celle de l'équation de Volterra (3.16), sauf que le débit élémentaire adimensionnel s'écrit cette fois-ci comme suit :

$$\begin{cases} q^+(\nabla P^+, r^+) = He \left(\nabla P^+ r^{+4} - \frac{16\sqrt{2}}{7} \nabla P^{+1/2} r^{+7/2} + \frac{8}{3} r^{+3} - \frac{16}{21} \frac{1}{\nabla P^{+3}} \right) \text{ pour } r^+ > r_0^+ \\ q^+(\nabla P^+, r^+) = 0 \text{ pour } r^+ \leq r_0^+ \end{cases} \quad (3.28)$$

où $He = \rho \tau_0 L^2 / \mu^2$ est le nombre de Hedström. Quant aux débits élémentaire et total ils sont encore normalisés par le débit caractéristique $q_c = \pi \mu L / 8 \rho$.

Finalement, pour un fluide de Casson, la distribution de taille de pores adimensionnelle s'écrit de la façon suivante :

$$p^+(r^+) = \frac{(\nabla P^+)^6}{64He} \left(\frac{15}{2} \frac{\partial^2 Q^+}{\partial \nabla P^{+2}} + \frac{15}{2} \nabla P^+ \frac{\partial^3 Q^+}{\partial \nabla P^{+3}} + (\nabla P^+)^2 \frac{\partial^4 Q^+}{\partial \nabla P^{+4}} \right) \bigg|_{\nabla P^+ = \frac{2}{r^+}} \quad (3.29)$$

Pour vérifier la validité de la solution de l'équation (3.29), nous avons utilisé la même démarche que précédemment et les mêmes paramètres mais adaptés au modèle de Casson. Le nombre de Hedström est encore pris à $He = 0,02$. Nous présentons ci-dessous les différents résultats obtenus en supposant que les distributions sont gaussiennes, bi ou tri-modales à l'identique de celles utilisées précédemment :

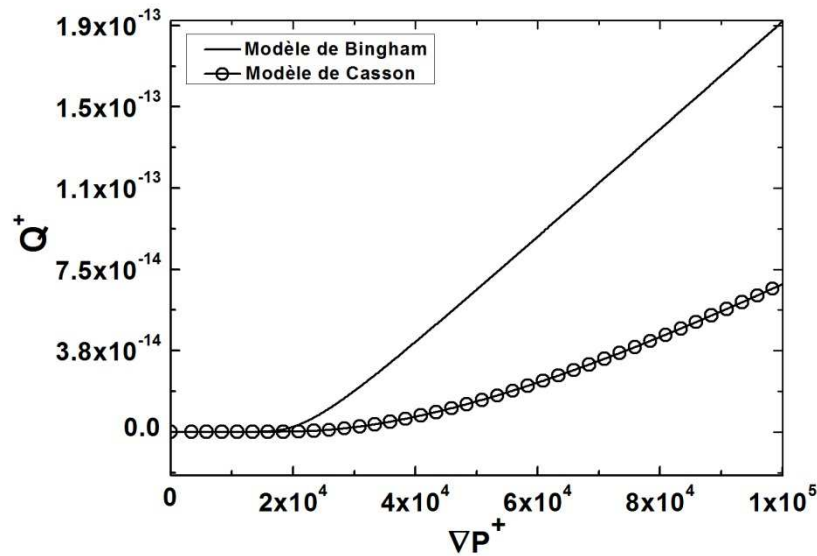


Figure 3.13. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une distribution gaussienne (fluides de Casson et de Bingham).

À titre de comparaison, la figure 3.13 présente également la caractéristique « débit/gradient de pression » d'un fluide de Bingham. On remarque que celle d'un fluide de Casson montre une évolution moins rapide que dans le cas d'un fluide de Bingham. Dans le cas de Casson, la formule de l'inversion de la densité de probabilité $p^+(r^+)$ (éq. 3.29) permet de retrouver la distribution gaussienne initialement introduite (voir fig. 3.14). Pour les autres distributions gaussiennes bi ou tri-modales, les caractéristiques « débit/gradient de pression » sont obtenues sur les figures 3.15, 3.17, 3.19 et 3.21. Une fois de plus, l'application de l'équation de la DTP (éq. 3.29) récupère la densité de probabilité originale comme indiquée dans les figures 3.16, 3.18, 3.20 et 3.22.

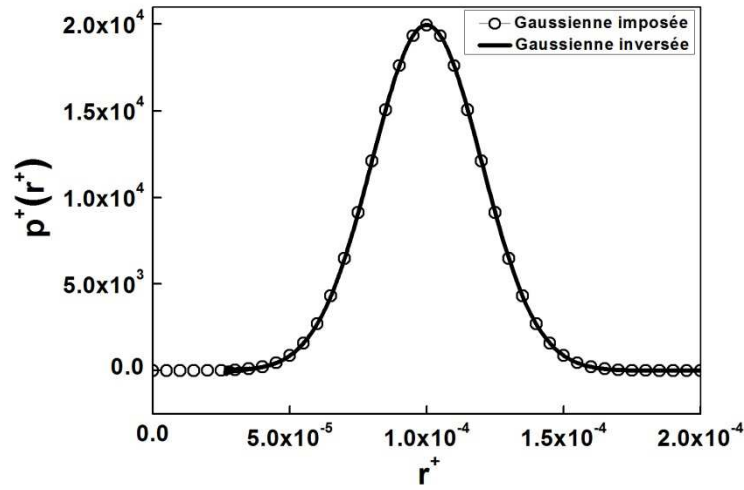


Figure 3.14. : Distribution gaussienne obtenue par inversion et comparée à la distribution imposée pour un modèle de Casson.

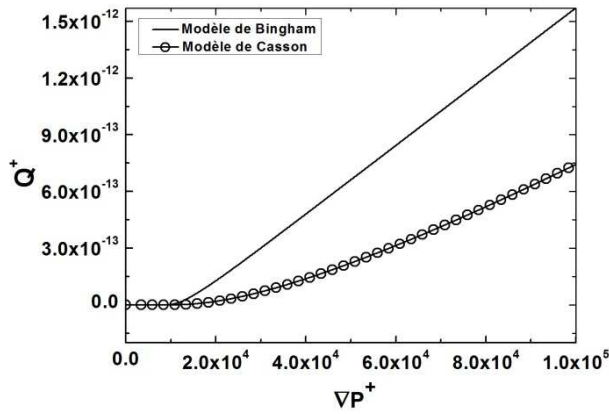


Figure 3.15. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une distribution bi-modale où $m_2 = 2m_1$ et le même σ (fluides de Casson et de Bingham).

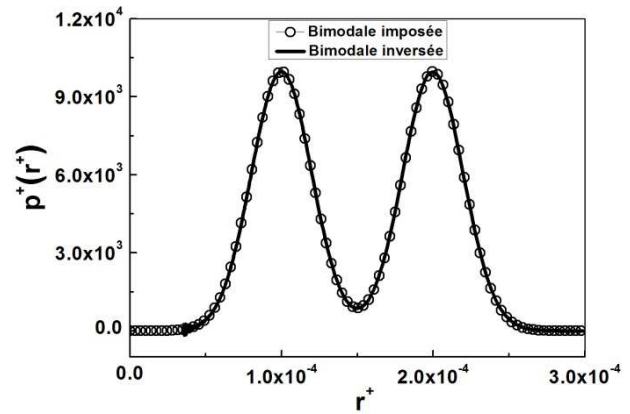


Figure 3.16. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une distribution bi-modale où $m_2 = 2m_1$ et le même σ pour un fluide de Casson.

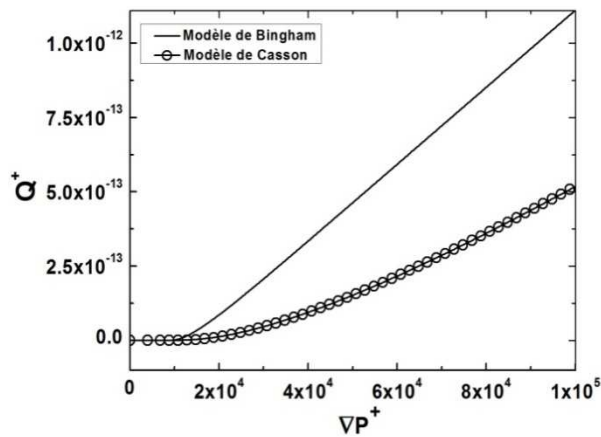


Figure 3.17. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une autre distribution bimodale où $m_2 = 2m_1$ et le même σ (fluides de Casson et de Bingham).

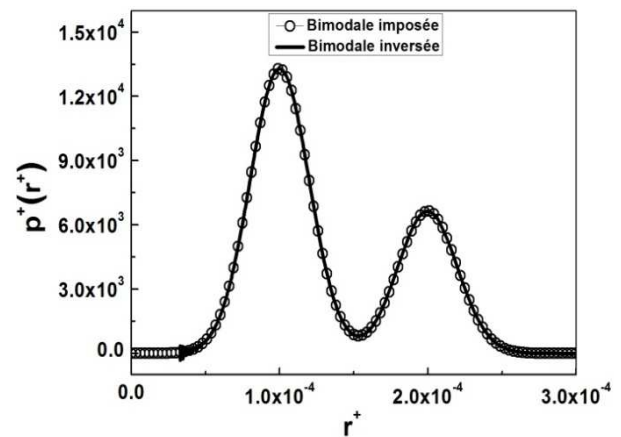


Figure 3.18. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une autre distribution bimodale où $m_2 = 2m_1$ et le même σ pour un fluide de Casson.

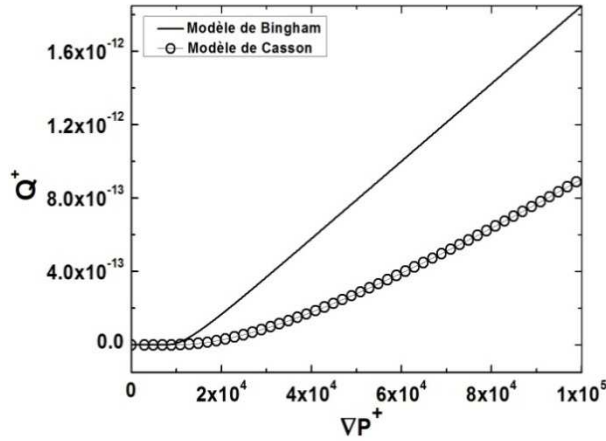


Figure 3.19. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une autre distribution bimodale où $m_2 = 2m_1$ et $\sigma_2 = 2\sigma_1$ (fluides de Casson et de Bingham).

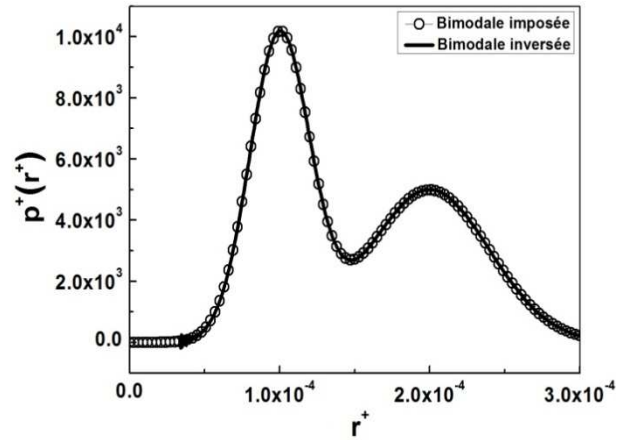


Figure 3.20. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une autre distribution bimodale où $m_2 = 2m_1$ et $\sigma_2 = 2\sigma_1$ pour un fluide de Casson.

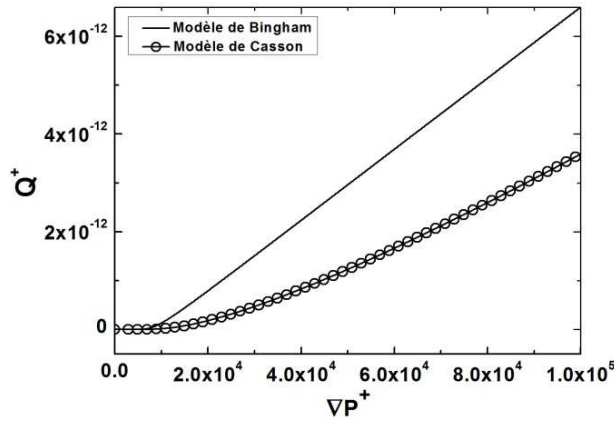


Figure 3.21. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une autre distribution tri-modale où $m_2 = 2m_1$, $m_3 = 3m_1$ et $\sigma_1 = 2\sigma_2/3$, $\sigma_3 = 2\sigma_1$ (fluides de Casson et de Bingham).

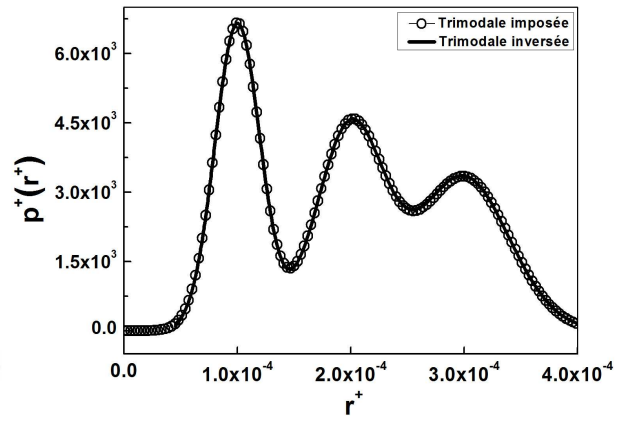


Figure 3.22. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une autre distribution tri-modale où $m_2 = 2m_1$, $m_3 = 3m_1$ et $\sigma_1 = 2\sigma_2/3$, $\sigma_3 = 2\sigma_1$ pour un fluide de Casson.

Conclusion :

Cette méthode est donc aussi efficace pour un fluide de Casson que pour un fluide de Bingham, quelle que soit la distribution de tailles des pores.

3.8 Modèle de Herschel-Bulkley

3.8.1 Formulation du problème et solution

Ce modèle de Herschel-Bulkley est étudié parce qu'il décrit le comportement rhéologique de la plupart des fluides non-newtoniens à seuil de manière plus réaliste. En fait, il s'agit d'une généralisation du modèle de Bingham, afin de tenir compte du comportement rhéofluidifiant ou rhéoépaississant des fluides réels. Dans ce modèle, au-delà de la contrainte seuil τ_0 , la linéarité du taux de cisaillement a été remplacée par un comportement en loi de puissance. Il s'agit donc d'un modèle à trois paramètres : la contrainte seuil τ_0 , la consistance du fluide k et l'indice de fluidité n . La loi de comportement rhéologique décrivant ce modèle est donnée par :

$$\left\{ \begin{array}{ll} \underline{\underline{\tau}} = 2 \left(k \left(\sqrt{2 \underline{\underline{D}} : \underline{\underline{D}}} \right)^{n-1} + \frac{\tau_0}{\sqrt{2 \underline{\underline{D}} : \underline{\underline{D}}}} \right) \underline{\underline{D}} & \text{pour } \sqrt{\frac{\underline{\underline{\tau}} : \underline{\underline{\tau}}}{2}} > \tau_0 \\ \underline{\underline{D}} = 0 & \text{pour } \sqrt{\frac{\underline{\underline{\tau}} : \underline{\underline{\tau}}}{2}} \leq \tau_0 \end{array} \right. \quad (3.30)$$

i)-Calcul du noyau :

Sachant que l'écoulement est en régime stationnaire laminaire (faible nombre de Reynolds), l'équation de Cauchy pour les fluides non-newtoniens se simplifie sous la forme suivante :

$$\overline{\text{div}}(\underline{\underline{\tau}}) = \nabla P \quad (3.31)$$

En utilisant les coordonnées cylindriques dans le cas d'un tube capillaire (3.31) se réduit à :

$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} (r \tau_{rz}) = \nabla P \quad (3.32)$$

En y introduisant la loi de comportement du fluide et la condition aux limites d'adhérence ($u_z(R) = 0$) on obtient le champ de vitesse de cet écoulement.

$$\left\{ \begin{array}{ll} u_z^+ = \frac{nR}{(n+1)} \left(\frac{\nabla P R}{2k} \right)^{1/n} \left[\left(1 - \frac{r_0}{R} \right)^{(1+n)/n} - \left(\frac{r}{R} - \frac{r_0}{R} \right)^{(1+n)/n} \right] & \text{pour } r > r_0 \\ u_z^- = \frac{nR}{(n+1)} \left(\frac{\nabla P R}{2k} \right)^{1/n} \left[\left(1 - \frac{r_0}{R} \right)^{(1+n)/n} \right] & \text{pour } r \leq r_0 \end{array} \right. \quad (3.33)$$

En intégrant cette vitesse dans les deux domaines d'écoulements on obtient les débits respectifs à travers la conduite circulaire

$$\left\{ \begin{array}{ll} q^+ = \int_{r_0}^R 2\pi r u_z^+ dr & \text{pour } r > r_0 \\ q^- = \int_0^{r_0} 2\pi r u_z^- dr & \text{pour } r \leq r_0 \end{array} \right. \quad (3.34)$$

Finalement, le débit élémentaire à travers un capillaire de section circulaire qui constitue le noyau recherché a pour expression :

$$q(\nabla P, r, n) = n\pi r^3 \left(\frac{\nabla P r}{2k} \right)^{1/n} \left(1 - \frac{r_0}{r} \right)^{(n+1)/n} \left[\frac{\left(1 - \frac{r_0}{r} \right)^2}{(3n+1)} + \frac{\frac{2r_0}{r} \left(1 - \frac{r_0}{r} \right)}{(2n+1)} + \frac{\left(\frac{r_0}{r} \right)^2}{(n+1)} \right] \quad (3.35)$$

On peut également retrouver cette solution dans les ouvrages suivants [94, 96, 97, 98, 99, 100, 101]. Une fois ce noyau introduit dans l'équation de Volterra nous avons procédé à une inversion dans les cas particuliers suivants :

ii)-solution dans le cas où $n = 1/q$, $q \in \mathbb{N}^*$

Nous avons pu inverser ce problème qui généralise partiellement cette étude à un modèle de fluide non-newtonien de type «Herschel-Bulkley» rhéofluidifiant. En effet, la densité de probabilité de tailles de pores dans le cas où $n = 1/q$, $q \in \mathbb{N}^*$ est obtenue sous la forme suivante :

$$p(r) = \frac{2^{(q+3)} k^q (\nabla P)^2}{16(q!) \pi \tau_0 r^{(q+3)}} \left[(q+4) \frac{\partial^{(q+1)}}{\partial \nabla P^{(q+1)}} + \nabla P \frac{\partial^{(q+2)}}{\partial \nabla P^{(q+2)}} \right] Q \Big|_{\nabla P = \frac{2\tau_0}{r}} \quad (3.36)$$

iii)-Solution dans le cas où $n \in \mathbb{Q}$

Dans le cas où l'indice de fluidité n' est réel, il est toujours possible de trouver un nombre $n \in \mathbb{Q}$ qui représente avec une très bonne approximation le nombre réel n' car $\mathbb{Q}$ est dense. Dans ces conditions, il est possible d'obtenir une relation générale entre la densité de probabilité $p(r)$ [102] et les dérivées partielles successives du débit $\partial^i Q / \partial \nabla P^i$ qui peuvent être fractionnaires [103] :

$$p(r) = \frac{2^{(1+3n)/n} k^{1/n} (\nabla P)^2}{16((1/n)!) \pi \tau_0 r^{(1+3n)/n}} \left[\left(\frac{1+4n}{n} \right) \frac{\partial^{\left(\frac{1+n}{n}\right)}}{\partial \nabla P^{\left(\frac{1+n}{n}\right)}} + \nabla P \frac{\partial^{\left(\frac{1+2n}{n}\right)}}{\partial \nabla P^{\left(\frac{1+2n}{n}\right)}} \right] Q \Big|_{\nabla P = \frac{2\tau_0}{r}} \quad (3.37)$$

On vérifiera par la suite la validité de ces expressions (éq. 3.36 et éq. 37), après normalisation des équations comme précédemment. Il est à noter que certaines difficultés peuvent provenir du fait que les dérivées sont de type fractionnaire et qu'elles sont difficiles à évaluer numériquement. Cependant dans le cas où n est fractionnaire, il est toujours possible d'identifier la distribution $p(r)$ obtenue à partir de la relation précédente (3.37) et de procéder au calcul direct en injectant cette solution dans l'équation intégral de Volterra (éq. 3.12) pour obtenir la caractéristique résultante du calcul et de la comparer à celle introduite initialement.

3.8.2 Inversion sous forme adimensionnelle et validation

On pose comme précédemment : $r^+ = r/L$ et $\nabla P^+ = \Delta P / \tau_0 = \Delta P^+$. Le débit élémentaire adimensionnel du fluide de Herschel-Bulkley devient :

$$q^+(\nabla P^+, r^+, n) = He^{H-B} \frac{1}{2^{1/n}} \frac{1}{(2n+1)} \frac{1}{(\nabla P^+)^3} (r^+ \nabla P^+ - 2)^{(1+1/n)} \cdot \left\{ 8n^2 + 4n(n+1)r^+ \nabla P^+ + (n(2n+3)+1)r^{+2} (\nabla P^+)^2 \right\} \quad (3.38)$$

où le nombre de Hedström dans le cas d'un fluide de Herschel Bulkley [104] :

$$He^{H-B} = \rho \tau_0^{(2-n)/n} L^2 / k^{2/n} \quad (3.39)$$

Le débit caractéristique est alors défini comme :

$$q_{c,n} = \frac{n\pi}{(3n+1)(n+1)} \left(\frac{Lk^{1/n} \tau_0^{(n-1)/n}}{\rho} \right) \quad (3.40)$$

i)-Calcul direct

Le nombre de Hedström est toujours pris égal à $He^{H-B} = 0,02$. La densité de probabilité supposée est une gaussienne dont la moyenne des rayons de pore est $m = 1\mu m$ et l'écart type fixé est $\sigma = 0,2\mu m$. On effectue le calcul direct pour obtenir les courbes caractéristiques « débit-gradient de pression » (fig. 3.23) pour différents indices de fluidité $0,5 < n < 1,5$.

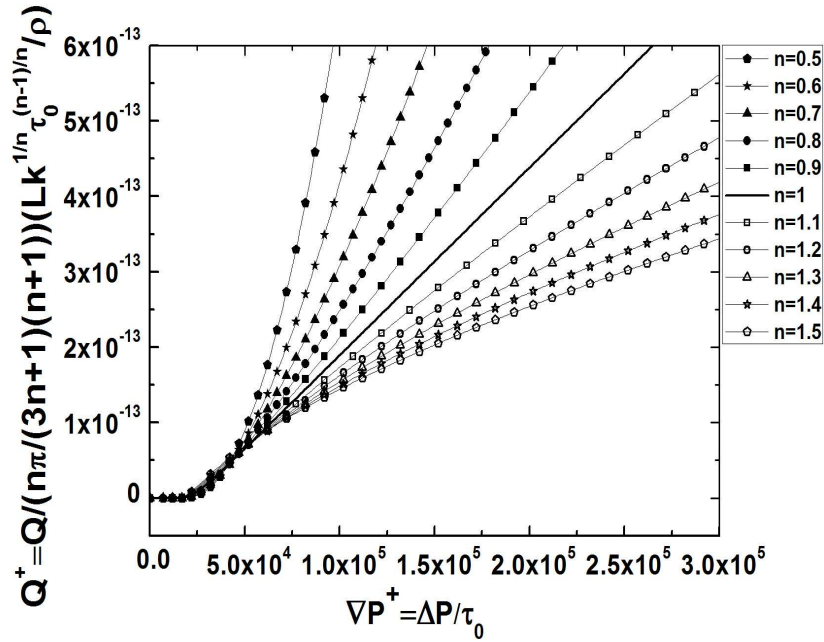


Figure 3.23. Évolution de Q^+ en fonction de gradient de pression ∇P^+ pour différents indices de fluidité.

Il est à remarquer que si on observe plus en détail la zone de transition aux faibles ∇P^+ sur la figure 3.23 ci-dessus, on peut remarquer que les courbes se croisent au voisinage de $\nabla P^+ = 4,5.10^4$ pour les fluides viscoplastiques rhéofluidiants, et aux environs de $\nabla P^+ = 5.10^4$ pour les fluides viscoplastiques rhéoépaississants comme le montre la figure 3.24 :

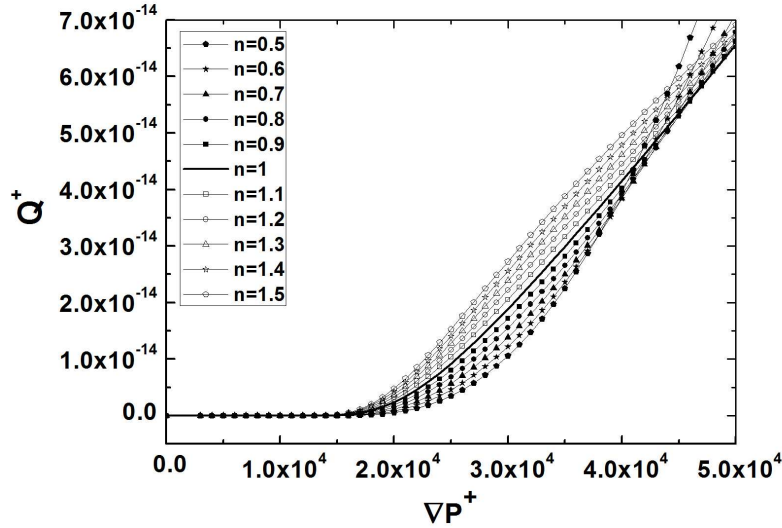


Figure 3.24. Évolution de Q^+ en fonction de gradient de pression ∇P^+ pour différents indices de fluidité au voisinage des faibles gradients.

Il est important de noter que pour les besoins de nos calculs inverses pour retrouver notre distribution initialement supposée, nous n'avons besoin que des valeurs $\nabla P^+ < 10^5$. La valeur maximum $\nabla P^+ = 10^5$ correspond au plus petit pore $r^+ = 2.10^{-5}$ qui peut être déterminé par l'inversion. Celui-ci correspond en fait à $r^+_{\min} = (m - 6\sigma)/L$ choisi au préalable.

ii)-Calcul inverse pour $n = 1/q$, $q \in \mathbb{N}^*$ et validation

Nous avons également réussi à inverser ce problème pour $n = 1/q$, où q est un nombre entier naturel non nul, et à obtenir une expression littérale de la distribution de taille de pores $p(r)$. La formule adimensionnelle de la distribution des tailles de pores correspondant à un fluide de Herschel-Bulkley (pour $n = 1/q$) s'écrit sous la forme suivante :

$$p^+(r^+) = \frac{q(\nabla P^+)^{(q+5)}}{16(q+3)(q+1)(q!)He^{H-B}} \left((q+4) \frac{\partial^{(q+1)} Q^+}{\partial \nabla P^{+(q+1)}} + \nabla P^+ \frac{\partial^{(q+2)} Q^+}{\partial \nabla P^{+(q+2)}} \right) \Bigg|_{\nabla P^+ = \frac{2}{r^+}} \quad (3.41)$$

Pour confirmer la validité de cette expression d'inversion de la densité de probabilité $p^+(r^+)$ on représente ici les différents résultats obtenus pour $q=2$ et $q=3$ appliqués aux trois types de distributions utilisées précédemment (gaussienne, bi et tri-modale).

• Pour $n = 1/2$

L'expression de la densité de probabilité devient alors :

$$p^+(r^+) = \frac{(\nabla P^+)^7}{240He^{H-B}} \left(6 \frac{\partial^3 Q^+}{\partial \nabla P^{+3}} + \nabla P^+ \frac{\partial^4 Q^+}{\partial \nabla P^{+4}} \right) \Bigg|_{\nabla P^+ = \frac{2}{r^+}} \quad (3.42)$$

✓ Distribution gaussienne

La courbe caractéristique de la réponse en débit en fonction de gradient de pression est représentée sur la figure 3.25 ci-dessous :

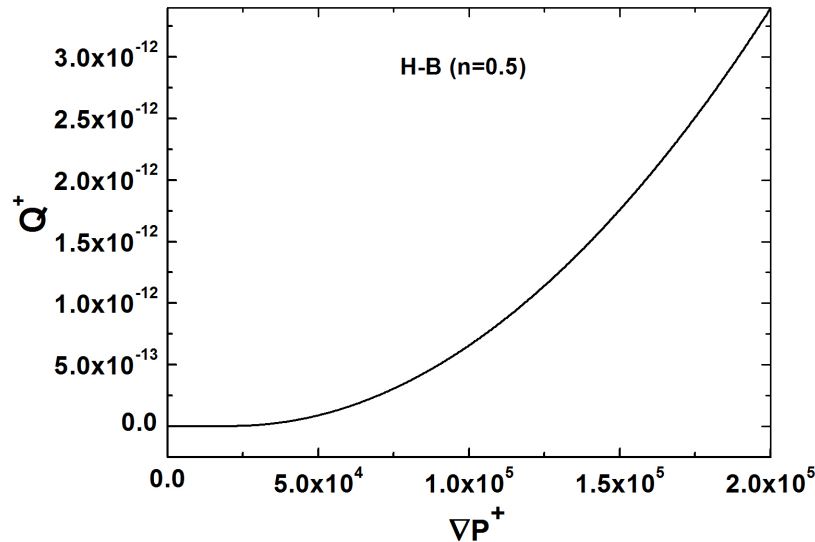


Figure 3.25. Évolution de Q^+ en fonction de gradient de pression ∇P^+ pour une distribution gaussienne en utilisant un fluide de Herschel-Bulkley ($n=0.5$).

À partir des valeurs données dans cette courbe caractéristique on peut remonter à la distribution de rayons du milieu étudié, grâce à l'expression 3.42. La figure 3.26 montre une parfaite concordance entre les distributions supposée et celle calculée. On peut conclure que l'expression de l'inversion (équ. 3.41) est validée pour $n=1/2$.

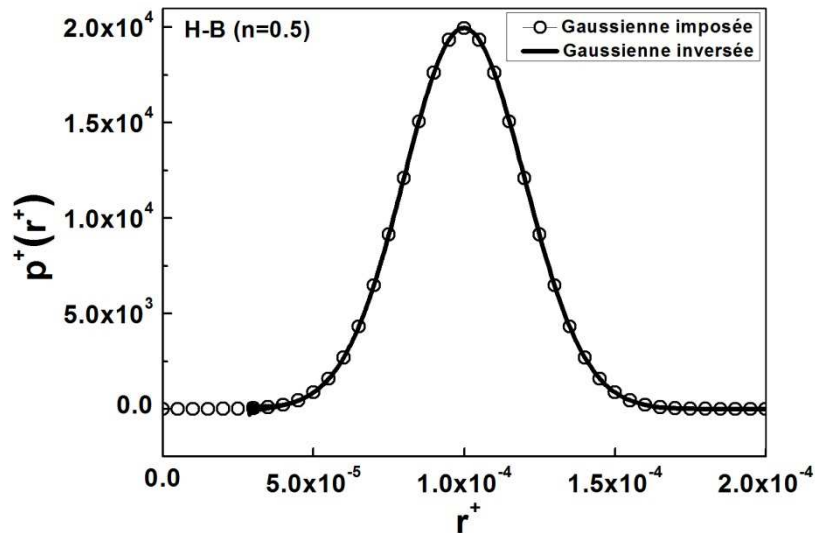


Figure 3.26. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une distribution gaussienne en utilisant un fluide de Herschel-Bulkley pour ($n=0,5$).

Le même succès a été obtenu en utilisant les distributions de type gaussien bi ou tri-modal. Les figures 3.28, 3.30, 3.32 et 3.34 ci-dessous représentent les résultats obtenus :

✓ Distributions bimodale et tri-modale

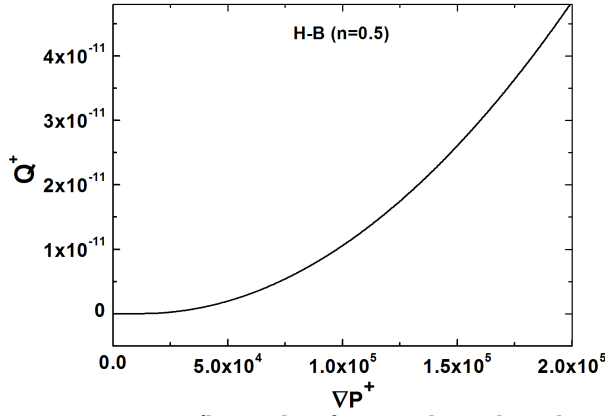


Figure 3.27. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et le même σ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n = 0,5$).

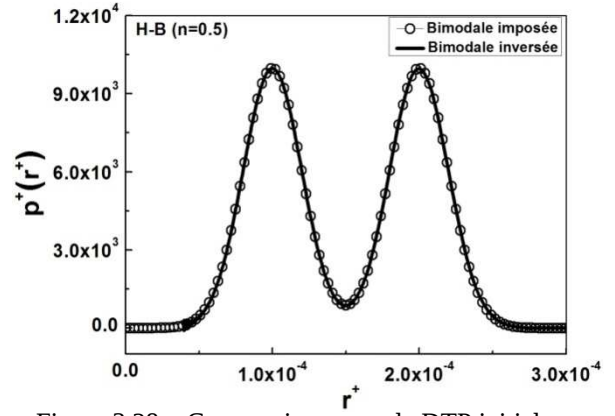


Figure 3.28. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et le même σ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n = 0,5$).

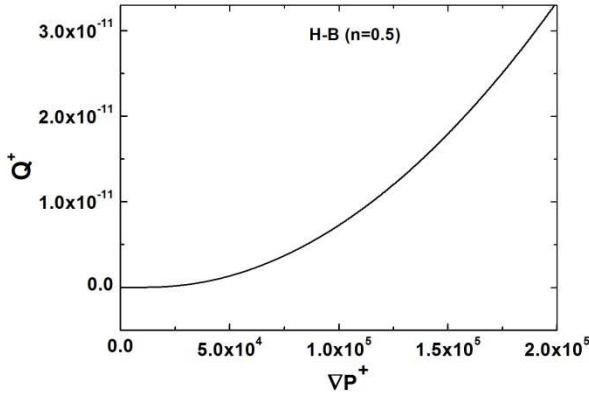


Figure 3.29. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et le même σ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n = 0,5$).

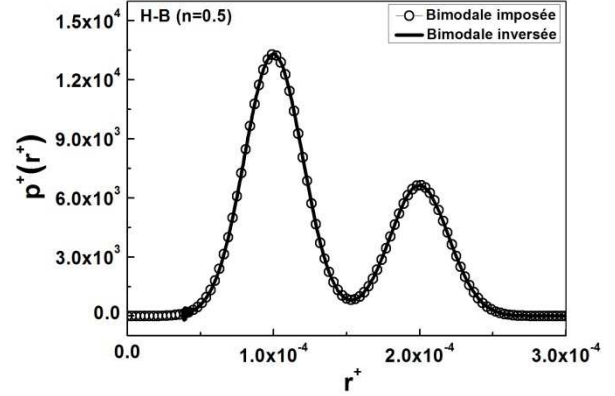


Figure 3.30. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et le même σ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n = 0,5$).

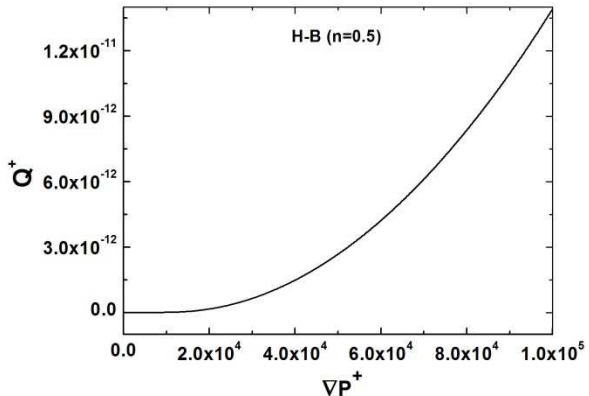


Figure 3.31. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et $\sigma_2 = 2\sigma_1$ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n = 0,5$).

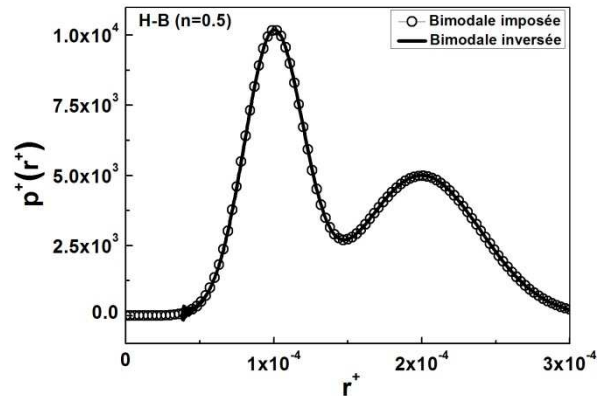


Figure 3.32. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et $\sigma_2 = 2\sigma_1$ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n = 0,5$).

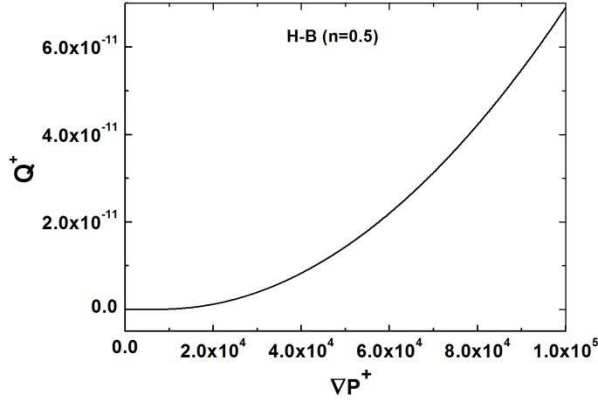


Figure 3.33. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une distribution tri-modale avec $m_2 = 2m_1$, $m_3 = 3m_1$ et $\sigma_1 = 2\sigma_2/3$, $\sigma_3 = 2\sigma_1$ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=0,5$).

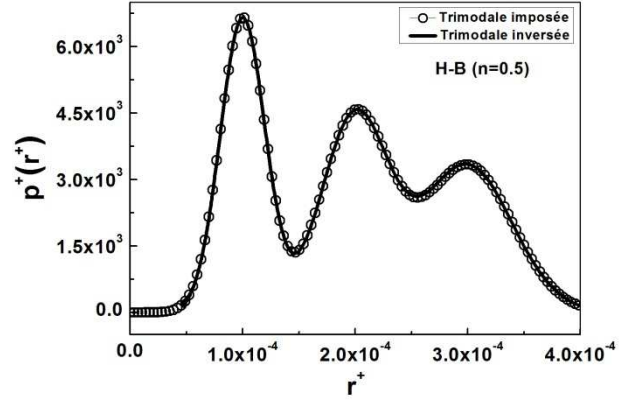


Figure 3.34. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une distribution tri-modale avec $m_2 = 2m_1$, $m_3 = 3m_1$ et $\sigma_1 = 2\sigma_2/3$, $\sigma_3 = 2\sigma_1$ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=0,5$).

- Pour $n = 1/3$

Dans ce cas, l'expression adimensionnelle de l'inversion de la distribution de tailles de pores est donnée par :

$$p^+(r^+) = \frac{(\nabla P^+)^8}{768He^{H-B}} \left(7 \frac{\partial^4 Q^+}{\partial \nabla P^{+4}} + \nabla P^+ \frac{\partial^5 Q^+}{\partial \nabla P^{+5}} \right) \bigg|_{\nabla P^+ = \frac{2}{r^+}} \quad (3.43)$$

On illustre ci-dessous les différents résultats pour des distributions gaussienne, bi-tri-modale pour $n=1/3$

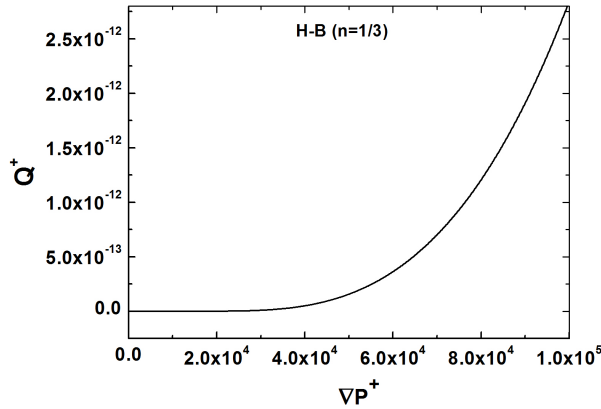


Figure 3.35. Évolution de Q^+ en fonction de gradient de pression ∇P^+ pour une distribution gaussienne en utilisant un fluide de Herschel-Bulkley ($n=1/3$).

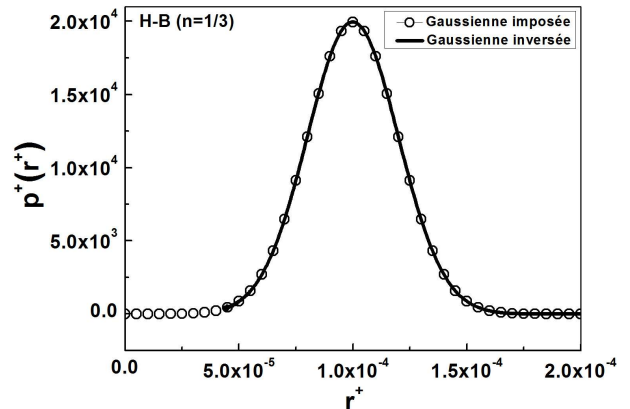


Figure 3.36. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une distribution gaussienne en utilisant un fluide de Herschel-Bulkley ($n=1/3$).

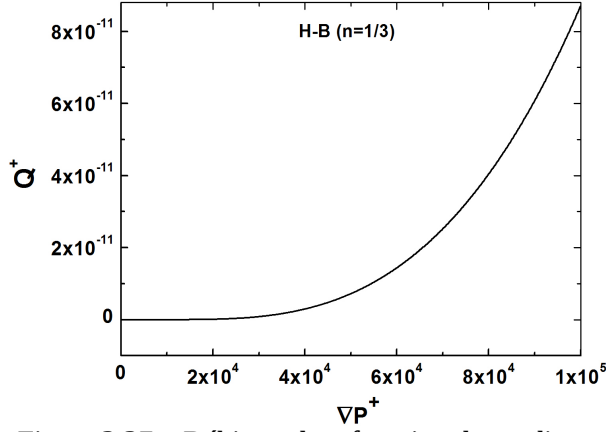


Figure 3.37. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et le même σ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n = 1/3$).

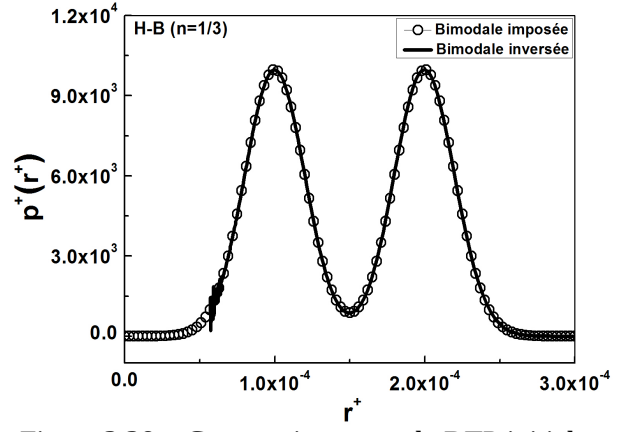


Figure 3.38. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et le même σ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n = 1/3$).

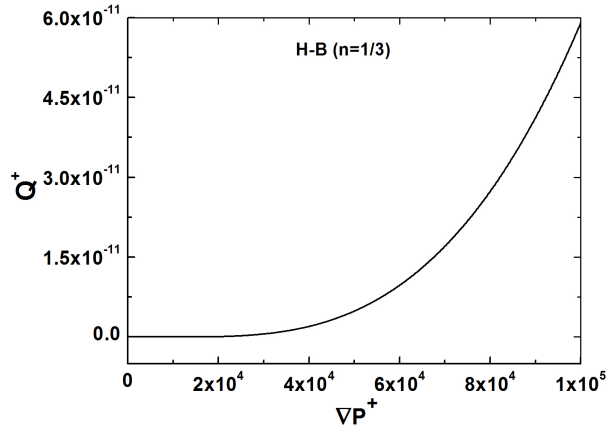


Figure 3.39. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et le même σ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n = 1/3$).

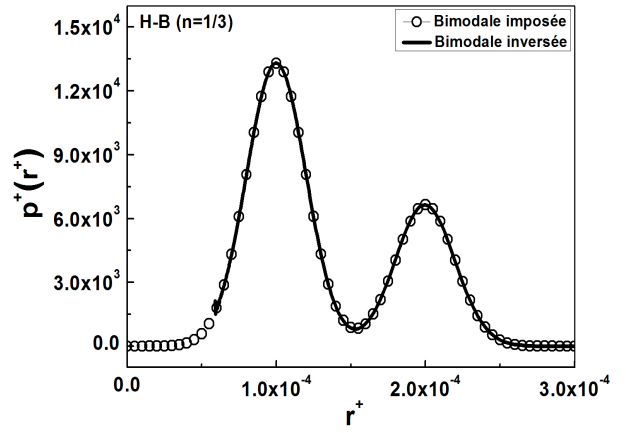


Figure 3.40. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et le même σ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n = 1/3$).

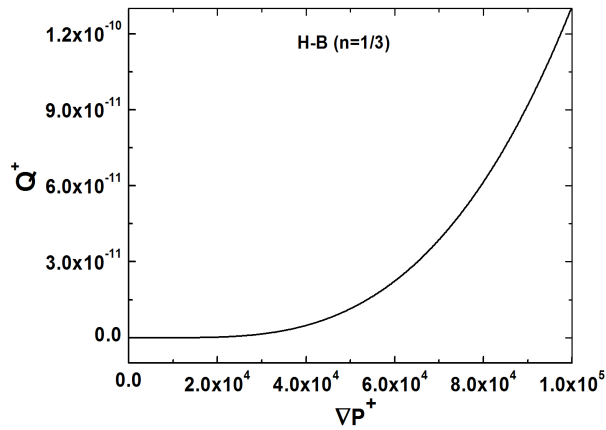


Figure 3.41. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et $\sigma_2 = 2\sigma_1$ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n = 1/3$).

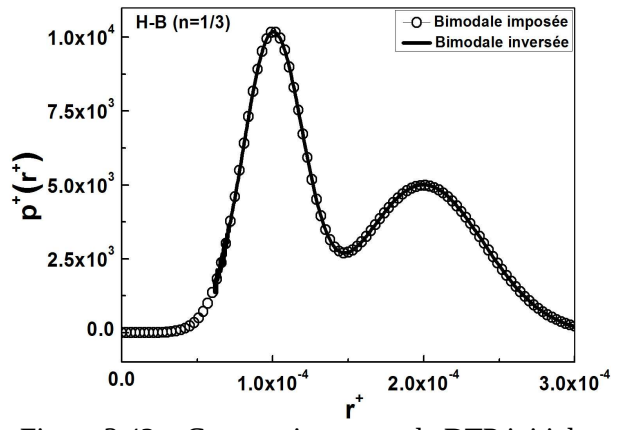


Figure 3.42. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et $\sigma_2 = 2\sigma_1$ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n = 1/3$).

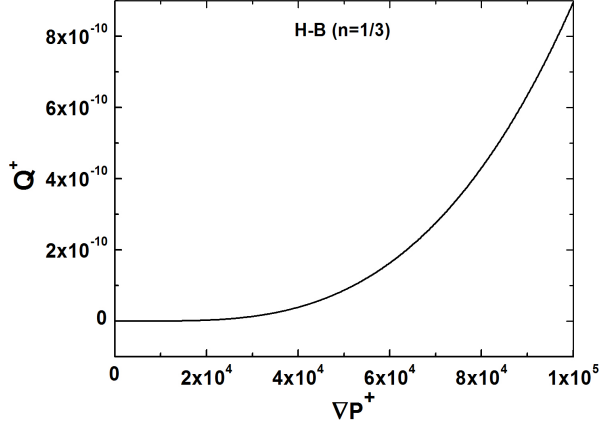


Figure 3.43. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une distribution tri-modale avec $m_2 = 2m_1$, $m_3 = 3m_1$ et $\sigma_1 = 2\sigma_2/3$, $\sigma_3 = 2\sigma_1$ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=1/3$).

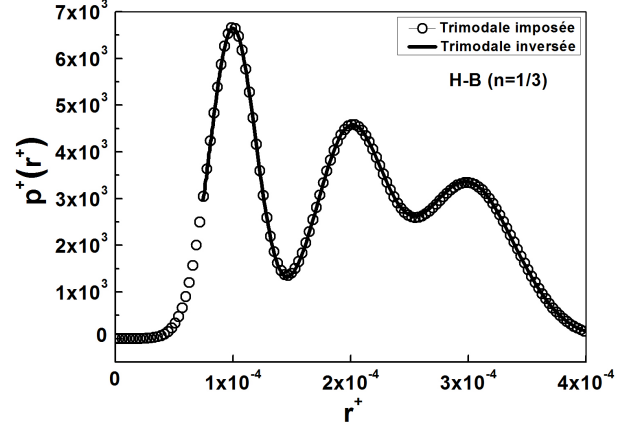


Figure 3.44. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une distribution tri-modale avec $m_2 = 2m_1$, $m_3 = 3m_1$ et $\sigma_1 = 2\sigma_2/3$, $\sigma_3 = 2\sigma_1$ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=1/3$).

Conclusion et remarques :

Nous venons de traiter les cas particuliers correspondant à des fluides de type Herschel-Bulkley dont l'indice de fluidité s'exprime sous la forme proche de $n=1/q$ où q est un entier. On constate dans ce cas qu'il y a une bonne concordance entre la distribution calculée et celle imposée initialement. Cependant, il faut signaler que dans tous les cas, la distribution calculée est tronquée aux petits pores. En effet, à cause des bruits numériques introduit par le manque de points, nécessaires aux calculs précis des dérivées successives d'ordres supérieurs du débit total par rapport au gradient de pression (jusqu'à la dérivée cinquième pour $n=1/3$). Cependant, l'allure de la distribution imposée est parfaitement restituée, d'où la validation de la formule d'inversion (éq. 3.36). Néanmoins, dans tous nos calculs inverses nous avons essayé d'éliminer le bruit numérique apparaissant dans la distribution $p^+(r^+)$ dans la zone des petits rayons de pores, avec l'option de « NIntegrate », utilisée dans le calcul direct par le code de calcul « Mathematica », qui augmente la précision du calcul numérique. En optimisant l'intervalle de variation du gradient de pression afin qu'il corresponde au domaine d'évolution de la distribution de tailles de pores souhaitée nous augmentons aussi la précision de calcul.

iii)-Calcul inverse pour n' réel

Comme un nombre réel ($n' \in \mathbb{R}$) peut toujours être approximé par un nombre fractionnaire ($n \in \mathbb{Q}$), dans ce cas la formule générale normalisée de la distribution des rayons r^+ peut être calculée par [105] :

$$p^+(r^+) = \frac{n(\nabla P^+)^{(1+5n)/n}}{16(1+3n)(1+n)((1/n)!)He^{H-B}} \left(\left(\frac{1+4n}{n} \right) \frac{\partial^{\left(\frac{1+n}{n}\right)} Q^+}{\partial \nabla P^+ \left(\frac{1+n}{n}\right)} + \nabla P^+ \frac{\partial^{\left(\frac{1+2n}{n}\right)} Q^+}{\partial \nabla P^+ \left(\frac{1+2n}{n}\right)} \right) \Bigg|_{\nabla P^+ = \frac{2}{r^+}} \quad (3.44)$$

• Pour $n = 3/2$

Le but ici, est de prouver que l'expression de la DTP (éq. 3.44) appliquée à une distribution supposée gaussienne est applicable.

On utilise toujours $He^{H-B} = 0,02$. Dans ce cas :

$$p^+(r^+) = \frac{3(\nabla P^+)^{17/3}}{32(11/2)(5/2)(0.02)(2/3)!} \left(\left(\frac{14}{3} \right) \frac{\partial^{5/3} Q^+}{\partial \nabla P^{+5/3}} + \nabla P^+ \frac{\partial^{8/3} Q^+}{\partial \nabla P^{+8/3}} \right) \bigg|_{\nabla P^+ = \frac{2}{r^+}} \quad (3.45)$$

Une fois calculée les valeurs de la fonction caractéristique correspondante à la distribution supposée, nous avons procédé au lissage de ses 1000 points par une fonction polynomiale $f_i(x)$ du 25^{ème} degré (eq. 3.46), car ce polynôme est nécessaire aux calculs des dérivées fractionnaires définies par la relation 3.47 citée ci-dessous définie par Riemann 1953 [106] et utilisées par la formule 3.45 qui nous permet de calculer la distribution inverse. La courbe caractéristique calculée d'une manière directe à partir de cette dernière distribution inverse, est comparée à celle obtenue initialement avec la distribution supposée. La comparaison avec succès des deux courbes sur la figure 3.45 prouve la validité de l'expression 3.45.

$$f_i(x) = \sum_{i=0}^n a_i x^i \quad (3.46)$$

$$\frac{d^\nu(x^m)}{dx^\nu} = \frac{\Gamma(m+1)}{\Gamma(m-\nu+1)} x^{m-\nu} \quad (3.47)$$

où : ν est l'ordre de dérivation non-entier, Γ la fonction de Gamma et m l'ordre du monôme à dériver. Dans notre étude, la relation ci-dessus sera utilisée pour calculer les différentes dérivées fractionnaires qui interviennent dans chaque cas traité, après le lissage nécessaire discuté précédemment.

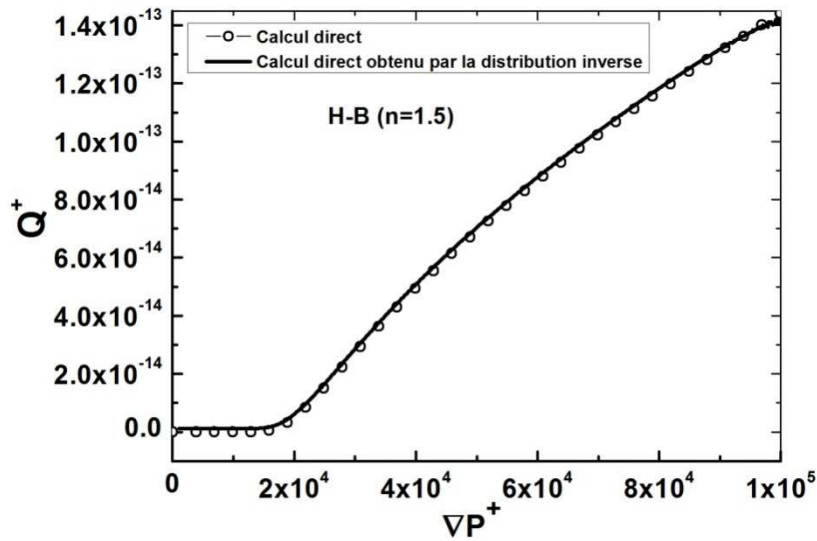


Figure 3.45. : Comparaison entre la courbe caractéristique obtenue par la distribution supposée et celle utilisant la distribution inverse obtenue par l'équation 3.44 dans le cas d'une distribution gaussienne et un fluide de Herschel-Bulkley ($n=3/2$).

Malgré les difficultés liées au calcul des dérivées fractionnaires, nous avons essayé d'identifier la distribution inverse pour la comparer à celle imposée initialement. Pour cela nous avons lissé les 1000 points de la caractéristique directe, par une fonction polynomiale d'ordre 40 afin d'augmenter la précision des calculs. Par la suite nous avons procédé au calcul des dérivées fractionnaires qui interviennent dans le cas de $n=3/2$ (i.e. les dérivées d'ordres $5/3$ et $8/3$). Finalement, la distribution est calculée par le biais de l'équation 3.45. La figure 3.46 ci-dessous montre le résultat du calcul inverse comparé à la distribution gaussienne supposée :

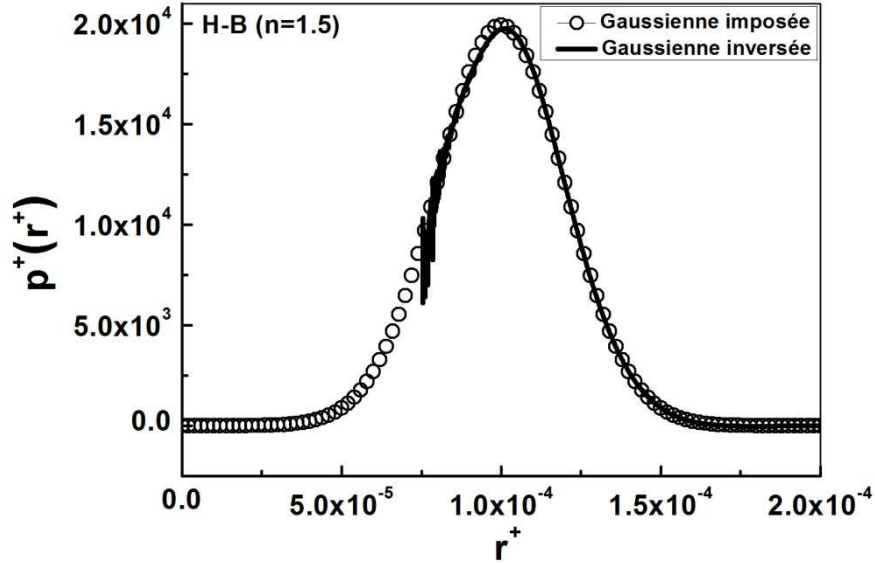


Figure 3.46. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée par la relation d'inversion pour une distribution gaussienne et un fluide de Herschel-Bulkley pour $n=3/2$.

Malgré le bruit qui apparaît dans la zone des petits pores sur la figure (3.46), dû au manque de précision dans la détermination de la fonction d'interpolation de lissage nécessaire au calcul des dérivées fractionnaires, la figure précédente confirme la possibilité d'obtenir la distribution supposée par un calcul inverse via l'expression de l'équation 3.45. Cette méthode reste donc toujours efficace.

Pour les raisons qui viennent d'être évoquées, dans le cas de la distribution bimodale, nous nous contenterons de comparer la courbe caractéristique calculée d'une manière directe à partir de la distribution inverse, à celle obtenue initialement avec la distribution supposée. Le même succès que dans le cas précédent est obtenu pour la distribution bimodale (fig. 3.47). La figure 3.48 montre cette comparaison. Il est néanmoins à remarquer l'apparition de bruit numérique aux grands gradients de pression, qui correspondent aux petits rayons pour les raisons citées ci-dessus.

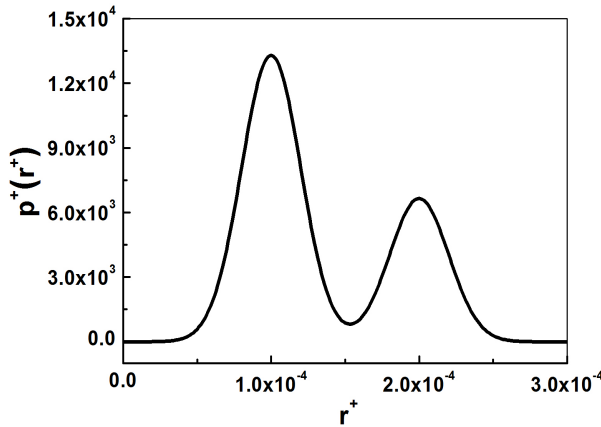


Figure 3.47. : Distribution bimodale imposée.

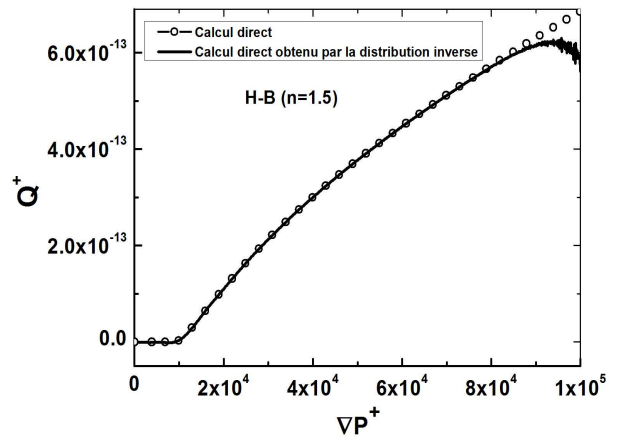


Figure 3.48. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée par la relation d'inversion pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et le même σ et un fluide de Herschel-Bulkley pour $n=3/2$.

• Pour $n = 4/3$

Pour $(n = 4/3)$, on voulait vérifier l'influence de l'ordre de la dérivée fractionnaire dans la relation (3.44), sachant qu'on impose toujours au premier temps une distribution gaussienne.

$$p^+(r^+) = \frac{4(\nabla P^+)^{23/4}}{48(15/3)(7/3)(0,02)(3/4)!} \left(\left(\frac{19}{4} \right) \frac{\partial^{7/4} Q^+}{\partial \nabla P^{+7/4}} + \nabla P^+ \frac{\partial^{11/4} Q^+}{\partial \nabla P^{+11/4}} \right) \Big|_{\nabla P^+ = \frac{2}{r^+}} \quad (3.48)$$

La figure 3.49 représente la comparaison des caractéristiques obtenues par la même procédure que précédemment. La caractéristique directe constituée de 1000 points a été lissée par un polynôme d'ordre 25, pour le calcul des dérivées fractionnaires. Dans ce cas la précision du polynôme n'est pas suffisante pour permettre de récupérer toute la distribution initiale. Cependant, lorsqu'on augmente l'ordre du polynôme à 40, nous arrivons à mieux parcourir la distribution, mais les fluctuations apparaissent encore pour les petits rayons comme le montre la figure 3.51.

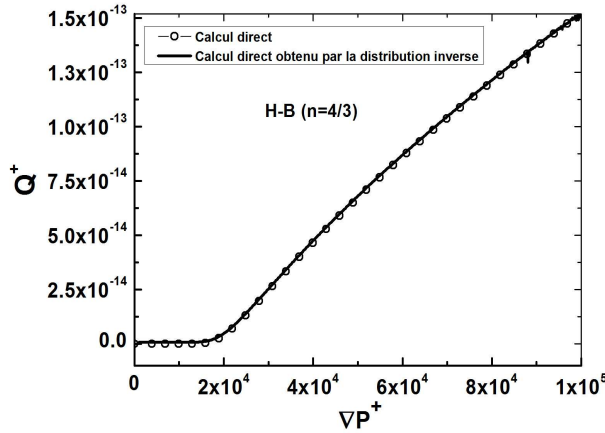


Figure 3.49. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée par la relation d'inversion pour une distribution gaussienne et un fluide de Herschel-Bulkley pour $n = 4/3$.

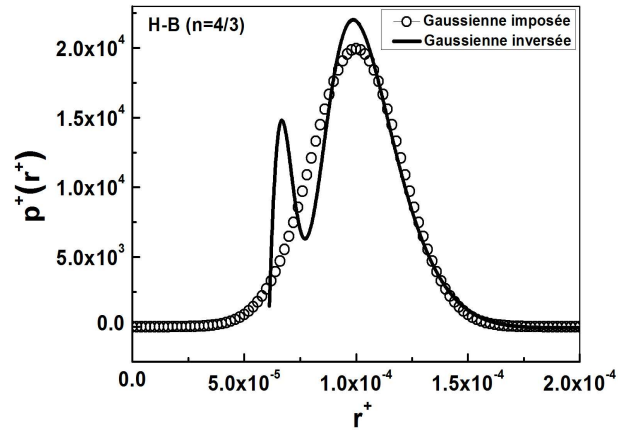


Figure 3.50. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée par la relation d'inversion pour une distribution gaussienne et un fluide de Herschel-Bulkley pour $n = 4/3$ (polynôme d'ordre 25).

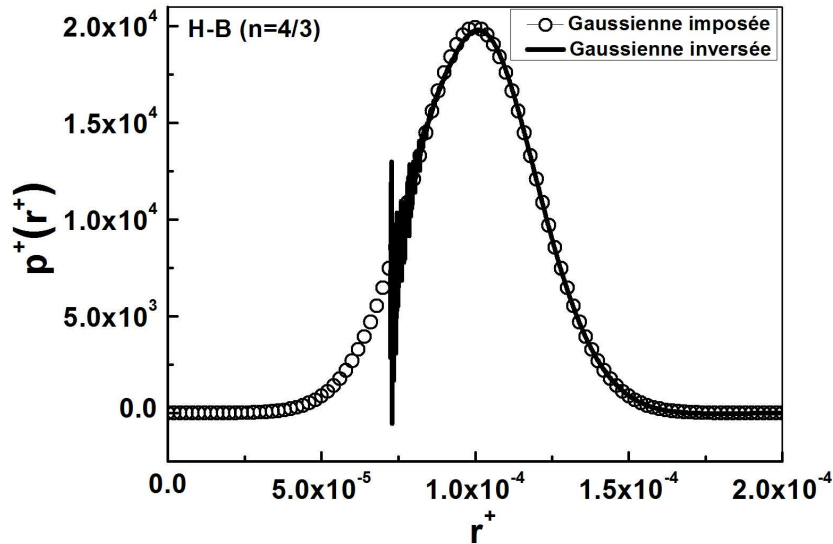


Figure 3.51. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée par la relation d'inversion pour une distribution gaussienne et un fluide de Herschel-Bulkley pour $n = 4/3$ (polynôme d'ordre 40).

Pour une distribution de type bimodale (voir figure 3.47), nous avons testé et confirmé encore l'exactitude du résultat précédent à travers la figure 3.52 qui donne les caractéristiques, mais sans donner la distribution inverse qui n'est pas aisée à obtenir numériquement :

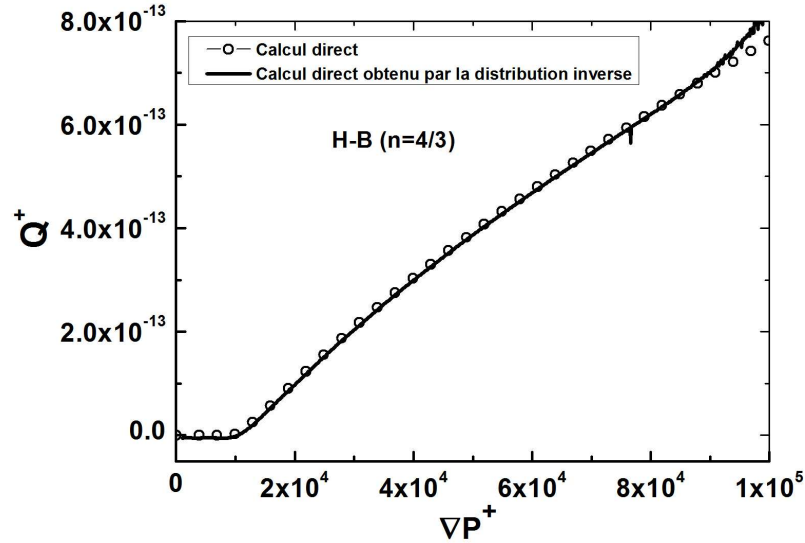


Figure 3.52. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée par la relation d'inversion pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et le même σ et un fluide de Herschel-Bulkley pour $n = 4/3$.

Conclusion et constatation

Malgré les bruits rencontrés au voisinage des petits pores, les résultats ci-dessus corroborent parfaitement la validité de l'inversion du problème étudié dans le cas des fluides de Herschel-Bulkley contenant une puissance fractionnaire de type p/q . Dans ce cas, nous avons essayé d'optimiser la méthode d'interpolation polynomiale en procédant à plusieurs lissages d'ordres différents. Nous avons constaté que pour $n = 3/2$, l'ordre 25 du polynôme n'est pas suffisant pour obtenir la distribution recherchée. Dans ce cas nous avons utilisé un ordre 40 plus élevé. Celui-ci améliore les calculs mais dans ce cas on assiste à une divergence des résultats aux grands gradients de pression. On remarque la même chose dans le cas où $n = 4/3$. Partant, on peut conclure que l'expression de la distribution de tailles de pore généralisée (éq. 3.37) reste efficace et pertinente malgré les difficultés introduites par le calcul des dérivées fractionnaires.

3.9 Modèle de Robertson-Stiff

3.9.1 Formulation du problème et solution

Robertson et Stiff ont introduit une autre généralisation du modèle de Bingham, pour décrire le comportement rhéologique des fluides de forage et des boues de ciment. Ce type de fluide à seuil se comporte comme (voir les références du tableau 3.1) :

$$\begin{cases} \tau = k(\dot{\gamma}_0 + \dot{\gamma})^n \\ \tau_0 = k\dot{\gamma}_0^n \end{cases} \quad (3.49)$$

où τ_0 représente la contrainte seuil de Robertson-Stiff et le terme $\left((\tau_0/k)^{1/n} + \dot{\gamma}\right)$ est considéré comme le taux de cisaillement effectif. En raison de la relative complexité de l'évaluation des trois paramètres : k , τ_0 et n , le modèle de Robertson-Stiff a peu d'intérêt dans l'industrie du forage. Le principal avantage de ce modèle est le fait qui permet un meilleur ajustement de la courbe de l'écoulement contrainte/vitesse de déformation.

L'écoulement élémentaire à travers un tube de section circulaire est donné par :

$$\begin{cases} q(\nabla P, r, n) = \frac{\pi r^3}{(1+3n)} \left(\frac{\nabla P r}{2k} \right)^{1/n} \left(n - \frac{(1+3n)}{3} \left(\frac{r_0}{r} \right)^{1/n} + \frac{1}{3} \left(\frac{r_0}{r} \right)^{3+\frac{1}{n}} \right) \text{ pour } r \geq r_0 \text{ avec } \left(\nabla P = \frac{2\tau_0}{r_0} \right) \\ q(\nabla P, r, n) = 0 \text{ pour } r < r_0 \end{cases} \quad (3.50)$$

Solution dans le cas où $n \in \mathbb{R}$

Dans ce problème, comme les dérivées qui interviennent dans la relation d'inversion sont entières, nous n'avons pas les mêmes difficultés que celles rencontrées précédemment dans le cas de Herschel-Bulkley.

$$p(r) = \frac{2^5 n k^{1/n}}{16\pi \tau_0^{(1-n)/n} r^5} \left\{ 4 \left(\frac{n-1}{n} \right) \frac{\partial}{\partial \nabla P} + \left(\frac{6n-1}{n} \right) \nabla P \frac{\partial^2}{\partial \nabla P^2} + (\nabla P)^2 \frac{\partial^3}{\partial \nabla P^3} \right\} Q \Big|_{\nabla P = \frac{2\tau_0}{r}} \quad (3.51)$$

3.9.2 Inversion sous forme adimensionnelle et validation

Comme dans les cas précédents $r^+ = r/L$ et $\nabla P^+ = \Delta P / \tau_0 = \Delta P^+$. L'écoulement élémentaire adimensionnel à travers un tube de section circulaire devient alors :

$$\left\{ \begin{array}{l} q(\nabla P^+, r^+, n) = He^{R-S} r^{+3} (r^+ \nabla P^+)^{1/n} \left(n - \frac{2^{1/n} (1+3n)}{3} \left(\frac{1}{r^+ \nabla P^+} \right)^{1/n} + \frac{2^{3+\frac{1}{n}}}{3} \left(\frac{1}{r^+ \nabla P^+} \right)^{3+\frac{1}{n}} \right) \text{ pour } r^+ \geq r_0^+ \\ q(\nabla P^+, r^+, n) = 0 \text{ pour } r^+ < r_0^+ \text{ avec } \nabla P^+ = \frac{2}{r_0^+} \end{array} \right. \quad (3.52)$$

où le nombre de Hedström s'écrit : $He^{R-S} = \rho \tau_0^{(2-n)/n} L^2 / k^{2/n}$

et le débit caractéristique est donné par :

$$q_{c,n} = \frac{\pi L k^{1/n} \tau_0^{(n-1)/n}}{2^{1/n} (3n+1) \rho} \quad (3.53)$$

La distribution sans dimension de la taille de pores dont le rayon est compris entre r^+ et $r^+ + dr^+$ est pour $n \in \mathbb{R}$:

$$p^+(r^+) = \frac{n(\nabla P^+)^5}{16(1+3n)2^{1/n} He^{R-S}} \left\{ 4 \left(\frac{n-1}{n} \right) \frac{\partial Q^+}{\partial \nabla P^+} + \left(\frac{6n-1}{n} \right) \nabla P^+ \frac{\partial^2 Q^+}{\partial \nabla P^{+2}} + (\nabla P^+)^2 \frac{\partial^3 Q^+}{\partial \nabla P^{+3}} \right\} \bigg|_{\nabla P^+ = \frac{2}{r^+}} \quad (3.54)$$

On effectue le calcul direct pour une distribution gaussienne et pour différents indices de fluidité ; nous avons pris comme exemple : $m=10^{-6}$ m , $\sigma=2.10^{-7}$ m , $L=0,01$ m et $He^{R-S}=0,02$ comme dans tous les cas précédents.

Le résultat est représenté sur la figure 3.53 ci-dessous :

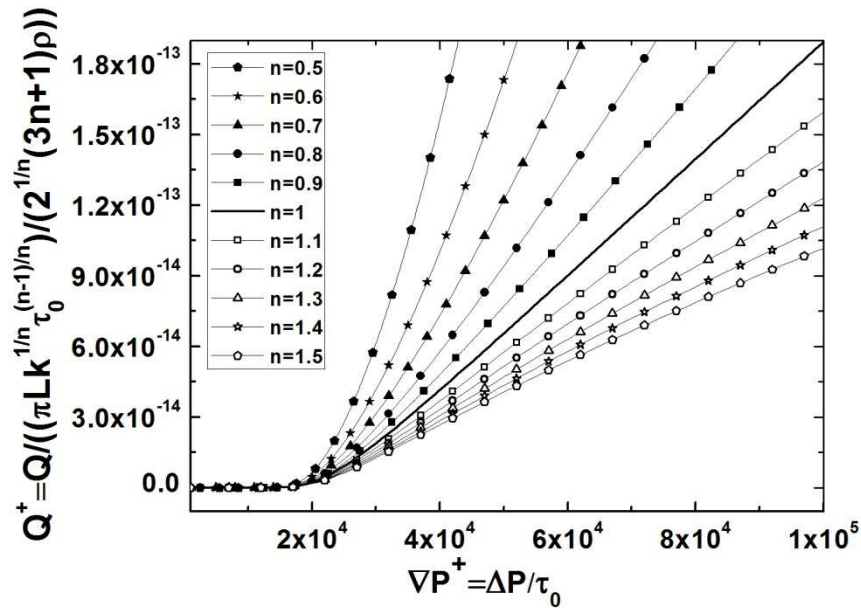


Figure 3.53. Évolution de Q^+ en fonction de gradient de pression ∇P^+ pour différents indices de fluidité dans le cas d'une distribution gaussienne et un fluide de Robertson-Stiff.

Nous avons vérifié l'exactitude de cette expression (éq. 3.54) pour $n=1/2$ dans le cas d'une distribution gaussienne mono et bimodale et pour $n=3/2$ dans le cas d'une gaussienne mono et tri-modale. On montre ci-dessous les résultats obtenus avec succès des calculs directs et inverses de la distribution de tailles de pores :

Pour $n=1/2$

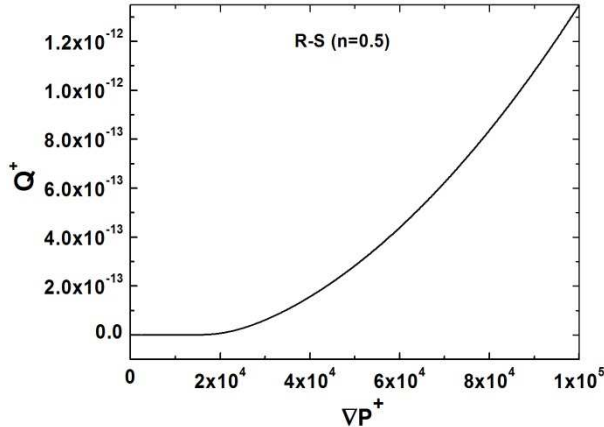


Figure 3.54. Réponse en débit en fonction de gradient de pression d'une distribution gaussienne pour un fluide de Robertson-Stiff pour $n=1/2$.

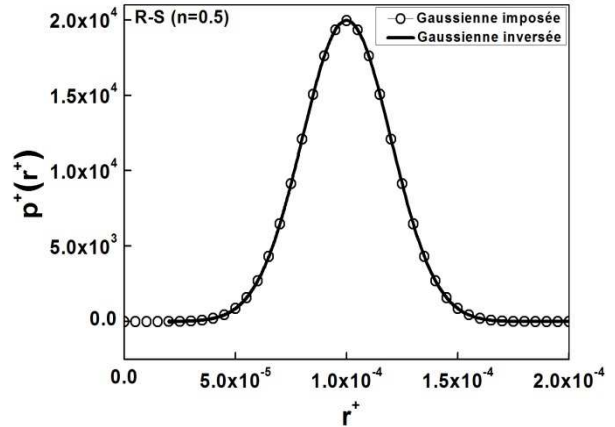


Figure 3.55. Distribution gaussienne obtenue avec l'expression d'inversion $p^+(r^+)$ pour un modèle de Robertson-Stiff comparée avec la distribution imposée pour $n=1/2$.

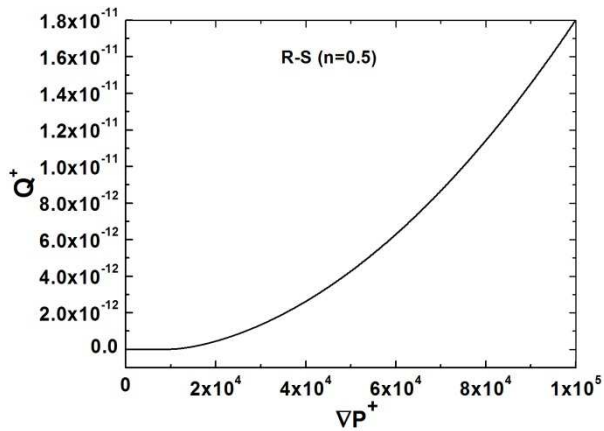


Figure 3.56. Réponse en débit en fonction de gradient de pression d'une distribution bimodale pour un fluide de Robertson-Stiff pour $n=1/2$.

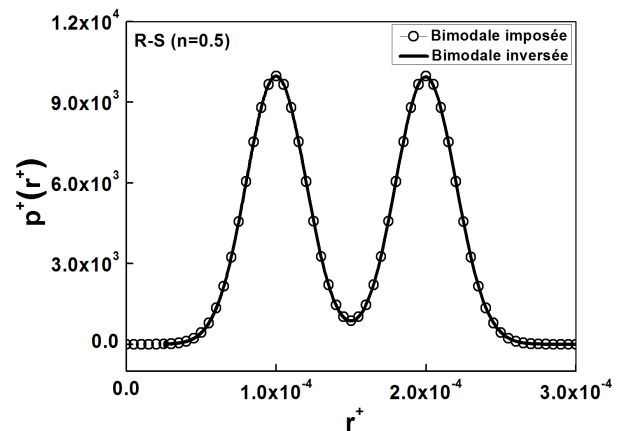


Figure 3.57. Distribution bimodale obtenue avec l'expression d'inversion $p^+(r^+)$ pour un modèle de Robertson-Stiff comparée avec la distribution imposée pour $n=1/2$.

Pour $n = 3/2$

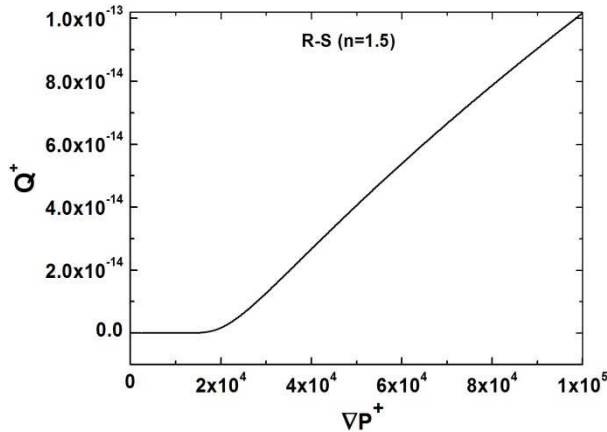


Figure 3.58. Réponse en débit en fonction de gradient de pression d'une distribution gaussienne pour un fluide de Robertson-Stiff pour $n=3/2$.

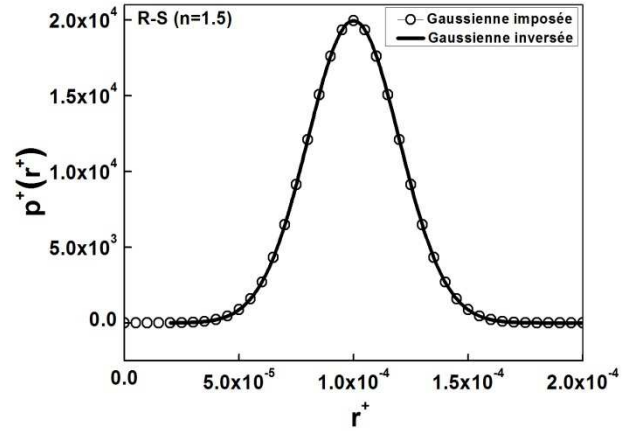


Figure 3.59. Distribution gaussienne obtenue avec l'expression d'inversion $p^+(r^+)$ pour un modèle de Robertson-Stiff comparée avec la distribution imposée pour $n=3/2$.

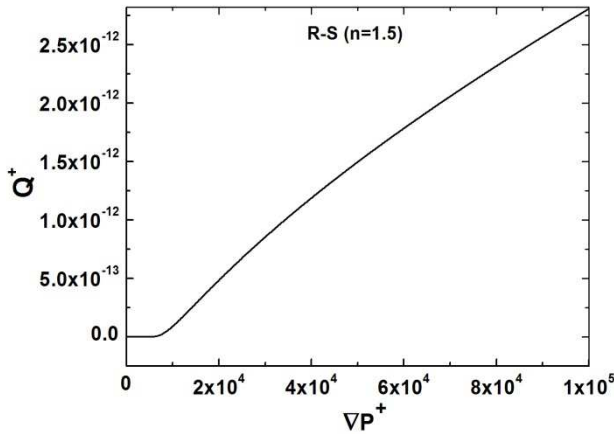


Figure 3.60. Réponse en débit en fonction de gradient de pression d'une distribution tri-modale pour un fluide de Robertson-Stiff pour $n=3/2$.

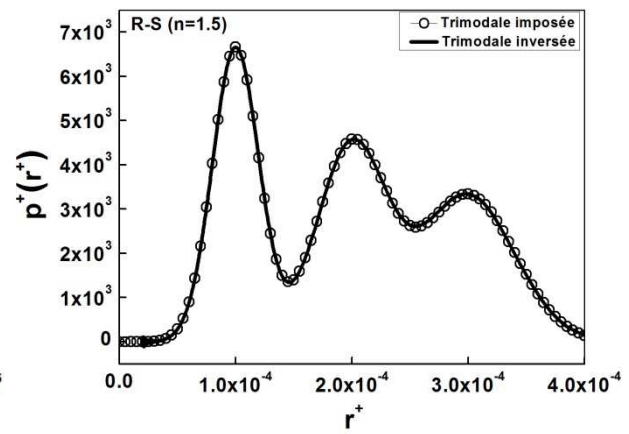


Figure 3.61. Distribution tri-modale obtenue avec l'expression d'inversion $p^+(r^+)$ pour un modèle de Robertson-Stiff comparée avec la distribution originale pour $n=3/2$.

Conclusion :

Dans ce cas, quoique le modèle rhéologique soit non linéaire et semblable à celui de Hershel-Bulkley, l'inversion du problème associé ne fait intervenir aucune dérivée fractionnaire car les dérivées successives ne dépendent pas de l'indice de fluidité. Pour ces raisons l'inversion est simple et précise.

3.10 Protocole expérimental pour la détermination d'une distribution

3.10.1 Modèle de Bingham

Les résultats des analyses donnés ci-dessus ont été obtenus analytiquement en résolvant l'équation de Volterra (3.16). Pour le calcul direct, on utilise la fonction numérique « NIntegrate » du code « Mathematica », cette fonction permet de calculer numériquement le débit total en fonction du gradient de pression $Q^+ = f(\nabla P^+)$ avec une grande précision. Cette courbe caractéristique est composée de 1000 points, ceux-ci ont pour but la reconstruction de la distribution via l'expression (3.19) obtenue par la solution du problème inverse constitué par l'équation intégrale de Volterra (3.16). Cette expression fait intervenir les dérivées deuxième et troisième (dérivées entières) du débit total en fonction de gradient de pression. Or, le calcul de la distribution inverse s'effectue numériquement à l'aide au logiciel « Excel » et les 1000 point de la caractéristique. Cependant, dans le cas des expériences courantes la courbe caractéristique n'est souvent obtenue que pour un nombre très réduit de valeurs expérimentales. Avec un échantillon de peu de points (environ 20 à 40), le problème rencontré est que ce nombre de points est insuffisant pour calculer les dérivées d'ordre élevé et par conséquent les résultats de la reconstruction de la densité de probabilité manqueront de précision. Nous pouvons résoudre ce problème pour les fluides de Bingham, en se basant sur une interpolation de type polynomial des éventuels résultats expérimentaux. Pour une bonne utilisation de cette méthode, on doit prendre en considération deux critères importants :

- L'optimisation du domaine de gradient de pression $\{\nabla P_{\min}^+, \nabla P_{\max}^+\}$ qui nous permet de retrouver les gammes de rayons $\{r_{\min}^+, r_{\max}^+\}$, ces deux variables sont reliés par la relation suivante $r^+ = 2/\nabla P^+$. Nous avons conclu par cette étude, dans le cas d'une distribution gaussienne qu'il suffit de prendre le domaine de rayon entre $\{(m - 3\sigma)/L, (m + 3\sigma)/L\}$.
- L'optimisation de l'ordre de la fonction polynomiale qui permet de lisser au mieux la courbe caractéristique est nécessaire. Par exemple : si le nombre de points expérimentaux est égal à 21, on peut lisser cette courbe par un polynôme d'ordre maximum 20.

Comme nous ne disposant pas encore de résultats expérimentaux, nous avons construit une courbe caractéristique $Q^+ = f(\nabla P^+)$ dite « expérimentale » par un calcul direct utilisant les paramètres déjà définis précédemment ; mais cette fois, nous n'avons choisi que 21 points uniformément répartis sur les 1000 points initiaux. Le lissage est ensuite effectué par une fonction polynomiale d'ordre 20. Avec cette fonction polynomiale on recalcule les 1000 points nécessaires de courbe caractéristique. A cette étape, on effectue le calcul inverse par le biais de la relation d'inversion (3.19).

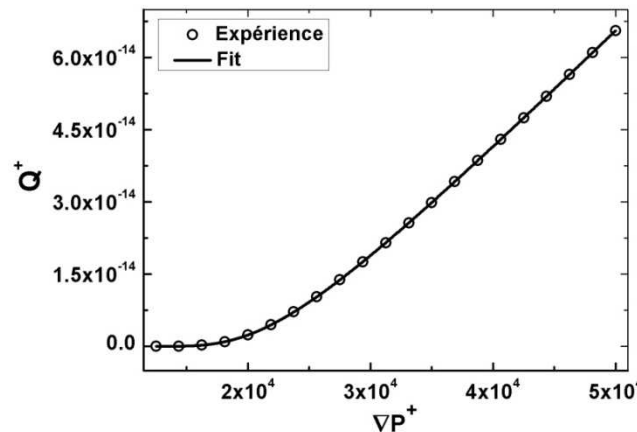


Figure 3.62. Comparaison entre la Courbe caractéristique dite expérimentale (21 points) et son lissage polynomial (d'ordre 20) dans le cas d'une distribution gaussienne pour un fluide de Bingham.

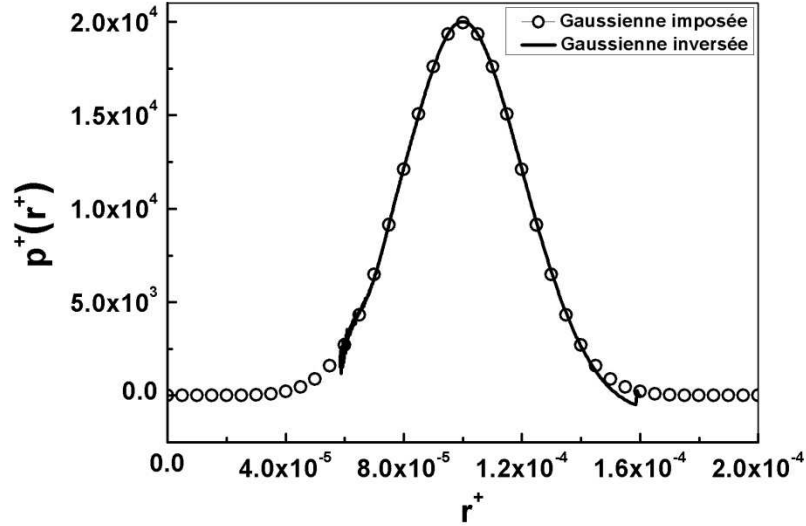


Figure 3.63. Détermination de la distribution originale à partir des 1000 points de la caractéristique restituée par le lissage polynomial des 21 points expérimentaux dans le cas d'un fluide de Bingham.

Cette figure montre une parfaite concordance entre la distribution initiale et celle obtenue par inversion en lissant la courbe caractéristique expérimentale de 21 points par un polynôme d'ordre 20. Le domaine du gradient de pression $\{\nabla P_{\min}^+ = 2/r_{\max}^+ = 1,25 \cdot 10^4, \nabla P_{\max}^+ = 2/r_{\min}^+ = 5 \cdot 10^4\}$ utilisé ici correspond au domaine des rayons : $\{r_{\min}^+ = (m - 3\sigma)/L = 4 \cdot 10^{-5}, r_{\max}^+ = (m + 3\sigma)/L = 1,6 \cdot 10^{-4}\}$.

Afin de comparer les résultats « expérimentaux » et théoriques, nous avons procédé à une inversion à partir des 1000 points de la caractéristique initiale. En effet, comme nous l'avons effectué au (3.6.3), on peut donner les résultats du calcul direct et inverse (1000 points) en ne considérant que le domaine du gradient de pression ∇P^+ qui correspond aux gammes de rayons $\{r_{\min}^+ = (m - 3\sigma)/L, r_{\max}^+ = (m + 3\sigma)/L\}$. Les résultats sont présentés sur la figure 3.65.

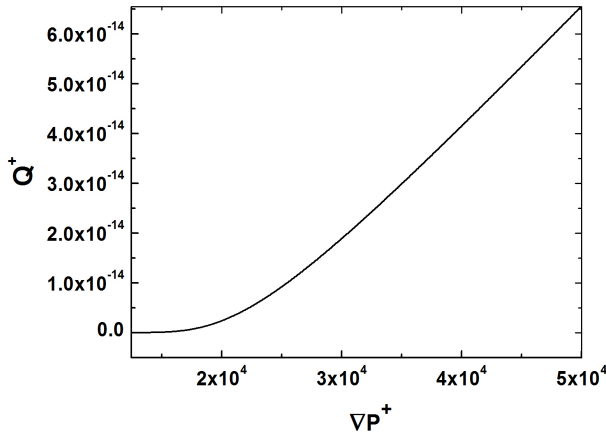


Figure 3.64. : Courbe caractéristique débit total en fonction du gradient obtenue analytiquement (1000 pts).

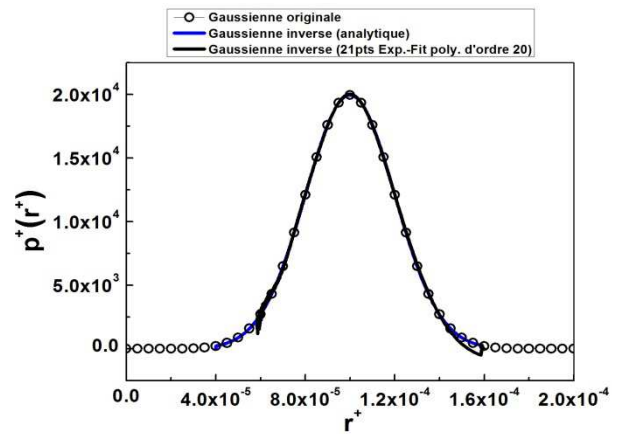


Figure 3.65. : Restitution de la distribution originale à partir de la courbe caractéristique.

On remarque dans cette figure 3.64 que la distribution inverse est parfaitement restituée dans le domaine $\{r_{\min}^+ = (m - 3\sigma)/L, r_{\max}^+ = (m + 3\sigma)/L\}$. Par conséquent le calcul inverse reste toujours efficace et pertinent dans le cas d'une expérience ne disposant que de 21 points.

Par ailleurs, si on augmente le nombre de points de la courbe caractéristique expérimentale de 21 à 41 points, et qu'on utilise un polynôme d'ordre 30, sachant qu'on garde toujours le domaine de rayons entre $\{r_{\min}^+ = (m - 3\sigma)/L, r_{\max}^+ = (m + 3\sigma)/L\}$, les résultats de ce calcul représentés ci-dessous montrent que 21 points suffisent largement dans le cas du fluide de Bingham.

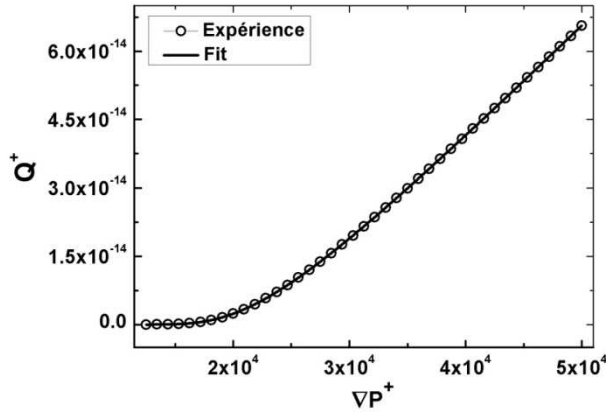


Figure 3.66. Comparaison entre la Courbe caractéristique dite expérimentale (41 points) et son lissage de 1000 points dans le cas d'une distribution gaussienne pour un fluide de Bingham.

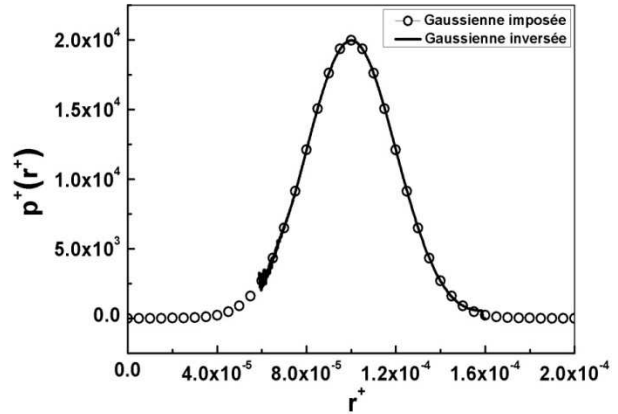


Figure 3.67. Restitution de la distribution originale à partir de la courbe débit-gradient de pression expérimentale pour un fluide de Bingham.

Conclusion :

Suite aux résultats précédents, on constate que dans le cas de l'expérience nous devons limiter les bornes inférieure et supérieure du gradient de pression qui correspond à la gamme de rayons $\{r_{\min}^+ = (m - 3\sigma)/L, r_{\max}^+ = (m + 3\sigma)/L\}$ car au-delà de ces bornes le calcul inverse ne permet pas une bonne restitution. Il faut néanmoins optimiser l'ordre de la fonction d'interpolation polynomiale qui dépend du nombre de points expérimentaux.

3.10.2 Modèle de Herschel-Bulkley pour $n = 0,5$

Dans le cas d'un fluide de Herschel-Bulkley d'indice de fluidité $n = 0,5$, nous nous sommes procédé à la même analyse que précédemment. On rappelle qu'on effectue cette étude dans l'intervalle de rayons égale à $\{r_{\min}^+ = (m - 3\sigma)/L, r_{\max}^+ = (m + 3\sigma)/L\}$ correspondant au domaine des gradients de pression suivant $\{\nabla P_{\min}^+ = 2/r_{\max}^+, \nabla P_{\max}^+ = 2/r_{\min}^+\}$. On utilise, les mêmes nombres de points expérimentaux (21 et 41) et on interpole les deux courbes caractéristiques respectivement par les polynômes d'ordre 20 et 30. Les résultats direct et inverse sont donnés sur les figures : 3.68, 3.69 et 3.70.

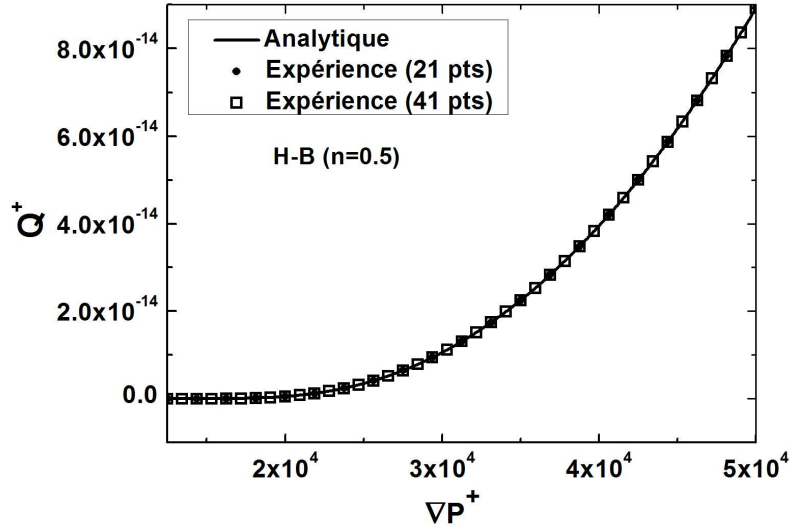


Figure 3.68. Courbes caractéristiques analytique et expérimentale (21 et 41 points) pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=0,5$).

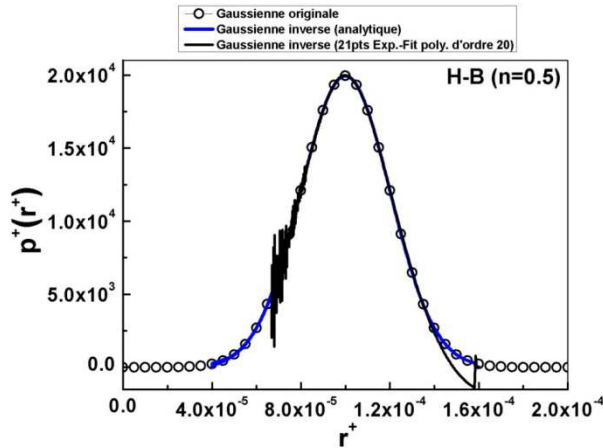


Figure 3.69. Restitution de la distribution originale à partir de la courbe débit-gradient de pression expérimentale (21 pts) pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=0,5$).

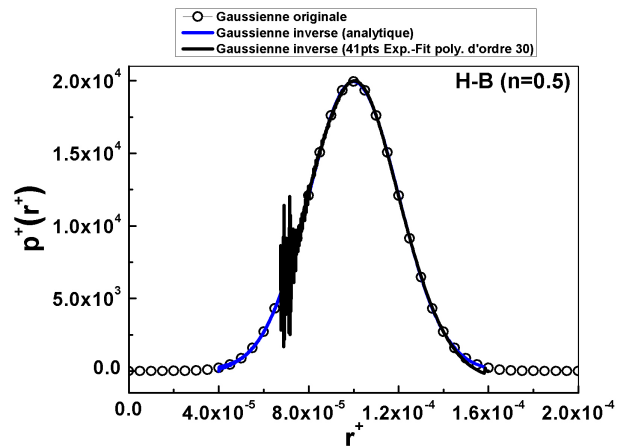


Figure 3.70. Restitution de la distribution originale à partir de la courbe débit-gradient de pression expérimentale (41 pts) pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=0,5$).

D'après les courbes des figures 3.69 et 3.70, on constate que la méthode de l'interpolation marche toujours pour une distribution gaussienne dans le domaine de rayons $r^+ = (m \pm 3\sigma)/L$ malgré l'existence de bruits dans la gamme des petits pores. Cela est dû à la fonction d'interpolation qui permet d'augmenter les points de la courbe caractéristique expérimentale. En effet, dans ce cas, l'influence des dérivées effectuées dans le calcul inverse jusqu'à la 4^{ème} dérivée est importante car elle réduit le nombre de points obtenus pour ces dérivée d'ordre élevé. Cependant on constate que l'augmentation du nombre de points de 21 à 41 n'affecte que la partie des grands rayons $r^+ = (m + 3\sigma)/L$.

3.11 Récapitulation

Le tableau 3.2 présente le noyau correspondant aux différentes lois rhéologiques des fluides à seuil, ainsi que l'expression analytique de la densité de probabilité inverse correspondant à chacun de fluides viscoplastiques à seuil

Modèle et Loi de comportement	Débit élémentaire $q(\nabla P, r, n)$ en $[m^3 s^{-1}]$	Distribution de tailles de pores $p(r)$ en $[m^{-1}]$
Bingham $\tau = \tau_0 + \mu \dot{\gamma}$	$q(\nabla P, r) = \frac{\pi \tau_0 r^4}{4 \mu r_0} \left(1 - \frac{4}{3} \frac{r_0}{r} + \frac{1}{3} \left(\frac{r_0}{r} \right)^4 \right)$	$p(r) = \frac{\mu (\nabla P)^2}{\pi \tau_0 r^4} \left[5 \frac{\partial^2 Q}{\partial \nabla P^2} + \nabla P \frac{\partial^3 Q}{\partial \nabla P^3} \right]$
Casson $\tau^{1/2} = \tau_0^{1/2} + (\mu \dot{\gamma})^{1/2}$	$q(\nabla P, r) = \frac{\pi \tau_0 r^4}{4 \mu r_0} \left(1 - \frac{16}{7} \left(\frac{r_0}{r} \right)^{1/2} + \frac{4}{3} \left(\frac{r_0}{r} \right) - \frac{1}{21} \left(\frac{r_0}{r} \right)^4 \right)$	$p(r) = \frac{2 \mu (\nabla P)^2}{\pi \tau_0 r^4} \left[\frac{15}{2} \frac{\partial^2 Q}{\partial \nabla P^2} + \frac{15}{2} \nabla P \frac{\partial^3 Q}{\partial \nabla P^3} + (\nabla P)^2 \frac{\partial^4 Q}{\partial \nabla P^4} \right]$
Herschel - Bulkley $\tau = \tau_0 + k \dot{\gamma}^n$	$q(\nabla P, r, n) = n \pi r^3 \left(\frac{\nabla P r}{2k} \right)^{1/n} \left(1 - \frac{r_0}{r} \right)^{(n+1)/n} \left[\frac{\left(1 - \frac{r_0}{r} \right)^2}{(3n+1)} + \frac{\frac{2r_0}{r} \left(1 - \frac{r_0}{r} \right) + \left(\frac{r_0}{r} \right)^2}{(2n+1)} + \frac{\left(\frac{r_0}{r} \right)^2}{(n+1)} \right]$	$p(r) = \frac{2^{(1+3n)/n} k^{1/n} (\nabla P)^2}{16 (1/n)! \pi \tau_0 r^{(1+3n)/n}} \left[\left(\frac{1+4n}{n} \right) \frac{\partial^{\left(\frac{1+n}{n} \right)} Q}{\partial \nabla P^{\left(\frac{1+n}{n} \right)}} + \nabla P \frac{\partial^{\left(\frac{1+2n}{n} \right)} Q}{\partial \nabla P^{\left(\frac{1+2n}{n} \right)}} \right]$
Robertson-Stiff $\begin{cases} \tau = k (\dot{\gamma}_0 + \dot{\gamma})^n \\ \tau_0 = k \dot{\gamma}_0^n \end{cases}$	$q(\nabla P, r, n) = \frac{\pi r^3}{(1+3n)} \left(\frac{\nabla P r}{2k} \right)^{1/n} \left(n - \frac{(1+3n)}{3} \left(\frac{r_0}{r} \right)^{1/n} + \frac{1}{3} \left(\frac{r_0}{r} \right)^{\frac{3+1}{n}} \right)$	$p(r) = \frac{2^5 n k^{1/n}}{16 \pi \tau_0^{(1-n)/n} r^5} \left[4 \left(\frac{n-1}{n} \right) \frac{\partial Q}{\partial \nabla P} + \left(\frac{6n-1}{n} \right) \nabla P \frac{\partial^2 Q}{\partial \nabla P^2} + \nabla P^2 \frac{\partial^3 Q}{\partial \nabla P^3} \right]$

Tableau 3.2. Récapitulatif des expressions de la densité de probabilité et de l'écoulement élémentaire pour différents fluides à seuil

3.12 Conclusion

Le problème inverse étudié consiste en la détermination de la distribution de la taille de pores d'un milieu poreux par la simple mesure de l'évolution du débit volumique d'un fluide à seuil qui le traverse en fonction du gradient de pression qui lui est imposé. Cette technique qui consiste à utiliser des fluides à seuil a été testée et validée avec succès dans le cas de tous les fluides testés. Cela concerne la presque totalité des modèles de fluides à seuil connus actuellement. La difficulté de cette méthode réside principalement dans le calcul des dérivées d'ordre élevé (entières ou fractionnaires) du débit en fonction du gradient de pression. Cette difficulté a été levée par l'utilisation d'un lissage polynomial de degré élevé et par l'augmentation de la précision. Cette façon de faire conduit à de très bons résultats sauf dans le calcul des dérivées fractionnaires d'ordre très élevé qui nécessitent un lissage encore plus soigné et une très grande précision dans les calculs.

Chapitre 4

Utilisation d'une méthode fréquentielle pour la détermination de la distribution de tailles de pores d'un milieu poreux

4.1 Fluides newtoniens

4.1.1 Approche analytique de Womersley

i)-Ecoulement instationnaire dans un tube capillaire

Dans cette partie de la thèse nous allons nous consacrer à l'utilisation d'une autre méthode basée sur l'analyse dynamique de la distribution de tailles de pores. Pour cela nous avons besoin de la réponse en fréquence du débit d'un capillaire de section circulaire, de longueur L et de rayon r à travers lequel s'écoule un fluide newtonien de densité ρ , de viscosité dynamique μ et de viscosité cinématique $\nu = \mu/\rho$, soumis à une sollicitation sinusoïdale en pression. Cette fois le gradient de pression n'est pas constant comme dans la première partie de ce travail. En effet, nous imposons ici un gradient de pression oscillatoire entre l'entrée et la sortie de tube cylindrique (voir la fig.4.1) :

$$\nabla P = \frac{\Delta P}{L} = A e^{i\omega t} = \nabla P_0 e^{i\omega t} \quad (4.1)$$

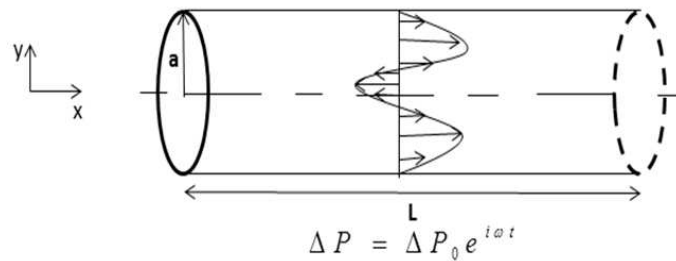


Figure 4.1. Ecoulement oscillatoire à travers un tube.

Comme le problème est linéaire la réponse du système soumis à une sollicitation sinusoïdale reste sinusoïdale. Dans ces conditions l'équation de Navier Stokes se réduit à celle de l'amplitude de la vitesse : $u(r', \omega, t) = \tilde{u}(r', \omega) e^{i\omega t}$ où $\omega = 2\pi f$ est la pulsation et f la fréquence d'oscillation, r' et r sont respectivement le rayon courant dans le tube et le rayon du tube :

$$\frac{\partial^2 \tilde{u}}{\partial r'^2} + \frac{1}{r'} \frac{\partial \tilde{u}}{\partial r'} + \frac{i^3 \omega}{\nu} \tilde{u} = \frac{-\nabla P_0}{\mu} \quad (4.2)$$

En coordonnées cylindriques (r, θ, z) la solution de cette équation différentielle de type Bessel a été obtenue par Womersley [60]. De notre côté nous avons vérifié cette solution en résolvant cette équation à l'aide de « Mathematica » :

$$\tilde{u}(r', \omega) = \frac{\nabla P_0}{i\rho\omega} \left[1 - \frac{J_0\left(i^{3/2} \frac{r'}{\delta}\right)}{J_0\left(i^{3/2} \frac{r}{\delta}\right)} \right] \quad (4.3)$$

où $\delta = \sqrt{\nu/\omega}$ est la profondeur de pénétration due à la diffusion de la quantité de mouvement du fluide. Ainsi, la vitesse en fonction du temps s'écrit :

$$u(\omega, r', t) = \frac{\nabla P_0}{i\rho\omega} \left[1 - \frac{J_0\left(i^{3/2} \frac{r'}{\delta}\right)}{J_0\left(i^{3/2} \frac{r}{\delta}\right)} \right] e^{i\omega t} \quad (4.4)$$

Soit $\alpha = r / \delta$ (appelé nombre de Womersley) le rayon du tube normalisé par l'épaisseur de diffusion $\delta = \sqrt{\nu/\omega}$. Il est à noter que si on normalise les longueurs par le rayon du tube : $r'_+ = r'/r$, on obtient une expression pour la vitesse qui dépend de ce nombre de Womersley α :

$$u(\omega, r'_+, t) = \frac{\nabla P_0}{i\rho\omega} \left[1 - \frac{J_0(\alpha r'_+ i^{3/2})}{J_0(\alpha i^{3/2})} \right] e^{i\omega t} \quad (4.5)$$

L'amplitude complexe du débit volumique calculé se réduit à :

$$\tilde{Q}(\omega, r) = \frac{\pi r^2 \nabla P_0}{i\rho\omega} \left[1 - \frac{2J_1\left(i^{3/2} \frac{r}{\delta}\right)}{i^{3/2} \frac{r}{\delta} J_0\left(i^{3/2} \frac{r}{\delta}\right)} \right] \quad (4.6)$$

Ou encore en fonction de α :

$$\tilde{Q}(\alpha, r) = \frac{\pi r^4 \nabla P_0}{i\mu\alpha^2} \left[1 - \frac{2J_1(\alpha i^{3/2})}{\alpha i^{3/2} J_0(\alpha i^{3/2})} \right] \quad (4.7)$$

Dans ces conditions le tube capillaire de rayon r se comporte comme une conductance complexe d'admittance $\tilde{G}(\omega, r)$:

$$\tilde{Q}(\alpha, r) = \tilde{G}(\alpha, r) \nabla P_0 \Rightarrow \tilde{G}(\alpha, r) = \frac{\pi r^4}{i\mu\alpha^2} \left[1 - \frac{2J_1(\alpha i^{3/2})}{\alpha i^{3/2} J_0(\alpha i^{3/2})} \right] \quad (4.8)$$

ii)-Module et la phase de l'admittance complexe

On normalisant l'expression de l'admittance complexe (éq. 4.8) par l'admittance aux très basses fréquences (TBF) :

$$G_{TBF}(r) = \frac{\pi r^4}{8\mu} \quad (4.9)$$

Cette admittance est celle que l'on peut calculer à partir de l'écoulement de Poiseuille dont on peut rappeler le champ de vitesse et le débit :

$$u(r') = \frac{r^2 \Delta P_0}{4\mu L} \left(1 - \left(\frac{r'}{r} \right)^2 \right)$$

$$Q = \int_0^r 2\pi u(r') r' dr' = \frac{\pi r^4}{8\mu} \nabla P_0 = G_{TBF} \nabla P_0$$

En faisant intervenir le nombre de Womersley $\alpha = r / \sqrt{\nu/\omega}$ l'expression normalisée de l'admittance est donnée par :

$$\tilde{G}_{Nor.}(\alpha) = \frac{\tilde{G}(\alpha, r)}{G_{TBF}(r)} = \frac{8}{i\alpha^2} \left[1 - \frac{2J_1(\alpha i^{3/2})}{\alpha i^{3/2} J_0(\alpha i^{3/2})} \right] \quad (4.10)$$

Le module $\|\tilde{G}_{Nor.}(\alpha)\|$ et la phase $\varphi(\alpha)$ de l'admittance complexe sont représentés en fonction du nombre de Womersley sur la fig. 4.2 ci-dessous. Dans ce cas la pente du module de l'admittance normalisée est de (-2) . Si on représente son évolution en fonction de α^2 la pente sera de (-1) caractéristique de la diffusion de quantité de mouvement dans la couche limite, et la fréquence de coupure α^* est de l'ordre de 1.

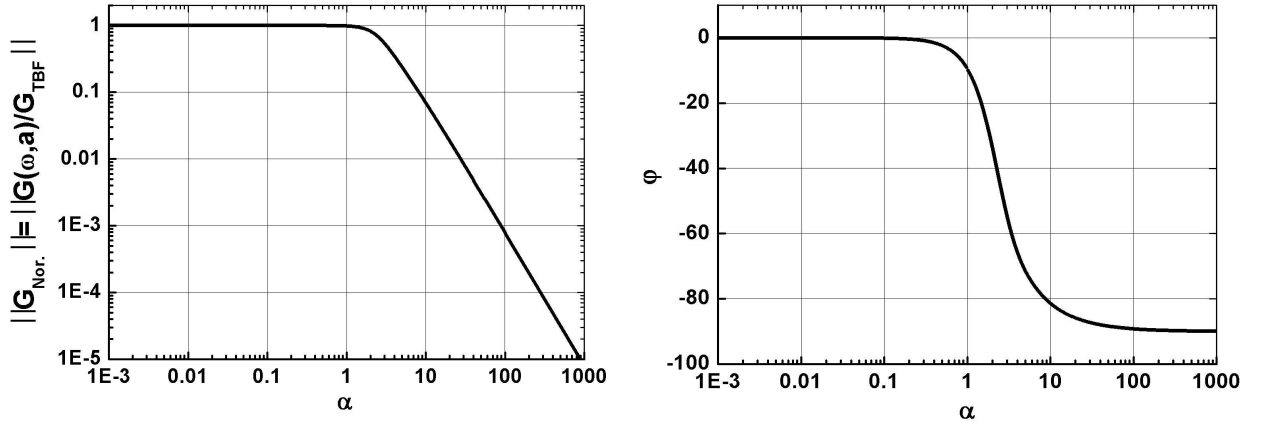


Figure 4.2. Module et phase de l'admittance complexe en fonction de la fréquence réduite α .

4.1.2 Etude numérique

i)-Problème de la longueur d'entrée

Analytiquement on est obligé d'imposer une différence de pression entre l'entrée et la sortie du tube circulaire pour pouvoir calculer le débit correspondant à l'écoulement étudié. Par contre numériquement, nous avons la possibilité d'imposer un débit à l'entrée du tube par le biais d'une vitesse uniforme. Ceci fait que l'écoulement doit s'établir dans le tube (voir fig. 4.3) et la longueur sur laquelle le champ de vitesse finit par s'établir est appelée longueur d'entrée, on la note L_e (la même situation se produit si l'on impose un débit dans la section de sortie : il existe une longueur de sortie, à l'amont de cette section, le long de laquelle l'écoulement s'établit). Cette longueur d'entrée peut être estimée, dans le cas stationnaire, en première approximation, comme égale à la distance sur laquelle l'épaisseur de la couche limite atteint le rayon du tube.

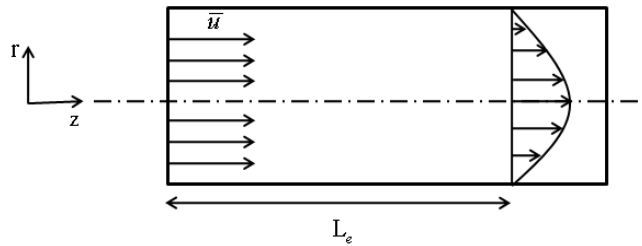


Figure 4.3. Longueur d'entrée à travers une canalisation.

Nous avons étudié ce problème stationnaire numériquement à l'aide du code de calcul de type volumes finis « Fluent », pour différents nombres de Reynolds. Nous avons utilisé un tube très long de rayon noté cette fois-ci par a et de longueur : $L = 50a$.

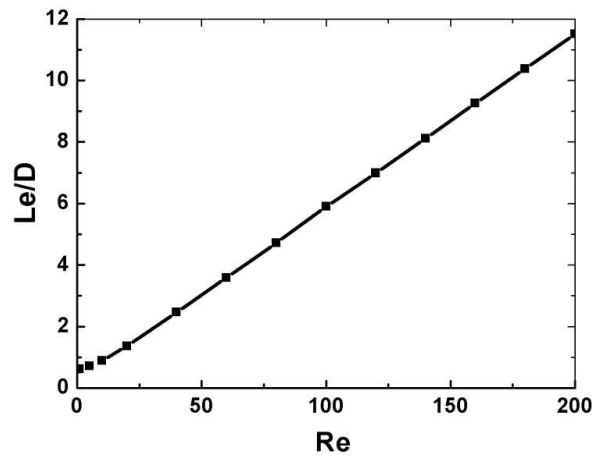


Figure 4.4. La longueur d'entrée normalisée par le diamètre $D = 2a$, en fonction de nombre de Reynolds $Re = \bar{u}D/\nu$ calculée numériquement.

On observe que cette courbe est une droite dont l'intersection avec l'axe des ordonnées est égale à 0,605 (quand $Re \rightarrow 0$) et dont la pente est de l'ordre de 0.056. Rappelons que cette étude a été réalisée expérimentalement par Comolet [107] dont on rappelle ici les résultats :

$$\begin{cases} \frac{L_e}{D} = 0.06 Re & \text{pour } Re \geq 100 \\ \frac{L_e}{D} \rightarrow 1.2 & \text{pour } Re \rightarrow 0 \end{cases} \quad (4.11)$$

En comparant les deux résultats, on s'aperçoit que la valeur de la pente est presque la même. Par contre la valeur de l'ordonnée à l'origine obtenue numériquement quand $Re \rightarrow 0$ est à peu près la moitié de la valeur obtenue expérimentalement. En résumé, le fait d'imposer un champ de vitesse uniforme, nous oblige à ne considérer que l'écoulement à l'aval de la longueur d'entrée et à l'amont de la longueur de sortie. Une autre alternative pour éviter ces difficultés consiste à introduire, par le biais d'une « UDF » (User Defined Function), le vrai profil de vitesse si celui-ci est déjà connu.

Finalement, nous avons à notre disposition deux moyens d'imposer l'écoulement au sein d'un tube : il s'agit soit d'imposer un débit, soit d'imposer un gradient de pression. Comme nous venons de le voir, imposer le débit sans connaître le bon profil de vitesse à introduire à l'entrée du tube n'est pas la bonne solution dans certaines situations de fluides non-newtoniens. Ceci nous a conduits à choisir la deuxième option car celle-ci évite la contrainte liée à la longueur d'entrée. En effet, les conditions aux limites en pression dont dispose le logiciel « Fluent » sont de deux types : «pressure inlet» et «pressure outlet». La première de ces conditions correspond à l'application d'une pression totale alors que la seconde correspond à une pression motrice. Si l'on veut que la différence de pression entre l'entrée et la sortie soit constante il est donc nécessaire de corriger la pression à l'entrée avec le terme de pression dynamique. Ceci a été réalisé grâce à la programmation d'une UDF. Pour vérifier que notre calcul est correct, nous avons déterminé en régime laminaire, pour différents nombres de Reynolds $Re = \bar{u} 2a / \nu$ et pour différentes longueurs de tubes ($L / 2a = 25$; $L / 2a = 1$; $L / 2a = 10^{-3}$), les débits correspondants. En théorie le débit et la différence de pression sont liés en régime stationnaire par la relation de Poiseuille. Sur la figure 4.5 nous montrons que les résultats numériques et théoriques coïncident parfaitement confirmant l'absence de la longueur d'entrée et l'efficacité de notre correction. En effet, sur cette figure nous avons tracé et comparé avec succès nos résultats numériques avec la relation théorique suivante :

$$\frac{\Delta Pa}{16L\bar{\rho}\bar{u}^2} = \frac{1}{Re} \quad (4.12)$$

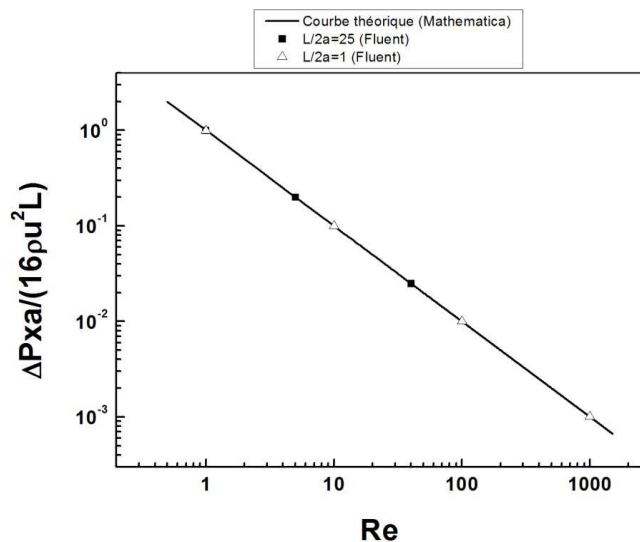
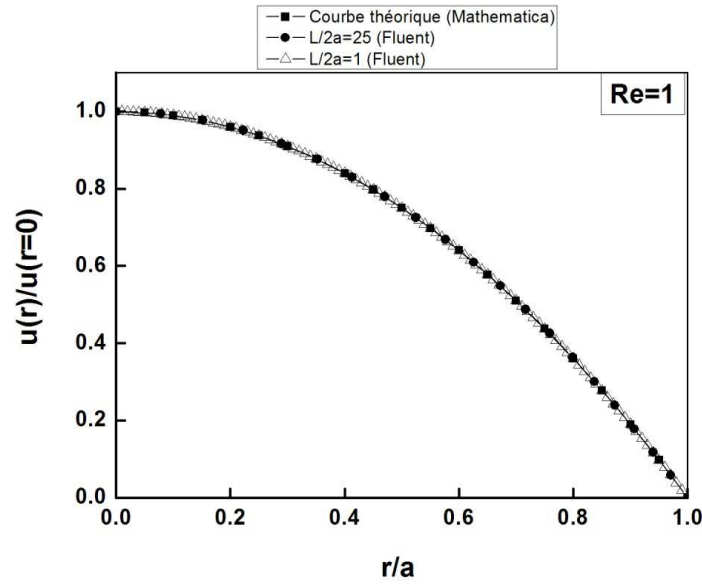


Figure 4.5. Evolution de la perte de charge normalisée en fonction du nombre de Reynolds calculée numériquement et analytiquement pour deux tubes de rapports d'aspect 1 et 25.

Pour confirmer encore ces résultats nous avons tracé le profil de vitesse normalisé par sa valeur au centre sur la figure 4.6 pour $Re=1$. La théorie et le calcul numérique sont en bon accord.

Figure 4.6. Profil de vitesse normalisé pour $Re=1$.

Conclusion

En conclusion pour tous nos calculs numériques, nous avons utilisé des conditions aux limites en pression corrigées pour générer l'écoulement (stationnaire ou instationnaire) d'un fluide (newtonien ou non-newtonien) en régime laminaire, en éliminant ainsi les effets de bord (longueur d'entrée et de sortie). La comparaison des résultats numériques avec la théorie est très bonne pour toutes les longueurs de tube étudiées. Par conséquent, au lieu de prendre un tube de longueur très long, il suffit juste de prendre une longueur L égale à deux fois le rayon du tube a . Cette procédure nous a permis de réduire encore le temps du calcul numérique effectué à l'aide de « Fluent », d'où l'intérêt de cette étude dans son application au régime oscillatoire (analyse fréquentielle).

ii)-Solution numérique du problème de Womersley

Afin de vérifier la validité de la méthode de calcul numérique utilisée par la suite, nous avons essayé de retrouver une solution numérique au problème de Womersley. Comme effectué précédemment, nous avons modélisé l'écoulement instationnaire en imposant une différence de pression oscillatoire $\Delta P = \Delta P_0 e^{i\omega t}$ entre l'entrée et la sortie d'un tube axisymétrique de rayon a et de longueur $L = 2a$ (voir fig. 4.7)

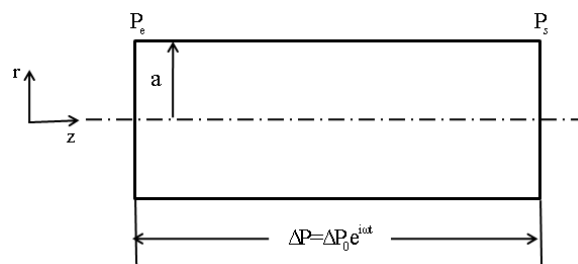


Figure 4.7. Conditions aux limites du tube circulaire.

L'étude stationnaire précédente nous a montré qu'on peut éliminer la contrainte liée à la longueur d'entrée L_e si on impose une pression corrigée à l'entrée de tube par le biais de l'UDF. Lorsqu'on impose un gradient de pression oscillant dans « Fluent », il faut bien définir les conditions aux limites et faire en sorte que l'amplitude du gradient de pression oscillant imposé soit constante. Pour cela, à chaque demi-période, la pression d'entrée (inlet) est corrigée par le biais d'une UDF implémentée par nos soins ; il s'agit en fait d'ajouter alternativement une pression dynamique

$P_{dyn.} = \frac{1}{2} \rho \bar{u}^2$ à l'entrée (pressure inlet) puis à la sortie (pressure outlet) du tube lors du changement du sens de l'écoulement.

Numériquement, si on impose un gradient de pression d'amplitude fixe ∇P_0 , on calcule un débit complexe $Q(\omega, t) = \tilde{Q}_0(\omega) e^{i\omega t}$, duquel on déduit une amplitude $|\tilde{Q}_0(\omega)|^{num}$ et un déphasage numérique $\phi_{Q_0}^{num}$. Cependant, la correction de pressions et le calcul numérique introduisent un déphasage de pression ϕ_{VP} qui se répercute sur le débit. En effet, initialement nous avons introduit un gradient de pression de phase nulle. A la fin des itérations le gradient de la pression se trouve affecté d'une phase ϕ_{VP} décrit par la ligne (4.13)

$$\nabla P^{initial} = \nabla P_0 e^{i\omega t} \rightarrow \nabla P^{final} = \widetilde{\nabla P_0} e^{i\omega t} \text{ avec } \widetilde{\nabla P_0} = \nabla P_0 e^{i\phi_{VP}} \quad (4.13)$$

Or, le débit calculé numériquement a bien été lui aussi affecté par ce déphasage ϕ_{VP} , donc :

$$Q^{num}(\omega, t) = \tilde{Q}_0^{num}(\omega) e^{i\omega t} \rightarrow Q^{num}(\omega, t) = |\tilde{Q}_0^{num}(\omega)| e^{i\phi_{Q_0}^{num}} e^{i\omega t} \quad (4.14)$$

Dans ces conditions :

$$\phi_{Q_0}^{num} = \phi_{Q_0}^{Th} + \phi_{VP} \quad (4.15)$$

Où $\phi_{Q_0}^{Th}$ est celui calculé à partir des résultats de Womersley discutés ci-dessus.

L'admittance complexe numérique s'écrit alors :

$$\tilde{G}(\omega) = \frac{\tilde{Q}_0(\omega)}{\widetilde{\nabla P_0}} = \frac{Q_0 e^{i(\phi_{Q_0}^{Th} + \phi_{VP})}}{\nabla P_0 e^{i\phi_{VP}}} \rightarrow \tilde{G}(\omega) = \frac{Q_0 e^{i\phi_{Q_0}^{Th}}}{\nabla P_0}$$

Cela dit, nous devons avoir numériquement toujours le même déphasage entre le débit et la pression imposée.

De bons résultats numériques s'appuient essentiellement sur quatre critères [108] :

- **Le maillage**

Généralement un maillage fin permet d'avoir des résultats numériques plus précis, l'inconvénient c'est que le temps de calcul devient très long. Par conséquent, une grande capacité de calcul et de mémoire sont nécessaires. Mais celles-ci ne peuvent être fournies que par un Cluster (ensemble d'ordinateurs fonctionnant en parallèle). Par la suite, il faut traiter au cas par cas et affiner le maillage dans les régions qui sont le siège de forts gradients. Par exemple dans le cas des fluides en loi de puissance, la résolution numérique des équations de conservation est difficile car la viscosité apparente peut diverger sur l'axe dans le cas où $n < 1$ et tend vers zéro dans le cas où $n > 1$. Le calcul du gradient de vitesse au voisinage de l'axe est donc très sensible à la qualité du maillage (on traitera ce cas dans le chapitre des fluides non-newtoniens). Durant notre étude, nous avons utilisé différents maillages, les figures ci-dessous représentent les cas traités :

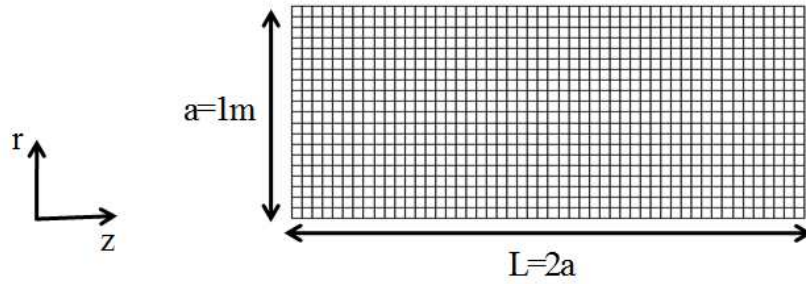


Figure 4.8. Maillage du tube dans le cas des fluides newtoniens.

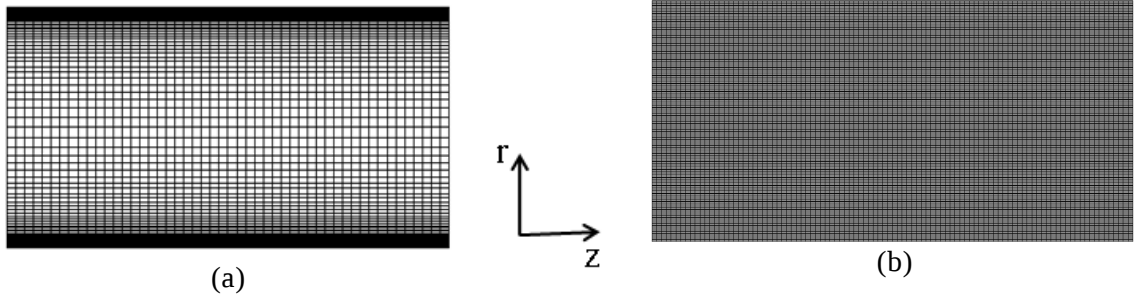


Figure 4.9. (a) Maillage du domaine tubulaire dans le cas des fluides en loi de puissance (rhéofluidifiant/rhéopaisissant) en basse fréquence ; (b) Maillage du tube pour les fluides en loi de puissance en haute fréquence.

- **Le pas de temps**

Quand le pas de temps est très petit on obtient de meilleurs résultats ainsi dans toute notre étude nous avons discrétisé la période T par 1000, car cela nous permet d'obtenir des résultats qui s'approchent de ceux donnés par les calculs analytiques de Womersley. Par la suite le pas de temps sera fixé égal à $\Delta t = 10^{-3} T$.

Exemples :

On étudie ici l'influence du pas de temps sur le calcul numérique. Le maillage est celui de la figure 4.8 et différentes valeurs de pas ($T/100$; $T/250$; $T/1000$) sont testées. Le nombre de Reynolds et le nombre de Womersley sont définis comme suit :

$$Re_{TBF} = \frac{\nabla P_0 a^3}{4\mu\nu} \quad \text{et} \quad \alpha = \frac{a}{\sqrt{\nu/\omega}} \quad (4.16)$$

Données numériques : $Re_{TBF} = 10^{-3}$; $\alpha = 4$; $\omega = 16s^{-1}$; $\mu = 1Pa.s$; $\nu = 1m^2.s^{-1}$

En comparant les profils de vitesse théoriques (obtenus avec Mathematica) à ceux calculés numériquement par Fluent à un même instant ($t = 7,854s$), on obtient la figure 4.10 qui représente les profils de vitesse à l'entrée du tube :

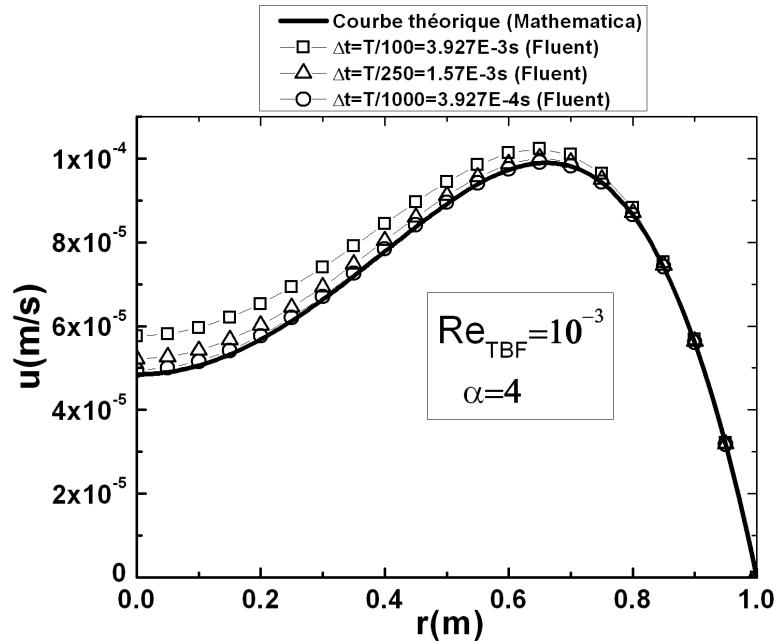


Figure 4.10. Profils de vitesse calculés avec différents pas de temps Δt .

Quand le pas de temps Δt est grand le profil de vitesse calculé à l'entrée du tube reste un peu à l'écart par rapport à celui théorique à un instant donné t . Ce décalage n'est pas dû au régime transitoire car dans cet exemple il s'agit d'un calcul de 20 périodes, c'est-à-dire que nous avons déjà dépassé le régime transitoire qui se limite aux deux premières périodes. Sur la figure 4.10 on aperçoit que lorsque le pas de temps est très petit le calcul converge très bien vers la solution théorique. On peut également remarquer ce résultat au travers du calcul de déphasage de l'admittance par une FFT [109] (Fast Fourier Transform) réalisé sur le signal temporel du débit et de la différence de pression. Le tableau ci-dessous résume les résultats obtenus :

Pas de temps (s)	Déphasage de débit (°)	Déphasage de la pression (°)	Déphasage total (°)	Déphasage théorique (°)	Erreur (%)
$\Delta t = T/100$	-60,599	3,599	-64,198	-65,568	2,089
$\Delta t = T/250$	-63,648	1,440	-65,088	-65,568	0,732
$\Delta t = T/1000$	-64,968	0,368	-65,336	-65,568	0,354

Tableau 4.1. Comparaison de déphasage théorique et numérique pour différents pas de temps.

Si Δt est très petit, le déphasage de la pression $\varphi_{\Delta P}$ tend vers 0 et le déphasage de débit décroît jusqu'à la valeur théorique $\varphi_{Q_0}^{Th}$. On conclut que le pas de temps joue un rôle primordial dans le calcul numérique étudié.

• Le nombre de périodes

Si on augmente le nombre de périodes N , on améliore la précision du calcul lorsqu'on dépasse le régime transitoire (régime non accommodé), c'est-à-dire qu'à partir d'un certain nombre de périodes l'écoulement devient stable et s'établit parfaitement. Nous avons principalement effectué nos calculs sur $N=10$ périodes et parfois jusqu'à 20 périodes. Par exemple, avec le maillage de la figure 4.8, le nombre de Reynolds égal à $Re_{TBF} = 10^{-3}$, le nombre de Womersley égal à $\alpha=11,21$, les mêmes valeurs des paramètres du fluide newtonien que précédemment, on obtient sur la figure 4.11 les résultats suivants, sachant que tous les paramètres du calcul (pas de temps, schéma numérique...) sont égaux par ailleurs :

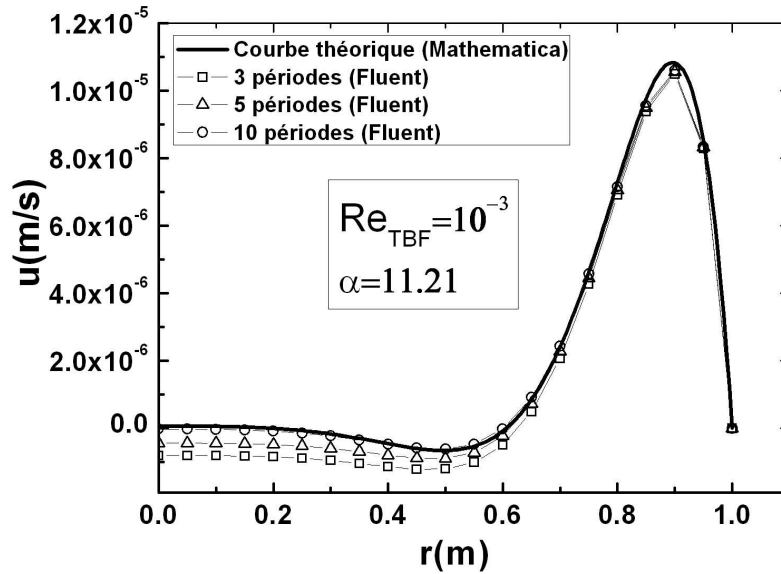


Figure 4.11. Établissement du profil de vitesse pour différentes périodes.

On constate que le profil de vitesse converge vers la bonne solution dès qu'on augmente le nombre de périodes et par conséquent l'influence de ce dernier n'est pas à négliger dans les calculs numériques.

- **L'algorithme numérique**

Concernant le schéma numérique les meilleurs résultats ont été obtenus avec l'algorithme « couplé » (pour le couplage vitesse\pression), car il nous permet de converger vers la solution plus rapidement. Quant à la pression elle est discrétisée au second ordre.

iii)-Comparaison des résultats numériques avec ceux de Womersley

Pour vérifier nos résultats, nous avons comparé les valeurs numériques du module de la fonction de transfert et de sa phase en fonction de la fréquence réduite avec les résultats analytiques. La figure 4.12 présente les résultats obtenus :

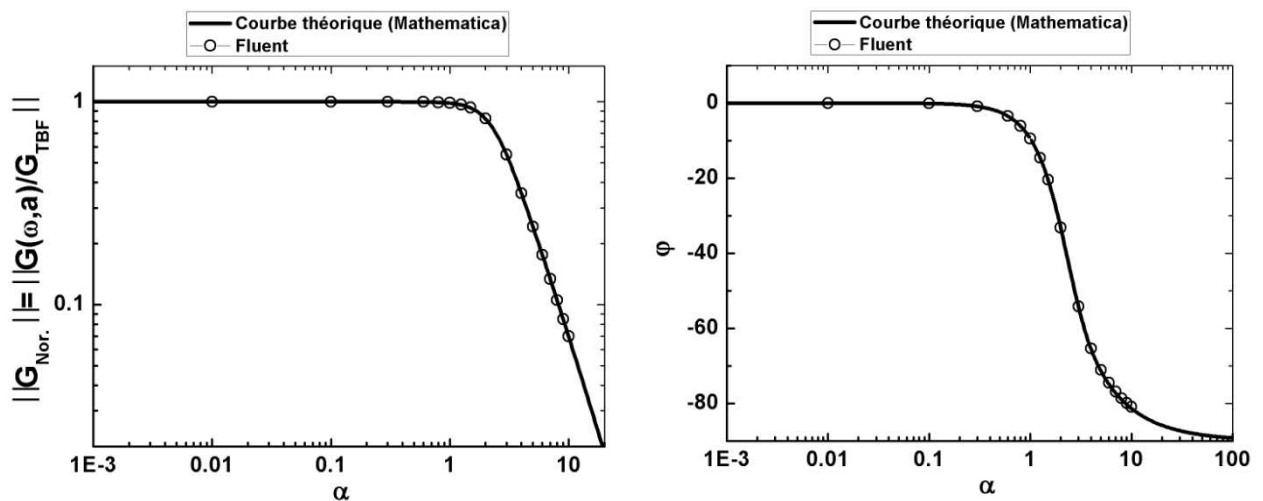


Figure 4.12. Comparaison du module et de la phase de l'admittance complexe en fonction de la fréquence réduite α calculé numériquement et analytiquement.

Conclusion

La bonne concordance des résultats analytiques et numériques confirme la validité de la méthodologie numérique utilisée, pour l'analyse fréquentielle de la réponse en débit à une perturbation sinusoïdale en pression, dans le cas des fluides newtoniens. Cette validation est très importante pour son application à la résolution des équations de mouvement, dans le cas des fluides non-newtoniens de type loi de puissance, dans un tube capillaire afin de déterminer la distribution de tailles de pores d'un milieu poreux.

4.1.3 Détermination de la distribution de tailles de pores d'un milieu poreux par une analyse fréquentielle.

i)-Introduction

Comme dans le cas des fluides à seuil, considérons le modèle de faisceaux parallèles comme celui utilisé par Carman-Kozeny. Dans ces conditions, une série de capillaires parallèles dont les rayons r distribués suivant une loi de probabilité $p(r)$ sont soumis à une sollicitation sinusoïdale en pression. Le système étant linéaire dans le cas des fluides newtoniens en régime laminaire, la réponse en débit est parfaitement sinusoïdale. Ainsi, l'amplitude complexe du débit total $\tilde{Q}(\omega)$ à travers ce faisceau de capillaires soumis à un gradient de pression oscillatoire de pulsation ω s'écrit sous la forme intégrale suivante :

$$\tilde{Q}(\omega) = \int_0^{\infty} \tilde{q}(\omega, r) p(r) dr \quad (4.17)$$

où $\tilde{q}(\omega, r)$ est l'amplitude complexe du débit élémentaire dans un seul tube capillaire de rayon r . C'est le noyau de cette équation intégrale de Fredholm [110]. Le calcul direct permet de calculer la fonction de transfert hydrodynamique du système, c'est-à-dire son admittance complexe définie comme le rapport de la réponse en débit au gradient de pression imposé $\tilde{G}(\omega) = \tilde{Q}(\omega) / \nabla P_0$. Par la suite, l'admittance complexe totale du système peut être calculée par :

$$\tilde{G}(\omega) = \int_0^{\infty} \tilde{g}(\omega, r) p(r) dr \quad (4.18)$$

où $\tilde{g}(\omega, r)$ est l'admittance complexe élémentaire qui représente le noyau de cette nouvelle équation intégrale de Fredholm, et $p(r)$ est la fonction à déterminer.

ii)-Calcul direct de l'admittance complexe du système

A priori la densité de probabilité $p(r)$ n'est pas connue. Pour vérifier notre méthode nous sommes amenés à effectuer un calcul direct de l'admittance complexe total en la supposant connue à priori. Comme dans le cas des fluides à seuil cette distribution est supposée gaussienne et s'écrit :

$$p(r) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-(r-m)^2/2\sigma^2} \quad (4.19)$$

où m est la moyenne de la distribution et σ son écart type. De la même manière que celle utilisée au 3^{ème} chapitre dans le cas des fluides à seuil, on part d'un exemple supposé, dont la taille moyenne de pores est de l'ordre de la centaine de micromètres. On prend $m = 100\mu m$ et $\sigma = 20\mu m$.

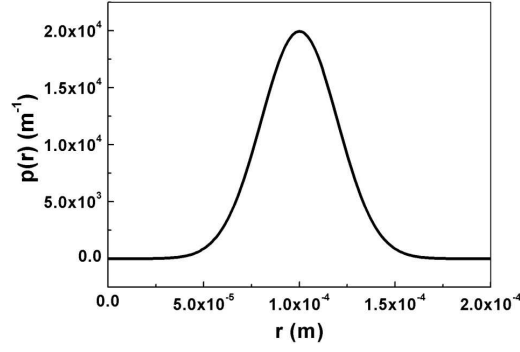


Figure 4.13. Distribution gaussienne supposée.

L'admittance complexe élémentaire peut se calculer à partir de :

$$\tilde{g}(\omega, r) = \frac{\pi r^2}{i \rho \omega} \left[1 - \frac{2 J_1 \left(i^{3/2} \frac{r}{\sqrt{\nu}} \sqrt{\omega} \right)}{i^{3/2} \frac{r}{\sqrt{\nu}} J_0 \left(i^{3/2} \frac{r}{\sqrt{\nu}} \sqrt{\omega} \right)} \right] \quad (4.20)$$

Prenons comme fluide test l'eau (masse volumique $\rho = 10^3 \text{ kg.m}^{-3}$, viscosité cinématique $\nu = 10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$). Pour obtenir l'admittance totale complexe du système, on doit calculer l'intégrale donnée par la relation 4.18. Analytiquement, on ne peut pas avoir une expression littérale de cette intégrale à cause des fonctions de Bessel de première espèce et d'ordre 0 et 1. Pour cette raison, l'intégrale a été calculée numériquement à l'aide de « Mathematica » en utilisant la fonction « NIntegrate ». Par la suite on trace le module et la phase de l'admittance complexe du système en fonction de la pulsation ω . La figure 4.14 représente les résultats obtenus :

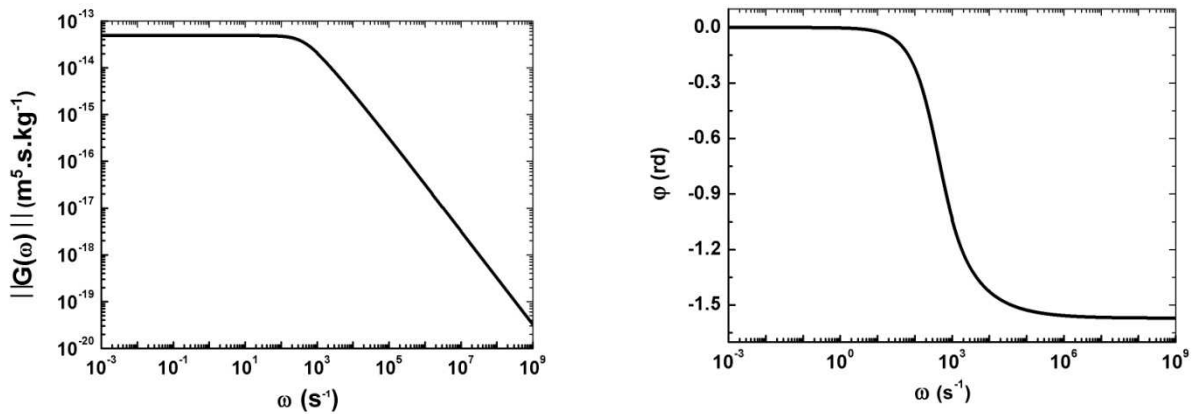


Figure 4.14. Le module et la phase de l'admittance complexe totale en fonction de la pulsation pour le cas d'une gaussienne monomodale.

iii)-Calcul inverse pour la détermination de la distribution de tailles de pores

Nous devons déduire $p(r)$ à partir de la fonction de transfert hydrodynamique du système, en utilisant l'équation de Fredholm (4.21). Pour cela on utilise une résolution basée sur une méthode matricielle [111]. Rappelons que l'équation de Fredholm relative à ce problème est inhomogène et de première espèce. Elle est définie par la relation suivante :

$$\tilde{G}(\omega) = \int_0^\infty \tilde{g}(\omega, r) p(r) dr \quad (4.21)$$

où $p(r)$ est la fonction de densité de probabilité qui est l'inconnue que l'on souhaite déterminer. $\tilde{G}(\omega)$ est le terme source et $\tilde{g}(\omega, r)$ est le noyau de l'intégrale. En notant $\tilde{G}_j = \tilde{G}(\omega_j)$, $\tilde{g}_{ij} = \tilde{g}(\omega_j, r_i)$ et $p_i = p(r_i)$ où j est un indice variant de 1 à N (pulsations) et i un indice variant de 1 à M (rayon) où N peut être différent de M [111].

L'équation de Fredholm se réécrit alors comme:

$$\tilde{G}_j = \sum_{i=1}^N \tilde{g}_{ij} p_i \Delta r_i \quad (4.22)$$

On peut également la réécrire sous une forme matricielle :

$$\underline{\tilde{G}} = (\underline{\tilde{g}} \cdot \underline{p}) \Delta r \quad (4.23)$$

Mathématiquement, si le noyau $\underline{\tilde{g}}$ n'est pas singulier, la solution existe, est unique et est donnée par la relation suivante :

$$\underline{p} = \frac{1}{\Delta r} (\underline{\tilde{g}}^{-1} \cdot \underline{\tilde{G}}) \quad (4.24)$$

$\underline{\tilde{g}}^{-1}$ est la matrice inverse de $\underline{\tilde{g}}$.

En se basant sur les exemples précédemment traités dans le cadre des fluides à seuil, pour obtenir la densité de probabilité $p(r)$, à partir de l'équation de Fredholm, nous allons procéder à l'adimensionnalisation des équations. La démarche de calcul est donnée ci-dessous :

On pose :

$$\begin{cases} r^+ = r / \sqrt{m_2} \\ \omega^+ = \omega / (\nu / m_2) \end{cases} \quad (4.25)$$

Nous avons choisi de normaliser le rayon par la racine carrée du moment d'ordre 2 : $(m_2^{1/2})$ car à priori il est connu : si on connaît la porosité ϕ et la surface latérale totale du milieu poreux S , l'expression du moment d'ordre 2 est :

$$m_2 = \int_0^\infty r^2 p(r) dr = \frac{\phi S}{\pi} \quad (4.26)$$

D'après cette normalisation, le noyau complexe devient :

$$\tilde{g}(\omega^+, r^+) = \frac{\pi m_2^2 r^{+2}}{i \mu \omega^+} \left[1 - \frac{2 J_1(i^{3/2} r^+ \sqrt{\omega^+})}{i^{3/2} r^+ \sqrt{\omega^+} J_0(i^{3/2} r^+ \sqrt{\omega^+})} \right] \quad (4.27)$$

On peut aussi exprimer cette relation en fonction de α et r^+ :

$$\tilde{g}(\alpha, r^+) = \frac{\pi m_2^2 r^{+4}}{i\mu\alpha^2} \left[1 - \frac{2J_1(i^{3/2}\alpha)}{i^{3/2}\alpha J_0(i^{3/2}\alpha)} \right] \quad (4.28)$$

Avec $\alpha = r\sqrt{\omega/\nu} = r^+\sqrt{\omega^+}$

L'admittance complexe totale équivalente s'écrit sous la forme suivante :

$$\tilde{G}_{eq}(\omega^+) = \frac{\pi m_2^2}{\mu} \int_0^\infty \frac{r^{+2}}{i\omega^+} \left[1 - \frac{2J_1(i^{3/2}r^+\sqrt{\omega^+})}{i^{3/2}r^+\sqrt{\omega^+} J_0(i^{3/2}r^+\sqrt{\omega^+})} \right] p^+(r^+) dr^+ \quad (4.29)$$

avec $p^+(r^+) = \sqrt{m_2} p(r^+)$

L'admittance caractéristique est alors donnée par : $G_c = \pi m_2^2 / \mu$ (son unité est $L^5 T / M$). Dans ce cas l'admittance complexe totale équivalente non dimensionnelle s'écrit sous la forme suivante :

$$\tilde{G}_{eq}^+(\omega^+) = \int_0^\infty \frac{r^{+2}}{i\omega^+} \left[1 - \frac{2J_1(i^{3/2}r^+\sqrt{\omega^+})}{i^{3/2}r^+\sqrt{\omega^+} J_0(i^{3/2}r^+\sqrt{\omega^+})} \right] p^+(r^+) dr^+ \quad (4.30)$$

Remarque :

On peut également normaliser le rayon par $(m_4^{1/4})$, l'argument de cette normalisation pouvant s'expliquer par le fait que d'après la loi de Darcy en régime stationnaire, l'expression de la vitesse moyenne en fonction du gradient de pression s'écrit :

$$\bar{u} = \frac{-k_{D,S}}{\mu} \nabla P \quad (4.31)$$

Elle introduit la notion de perméabilité $k_{D,S}$ qui s'exprime en fonction de m_2 et m_4 , sachant que l'admittance TBF de tube élémentaire est donnée par la relation (4.9) :

$$k_{D,S} = \frac{\phi \int_0^\infty r^4 p(r) dr}{8 \int_0^\infty r^2 p(r) dr} = \frac{\phi m_4}{8 m_2} \quad (4.32)$$

D'où,

$$m_4 = \frac{8k_{D,S}S}{\pi} \quad (4.33)$$

Cependant la détermination de m_4 , qui nécessite la mesure de la perméabilité, est plus difficile que celle de m_2 qui ne nécessite que la mesure de la porosité.

➤ Cas d'une distribution gaussienne

On reprend la distribution de l'exemple précédent, mais cette fois la gaussienne est utilisée sous forme adimensionnelle (figure 4.15)

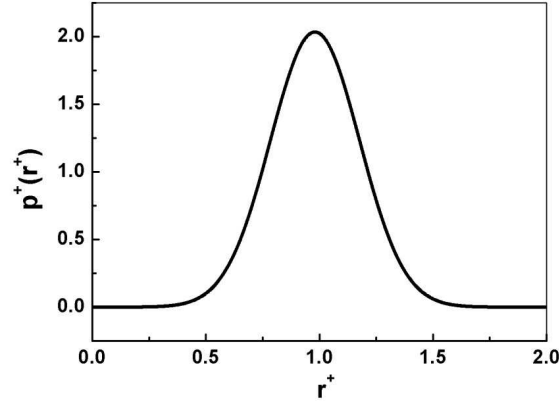


Figure 4.15. Distribution gaussienne adimensionnelle imposée.

On calcule ensuite le module et la phase de l'admittance complexe équivalente adimensionnelle. La figure 4.16 présente leurs évolutions en fonction de la pulsation adimensionnelle $\omega^+ = \omega / (\nu / m_2)$:

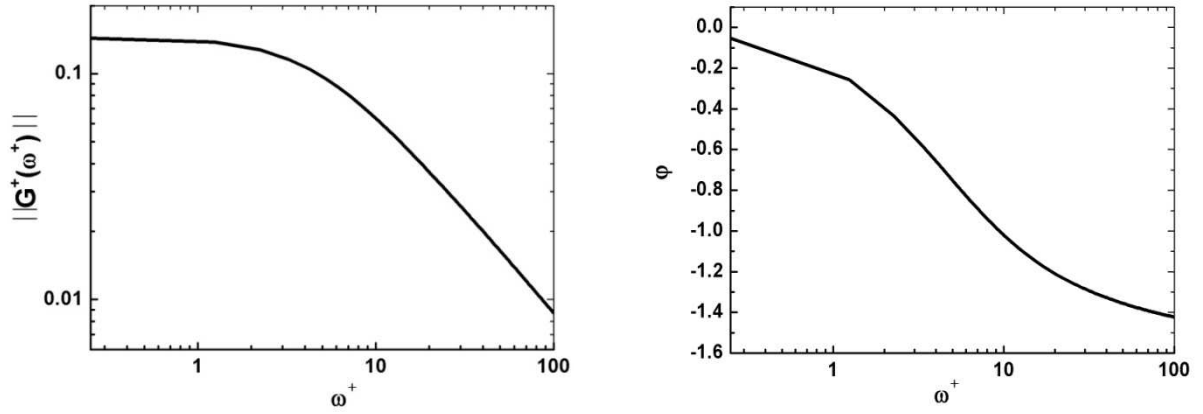


Figure 4.16. Le module et la phase de l'admittance complexe adimensionnelle équivalente en fonction de la pulsation (100 points).

A ce stade nous oublions la distribution supposée. A partir des valeurs (ici 100) du module et de la phase données par ces deux courbes, on peut retrouver la distribution de tailles de pores initiale. En effet, pour inverser numériquement l'équation de Fredholm, nous avons besoin de discrétiser le noyau $\tilde{g}$ en un même nombre de points dans l'espace des pulsations (ici $N=100$) et en un même nombre de points (ici $M=N=100$) dans l'espace des rayons pour la construction la matrice. Après cette étape, il est possible après l'inversion de cette matrice complexe de calculer la densité de probabilité inconnue et de la comparer à celle supposée initialement. La figure 4.17 montre la parfaite concordance des résultats obtenus et confirme la validité de la méthode.

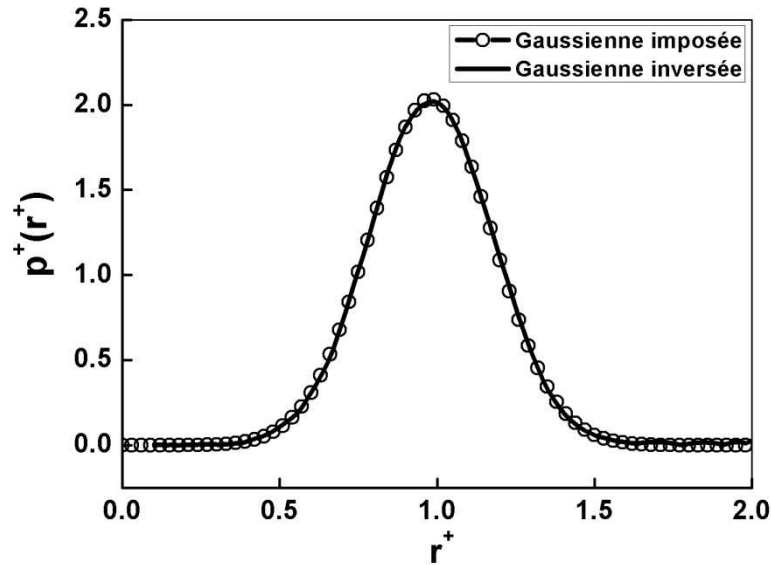


Figure 4.17. Restitution de la distribution supposée à partir de la fonction de transfert hydrodynamique (100 points).

On fait un lissage de la courbe de la distribution inverse sur un logiciel d'analyse de données par le biais de la fonction suivante :

$$y = y_0 + \frac{A}{w\sqrt{\pi/2}} e^{-2((x-x_c)/w)^2} \quad (4.34)$$

Rappelons que dans la distribution $p^+(r^+)$ supposée :

$$w = 2\sigma/\sqrt{m_2} = 0,392 ; x_c = m/\sqrt{m_2} = 0,981 ; y_0 = 0 \text{ et } A = 1 \left(\text{où } \sqrt{m_2} = 1,02 \cdot 10^{-4} m \text{ et } \sigma = 20 \cdot 10^{-6} m \right)$$

Les résultats de ce lissage sont résumés dans le tableau suivant :

x_c		w		A	
Valeur	Erreur relative (%)	Valeur	Erreur relative (%)	Valeur	Erreur relative (%)
0,981	0,002	0,393	0,2	1,001	0,1

Tableau 4.2. Paramètres de lissage de la distribution normalisée inverse.

D'après le tableau 4.2, on constate que la distribution inversée par la méthode matricielle a bien les mêmes caractéristiques que celle qui est imposée, donc la résolution inverse pour extraire la densité de probabilité est parfaitement efficace.

➤ Cas d'une distribution bimodale

Pour montrer l'efficacité de cette méthode dans le cas d'une distribution plus complexe nous allons l'appliquer à une gaussienne bimodale caractérisée par deux modes m_1 et $m_2 = 2m_1 = 200\mu m$ et de même écart type $\sigma = 20\mu m$. On normalise cette distribution par la racine carrée du moment d'ordre 2 comme précédemment. Tout d'abord on discrétise l'admittance complexe équivalente $\tilde{G}(\omega)$ et le noyau $\tilde{g}(\omega, r)$ (toujours sur 100 points), on obtient les résultats ci-dessous :

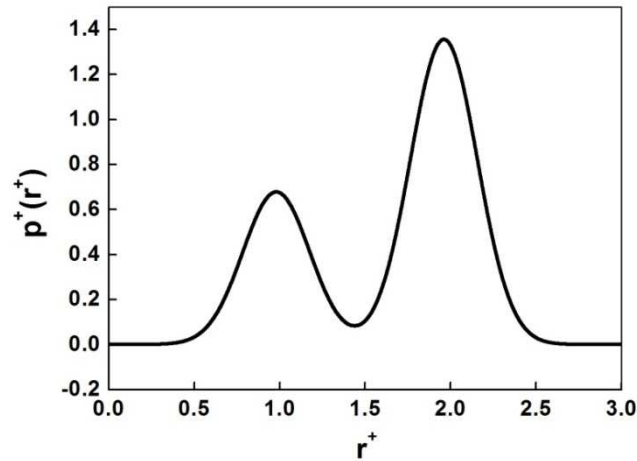
❖ *Bimodale supposée dans le calcul direct*

Figure 4.18. Distribution bimodale adimensionnelle imposée.

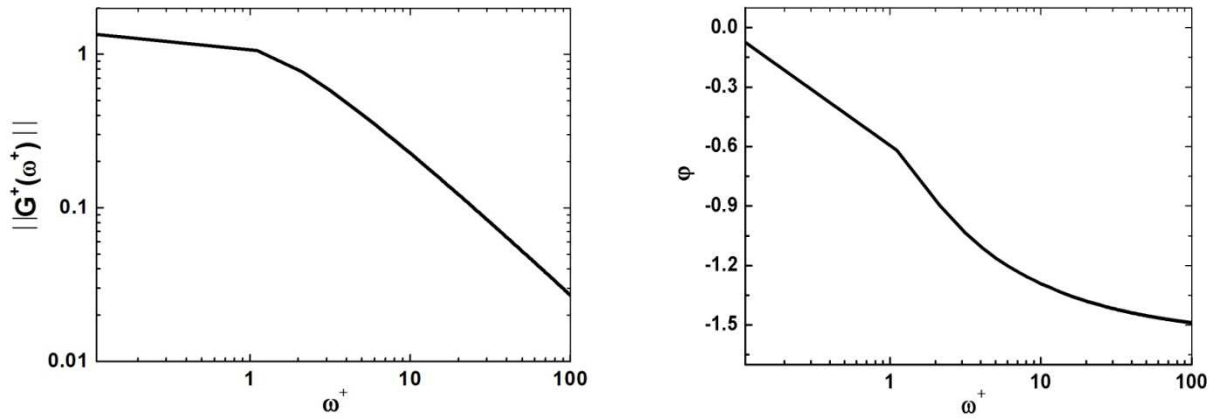
❖ *Module et la phase de la fonction de transfert*

Figure 4.19. Module et la phase de l'admittance complexe équivalente en fonction de la pulsation (100 points) correspondant à la bimodale imposée.

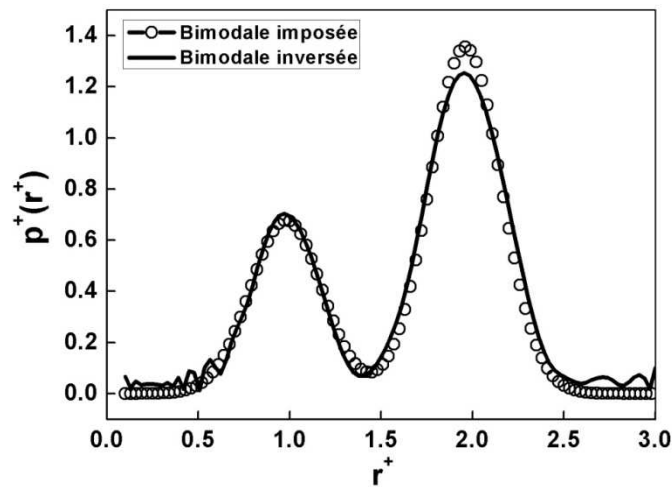
❖ *Distribution inverse*

Figure 4.20. Restitution de la distribution supposée à partir de la fonction de transfert pour une distribution bimodale (100 points).

On remarque de la figure 4.20 que la distribution inversée manque de précision, notamment en ce qui concerne l'amplitude du second pic. On observe également l'apparition de bruit pour les rayons très petits et très grands. Pour l'améliorer on va choisir un nombre de points égal à 1000. Les figures 4.21 et 4.22 présentent respectivement la fonction de transfert (module/phase) adimensionnelles et la résolution inverse de la distribution de tailles de pores :

❖ *Module et la phase de la fonction de transfert*

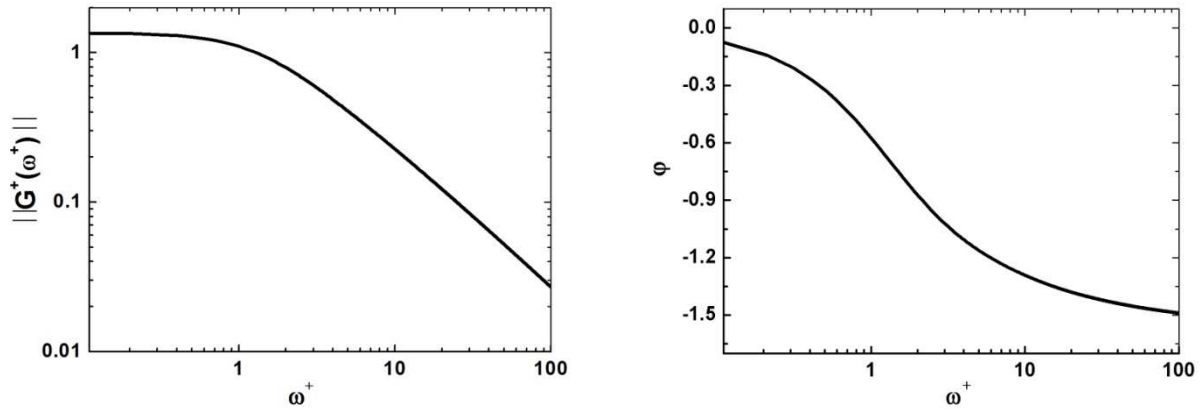


Figure 4.21. Module et la phase de l'admittance complexe équivalente en fonction de la pulsation (1000 points) pour une bimodale imposée.

❖ *Distribution inverse*

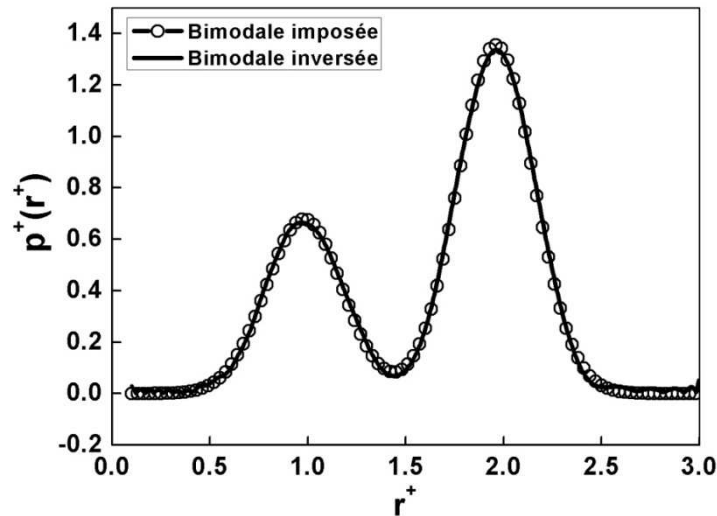


Figure 4.22. Restitution de la distribution supposée à partir de la fonction de transfert pour une distribution bimodale (1000 points).

On constate qu'en augmentant le nombre d'éléments du système, la solution converge parfaitement vers la solution initiale.

➤ **Cas d'une gaussienne tri-modale**

Une seconde validation est effectuée dans le cas d'une distribution tri-modale avec m_1 , $m_2 = 2m_1$ et $m_3 = 3m_1$ avec le même écart type $\sigma = 20\mu m$, nous avons retrouvé parfaitement la densité de probabilité $p(r)$ supposée comme dans les calculs précédents (voir figure 4.24) avec encore une discrétisation sur 1000 points :

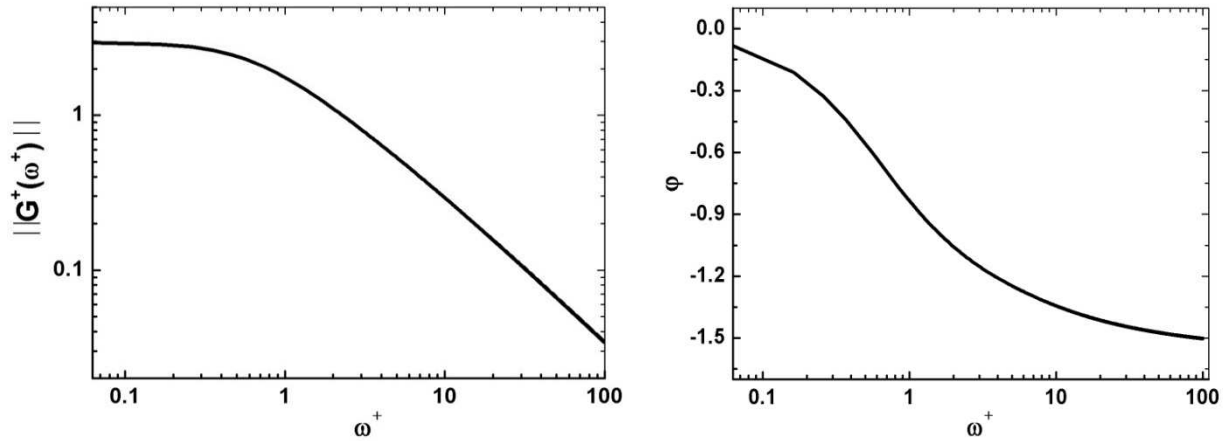


Figure 4.23. Module et la phase de l'admittance complexe équivalente en fonction de la pulsation (1000 points) pour une tri-modale imposée.

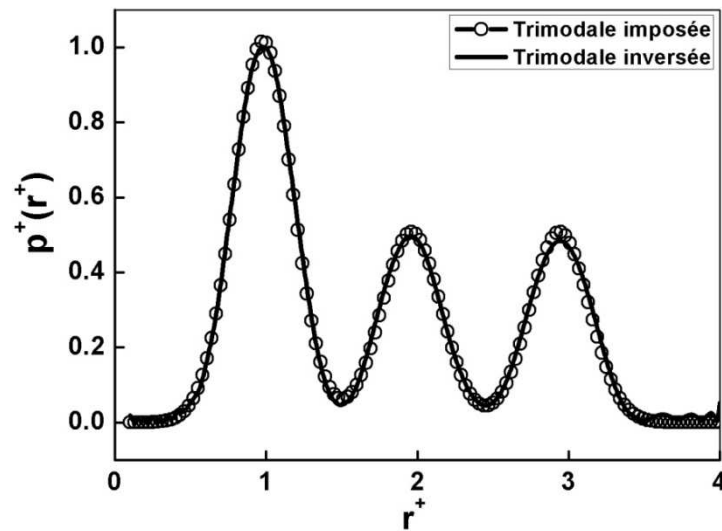


Figure 4.24. Restitution de la distribution supposée à partir du module et de la phase de la fonction de transfert pour une distribution tri-modale.

Tous ces tests montrent que la méthode d'inversion est pertinente pour déterminer la distribution de tailles de pores $p(r)$ à condition de prendre un nombre de points suffisant.

Conclusion

Nous avons pu effectuer la résolution inverse du problème de l'identification de la distribution de tailles de pores par une méthode basée sur une analyse dynamique utilisant un fluide newtonien. L'efficacité de cette technique a été prouvée en l'appliquant à différentes distributions gaussiennes de tailles de pores. Cette technique, une fois validée expérimentalement, pourrait constituer une méthode originale, simple et peu chère pour l'industrie.

4.2 Fluides en loi de puissance

4.2.1 Etude de l'écoulement stationnaire laminaire d'un fluide en loi de puissance dans un tube de section circulaire.

Rappelons que le modèle de fluide newtonien décrit bien la grande majorité des fluides composés de molécules simples. Cependant, il existe des fluides dont le comportement est non-newtonien et qui peuvent être introduits dans les milieux poreux. Parmi ceux là on peut citer les fluides en loi de puissance (dits d'Ostwald). On distingue le comportement rhéofluidifiant pour $n < 1$ (polymères) où la viscosité diminue au fur et à mesure que l'on augmente le taux de cisaillement auquel est soumis le fluide, et le comportement rhéoépaississant (dilatant) pour $n > 1$ où la viscosité augmente lorsqu'on augmente le taux de cisaillement. Dans ce sous-chapitre, nous présentons l'étude analytique et numérique d'un écoulement laminaire indépendant du temps d'un fluide en loi de puissance dans un tube circulaire de rayon a et de longueur L .

i)-Solution analytique

Pour rappeler la solution analytique de ce problème, on considère l'écoulement laminaire d'un fluide en loi de puissance incompressible indépendant du temps dans un tube circulaire du rayon a (voir fig. 4.25). Comme l'écoulement s'effectue par droites parallèles, l'équilibre des forces sur un élément cylindrique liquide de rayon r :

$$P(\pi r^2) - (P + \Delta P)\pi r^2 = \tau_{rz} \cdot 2\pi r L \quad (4.35)$$

Cela donne la relation :

$$\tau_{rz} = \left(\frac{-\Delta P}{L} \right) \frac{r}{2} \quad (4.36)$$

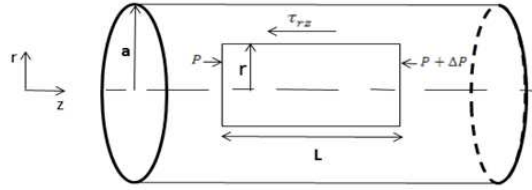


Figure 4.25. Ecoulement à travers un tube élémentaire.

Or, la loi de comportement d'un fluide en loi de puissance est donnée par :

$$\tau_{rz} = k \left(\frac{-\partial u_z}{\partial r} \right)^n \quad (4.37)$$

où k est la consistance du fluide, n son indice de fluidité et u_z sa vitesse dans la direction axiale. Dans ces conditions on peut définir un nombre de Reynolds généralisé [94] :

$$\text{Re}_n = \frac{\rho \bar{u}^{2-n} (2a)^n}{k} \quad (4.38)$$

Avec $\bar{u}$ la vitesse débitante et ρ la masse volumique du fluide.

En utilisant les équations (4.36) et (4.37), on obtient l'expression du champ de vitesse suivant :

$$u_z(r) = \left(\frac{n}{n+1} \right) \left(\frac{-\Delta P}{2kL} \right)^{1/n} a^{(n+1)/n} \left[1 - \left(\frac{r}{a} \right)^{(n+1)/n} \right] \quad (4.39)$$

Le débit volumique est donné par :

$$Q = \pi \left(\frac{n}{3n+1} \right) \left(\frac{-\nabla P}{2k} \right)^{1/n} a^{(3n+1)/n} \quad (4.40)$$

Il est à noter qu'on peut également exprimer, pour les besoins des calculs numériques, la perte de charge en fonction du nombre de Reynolds généralisé sous la forme :

$$\Delta P = 2L \left(\frac{3n+1}{n} \right)^n \left(\frac{k^2 \text{Re}_n^n}{2^{n^2} \rho^n a^{n+2}} \right)^{1/(2-n)} \quad (4.41)$$

Le profil de vitesse normalisée par la vitesse maximale $u(r=0)$ est tracé sur la figure ci-dessous pour différentes valeurs de n :

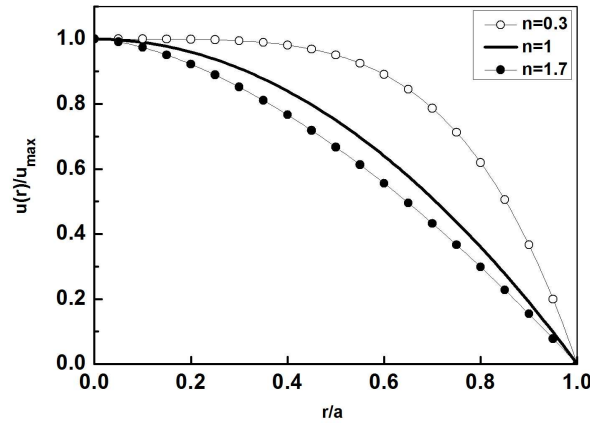


Figure 4.26. Profils de la vitesse pour un fluide en loi de puissance pour un écoulement laminaire ($\text{Re}=0,001$) dans un tube.

La viscosité apparente a pour expression:

$$\mu_{app} = k \left(\frac{\partial u_z}{\partial r} \right)^{n-1} \quad (4.42)$$

ii)-Etude numérique

Comme nous l'avons indiqué précédemment, pour les fluides en loi de puissance, le calcul du gradient de vitesse sur l'axe peut être très sensible à la qualité du maillage. Pour cette raison nous avons raffiné ce maillage au voisinage de l'axe. Nous avons également resserré le maillage au voisinage de la paroi du tube où le gradient de vitesse peut également varier fortement. Plusieurs maillages ont été testés : $N_a=50$ ou 100 est le nombre de mailles suivant le rayon, $N_z=50$ ou 100 est le nombre de mailles suivant l'axe de tube, $q=1,08$ ou $1,09$ est la raison du maillage à progression géométrique près de l'axe et près de la paroi (voir figure 4.27). D'après l'étude précédente de l'écoulement de Poiseuille un domaine de calcul tel que $L/2a=1$ est suffisant pour éliminer la longueur d'entrée. En effet, en imposant une différence de pression entre l'entrée et la sortie du tube on peut éliminer le problème lié à la longueur d'entrée en utilisant une UDF. Concernant le schéma numérique nous avons utilisé l'algorithme « couplé » dans lequel la pression est discrétisée au second ordre.

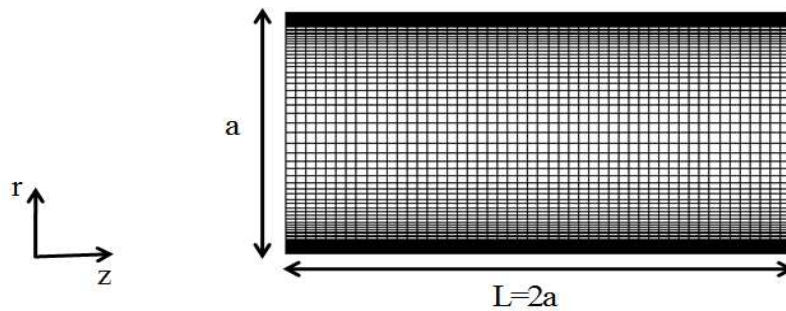
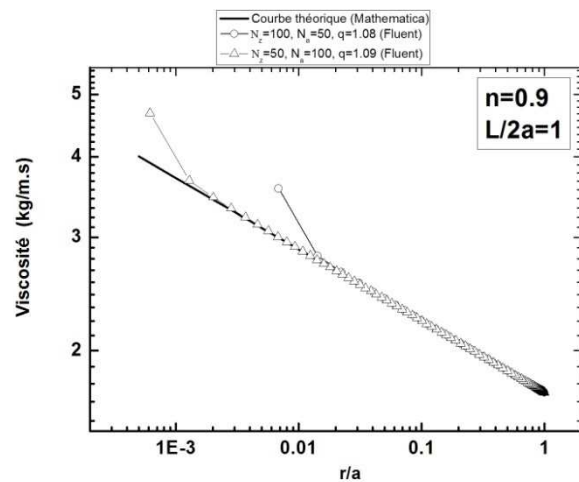
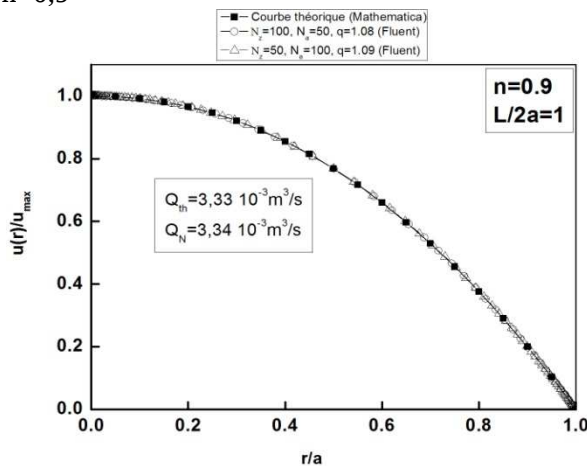


Figure 4.27. Maillage du tube ($N_z=50$, $N_a=100$ et $q=1,09$).

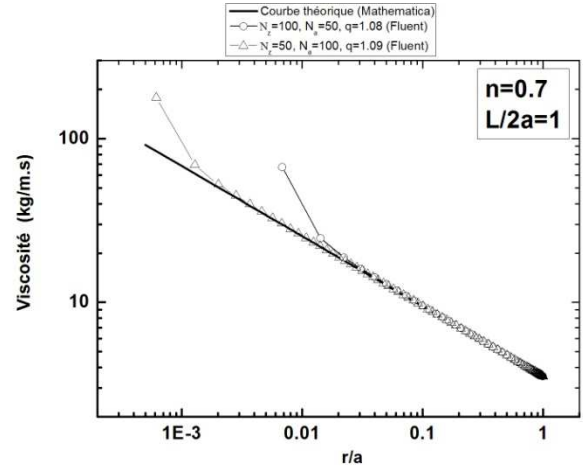
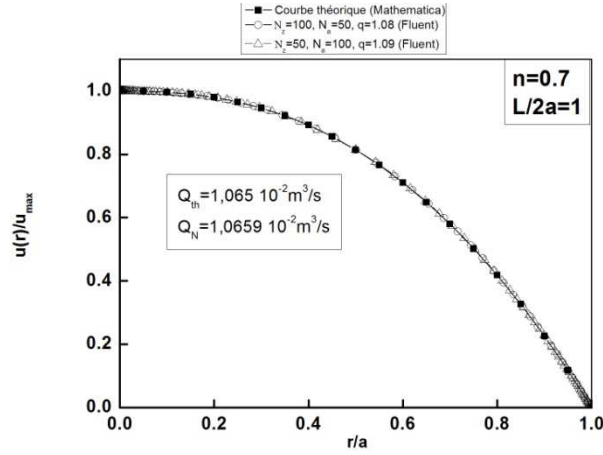
Pour $Re = 10^{-3}$, nous avons fait varier l'indice de fluidité entre 0,4 et 1,6. Les résultats sont visibles sur la figure 4.28 ci-dessous. Pour chaque valeur de n nous avons comparé le profil de vitesse, le débit et la viscosité apparente calculés numériquement et théoriquement. On observe un excellent accord quel que soit n sur les profils de vitesse et les débits. Par contre, comme attendu la viscosité apparente calculée numériquement le long du rayon du tube s'écarte du calcul théorique au voisinage de l'axe à cause de sa sensibilité au maillage. Le maillage construit avec $N_z=50$, $N_a=100$ et $q=1,09$ permet de calculer correctement la viscosité apparente jusqu'à une distance de l'ordre de $1/100$ du rayon de tube.

- Cas des fluides rhéofluidifiants ($n<1$)

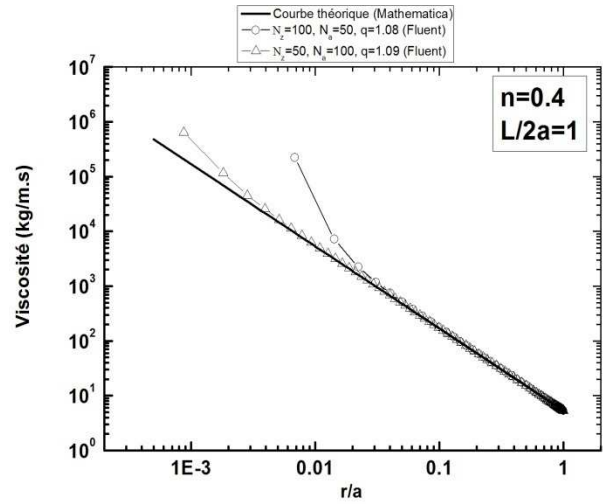
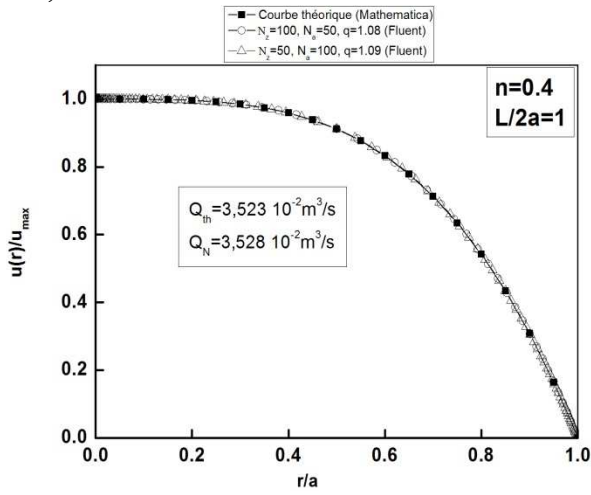
$n=0,9$



$n=0,7$

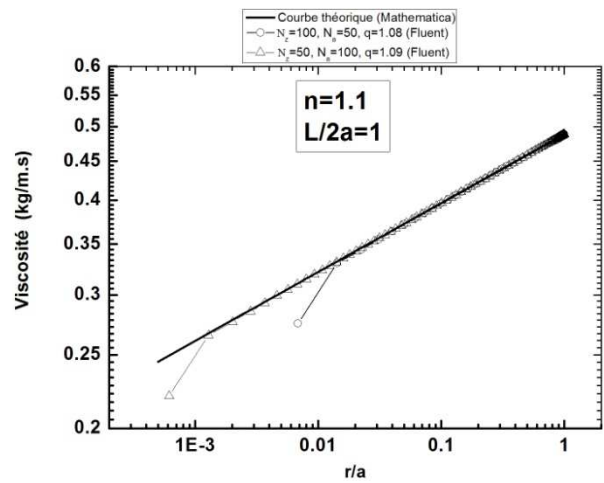
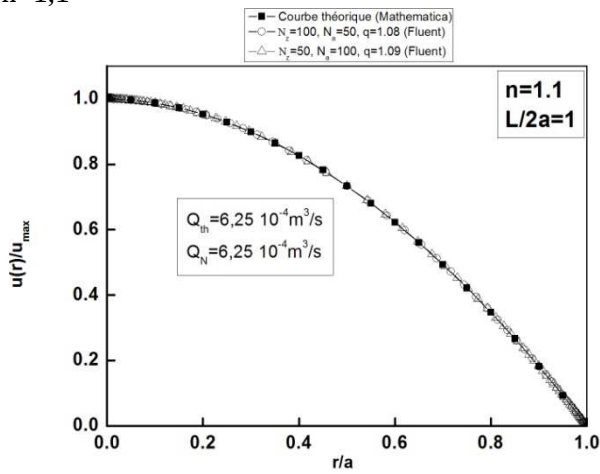


$n=0,4$

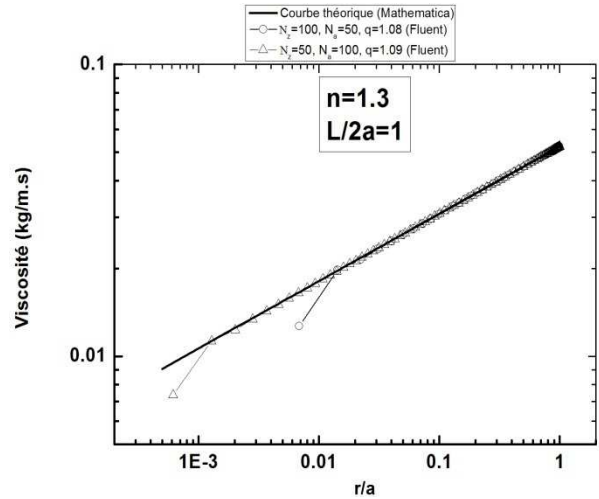
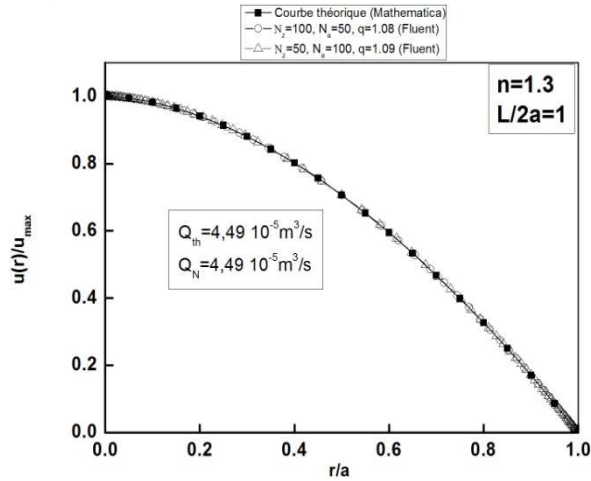


- Cas des fluides dilatants ($n>1$)

$n=1,1$



n=1,3



n=1,6

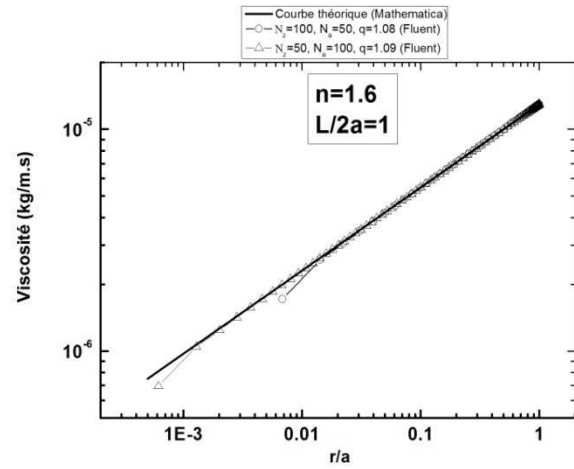
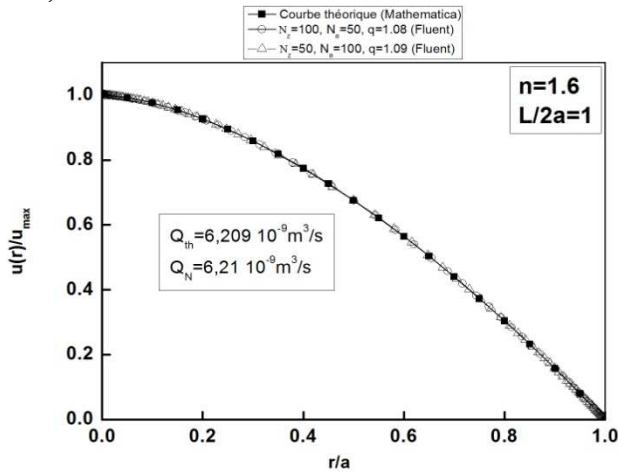


Figure 4.28. A gauche : profil de vitesse et débit, à droite : viscosité apparente.

Conclusion

En conclusion, ce sous-chapitre montre qu'après avoir éliminé la contrainte liée à la longueur d'entrée, l'écoulement stationnaire laminaire d'un fluide en loi de puissance peut être parfaitement calculé numériquement pour différents indices de fluidité. Notons que la viscosité apparente est sensible au maillage et est délicate à calculer surtout au voisinage de l'axe du tube. En soignant le maillage, il est néanmoins possible de l'évaluer correctement jusqu'à des distances de l'ordre de 1/100 du rayon du tube. Par conséquent, la méthode et le protocole utilisé est parfaitement validé.

4.2.2 Etude de l'écoulement instationnaire laminaire d'un fluide en loi de puissance dans un tube de section circulaire

Ce sous-chapitre traite le cas d'un écoulement instationnaire laminaire de fluides en loi de puissance dans un tube de section circulaire de rayon a et de longueur L .

i)-Possibilité d'une solution analytique

Dans ce cas particulier, l'équation de Cauchy se réduit en régime instationnaire à :

$$\rho \frac{\partial u_z}{\partial t} = \frac{-\partial P}{\partial z} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} (r \tau_{rz}) \quad (4.43)$$

Comme on impose une pression oscillatoire entre l'entrée et la sortie du tube $\Delta P = \Delta P_0 e^{i\omega t}$:

$$\frac{\partial P}{\partial z} = -\nabla P_0 e^{i\omega t} \quad (4.44)$$

Alors l'équation (4.43) devient :

$$\rho \frac{\partial u_z}{\partial t} = -\nabla P_0 e^{i\omega t} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} (r \tau_{rz}) \quad (4.45)$$

De l'équation (4.37) et (4.45) nous obtenons :

$$\rho \frac{\partial u_z}{\partial t} = -\nabla P_0 e^{i\omega t} + k \left| \frac{\partial u_z}{\partial r} \right|^{n-1} \left(\frac{1}{r} \frac{\partial u_z}{\partial r} + n \frac{\partial^2 u_z}{\partial r^2} \right) \quad (4.46)$$

Malheureusement, cette équation est non-linéaire. Cependant, d'autres travaux dans notre équipe nous ont prouvés que dans certaines conditions de fréquences et d'amplitude, on pouvait s'attendre à un comportement faiblement non linéaire surtout si le fluide est faiblement non newtonien ($n \sim 1$). Profitant de cette remarque nous avons tenté de résoudre cette équation en supposant qu'elle pouvait avoir un comportement linéaire. Dans ces conditions on peut supposer :

$$u_z(r, t, n, \omega) = \tilde{u}_z(r, n, \omega) e^{i\omega t} \quad (4.47)$$

On obtient en fin du compte :

$$\left[n \frac{\partial^2 \tilde{u}_z}{\partial r^2} \left| \frac{\partial \tilde{u}_z}{\partial r} \right|^{n-1} + \frac{1}{r} \left| \frac{\partial \tilde{u}_z}{\partial r} \right|^n \right] e^{i(n-1)\omega t} = \frac{-\rho}{k} i^3 \omega \tilde{u}_z - \frac{\nabla P_0}{k} \quad (4.48)$$

Si le fluide est faiblement non-newtonien on peut poser $n = \varepsilon + 1$ où ε est très petit ($\varepsilon \rightarrow 0$), donc $n-1 = \varepsilon$ peut être très faible et l'équation d'amplitude peut se réduire à :

$$n \frac{\partial^2 \tilde{u}_z}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \left| \frac{\partial \tilde{u}_z}{\partial r} \right|^n = \frac{-\rho}{k} i^3 \omega \tilde{u}_z - \frac{\nabla P_0}{k} \quad (4.49)$$

Si $n = 1$ on retrouve l'équation d'amplitude de Womersley (voir l'équation 4.2) :

$$\frac{\partial^2 \tilde{u}_z}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \tilde{u}_z}{\partial r} + \frac{\rho}{k} i^3 \omega \tilde{u}_z = -\frac{\nabla P_0}{k} \quad (4.50)$$

Dans cette équation la consistance k joue le rôle de la viscosité dynamique du fluide newtonien μ . Analytiquement, il est encore difficile de résoudre l'équation (4.49) malgré les

simplifications. Nous avons donc été obligé de résoudre l'équation non simplifiée (4.46) numériquement ; soit en utilisant la méthode des volumes finis (Fluent), soit avec la méthode des différences finis. Pour cette dernière méthode, on doit normaliser cette équation (4.46).

ii)-Normalisation de l'équation d'amplitude

On normalise l'amplitude de la vitesse $\tilde{u}_z$ par une vitesse caractéristique $\tilde{u}_c$, le rayon r par le rayon du tube a et le temps t par un temps caractéristique t_c à définir. L'équation (4.46) adimensionnée s'écrit sous la forme :

$$\rho \frac{\tilde{u}_c}{t_c} \frac{\partial \tilde{u}^+}{\partial t^+} = -\nabla P_0 e^{i\alpha_c t^+} + \frac{k \tilde{u}_c^n}{a^{n+1}} \left| \frac{\partial \tilde{u}^+}{\partial r^+} \right|^{n-1} \left(\frac{1}{r^+} \frac{\partial \tilde{u}^+}{\partial r^+} + n \frac{\partial^2 \tilde{u}^+}{\partial r^{+2}} \right) \quad (4.51)$$

Il y'a deux façon de définir le temps caractéristique ; soit par l'inverse de la pulsation $t_c = 1/\omega$, soit par l'inverse du temps de diffusion de la quantité de mouvement $t_c = a^2/\nu_{app}$.

➤ 1^{er} cas : on prend $t_c = 1/\omega$

Si on normalise le temps par l'inverse de la pulsation $t^+ = t/(1/\omega)$, l'équation (4.51) devient :

$$\rho \omega \frac{a^{n+1}}{k \tilde{u}_c^{n-1}} \frac{\partial \tilde{u}^+}{\partial t^+} = -\nabla P_0 \frac{a^{n+1}}{k \tilde{u}_c^n} e^{it^+} + \left| \frac{\partial \tilde{u}^+}{\partial r^+} \right|^{n-1} \left(\frac{1}{r^+} \frac{\partial \tilde{u}^+}{\partial r^+} + n \frac{\partial^2 \tilde{u}^+}{\partial r^{+2}} \right) \quad (4.52)$$

Dans ce cas on peut prendre comme vitesse caractéristique $\tilde{u}_c = (\nabla P_0 a^{n+1}/k)^{1/n}$ et en fin de compte on obtient l'expression de l'équation adimensionnelle qui s'écrit sous la forme suivante :

$$\rho \omega \left(\frac{a^{n+1}}{k \nabla P_0^{n-1}} \right)^{1/n} \frac{\partial \tilde{u}^+}{\partial t^+} = -e^{it^+} + \left| \frac{\partial \tilde{u}^+}{\partial r^+} \right|^{n-1} \left(\frac{1}{r^+} \frac{\partial \tilde{u}^+}{\partial r^+} + n \frac{\partial^2 \tilde{u}^+}{\partial r^{+2}} \right) \quad (4.53)$$

On peut extraire de cette équation le nombre de Womersley généralisé, qu'il s'écrit comme suit :

$$\alpha_n = (\rho \omega)^{1/2} \left(\frac{a^{n+1}}{k \nabla P_0^{n-1}} \right)^{1/2n} \quad (4.54)$$

➤ 2^{ème} cas : on prend $t_c = a^2/\nu_{app}$

On sait que :

$$t_c = \frac{a^2}{\nu_{app}} = \frac{\rho a^2}{\mu_{app}} = \frac{\rho a^2}{k \left(\frac{\tilde{u}_c}{a} \right)^{n-1}} = \frac{\rho a^{n+1}}{k \tilde{u}_c^{n-1}}$$

Ici on prend également $\tilde{u}_c = (\nabla P_0 a^{n+1}/k)^{1/n}$. On peut exprimer t_c en fonction de $\tilde{u}_c$ et l'expression devient : $t_c = \rho \tilde{u}_c / \nabla P_0$. Alors l'équation adimensionnelle dans ce cas s'écrit :

$$\frac{\partial \tilde{u}^+}{\partial t^+} = -e^{i\alpha_n^2 t^+} + \left| \frac{\partial \tilde{u}^+}{\partial r^+} \right|^{n-1} \left(\frac{1}{r^+} \frac{\partial \tilde{u}^+}{\partial r^+} + n \frac{\partial^2 \tilde{u}^+}{\partial r^{+2}} \right) \quad (4.55)$$

Comme on vient de le dire, on peut résoudre cette équation par la méthode des différences finis [112] en discrétisant le temps t et l'espace r . On peut aussi résoudre cette équation sous forme dimensionnelle (4.46), par la méthode des volumes finis, en utilisant le code de calcul Fluent et c'est cette dernière méthode qui a été retenue. Le paragraphe ci-dessous montre les résultats obtenus en déterminant la fonction de transfert hydrodynamique du système pour chaque indice de fluidité n .

iii)-Solution numérique

D'après les résultats de l'étude stationnaire de l'écoulement des fluides en loi de puissance à travers un tube, nous avons utilisé le maillage de la figure 4.27 dans les gammes des basses fréquences (T.B.F) et un maillage uniforme très fin dans le cas des hautes fréquences avec $N_a=200$ points suivant le rayon et $N_z=50$ points suivant l'axe de tube. Nous avons utilisé également l'algorithme « couplé » pour accélérer les calculs pour chaque indice de fluidité.

• Module et phase de « l'inconsistance complexe »

Nous plaçons dans l'hypothèse où le problème de la réponse de l'écoulement d'un fluide en loi de puissance dans un tube, soumis à une oscillation sinusoïdale de la pression, n'est pas fortement non linéaire.

Dans ce cas, on rappelle que l'écoulement en régime stationnaire dans un tube circulaire de rayon a et de longueur L , donne le débit (4.40) :

$$Q_{TBF}(\omega=0, r, n) = \pi \left(\frac{n}{3n+1} \right) \left(\frac{\nabla P_0}{2k} \right)^{1/n} r^{(3n+1)/n} \quad (4.56)$$

Le gradient de pression a alors comme expression :

$$\nabla P_0 = 2k \left(\frac{3n+1}{\pi n} \right)^n \frac{1}{r^{(3n+1)}} Q_{TBF}^n(\omega=0, r, n) \quad (4.57)$$

A partir de cette expression on constate que la définition classique de l'admittance ne sera pas pertinente pour l'identification de notre milieu poreux. Ainsi, pour des raisons purement pratiques nous allons définir une grandeur G_{TBF} égale à l'inverse d'une pseudo-consistance globale qui ne dépend pas du débit, mais uniquement de la consistance du fluide, de son indice de fluidité et du rayon du tube. Dans ce cas aux très basses fréquences (régime stationnaire), celle-ci sera nommée « inconsistance » basses fréquences et est donnée par :

$$G_{TBF}(\omega=0, r, n) = \frac{Q_{TBF}^n(\omega=0, r, n)}{\nabla P_0} = \frac{1}{2k} \left(\frac{\pi n}{3n+1} \right)^n r^{(3n+1)} \quad (4.58)$$

Dans le cas instationnaire, on peut définir « l'inconsistance complexe » par son expression généralisée comme suit :

$$\tilde{G}(\omega, r, n) = \frac{\tilde{Q}^n(\omega, r, n)}{\nabla P_0} \quad (4.59)$$

Celle-ci peut être normalisée par sa valeur TBF :

$$\tilde{G}(\omega, r, n) = G_{TBF}(\omega, r, n) \cdot \tilde{g}(\alpha, n) \quad (4.60)$$

où $\tilde{g}(\alpha, n)$ est « l'inconsistance complexe » normalisée calculée pour un seul tube par « Fluent ».

Nous avons fait varier le nombre de Womersley défini par la relation 4.54 entre 0,01 et 13 pour différents indices de fluidité variant de 0,7 à 1,3. Nous avons ensuite déterminé et tracé le module et la phase de « l'inconsistance complexe », en utilisant la F.F.T pour chaque indice n . Les résultats numériques sont représentés ci-dessous :

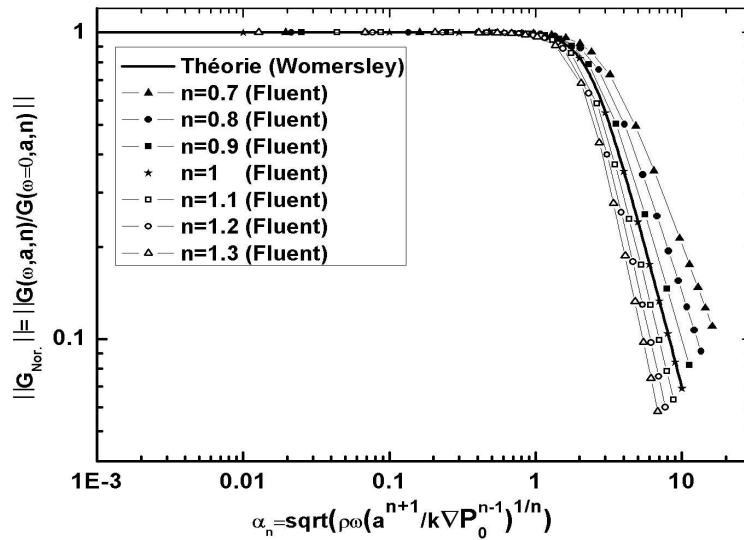


Figure 4.29. Module normalisé de « l'inconsistance complexe » en fonction de la fréquence réduite dans le cas d'un seul tube de rayon a.

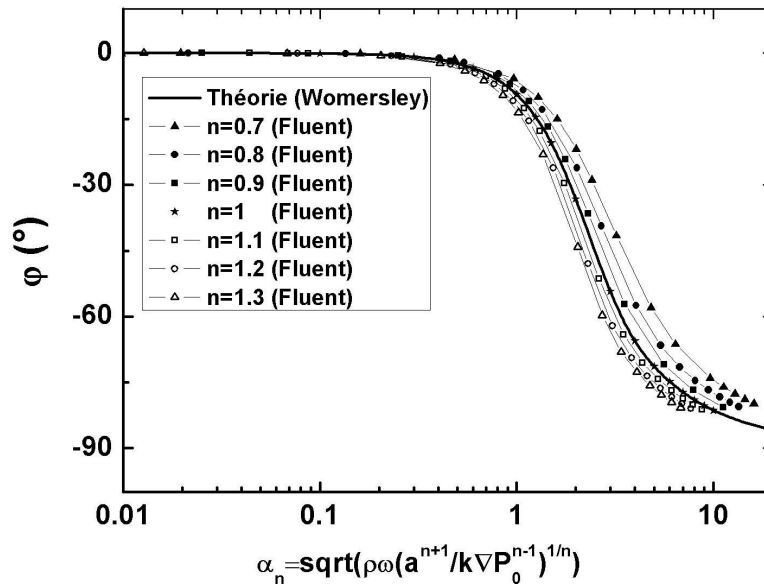


Figure 4.30. Phase de « l'inconsistance complexe » en fonction de la fréquence réduite dans le cas d'un seul tube de rayon a.

On peut remarquer sur ces courbes que le module et la phase de cette «inconsistance complexe» sont rehaussés dans le cas des fluides rhéofluidifiants et réduit dans le cas des fluides dilatants. Néanmoins, toute cette étude et ces résultats n'ont de sens que parce qu'une étude préalable sur la linéarité du problème fréquentiel a été menée.

iv)-Etude la non linéarité du système

Il est évident que la réponse de ce type d'écoulement instationnaire de fluide en loi de puissance, est non linéaire. A cause de cela, nous avons procédé à une analyse numérique fréquentielle pour déterminer les conditions dans lesquelles le système n'est que très faiblement non linéaire. Ces calculs ont été effectués à l'aide de deux codes de calcul numérique, dont l'un est en volumes finis (Fluent) et l'autre de type différences finies développé dans notre laboratoire. Les résultats concernant la valeur relative de l'amplitude du premier harmonique A_0 par rapport à celle du deuxième A_1 du débit, obtenus avec ces deux codes sont parfaitement confondus pour les indices de fluidité compris entre $0,7 \leq n \leq 1,3$. Ces amplitudes mesurées par une analyse spectrale ont prouvé la prépondérance des modes fondamentaux

par rapport aux harmoniques conduisant à un comportement linéaire du filtre hydrodynamique non newtonien pour $n \geq 0,7$, pour toutes les fréquences. La figure ci-dessous montre l'ensemble des résultats obtenus :

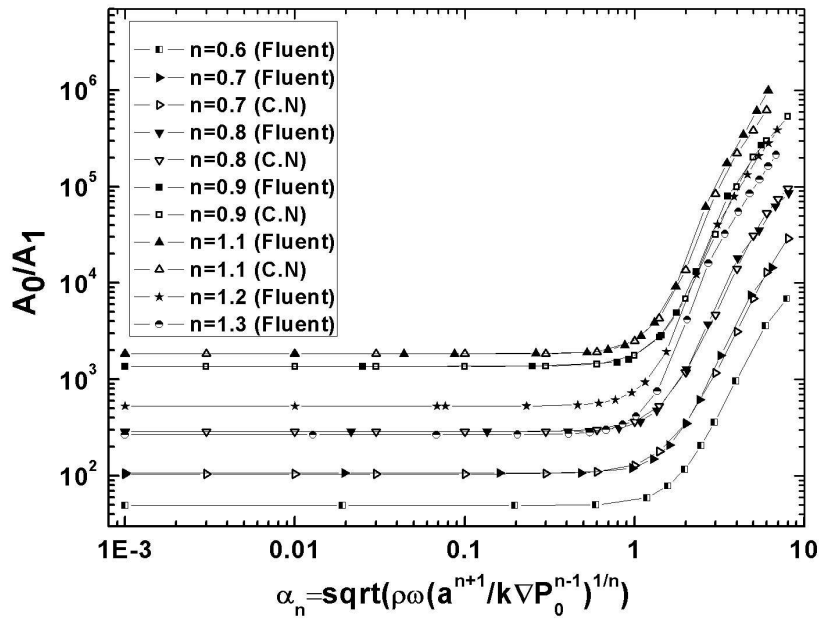


Figure 4.31. Rapport des amplitudes de la réponse en débit d'un fluide en loi de puissance en fonction de la fréquence réduite dans le cas d'un seul tube de rayon a .

Ces résultats ont été obtenus en calculant la FFT du débit aux basses et hautes fréquences. A titre d'exemple, nous donnons sur les figures 4.32 et 4.34 les résultats correspondant à la FFT du débit pour $n = 0,9$. En premier lieu on constate que seule les harmoniques multiples impaires de la fréquence fondamentale, sont présents dans ce signal ($f_0, f_1 = 3f_0, f_2 = 5f_0, \dots$). L'apparition d'harmoniques dans la FFT est bien une preuve que le système est fondamentalement non linéaire. Ces résultats correspondent à $Re_{TBF} = 0,001$. La figure 4.32 correspond à une valeur prise sur le plateau basses fréquences ($\alpha_n = 0,25$) et la figure 4.34 correspond à une valeur prise dans le domaine des hautes fréquences ($\alpha_n = 11,20$). Finalement, ces courbes montrent bien que la non linéarité du système finie par s'estomper aux hautes fréquences. Ces résultats sont obtenus pour 20 périodes. Par ailleurs, afin de vérifier l'harmonicité du signal de pression imposée durant le calcul, nous avons tracé sur les figures 4.33 et 4.35 la FFT du signal de la pression. Celles-ci montrent en effet que la pression est bien sinusoïdale. Le bruit qu'on aperçoit sur ces courbes de la pression est dû à la discrétisation de la pression qui est calculée au second ordre.

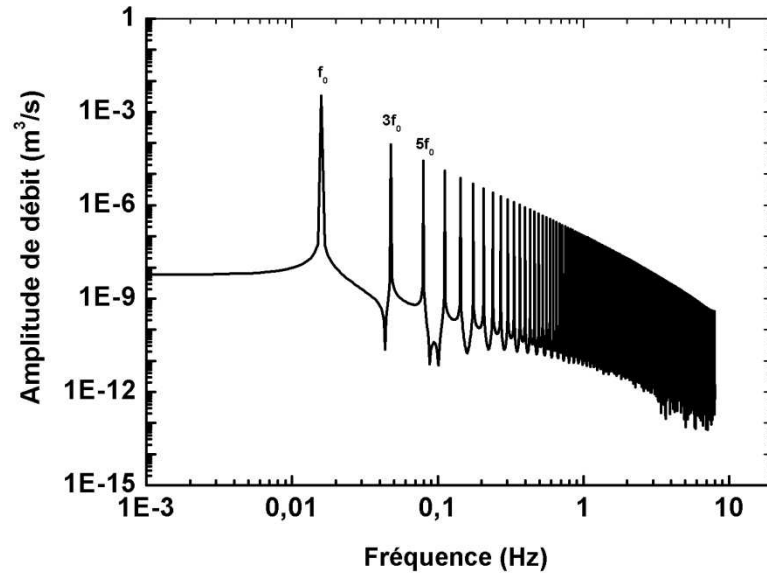


Figure 4.32. Amplitude de la FFT du débit en fonction de la fréquence pour $n=0,9$ aux très basses fréquences.

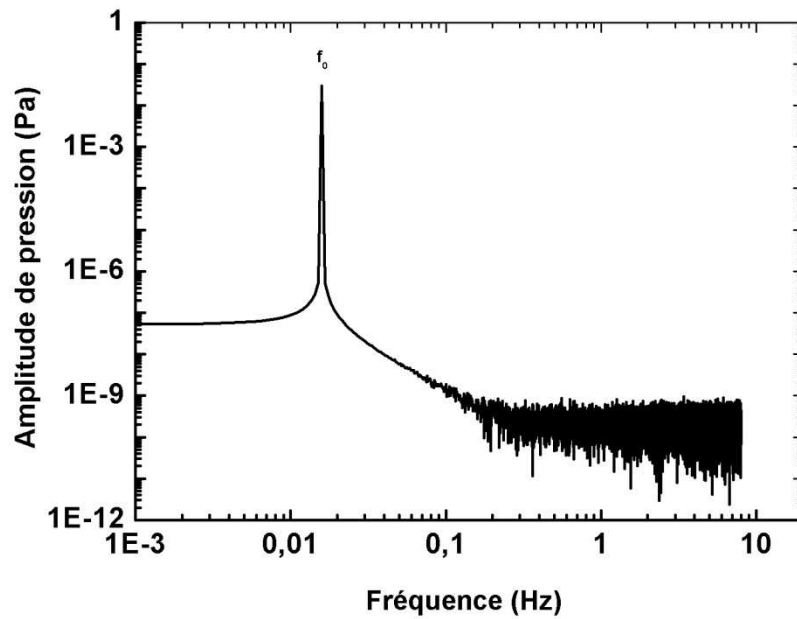


Figure 4.33. Amplitude de la FFT de la pression en fonction de la fréquence pour $n=0,9$ aux très basses fréquences.

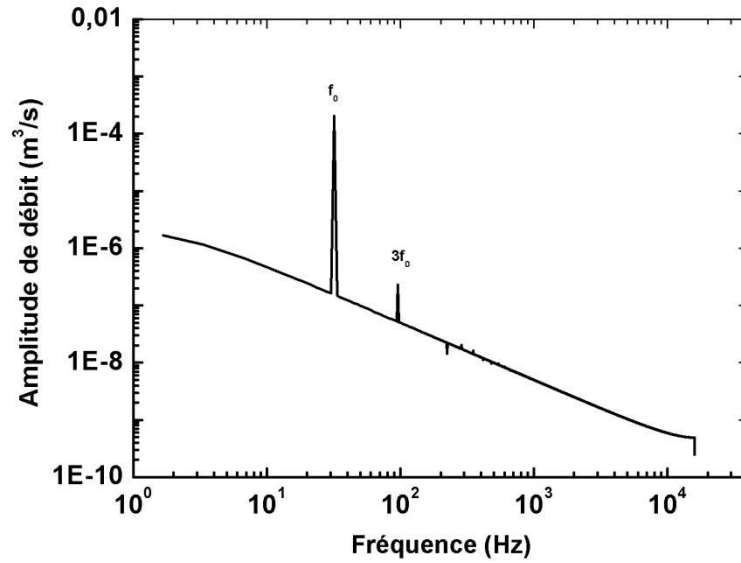


Figure 4.34. Amplitude de la FFT du débit en fonction de la fréquence pour $n=0,9$ aux hautes fréquences.

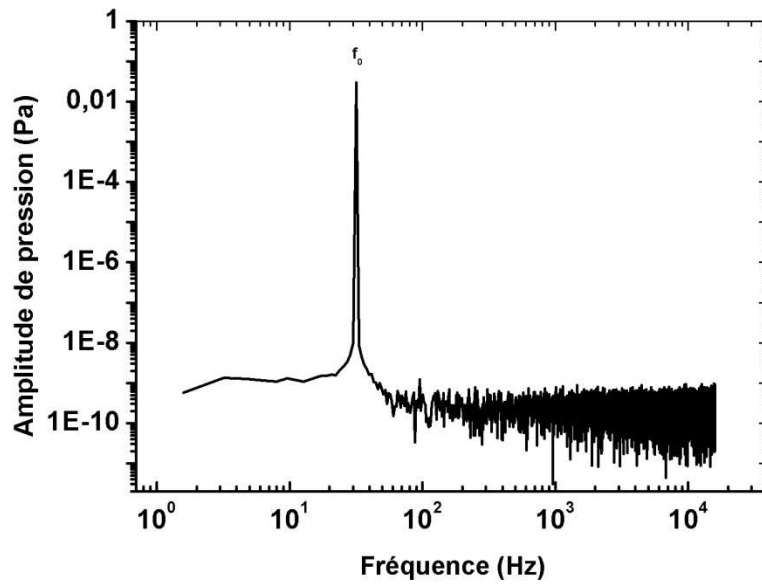


Figure 4.35. Amplitude de la FFT de la pression en fonction de la fréquence pour $n=0,9$ aux hautes fréquences.

Le résultat le plus important pour cette étude est celui de la figure 4.36 qui représente l'inverse du rapport des deux premiers harmoniques aux très basses fréquences (valeurs du plateau, voir la courbe 4.31) en fonction de l'indice de fluidité n . En effet, on peut y constater que le système étudié reste très faiblement non linéaire pour les fluides en loi de puissance pour des indices de fluidités n voisins de 1 et qu'il faut bien s'éloigner de $n = 1$, pour assister à un comportement fortement non linéaire aux basses fréquences.

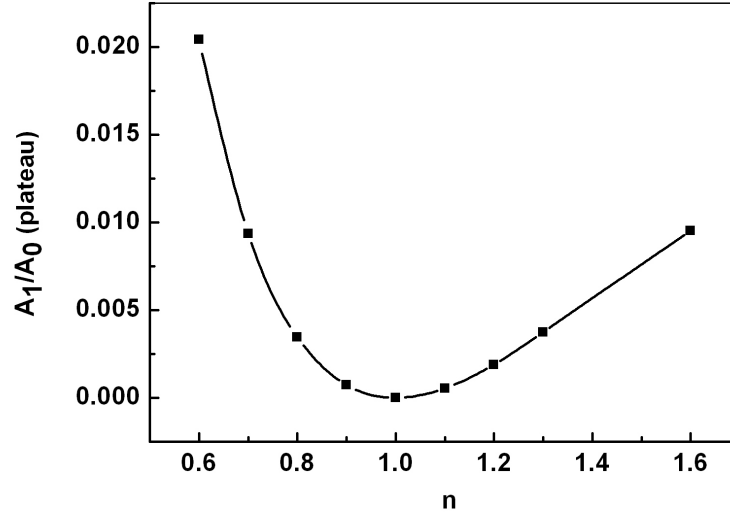


Figure 4.36. Inverse du rapport des deux premiers harmoniques en très basse fréquence en fonction de l'indice de fluidité n .

4.2.3 Détermination de la distribution de tailles de pores dans le cas des fluides en loi de puissance

Ne disposant pas d'expression explicite pour le noyau constituant «l'inconsistance complexe» normalisée $\tilde{g}(\alpha, n)$ nous l'avons calculé numériquement à l'aide de Fluent. Pour un indice de fluidité n fixé, après avoir calculé la fonction de transfert (module\phase) de ce noyau, nous avons procédé à une interpolation polynomiale des valeurs du module et de ceux de la phase, en fonction de la fréquence réduite. A ce niveau, on peut effectuer un calcul direct pour une distribution gaussienne par exemple. Mais avant d'attaquer ce problème dédié aux fluides en loi de puissance, on doit vérifier tout d'abord la validité de cette méthode en l'appliquant aux fluides newtoniens qui ne sont qu'un cas particulier ($n=1$).

i)-Vérification du calcul direct pour les fluides newtoniens ($n = 1$)

Théoriquement, on connaît l'expression du noyau de l'équation de Fredholm c'est-à-dire l'admittance complexe du système qui se confond dans ce cas avec «l'inconsistance complexe». On importe les données du calcul effectué par «Fluent» du module et la phase de l'admittance complexe normalisée $\tilde{g}(\alpha, n=1)$ d'un seul tube, en fonction de nombre de Womersley $\alpha = a\sqrt{\omega/\nu}$. Ensuite, on lisse ces valeurs à l'aide d'un polynôme d'ordre 10 (4.61). Par conséquent, on peut comparer ce module et cette phase théoriques (Womersley) avec ceux calculés numériquement par «Fluent».

$$\begin{aligned} \|\tilde{g}(\alpha)\| = & 1,00044 + 8,11 \cdot 10^{-4} \alpha - 3,65 \cdot 10^{-2} \alpha^2 + 1,26 \cdot 10^{-1} \alpha^3 - 1,74 \cdot 10^{-1} \alpha^4 \\ & + 9,15 \cdot 10^{-2} \alpha^5 - 2,5 \cdot 10^{-2} \alpha^6 + 3,93 \cdot 10^{-3} \alpha^7 \\ & - 3,61 \cdot 10^{-4} \alpha^8 + 1,8 \cdot 10^{-5} \alpha^9 - 3,78 \cdot 10^{-7} \alpha^{10} \end{aligned} \quad (4.61)$$

Pratiquement, on remplace α par son expression $\alpha = r\sqrt{\omega/\nu}$ dans l'expression de la fonction de lissage de $\tilde{g}(\alpha)$ (contenant le module et la phase), ensuite on la multiplie par $G_{TBF} = \pi r^4 / 8\mu$ puis on normalise le résultat par $G_{eq,TBF} = \int_0^\infty G_{TBF} p(r) dr$ (voir l'éq. 4.62). A ce stade nous pouvons effectuer le calcul direct en utilisant l'intégrale suivante qui s'écrit comme :

$$\tilde{G}_{eq,Nor.}(\omega) = \frac{\int_0^\infty \tilde{g}(\omega, r) \cdot (\pi r^4 / 8\mu) p(r) dr}{\int_0^\infty G_{TBF} p(r) dr} \quad (4.62)$$

Enfin on peut tracer le module et la phase de l'admittance complexe normalisée en fonction de la fréquence réduite α pour une distribution gaussienne de valeur moyenne $m = 10\mu m$ et d'écart type $\sigma = 2\mu m$. Une comparaison est effectuée entre le calcul direct théorique (Womersley) et le calcul obtenu par la fonction de lissage polynomiale d'ordre 10. La figure 4.37 montre que les résultats obtenus se confondent parfaitement.

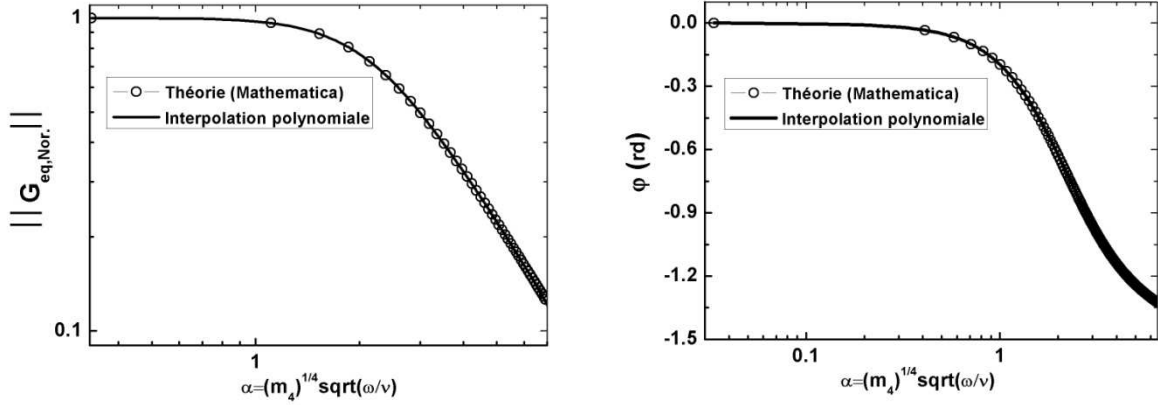


Figure 4.37. Comparaison entre le module et la phase de l'admittance complexe équivalente théorique et de celle calculée par la fonction de lissage en fonction de la fréquence réduite.

Après avoir validé cette procédure dans le cas newtonien, nous allons l'utiliser dans les cas des fluides d'Ostwald.

ii)-Calcul direct pour les fluides en loi de puissance

On suppose que la distribution $p(r)$ est une gaussienne de valeur moyenne $m = 10\mu m$ et d'écart type $\sigma = 2\mu m$. En appliquant la procédure validée ci-dessus, on peut effectuer un calcul direct pour des fluides en loi de puissance pour différents indices de fluidité ($n = 0,7, n = 0,8, n = 0,9, n = 1,1, n = 1,2, n = 1,3$). On utilise également le nombre de Womersley généralisé appelé ici :

$$\alpha_n = \sqrt{\rho\omega \left(\frac{r^{n+1}}{kVP_0^{n-1}} \right)^{1/n}} \quad (4.63)$$

On récapitule les résultats sur la figure 4.38 ci-dessous :

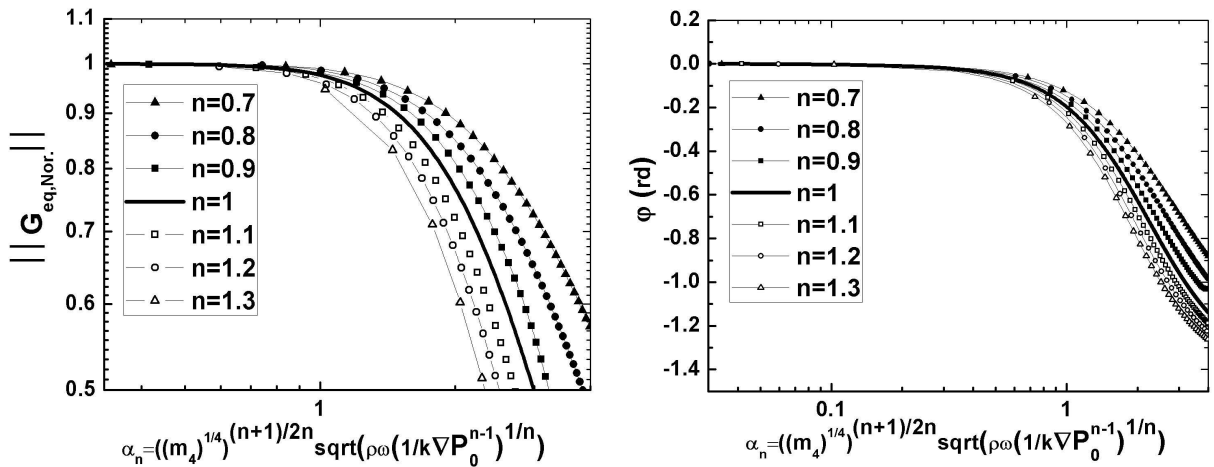


Figure 4.38. Module et phase de «l'inconsistance complexe» équivalente normalisée en fonction de la fréquence réduite pour les fluides en loi de puissance.

iii)-Calcul inverse de la distribution pour les fluides en loi de puissance

- *Vérification du calcul pour les fluides newtoniens*

Ici on souhaite vérifier l'efficacité de la méthode inverse en utilisant la fonction de lissage d'ordre 10 à travers la connaissance du module et la phase du système complexe. Pour effectuer ce calcul inverse on doit impérativement rendre les équations adimensionnelles, pour cela on normalise le rayon r par la racine carré du moment d'ordre 2 ($r^+ = r/\sqrt{m_2}$) et la pulsation ω par l'inverse du temps de diffusion de la quantité de mouvement ($\omega^+ = \omega/(\nu/m_2)$). Comme dans le cas des fluides à seuil, nos calculs doivent être proches de la réalité. Pour cela, nous supposons une distribution gaussienne de valeur moyenne $m = 10^{-4}m$ et d'écart type $\sigma = 2.10^{-5}m$. L'équation intégrale de première espèce de Fredholm devient alors :

$$\tilde{G}^+(\omega^+) = \int_0^\infty \tilde{g}^+(\omega^+, r^+) p^+(r^+) dr^+ \quad (4.64)$$

Pour la distribution gaussienne, le calcul direct est représenté par son module et sa phase tracés sur la figure 4.39 ci-dessous :

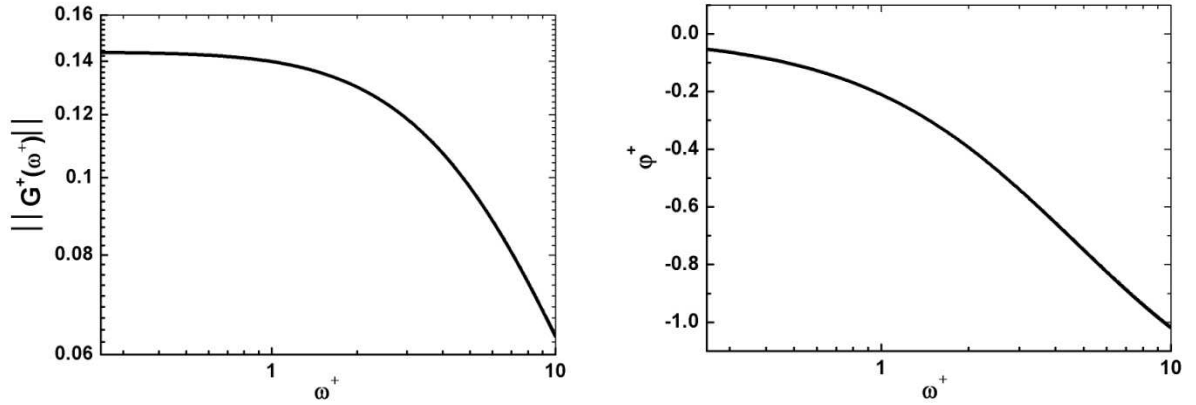


Figure 4.39. Module et phase adimensionnelles de l'admittance complexe équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour des fluides newtoniens et une distribution gaussienne.

Au-delà $\omega^+ = 10$ le module et la phase divergent, ceci est dû à la fonction de lissage. L'inversion s'effectue à travers le domaine de la pulsation non-dimensionnelle étudié. Le calcul inverse de la gaussienne est représenté sur la figure 4.40 :

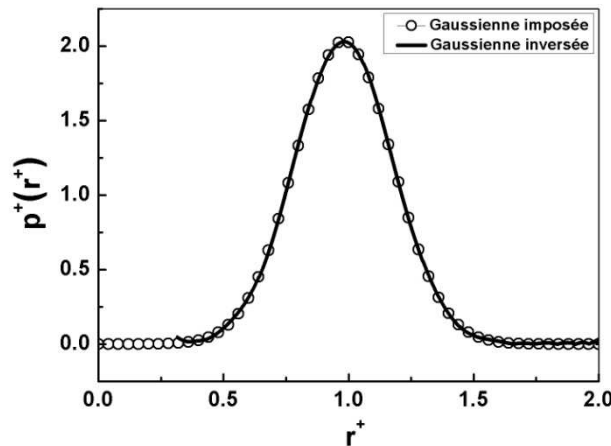


Figure 4.40. Comparaison entre la distribution initiale et celle calculée par inversion ($n=1$).

Cette figure montre une concordance parfaite entre la distribution gaussienne originale et la distribution calculée avec la méthode matricielle d'inversion. Pour vérifier l'efficacité de cette technique avec des distributions plus complexes, une distribution gaussienne bimodale est considérée, avec deux pics m_1 et

$m_2 = 2m_1$ et le même écarts-types σ . Le module et la phase sont tracés sur la figure 4.41 et la figure 4.42 présente le résultat obtenu par inversion en utilisant la méthode matricielle de Fredholm :

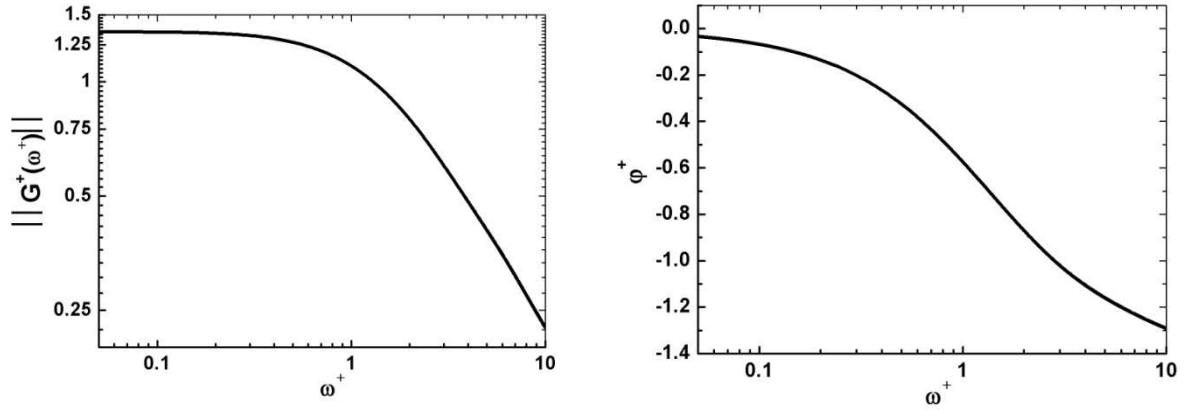


Figure 4.41. Module et phase adimensionnelles de l'admittance complexe équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour des fluides newtoniens et une distribution bimodale.

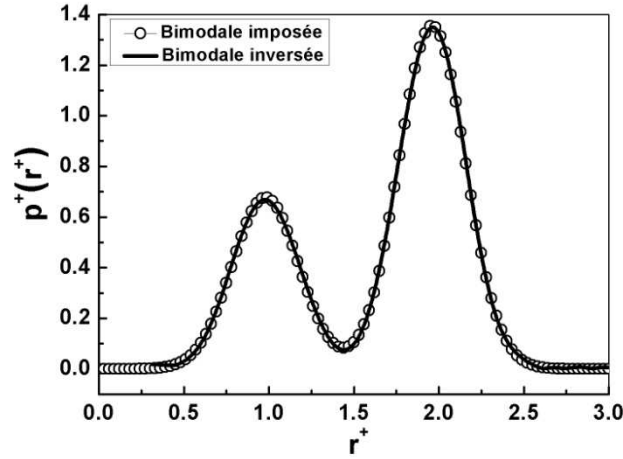


Figure 4.42. Comparaison entre la distribution initiale et celle calculée pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et σ en utilisant des fluides newtoniens ($n=1$).

On peut constater encore le très bon raccord entre la DTP supposée et celle calculée par inversion. Pour finir cette vérification, nous avons testé une autre distribution plus complexe de type gaussienne tri-modale. Le module et la phase ainsi que la distribution inverse sont représentés sur les figures 4.43 et 4.44 ci-dessous :

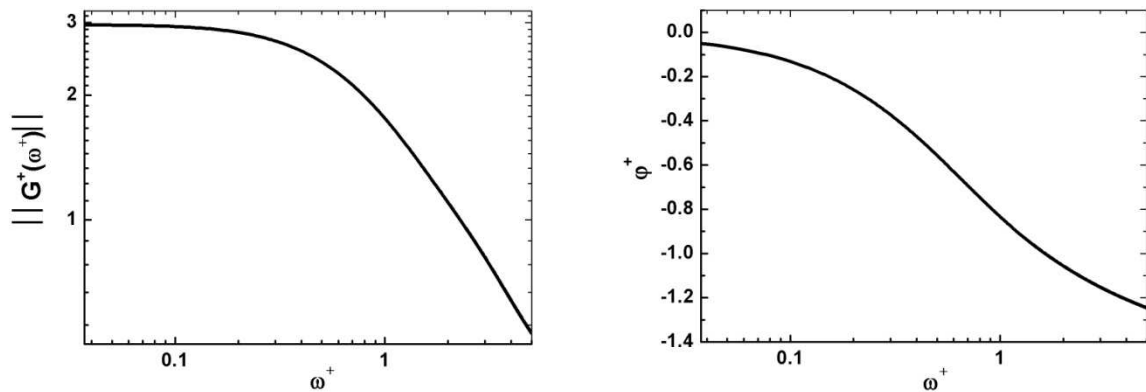


Figure 4.43. Module et phase adimensionnelles de l'admittance complexe équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour une distribution tri-modale avec m_1 , $m_2 = 2m_1$, $m_3 = 3m_1$ et σ en utilisant des fluides newtoniens.

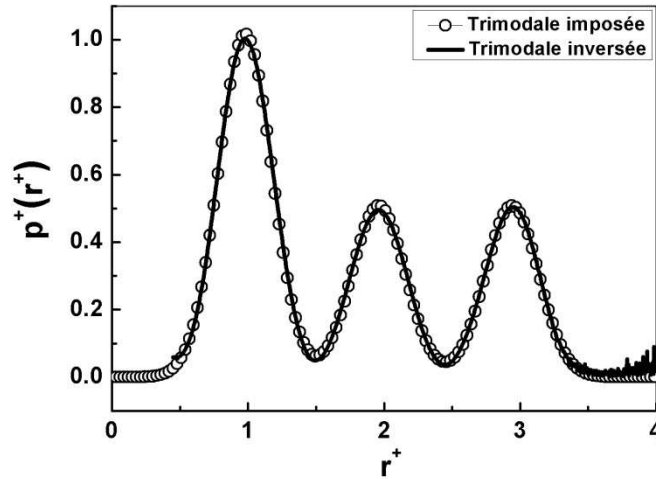


Figure 4.44. Comparaison entre la distribution initiale et celle calculée pour une distribution bimodale avec m_1 , $m_2 = 2m_1$, $m_3 = 3m_1$ et σ en utilisant des fluides newtoniens.

On remarque une parfaite concordance entre les deux courbes donc la méthode d'inversion est robuste.

Remarque :

- ✓ Pour cette analyse on prend toujours le moment d'ordre 2 correspondant au premier « pic » quelque soit la distribution choisie (gaussienne mono, bi ou tri-modale). Dans le cas étudié ci-dessus la racine carrée de ce moment d'ordre 2 est égale à $1,02 \cdot 10^{-4} m$.
- ✓ Le domaine de variation de la pulsation, sur lequel sont calculés le module et la phase, est celui indiqué sur les figures précédentes. Ce domaine correspond à celui qui permet d'obtenir toute la courbe de la distribution. Les bornes minimum et maximum qui permettent cette inversion sont calculées à l'aide des relations suivantes :

$$r^+ = \sqrt{\frac{1}{\omega^+}} \quad \text{et} \quad \Delta r^+ = \frac{r_{\max}^+ - r_{\min}^+}{N} \quad (4.65)$$

Où N est le nombre de points utilisés pour le calcul (ici on prend $N = 10^3$).

- ✓ On constate que dans le cas des distributions plus complexes (bi ou tri-modale), pour pouvoir inverser la distribution, on doit tenir compte du domaine fréquentiel car l'inversion doit se faire principalement dans le domaine de la transition entre les basses et les hautes fréquences. Comme la pulsation est normalisée par le biais du moment du premier « pic », le deuxième et le troisième « pic » sont à calculer dans le domaine des basses fréquences.

Conclusion :

Nous avons vérifié avec succès l'efficacité de la technique d'inversion effectuée par la méthode matricielle, en lissant les courbes du module et la phase de l'admittance complexe. Celle-ci est calculée numériquement dans le cas d'un écoulement instationnaire de fluides newtonien, à travers un tube de section cylindrique. Ce lissage a été effectué par une fonction d'interpolation polynomiale d'ordre 10. A ce stade, la question posée est la suivante : est-ce que cette méthode d'inversion est encore efficace pour les fluides en loi de puissance ? La réponse est donnée dans les paragraphes suivants.

- **Calcul inverse pour les fluides rhéofluidifiants**

On applique la même démarche et le même paramétrage des distributions que précédemment aux fluides rhéofluidifiants. En commençant par la normalisation des paramètres géométriques, physiques et dynamiques du problème. Ainsi, on normalise le rayon par la racine carrée du moment d'ordre 2 du premier «pic» ($r^+ = r/\sqrt{m_2}$) et la pulsation par l'inverse du temps de diffusion de quantité de mouvement ($\omega^+ = \omega/(v_{app}/m_2)$). La viscosité cinématique apparente caractéristique est définie par :

$$v_{app} = \frac{\mu_{app}}{\rho} \quad \text{avec} \quad \mu_{app} = k \left(\frac{\tilde{u}_c}{2r} \right)^{n-1} \quad (4.66)$$

où $\tilde{u}_c = (\nabla P_0 r^{n+1}/k)^{1/n}$ est la vitesse caractéristique définie ci-dessus.

«L'inconsistance complexe» équivalente dimensionnelle s'écrit sous la forme suivante :

$$\tilde{G}_{eq}(\omega^+, n) = G_{c,n} \int_0^\infty \tilde{g}^+(\omega^+, r^+, n) p^+(r^+) dr^+ \quad (4.67)$$

avec $G_{c,n} = \pi^n m_2^{(1+3n)/2}/k$ est «l'inconsistance complexe» caractéristique, pour les fluides en loi de puissance et $\tilde{g}^+(\omega^+, r^+, n)$ est «l'inconsistance complexe» adimensionnelle élémentaire reconstituée par la fonction polynomiale de lissage des résultats numérique (module et phase).

Pour n=0,8

La technique d'inversion est alors testée dans le cas des fluides rhéofluidifiants pour l'indice de fluidité $n=0,8$. On commence par une distribution gaussienne, le module et la phase ont été calculés numériquement puis lissés. Utilisant cette fonction de lissage nous avons pu déterminer la distribution recherchée. Les figures 4.45 et 4.46 montrent respectivement les résultats obtenus :

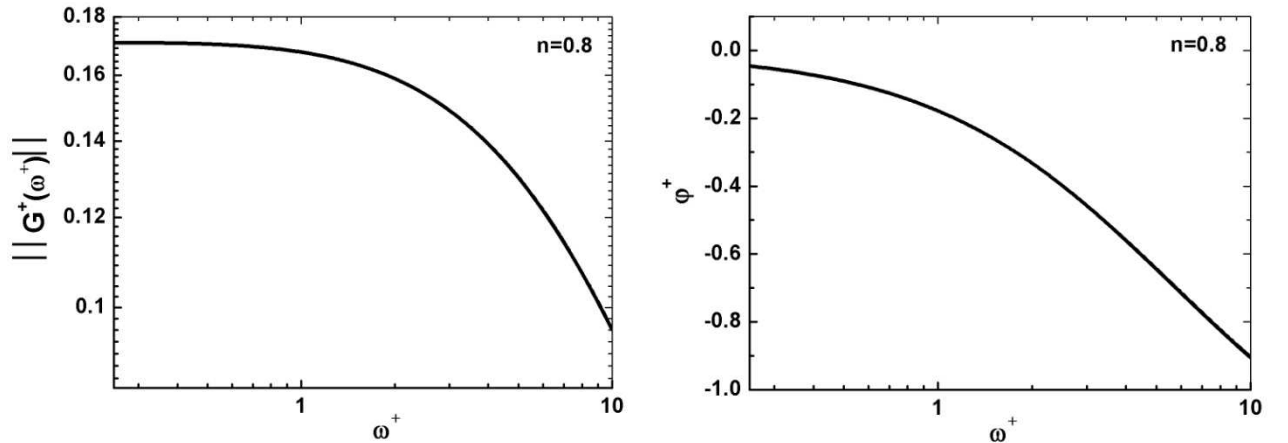


Figure 4.45. Module et phase adimensionnelles de «l'inconsistance complexe» équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour $n=0,8$ et une distribution gaussienne.

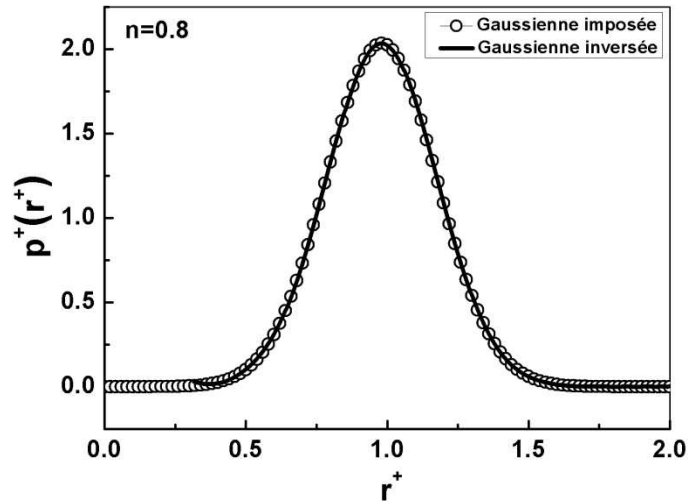


Figure 4.46. Comparaison entre la distribution originale et celle calculée par inversion pour $n=0,8$ et une distribution gaussienne.

On constate ici sur la figure ci-dessus que la méthode inverse est validée pour l'indice de fluidité $n=0.8$. Nous avons testé également deux distributions de type bimodal. Les figures ci-dessous montrent les résultats obtenus :

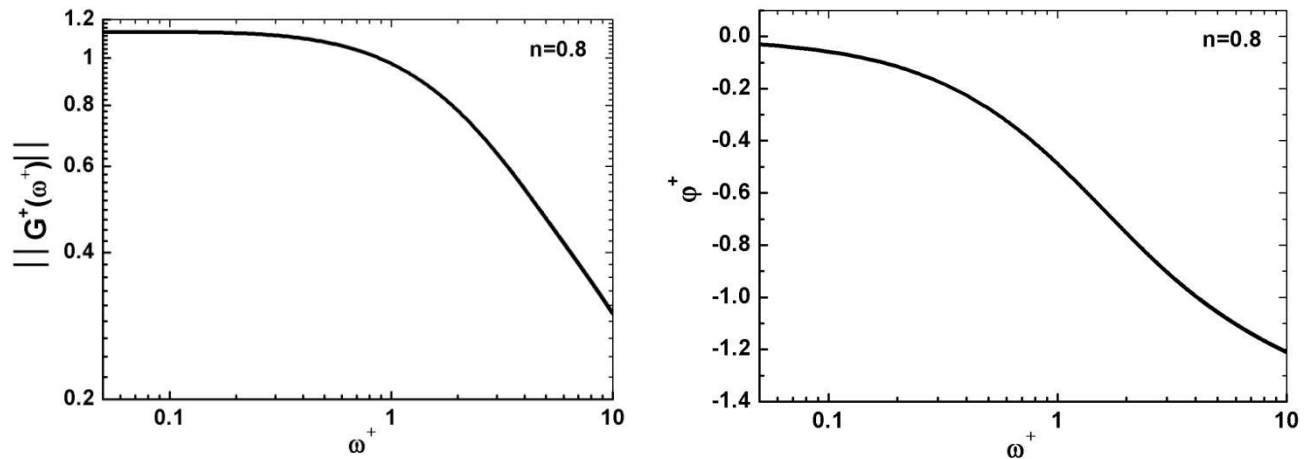


Figure 4.47. Module et phase adimensionnelles de « l'inconsistance complexe » équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour $n=0,8$ et une distribution bimodale (même écart type).

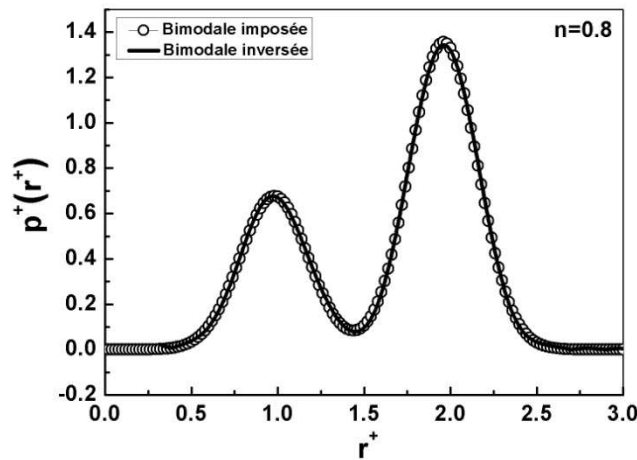


Figure 4.48. Comparaison entre la distribution originale et celle calculée par inversion pour $n=0,8$ et une distribution bimodale (même écart type).

Pour l'autre distribution nous avons choisi deux écarts types différents. La figure 4.49 illustre le module et la phase. La figure 4.50 montre la distribution inverse obtenue :

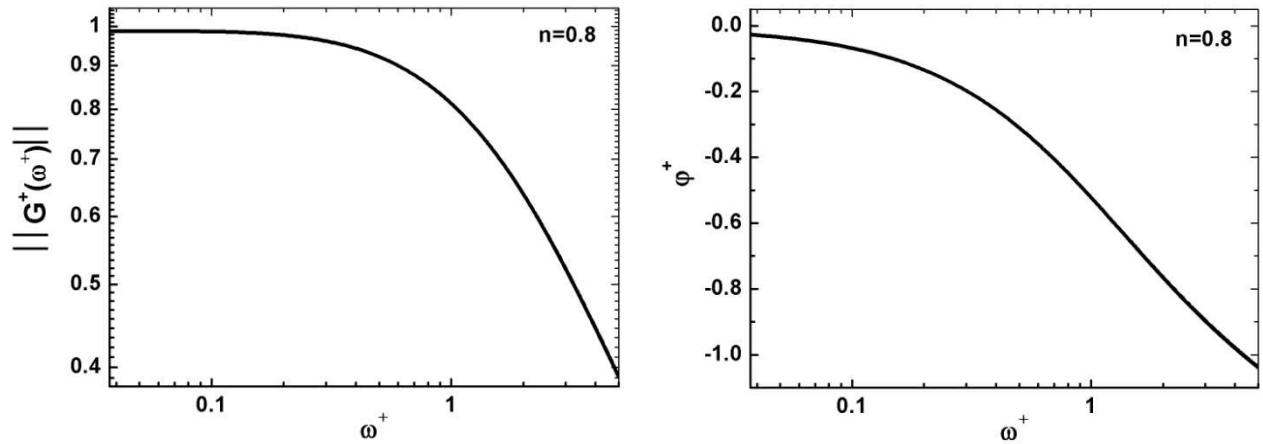


Figure 4.49. Module et phase adimensionnelles de «l'inconsistance complexe » équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour $n=0,8$ et une distribution bimodale (écarts types différents).

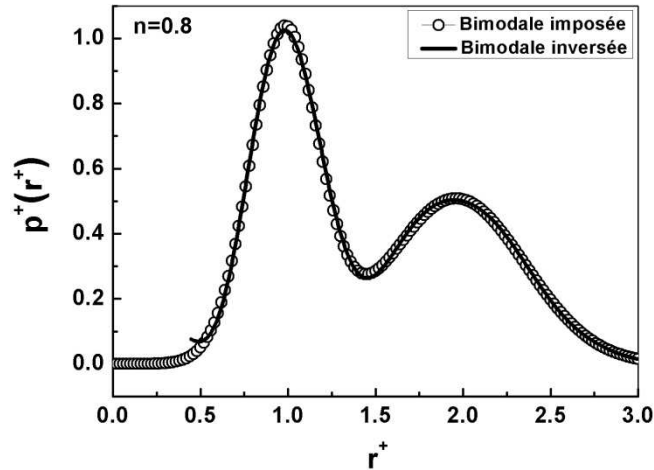


Figure 4.50. Comparaison entre la distribution originale et celle calculée par inversion pour $n=0,8$ et une distribution bimodale (écarts types différents).

Cette courbe montre une bonne concordance de la distribution inverse avec celle initiale d'une part et la non influence de la forme de la distribution d'autre part.

Remarque

Les mêmes types de distributions ont été testés pour les autres indices de fluidité ($n = 0,7$; $n = 1,1$; $n = 1,3$). Nous avons donc tracé le module et la phase de «l'inconsistance complexe » et calculé la distribution inverse correspondante pour chaque cas. Sachant que les distributions gaussiennes multimodales seront validées si celle bimodale l'est, nous avons choisi de ne donner que les résultats relatifs à la mono est à la bimodale. Les résultats de calcul obtenus avec succès sont donnés ci-dessous :

Pour $n=0,7$

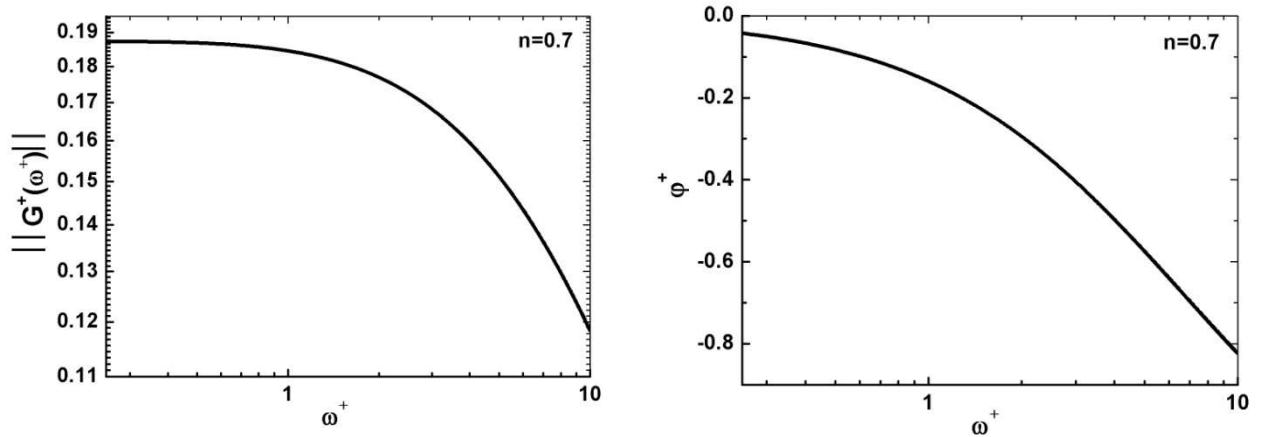


Figure 4.51. Module et phase adimensionnelles de «l'inconsistance complexe » équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour $n=0,7$ et une distribution gaussienne.

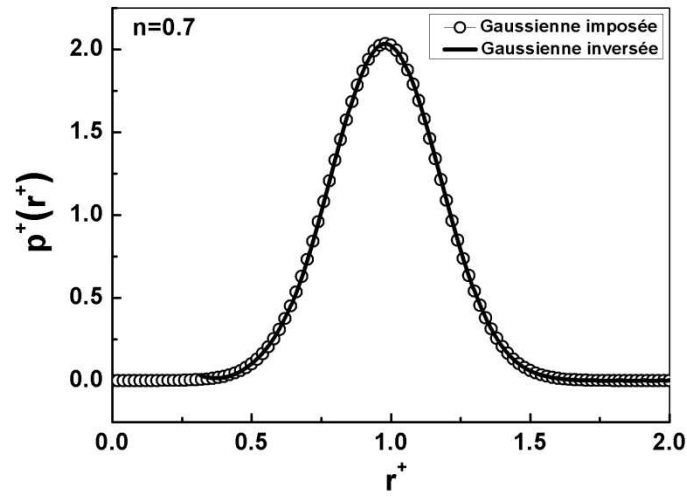


Figure 4.52. Comparaison entre la distribution originale et celle calculée par inversion pour $n=0,7$ et une distribution gaussienne.

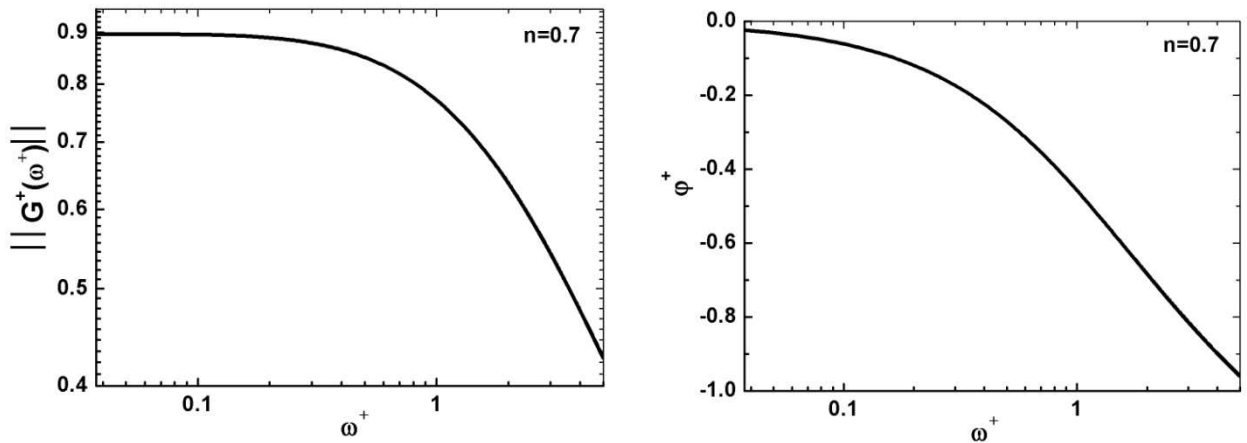


Figure 4.53. Module et phase adimensionnelles de «l'inconsistance complexe » équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour $n=0,7$ et une distribution bimodale (écarts types différents).

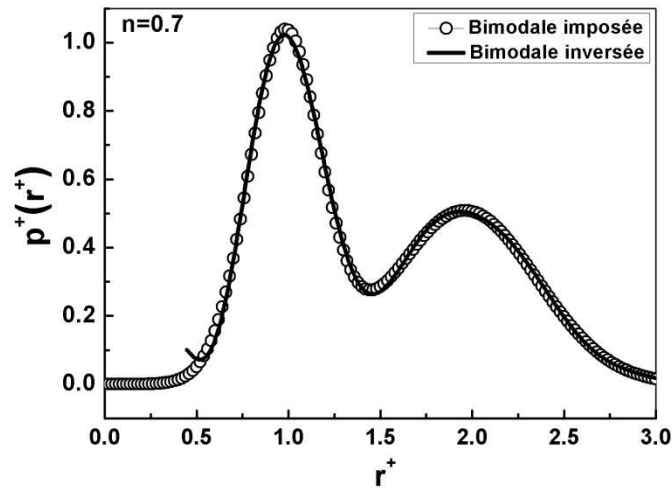


Figure 4.54. Comparaison entre la distribution originale et celle calculée par inversion pour $n=0,7$ et une distribution bimodale (écarts types différents).

- *Calcul inverse pour les fluides rhéoépaississants*

Pour $n=1,1$

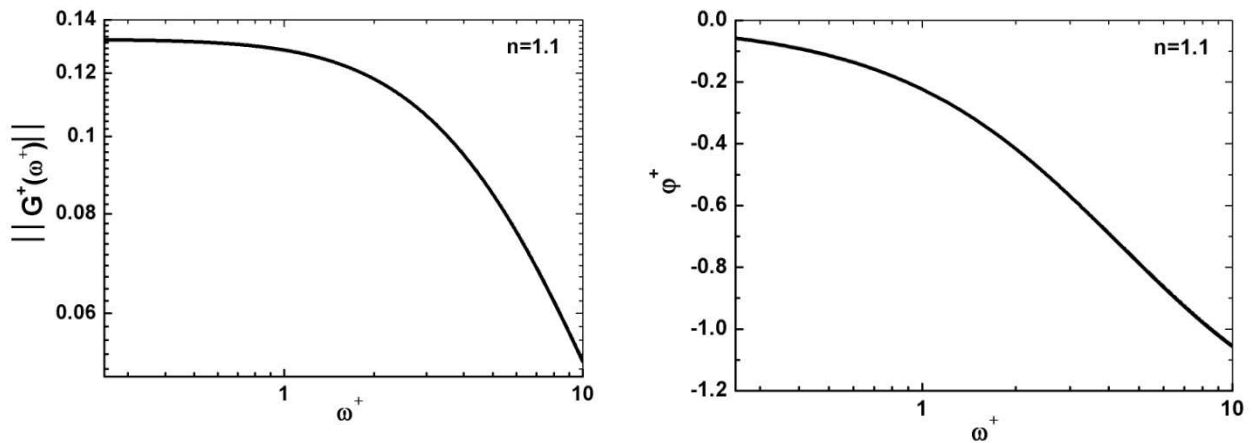


Figure 4.55. Module et phase adimensionnelles de «l'inconsistance complexe» équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour $n=1,1$ et une distribution gaussienne.

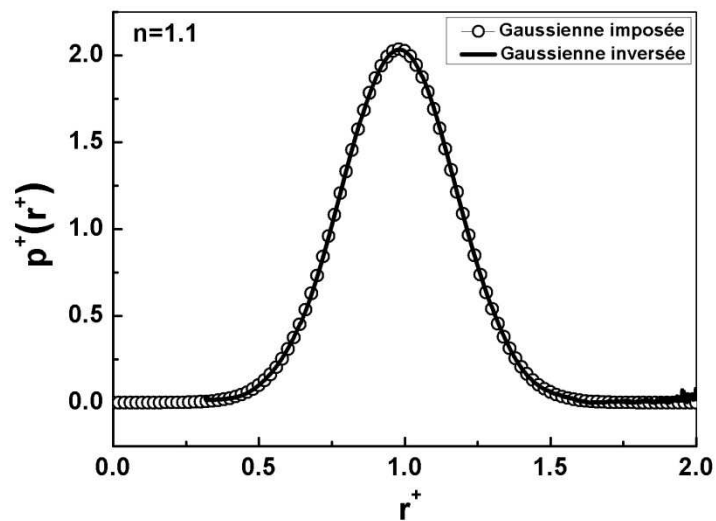


Figure 4.56. Comparaison entre la distribution originale et celle calculée par inversion pour $n=1,1$ et une distribution gaussienne.

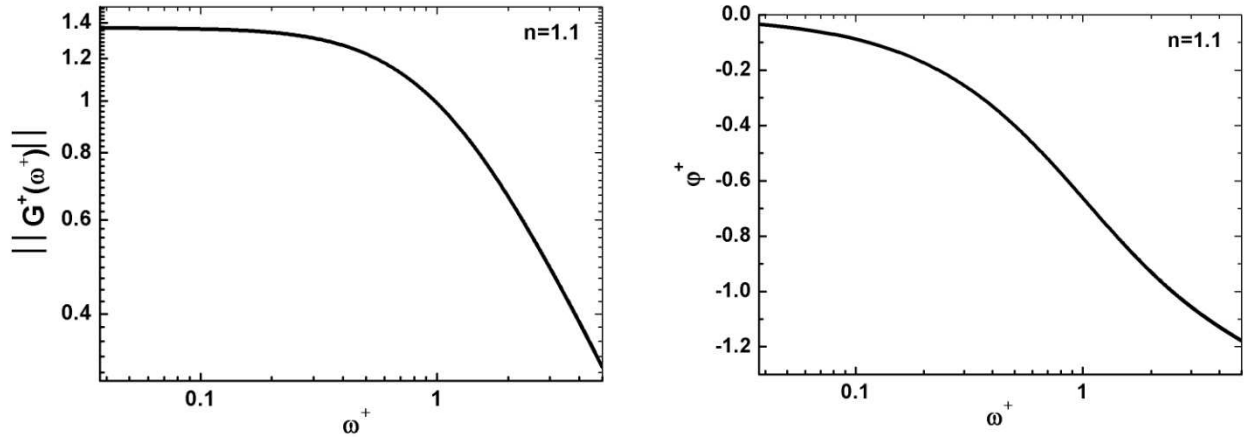


Figure 4.57. Module et phase adimensionnelles de «l'inconsistance complexe » équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour $n=1,1$ et une distribution bimodale (écarts types différents).

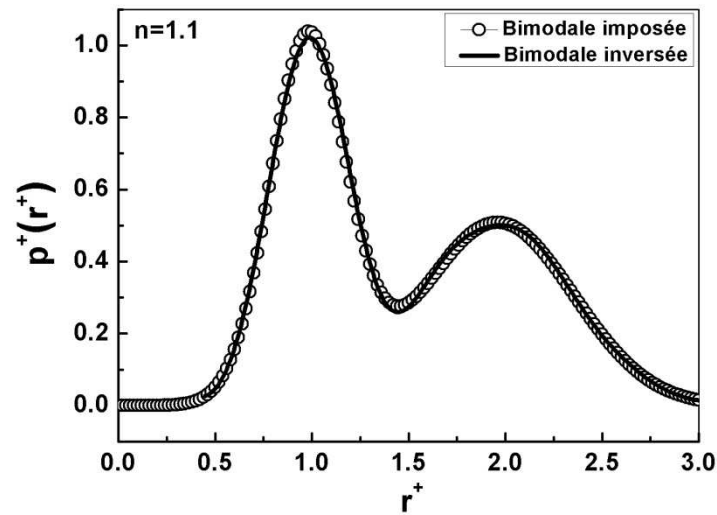


Figure 4.58. Comparaison entre la distribution originale et celle calculée par inversion pour $n=1,1$ et une distribution bimodale (écarts types différents).

Pour $n=1,3$

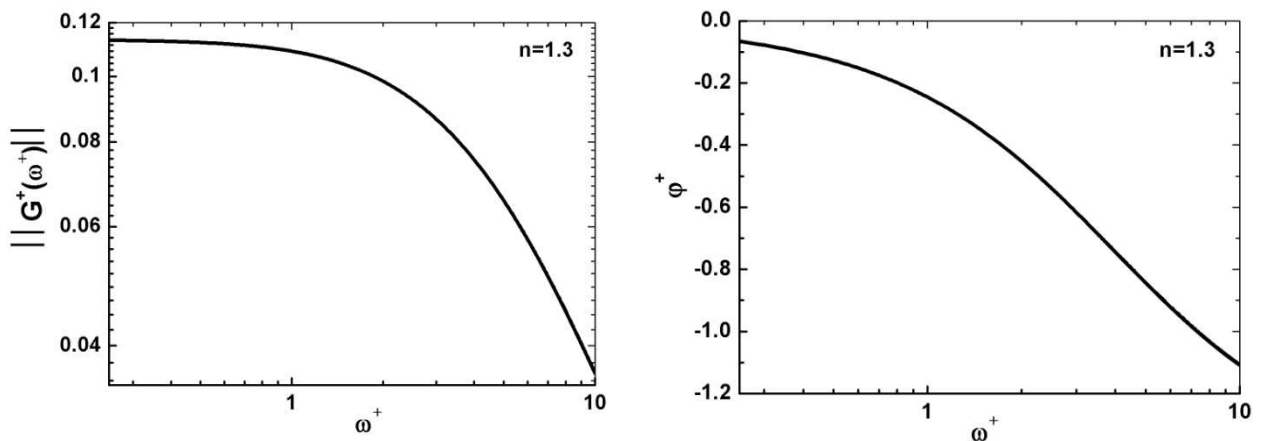


Figure 4.59. Module et phase adimensionnelles de «l'inconsistance complexe » équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour $n=1,3$ et une distribution gaussienne.

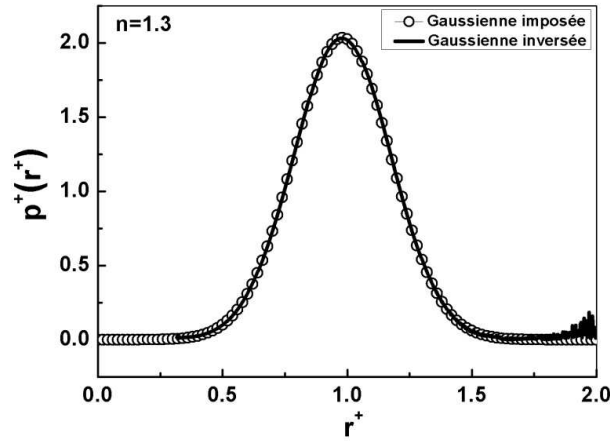


Figure 4.60. Comparaison entre la distribution originale et celle calculée par inversion pour $n=1,3$ et une distribution gaussienne.

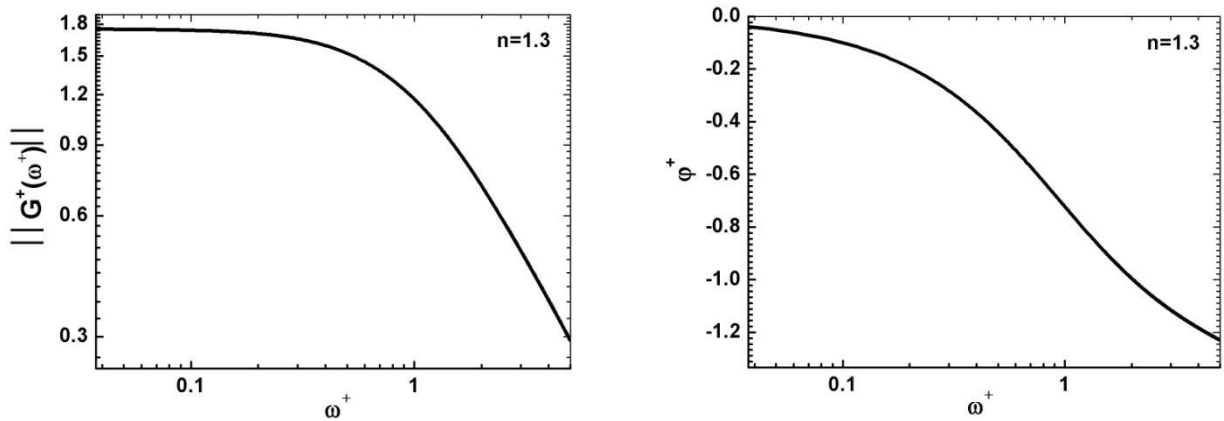


Figure 4.61. Module et phase adimensionnelles de « l'inconsistance complexe » équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour $n=1,3$ et une distribution bimodale (écarts types différents).

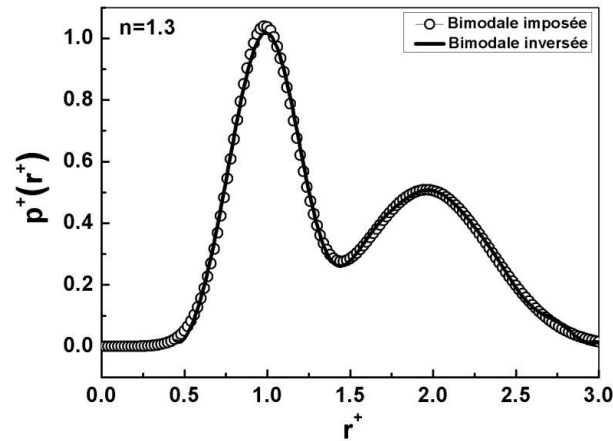


Figure 4.62. Comparaison entre la distribution originale et celle calculée par inversion pour $n=1,3$ et une distribution bimodale (écarts types différents).

Conclusion

Dans le cas des fluides en loi de puissance, tant que le système est linéaire, nous venons de montrer que la méthode inverse basée sur un lissage polynômiale (d'ordre 10) des résultats expérimentaux (ici calculé numériquement) est parfaitement valide et prometteuse. Cette résolution n'a été possible que par l'utilisation de la notion de la « l'inconsistance complexe » que nous venons d'introduire pour la première fois.

Conclusion générale et perspectives

Dans cette étude, nous avons cherché à concevoir des méthodes innovantes qui soient non polluantes, simples à utiliser, et pas chères à mettre en œuvre pour identifier la distribution de tailles de pores d'un milieu poreux. En effet, les méthodes utilisées à ce jour sont basées sur l'utilisation du mercure, l'adsorption isotherme, l'analyse calorimétrique, la résolution RMN, la diffusion de neutrons ou rayons X et la stéréologie. Ces techniques sont soit polluantes soit très chères et très compliquées à mettre en œuvre.

Le concept général sur lequel est basée notre première technique est qu'un pore ne peut être traversé par certains fluides que lorsque le gradient de pression qu'on lui impose est supérieur à une valeur critique qui dépend d'un seuil introduit par la loi de comportement du fluide. Ainsi, on assiste à une invasion progressive des pores de diamètre de plus en plus petit avec l'augmentation du gradient de pression. Ceci permet de « scanner » leur distribution.

Ce concept a été adopté par l'utilisation de fluides à seuil et étudié théoriquement dans le cas du modèle de faisceaux de capillaires à l'instar de celui utilisé par Carman-Kozeny pour modéliser les milieux poreux.

Ce travail implique donc de résoudre le problème inverse qui consiste en la détermination de la distribution de la taille de pores d'un milieu poreux, par la simple mesure de l'évolution du débit volumique d'un fluide à seuil qui le traverse, en fonction du gradient de pression qui lui est imposé. Cette technique utilisant des fluides à seuil a été testée et validée avec succès sur plusieurs distributions, dans le cas de presque toutes les lois de comportement des fluides à seuil connus actuellement. La difficulté de cette méthode réside principalement dans le calcul des dérivées d'ordre élevé (entières ou fractionnaires) du débit en fonction du gradient de pression. Cette difficulté a été levée par l'utilisation d'un lissage polynomial de degré élevé et par l'augmentation de la précision des calculs. Cette façon de faire conduit à de très bons résultats et est actuellement en cours de validation expérimentale dans le cadre d'une collaboration avec le centre ENSAM de Bordeaux (deux thèses en cours).

Avec le même objectif, une deuxième technique basée sur l'analyse dynamique de la distribution de tailles de pores a été proposée et analysée. Cette technique consiste en l'utilisation de la fonction de transfert hydrodynamique d'un milieu poreux, ou plus précisément en la détermination de son admittance (ou impédance). En effet, comme l'épaisseur de pénétration hydrodynamique dépend de la fréquence d'oscillation du gradient de pression imposée à un capillaire, le comportement de sa fonction de transfert dépend de son diamètre. L'utilisation du même modèle de faisceau de capillaires dont la taille est distribuée suivant une loi de probabilité $p(r)$, permet de calculer son admittance globale par le biais d'une sommation des débits élémentaires pondérés par leur densité de probabilité. L'équation qui en découle, constitue une équation intégrale de Fredholm dont la solution permet de déterminer la distribution $p(r)$. Le noyau de cette équation est préalablement calculé, alors que le terme source est obtenu à partir de la réponse en débit mesurée parfaitement, en fonction de la fréquence d'oscillation du gradient de pression imposé. Cette technique a été testée et validée avec succès en utilisant plusieurs types de distributions, dans le cas où le fluide utilisé est newtonien. Cette technique a pu être appliquée encore avec succès dans le cas des fluides en loi de puissance, dans les conditions où ce système se comporte de manière linéaire. Pour rendre la résolution de ce dernier problème possible nous avons introduit la notion « d'inconsistance complexe ». Il est à noter que cette technique fréquentielle est moins exigeante en précision dans les calculs que celle basée sur les fluides à seuil.

Finalement, par ce travail, nous venons de fournir deux techniques originales totalement différentes, pour la détermination de la taille des pores d'un milieu poreux. Ces deux techniques sont en cours de validation expérimentale. Elles ne sont pas polluantes, car la première peut se contenter de l'utilisation d'un fluide à seuil comme la mayonnaise et la deuxième de l'eau.

Comme perspectives, nous avons étudié le cas où les pores ont une section aplatie (elliptique). L'analyse dynamique que nous avons effectuée a montré que l'introduction de la notion de rayon hydraulique rend possible la généralisation de notre modèle. D'autres généralisations sont actuellement en cours d'étude. Elles devraient introduire la notion de la tortuosité et de la variation de section des pores...

Annexe A

Compléments sur le chapitre 3

A.1 Modèle de Bingham

Rappelons que pour les fluides de Bingham, la formule d'inversion donnée dans le chapitre 3 (voir éq. 3.14), nécessite la normalisation des variables $(r, \nabla P)$. Dans le travail présenté ci-dessus, nous avons utilisé la longueur de l'échantillon pour normaliser les rayons, car elle peut être facilement mesurée. Cependant, il aurait été plus pratique de les normaliser par la valeur moyenne de la distribution des tailles de pores m , car elle constitue une échelle naturelle du problème, du fait qu'elle est du même ordre de grandeur que les dimensions des pores scannés. Malheureusement, celle-ci n'est pas directement mesurable. Par ailleurs comme $m_2 \sim m^2$ est mesurable par le biais de la surface de l'échantillon et de sa porosité, nous pouvons utiliser cette normalisation, afin de vérifier son influence sur les bruits numériques rencontrés lors du calcul de la densité de probabilité $p(r)$. Dans ces conditions, on normalise le rayon r par la valeur moyenne de la distribution m et la différence de pression par $2\tau_0$:

$$\begin{cases} r^+ = r / m \\ \nabla P^+ = \nabla P m / 2\tau_0 \end{cases} \quad (\text{A.1})$$

L'équation de Volterra adimensionnelle devient donc :

$$Q^+(\nabla P^+) = \int_{r_0^+ = \frac{1}{\nabla P^+}}^{\infty} q^+(\nabla P^+, r^+) p^+(r^+) dr^+ \quad (\text{A.2})$$

où le débit élémentaire adimensionnel est :

$$\begin{cases} q^+(\nabla P^+, r^+) = He \left(\nabla P^+ r^{+4} - \frac{4}{3} r^{+3} + \frac{1}{3} \frac{1}{\nabla P^{+3}} \right) \text{ pour } r^+ > r_0^+ \\ q^+(\nabla P^+, r^+) = 0 \text{ pour } r^+ \leq r_0^+ \end{cases} \quad (\text{A.3})$$

avec : $He = \tau_0 (2m)^2 / \mu^2 / \rho$: est le nombre de Hedström, ici ($He=1$).

Les débits élémentaire et total sont normalisés par le débit caractéristique suivant :

$$q_c = \pi \mu m / 16 \rho \quad (\text{A.4})$$

L'expression de la densité de probabilité adimensionnelle permettant de calculer $p(r)$, est donnée par :

$$p^+(r^+) = \frac{(\nabla P^+)^6}{4He} \left(5 \frac{\partial^2 Q^+}{\partial \nabla P^{+2}} + \nabla P^+ \frac{\partial^3 Q^+}{\partial \nabla P^{+3}} \right) \bigg|_{\nabla P^+ = \frac{1}{r^+}} \quad (\text{A.5})$$

Comme dans la méthode citée précédemment dans le chapitre 3, on donne ci-dessous, les différents résultats obtenus pour des distributions mono et bimodales.

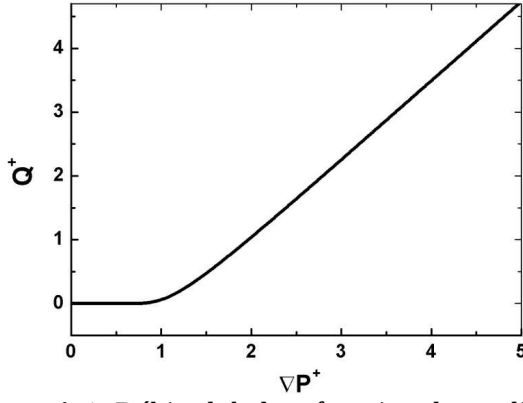


Figure A.1. Débit global en fonction du gradient de pression dans le cas d'une distribution gaussienne pour un fluide de Bingham.

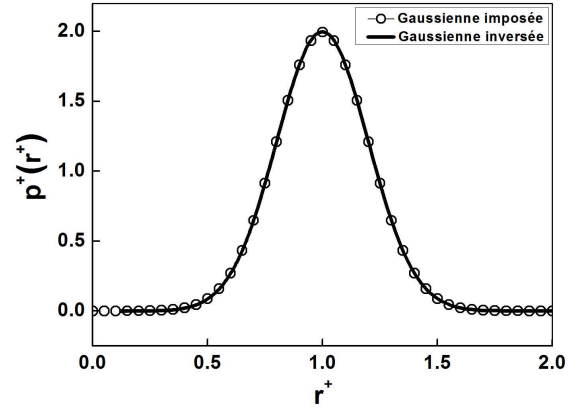


Figure A.2. Restitution de la distribution originale à partir de la courbe débit-gradient de pression.

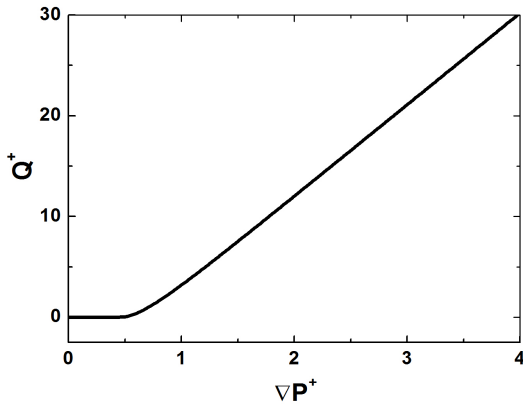


Figure A.3. Débit global en fonction du gradient de pression dans le cas d'une distribution bimodale pour un fluide de Bingham.

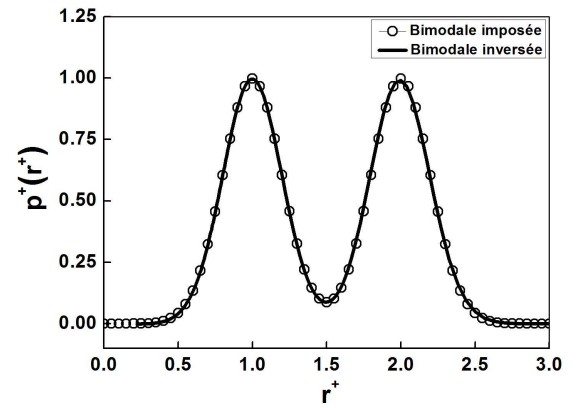


Figure A.4. Restitution de la distribution bimodale à partir de la courbe caractéristique.

Les figures A.2 et A.4 montrent une parfaite concordance entre les distributions supposées initialement et celles calculées avec la formule de l'équation (A.5). Cette nouvelle normalisation n'apporte rien de plus sur le résultat précédent, à la différence près que celle-ci n'a pas besoin d'utiliser une grande précision du calcul numérique de la fonction « NIntegrate » de « Mathematica ».

A.2 Modèle de Casson

La même normalisation que précédemment a été effectuée pour les fluides de Casson. Le débit élémentaire et la distribution de tailles de pores adimensionnels s'écrivent comme suit :

$$q^+(\nabla P^+, r^+) = He \left(\nabla P^+ r^{+4} - \frac{16}{7} \nabla P^{+1/2} r^{+7/2} + \frac{4}{3} r^{+3} - \frac{1}{21} \frac{1}{\nabla P^{+3}} \right) \quad (\text{A.6})$$

$$p^+(r^+) = \frac{(\nabla P^+)^6}{2He} \left(\frac{15}{2} \frac{\partial^2 Q^+}{\partial \nabla P^{+2}} + \frac{15}{2} \nabla P^+ \frac{\partial^3 Q^+}{\partial \nabla P^{+3}} + (\nabla P^+)^2 \frac{\partial^4 Q^+}{\partial \nabla P^{+4}} \right) \bigg|_{\nabla P^+ = \frac{1}{r^+}} \quad (\text{A.7})$$

Les résultats obtenus sont :

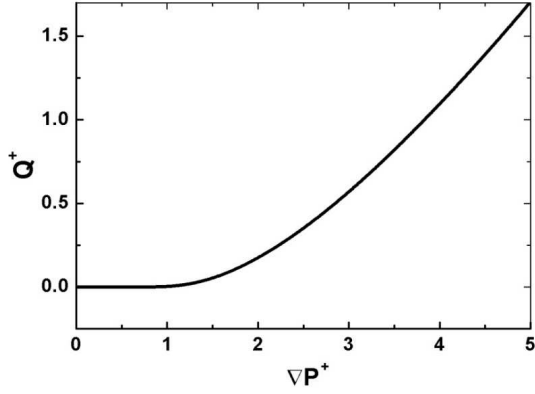


Figure A.5. Réponse en débit en fonction de gradient de pression d'une distribution gaussienne pour un fluide de Casson.

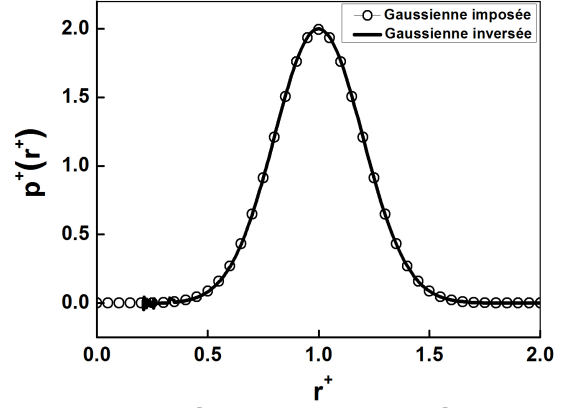


Figure A.6. Distribution gaussienne obtenue avec l'expression $p^+(r^+)$ comparée avec la distribution imposée pour un modèle de Casson.

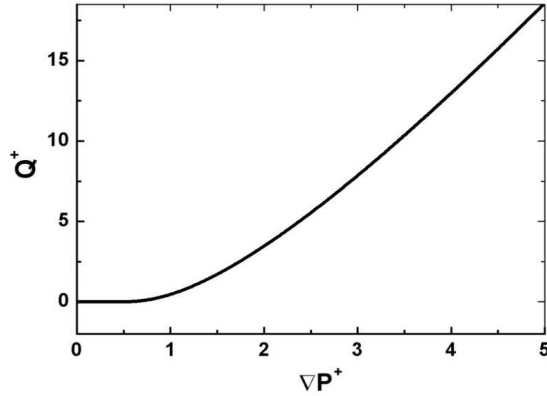


Figure A.7. Réponse en débit en fonction de gradient de pression d'une distribution bimodale pour un fluide de Casson.

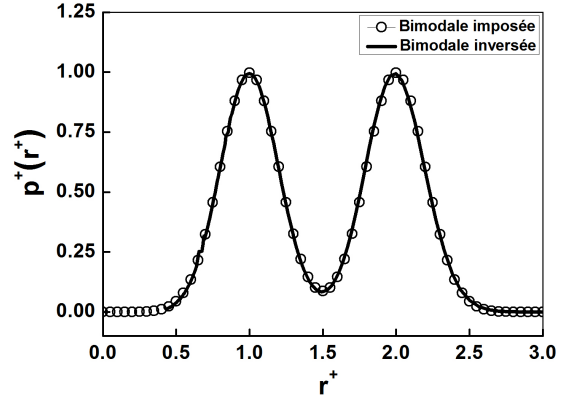


Figure A.8. Distribution bimodale obtenue avec l'expression $p^+(r^+)$ comparée avec la distribution imposée pour un modèle de Casson.

La conclusion précédente est encore valable dans ce cas.

A.3 Modèle de Herschel-Bulkley

Dans le cas des fluides de Herschel-Bulkley, le débit élémentaire adimensionnel s'écrit :

$$q^+(\nabla P^+, r^+, n) = He^{H-B} \frac{1}{(n+1)} \frac{1}{(2n+1)} \frac{1}{(\nabla P^+)^3} (r^+ \nabla P^+ - 1)^{(1+1/n)} \cdot \left\{ 2n^2 + 2n(n+1)r^+ \nabla P^+ + (n+1)(2n+1)r^{+2} (\nabla P^+)^2 \right\} \quad (A.8)$$

Dans ce cas le nombre de Hedström pour un fluide de Herschel Bulkley est donné par :

$$He^{H-B} = \rho \tau_0^{(2-n)/n} m^2 / k^{2/n} \quad (A.9)$$

Alors que le débit caractéristique est donné par :

$$q_c(\nabla P, n) = \frac{n\pi}{(3n+1)} \left(\frac{mk^{1/n} \tau_0^{(n-1)/n}}{\rho} \right) \quad \text{avec} \quad \tau_0 = \frac{\nabla P m}{2} \quad (A.10)$$

- **Solution adimensionnelle dans le cas où $n = 1/q$, $q \in \mathbb{N}^*$**

$$p^+(r^+) = \frac{(\nabla P^+)^{q+5}}{q!(q+3)He^{H-B}} \left((q+4) \frac{\partial^{(q+1)} Q^+}{\partial \nabla P^{+(q+1)}} + \nabla P^+ \frac{\partial^{(q+2)} Q^+}{\partial \nabla P^{+(q+2)}} \right) \Bigg|_{\nabla P^+ = \frac{1}{r^+}} \quad (\text{A.11})$$

- **Solution adimensionnelle dans le cas où $n \in \mathbb{Q}$**

$$p^+(r^+) = \frac{(\nabla P^+)^{(1+5n)/n}}{(1/n)!((1+3n)/n)He^{H-B}} \left(\left(\frac{1+4n}{n} \right) \frac{\partial^{\left(\frac{1+n}{n}\right)} Q^+}{\partial \nabla P^{+\left(\frac{1+n}{n}\right)}} + \nabla P^+ \frac{\partial^{\left(\frac{1+2n}{n}\right)} Q^+}{\partial \nabla P^{+\left(\frac{1+2n}{n}\right)}} \right) \Bigg|_{\nabla P^+ = \frac{1}{r^+}} \quad (\text{A.12})$$

i)-Calcul direct

La densité de probabilité supposée ici est une gaussienne normalisée dont la moyenne $m=10\mu m$ et l'écart type est $\sigma=2\mu m$. La figure A.9 présente le calcul direct pour différents indices de fluidité n .

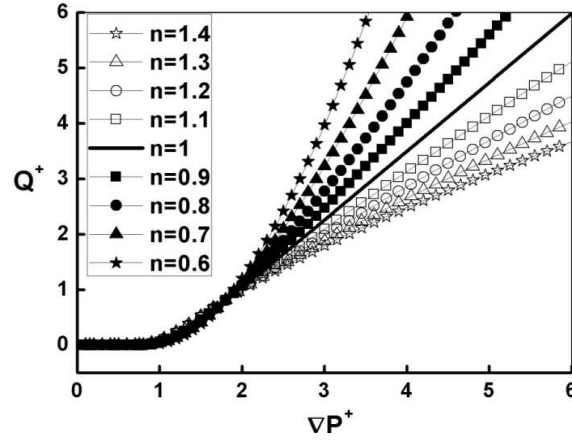


Figure A.9. Evolution de Q^+ en fonction de gradient de pression ∇P^+ pour différents indices de fluidité.

ii)-Calcul inverse

On représente les différents résultats obtenus pour $q=2$ et $q=3$ en utilisant les deux distributions utilisées précédemment :

$n = 1/2$

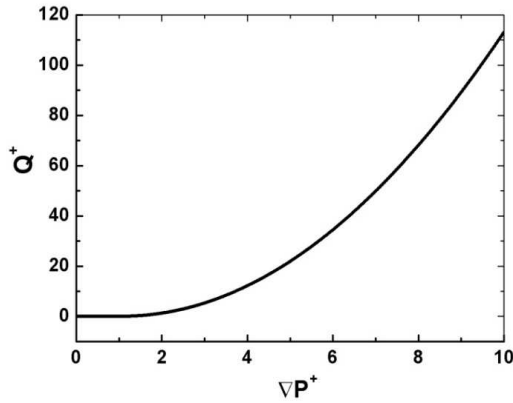


Figure A.10. Q^+ en fonction de ∇P^+ pour une distribution gaussienne et un fluide de Herschel-Bulkley ($n=1/2$).

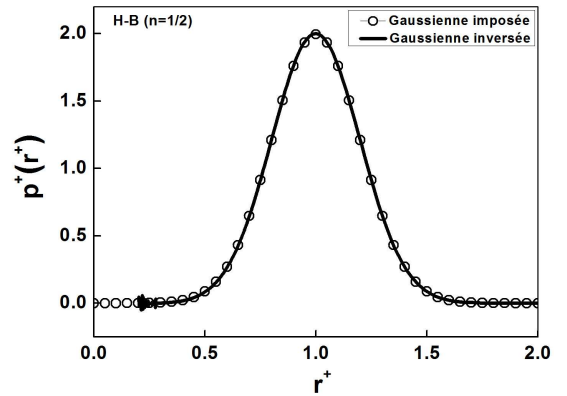


Figure A.11. Distribution gaussienne obtenue avec l'expression $p^+(r^+)$ du modèle de Herschel-Bulkley pour $n=1/2$.

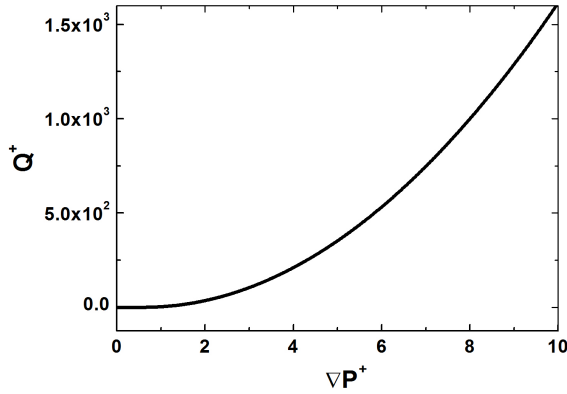


Figure A.12. Q^+ en fonction de ∇P^+ pour une distribution bimodale et un fluide de Herschel-Bulkley ($n=1/2$).

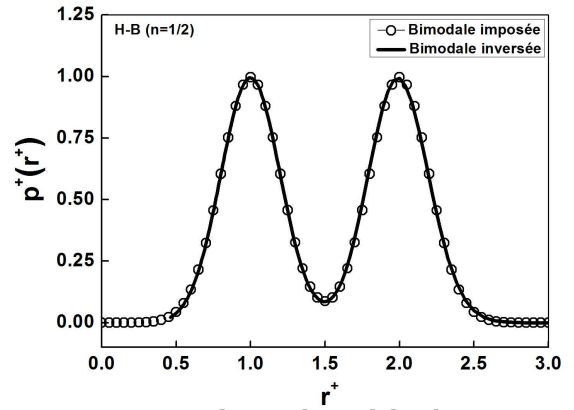


Figure A.13. Distribution bimodale obtenue avec l'expression $p^+(r^+)$ du modèle de Herschel-Bulkley pour $n=1/2$.

$n = 1/3$

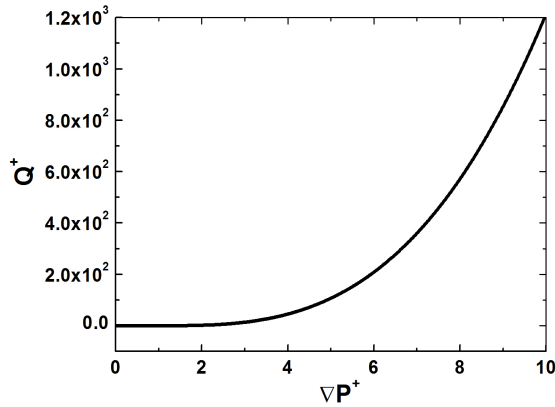


Figure A.14. Débit global en fonction du gradient de pression pour une distribution gaussienne et un fluide de Herschel-Bulkley ($n=1/3$).

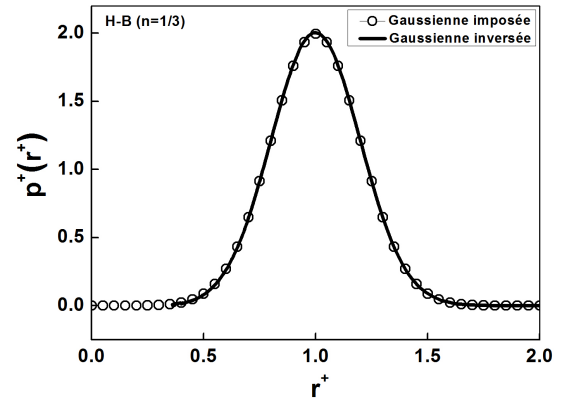


Figure A.15. Restitution de la distribution originale à partir de la courbe débit-gradient de pression pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=1/3$).

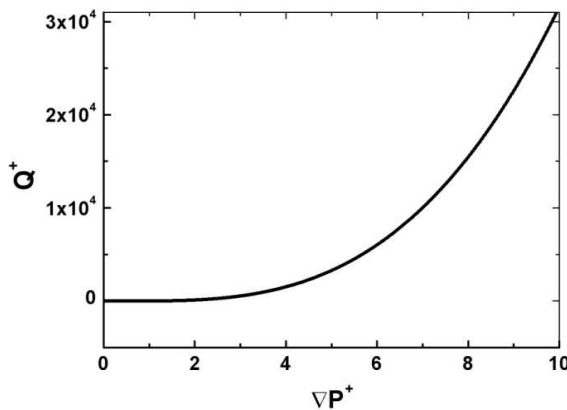


Figure A.16. Débit global en fonction du gradient de pression pour une distribution bimodale et un fluide de Herschel-Bulkley ($n=1/3$).

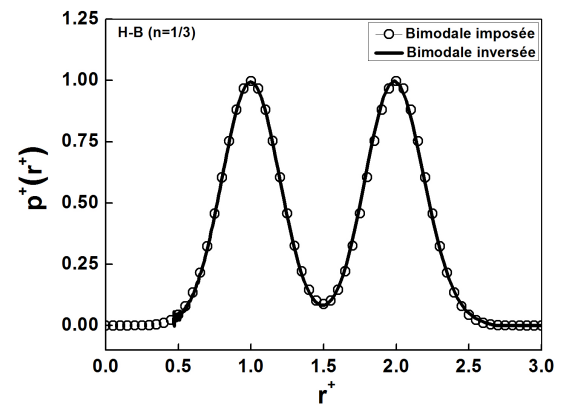


Figure A.17. Restitution de la distribution originale à partir de la courbe débit-gradient de pression pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=1/3$).

On montre ci-dessous les résultats du calcul direct et du calcul inverse de la distribution :

$n=1/2$

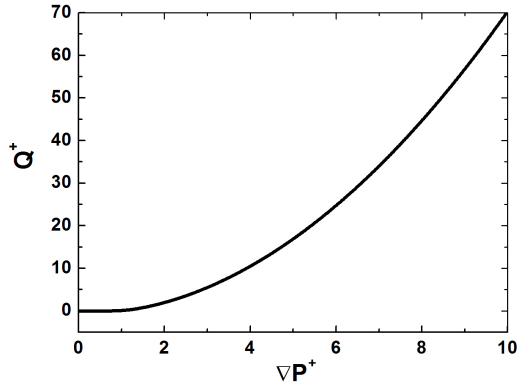


Figure A.19. Réponse en débit en fonction de gradient de pression pour une distribution gaussienne et un fluide de Robertson-Stiff pour $n=1/2$.

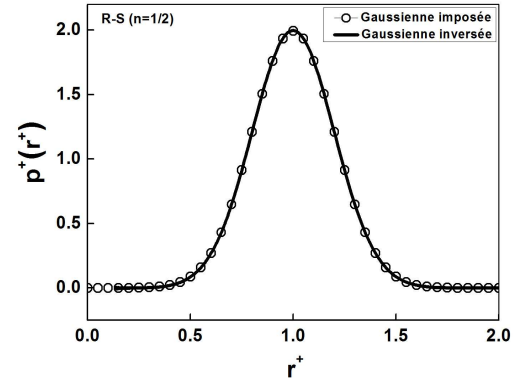


Figure A.20. Distribution gaussienne obtenue par l'expression d'inversion $p^+(r^+)$ pour un modèle de Robertson-Stiff comparée avec la distribution imposée pour $n=1/2$.

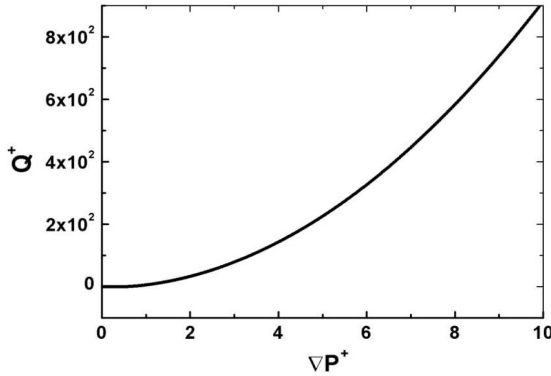


Figure A.21. Réponse en débit en fonction de gradient de pression pour une distribution bimodale et un fluide de Robertson-Stiff pour $n=1/2$.

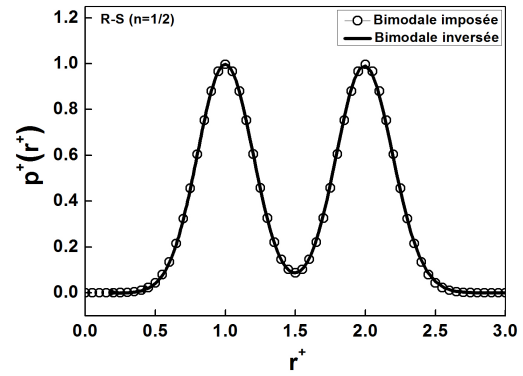


Figure A.22. Distribution bimodale obtenue par l'expression d'inversion $p^+(r^+)$ pour un modèle de Robertson-Stiff comparée avec la distribution imposée pour $n=1/2$.

$n=3/2$

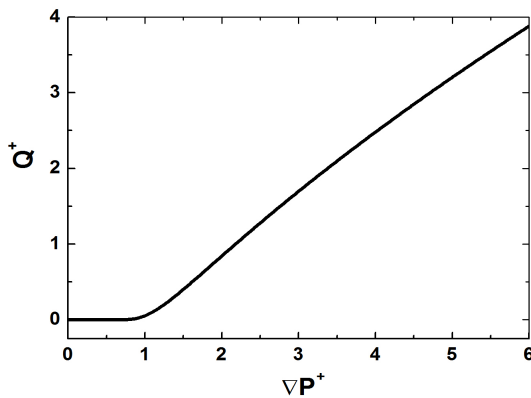


Figure A.23. Réponse en débit en fonction de gradient de pression pour une distribution gaussienne et un fluide de Robertson-Stiff pour $n=3/2$.

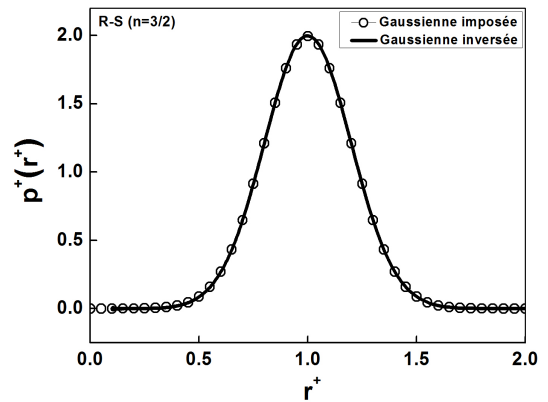


Figure A.24. Distribution gaussienne obtenue par l'expression d'inversion $p^+(r^+)$ pour un modèle de Robertson-Stiff comparée avec la distribution initiale pour $n=3/2$.

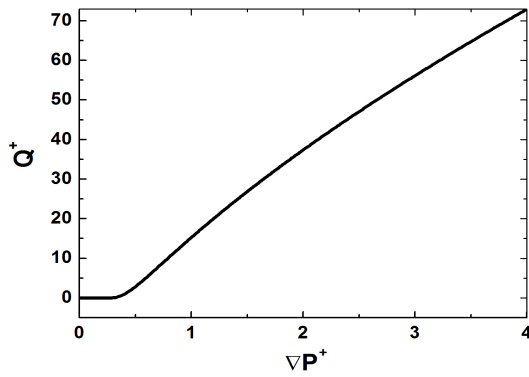


Figure A.25. Réponse en débit en fonction de gradient de pression pour une distribution tri-modale et un fluide de Robertson-Stiff pour $n=3/2$.

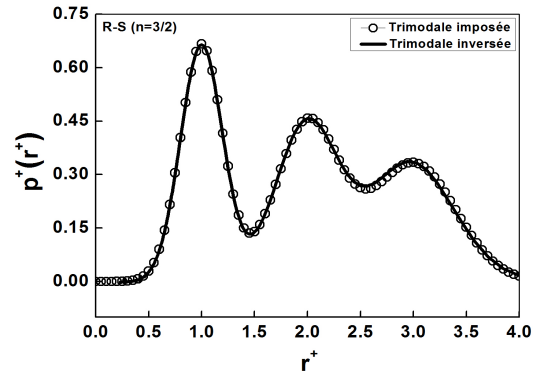


Figure A.26. Distribution tri-modale obtenue par l'expression d'inversion $p^+(r^+)$ pour un modèle de Robertson-Stiff comparée avec la distribution initiale pour $n=3/2$.

Conclusion

Pour un fluide de Robertson-Stiff ($n=1/2$ et $n=3/2$) l'expression de la distribution ne subit aucun changement comme dans les autres cas.

Annexe B

Compléments sur le chapitre 4

B.1 Etude de l'écoulement stationnaire laminaire d'un fluide newtonien à travers un tube de section elliptique

Comme la forme de la section des pores n'est pas nécessairement circulaire et qu'elle peut avoir une forme aplatie, nous avons voulu étudier l'influence de cette forme sur notre analyse, en considérant une section elliptique.

i)-Solution analytique

Nous présentons donc, l'étude d'un écoulement laminaire permanent d'un fluide newtonien, dans une conduite de section elliptique. L'écoulement s'effectue suivant l'axe z , la vitesse d'écoulement $u_z(x, y) = w(x, y)$ dépend de x et y . L'équation de continuité montre que l'écoulement s'effectue par droites parallèles. On obtient ainsi l'équation de mouvement suivante :

$$\frac{\partial^2 w(x, y)}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 w(x, y)}{\partial y^2} = \frac{1}{\mu} \frac{\partial p}{\partial z} \quad (\text{B.16})$$

Soit $\nabla P = \Delta P / L$ le gradient de pression où ΔP est la différence de pression entre les deux extrémités de la conduite et L sa longueur.

La résolution de l'équation B.16 s'écrit sous la forme:

$$w(x, y) = C \left(\frac{x^2}{a^2} + \frac{y^2}{b^2} - 1 \right) \quad (\text{B.17})$$

Avec C est une constante à déterminer. Finalement nous obtenons l'expression de la vitesse qui s'écrit comme suit [113] :

$$w(x, y) = \frac{\nabla P}{2\mu} \left(\frac{a^2 b^2}{a^2 + b^2} \right) \left(1 - \frac{x^2}{a^2} - \frac{y^2}{b^2} \right) \quad (\text{B.18})$$

Le débit volumique :

$$Q_v = \iint w(x, y) dx dy \quad (\text{B.19})$$

En procédant au changement de variable des coordonnées cartésiennes en coordonnées polaires :

$$\begin{cases} x = ar \cos \theta \\ y = br \sin \theta \end{cases} \quad (\text{B.20})$$

L'aire de la section elliptique s'écrit comme suit :

$$S = \int_0^{2\pi} \int_0^1 ab r dr d\theta = \pi ab \quad (\text{B.21})$$

Alors l'expression de débit volumique s'écrit sous la forme suivante :

$$Q_v = \int_0^{2\pi} \int_0^1 w(r) a b r d r d \theta \quad (\text{B.22})$$

avec :

$$w(r) = \frac{\nabla P}{2\mu} \left(\frac{a^2 b^2}{a^2 + b^2} \right) (1 - r^2) \quad (\text{B.23})$$

Finalement on obtient l'expression de débit qui s'écrit comme [113] :

$$Q_v = \frac{\pi \nabla P}{4\mu} \left(\frac{a^3 b^3}{a^2 + b^2} \right) \quad (\text{B.24})$$

Dans ce cas l'admittance TBF : G_{TBF} est définie comme le rapport du débit volumique Q_v et le gradient de pression ∇P . Son expression est s'écrit comme suit :

$$G_{TBF} = \frac{\pi}{4\mu} \left(\frac{a^3 b^3}{a^2 + b^2} \right) \quad (\text{B.25})$$

On peut l'écrire également en utilisant la notion du rayon hydraulique r_H de l'ellipse de la façon suivante :

$$G_{TBF} = \frac{\pi}{8\mu} \frac{1}{2} \left(e + \frac{1}{e} \right) r_H^4 \quad (\text{B.26})$$

où [5] :

$$\begin{cases} r_H = \frac{2S}{P} \approx \frac{\sqrt{2ab}}{\sqrt{a^2 + b^2}} \\ e = \frac{a}{b} \end{cases} \quad (\text{B.27})$$

et P le périmètre de l'ellipse approximé $P \approx \pi \sqrt{2(a^2 + b^2)}$.

ii)-Solution numérique

Nous avons résolu numériquement ce problème avec « Fluent » en se basant sur deux maillages 3D différents. En effet, comme précédemment (voir le sous-chapitre 4.1.2), nous avons imposé à l'aide d'une UDF une différence de pression entre l'entrée et la sortie de la conduite afin d'éliminer la contrainte liée à la longueur d'entrée. Pour rendre le calcul plus rapide nous avons réalisé un maillage en 3D d'un quart d'ellipse. Les maillages utilisés sont représentées ci-dessous pour deux rapports d'aspect de l'ellipse ($e=2$; $e=0,1$). On prend dans le premier cas ($e=2$) la longueur de la conduite $L = a = 2m$, dans le deuxième ($e=0,1$) $L = 2m$; $a=1m$.

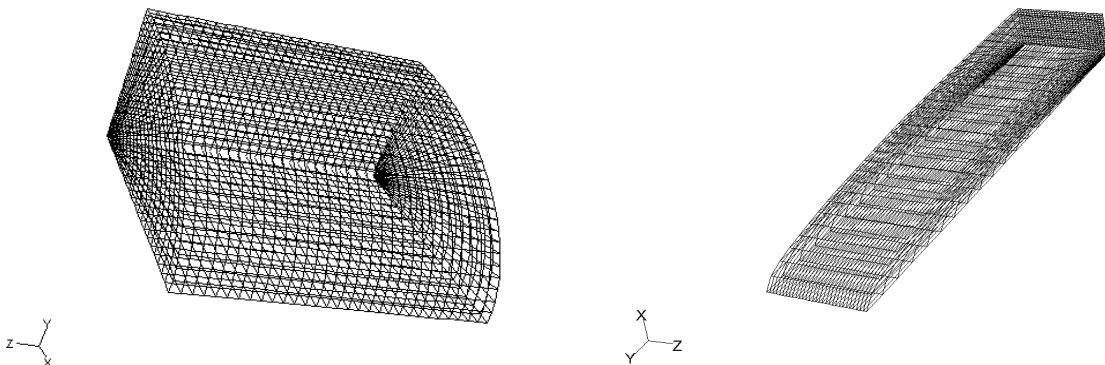


Figure B.27. Maillages structurés en 3D avec un pas constant : (à gauche $e = 2$, à droite $e = 0,1$).

Aux faibles nombres de Reynolds ($Re_{TBF} = 10^{-3}$) nous avons comparé le profil de vitesse, le débit volumique ainsi que l'admittance TBF du tube elliptique, à ceux obtenus analytiquement. Les résultats sont regroupés sur le tableau ci-dessous :

	$e = 2$	$e = 0,1$	Théorie $e = 2$	Théorie $e = 0,1$
Débit volumique $Q_v (m^3.s^{-1})$	0,00248385	0,0111542	0,00248365	0,0111626
Admittance pure $G_{TBF} (m^5.s.kg^{-1})$	1,25674	7,77033	1,25664	7,77622

Tableau B.1. Comparaison des débits volumiques et des admittances TBF théoriques et numériques pour les deux maillages.

Profils de vitesse :

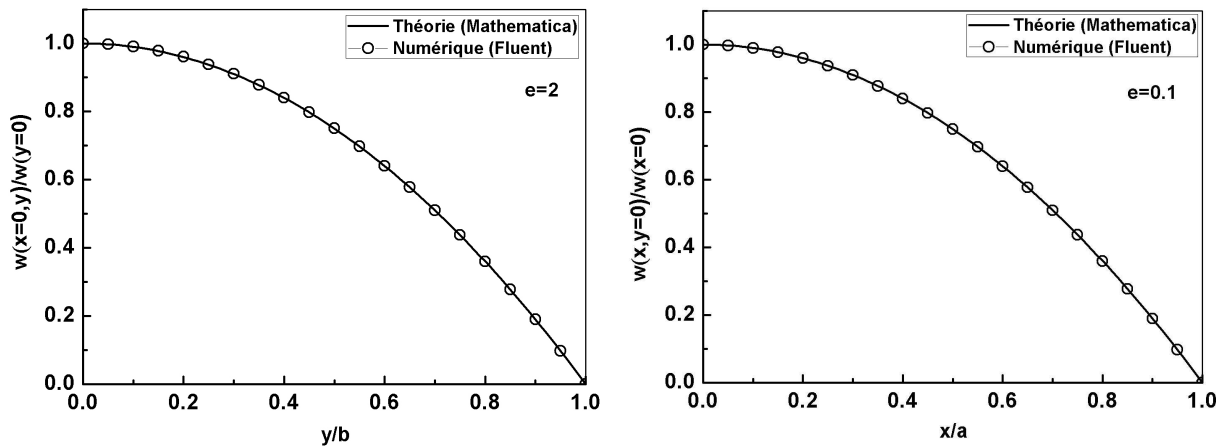


Figure B.28. Comparaison du profil de vitesse théorique (Mathematica) et numérique (Fluent) pour les deux cas.

Conclusion

Comme on peut le constater d'après le tableau B.1 et la figure B. 28 que nous avons une parfaite concordance entre les valeurs théoriques et les valeurs numériques. Cela nous confirme que notre modèle numérique est bien validé. Le paragraphe qui suit sera une étude instationnaire en imposant une différence de pression oscillatoire à l'entrée et à la sortie de tube $\Delta P = \Delta P_0 e^{i\omega t}$. Cette étude permet de déterminer l'admittance complexe du système ainsi que la détermination de la distribution de taille de pore $p(r)$ en utilisant la notion de rayon hydraulique (voir formule B.27) pour un rapport e fixe.

B.2 Etude de l'écoulement instationnaire laminaire d'un fluide newtonien à travers un tube de section elliptique

i)-Solution analytique

Si on impose une différence de pression oscillatoire entre l'entrée et à la sortie d'un tube cylindrique de section elliptique, l'équation de Navier Stokes devient :

$$\frac{\partial^2 w(x, y, t)}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 w(x, y, t)}{\partial y^2} - \frac{\rho}{\mu} \frac{\partial w(x, y, t)}{\partial t} = \frac{1}{\mu} \frac{\partial p}{\partial z} \quad (B.28)$$

Analytiquement, la résolution de cette équation se fait uniquement à l'aide des coordonnées elliptiques (ξ, η) (voir [114, 115]) en utilisant le changement de variable suivant :

$$\begin{cases} x = d \cosh \xi \cos \eta \\ y = d \sinh \xi \sin \eta \end{cases} \quad (\text{B.29})$$

où $2d$ est la distance interfocale. Les courbes définies par η représentent une famille d'hyperboles confocales, tandis que les courbes définies par ξ représentent une famille d'ellipses confocales, comme illustré dans la figure B.29. ξ varie de 0 sur la ligne interfocale à ξ_0 sur la paroi du tube.

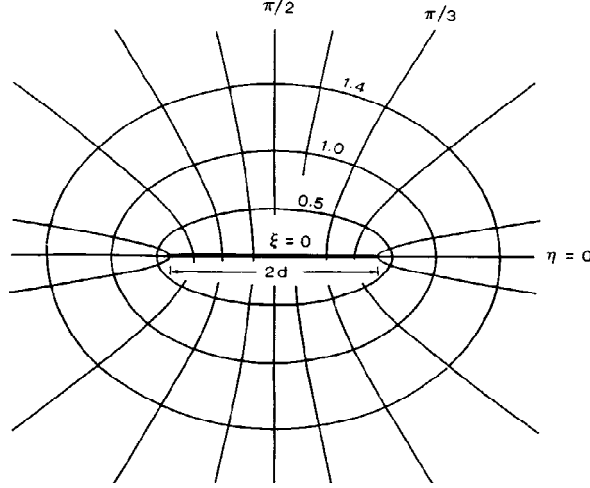


Figure B.29. Système de coordonnées elliptiques [115].

La solution est :

$$w(\xi, \eta, t) = \frac{r_H^2}{i\mu\alpha_{r_H}^2} \left[1 - 2\pi \sum_{n=0}^{\infty} \frac{A_0^{(2n)} Ce_{2n}(\xi, -q) ce_{2n}(\eta, -q)}{Ce_{2n}(\xi_0, -q) I_{2n}} \right] e^{i\omega t} \quad (\text{B.30})$$

où :

$A_0^{(2n)}$: sont les coefficients associés aux solutions de la fonction de Mathieu ordinaire $ce_{2n}(\eta, -q)$ [116] ;

$Ce_{2n}(\xi, -q)$ est la fonction de Mathieu modifiée de première espèce [116] ;

I_{2n} est définie comme une sommation sur m de nombres caractéristiques de Mathieu de type $A_{2m}^{(2n)}$ [116].

et α_{r_H} le nombre de Womersley défini par le rayon hydraulique.

$$\alpha_{r_H} = \frac{\sqrt{2ab}}{\sqrt{a^2 + b^2}} \sqrt{\frac{\omega}{\nu}} \quad (\text{B.31})$$

L'expression du débit volumique (en coordonnées elliptiques) est donnée dans l'article de « Haslam et Zamir » [115]. Elle s'écrit sous la forme suivante :

$$\tilde{Q}(t) = \frac{8Q_v}{\alpha_{r_H}^2} \left[1 - \frac{4\pi}{i\alpha_{r_H}^2} \tanh 2\xi_0 \sum_{n=0}^{\infty} \frac{[A_0^{(2n)}]^2 \partial_{\xi} Ce_{2n}(\xi_0, -q)}{Ce_{2n}(\xi_0, -q) I_{2n}} \right] e^{i\omega t} \quad (\text{B.32})$$

Où Q_v est le débit en régime stationnaire (TBF) exprimé dans l'éq. B.24 et $\partial_{\xi} Ce_{2n}(\xi_0, -q)$ est la dérivée de la fonction de Mathieu modifiée par rapport à ξ .

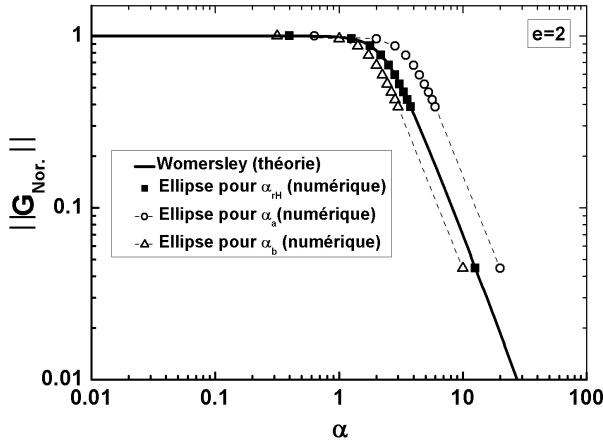
La solution donnée par ces auteurs semble difficile à calculer avec « Mathematica », du fait qu'elle fait intervenir des fonctions spéciales de types « fonction de Mathieu » solutions de l'équation de Mathieu, liée à la géométrie elliptique de ce tube [116, 117]. Notre objectif ici est de déterminer le module et la phase de l'admittance complexe du système étudié ($\tilde{G}(\omega) = \tilde{Q}_0 / \nabla P_0$) afin de les comparer à ceux obtenues dans le cas d'un écoulement d'un tube de section circulaire (approche de Womersley) i.e ($a=b$).

ii)-Solution numérique

Le code de calcul volumes finis « Fluent » nous a permis de résoudre ce problème numériquement en coordonnées cartésiennes, en utilisant la procédure effectuée dans le sous chapitre 4.1.2. Cette étude est effectuée avec les deux précédents maillages utilisés dans le cas stationnaire (figure B.27) pour ($Re_{TBF} = 10^{-3}$) et le nombre de Womersley α construit avec différents rayons : a , b , r_H .

• Module de l'admittance complexe

1^{er} cas



2^{ème} cas

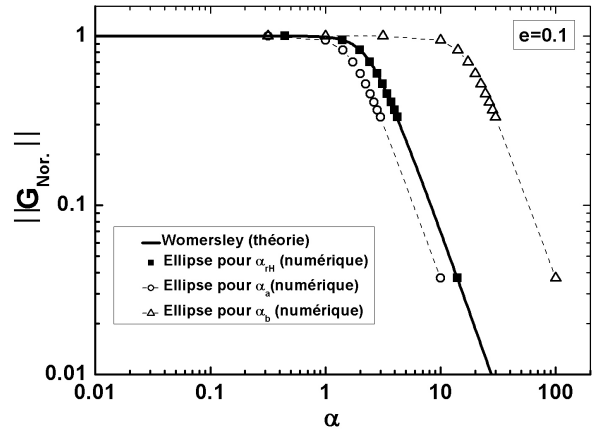
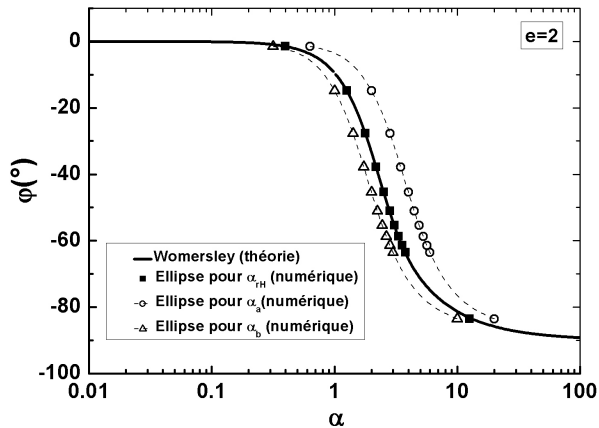


Figure B.30. Module de l'admittance complexe dans le cas d'un seul conduit, à gauche ($e=2$), à droite ($e=0,1$).

• Phase de l'admittance complexe

1^{er} cas



2^{ème} cas

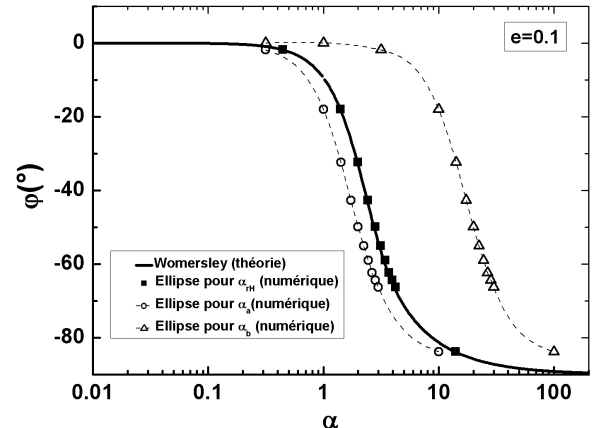


Figure B.31. Phase de l'admittance complexe dans le cas d'une seule conduite, à gauche ($e=2$), à droite ($e=0,1$).

Conclusion

Le principal résultat obtenu ci-dessus est que la notion du rayon hydraulique permet de ramener l'étude d'un pore elliptique à celle d'un conduit de section circulaire de rayon égal au rayon hydraulique r_H en régime stationnaire et instationnaire. Dans ces conditions, notre étude peut s'appliquer à tout type de pores de section quelconque, à condition que celui-ci ne soit pas trop aplati.

iii)-Distribution de tailles de pores

• Calcul direct

On considère maintenant un faisceau de capillaires de différents rayons hydrauliques r_H et de même rapport $e=a/b$ soumis à un gradient de pression oscillatoire de pulsation ω . L'admittance complexe équivalente s'écrit sous la forme suivante :

$$\tilde{G}(\omega) = \int_0^\infty \tilde{g}(\omega, r_H) p(r_H) dr_H \quad (\text{B.33})$$

Pour déterminer la distribution de tailles de pores $p(r_H)$, on doit rendre l'équation (B.33) adimensionnelle en posant :

$$\begin{cases} r_H^+ = r_H / \sqrt{m_2} \\ \omega^+ = \omega / \nu / m_2 \end{cases} \quad (\text{B.34})$$

Comme dans le sous-chapitre 4.2.3, nous avons comparé le calcul direct du module et la phase de obtenus pour l'ellipse (dans le cas où $e=2$) avec les résultats de Womersley relatifs au tube de section circulaire de même rayon hydraulique. Les résultats obtenus ci-dessous sont en bon accord aux faibles et moyennes fréquences :

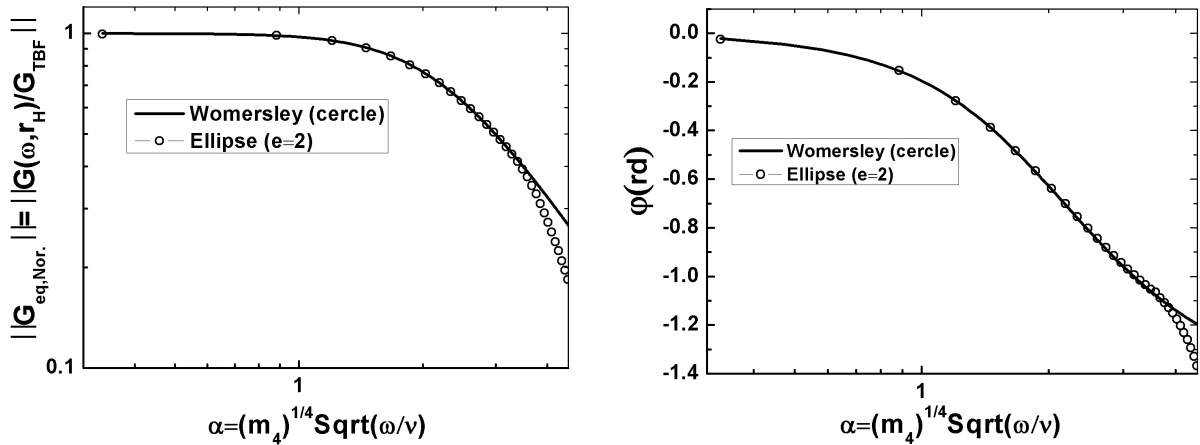


Figure B.32. Comparaison du Module et la phase de l'admittance complexe normalisés en fonction de α entre Womersley et l'ellipse avec $e = 2$.

• Calcul inverse

Nous allons procéder comme dans le sous-chapitre 4.2.3 relatif aux fluides en loi de puissance (résolution adimensionnelle). La validité de la méthode d'inversion est appliquée à un faisceau de capillaires cylindriques de sections elliptiques, de différents rayons hydrauliques et de même rapport d'aspect de l'ellipse e . Pour cela on commence par une distribution gaussienne de moyenne $m=10^{-4}m$ et d'écart type $\sigma=2.10^{-5}m$, en prenant $\sqrt{m_2}$ (à priori connu) comme échelle de longueur caractéristique et ν/m_2 comme échelle caractéristique de la pulsation ω . On

effectue le calcul direct en calculant le module et la phase adimensionnels (éq. B.33). La figure B.33 montre les résultats obtenus :

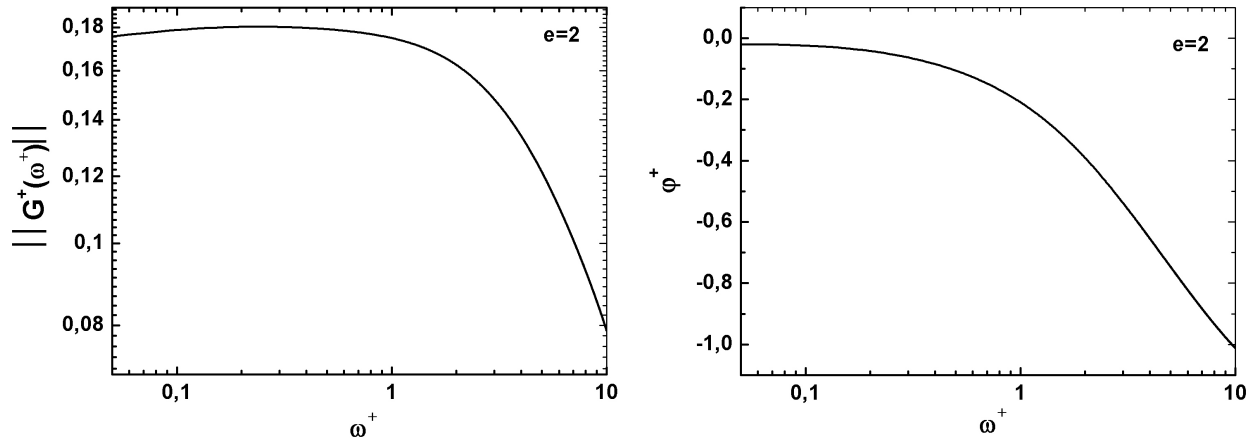


Figure B.33. Module et phase adimensionnelles de l'admittance complexe équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour l'ellipse avec $e = 2$.

La distribution inverse est tracée sur la figure B.34 ci-dessous :

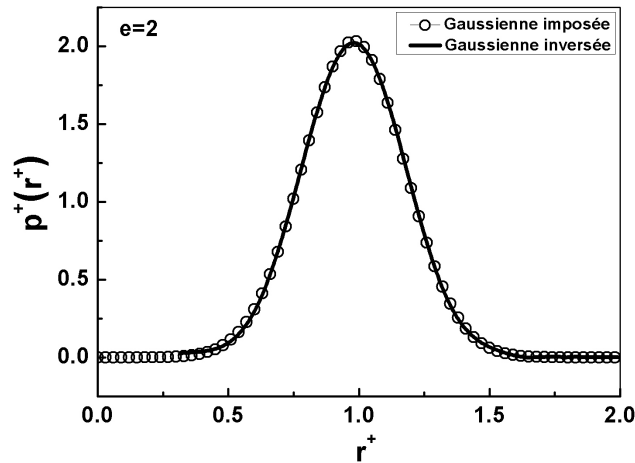


Figure B.34. Comparaison entre la distribution initiale et celle calculée pour l'ellipse avec $e = 2$.

On remarque de la figure B.34 que nous avons bien retrouvé la distribution gaussienne supposée, donc cette méthode inverse est valable également dans le cas de l'ellipse en utilisant la notion du rayon hydraulique pour un rapport e fixe donné. Par la suite une bimodale sera testée de moyennes m_1 et $m_2 = 2m_1$ et de même écart type σ . Les résultats du module, phase de l'admittance complexe équivalente et la distribution inverse sont représentés ci-dessous :

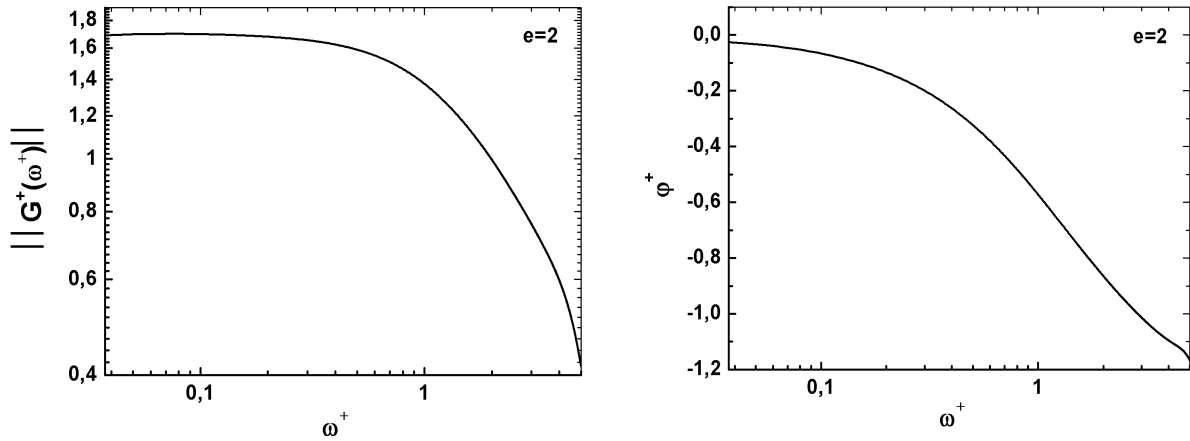


Figure B.35. Module et phase adimensionnelles de l'admittance complexe équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour l'ellipse de $e = 2$ et une distribution bimodale.

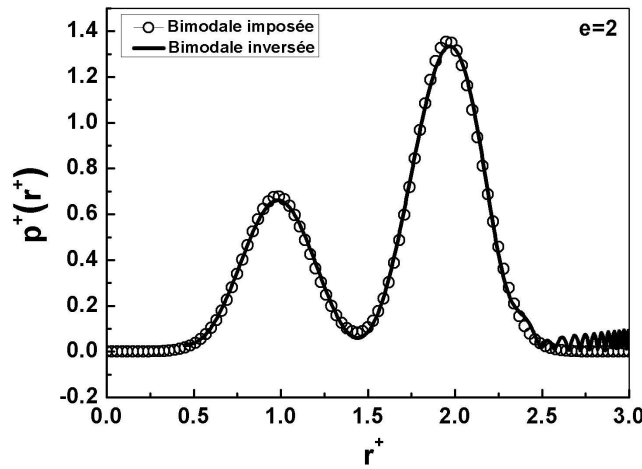


Figure B.36. Comparaison entre la distribution originale et celle calculée par inversion pour l'ellipse de $e = 2$ et une distribution bimodale.

En effet, on constate que les deux densités de probabilités initiale et inverse se confondent malgré le bruit au voisinage des grands pores, celui-ci étant dû probablement au calcul numérique de l'inversion, et au domaine de la pulsation.

Conclusion

Cette étude montre que même si la section des pores est non-circulaire ($a \neq b$) à condition que le rapport des deux demi-axes ne soit pas très grand ($e = a/b \gg 1$), pour les écoulements stationnaires et instationnaires, on peut trouver les mêmes résultats que le cas d'une section circulaire (Womersley) à condition d'introduire la notion du rayon hydraulique r_H adéquat. Nous avons également réussi à inverser la distribution de tailles de pores $p(r_H)$ pour un rapport e donné. Ainsi nous pouvons très facilement appliquer cette démarche à des pores de sections elliptiques de rapports d'aspects distribués suivant une autre loi de probabilité. La nouvelle densité de probabilité dans ce cas sera de type $p(r_H, e)$.

Références bibliographiques

- [1] P. T. Callaghan, Principles of nuclear magnetic resonance microscopy, Oxford: Clarendon Press, 1991.
- [2] J. H. Kinney et M. C. Nichols, «X-Ray tomographic microscopy (XTM) using synchrotron radiation,» *Annu. Rev. Mater Sci*, vol. 22, pp. 121-152, 1992.
- [3] J. Baruchel, Absorption and phase X-Ray imaging to investigate porous materials, Ecole des Houches sur les matériaux poreux désordonnés, 1999.
- [4] H. Darcy, Les fontaines publiques de la ville de Dijon, Paris: Victor Dalmont, 1856.
- [5] F. A. L. Dullien, Porous Media- Fluid Transport and Pore Structure, 2e éd., Academic Press, 1992.
- [6] Z. E. Heinemann, Fluid Flow in Porous Media, vol. 1, Textbook series, 2003.
- [7] P. M. Adler, Porous Media : Geometry and Transports, 1992.
- [8] A. E. Scheidegger, The physics of flow through porous media, 3e éd., University of Toronto Press, 1974.
- [9] J. R. Philip, «Flow in Porous Media,» *Annu. Rev. Fluid Mech*, vol. 2, pp. 177-204, 1970.
- [10] K. Vafai, Handbook of porous media, 2e éd., CRC Press, 2005.
- [11] C. K. Ho et S. W. Webb, Theory and Application of Transport in Porous Media, Gas Transport in Porous Media, vol. 20, Springer, 2006.
- [12] H. V. Heyden, (Silico-) Aluminophosphates : Synthesis and Application for Heat Storage and Transformation, Thèse de doctorat, Université Munchen, 2008.
- [13] C. Arkar et S. Medved, «Enhanced Solar Assisted Building Ventilation System Using Sphere Encapsulated PCM Thermal Heat Storage,» *IEA, ECES IA Annex 17, Advanced Thermal Energy Storage Techniques- Feasibility Studies and Demonstration Projects 2nd Workshop*, pp. 1-9, 2002.
- [14] C. Delisée, J. Malvestio, J. Lux, P. Castéra, L. Chaunier, et L. Chrusciel, «Microstructure et propriétés de transport de matériaux isolants à bas de fibres cellulosiques,» chez 25e rencontres de l'AUGC, 23-25 mai 2007.
- [15] J.-F., Allard, «Modèles récents pour la propagation du son dans les matériaux poreux,» *Journal de physique IV, Colloque C5, supplément au journal de physique III*, vol. 4, 1994.
- [16] B. Naitali, Elaboration, caractérisation et modélisation de matériaux poreux. Influence de la structure poreuse sur la conductivité thermique effective. Matériaux céramiques et traitements

- de surface, Thèse de doctorat de l'université de Limoges, 2005.
- [17] A. Mojtabi, S. Bories, M. Quintard et M. Prat, Transfert de chaleur dans les milieux poreux - Conduction, convection, rayonnement, Technique de l'ingénieur référence BE8250, 2008.
 - [18] J. Charpin et B. Rasneur, «Caractérisation de la texture poreuse des matériaux,» *Technique de l'ingénieur, Traité Analyse et Caractérisation Référence P1050*, pp. 1-19, 1987.
 - [19] D. B. Ingham et I. Pop, Transport Phenomena in Porous Media II, 1e éd., 2002.
 - [20] R. B. Bird et W. E. Stewart et E. N. Lightfoot, Transport phenomena, 2e éd., John Wiley & Sons, Inc., 2002.
 - [21] D. A. Nield et A. Bejan, Convection in porous media, 3e éd., Springer, 2006.
 - [22] D. E. Ameziani et K. Bouhadeh, Optimisation des Transferts de Chaleur en Milieux Poreux, Edition universitaire, 2010.
 - [23] M. Kaviany, Principles of heat transfert in porous media, 2e éd., Springer, 1995.
 - [24] D. H. Everett, «IUPAC, Definitions, Terminology, and Symbols in Colloid and Surface Chemistry,» *Pure and Applied Chemistry*, vol. 31, n° 14, pp. 597-638, 1972.
 - [25] E. Guyon, J-P. Hulin et L. Petit, Hydrodynamique physique, E. Sciences, Éd., Paris, 2001.
 - [26] M. Loretz, Caractérisation des propriétés thermiques de Mousses Céramiques et Métalliques à partir d'Analyse Tomographiques aux Rayon X, Thèse de doctorat à l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2008.
 - [27] H. Jaffel, Caractérisation multi-échelles de matériaux poreux en évolution : cas du plâtre, Thèse de doctorat de l'école polytechnique, 2006, pp. 20-21.
 - [28] S. Rodts, Etude du passage micro-macro pour le transport par diffusion en milieu poreux Application aux expériences de RMN-GCP, Thèse de doctorat de l'école Nationale Des Ponts et Chaussées, 2001.
 - [29] R. Calvet, Le sol : propriétés et fonctions, vol. 1, France Agricole Editions, 2003.
 - [30] R. W. Lewis et B. A. Schrefler, The Finite Element Method in the Static and Dynamic Deformation and Consolidation of Porous Media, 2e éd., John Wiley & Sons, 1998.
 - [31] E. P. Barrett, L. G. Joyner et P. P. Halenda, «The determination of pore volume and area distributions in porous substances computations from Nitrogen Isotherms,» *Journal of American Chemical Society*, vol. 73, pp. 373-380, 1951.
 - [32] J. V. D. Kooi, Moisture transport in cellular concrete roof, Thèse de doctorat de Delft University, 1991.
 - [33] W. R. Purcell, «Capillary pressure - Their measurement using mercury and the calculation of

- permeability therefrom,» *J. Petr. Tech.*, vol. 1, pp. 39-48, 1949.
- [34] H. K. Dahle, M. A. Celia et S. M. Hassanizadeh, «Bundle-of-tube model for calculating dynamic effects in the capillary-pressure-saturation relationship,» *Transp. Porous Med.*, vol. 58, pp. 5-22, 2005.
- [35] J. Wang, F. A. L. Dullien et M. Dong, «Fluid transfer between tubes in interacting capillary bundle models,» *Transp. Porous Med.*, vol. 71, pp. 115-131, 2008.
- [36] J.-F. Daian, *Equilibre et transferts en milieu poreux. Première partie*, 2010.
- [37] J. Kozeny, «Über kapillare Leitung des Wassers im Boden,» *Stizungsberichte der Akademie der Wissenschaften in Wien*, vol. 136(2a), pp. 106-271, 1927.
- [38] P. C. Carman, «Fluid Flow through Granular Beds,» *Chemical Engineering Research and Design*, vol. 15a, pp. 150-166, 1937.
- [39] H. L. Ritter et D. L. Drake, «Pore-size distribution in porous materials,» *Ind. Eng. Chem., Analyt. Ed.*, vol. 17, pp. 782-791, 1945.
- [40] B. Bhushan, *Springer Handbook of Nanotechnology*, 3e éd., Springer-Verlag Heidelberg, 2010.
- [41] L. Langmuir, «The constitution and fundamental properties of solids and liquids. PART I. Solids,» *J. Amer. Chem. Soc.*, vol. 38, p. 2221, 1916.
- [42] S. Brunauer, P. Emmett et E. Teller, «Adsorption of gases in multimolecular layers,» *J. of the American Chemical Society*, vol. 60, pp. 309-319, 1938.
- [43] F. Rouquerol, L. Luciani, P. Llewellyn, R. Denoyel et J. Rouquerol, «Texture des matériaux pulvérulents ou poreux,» *Techniques de l'ingénieur, Traité Analyse et Caractérisation Référence P1050*, pp. 1-24, 2003.
- [44] «ENSTIMAC,» 1 Décembre 2008. [En ligne]. Available: http://nte.enstimac.fr/STP/co/C2_Contentu_05-03.html. [Accès le 10 Septembre 2010].
- [45] S. Lowell et J. E. Shields, *Powder surface area and porosity*, 3e éd., Springer, 1991.
- [46] J. H. D. Boer, *The dynamic character of adsorption*, Oxford: Clarendon Press, 1955.
- [47] W. Kuhn, E. Peterli et H. Majer, «Freezing point depression of gels produced by high polymer network,» *J. Polym Sci*, vol. 16, pp. 539-548, 1955.
- [48] M. Brun, A. Lallemand, J-F Quinson et C. Eyraud, «A new method for determination the simultaneous of the size and the shape of pores : the thermoporometry,» *Thermochim. Acta* 21, pp. 59-88, 1977.
- [49] M. Wulff, «Pore size determination by thermoporometry using acetonitrile,» *Thermochimica Acta* 419, pp. 291-294, 2004.

- [50] J-M Nedelec, J-P. E. Grolier et M. Baba, «Thermoporometry : A powerful tool to study the cross-linking in gels networks,» *J. Sol-Gel Sci Techn*, vol. 40, pp. 191--200, 2006.
- [51] T. Yamamoto, A. Ando, Y. Inagi, T. Ohmori et M. Nakaiwa, «Evaluation of thermoporometry for characterization of mesoporous materials,» *J. Colloid and Interface Science* , vol. 284, pp. 614-620, 2005.
- [52] J. Riikonen, J. Salonen et V-P. Lehto, Calorimetric determination of pore size distribution using thermoporometry, conférence de Society of physical pharmacy en Turquie, 2006.
- [53] J. M. Haynes, «Stereological analysis of pore structure,» *J. Materials and Structures*, vol. 6, pp. 175-179, 1973.
- [54] H. Tamon et H. Ishizaka, «Saxs study on gelation process in preparation of resorcinol-formaldehyde aerogel,» *J. of Colloid and Interface Science*, vol. 206, pp. 577-582, 1998.
- [55] D. Pearson et A. J. Allen, «A study of ultrafine porosity in hydrated cements using small angle neutron scattering,» *J. of Material Science*, vol. 20, pp. 303-315, 1985.
- [56] R. Bleta, Système fluorés pour la conception de matériaux poreux. Matrice pour la physisorption de biomolécules, Thèse de doctorat de l'Université Henri Poincaré, 2007.
- [57] A. I. Sagidullin et I. Furo, «Pore size distribution in small samples and with nanoliter volume resolution by NMR cryoporometry,» *Langmuir*, vol. 24, pp. 4470-4472, 2008.
- [58] S. Eko, A. Prasetyanto, S-C. Han et S-E. Park, «Styrene epoxidation over cobalt cyclam immobilized SBA-15 catalyst,» *J. Bull. Korean Chem. Soc.*, vol. 27, n° 19, pp. 1381-1385.
- [59] A. E. Scheidegger, «Theoretical models of porous matter,» *Producers Monthly*, vol 10(17), p. 17-23, 1953.
- [60] J. R. Womersley, «Method for the calculation of velocity, rate of flow and viscous drag in arteries when the pressure gradient is known,» *J. Physiol*, vol. 127, pp. 553-563, 1955.
- [61] J-P. Hulin et B. Semin, «Ecoulements et transport dans les milieux poreux,» ENSTA- Cours de 2ème année MF 206 - Chapitre 5, Universités Paris 6 et 11, 2009.
- [62] P. C. Carman, «Fluid flow through granular beds,» *Trans. Inst. Chem. Engin.*, vol. 15, pp. 154-155, 1937.
- [63] P. C. Carman, «Determination of the specific surface of powders,» *J. Soc. Chem. Indus.*, vol. 57, pp. 225-234, 1938.
- [64] P. C. Carman, Flow of gases through porous media, London: Butterworths, 1956.
- [65] M. Benna, N. Kbir-Ariguib, A. Magnin et F. Bergaya, «Effect of PH on rheological properties of purified Sodium Bentonite suspension,» *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 218, pp. 442-455, 1999.

- [66] E. C. Bingham, «An investigation of the laws of plastic flow,» *U. S. Bureau of Standards Bulletin*, vol. 13, pp. 309-353, 1916.
- [67] E. C. Bingham, *Fluidity and plasticity*, New York: McGraw-Hill Book Co, 1922.
- [68] N. Casson, «A flow equation for pigment-oil suspensions of the printing ink type,» *British Society of Rheology Proc., Rheology of Disperse Systems*, pp. 84-104, 1959.
- [69] W. H. Herschel et R. Bulkley, «Konsistenzmessungen von Gummi-Benzollosungen,» *Kolloid-Zeitschrift*, vol. 39, pp. 291-300, 1926.
- [70] T. C. Papanastasiou, «Flows of materials with yield,» *J. Rheol.*, vol. 31, pp. 385-404, 1987.
- [71] J. Blackery et E. Mitsoulis, «Creeping motion of a sphere in tubes filled with a Bingham plastic material,» *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, vol. 70, pp. 59-77, 1997.
- [72] F. Yilmaz et M. Y. Gundogdu, «A critical review on blood flow in large arteries; relevance to blood rheology viscosity models, and physiologic conditions,» *Korea-Australia Rheology Journal*, vol. 20, n° 14, pp. 197-211, 2008.
- [73] S. Bhattacharya et S. Bhattacharya, «Rheology of cooked debranned maize flour suspensions,» *Journal of Food Engineering*, vol. 27, pp. 97-105, 1996.
- [74] N. Tixier, *Approche des propriétés rhéologiques de suspensions biologiques floculées*, Thèse de doctorat de l'université de Limoges, 2003, p. 35.
- [75] R. P. Chhabra, *Bubbles, drops, and particles in non-Newtonian fluids*, 2e éd., CRC Taylor and Francis, 2007.
- [76] A. Pevere, *Apport des mesures rhéologiques à l'étude des biomasses épuratoires granulaires anaérobies*, Thèse de doctorat de l'université de Limoges, 2006, p. 46.
- [77] M. Amoura, N. Zeraibi et M. Gareche, «Etude comparative de modèles rhéologiques. Application au Carbopol 940,» chez *18ème Congrès Français de Mécanique*, Grenoble, 2007.
- [78] E- K. Park et K- W. Song, «Rheological evaluation of petroleum jelly as a base material in ointment and cream formulations: steady shear flow behavior,» *Arch. Pharm. Res.*, vol. 33, n° 11, pp. 141-150, 2010.
- [79] H. Boussak, *Caractérisation rhéologique d'une substance polymérique. Cas d'une suspension bentonitique*, Mémoire de magister de l'université m'hamed bougara de boumerdes, 2008, p. 22.
- [80] M. V. Ochoa, *Analysis of drilling fluid rheology and tool joint effect to reduce errors in hydraulics calculations*, Thèse de doctorat de l'université de Texas A&M, 2006, p. 42.
- [81] R. E. Robertson et H. A. Stiff, «An improved mathematical model for relating shear stress to shear rate in drilling fluids and cement slurries,» *Soc. Petrol. Eng. J.*, pp. 31-36, 1976.

- [82] D. H. Pelegrine, F. C. Silva et C. A. Gasparetto, «Rheological behavior of pineapple and Mango Pulps,» *Lebensm.-Wiss. u. -Technol*, vol. 35, n° 18, pp. 645-648, 2002.
- [83] S. Mizhari et Z. Berk, «Flow behavior of concentrated orange juice: mathematical treatment,» *J. Texture Stud.*, vol. 3, 1972.
- [84] M. Khalil, M.J. Badrul et A.R. Aziz, «Rheological and statistical evaluation of nontraditional lightweight completion fluid and its dependence on temperature,» *J. Petrol. Sci. Eng.*, vol. 77, pp. 27-33, 2011.
- [85] P. Banfill, «The rheology of fresh cement and concrete- A review,» chez *Conférence de Proc. 11th International Cement Chemistry*, Durban, 2003.
- [86] A. Yahia et K. H. Khayat, «Analytical models for estimating yield stress of high-performance pseudoplastic grout,» *Cement and Concrete Research*, vol. 31, pp. 731-738, 2001.
- [87] C. Tiu, J. Gio et P. H. T. Uhlherr, «Yielding behavior of viscoplastic materials,» *J. Ind. Eng. Chem.*, vol. 12, n° 15, pp. 653-662, 2006.
- [88] P. H. T. Uhlherr, J. Guo, T.-N. Fang et C. Tiu, «Static measurement of yield stress using a cylindrical penetrometer,» *Korea-Australia Rheology Journal*, vol. 14, n° 11, pp. 17-23, 2002.
- [89] A. Ambari, M. Benhamou, S. Roux et E. Guyon, «Pore size distribution in a porous medium obtained by a non-Newtonian fluid flow characteristic,» *C. R. Acad. Sci. Paris, t. 311, série II*, pp. 1291-1295, 1990.
- [90] J. Peixinho, Contribution expérimentale à l'étude de la convection thermique en régime laminaire, transitoire et turbulent par un fluide à seuil en écoulement dans une conduite, Thèse de doctorat de l'université Henri Poincaré- Nancy1, 2004, p. 5.
- [91] E. Buckingham, «On plastic flow through capillary tubes,» *Proc. Am. Soc. Test. Mats.*, pp. 1154-1161, 1921.
- [92] A. Oukhlef, A. Ambari, S. Champmartin, A. Despeyroux, «Yield stress fluid method to mesure the pore size distribution of a porous medium,» chez *Proceedings of ASME 2010, 3rd Joint US-European Fluids Engineering Summer Meeting and 8th International Conference on Nanochannels, Microchannels, and Minichannels*, Montreal, Canada, 2010.
- [93] B. O. A. Hedström, «Flow of plastic materials in pipes,» *Ind. Eng. Chem.*, vol. 44, pp. 652-656, 1952.
- [94] R. B. Bird, R. C. Armstrong et O. Hassager, Dynamics of polymeric liquids, 2e éd., vol. I, New York: John Wiley & Sons, 1987.
- [95] S. Oka in A. L. Copley, ed., «Proceedings of the fourth international congress on rheology,» Wiley, New York, pp. 81-92, 1965.
- [96] A. H. P. Skelland, Non-Newtonian flow and heat transfer, Wiley, New York, 1967.

- [97] G. W. Govier et K. Aziz, *The flow of complex mixtures in pipes*, Krieger, Malabar, FL, 1982.
- [98] R. B. Bird, G. C. Dai et B. J. Yarusso, «The rheology and flow of viscoplastic materials,» *Rev. Chem. Eng.*, vol. 1, p. 1, 1983.
- [99] R. P. Chhabra et J. F. Richardson, *Non-Newtonian flow in the process industries : fundamentals and engineering applications*, Butterworth-Heinemann, 1999, p. 81.
- [100] T. Sochi, *Modeling the flow of yield-stress fluids in porous media*, *Physics.flu-dyn*, 2009, p. 9.
- [101] M. Balhoff, *Modeling the flow of non-Newtonian fluids in packed beds at the pore scale*, Thèse de doctorat de l'université de Louisiana State, 2005, p. 160.
- [102] A. Oukhlef, A. Ambari, S. Champmartin, A. Despeyroux, «Generalization of the yield stress fluid method to measure the pore size distribution of a porous medium,» chez *3rd International Conference on Porous Media*, Bordeaux, France, 2011.
- [103] A. A. Kilbas, H. M. Srivastava et J. J. Trujillo, *Theory and applications of fractional differential equations*, Elsevier, 2006.
- [104] M. R. Malin, «Turbulent pipe flow of Herschel-Bulkley fluids,» *Int. Comm. Heat Mass Transfer*, vol. 25, pp. 321-330, 1998.
- [105] A. Oukhlef, A. Ambari, S. Champmartin, A. Despeyroux, «Détermination de la distribution de tailles de pores d'un milieu poreux par la méthode des fluides à seuil,» chez *20ème Congrès Français de Mécanique*, Besançon, France, 2011.
- [106] K. B. Oldham et J. Spanier, *The fractional calculus*, Academic Press, 1974, p. 53.
- [107] R. Comolet, *Mécanique expérimentale des fluides*, 2e éd., vol. Tome II, Paris: Masson, 1976.
- [108] H. K. Versteeg et W. Malalasekera, *An introduction to computational fluid dynamics*, Longman Group Ltd, 1995.
- [109] J. Max et J-L Lacoume, *Méthodes et techniques de traitement du signal et applications aux mesures physiques*, vol. Tome 1, Paris: Masson, 1996.
- [110] M. Krasnov, A. Kissélev et G. Makarenko, *Equations intégrales*, Moscou: Editions MIR, 1976.
- [111] P. Viot, *Méthode d'analyse numérique*, Cours du DEA, "modélisation dynamique et statistique des systèmes complexes", Paris, 2003, pp. 69-70.
- [112] G. Forsythe et W. Wasov, *Finite difference methods for partial differential equations*, Wiley, 1960.
- [113] L. Landau et E. Lifchitz, *Physique théorique, Mécanique des fluides*, 3e éd., Ellipses, 1994, p. 79.
- [114] S. R. Khamrui, «On the flow of a viscous liquid through a tube of elliptic section under the

- influence of a periodic pressure gradient,» *Bull. Calcutta Math. Soc.*, vol. 49, pp. 57-60, 1957.
- [115] M. Haslam et M. Zamir, «Pulsatile flow in tubes of elliptic cross sections,» *Annals of Biomedical Engineering*, vol. 26, pp. 780-787, 1998.
- [116] N. W. McLachlan, *Theory and application of Mathieu functions*, New York: Dover, 1964, pp. 21,23,27.
- [117] M. Abramowitz et I. Stegun, *Handbook of Mathematical functions*, New York: Dover, 1965.

Liste des figures

Figure 1.1 Exemples de milieux poreux.....	2
Figure 1.2. Classement des pores selon IUPAC.....	3
Figure 1.3. Définition de la tortuosité	5
Figure 2.1.Principe de la porosimétrie au mercure [28].....	8
Figure 2.2. Distribution de tailles de pores tirée du livre de F. A. L Dullien [5] où D est le diamètre de pore.....	9
Figure 2.3. Adsorption/ désorption isotherme [44]	11
Figure 2.4. Volume cumulé et la distribution volumique de tailles de pores de l'alumine [44]	12
Figure 2.5. Thermogramme pendant la congélation et la fusion de l'eau dans les mésopores de SBA-15 [51]	13
Figure 2.6. Distribution de tailles de pores de SBA-15 [52]	13
Figure 2.7. Amplitude RMN en fonction de la température et distribution de tailles de pores pour un CPG imbibé dans l'eau [57]	15
Figure 2.8. Schéma des techniques caractérisant les milieux poreux.....	15
Figure 2.9. (a) : Diffractogramme de rayon X et image de MET de Clpr-SBA-15, (b) : isotherme d'adsorption/ désorption de l'azote et la distribution des tailles de pores de Clpr-SBA-15 calculée par la méthode BJH [58].....	16
Figure 3.1. Modèle d'un réseau de capillaires en parallèle [61].....	18
Figure 3.2.Rhéogrammes caractéristiques des fluides présentent un seuil d'écoulement	20
Figure 3.3. Schéma explicatif de principe du dispositif expérimental	22
Figure 3.4. Modèle de faisceaux de capillaires distribués.....	23
Figure 3.5. Débit total en fonction du gradient de pression dans le cas d'une distribution gaussienne pour un fluide de Bingham.....	26
Figure 3.6. Restitution de la distribution supposée à partir de la courbe débit-gradient de pression	26
Figure 3.7. Débit global en fonction du gradient de pression dans le cas d'une distribution bimodale pour un fluide de Bingham.....	27
Figure 3.8. Restitution de la distribution originale à partir de la courbe débit-gradient de pression.....	27
Figure 3.9. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et $\sigma_2 = 2\sigma_1$ en utilisant un fluide de Bingham.....	28
Figure 3.10. : Comparaison entre DTP initiale et celle calculée pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et $\sigma_2 = 2\sigma_1$ en utilisant un fluide de Bingham.....	28
Figure 3.11. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une distribution tri-modale où $m_2 = 2m_1$, $m_3 = 3m_1$ et $\sigma_1 = 2\sigma_2/3$, $\sigma_3 = 2\sigma_1$ en utilisant un fluide de Bingham.....	29
Figure 3.12. : Comparaison entre DTP initiale et celle calculée pour une distribution tri-modale où on retrouve bien $m_2 = 2m_1$, $m_3 = 3m_1$ et $\sigma_1 = 2\sigma_2/3$, $\sigma_3 = 2\sigma_1$ en utilisant un fluide de Bingham.....	29
Figure 3.13. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une distribution gaussienne (fluides de Casson et de Bingham).....	31
Figure 3.14. : Distribution gaussienne obtenue par inversion et comparée à la distribution imposée pour un modèle de Casson.....	32
Figure 3.15. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une distribution bi-modale où $m_2 = 2m_1$ et le même σ (fluides de Casson et de Bingham).....	32
Figure 3.16. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une distribution bi-modale où $m_2 = 2m_1$ et le même σ pour un fluide de Casson.....	32

Figure 3.17. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une autre distribution bimodale où $m_2 = 2m_1$ et le même σ (fluides de Casson et de Bingham).....	32
Figure 3.18. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une autre distribution bimodale où $m_2 = 2m_1$ et le même σ pour un fluide de Casson.....	32
Figure 3.19. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une autre distribution bimodale où $m_2 = 2m_1$ et $\sigma_2 = 2\sigma_1$ (fluides de Casson et de Bingham).....	33
Figure 3.20. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une autre distribution bimodale où $m_2 = 2m_1$ et $\sigma_2 = 2\sigma_1$ pour un fluide de Casson	33
Figure 3.21. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une autre distribution tri-modale où $m_2 = 2m_1$, $m_3 = 3m_1$ et $\sigma_1 = 2\sigma_2/3$, $\sigma_3 = 2\sigma_1$ (fluides de Casson et de Bingham)	33
Figure 3.22. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une autre distribution tri-modale où $m_2 = 2m_1$, $m_3 = 3m_1$ et $\sigma_1 = 2\sigma_2/3$, $\sigma_3 = 2\sigma_1$ pour un fluide de Casson	33
Figure 3.23. Évolution de Q^+ en fonction de gradient de pression ∇P^+ pour différents indices de fluidité	36
Figure 3.24. Évolution de Q^+ en fonction de gradient de pression ∇P^+ pour différents indices de fluidité au voisinage des faibles gradients.....	37
Figure 3.25. Évolution de Q^+ en fonction de gradient de pression ∇P^+ pour une distribution gaussienne en utilisant un fluide de Herschel-Bulkley ($n=0.5$).....	38
Figure 3.26. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une distribution gaussienne en utilisant un fluide de Herschel-Bulkley pour ($n=0,5$)	38
Figure 3.27. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et le même σ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=0,5$)	39
Figure 3.28. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et le même σ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=0,5$)	39
Figure 3.29. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et le même σ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=0,5$)	39
Figure 3.30. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et le même σ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=0,5$)	39
Figure 3.31. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et $\sigma_2 = 2\sigma_1$ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=0,5$)	39
Figure 3.32. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et $\sigma_2 = 2\sigma_1$ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=0,5$)	39
Figure 3.33. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une distribution tri-modale avec $m_2 = 2m_1$, $m_3 = 3m_1$ et $\sigma_1 = 2\sigma_2/3$, $\sigma_3 = 2\sigma_1$ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=0,5$)	40
Figure 3.34. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une distribution tri-modale avec $m_2 = 2m_1$, $m_3 = 3m_1$ et $\sigma_1 = 2\sigma_2/3$, $\sigma_3 = 2\sigma_1$ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=0,5$)	40
Figure 3.35. Évolution de Q^+ en fonction de gradient de pression ∇P^+ pour une distribution gaussienne en utilisant un fluide de Herschel-Bulkley ($n=1/3$)	40
Figure 3.36. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une distribution gaussienne en utilisant un fluide de Herschel-Bulkley pour ($n=1/3$)	40

Figure 3.37. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et le même σ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=1/3$)	41
Figure 3.38. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et le même σ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=1/3$)	41
Figure 3.39. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et le même σ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=1/3$)	41
Figure 3.40. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et le même σ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=1/3$)	41
Figure 3.41. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une distribution bimodale avec et pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=1/3$)	41
Figure 3.42. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et $\sigma_2 = 2\sigma_1$ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=1/3$)	41
Figure 3.43. : Débit total en fonction du gradient de pression pour une distribution tri-modale avec $m_2 = 2m_1$, $m_3 = 3m_1$ et $\sigma_1 = 2\sigma_2/3$, $\sigma_3 = 2\sigma_1$ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=1/3$)	42
Figure 3.44. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée pour une distribution tri-modale avec $m_2 = 2m_1$, $m_3 = 3m_1$ et $\sigma_1 = 2\sigma_2/3$, $\sigma_3 = 2\sigma_1$ pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=1/3$)	42
Figure 3.45. : Comparaison entre la courbe caractéristique obtenue par la distribution supposée et celle utilisant la distribution inverse obtenue par l'équation 3.44 dans le cas d'une distribution gaussienne et un fluide de Herschel-Bulkley ($n=3/2$).....	43
Figure 3.46. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée par la relation d'inversion pour une distribution gaussienne et un fluide de Herschel-Bulkley pour $n=3/2$	44
Figure 3.47. : Distribution bimodale imposée	44
Figure 3.48. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée par la relation d'inversion pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et le même σ et un fluide de Herschel-Bulkley pour $n=3/2$	44
Figure 3.49. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée par la relation d'inversion pour une distribution gaussienne et un fluide de Herschel-Bulkley pour $n=4/3$	45
Figure 3.50. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée par la relation d'inversion pour une distribution gaussienne et un fluide de Herschel-Bulkley pour $n=4/3$	45
Figure 3.51. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée par la relation d'inversion pour une distribution gaussienne et un fluide de Herschel-Bulkley pour $n=4/3$ (polynôme d'ordre 40).....	45
Figure 3.52. : Comparaison entre la DTP initiale et celle calculée par la relation d'inversion pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et le même σ et un fluide de Herschel-Bulkley pour $n=4/3$	46
Figure 3.53. Évolution de Q^+ en fonction de gradient de pression ∇P^+ pour différents indices de fluidité dans le cas d'une distribution gaussienne et un fluide de Robertson-Stiff	48
Figure 3.54. Réponse en débit en fonction de gradient de pression d'une distribution gaussienne pour un fluide de Robertson-Stiff pour $n=1/2$	49
Figure 3.55. Distribution gaussienne obtenue avec l'expression d'inversion $p^+(r^+)$ pour un modèle de Robertson-Stiff comparée avec la distribution imposée pour $n=1/2$	49
Figure 3.56. Réponse en débit en fonction de gradient de pression d'une distribution bimodale pour un fluide de Robertson-Stiff pour $n=1/2$	49

Figure 3.57. Distribution bimodale obtenue avec l'expression d'inversion $p^+(r^+)$ pour un modèle de Robertson-Stiff comparée avec la distribution imposée pour $n=1/2$	49
Figure 3.58. Réponse en débit en fonction de gradient de pression d'une distribution gaussienne pour un fluide de Robertson-Stiff pour $n=3/2$	50
Figure 3.59. Distribution gaussienne obtenue avec l'expression d'inversion $p^+(r^+)$ pour un modèle de Robertson-Stiff comparée avec la distribution imposée pour $n=3/2$	50
Figure 3.60. Réponse en débit en fonction de gradient de pression d'une distribution tri-modale pour un fluide de Robertson-Stiff pour $n=3/2$	50
Figure 3.61. Distribution tri-modale obtenue avec l'expression d'inversion $p^+(r^+)$ pour un modèle de Robertson-Stiff comparée avec la distribution originale pour $n=3/2$	50
Figure 3.62. Comparaison entre la Courbe caractéristique dite expérimentale (21 points) et son lissage polynomial (d'ordre 20) dans le cas d'une distribution gaussienne pour un fluide de Bingham	51
Figure 3.63. Détermination de la distribution originale à partir des 1000 points de la caractéristique restituée par le lissage polynomial des 21 points expérimentaux dans le cas d'un fluide de Bingham	52
Figure 3.64. : Courbe caractéristique débit total en fonction du gradient obtenue analytiquement (1000 pts).....	52
Figure 3.65. : Restitution de la distribution originale à partir de la courbe caractéristique.....	52
Figure 3.66. Comparaison entre la Courbe caractéristique dite expérimentale (41 points) et son lissage de 1000 points dans le cas d'une distribution gaussienne pour un fluide de Bingham	53
Figure 3.67. Restitution de la distribution originale à partir de la courbe débit-gradient de pression expérimentale pour un fluide de Bingham	53
Figure 3.68. Courbes caractéristiques analytique et expérimentale (21 et 41 points) pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=0,5$).....	54
Figure 3.69. Restitution de la distribution originale à partir de la courbe débit-gradient de pression expérimentale (21 pts) pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=0,5$).....	54
Figure 3.70. Restitution de la distribution originale à partir de la courbe débit-gradient de pression expérimentale (41 pts) pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=0,5$).....	54
Figure 4.1. Ecoulement oscillatoire à travers un tube.....	57
Figure 4.2. Module et phase de l'admittance complexe en fonction de la fréquence réduite α	59
Figure 4.3. Longueur d'entrée à travers une canalisation.....	60
Figure 4.4. La longueur d'entrée normalisée par le diamètre $D = 2a$, en fonction de nombre de Reynolds $Re = \bar{u}D/\nu$ calculée numériquement.	60
Figure 4.5. Evolution de la perte de charge normalisée en fonction du nombre de Reynolds calculée numériquement et analytiquement pour deux tubes de rapports d'aspect 1 et 25.....	61
Figure 4.6. Profil de vitesse normalisé pour $Re=1$	62
Figure 4.7. Conditions aux limites du tube circulaire.....	62
Figure 4.8. Maillage du tube dans le cas des fluides newtoniens.....	64
Figure 4.9. (a) Maillage du domaine tubulaire dans le cas des fluides en loi de puissance (rhéofluidifiant\rhéopépaississant) en basse fréquence ; (b) Maillage du tube pour les fluides en loi de puissance en haute fréquence	64
Figure 4.10. Profils de vitesse calculés avec différents pas de temps Δt	65
Figure 4.11. Établissement du profil de vitesse pour différentes périodes.....	66
Figure 4.12. Comparaison du module et de la phase de l'admittance complexe en fonction de la fréquence réduite α calculé numériquement et analytiquement.....	66

Figure 4.13. Distribution gaussienne supposée	68
Figure 4.14. Le module et la phase de l'admittance complexe total en fonction de la pulsation pour le cas d'une gaussienne monomodale	68
Figure 4.15. Distribution gaussienne adimensionnelle imposée	71
Figure 4.16. Le module et la phase de l'admittance complexe adimensionnelle équivalente en fonction de la pulsation (100 points)	71
Figure 4.17. Restitution de la distribution supposée à partir de la fonction de transfert hydrodynamique	72
Figure 4.18. Distribution bimodale adimensionnelle imposée	73
Figure 4.19. Module et la phase de l'admittance complexe équivalente en fonction de la pulsation ...	73
Figure 4.20. Restitution de la distribution supposée à partir de la fonction de transfert pour une distribution bimodale (100 points)	73
Figure 4.21. Module et la phase de l'admittance complexe équivalente en fonction de la pulsation ...	74
Figure 4.22. Restitution de la distribution supposée à partir de la fonction de transfert pour une distribution bimodale (1000 points)	74
Figure 4.23. Module et la phase de l'admittance complexe équivalente en fonction de la pulsation ...	75
Figure 4.24. Restitution de la distribution supposée à partir de du module et de la phase de la fonction de transfert pour une distribution tri-modale.....	75
Figure 4.25. Ecoulement à travers un tube élémentaire	76
Figure 4.26. Profils de la vitesse pour un fluide en loi de puissance pour un écoulement laminaire ($Re=0,001$) dans un tube.	77
Figure 4.27. Maillage du tube ($N_z=50$, $N_a=100$ et $q=1,09$)	78
Figure 4.28. A gauche : profil de vitesse et débit, à droite : viscosité apparente	80
Figure 4.29. Module normalisé de « l'inconsistance complexe » en fonction de la fréquence réduite.	84
Figure 4.30. Phase de « l'inconsistance complexe » en fonction de la fréquence réduite.....	84
Figure 4.31. Rapport des amplitudes de la réponse en débit d'un fluide en loi de puissance en fonction de la fréquence réduite dans le cas d'un seul tube de rayon a	85
Figure 4.32. Amplitude de la FFT du débit en fonction de la fréquence pour $n=0,9$ aux très basses fréquences.....	86
Figure 4.33. Amplitude de la FFT de la pression en fonction de la fréquence pour $n=0,9$ aux très basses fréquences	86
Figure 4.34. Amplitude de la FFT du débit en fonction de la fréquence pour $n=0,9$ aux hautes fréquences.....	87
Figure 4.35. Amplitude de la FFT de la pression en fonction de la fréquence pour $n=0,9$ aux hautes fréquences.....	87
Figure 4.36. Inverse du rapport des deux premiers harmoniques en très basse fréquence en fonction de l'indice de fluidité n	88
Figure 4.37. Comparaison entre le module et la phase de l'admittance complexe équivalente théorique et de celle calculée par la fonction de lissage en fonction de la fréquence réduite	89
Figure 4.38. Module et phase de « l'inconsistance complexe » équivalente normalisée en fonction de la fréquence réduite pour les fluides en loi de puissance	89
Figure 4.39. Module et phase adimensionnelles de l'admittance complexe équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour des fluides newtoniens et une distribution gaussienne	90
Figure 4.40. Comparaison entre la distribution initiale et celle calculée par inversion ($n=1$).	90
Figure 4.41. Module et phase adimensionnelles de l'admittance complexe équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour des fluides newtoniens et une distribution bimodale.....	91
Figure 4.42. Comparaison entre la distribution initiale et celle calculée pour une distribution bimodale avec $m_2 = 2m_1$ et σ en utilisant des fluides newtoniens ($n=1$).	91

Figure 4.43. Module et phase adimensionnelles de l'admittance complexe équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour une distribution tri-modale avec m_1 , $m_2 = 2m_1$, $m_3 = 3m_1$ et σ en utilisant des fluides newtoniens.....	91
Figure 4.44. Comparaison entre la distribution initiale et celle calculée pour une distribution bimodale avec m_1 , $m_2 = 2m_1$, $m_3 = 3m_1$ et σ en utilisant des fluides newtoniens.....	92
Figure 4.45. Module et phase adimensionnelles de «l'inconsistance complexe » équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour $n=0,8$ et une distribution gaussienne	93
Figure 4.46. Comparaison entre la distribution originale et celle calculée par inversion pour $n=0,8$ et une distribution gaussienne	94
Figure 4.47. Module et phase adimensionnelles de «l'inconsistance complexe » équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour $n=0,8$ et une distribution bimodale (même écart type).....	94
Figure 4.48. Comparaison entre la distribution originale et celle calculée par inversion pour $n=0,8$ et une distribution bimodale (même écart type).....	94
Figure 4.49. Module et phase adimensionnelles de «l'inconsistance complexe » équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour $n=0,8$ et une distribution bimodale (écarts types différents)	95
Figure 4.50. Comparaison entre la distribution originale et celle calculée par inversion pour $n=0,8$ et une distribution bimodale (écarts types différents)	95
Figure 4.51. Module et phase adimensionnelles de «l'inconsistance complexe » équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour $n=0,7$ et une distribution gaussienne	96
Figure 4.52. Comparaison entre la distribution originale et celle calculée par inversion pour $n=0,7$ et une distribution gaussienne	96
Figure 4.53. Module et phase adimensionnelles de «l'inconsistance complexe » équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour $n=0,7$ et une distribution bimodale (écarts types différents)	96
Figure 4.54. Comparaison entre la distribution originale et celle calculée par inversion pour $n=0,7$ et une distribution bimodale (écarts types différents)	97
Figure 4.55. Module et phase adimensionnelles de «l'inconsistance complexe » équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour $n=1,1$ et une distribution gaussienne	97
Figure 4.56. Comparaison entre la distribution originale et celle calculée par inversion pour $n=1,1$ et une distribution gaussienne	97
Figure 4.57. Module et phase adimensionnelles de «l'inconsistance complexe » équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour $n=1,1$ et une distribution bimodale (écarts types différents)	98
Figure 4.58. Comparaison entre la distribution originale et celle calculée par inversion pour $n=1,1$ et une distribution bimodale (écarts types différents)	98
Figure 4.59. Module et phase adimensionnelles de «l'inconsistance complexe » équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour $n=1,3$ et une distribution gaussienne	98
Figure 4.60. Comparaison entre la distribution originale et celle calculée par inversion pour $n=1,3$ et une distribution gaussienne	99
Figure 4.61. Module et phase adimensionnelles de «l'inconsistance complexe » équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour $n=1,3$ et une distribution bimodale (écarts types différents)	99
Figure 4.62. Comparaison entre la distribution originale et celle calculée par inversion pour $n=1,3$ et une distribution bimodale (écarts types différents)	99
Figure A.1. Débit global en fonction du gradient de pression dans le cas d'une distribution gaussienne pour un fluide de Bingham	103

Figure A.2. Restitution de la distribution originale à partir de la courbe débit-gradient de pression..	103
Figure A.3. Débit global en fonction du gradient de pression dans le cas d'une distribution bimodale pour un fluide de Bingham	103
Figure A.4. Restitution de la distribution bimodale à partir de la courbe caractéristique	103
Figure A.5. Réponse en débit en fonction de gradient de pression d'une distribution gaussienne pour un fluide de Casson	104
Figure A.6. Distribution gaussienne obtenue avec l'expression $p^+(r^+)$ comparée avec la distribution imposée pour un modèle de Casson	104
Figure A.7. Réponse en débit en fonction de gradient de pression d'une distribution bimodale pour un fluide de Casson	104
Figure A.8. Distribution bimodale obtenue avec l'expression $p^+(r^+)$ comparée avec la distribution imposée pour un modèle de Casson	104
Figure A.9. Evolution de Q^+ en fonction de gradient de pression ∇P^+ pour différents indices de fluidité	105
Figure A.10. Q^+ en fonction de ∇P^+ pour une distribution gaussienne et un fluide de Herschel-Bulkley ($n=1/2$)	105
Figure A.11. Distribution gaussienne obtenue avec l'expression $p^+(r^+)$ du modèle de Herschel-Bulkley pour $n=1/2$	105
Figure A.12. Q^+ en fonction de ∇P^+ pour une distribution bimodale et un fluide de Herschel-Bulkley ($n=1/2$)	106
Figure A.13. Distribution bimodale obtenue avec l'expression $p^+(r^+)$ du modèle de Herschel-Bulkley pour $n=1/2$	106
Figure A.14. Débit global en fonction du gradient de pression pour une distribution gaussienne et un fluide de Herschel-Bulkley ($n=1/3$)	106
Figure A.15. Restitution de la distribution originale à partir de la courbe débit-gradient de pression pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=1/3$)	106
Figure A.16. Débit global en fonction du gradient de pression pour une distribution bimodale et un fluide de Herschel-Bulkley ($n=1/3$)	106
Figure A.17. Restitution de la distribution originale à partir de la courbe débit-gradient de pression pour un fluide de Herschel-Bulkley ($n=1/3$)	106
Figure A.18. Evolution de Q^+ en fonction de gradient de pression ∇P^+ pour différents indices de fluidité et un fluide de Robertson-Stiff.....	107
Figure A.19. Réponse en débit en fonction de gradient de pression pour une distribution gaussienne et un fluide de Robertson-Stiff pour $n=1/2$	108
Figure A.20. Distribution gaussienne obtenue par l'expression d'inversion $p^+(r^+)$ pour un modèle de Robertson-Stiff comparée avec la distribution imposée pour $n=1/2$	108
Figure A.21. Réponse en débit en fonction de gradient de pression pour une distribution bimodale et un fluide de Robertson-Stiff pour $n=1/2$	108

Figure A.22. Distribution bimodale obtenue par l'expression d'inversion $p^+(r^+)$ pour un modèle de Robertson-Stiff comparée avec la distribution imposée pour $n=1/2$	108
Figure A.23. Réponse en débit en fonction de gradient de pression pour distribution gaussienne et un fluide de Robertson-Stiff pour $n=3/2$ $n=3/2$	108
Figure A.24. Distribution gaussienne obtenue par l'expression d'inversion $p^+(r^+)$ pour un modèle de Robertson-Stiff comparée avec la distribution initiale pour $n=3/2$	108
Figure A.25. Réponse en débit en fonction de gradient de pression pour distribution tri-modale et un fluide de Robertson-Stiff pour $n=3/2$	109
Figure A.26. Distribution tri-modale obtenue par l'expression d'inversion $p^+(r^+)$ pour un modèle de Robertson-Stiff comparée avec la distribution initiale pour $n=3/2$	109
Figure B.27. Maillages structurés en 3D avec un pas constant : (à gauche $e = 2$, à droite $e = 0,1$).	111
Figure B.28. Comparaison du profile de vitesse théorique (Mathematica) et numérique (Fluent) pour les deux cas.....	112
Figure B.29. Système de coordonnées elliptiques [115]	113
Figure B.30. Module de l'admittance complexe dans le cas d'un seul conduit, à gauche ($e = 2$), à droite ($e = 0,1$)	114
Figure B.31. Phase de l'admittance complexe dans le cas d'une seule conduite, à gauche ($e = 2$), à droite ($e = 0,1$)	114
Figure B.32. Comparaison du Module et la phase de l'admittance complexe normalisés en fonction de α entre Womersley et l'ellipse avec $e = 2$	115
Figure B.33. Module et phase adimensionnelles de l'admittance complexe équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour l'ellipse avec $e = 2$	116
Figure B.34. Comparaison entre la distribution initiale et celle calculée pour l'ellipse avec $e = 2$...	116
Figure B.35. Module et phase adimensionnelles de l'admittance complexe équivalente en fonction de la fréquence adimensionnelle pour l'ellipse de $e = 2$ et une distribution bimodale	117
Figure B.36. Comparaison entre la distribution originale et celle calculée par inversion pour l'ellipse de $e = 2$ et une distribution bimodale.....	117

DETERMINATION DE LA DISTRIBUTION DE TAILLES DE PORES D'UN MILIEU POREUX

RESUME : Ce travail présente deux nouvelles approches pour aider à la caractérisation de la topologie des milieux poreux en termes de distribution de tailles de pores. La première des méthodes proposées repose sur les propriétés rhéologiques des fluides à seuil (type Bingham, Casson....) s'écoulant à travers l'échantillon poreux. Par une simple mesure du débit total de fluide en fonction du gradient de pression imposé, il est possible de déterminer la distribution de tailles de pores moyennant une hypothèse sur leur forme. Dans notre approche, un modèle inspiré par Carman-Kozeny a été employé. Cette technique a été validée analytiquement et numériquement sur différents types de distributions classiques (gaussiennes uni-modales ou multi-modales). Elle a été étendue avec succès aux fluides viscoplastiques réels de type Herschel-Bulkley. La seconde méthode proposée repose sur l'analyse dynamique de l'écoulement oscillant d'un fluide newtonien ou non-newtonien à travers le milieu poreux. Elle consiste en l'utilisation de la fonction de transfert hydrodynamique du milieu poreux et plus particulièrement en la caractérisation de son admittance complexe car l'épaisseur de pénétration et donc la taille d'un pore est fonction de la fréquence d'oscillation du gradient de pression imposé. Le modèle de faisceau de capillaires parallèles (de type Carman-Kozeny) a aussi été utilisé. Cette technique a été testée et validée avec succès avec plusieurs types de distributions, dans le cas où le fluide utilisé est newtonien et pour des fluides en loi de puissance. Pour rendre la résolution de ce dernier problème possible nous avons introduit la notion « d'inconsistance complexe ». Par rapport aux techniques existantes, ces deux nouvelles approches se distinguent par leur simplicité, leur non-toxicité et leur faible coût.

Mots clés : milieu poreux, distribution de tailles de pores, Carman-Kozeny, perméabilité, fluides à seuil, fluide en loi de puissance, fonction de transfert, écoulement oscillant.

DETERMINATION OF THE PORE SIZE DISTRIBUTION IN A POROUS MEDIUM

ABSTRACT : In this work, we present two new methods to characterize the topological properties of porous media and more precisely their pore size distribution. The first method is based on the rheological properties of yield-stress fluids (such as Bingham or Casson fluids) flowing through the porous sample. The pore size distribution can be obtained from the measurement of the total flow rate of fluid as a function of the imposed pressure gradient provided an assumption is made on the general shape of the pores. In this work, we consider the simple and well-know Carman-Kozeny model. This technique is successfully tested both analytically and numerically for classical pore size distributions such as unimodal and multimodal Gaussian distributions and is extended to more realistic viscoplastic fluids (Herschel-Bulkley model). The second method is based on the dynamical analysis of the oscillatory flow of a Newtonian or non-Newtonian fluid through the porous medium. It consists in using the hydrodynamic transfer function of the porous sample and more particularly in the characterization of its complex admittance because the penetration depth and thus the pore size is related to the pulsation frequency of the imposed pressure gradient. The same capillary bundle model (Carman-Kozeny) is used here. This technique is tested and validated on several distributions for Newtonian and power-law fluids. In order to solve this problem, we introduce the notion of « complex inconsistency ». Compared to the existing methods, the simplicity, non-toxicity and cheapness of these two new techniques make them potentially interesting.

Keywords : porous medium, pore size distribution, Carman-Kozeny, permeability, yield-stress fluids, power-law fluids, transfer function, oscillatory flow.