

Etude numérique et expérimentale d'écoulements de fluides à seuil en milieux poreux : contribution au développement d'une méthode innovante de porosimétrie

Térence Mackaya

▶ **To cite this version:**

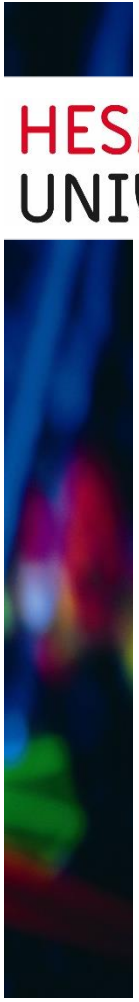
Térence Mackaya. Etude numérique et expérimentale d'écoulements de fluides à seuil en milieux poreux : contribution au développement d'une méthode innovante de porosimétrie. Génie mécanique [physics.class-ph]. Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, 2019. Français. NNT : 2019ENAM0054 . tel-02466432

HAL Id: tel-02466432
https://pastel.hal.science/tel-02466432

Submitted on 4 Feb 2020

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.



2019-ENAM-0054

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

Doctorat

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

Spécialité " Mécanique-matériaux "

présentée et soutenue publiquement par

Térence Emery MACKAYA

le 09 Décembre 2019

Étude numérique et expérimentale d'écoulements de fluides à seuil en milieux poreux : contribution au développement d'une méthode innovante de porosimétrie.

Directeur de thèse : **Azita AHMADI-SÉNICHAULT**
Co-direction de la thèse : **Abdelaziz OMARI**

Jury

M. Mustafa HELLOU, Professeur, LGCGM, INSA Rennes	Président
Mme. Irina PANFILOVA, Maître de Conférences, LEMTA, ENSG Nancy	Rapporteur
M. Laurent TALON, Chercheur CNRS, FAST, Orsay	Rapporteur
Mme Azita AHMADI-SÉNICHAULT, Professeur, I2M - TREFLE, Arts et Métiers ParisTech	Examinateur
M. Abdelaziz OMARI, Professeur, I2M - TREFLE, Bordeaux INP	Examinateur
M. Antonio RODRIGUEZ de CASTRO, Maître de Conférences, MSMP, Arts et Métiers ParisTech	Examinateur

T H È S E

Arts et Métiers ParisTech - Campus de Bordeaux
I2M - TREFLE ENSAM UMR 8508

REMERCIEMENTS

Il y'a énormément de personnes que je devrais remercier dans ce manuscrit. Hélas je ne peux citer tout le monde, donc je me contenterai de mentionner qu'une poignée de personnes qui ont contribué à ma formation et à mon épanouissement durant toutes ces années, les autres savent ce qu'elles ont fait pour moi, et je leur en suis également reconnaissant.

Premièrement je souhaite remercier mes parents MAKAYA TCHIBINDA Jean Bernard et MAKAYA BIGNOUMBA Nadine pour tout ce qu'ils ont fait pour moi depuis ma naissance jusqu'à ce jour. Sans l'éducation, les valeurs, et la philosophie du travail qu'ils m'ont inculquées, je ne serais certainement pas là aujourd'hui.

Ensuite je tiens à remercier mes encadrants de thèse Azita AHMADI-SÉNICHAULT et Abdelaziz OMARI qui m'ont donné l'opportunité de faire cette thèse au cours de laquelle j'ai appris énormément de choses. Au cours de ces trois ans, ils ont non seulement été disponibles pour moi, mais ils m'ont également bien guidé et conseillé pour mener à bien ce projet.

Je remercie également Antonio RODRIGUEZ de CASTRO pour les conseils et les orientations qu'il m'a donné au cours de cette thèse, mais surtout pour sa volonté de collaborer avec moi sur ce travail alors qu'il n'était pas du tout obligé de le faire. Je le remercie également d'avoir été membre de mon comité d'avancement de thèse en fin de deuxième année. Dans la même lancée je remercie Giuseppe SCHIUME et Stéphane GLOCKNER qui ont bien voulu évaluer l'avancement de mon travail en fin de première année.

Je n'oublie pas Bauyrzhan SATKEN et Cedric Merlin TCHUITCHUI TEKEUNDO pour leur aide dans la réalisation de mes expériences, et Jean LACHAUD qui a toujours été ouvert à partager son expérience sur OpenFOAM non seulement avec moi mais également les autres membres du laboratoire I2M.

Ensuite je souhaite remercier toutes les personnes qui m'ont rendu des services sur divers aspects : Muriel EZAN-BORE et Valérie PERNOT pour les démarches administratives, Cyril PENNANECH et Clément CHARKOS pour les aspects informatiques, Audrey DUPHIL pour la connaissance des mesures de sécurité au laboratoire, ou encore Léa PIGOT de l'ENSEGID pour la coupe des échantillons de grès.

Par ailleurs je souhaite remercier toutes les personnes qui m'ont bien accueilli au laboratoire, et qui grâce à qui je me suis bien intégré : Henri BERTIN, José Luis JUAREZ MOJERON, Jean François BONNET, Jean Rodolphe PUIGALLI, Yannick ANGUY, Cécile GABORIAU, Waabi JOMAH, Jean Christophe BATSALE, Alain SOMMIER, et Didier LASSEUX pour ne citer que ceux-là.

Par ailleurs je remercie des doctorants du laboratoire pour leur bonne humeur et leur convivialité : Vincent LE MAOUT, Romain ARANDA, Sagyn OMIRBEKOV, José Luis JUAREZ MOJERON, Mohammed BENSALEM, Natacha FOREY, Imane BEROUGH.

Par ailleurs je souhaite remercier deux de nos professeurs de Classes Préparatoires, Messieurs Nicolas DENARIE et Emmanuel VEZIN, non seulement pour leurs enseignements, leur dynamisme, mais également pour la motivation qu'ils ont su nous donner pendant ces deux années difficiles pour passer et réussir nos concours d'entrée en Écoles d'ingénieurs en FRANCE.

Pour finir je souhaite remercier certains de mes professeurs du Lycée Henri SYLVOZ de Moanda au GABON, qui m'ont poussé dès mon plus jeune âge à toujours donner le meilleur de moi-même. Il s'agit de messieurs Christophe CHARTON, Christian MADOUMA, Halima BAPINDI, Jean TSOUNGA NDOUNGOU, Jean TALA, et Nicolas MEZIERE.

Pour finir, je remercie du fonds du cœur mon professeur de Mathématiques monsieur Jean ELA qui m'a énormément influencé par sa passion des Mathématiques, et qui avait pour habitude de citer le mathématicien allemand Léopold KRONECKER :

« DIEU nous a donné les nombres entiers naturels, tout le reste n'est que l'œuvre de l'Homme ».

TABLE DES MATIERES

CHAPITRE I : Introduction générale 17

CHATITRE II : Étude Bibliographique 22

II.1: Milieux poreux et phénomènes de transferts associés 22
II.1.1: La grande diversité des milieux poreux 22
II.1.2: Caractéristiques géométriques des matériaux poreux 23
a) L'espace poral 23
b) Les formes simplifiées des pores 27
II.1.3 : Modélisations usuelles de l'espace poreux 29
a) Le modèle en faisceau de capillaires parallèles 29
b) Les réseaux de pores 30
II.1.4 : La distribution de taille de pores (ou « PSD ») 31

II.2: Transferts de fluides en milieux poreux 32
II.2.1: Propriétés d'écoulements en milieux poreux 32
a) Les différentes échelles d'observation 32
b) Écoulements multiphasiques en milieu poreux 35

II.3: Structure des milieux poreux granulaires 38
II.3.1 : Milieux poreux non consolidés : empilements de particules solides 39
II.3.2 : Les milieux poreux consolidés 41

II.4: Techniques usuelles de caractérisation des milieux poreux 44
II.4.1: La porosimétrie par injection de mercure (« MIP ») 44
a) Principe de la porosimétrie par injection de mercure 44
b) Problèmes liés à l'utilisation du mercure 46
II.4.2 : Autres techniques de caractérisation 46

II.5 : Caractérisation d'échantillons poreux par des techniques de porosimétrie intrusives et non-toxiques 47
II.5.1: Porosimétrie par injection de fluides à seuil (Yield Stress fluid Method «YSM ») 48
a) Principe de la YSM 48
b) Rhéologie des fluides à seuil 48
c) Modélisations de la rhéologie des fluides à seuil 51
c) Écoulement d'un fluide à seuil dans un capillaire de section circulaire 56
d) Contributions majeures en YSM 57
II.5.2: Porosimétrie combinant injection de fluides Newtoniens et non-Newtoniens 61

II.6: Autres travaux portant sur l'écoulement de fluides à seuil dans des capillaires 62
II.6.1 : Canaux à section droite constante 62
II.6.2 : Capillaires à section droite variable 69
Cas des sections droites ondulante 69

Expansions et contactions 71
II.7 : Écoulements de fluides à seuil dans les milieux poreux 74

CHAPITRE III : Contribution à l'amélioration de la technique YSM 82

III.1 : Contribution portant sur le modèle du faisceau de capillaires parallèles 82
III.1.1 : Écoulements de fluides Newtoniens dans des capillaires rectilignes 82
III.1.2 : Écoulement de fluides de type Bingham 84
Extension à d'autres formes de section droite 85
Évaluation par simulations numériques 86
III.1.3 : Écoulements de fluides de type Herschel-Bulkley 97
Formulation des relations empiriques 97
Simulations numériques 99
Exemple d'application en YSM 103

III.2 : Contributions à l'inversion des données Q(∇P) de YSM 110
III.2.1 : Glissement des fluides à seuil en milieu poreux 110
Le glissement des fluides à seuil aux parois des pores 110
III.2.2 : Modèle de glissement de Kaylon 114
Cas du capillaire de section droite circulaire 115
Cas des slits 117
III.2.3 : Inversion des données de YSM avec prise en compte du glissement 118
Formulation alternative de la méthode d'inversion discrète 118
Formulation retenue pour l'inversion des données de YSM avec l'approche MGK 121
III.2.4 : Validation de la méthode d'inversion 122
Cas d'une PSD gaussienne 123
Première distribution Bimodale 125
Deuxième distribution bimodale 128
Cas d'une distribution trimodale : 129

CHAPITRE IV : Expériences d'écoulements de fluides à seuil en milieux poreux 132

IV.1 : Fluides et Matériaux 132
IV.1.1 : Les solutions de xanthane 132
IV.1.2 : Préparation des solutions de xanthan 133
IV.1.3 : Caractérisation rhéologique des solutions de xanthane 134

IV.2 : Milieux poreux utilisés 138
IV.2.1 : Échantillons de roches réels et synthétiques 138
IV.2.2 : Préparation des échantillons de milieux poreux 139
IV.2.3 : Caractérisation pétrophysique des échantillons 140

IV.3 : Réalisation des expériences d'injection de fluides à seuil dans les milieux poreux 141
IV.3.1 : Dispositif expérimental 141
IV.3.2 : Dimensionnement des expériences et acquisition des mesures 142

IV.4 : Présentation des résultats expérimentaux 144
IV.4.1 : Influence de la concentration en Xanthan sur les courbes $Q(\nabla P)$ 144
IV.4.2 : Viscosités effectives et apparentes en milieu poreux 145

CHAPITRE V : Interprétation des résultats expérimentaux 149

V.1 : Considérations générales 149

V.2 : Échantillons de A10 152
Influence du glissement sur les résultats de YSM 152
PSDs et courbes de pression capillaire 153
Rayon moyen des pores 158
Aspect des pores 161
Influence de la forme de la section droite des pores du A10 sur les résultats de YSM 161

V.3: Échantillons de Bentheimer 169
Influence du glissement sur les résultats de YSM 169
PSDs et courbes de pression capillaire 169
Rayon moyen des pores 173
Aspect des pores 175
Influence de la forme de la section droite des pores du Bentheimer sur les résultats de YSM 175

V.4 : Comparaisons aux corrélations empiriques 182

CHAPITRE VI : Discussions, Conclusions et perspectives 188

Discussions 188

Conclusions 190

Perspectives 193

Références 196

ANNEXES 212

ANNEXE A : Écoulement d'un fluide à seuil dans un capillaire rectiligne de section circulaire 212

ANNEXE B : Mesures expérimentales débits/gradient de pression 214

ANNEXE C: Étude d'influence de maillage pour les résultats de simulation 222

NOMENCLATURE

Lettres latines

A	Surface de la section droite du milieu poreux [m^2]
A(l)	Surface de la région de fluide dont le contour a un rayon de courbure minimal l [m^2]
A_S	Surface spécifique [$m^2 g^{-1}$]
a	Rayon du cercle inscrit dans la section droite d'un capillaire [m]
a_{min}	Valeur minimale du rayon des cercles inscrit dans un ensemble de capillaires [m]
a_{max}	Valeur maximale du rayon des cercles inscrit dans un ensemble de capillaires [m]
$a(z)$	Rayon du cercle inscrit dans la section droite variable d'un capillaire [m]
B_i	Nombre de Bingham [-]
B_{ic}	Nombre de Bingham critique [-]
B_{ic}^T	Nombre de Bingham critique pour une section droite triangulaire [-]
$B_{ic}^R(\varepsilon)$	Nombre de Bingham critique pour une section droite rectangulaire [-]
b	Longueur du plus grand côté d'un rectangle [m]
b_g	Coefficient géométrique d'arrangement de fibres [-]
C	Concentration d'une solution [ppm]
C_1	Coefficient empirique caractérisant l'écoulement dans des empilement de billes [-]
C_2	Coefficient empirique caractérisant l'écoulement dans des empilement de billes [-]
c_1	Facteur de forme de l'équation de Rabinowitch généralisée (équation 2.52) [-]
c_2	Facteur de forme de l'équation de Rabinowitch généralisée (équation 2.52) [-]
c_3	Facteur de forme de l'équation de Rabinowitch généralisée (équation 2.53) [-]
C_a	Nombre de Casson [-]
C_{forme}	Facteur de forme général [-]
C_S	Facteur de forme d'une section droite carrée [-]
C_T	Facteur de forme d'une section droite triangulaire [-]
$C_R(\varepsilon)$	Facteur de forme d'une section droite rectangulaire [-]

C_S Coefficient de forme pour une section droite carrée [-]

C_T Coefficient de forme pour une section droite triangulaire [-]

d_e Diamètre hydraulique équivalent d'un conduit de section droite arbitraire [m]

D Diamètre du milieu poreux [m]

d_p Diamètre cylindrique équivalent dans un empilement de sphères [m]

D_p Diamètre des particules d'un empilement monodisperse [m]

d_{ri} Ecart entre les rayons de deux classes de pore consécutives [m]

f_i Fraction en nombre des grains/particules de diamètre d_i [m]

$\vec{g}$ Vecteur accélération de la pesanteur $[m.s^{-2}]$

h Epaisseur maximale d'un conduit de section droite ondulante [m]

h_c Epaisseur critique des aspérités de la paroi d'un conduit [m]

I_α Intervalle des valeurs du coefficient de seuil d'écoulement [-]

J Ampleur du saut de contrainte dans l'équation 2.36 [-]

k Consistance du fluide $[Pa.s^n]$

$\underline{\underline{K}}$ Tenseur de perméabilité absolue $[m^2]$

$\underline{\underline{K}}_w$ Tenseur de perméabilité effective à l'eau $[m^2]$

$\underline{\underline{K}}_o$ Tenseur de perméabilité effective à l'huile $[m^2]$

K_{rw} Perméabilité relative à l'eau [-]

K_{ro} Perméabilité relative à l'huile [-]

$K_{rw}{}^{max}$ Perméabilité relative maximales en eau [-]

$K_{ro}{}^{max}$ Perméabilité relative maximales en huile [-]

L_B Longueur de pore-body [m]

L_T Longueur de pore-throat [m]

L Longueur du milieu poreux [m]

L_c Longueur d'un capillaire tortueux [m]

l Rayon de courbure des régions d'un fluide à seuil en écoulement [m]

l^* Rayon de courbure maximal des régions d'un fluide à seuil en écoulement [m]

M Quotient entre viscosités aux faibles et forts taux de cisaillement [-]

m_i Moyennes des distributions en tailles de pores dans une distribution pondérée [m]

m_l Longueur d'une molécule [m]

m_b Consistance de la phase liante (binder) $[Pa.s^{n_b}]$

m Paramètre de régularisation de Papanastasiou (équation 2.30) [s]

n Indice de fluidité d'une fluide à seuil [-]

$\vec{n}$ Vecteur unitaire normal à une surface $[m.s^{-1}]$

n_b Indice de fluidité de la phase liante [-]

N_p Nombre total de capillaires dans une distribution de tailles de pores [-]

N Nombre total de tailles de pores représentatives d'un milieu poreux [-]

n_i Nombre de capillaires caractérisant une classe de pores [-]

n_{io} Nombre de capillaires de rayon ri dans une distribution de tailles de pores initiale [-]

P Pression [Pa]

$P(l)$ Périmètre de la région de fluide dont le contour a un rayon de courbure minimal l [m]

P_c Pression capillaire [Pa]

$P_{c,car}$ Pression capillaire pour des capillaires de sections droites carrées [Pa]

$P_{c,tri}$ Pression capillaire pour des capillaires de sections droites triangulaires [Pa]

$P_{ci}\ (0.35)$ Valeur de la pression capillaire pour une saturation en mercure de 35 % [Pa]

P_{crit} Pression critique d'écoulement d'un fluide à seuil dans un milieu poreux [Pa]

P_{crit}^{∞} Pression critique déterminée par extrapolation des données d'écoulement [Pa]

P_d Pression de déplacement de la phase mouillante [Pa]

P_{inlet} Pression à l'entrée d'un capillaire [Pa]

P_{outlet} Pression à la sortie d'un capillaire [Pa]

P_m Pression de la phase non-mouillante [Pa]

P_{nm} Pression de la phase non-mouillante [Pa]

$p(r)$ Fonction densité de probabilité d'un ensemble de rayons de pores $[m^{-1}]$

$p(a)$ Fonction densité de probabilité d'un ensemble de rayons de cercles inscrits$[m^{-1}]$

$p(r_i)$ Probabilité en nombre d'une classe de pores [-]

$p_v(r_i)$ Probabilité en nombre d'une classe de pores [-]

Q Débit volumique total $[m^3.s^{-1}]$

Q_{min} Valeur minimale du débit imposé lors d'une expérience de YSM $[m^3.s^{-1}]$

Q_{min} Valeur maximale du débit imposé lors d'une expérience de YSM $[m^3.s^{-1}]$

$q(\nabla P, a)$ Débit volumique dans un capillaire de rayon r $[m^3.s^{-1}]$

$q(\nabla P, a)$ Débit volumique dans un capillaire de rayon de cercle inscrit a $[m^3.s^{-1}]$

$\tilde{q}$ Débit volumique dans un pore de section circulaire avec glissement $[m^3.s^{-1}]$

$\tilde{q}_{slit}$ Débit volumique dans un pore de section rectangulaire avec glissement $[m^3.s^{-1}]$

$\bar{q}$ Débit volumique moyen $[m^3.s^{-1}]$

q_c Débit volumique caractéristique pour normalisé les débits volumiques [-]

q_{ij} Coefficient de la matrice des débits élémentaires des classes de rayon r_i $[m^3.s^{-1}]$

r Rayon d'un pore cylindrique [m]

R Rayon d'un échantillon poreux cylindrique [m]

R1 Rayon à partir duquel le valeur de porosité du VER ne varie plus [m]

R_c Rayon de courbure de l'interface entre deux fluides immiscibles [m]

r_{body} Rayon uniforme des chemins percolant [m]

$r_{body,car}$ Rayon uniforme des chemins percolant, avec des pores de section carrée [m]

$r_{body,tri}$ Rayon uniforme des chemins percolant, avec des pores de section triangulaire [m]

r_i Rayon de capillaire d'une classe de pores [m]

R_B Rayon de pore-body [m]

R_T Rayon de pore-throat [m]

Re Nombre de Reynolds [-]

$r_{p,S35}$ Rayon de pores pour une saturation en mercure de 35 % [m]

$r_{p,Windland}$ Rayon de pores empirique de Windland (équation 5.10) [m]

$r_{p,Aguilera}$ Rayon de pores empirique de Aguilera (équation 5.11) [m]

$\bar{r}$ Rayon moyen des pores dans le milieu poreux [m]

r_{pore} Rayon de pores équivalent [m]

$\bar{r}_{PSD}$ Rayon moyen des pores provenant d'une PSD [m]

$\bar{r}_{YSM}$ Rayon moyen provenant d'une PSD obtenue par YSM [m]

$\bar{r}_{YSM_G}$ Rayon moyen provenant d'une PSD obtenue par YSM avec glissement [m]

S_{nm} Saturation irréductible de la phase non-mouillante [-]

S_m Saturation de la phase mouillante [-]

S_{inm} Saturation de la phase non-mouillante [-]

S_{im} Saturation irréductible de la phase mouillante [-]

S_{iw} Saturation irréductible en eau [-]

s Exposant de glissement [-]

S_{wc} Saturation critique (ou résiduelle) en eau [-]

S_{or} Saturation critique (ou résiduelle) en huile [-]

S_w Saturation en eau [-]

S_o Saturation en huile [-]

S Saturation en mercure [-]

T Tortuosité [-]

t_1 Temps caractéristique d'accroissement de contrainte (équation 2.33) [s]

$\bar{U}$ Vitesse moyenne $[m.s^{-1}]$

$\vec{V}$ Vecteur vitesse moyenne du fluide en écoulement $[m.s^{-1}]$

U^* Vitesse caractéristique de l'écoulement d'un fluide à seuil $[m.s^{-1}]$

U Vitesse caractéristique de l'écoulement d'un fluide Newtonien $[m.s^{-1}]$

U_{max} Vitesse maximale du fluide dans d'un capillaire $[m.s^{-1}]$

U_w Vitesse du fluide par rapport à la paroi d'un capillaire $[m.s^{-1}]$

U_S Vitesse du fluide par rapport à la couche glissement $[m.s^{-1}]$

V_i Volume d'un grain de diamètre d_i dans un empilement de billes poly-disperses $[m^3]$

V_p Volume total des pores du milieu poreux $[m^3]$

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

$V(r)$ Volume total des pores dont le rayon est inférieur à r $[m^3]$

V Volume total de l'échantillon poreux $[m^3]$

W	Ordre du polynôme d'interpolation [-]
w_i	Coefficients barycentriques dans une distribution en tailles de pores pondérée [-]
z_i	Coefficients de contribution de chaque classe de pore ri l'écoulement de l'eau [-]

Lettres grecques

α	Coefficient de seuil d'écoulement d'un fluide à seuil [-]
α^*	Valeur optimale du coefficient de seuil d'écoulement d'un fluide à seuil [-]
α_g	Coefficient de contribution de la contrainte seuil à l'écoulement [-]
β_n	Coefficient de contribution de la contrainte visqueuse à l'écoulement [-]
β	Coefficient de proportionnalité de taux de cisaillement [-]
β_N	Valeur de pour l'écoulement d'un fluide Newtonien [-]
δ	Epaisseur de la couche de glissement [m]
$\underline{\underline{\dot{\gamma}}}$	Tenseur des taux de cisaillement $[s^{-1}]$
$\dot{\gamma}$	Magnitude des taux de cisaillement $[s^{-1}]$
$\dot{\gamma}_{app}$	Taux de cisaillement apparent en milieu poreux $[s^{-1}]$
ΔP_c	Différence de pression critique [Pa]
ΔP	Différence de pression [Pa]
ε	Rapport d'aspect d'une section droite rectangulaire [-]
η	Viscosité dynamique d'un fluide [Pa. s]
η_1	Viscosité dynamique caractéristique d'un fluide à seuil (équation 2.33) [Pa. s]
η_0	Viscosité dynamique des zones de fluide rigides [Pa. s]
η_{app}	Viscosité dynamique apparente d'un fluide non-Newtonien [Pa. s]
η_{layer}	Viscosité dynamique de la couche de glissement [Pa. s]
$\dot{\gamma}_0$	Taux de cisaillement critique $[s^{-1}]$
$\dot{\gamma}_1$	Taux de cisaillement critique $[s^{-1}]$

κ Coefficient de glissement $[m^2.s.kg^{-1}]$

χ Coefficient empirique caractérisant l'écoulement dans des empilements de billes [-]

λ Coefficient multiplicateur dans l'équation 3.29 [-]

∇P Gradient de pression à travers le milieu poreux $[Pa.m^{-1}]$

∇P^+ Gradient de pression normalisé [-]

$\widetilde{\nabla} P$ Gradient de pression effectif normalisé [-]

$\widetilde{\nabla} P_{crit}$ Gradient de pression effectif critique normalisé [-]

ν Viscosité cinématique d'un fluide $[m^2.s^{-1}]$

ω Coefficient empirique caractérisant l'écoulement dans des empilements de billes [-]

φ Porosité du milieu poreux [-]

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

ρ_s Masse volumique du solide $[kg.m^{-3}]$

ς Paramètre de régularisation de Bercovier et Engleman (équation 2.29) $[s^{-1}]$

σ_0 Contrainte caractéristique lors de l'écoulement d'un fluide à seuil [Pa]

σ Tension de surface entre deux fluides $[J.m^{-2}]$

σ_i Écarts types de distributions en tailles de pores sommées [m]

τ_0 Contrainte seuil d'un fluide à seuil [Pa]

τ_w Contrainte seuil d'un fluide à seuil à la paroi d'un capillaire [Pa]

τ_c Contrainte seuil de glissement d'un fluide à seuil [Pa]

τ_λ Contrainte normalisée dans un conduit aux parois ondulante [-]

τ_R^* Contrainte normalisée dans une contraction/expansion [-]

$\underline{\underline{\tau}}$ Tenseur des contraintes [Pa]

θ Angle de contact entre un fluide et un solide [radians]

ξ Facteur de forme d'un conduit à parois rugueuses [-]

ζ Facteur de raffinement du pas de recherche des n_i

Abréviations

car Diminutif de section droite de forme carrée dans les équations 5.7 et 5.8

err Erreur entre PSD initiale et PSD obtenue par inversion en YSM [-]

I-YSM Méthode d'inversion YSM initiale

MGK Mécanisme de glissement de Kaylon

PSD Pore Size Distribution [-]

P.T.R Pore to Throat Ratio, rapport entre rayons moyens de pore-bodies et pore-throats [-]

tri Diminutif de section droite de forme triangulaire dans les équations 5.7 et 5.8

V.E.R Volume Elémentaire Représentatif [m^3]

YSM Yield Stress Fluid Method

YSM_G Méthode d'inversion YSM en tenant compte du glissement

CHAPITRE I : INTRODUCTION GENERALE

Le terme milieu poreux désigne tout milieu composé d'une phase solide et de vides appelés les pores. Ces milieux sont omniprésents non seulement dans la nature (roches géologiques), mais aussi dans de nombreux domaines tels que le bâtiment (bétons, chaussées) ou encore l'industrie pharmaceutique. Dans des domaines tels que l'aéronautique et l'industrie automobile, les matériaux composites très utilisés sont également des milieux poreux. En fonction de la nature du milieu considéré (composé de grains, de fibres, …), l'organisation de l'espace poreux peut être très complexe. Dans des matériaux tels que les roches, on distingue plusieurs types de porosité tels que la porosité de fracture, ou encore celle intra granulaire. Une autre caractéristique des milieux poreux est leur dimension multi-échelle. Très souvent dans ces milieux, la complexité n'est pas la même à toutes les échelles. Par ailleurs la plupart des milieux poreux sont déformables, il est donc important de connaitre quel serait leur réponse à une sollicitation mécanique extérieure comme une compaction.

La caractérisation de ces milieux poreux présente un enjeu majeur dans de nombreuses applications industrielles, à l'image de la récupération assistée d'hydrocarbures, le stockage d'énergie ou de CO_2, la géothermie, ou encore la dépollution des sols et les procédés de filtration. Par exemple avant de stocker du CO_2 dans une formation géologique souterraine, il faut s'assurer que ce CO_2 restera piégé sur le long terme, donc de bien connaitre les propriétés de la roche dans laquelle il sera injecté. De même pour les matériaux composites utilisés dans l'aéronautique. Il faut s'assurer qu'ils ne contiennent pas de défauts pouvant entrainer la détérioration d'une partie d'un appareil en plein vol. Pour ces raisons, quelle que soit l'application industrielle dans laquelle ils sont impliqués, il est fondamental de caractériser les milieux poreux, et plus précisément leur structure interne. De plus, lorsqu'on parle de caractérisation d'un milieu poreux, un élément important est l'échelle qu'on souhaite investiguer.

Par ailleurs, les milieux poreux sont très souvent le lieu de transferts thermiques, de particules ou encore de fluides. En plus de leurs propriétés structurales, ces milieux sont donc également définis par leurs propriétés de transport. Dans cette perspective, la porosité et la perméabilité sont deux paramètres macroscopiques très utilisés pour définir un milieu poreux. La porosité rend compte du pourcentage de vide qu'il y'a dans un matériau, et la perméabilité quantifie la faculté qu'a un milieu poreux à laisser un fluide le traverser. Il existe différentes approches pour obtenir ces propriétés, et leurs valeurs peuvent varier en fonction du type de mesure réalisée (Anovitz et Cole, 2015). Quelle que soit la technique choisie, la porosité et la perméabilité sont généralement les premières propriétés mesurées sur un milieu poreux car elles sont faciles à obtenir. Toutefois ces propriétés macroscopiques ne sont pas suffisantes pour décrire la forme locale des pores et la dimension de l'espace poreux.

En effet au sein des milieux poreux, on rencontre différents types de pores qui sont soit interconnectés soit isolés (bras morts). Les pores connectés sont ceux qui permettent l'écoulement à travers le milieu, et peuvent être scindés en deux grandes catégories: les pore-throat ou constrictions, et les pore-bodies dont la dimension caractéristique est plus grande que

celle des constrictions. La surface spécifique est également un paramètre caractéristique de la structure des milieux poreux, qui permet de quantifier la surface développée par les pores en présence. Cette structure de l'espace poral peut être décrite par une distribution en tailles de pores (DTP) ou PSD (Pore-Size Distribution). Dans un milieu poreux, les propriétés mécaniques et celles de transport sont fortement influencées par les caractéristiques de la structure des pores, et en particulier la PSD. Dans les réservoirs pétroliers par exemple, il est bien connu que la distribution en tailles de pores influence la répartition des fluides, et par conséquent les pressions capillaires et le déplacement des fluides lors des phases de production.

Dans le cas général, plusieurs phénomènes de natures variées ont lieu au sein de ces milieux (transfert de fluides, adsorption ou rétention de particules), et l'ampleur de ces derniers dépend fortement de la configuration de l'espace poreux. En effet, en fonction du phénomène considéré, ce sera la surface spécifique qui aura un rôle important (dans l'adsorption de particules), la taille des constrictions (dans la rétention de particules), ou encore les rapports de dimensions entre pore-throats et pore-bodies pour le transfert de fluides.

La compréhension des phénomènes de transport et en particulier des écoulements en milieux poreux se fait très souvent au moyen de la simulation numérique. Pour ce faire, il est nécessaire de disposer d'une reconstruction la plus précise possible de l'espace poral du milieu étudié. La grande complexité des milieux poreux réels nécessite de faire des hypothèses simplificatrices sur la structure de leur espace poral lorsqu'on souhaite étudier les écoulements de fluides dans ces milieux. Une approche très prisée consiste à utiliser un réseau de pores, constitué de pore-bodies (en générale de forme sphérique) reliés par des pore-throats (en général de forme cylindrique). Ces modèles initialement introduits par Fatt (1956) ont l'avantage d'incorporer des paramètres fondamentaux des milieux poreux réels tels que la connectivité des pores, les variations en tailles et en formes des pores qui sont en général anisotropes. Ce type de modèles donne donc la possibilité d'étudier des phénomènes tels que le piégeage de particules au sein du milieu poreux. Malgré ce caractère représentatif du milieu réel, ces modèles présentent quelques inconvénients. Premièrement, leur réalisation nécessite une reconstruction très précise de l'échantillon en 3D, qui en général est effectuée par des techniques d'imageries onéreuses telles que la tomographie ou la microtomographie. Cette reconstruction de l'échantillon fournit des attributs du milieu poreux tels que le nombre de coordination qui traduit la connectivité du réseau de pores. En outre, en fonction de la complexité du réseau de pores générés, les simulations numériques des phénomènes de transfert peuvent être très longues.

Une autre alternative de modélisation est le faisceau de capillaires rectilignes à sections droites circulaires. Ce modèle a pour inconvénient l'absence de connectivité entre les pores, et le fait que l'écoulement de fluides est supposé unidirectionnel. Néanmoins, il existe des variantes de ce modèle permettant d'intégrer la tortuosité des pores, ainsi que l'orientation des capillaires dans plusieurs directions de l'espace. En fonction du modèle de milieu poreux adopté, une ou plusieurs distributions en tailles de pores peuvent être définies : PSD en rayon de pore-throats, en rayons de pore-bodies, ou encore en longueur des pore-throats.

A ce jour, il existe un très grand nombre de techniques permettant de déterminer la PSD d'un échantillon poreux. Il est possible de les regrouper en deux catégories: d'une part les techniques basées sur l'intrusion d'un fluide (liquide ou gaz) dans le milieu poreux, et d'autre part les

techniques non-intrusives. Les techniques non intrusives permettent de caractériser avec une grande précision la microstructure du matériau, et sont généralement non destructrices pour l'échantillon. Ces techniques reposent sur différents principes tels que l'imagerie (IRM, tomographie au rayon X), la sorption de gaz, ou encore le rayonnement magnétique (Résonnance magnétique nucléaire). Elles présentent bien évidemment des avantages, en termes de résolution et qualité des résultats. Mais de manière générale, elles sont soit très coûteuses, soit difficiles à mettre en œuvre. L'une des techniques d'imagerie les plus utilisées aujourd'hui est la microtomographie, toutefois la résolution spatiale de cette technique est limitée à 1µm. Par ailleurs, le traitement des résultats de microtomographie nécessite des phases de filtrage et de segmentation d'images, qui sont très dépendantes de l'utilisateur. Quant à elles, les techniques d'analyse de coupes d'échantillons sont premièrement destructives, et deuxièmement basées sur une couche d'épaisseur très fine de l'échantillon (de l'ordre du millimètre). Par conséquent, les résultats qui en découlent ne sont généralement pas représentatifs de la structure poreuse globale de l'échantillon caractérisé.

Les techniques intrusives permettent d'accéder à la porosité connectée du matériau, grâce aux mesures des quantités de liquide ou de gaz injectées à travers ce dernier. Les plus répandues parmi ces techniques sont l'adsorption isotherme et la porosimétrie par injection de mercure (MIP). Actuellement, la porosimétrie mercure est de loin la technique intrusive la plus utilisée pour caractériser les échantillons poreux. Les atouts majeurs de cette technique sont sa capacité à scanner des rayons de pores sur une large gamme d'ordres de grandeurs (de 1 nm à quelques centaines de µm), ainsi que sa capacité à fournir des PSD représentatives des milieux poreux étudiés (Zhang et al., 2017). La durée relativement courte des expériences (3 ~ 4 heures) de MIP est l'un des avantages de cette technique. Toutefois, l'utilisation du mercure est fortement déconseillée compte tenu de la toxicité de ses vapeurs qui représente un danger important pour la santé de l'expérimentateur. De plus, un autre inconvénient du MIP reste les hautes pressions utilisées durant les expériences qui peuvent déformer ou même détruire les échantillons à caractériser (Li et al., 2017)

Par ailleurs, une fois les échantillons analysés par porosimétrie mercure, ils deviennent inutilisables, car une quantité de mercure reste inévitablement piégée dans l'échantillon. Il est donc nécessaire de se débarrasser de ces échantillons contaminés. A ce titre, l'utilisation de cette technique pose des problèmes environnementaux. Pour toutes ces raisons, des efforts importants sont consentis dans le domaine de la recherche afin de trouver de nouvelles techniques de porosimétrie intrusives, qui seraient des alternatives fiables à la porosimétrie mercure. Depuis quelques années, on constate un engouement international pour limiter au maximum l'utilisation du mercure que ce soit dans le domaine académique ou industriel. La convention de Minamata de 2013 est un exemple d'accord international imposant des restrictions sur l'utilisation du mercure. C'est dans cette perspective que dans les années 1990, l'idée d'une méthode de porosimétrie basée sur l'injection de fluides à seuil (YSM) a émergé. Les fluides à seuil sont des fluides non-Newtoniens, qui ont la particularité de ne s'écouler que lorsqu'ils sont soumis à une contrainte minimale appelée contrainte seuil. Ce seuil d'écoulement est la propriété rhéologique phare qui fait en sorte que ces fluides soient de bons candidats pour scanner la distribution en tailles de pores d'un milieu poreux. En effet, l'écoulement d'un fluide à seuil à travers un capillaire cylindrique n'est possible que si le gradient de pression imposé

aux extrémités de ce pore dépasse une valeur critique. Ce gradient de pression seuil dépend de la taille du pore, mais aussi de la contrainte seuil du fluide utilisé. Ainsi lorsqu'on impose (mesure) une différence de pression aux extrémités d'un milieu poreux, seuls les pores dont le rayon est supérieur à un rayon critique vont (ont pu) participer à l'écoulement. En augmentant progressivement le gradient de pression imposé (ou le débit volumique expérimentalement imposé), de plus en plus de pores participent à l'écoulement. Ce processus graduel permet donc de scanner progressivement toutes les tailles de pores présentes dans le milieu à caractériser. La courbe représentant le débit d'écoulement en fonction du gradient de pression imposé/mesuré est appelée « courbe caractéristique » du milieu poreux étudié. Finalement, les données de cette courbe $Q(\nabla P)$ sont exploitées en utilisant une méthode d'inversion qui conduit à l'obtention d'une PSD du milieu poreux étudié. L'avantage majeur de cette technique de porosimétrie est qu'elle repose sur l'utilisation de fluides non toxiques. Cette technique a déjà fait l'objet de thèses dont les principaux résultats seront présentés dans la partie bibliographie. Le bilan de ces travaux comprend la mise en place de dispositifs expérimentaux relativement simples, et le développement ainsi que la validation de méthodes d'inversion dont une s'est avérée opérationnelle pour exploiter des données expérimentales réelles. Toutes les méthodes d'inversion développées et validées en YSM lors des travaux antérieurs reposent sur le modèle du faisceau de capillaires parallèles à sections droites circulaires. En effet ce modèle permet d'obtenir des informations quantitatives sur les propriétés de transport des milieux poreux réel, et des PSD représentatives de ces milieux en utilisant le MIP ou la YSM (Rodríguez de Castro et al. 2018).

Dès lors, le premier objectif de cette thèse est de travailler avec des modèles de milieux poreux plus réalistes, et ceci en intégrant la non-circularité des sections droites des pores. Le deuxième objectif sera de réaliser de nouvelles expériences d'écoulements de fluides à seuil en milieu poreux, et ceci pour élargir la base de données disponibles en YSM, et comparer les nouveaux résultats à ceux obtenus lors des travaux antérieurs. Le troisième volet, et sans doute le plus important portera sur l'inversion des données $Q(\nabla P)$ de YSM. Dans ce cadre, le phénomène de glissement des fluides à seuil sur les parois des pores sera intégré au processus d'inversion des données expérimentales. En effet, ce phénomène très caractéristique de l'écoulement des fluides complexes n'avait pas été pris en compte lors des travaux antérieurs.

Ce manuscrit se structure donc de la façon suivante : le chapitre 2 portera sur une étude bibliographique principalement axée sur la structure poreuse des échantillons de roche, la porosimétrie mercure, et les techniques intrusives non-toxiques présentées comme potentielles alternatives au MIP. Le chapitre 3 portera sur les contributions à la YSM qui ont été apportées au cours de cette thèse. Le chapitre 4 portera sur la réalisation d'expériences d'écoulement de fluides à seuil en milieu poreux. Le chapitre 5 sera consacré à l'exploitation et la discussion des résultats. Ce rapport s'achèvera avec des et conclusions générales et des perspectives.

CHATITRE II : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

II.1: Milieux poreux et phénomènes de transferts associés

II.1.1: La grande diversité des milieux poreux

Les milieux poreux, sont omniprésents autour de nous et sont de nature très variée: formations géologiques, tissus biologiques, matériaux manufacturés tels que les bétons, les plâtres, les mousses métalliques, ou encore les matériaux composites pour ne citer que ceux-là. Qu'ils soient naturels ou manufacturés, les milieux poreux sont composés d'une matrice solide, et de vides pouvant être connectés ou isolés appelés les pores. Une bonne caractérisation de la structure poreuse d'un milieu est primordiale dans différentes applications industrielles (traitement des eaux, industrie pétrolière, stockage de CO_2, etc). La structure interne des matériaux poreux est d'une très grande complexité. Cette complexité varie d'un matériau à l'autre, et même au sein d'un même matériau, la complexité n'est pas la même en fonction de l'échelle de porosité considérée. En effet plusieurs milieux poreux naturels ou manufacturés ont des tailles de pores variant sur plusieurs échelles (Gao et al., 2019). La figure 1 illustre la diversité de structures internes des pores observables au sein d'un même matériau, en l'occurrence du titane qui est très utilisé dans diverses industries pour former des alliages légers ultra résistants.

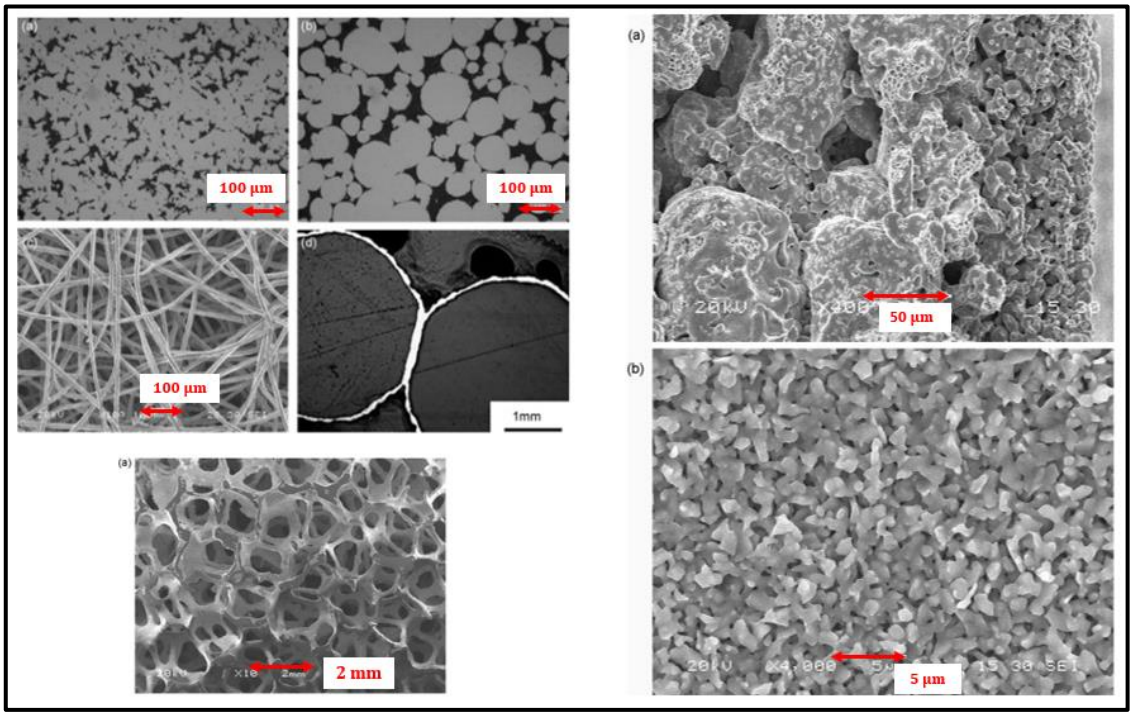


Figure 1: Différents milieux poreux à base de Titane (Tang et al. 2015).

Chaque milieu poreux est défini par des propriétés aussi bien macroscopiques que microscopiques. La section suivante présente de façon concise les paramètres caractéristiques des milieux poreux.

II.1.2: Caractéristiques géométriques des matériaux poreux

L'étude d'un milieu poreux peut soit porter sur sa matrice solide (aussi appelée squelette), ou sur la structure de l'espace poreux. Les propriétés d'écoulement du milieu poreux sont étroitement liées à la structure interne du réseau poreux, tandis que ces propriétés mécaniques telles que la résistance à la compression sont majoritairement contrôlées par le squelette du matériau (Dou et al., 2018). Une des caractéristiques du squelette d'un milieu poreux est sa compressibilité. En effet, il est possible que la matrice solide se déforme ou soit altérée, notamment sous l'effet de hautes températures ou de pressions de fluides très importantes. Ces situations sont parfois observées dans des applications telles que la porosimétrie par injection de mercure (Li et al. 2017). Dans la suite de ce manuscrit, la matrice solide des matériaux utilisés sera considérée indéformable et non-altérée au cours de l'écoulement de fluides.

a) L'espace poral

L'espace vide d'un milieu poreux est constitué de différents types de pores qui peuvent être connectés entre eux ou isolés. La porosité dite interconnectée, effective, ou percolante est formée par les pores connectés et est celle qui permet l'écoulement de fluides à travers le milieu poreux. Les « bras morts » sont des pores qui ne traversent pas l'intégralité du milieu poreux, et par conséquent n'auront pas d'influence sur les écoulements de fluides à travers le milieu. La figure 2 est une représentation schématique d'une coupe 2D d'un milieu poreux illustrant les différents types de pores précédemment décrits.

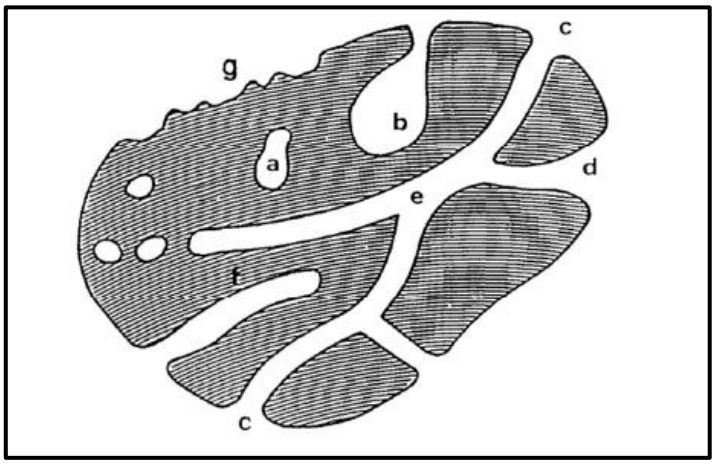


Figure 2: Illustration des différents types de pores généralement présents au sein d'un milieu poreux (Rouquerol et al. 2014).

Sur cette Figure 2, la catégorie (a) correspond aux pores isolés, la catégorie (e) aux pores connectés, les catégories (b) et (f) aux bras morts, les pores de types (c) (d) et (e) sont connectés à la surface externe du matériau, et les surfaces rugueuses (g) ne sont pas considérées poreuses sauf si leur profondeur est plus grande que leur largeur. Cette structure interne du matériau poreux conditionne ses propriétés de transport et ceci à toutes les échelles (Zhu et al. 2018).

La porosité

La porosité est une des propriétés macroscopiques majeures d'un milieu poreux. Elle représente le pourcentage de vides présents au sein du matériau poreux. Elle se définit comme suit :

$$\varphi = \frac{V_p}{V} = \frac{V - V_S}{V} \qquad (2.1)$$

où V est le volume total de l'échantillon, et V_p celui des pores et V_S celui du solide.

Il est important de souligner que la valeur de la porosité d'un matériau dépend de la technique de mesure utilisée. Anovitz et Cole (2015) dressent une revue détaillée des techniques couramment employées pour mesurer la porosité des matériaux. Pour qu'une valeur de porosité soit représentative du milieu étudié, il faut nécessairement que l'échantillon sur lequel la mesure est faite ait un volume supérieur au volume élémentaire représentatif (V.E.R). Le V.E.R est le volume minimum de milieu poreux à partir duquel la valeur moyenne d'une propriété macroscopique de ce milieu ne varie plus. La figure 3 illustre la définition d'un V.E.R par mesures successives de la porosité d'un matériau poreux, R est la dimension caractéristique de l'échantillon analysé, et R_1 celle à partir duquel la valeur de porosité φ_1 est atteinte. Par ailleurs, il est nécessaire de rappeler que la définition d'un V.E.R dépend de la propriété macroscopique considérée.

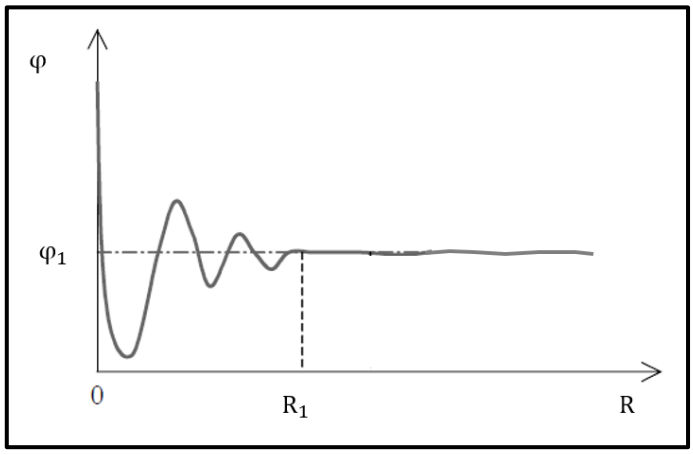


Figure 3: Détermination d'un V.E.R en se basant sur la porosité.

Pour finir, hormis le fait qu'ils soient connectés ou isolés, les pores se distinguent généralement par leur taille. A cet effet, la classification de l'IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) est souvent adoptée pour classer les pores. Selon Rouquerol et al. (1994) les

nanopores ont un diamètre inférieur à 2 nm, les mésopores ont un diamètre compris entre 2 nm et 50 nm, et les macropores possèdent diamètre supérieur à 50 nm. Il faut noter cependant que d'autres classifications peuvent être adoptées selon l'application visée, et les ordres de grandeurs des tailles de pores présents dans le matériau à caractériser.

La tortuosité

La tortuosité traduit le caractère sinueux du chemin des particules de fluide dans un milieu poreux. Cette grandeur sans dimension et supérieure à 1 peut se définir des deux manières suivantes :

$$T = \frac{L_c}{L} \quad \text{ou} \quad T = \left(\frac{L_c}{L}\right)^2 \tag{2.2}$$

où L est la longueur d'un échantillon du matériau poreux, et L_c la longueur totale d'un capillaire tortueux dans lequel la particule fluide se déplace. La figure 4 est une coupe 2D d'un milieu poreux granulaire illustrant le chemin tortueux d'une particule fluide.

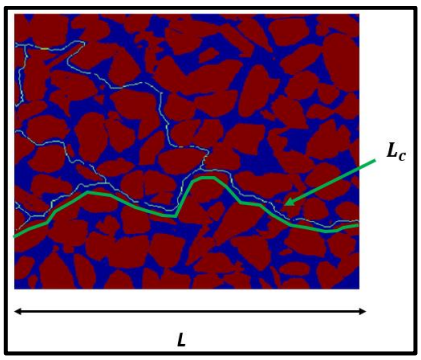


Figure 4: Chemin tortueux de particules fluides au sein d'un milieu poreux constitué de grains (en rouge), (Al Rahoush et Madhoun, 2017).

Pour des raisons de simplification, certains modèles conceptuels prennent en compte une seule valeur de tortuosité pour un milieu poreux donnée. Toutefois, une description plus réaliste du milieu poreux peut nécessiter l'attribution d'un facteur de tortuosité pour chacun des pores qui le constitue (Abou Najm et Attalah, 2016). La tortuosité d'un milieu poreux joue notamment un rôle important dans les pertes de charge mesurées entre l'entrée et la sortie de ce dernier lorsqu'un fluide s'y écoule.

Géométrie convergent-divergent et connectivité

L'observation de matériaux poreux de natures variées révèle une géométrie assez récurrente, à savoir les successions de constrictions et d'élargissements. Par la suite, ces constrictions seront appelées « pore-throats » et les élargissements seront appelés « pore-bodies ». La figure 5 illustre cette géométrie en 3D, et met en évidence un autre facteur important de la structure de l'espace poreux, à savoir les longueurs des pore-throats et des pore-bodies respectivement

notées L_T et L_B. Par ailleurs il est important de souligner que dans les milieux poreux réels, le caractère convergent-divergent des pores ainsi que les longueurs L_T et L_B varient spatialement et de façon non homogène.

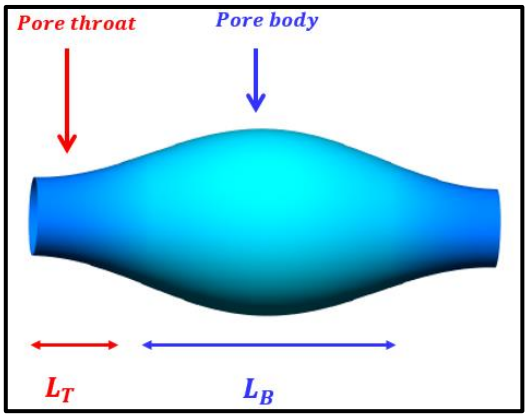


Figure 5: Schéma d'un pore-throat et d'un pore-body formant une géométrie convergent-divergent (Sochi, 2013).

Ce caractère convergent-divergent des pores, et en particulier la différence de tailles entre pore-throats et pore-bodies contrôle non seulement les écoulements mais aussi la distribution de fluides au sein des milieux poreux (Li et al., 2017 ; Lai et al., 2018). Cette configuration de l'espace poreux aura encore plus d'influence sur l'écoulement pour les fluides non-Newtoniens tels que les fluides à seuil (Marly et Vigneaux, 2017 ; Kountouriotis et al., 2014). Hormis les propriétés morphologiques des pores, la structure complexe des milieux poreux est liée à la connectivité de ces entités. Cette propriété très caractéristique des milieux poreux traduit l'interconnexion entre pore-throats et pore-bodies. En général elle est quantifiée par un nombre de coordination, qui est une mesure moyenne du nombre de pore-throats connectés à un pore-body, et est très utilisé notamment dans les modélisations de milieux poreux par des réseaux de pores (Blunt et al., 2013 ; Xiong et al., 2016).

La surface spécifique

La surface spécifique permet de quantifier la surface interne des pores d'un milieu poreux. Elle se définit comme le rapport :

$$A_S = \frac{A_p}{M_S} = \frac{A_p}{\rho_S . V_S} \quad \text{ou} \quad A_S = \frac{A_p}{V} \tag{2.3}$$

où A_p est la surface interne totale des pores (m^2), M_S la masse de solide, V_S le volume de solide (m^3) contenu dans le volume V de l'échantillon, et ρ_S sa masse volumique.

Sauf si clairement précisée, la deuxième définition sera adoptée dans la suite de ce manuscrit. La surface spécifique est obtenue par des techniques telles que l'adsorption de gaz et l'analyse

de coupes d'échantillons, et joue un rôle important dans plusieurs phénomènes tels que les réactions chimiques et l'adsorption de particules au sein des milieux poreux. Il est intéressant de souligner que plus la taille des particules solides constituant un milieu poreux est faible, plus la valeur de la surface spécifique est importante. A titre de comparaison, la surface spécifique (selon la première définition de l'équation 2.3) des roches telles que les grès varie entre 0.5 et 5 m^2/g, alors que sa valeur avoisine les 100 m^2/g pour les argiles (Bear 1972).

b) Les formes simplifiées des pores

Représentations usuelles des pores

Compte tenu de la grande complexité de la structure poreuse des milieux poreux naturels, il est nécessaire de faire des hypothèses simplificatrices afin de pouvoir comprendre les phénomènes de transfert au sein de ces milieux. Dans cette perspective, les pores sont généralement représentés par des formes géométriques simples, comme illustré par la figure 6. La forme sphérique est l'une des formes les plus adéquates pour modéliser les pore-bodies, alors que les formes allongées tels que les cylindres de différentes sections sont utilisés pour modéliser les pore-throats.

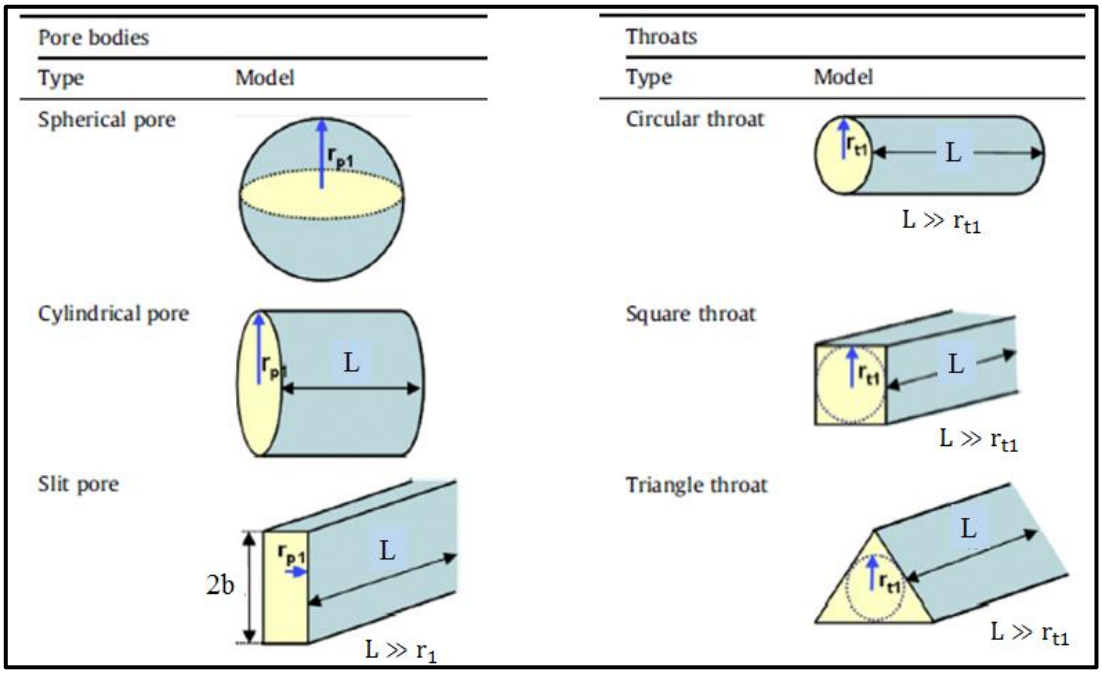


Figure 6: Formes géométriques typiques utilisées pour modéliser les pores dans un milieu poreux. r_{p1} et r_{t1} désignent respectivement les rayons des cercles inscrits dans les pore-bodies et les pore-throats, et h désigne la longueur du pore (Xia et al., 2016).

Bien que la section droite réelle des pores soit rarement une forme géométrique simple (Lai et al., 2018), en fonction de la nature du matériau poreux étudié, certaines formes de pores sont

plus adéquates pour décrire l'aspect général des pores du milieu. Par exemple dans les roches telles que les grès, la forme rectangulaire est souvent la plus représentative (Perrin et al., 2005, Schmitt et al., 2015). Par ailleurs, l'analyse de roches telles que les carbonates par techniques d'imagerie révèle souvent que la forme la plus représentative de la section droite des pore-throats est le triangle (Gundogar et al., 2016).

Modélisation du caractère convergent divergent

Afin de modéliser les géométries très complexes observées au sein des matériaux poreux, la structure convergent-divergent existant entre pore-throats et pore-bodies est généralement idéalisée comme étant une contraction (ou une expansion) pouvant être abrupte ou progressive. Ces différents types de variations axiales des pores sont illustrés par la figure 7.

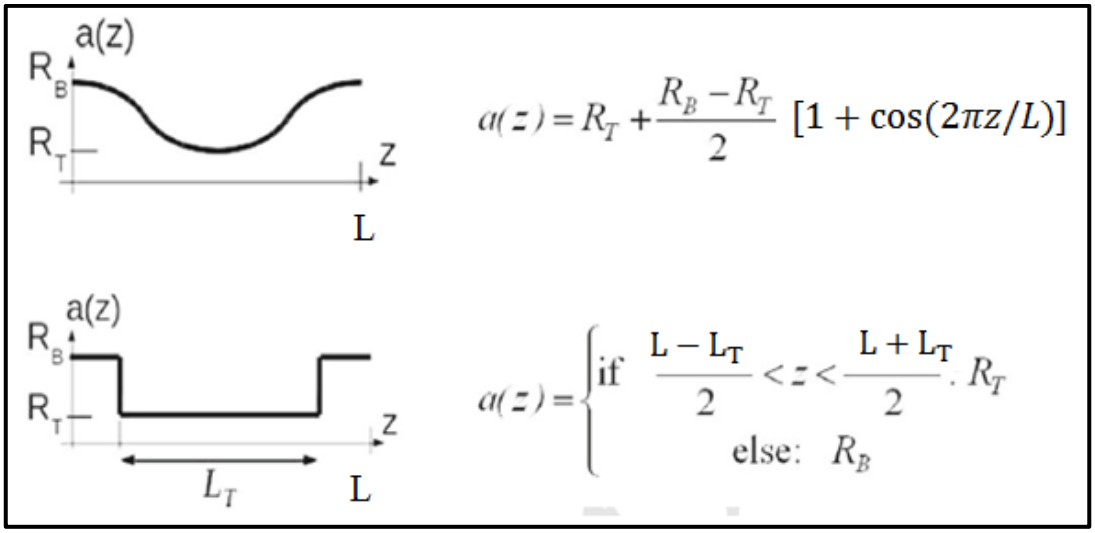


Figure 7: Schéma en 2D de variations axiales progressives et abruptes le long d'un pore (Malvault et al. 2017).

Sur cette figure 7, z désigne la direction axiale du pore et a(z) le rayon du cercle inscrit dans sa section doite, pouvant être de forme circulaire, carrée, ou triangulaire. En général, le rapport entre dimension de pore- body et celle de pore- throat (ou PTR « Pore to Throat Ratio ») se définit comme le quotient R_B/R_T. Dans les matériaux poreux, ces rapports peuvent varier de façon très hétérogènes, contribuant ainsi à la très grande complexité de la structure de l'espace poreux (Zhang et al., 2017). Pour finir, il est important de souligner que lorsque le milieu poreux présente une porosité à plusieurs échelles, la complexité du réseau poreux n'est très souvent pas la même pour les micropores, les mésopores et les macropores (Zhu et al., 2018).

II.1.3 : Modélisations usuelles de l'espace poreux

Compte tenu de la grande complexité de la structure des milieux poreux, il est commode de faire des hypothèses simplificatrices lorsqu'on souhaite étudier des phénomènes tels que les écoulements de fluide au sein de ces matériaux. Dans cette perspective, il existe plusieurs modèles de milieux poreux qui sont des représentations idéalisées permettant d'établir une relation entre la perméabilité et la géométrie du réseau de pores.

a) Le modèle en faisceau de capillaires parallèles

L'une des approches les plus utilisées consiste à assimiler l'espace poreux à un ensemble de capillaires parallèles de section droite circulaire traversant le milieu poreux, comme illustré par la figure 8. L'avantage majeur de ce modèle réside dans sa simplicité, et dans le fait qu'en général, pour les fluides Newtonien ou non-Newtoniens, la relation entre le débit du fluide et le gradient de pression aux extrémités d'un capillaire élémentaire est connue. Par conséquent, le débit total à travers le faisceau s'obtient par sommation des débits provenant de chaque pore présent dans le milieu.

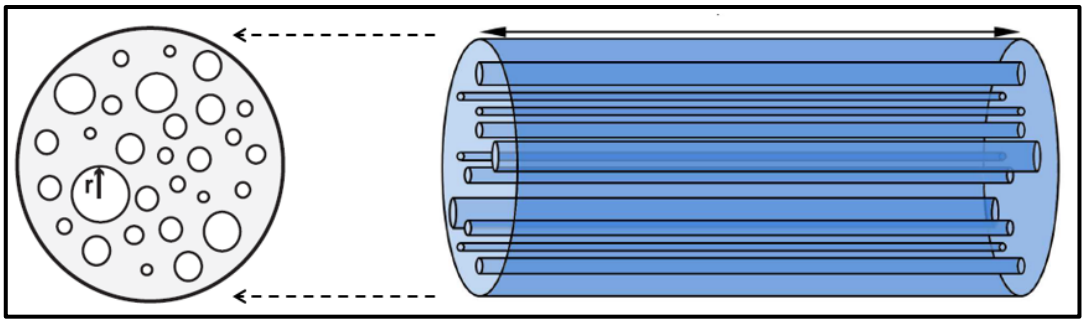


Figure 8: Modèle du faisceau de capillaires parallèles à section droites circulaires.

Dans le cas d'un faisceau dont les rayons sont répartis selon une distribution continue quelconque p(r), Sheidegger (1953) a dérivé l'expression suivante pour la perméabilité :

$$K = \frac{\varphi}{8} \int_0^{\infty} r^2 \, p(r) \, dr \qquad (2.4)$$

Dans le cas où les capillaires sont orientés de façon aléatoires dans trois directions de l'espace, on a le modèle de Saffman, et la perméabilité donnée par l'équation 2.4 se trouve alors divisée par un facteur 3.

En se basant sur le modèle du faisceau de capillaires parallèles de rayons identiques $\bar{r}$ et la loi de Darcy, pour un milieu poreux de perméabilité et de porosité connue, le rayon des pores s'exprime par la relation:

$$\bar{r} = \sqrt{\frac{8\,K}{\varphi}} \qquad (2.5)$$

Bien que très utilisé pour décrire les propriétés de transport des milieux poreux réels, le modèle des capillaires parallèles sous-entend que l'écoulement est unidirectionnel, et que toute la porosité participe à l'écoulement. Ce modèle ne tient donc pas compte des pores isolés ou « bras morts » du milieu poreux qui ne participent pas à l'écoulement des fluides. Par ailleurs, ce modèle ne permet pas de capturer l'inter-connectivité des pores qui est l'une des principales caractéristiques des milieux poreux, et varie très fortement d'un milieu à un autre (Muljadi et al., 2017 ; Zhu et al., 2018). Pour finir, ce modèle ne fait pas de distinction entre pore-throats et pore-bodies, car tous les pores sont assimilés à des pore-thoats. Par conséquent, les distributions en tailles de pore (PSD) qui peuvent être obtenues en se basant sur ce modèle sont des distributions en rayons ou en diamètres de pore-throats.

b) Les réseaux de pores

Contrairement au faisceau de capillaires parallèles, les réseaux de pores tiennent compte de la différence de tailles entre pore-throats et pore-bodies, ainsi que de leur inter connectivité. Dans ces réseaux, les pore-throats sont généralement représentés par des capillaires rectilignes de section droite circulaire, carrée ou triangulaire (Gundogar et al., 2016), et les pore-bodies sont représentés par des sphères. Une des flexibilités des réseaux de pores réside dans la diversité de tailles de pores pouvant être modélisés, comme illustré par la figure 9. La construction de ces réseaux se fait par l'analyse de coupes de l'échantillon poreux, ou d'images tomographiques 3D de celui-ci, puis par détermination des paramètres structuraux tels que la connectivité permettant de reconstruire de la façon la plus fidèle possible le milieu poreux réel.

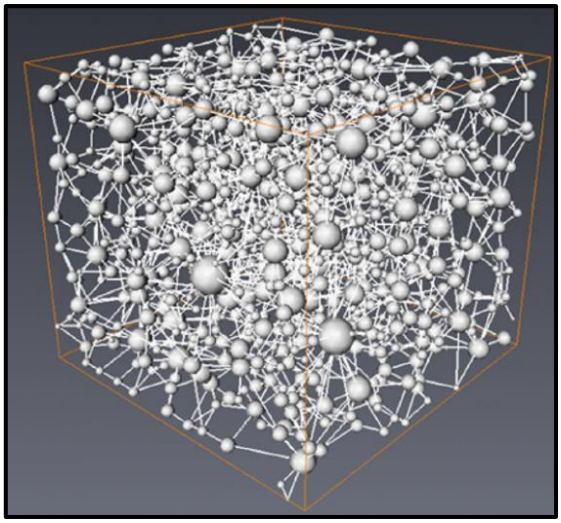


Figure 9: Représentation 3D d'un réseau de pores (Larachi et al. 2015).

L'amélioration des moyens de calculs permettent de développer des algorithmes capables de simuler le transport de fluides et de prédire de façon précise leurs écoulements à travers des réseaux de grande complexité (Sochi, 2010). L'inconvénient principal de la modélisation par réseau de pores est la nécessité d'obtenir des images d'une grande précision de la structure interne du milieu poreux afin d'extraire les PSD en tailles et en longueur de pore-throats et de pore-bodies (Sochi et Blunt, 2008). En effet, comme il sera précisé dans la section 2.3, les équipements nécessaires à la mise en œuvre de techniques d'imagerie telles que la microtomographie sont très onéreux.

II.1.4 : La distribution de taille de pores (ou « PSD »)

La PSD (Pore Size Distribution) est l'une des caractéristiques majeures d'un milieu poreux. En effet, dans les milieux poreux réels tels que les roches, la PSD conditionne les propriétés mécaniques mais également d'écoulement de fluides (Abou Najm et Atallah 2016 ; Abou Najm et Atallah, 2018). En outre, la PSD influence la perméabilité, l'allure des courbes de pressions capillaire (et par conséquent la position des contacts entre les différents fluides en présence), ou encore des phénomènes tels que la rétention de particules en suspension (Rodríguez de Castro et al., 2016).

Les PSD des milieux poreux naturels sont très variées, toutefois, il arrive que leur allure générale soit similaire à des distributions gaussiennes ou encore multimodales. La figure 10 présente des exemples de PSD obtenues pour différents empilements de grains de sable.

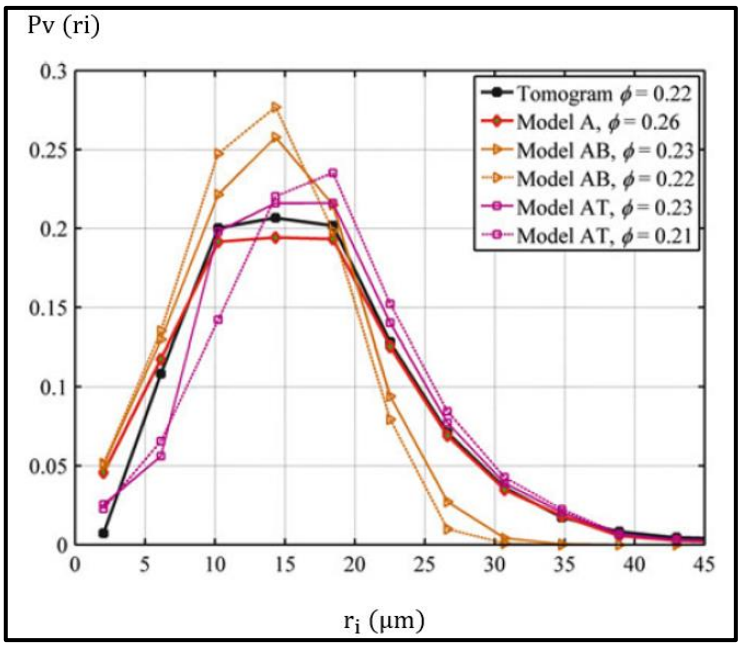


Figure 10: Allure des distributions de taille de pores pour différents empilements de grains obtenues par traitement d'images (Torskaya et al., 2014).

L'obtention de la PSD d'un milieu poreux peut se faire grâce à différentes techniques, dont certaines seront présentées dans la section 2.3. En fonction de la technique de caractérisation mis en œuvre, il sera possible d'obtenir une ou plusieurs des distributions suivantes: PSD en tailles de pore-throats, en taille de pore-bodies, ou encore en terme de longueur des pore-throats (Gundogar et al., 2015). Lorsque les tailles de pores au sein d'un milieu poreux sont réparties sur plusieurs ordres de grandeur, il est intéressant de combiner plusieurs techniques de caractérisation afin de mieux caractériser la structure poreuse du matériau (Xiao et al., 2016 ; Zhang et al., 2017). Pour finir, il est important de noter qu'en pratique les PSD obtenues sont généralement discrètes, et représentent la proportion de pores-throats/bodies ayant une taille donnée dans le milieu poreux caractérisé. On parle alors de classes de pores de rayon caractéristique r_i ou de diamètre d_i . Ces PSD sont alors exprimées soit en fréquence d'apparition de chaque classe de pore, ou alors en volume relatif. Ces PSD discrètes en fréquences et en volumes s'expriment respectivement par :

$$p(r_i) = \{ r_i , \frac{n_i}{\sum_{j=1}^{N} n_j} \} \quad \text{et} \quad p_v(r_i) = \{ r_i , \frac{n_i . r_i^2}{\sum_{j=1}^{N} n_j . r_j^2} \} \tag{2.6}$$

où n_i et N sont respectivement le nombre de capillaires de rayon r_i, et le nombre total de tailles de pores représentatives présentent dans le milieu étudié.

Dans la suite de ce manuscrit, par caractérisation du milieu poreux, on fera référence à la détermination de sa PSD.

II.2: Transferts de fluides en milieux poreux

II.2.1: Propriétés d'écoulements en milieux poreux

a) Les différentes échelles d'observation

L'étude des transferts de quantité de mouvement en milieux poreux dépend de l'échelle d'observation à laquelle on se place. La figure 11 illustre les trois échelles à savoir microscopique, mésoscopique (ou locale), et macroscopique (ou globale) dans le cas où le milieu poreux est une roche.

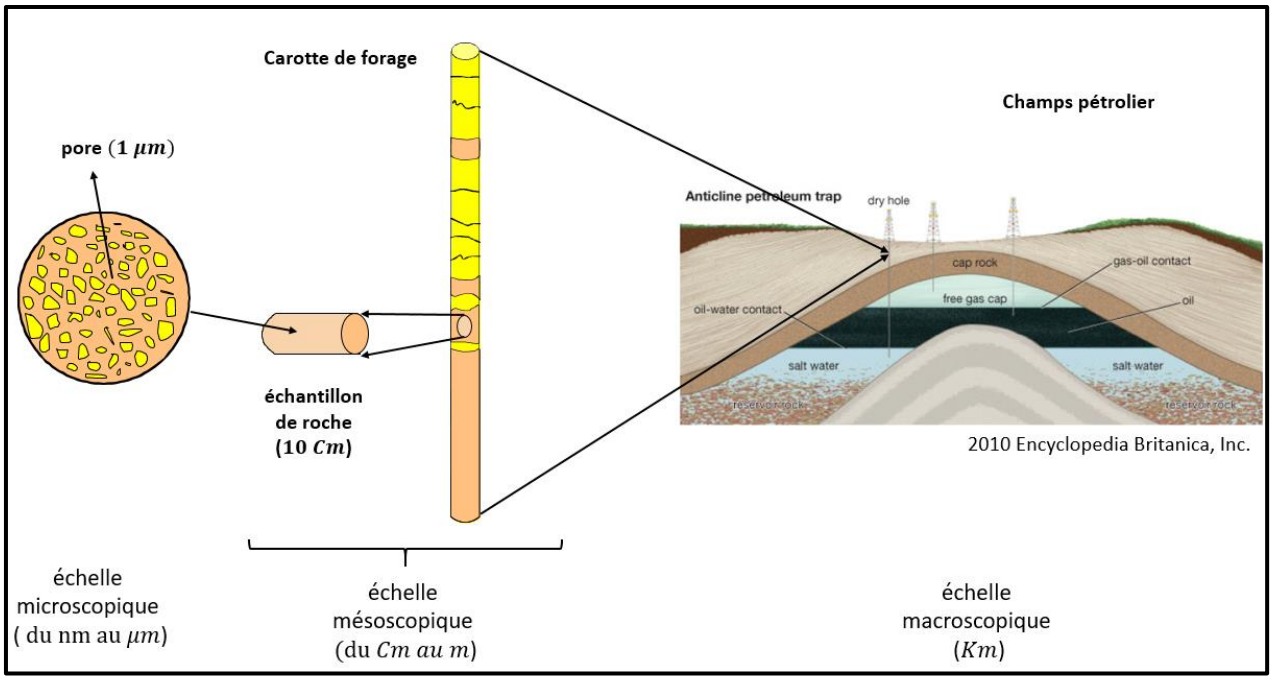


Figure 11: Schéma des différentes échelles d'observation des phénomènes d'écoulements au sein d'une roche.

L'échelle microscopique

A l'échelle microscopique, la dimension caractéristique du milieu poreux est celle du pore. L'écoulement d'un fluide incompressible à cette échelle est décrit par les équations de Navier-Stokes, qui traduisent la conservation de la quantité du mouvement auxquelles il faut ajouter la conservation de la masse du fluide. Pour un fluide Newtonien de viscosité dynamique η (Pa. s) et de masse volumique ρ, ces équations s'écrivent :

$$\begin{cases} \rho\left(\frac{\partial \vec{U}}{\partial t} + \vec{U}.\nabla\vec{U}\right) = -\nabla P + \eta\Delta\vec{U} + \rho\vec{g} \\ \frac{\partial \rho}{\partial t} + \nabla.\left(\rho\vec{U}\right) = 0 \end{cases} \quad (2.7)$$

où $\vec{U}$ est le vecteur vitesse de l'écoulement ($m.s^{-1}$), $\vec{g}$ est le vecteur accélération de la pesanteur ($g = 9.81\ m.s^{-2}$), et p le champs scalaire de pression (Pa).

Les termes $\vec{U}.\nabla\vec{U}$ et $\eta\Delta\vec{U}$ intervenant dans les équations (2.7) sont respectivement appelés composantes inertielle et de diffusion visqueuse de l'écoulement. La complexité de ces équations de Navier-Stokes provient principalement du fait que le terme inertiel les rend non linéaires. Le nombre de Reynolds quantifie l'importance des forces inertielles par rapport aux forces visqueuses. Pour un fluide Newtonien, il se définit par le quotient :

$$\mathrm{Re} = \frac{\|\rho\,\vec{U}.\nabla\vec{U}\|}{\|\,\eta\Delta\vec{U}\,\|} \tag{2.8}$$

Dans une configuration simple comme un cylindre de diamètre D, connaissant une vitesse caractéristique de l'écoulement U, généralement la vitesse moyenne dans la section, le nombre de Reynolds se calcule par la relation :

$$R_e = \frac{\rho\,U^2/D}{\eta\,U/D^2} = \frac{\rho\,D\,U}{\eta} = \frac{D\,U}{\nu} \tag{2.9}$$

où $\nu = \eta/\rho$ est la viscosité cinématique du fluide.

Lorsque $\mathrm{Re} \gg 1$, les effets inertiels dominent l'écoulement, et lorsque $\mathrm{Re} \ll 1$, ce sont les effets visqueux qui prédominent. En fonction de la valeur du nombre de Reynolds, le régime d'écoulement est dit rampant ($\mathrm{Re} \ll 1$), laminaire à faibles nombre de Reynolds (exemple $R_e = 1$), et turbulent pour des nombres de Reynolds très grands.

Dans le cas d'un écoulement en régime stationnaire, d'un fluide Newtonien incompressible, à faibles nombres de Reynolds, les équations (2.7) se réduisent aux équations de Stokes :

$$\begin{cases} \vec{0} = -\nabla P + \eta\Delta\vec{U} + \rho\vec{g} \\ \nabla.\vec{U} = 0 \end{cases} \tag{2.10}$$

En considérant un pore assimilé à un cylindre de rayon r et de longueur L, le débit volumique d'un fluide Newtonien est donné par la relation de Haguen-Poiseuille (1840), qui en l'absence de gravité s'écrit :

$$q = \frac{\pi r^4}{8\eta}\frac{\Delta P}{L} \tag{2.11}$$

où ΔP est la différence de pression aux extrémités du pore cylindrique (Pa).

L'échelle mésoscopique

L'échelle mésoscopique est également appelée l'échelle locale. Il s'agit de l'échelle à laquelle les différents phénomènes physiques intervenant dans le milieu poreux sont observables. La perméabilité traduit la faculté du matériau à permettre l'écoulement de fluides à travers ses pores. Elle dépend donc de la taille mais aussi à la connectivité des pores percolant. Cette grandeur a été introduite par Darcy (1856) à travers une loi qui porte son nom.

$$\vec{V} = \frac{-\underline{\underline{K}}\,.\,\vec{\nabla}P}{\eta} \tag{2.12}$$

où $\vec{V}$ est la vitesse moyenne du fluide ou vitesse de filtration ($m.s^{-1}$), ∇P le gradient de pression en tout point ($Pa.m^{-1}$). Quand la perméabilité est isotrope dans le milieu, le tenseur de perméabilité est défini comme $\underline{\underline{K}} = K . \underline{\underline{I}}$, où $\underline{\underline{I}}$ est le tenseur identité et K la valeur de la perméabilité absolue (m^2).

Cette loi prédit une relation linéaire entre la vitesse d'écoulement du fluide et la perte de charge à travers l'échantillon, et ceci pour l'écoulement d'un fluide Newtonien en régime rampant. Dans le cas d'écoulements inertiels ou turbulents, cette loi de Darcy est généralisée en introduisant des termes inertiels correctifs (Dupuit, 1863 ; Forchheimer 1901).

Il est important de noter que la perméabilité ne dépend pas de la nature de fluide, mais uniquement de la structure de l'espace poreux du matériau considéré, et de la direction de l'écoulement à travers ce dernier. Les milieux poreux naturels tels que les roches présentent très souvent une anisotropie de la perméabilité, d'où la nécessité d'évaluer cette propriété dans plusieurs directions de l'espace. La vitesse du fluide dans les pores appelée vitesse interstitielle est donnée par $\vec{V}_i = \frac{\vec{V}}{\varphi}$. En considérant un échantillon de milieu poreux de section transverse à l'écoulement A et de longueur L, l'équation (2.12) peut être écrite en fonction du débit volumique du fluide à travers le milieu:

$$Q = \frac{K A}{\eta} \frac{\Delta P}{L} \tag{2.13}$$

b) Écoulements multiphasiques en milieu poreux

Dans le cas général, les écoulements en milieux poreux font intervenir plusieurs fluides. Les équations gouvernant l'écoulement sont alors modifiées pour tenir compte des différentes phases en présence. Ci-après le cas des écoulements diphasiques sera abordé comme exemple.

La mouillabilité

La mouillabilité traduit la tendance d'un fluide à s'étaler spontanément sur une surface. Cette notion est très importante en caractérisation des milieux poreux car elle joue un rôle majeur dans les phénomènes de piégeage capillaire et de répartition des phases eau/huile dans les réservoirs pétroliers. Elle est définie à travers l'angle de contact θ illustré sur la figure 12. Un fluide est dit mouillant à une surface donnée lorsque $\theta < 90°$, et non mouillant lorsque $\theta > 90°$. Les cas $\theta = 0°$ et $\theta \sim 90°$ correspondent respectivement aux situations de mouillabilité totale et intermédiaire. La Figure 12 illustre l'interface curviligne entre deux fluides non-miscibles en contact dans un capillaire cylindrique de rayon r. Cette interface est caractérisée par une tension de surface σ ($N.m^{-1}$), qui résulte des interactions entre les molécules des fluides

immiscibles en contact. Pour un système diphasique huile/eau, la valeur de la tension de surface est d'environ 30 $\mathrm{mN.m^{-1}}$. Sur cette figure 12, le rayon de courbure de l'interface est défini par la relation $R_c = r/\cos(\theta)$.

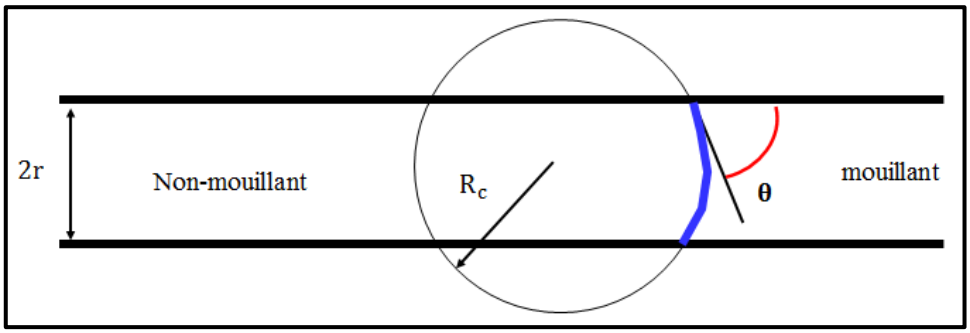


Figure 12 : Schéma de l'angle de contact entre un fluide mouillant et la surface d'un matériau solide.

La pression capillaire

La pression capillaire au niveau de l'interface de la figure 12 se définie comme la différence de pression entre la phase non mouillante, et la phase mouillante. Elle est donnée par l'équation de Young-Laplace :

$$P_{c,locale} = P_{nm} - P_m = \frac{2\sigma\cos(\theta)}{r} \qquad (2.14)$$

La mouillabilité et les pressions capillaires présentées ci-dessus sont définies à l'échelle microscopique, mais ont une influence sur l'écoulement à l'échelle mésoscopique. En effet, au sein d'un milieu poreux, on définit également la pression capillaire qui est contrôlée par différents paramètres tels que la géométrie et la distribution de taille des pores, les tensions de surface entre les fluides en présence, ainsi que la mouillabilité du matériau :

$$P_c = < P_{nm} > - < P_m > \qquad (2.15)$$

où la notation < . > désigne la moyenne sur un VER d'une grandeur définie à l'échelle microscopique.

Lorsqu'un fluide non-mouillant déplace un fluide mouillant on parle de drainage, et dans le cas contraire on parle d'imbibition. Ces deux processus sont très utilisés lors de la caractérisation de matériaux poreux par injection de fluides. La saturation en une phase donnée correspond à la fraction de porosité connectée occupée par cette phase. La figure 13 présente une courbe de pression capillaire en fonction de la saturation de la phase mouillante $\mathbf{S_m}$. Sur cette figure 13, la différence entre les courbes de drainage et d'imbibition forme ce qu'on appelle une hystérèse, et est liée au piégeage de la phase non mouillante dans les pores de plus petites tailles sous l'effet de forces capillaires. Par ailleurs, la pression d'entrée ou de déplacement $\mathbf{P_d}$ est celle pour laquelle la première goutte de fluide non mouillant commence à pénétrer dans le matériau poreux. La valeur S_{inm} correspond à la saturation irréductible de la phase non-mouillante, c'est-

à-dire la plus petite valeur de saturation qui puisse être atteinte suite au processus de drainage. La valeur S_{im} est la saturation irréductible en fluide mouillant.

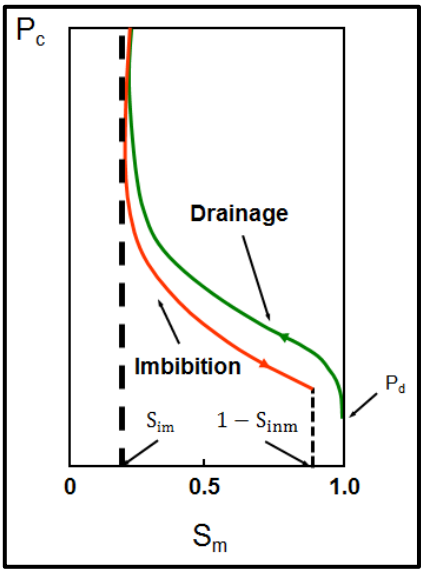


Figure 13: Illustration de la relation entre pression capillaire et saturation, et du phénomène d'hystérèse.

La notion de perméabilité relative

Bien que les écoulements multiphasiques ne soient pas impliqués dans ce travail, afin d'être complet, il est tout de même important de rappeler le principe de base qui les régit. Considérons un système eau/huile en écoulement dans un milieu poreux de perméabilité absolue K, et notons respectivement S_w et S_o les saturations respectives de ces deux fluides immiscibles. Cet écoulement peut-être décrit par les lois de Darcy généralisées qui, en négligeant les forces gravitaires se réduisent à :

$$\vec{U}_w = -\frac{\underline{\underline{K}}_w}{\eta_w}\vec{\nabla}P \tag{2.16}$$

$$\vec{U}_o = -\frac{\underline{\underline{K}}_o}{\eta_o}\vec{\nabla}P \tag{2.17}$$

avec $\underline{\underline{K}}_w$ et $\underline{\underline{K}}_o$ les tenseurs de perméabilités effectives à l'eau et à l'huile, qui traduisent la capacité de chaque phase à s'écouler en présence de l'autre. Ils sont liés aux perméabilités relatives $K_{rw}(S_w)$ et $K_{ro}(S_o)$ de chaque phase et à la perméabilité absolue du milieu poreux de la manière suivante :

$$\underline{\underline{K}}_w = \underline{\underline{K}} . K_{rw}(S_w) \quad (2.18)$$

$$\underline{\underline{K}}_o = \underline{\underline{K}} . K_{ro}(S_o) \quad (2.19)$$

En considérant que l'eau est la phase mouillante dans ce système diphasique, la figure 14 représente schématiquement l'allure de ces courbes de perméabilités relatives.

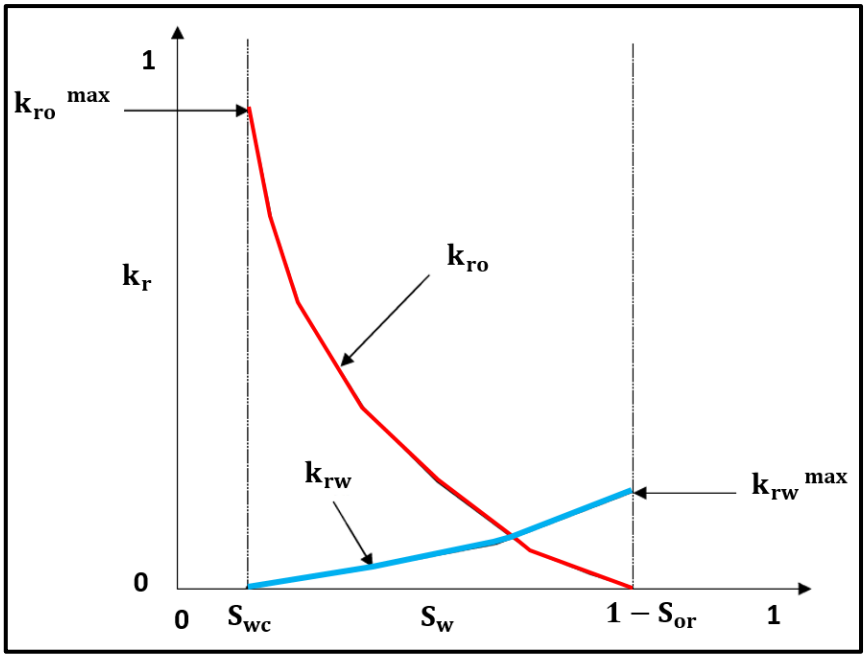


Figure 14 : Allure des courbes de perméabilités relatives d'un système diphasique eau-huile.

Sur cette figure 14, K_{rw}^{max} et K_{ro}^{max} sont respectivement les valeurs maximales des perméabilités relatives en eau et en huile, S_{wc} et S_{or} sont respectivement les saturations critiques (ou irréductibles) en eau et en huile. Il existe différentes méthodes expérimentales permettant d'obtenir ces courbes de perméabilité relatives, mais elles ne font pas l'objet de ce manuscrit. Il est toutefois important de noter que la forme de ces courbes dépend du milieu poreux considéré, et de sa mouillabilité.

II.3: Structure des milieux poreux granulaires

Cette partie aborde les généralités sur les milieux poreux granulaires tels que les échantillons de roche qui seront utilisés au chapitre 4. Les milieux poreux granulaires comprennent les

milieux non-consolidés et ceux dits consolidés. Les milieux non-consolidés sont formés d'empilements de particules solides telles que des sphères ou de grains non cimentés. Les milieux consolidés résultent de la compaction d'un milieu non consolidé, sous l'effet d'une action mécanique et/ou thermique.

II.3.1 : Milieux poreux non consolidés : empilements de particules solides

Afin de mieux comprendre les écoulements des fluides dans les milieux poreux naturels, une approche très prisée consiste à réaliser des expériences d'écoulement dans des milieux poreux modèles tels que les empilements de billes. Ce type de milieux poreux a des applications dans plusieurs secteurs à l'image de l'industrie métallurgique où ils peuvent être utilisés comme des échangeurs de chaleur ou encore des réacteurs. D'un point de vue pratique, l'avantage de ces milieux est qu'ils sont relativement faciles à construire, et peu coûteux (Guo et al., 2017). La morphologie des pores dans ces empilements est directement liée aux tailles des particules empilées, mais également au type d'empilements réalisés. Pour des billes de même taille, il existe différents types d'empilements parmi lesquels les empilements cubiques, cubiques face centrée (CFC), hexagonal, rhomboédriques, ou encore aléatoires. La figure 15 est un schéma illustratif d'empilements CFC et aléatoires de billes de même taille dans un containeur cylindrique.

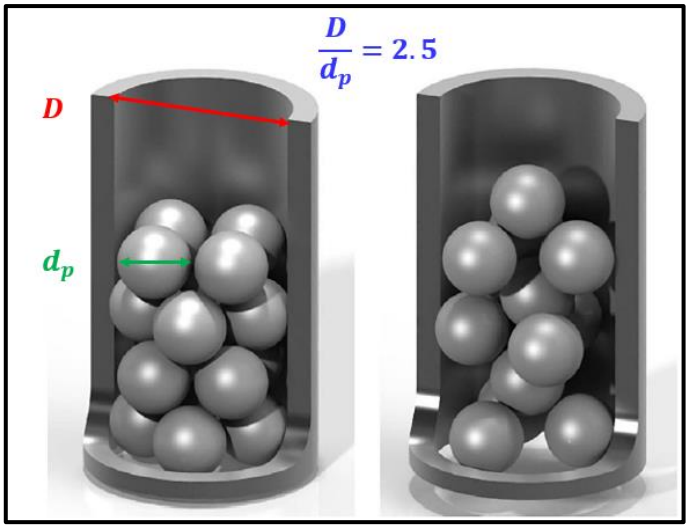


Figure 15: Schémas d'empilements monodisperses de sphères, respectivement de type cubiques face centré et aléatoire (Langsch, 2014).

Un paramètre important de ces empilements est le quotient D/d_p entre le diamètre du containeur et celui des éléments solides de l'empilement. En effet, plusieurs travaux ont révélé que la variation de la porosité radiale de l'empilement dépendait du rapport D/d_p, et qu'en fonction de ce rapport l'empilement pouvait être considéré comme ordonnée ou désordonnée

respectivement quand $D/d_p \leq 1.859$ et $D/d_p \geq 3.906$ (Zou et Yu, 1995 ; Mueller, 2010 ; Du Toit et Rosslee, 2016).

Hormis le type d'empilement, la forme des éléments solides du milieu influence également la structure de l'espace poreux. En effet, dans certaines études les milieux poreux sont générés en réalisant des empilements d'éléments solides de formes cylindriques (Zhang et al., 2006, Batthad et al., 2011), cubique ou même quelconques (Allen et al., 2013). L'écoulement de fluides dans ces empilements est rendu complexe par la configuration de l'espace poreux qui tout comme dans les milieux poreux naturels comprend des pore-throats et pore-bodies interconnectés dont les longueurs et les rapports d'aspect peuvent être très variables (Yang et al. 2006). Par ailleurs, plusieurs études ont révélé qu'une variation de la structure de ce type d'empilements avait un impact considérable sur les pertes de charges à travers le milieu poreux, que ce soit pour un fluide Newtonien (Guo et al., 2017) ou non-Newtonien (Bauer et al., 2019).

Pour un empilement de sphères de même taille d_p, la perméabilité est données par l'équation de Kozeny-Carman (Kozeny, 1927 ; Carman, 1937) :

$$K = \frac{d_p^2 \, \varphi^3}{180 \, (1-\varphi)^2} \tag{2.20}$$

Un cran de complexité supplémentaire consiste à réaliser des empilements de billes poly-disperses. Ces configurations augmentent le caractère désordonné de la structure poreuse, à travers un accroissement de la connectivité des pores et de la variabilité des orientations des pores-throats et pore-bodies (Nolan et Kavanagh, 1993 ; Van der Linden et al., 2018). D'après Torskaya et al. (2014), dans le cas d'une distribution de p tailles de grains différentes, le diamètre de pore équivalent se calcule par la relation :

$$d_p = \frac{\sum_{i=1}^{p} f_i \, V_i}{\sum_{i=1}^{p} \frac{f_i \, V_i}{d_i}} \tag{2.21}$$

avec f_i la fraction en nombre des grains de diamètre d_i, et V_i le volume d'un grain de cette taille.

Ces empilements d'éléments solides sont des analogues très simplifiés des milieux poreux réels. Un premier pas vers des milieux plus semblables aux milieux poreux naturels consolidés consiste à créer des milieux frittés. Le frittage est un processus physico-chimique consistant à transformer un matériau non consolidé en un matériau consolidé sous l'effet de la température. En traitant le matériau à une température supérieure à la température de fusion des principaux constituants solides, les contacts initialement nets entre ces éléments sont altérés et il se forme un ciment liant entre les particules solides résultantes.

Pour des milieux tels que les empilement de sphères compactes, l'élévation de la température lors du processus de frittage peut-être combinée à l'application d'une compression mécanique

de l'empilement que amplifie l'écrasement entre les particules solides. La combinaison de ces processus physico-chimiques lors du frittage engendre des milieux dont la structure poreuse est plus complexe que celle du matériau d'origine, et dépendante non seulement du type de matériau caractérisé, mais également du processus de frittage utilisé et de la durée de ce traitement.

De ce qui précède, il apparait que quel que soit le processus par lequel ils sont créés (simples empilements, ou frittage), les milieux poreux manufacturés présentent une structure poreuse d'une très grande complexité. En effet la porosité, la perméabilité, la tortuosité et la connectivité des pores dépendent fortement de la voie de fabrication choisie. Pour finir, les formes des pores rencontrés dans ces milieux sont dépendantes de la forme des éléments solides empilés, de la densité de l'empilement (Zhang et al., 2006 ; Allen et al., 2013; Pistocchini et al., 2016). La figure 16 suggère que dans certaines configuration d'empilements, la forme de la section droite la plus adéquate pour représenter les pores-throats du milieu poreux comme des sphères peut s'avérer être non circulaire.

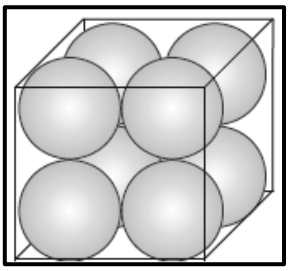


Figure 16: Représentation d'un empilement cubique (Nabawy, 2012).

II.3.2 : Les milieux poreux consolidés

Les roches sont des milieux poreux très étudiés, car ces formations géologiques sont impliquées dans plusieurs domaines tels que l'hydrogéologie, la dépollution des sols, ou encore le stockage de CO_2 et de déchets radioactifs. Compte tenu des enjeux sociétaux et environnementaux mis en jeu, une bonne caractérisation de ces roches est primordiale. Sous l'action des intempéries, les roches constituant des reliefs également appelées roches ignées sont érodées et les particules solides qui en résultent vont être transportées jusque dans un environnement de dépôt appelé bassin sédimentaire. Il existe différentes voies de transport parmi lesquels le vent, la glace ou encore les cours d'eaux. Au cours de leur transport, les éléments solides subissent diverses altérations mécaniques et chimiques, avant de s'accumuler dans le bassin sédimentaire, on parle alors de dépôt de sédiments meubles. La diagenèse englobe tous les processus mécaniques et chimiques (compaction, altération, déshydratation, cimentation, recristallisation) qui affectent un dépôt de sédiments après sa constitution, et le transforment progressivement en roche sédimentaire consolidée. La compaction des sédiments est due à une augmentation de la pression avec la profondeur, et engendre une diminution du volume total de la roche et de sa porosité, et l'expulsion d'une partie de l'eau initialement présente dans les sédiments. Par

ailleurs, l'accroissement de la température engendre la déshydratation des argiles contenues dans les sédiments. On distingue généralement la porosité primaire (celle du sédiment meuble), et la secondaire qui est celle de la roche après enfouissement. En caractérisant des sédiments halieutiques, Lowenstein et Spencer (1990) ont montré que des porosités primaires comprises entre 20 et 50 % étaient réduites à moins de 1 % après seulement 30 mètres de profondeur. Plus récemment Li et Zhang (2009) ont montré que lors de la compaction d'un sol, on observe la formation de nouvelles porosités aussi bien intra-granulaire qu'inter granulaire. Ces auteurs ont également mis en évidence que les pores inter granulaires sont compressibles et la variation de leur volume est significative durant les phases de compaction. Le volume des pores intra granulaires quant à lui varie lors des phases de séchage et de saturation.

Par ailleurs, plusieurs études ont révélé que les paramètres de dépôts, et les mécanismes par lesquels la compaction s'effectue ont une influence sur la forme des pores et les propriétés de transport des roches (Atkins et McBride, 1992 ; Fredrich et al., 1993 ; Lai et al 2014). Enfin il est important de souligner que la compaction d'une roche engendre des PSD présentant des pores de plus petites tailles (Li et al., 2018).

Outre le phénomène de compaction, la diagenèse est caractérisée par des phases de dissolution de minéraux tels que le feldspath, de cimentation de calcite, de formation de ciment entre les grains, ou encore de précipitation de minéraux dans les pores de la roche si des conditions physico-chimiques spécifiques telles que la valeur du pH du fluide interstitiel sont réunies (Lonoy et al., 1986). Par ailleurs sous l'effet des températures et des pressions élevés, il peut se produire des recristallisations de minéraux au sein de la roche, qui influence à nouveau la structure de son réseau de pores (Kim et al., 1999). Ce cycle de transformations complexes abouti à la formation des roches sédimentaires. Ainsi, contrairement aux empilements de billes de verre, les milieux poreux réels sont constitués d'empilements d'objets non-sphériques, plus ou moins angulaires, provenant d'environnements variés, et qui ont subi des transformations diverses au cours des temps géologiques (Li et al., 2018 ; Dou et al., 2018). Il s'ensuit que les formes des pores rencontrés dans ces milieux sont très complexes, aléatoires et hétérogènes (De Las Cuevas, 1997 ; Lai et al., 2018).

Il existe différents types de roches telles que les grès, les calcaires, les dolomies, les carbonates, ou encore les argiles. La complexité de la structure poreuse de ces roches est le résultat de l'histoire de leur formation, appelée la diagenèse (Lonoy et al., 1986). Quel que soit le type de roche, la structure poreuse complexe est étroitement liée à la forme et à la taille des grains qui le constituent, mais également à la composition de ces grains (Gaither, 1953 ; Li et al., 2018). Cette structure interne de la roche conditionne ses propriétés de transport et ceci à toutes les échelles (Zhu et al., 2018). Pour cette raison, plusieurs études portent sur la détermination de paramètres de réseaux de pores tels que nombre de coordination, la porosité, les tailles de pore-throats et des pore-bodies, ainsi que leurs distributions respectives.

Les grès représentent une fraction importante des réservoirs naturels. Pour cette raison, de très nombreuses études sont menées afin de comprendre et d'évaluer de façon quantitative l'hétérogénéité et la structure poreuse complexe de ces roches. En raison de la diversité des types de pores et de la porosité multi-échelle des roches, il est recommandé de combiner des

données obtenues à l'aide de différentes techniques, afin de déterminer ces attributs géométriques des réseaux poreux des roches (Zhang et al., 2017). Lai et al. (2018) ont proposé une revue critique des études portant sur la caractérisation de la structure poreuse microscopique dans les grès consolidés. Ces roches présentent une large gamme de tailles de pore-throat allant de l'échelle nanométrique à micrométrique, et possèdent des géométries de l'espace poreux très complexes (Lai et al., 2018). Ces études ont notamment révélé que les structures microscopiques des pore-throats sont les facteurs les plus importants qui affectent l'écoulement des fluides (Wang et al., 2018). Par ailleurs, certains auteurs ont montré que l'hétérogénéité et la rugosité des surfaces des mésopores avaient un impact majeur sur les propriétés de percolation et la capacité de stockage de ce type de roches (Li et al., 2017).

Un aspect supplémentaire important dans l'étude des réservoirs gréseux est l'impact que les argiles peuvent avoir sur la structure du réseau de pores. En effet la présence d'argile peut avoir une influence significative sur la connectivité, les PSD, la compressibilité, la capacité de stockage, ainsi que le seuil de percolation et perméabilité de ces roches réservoir (Xiao et al., 2018). Un effet supplémentaire de la présence d'argiles au sein d'une roche est l'augmentation de sa surface spécifique (Gao et al., 2019). Les effets combinés de la quantité d'argile et de la compaction conduit à l'obtention de grès consolidés ayant des structures poreuses d'une très grande variabilité (Xiao et al., 2018). Liu et al. (2017) ont mené une étude approfondie sur le même type de roches et ont notamment conclu que la perméabilité et les propriétés électriques dans les grès très consolidés étaient contrôlés par les micropores et dépendent plus de la structure de l'espace poreux que de la seule porosité de ces roches.
Ainsi, quel que soit le type de roche étudié, la structure de l'espace poreux est d'une très grande complexité (Zhang et al., 2017). De plus, lorsque la roche présente une porosité à plusieurs échelles (ce qui est assez souvent le cas), la complexité du réseau poreux n'est pas la même pour les micropores, les mésopores et les macropores (Zhu et al., 2018). L'utilisation de plusieurs techniques de caractérisation est alors utile afin de caractériser le mieux possible ces échantillons à porosité multi-échelles (Gao et al., 2019).

L'ensemble des études précédemment citées démontrent que pour simuler les transferts de masse en milieux poreux, il est non seulement nécessaire d'adopter un modèle de l'espace poreux (faisceau de capillaires, ou réseaux de pore-throats et pore-bodies), mais il est également important que la forme de la section droite des pores du modèle soit la plus représentative des pores présents dans le milieu réel (Dullien et Batra, 1970 ; Dullien et Dhawan, 1973 ; Dulien, 1991). Par exemple Gundogar et al. (2015) ont étudié les paramètres géométriques et topologiques de carbonates du Moyen-Orient par microscopie électronique (SEM), analyse d'images et MIP. Cette étude a révélé que pour les différentes classes de pores identifiées, les formes de sections droites dominantes dans ces systèmes de pores carbonatés étaient les triangles irréguliers.

II.4: Techniques usuelles de caractérisation des milieux poreux

Il existe plusieurs techniques permettant de caractériser les échantillons poreux en termes de PSD. On peut distinguer deux catégories de techniques: celles dites non-intrusives et celles dites intrusives.

II.4.1: La porosimétrie par injection de mercure (« MIP »)

a) Principe de la porosimétrie par injection de mercure

Il s'agit de l'une des méthodes intrusives les plus répandues pour caractériser des échantillons poreux (Cieszko 2019). Cette technique nécessite une préparation minutieuse de l'échantillon, qui est tout d'abord placé dans une cellule appelée dilatomètre, puis mis sous vide grâce à une pompe à vide. Dans un seconde temps, le mercure est progressivement injecté dans le milieu poreux à pressions croissantes, et les quantités de mercure qui pénètrent dans l'échantillon à chaque incrément de pression sont mesurées. Gieshe (2006) décrit cette procédure expérimentale dans les détails. L'équation de Washburn (1921) relie le rayon des pores envahis à la pression de mercure imposée P_{Hg} selon :

$$r_{pore} = -\frac{2.\sigma_{air/Hg}.\cos(\theta)}{P_{Hg}} \qquad (2.22)$$

où r_{pore} est le rayon du pore cylindrique équivalent; $\sigma_{air,Hg} = 0.485\ \text{J.m}^{-2}$ est la tension de surface entre le mercure et l'air à 25° C; et θ est l'angle de contact entre le mercure et la paroi des pores souvent pris égal à 140 °.

Le rayon de pore intervenant dans cette relation correspond à un rayon de pores équivalent, en considérant que le milieu est un faisceau de capillaires parallèles. Grâce l'équation (2.22), la mesure des courbes de pression capillaires P_{Hg} ici, permet de remonter à la PSD de l'échantillon. Deux des avantages de cette technique sont que premièrement elle permet de caractériser une large gamme de tailles de rayons de pores (voir figure 17). Deuxièmement, en général les expériences de MIP nécessitent un temps relativement court (3 à 4 heures).
En réalisant des cycles d'intrusion et d'extrusion de mercure, des informations additionnelles peuvent être obtenues sur la structure du milieu poreux (Schütz et al., 2002). Lorsque la pression de mercure est accrue, le fluide pénètre des pores de plus en plus petits. Les phases d'extrusion engendrent le piégeage de gouttes de mercure dans les pores, comme illustré par la figure 17. L'amplitude de ce piégeage et des hystérèses entre phases d'intrusion et d'extrusion dépendent des pressions de mercure mises en jeu et également de la structure du milieu poreux. Ce piégeage du mercure dans l'échantillon caractérisé rend cette technique destructrice.

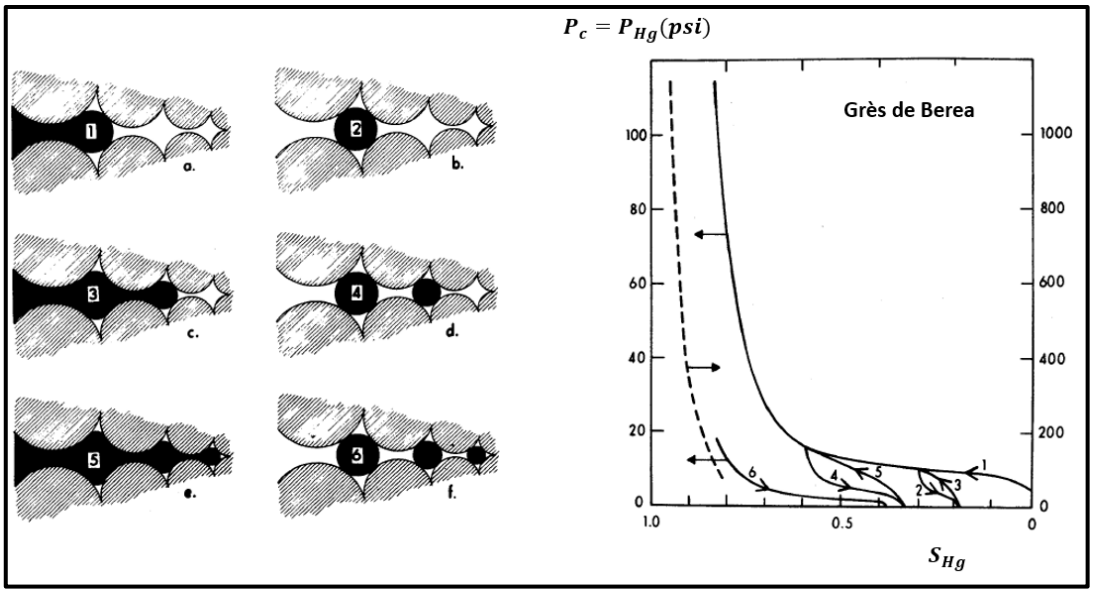


Figure 17: Illustration d'une séquence d'injection et de retrait de mercure à différentes pression (Stegemeier, 1977).

La détermination d'une PSD volumique à partir de valeurs de pression capillaires se fait par la relation :

$$P_v(r) = \frac{dV(r)}{dr} = \frac{P_{Hg}}{r}\left(\frac{dV_{Hg}}{dP_{Hg}}\right) \qquad (2.23)$$

où $V_{Hg} = V_p - V(r)$, avec $V(r)$ le volume total des pores dont le rayon est inférieur à r.

La figure 18 présente une PSD provenant de l'interprétation d'une expérience de MIP réalisée sur un échantillon de silicate fritté A10 ($\varphi = 0.45$, $K = 9$ D) par Rodríguez de Castro (2014).

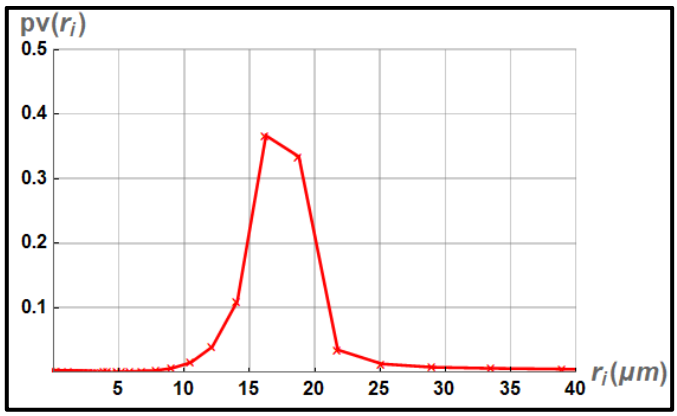


Figure 18: Distribution en tailles de pores provenant d'une expérience de MIP sur un échantillon de silicate fritté (Rodríguez de Castro, 2014).

b) Problèmes liés à l'utilisation du mercure

Bien que très prisé pour caractériser des échantillons poreux, l'utilisation du mercure s'avère très dangereuse pour la santé des personnes qui l'utilisent, et également néfaste pour l'environnement. En effet, le mercure est réputé pour être un fluide très toxique. Selon l'Organisation Mondiale de la Santé (OMS), une exposition aux vapeurs de mercure pourraient causer des problèmes psychiatriques et neurologiques tels qu'une perte partielle de la mémoire, de l'anxiété, de la dépression, de l'insomnie, une irritabilité anormale, une perte de contrôle de soi, des hallucinations ou encore des aspirations au suicide. Par ailleurs, le mercure est un agent cancérigène et mutagène, susceptible d'engendrer des problèmes de stérilité chez les personnes qui y sont exposées sans dispositif de protection adéquat. Selon Institut National Français de la Santé et de la Sécurité au Travail (INRS), la concentration de mercure dans l'air ne devrait pas être supérieure à $0.02\ mg/m^3$ (Rapport INRS, 2012).

Face aux menaces que représente l'utilisation du mercure, plusieurs pays ont adopté de nombreuses législations nationales afin de réduire voire interdire la production, l'import, l'export, la vente et l'utilisation de ce fluide (Lassen et al., 2008 ; European Chemicals Agency, 2011). La Norvège, la Suisse, la Nouvelle Zélande et le Danemark sont quatre exemples de pays où les législations concernant le mercure sont bien établies et assez strictes. En général, la seule utilisation du mercure encore tolérée dans ces pays demeure la porosimétrie mercure dans le domaine de la recherche académique ou industrielle. En Octobre 2013, 139 pays ont signé la convention de Minamata sur le mercure (UNEP, 2013). Les mesures adoptées durant cette convention vont toutes dans le sens d'une surveillance continue des achats de mercures réalisées par les différentes institutions, de la réduction des émissions de mercure, et de la publication de rapports de pollution par les industries concernées.

Par ailleurs, au cours des six dernières années, le prix du mercure a été presque multiplié par 10. Cette flambée du prix du mercure témoigne d'une ferme volonté de réduire sinon de mettre fin à l'utilisation du mercure que ce soit dans les industries ou dans le domaine de la recherche. Or en Europe la porosimétrie mercure représente à elle seule 13 % de l'utilisation totale de mercure. Face à ces constats, l'intérêt pour des méthodes de porosimétrie alternatives au MIP grandit chaque année. Dans cette perspective, Rouquerol et al. (2012) ont mené une étude pour évaluer quelles techniques de porosimétrie actuelles pourraient substituer le MIP lorsqu'il est question de caractériser les macropores. Au terme de cette étude, ces auteurs ont conclu qu'aucune des techniques usuelles ne pouvait fournir autant d'informations sur les macropores que le MIP, en un temps aussi court (3-4 heures). Au regard de ces faits, le développement de techniques de porosimétrie non toxiques et susceptibles de substituer le MIP est un challenge qu'il est important de relever autant pour des enjeux sanitaires qu'environnementaux.

II.4.2 : Autres techniques de caractérisation

Les techniques non-intrusives permettent de caractériser la microstructure du réseau de pores des matériaux poreux. Parmi ces techniques, on compte les méthodes stéréologiques qui sont basées sur l'analyse de coupes 2D des échantillons. Ces techniques sont destructives pour les échantillons, et ont l'inconvénient de fournir des informations structurales non représentatives de l'échantillon, car les mesures de grandeurs telles que la porosité sont réalisées sur un nombre limité de fines section 2D du matériau. Les techniques d'imageries quant à elles sont non destructives et permettent d'obtenir une reconstruction de la structure du matériau poreux. Bultreys et al. (2015) dresse une revue assez exhaustive de ces techniques. Parmi elles, la tomographie et la microtomographie sont très prisées car elles sont applicables à une très grande variété de matériaux poreux, et elles permettent d'obtenir une reconstruction assez précise et en 3D de la structure poreuse des matériaux poreux. Ces informations permettent d'extraire les propriétés topologiques importantes des réseaux de pores telles que la connectivité, et les rapports d'aspects entre pore-throats et pore-bodies. Toutefois, elles sont tout d'abord très onéreuses, et malgré les récentes avancées dans le domaine de l'imagerie, la résolution spatiale des images obtenues reste de l'ordre du µm (Houston et al., 2017). Pour finir, le traitement des données acquises par tomographie nécessite l'utilisation de plusieurs algorithmes de traitement, ainsi que des phases de filtrage et de segmentation d'images. En raison du grand nombre d'algorithmes développés par différentes équipes de recherche, et du fait que le traitement d'images est réalisé par une personne, l'interprétation des données de microtomographie est donc relative à l'utilisateur et donc subjective.

Les techniques intrusives quant à elles sont basées sur l'injection d'un fluide dans le milieu à caractériser. En mesurant la quantité de fluide qui pénètre dans l'échantillon au cours de l'expérience, elles permettent de remonter soit à la surface interne de l'échantillon (techniques d'adsorption de gaz), soit à sa distribution en tailles de pores. Il est important de souligner que ces techniques ne permettent d'accéder qu'à la porosité connectée ou effective du matériau. Parmi ces techniques intrusives, l'adsorption isotherme et la porosimétrie par injection de mercure sont les plus répandues. Les principes, avantages et limitations de toutes les techniques de porosimétrie telles que l'adsorption isotherme, la thermoporométrie ou la cryoporométrie, sont rappelés par Rodts (2001), Oukhlef (2011) ou encore Anovitz et Cole (2015), et ne seront pas détaillés dans ce manuscrit.

II.5 : Caractérisation d'échantillons poreux par des techniques de porosimétrie intrusives et non-toxiques

Cette section a pour but de faire le bilan des avancées concernant deux techniques de porosimétrie intrusives et non-toxiques qui ont vu le jour ces dernières années, et qui sont perçues comme des potentielles futures alternatives au MIP. La première, qui fait l'objet de ce travail est la porosimétrie par injection de fluides à seuil.

II.5.1: Porosimétrie par injection de fluides à seuil (Yield Stress fluid Method «YSM »)

a) Principe de la YSM

Comme son nom l'indique, la YSM consiste à caractériser un échantillon poreux par injection d'un fluide à seuil (au lieu du mercure). Ces injections successives sont réalisées à débits contrôlés, et la différence de pression aux extrémités de l'échantillon est mesurée à l'équilibre. Les données obtenues sont donc $N + 1$ couples $Q_i(\nabla P_i)$, avec le gradient de pression défini par $\nabla P_i = \Delta P_i / L$, L étant la longueur de l'échantillon. La dernière étape est le processus d'inversion qui permet de déterminer la PSD de l'échantillon étudié. Tout comme pour le MIP, l'inversion en YSM est basée sur le modèle du faisceau de capillaires parallèles. Les bases théoriques de cette technique ont été posées par Ambari et al. (1990). Les attraits majeurs de cette technique sont la non-toxicité des fluides à seuil, leur faible coût, des dispositifs expérimentaux assez simples à mettre en œuvre (Malvault, 2013 ; Rodriguez de Catro, 2014), et une durée des expériences similaire à celle de MIP (3-4 heures). Cette technique de porosimétrie a déjà fait l'objet de trois thèses à Arts et Métiers ParisTech (FRANCE), dont les principaux résultats seront rappelés dans cette partie.

b) Rhéologie des fluides à seuil

Les fluides Newtonien sont des fluides pour lesquels la contrainte appliquée τ (Pa) est proportionnelle au taux de déformation $\dot{\gamma}$ (s^{-1}) subit par le fluide selon la relation $\tau = \eta\,\dot{\gamma}$ en cisaillement simple. Le coefficient de proportionnalité η est une constante appelée viscosité dynamique (Pa. s) du fluide. Les fluides non-Newtoniens sont des matériaux pour lesquels la relation entre la contrainte appliquée et le taux de déformation n'est pas linéaire. Dans ce cas, le coefficient reliant la contrainte appliquée au fluide et son taux de déformation est appelé viscosité effective ou apparente, et s'exprime comme $\eta_{app}(\dot{\gamma}) = \tau/\dot{\gamma}$ en cisaillement simple. Les fluides viscoplastiques sont des fluides non-Newtoniens se comportant à la fois comme un solide élastique et comme un fluide visqueux, et dont le comportement rhéologique est indépendant du temps d'application de la contrainte. En particulier, les fluides dits « à seuil » ne s'écoulent que lorsqu'ils sont soumis à une contrainte de cisaillement minimale τ_0 appelée seuil d'écoulement. Ils se comportent donc comme des solides élastiques en deçà de cette contrainte seuil, et comme des liquides visqueux une fois que cette contrainte est atteinte. Ce comportement complexe est en partie lié à la composition de ces matériaux (Barnes et Walters, 1985). De nombreuses substances industrielles telles que les peintures, les polymères, les émulsions, les boues de forage, les ciments, certains produits alimentaires (ketchup, mayonnaise), pharmaceutiques ou cosmétiques présentent ce comportement rhéologique (Denn et Bonn, 2011). L'existence de ce seuil d'écoulement est généralement expliquée par la présence d'une structure interne rigide, qui ne se rompt que sous l'effet d'une certaine contrainte minimale

(Hess, 2002). Ce seuil est donc un paramètre clé dans la caractérisation rhéologique de ce type de matériaux, car il contrôle la transition entre le comportement solide et le comportement fluide. L'existence même de ce seuil d'écoulement a toujours suscité (Barnes et Walters, 1985) et suscite encore des débats (Moller et al., 2009 ; Overlez et al., 2012). Certains auteurs soutiennent qu'il n'existe pas de véritable seuil d'écoulement, que ce dernier n'est qu'apparent (Steffe, 1996; Chhabra et Richardson, 2008). Mais dans cette étude nous considérerons que ce seuil d'écoulement existe et qu'il a une valeur finie, mesurable et constante notée τ_0. La caractérisation rhéologique de ces fluides se fait à l'aide d'un rhéomètre. Il existe différents types de rhéomètres et diverses façons de réaliser les mesures rhéométriques. La plus adéquate pour mesurer le seuil d'écoulement du fluide consiste à imposer la contrainte et mesurer le taux de déformation subi par le fluide. Ces mesures rhéologiques sont alors exploitées en effectuant des régressions basées sur les modèles théoriques ou empiriques de comportement de fluide à seuil. Ce traitement de données permet d'obtenir les paramètres rhéologiques du fluide à seuil correspondant au modèle adopté.

Trois modèles sont très couramment utilisés pour décrire le comportement rhéologique des fluides à seuil. Le plus simple d'entre eux est celui de Bingham (1916). Il décrit un comportement plastique dit « idéal ». En effet, ce modèle prédit qu'en deçà de sa contrainte seuil, le fluide se comporte comme un solide, et qu'une fois la contrainte seuil dépassée, le fluide s'écoule avec une viscosité constante comme un fluide Newtonien. En 3D, ce modèle s'écrit comme suit :

$$\begin{cases} \underline{\underline{\dot{\gamma}}} = 0 & \text{si} \quad \tau \leq \tau_0^B \\ \underline{\underline{\tau}} = \left(\frac{\tau_0}{\dot{\gamma}} + k\right)\underline{\underline{\dot{\gamma}}} & \text{si } \tau > \tau_0^B \end{cases} \tag{2.24}$$

avec le tenseur des taux de déformation définit comme : $\underline{\underline{\dot{\gamma}}} = [\nabla\vec{U} + (\nabla\vec{U})^T]$, où $\vec{U}$ est le vecteur vitesse de l'écoulement, et T dénote la transposée du tenseur. τ_0 la contrainte seuil (Pa), et k la viscosité de Bingham ou la consistance du matériau (Pa. s).

L'équivalent en cisaillement simple de cette loi rhéologique s'écrit :

$$\begin{cases} \dot{\gamma} = 0 \ \text{ si } \tau \leq \tau_0^B \\ \tau = \tau_0 + k.\dot{\gamma} \quad \text{si } \tau > \tau_0^B \end{cases} \tag{2.25}$$

où $\dot{\gamma}$ (s^{-1}) et τ (Pa) sont les magnitudes du taux de déformation subi par le fluide et de la contrainte appliquée à celui-ci. Ces scalaires correspondent respectivement aux deuxièmes invariants des tenseurs de déformation et de contrainte, soient :

$$\dot{\gamma} = \sqrt{\left(\frac{1}{2}\right)\left(\underline{\underline{\dot{\gamma}}} : \underline{\underline{\dot{\gamma}}}\right)} \quad \text{et} \quad \tau = \sqrt{\left(\frac{1}{2}\right)\left(\underline{\underline{\tau}} : \underline{\underline{\tau}}\right)}.$$

Le modèle empirique de Herschel et Bulkley (1926) décrit le comportement rhéologique observé pour la grande majorité des fluides à seuil rencontrés dans les différentes industries. Dans le cas d'un cisaillement simple, ce modèle s'écrit :

$$\begin{cases} \underline{\dot{\gamma}} = 0 & \text{si } \tau \leq \tau_0^H \\ \underline{\tau} = \left(\frac{\tau_0}{\dot{\gamma}} + k.\dot{\gamma}^{n-1}\right)\underline{\dot{\gamma}} & \text{si } \tau \geq \tau_0^H \end{cases} \quad (2.26)$$

où n est l'indice de fluidité du matériau. Lorsque $n < 1$ le fluide est dit viscoplastique rhéo-fluidifiant, et lorsque $n > 1$, il est dit viscoplastique rhéo-épaississant. Dans ce cas, la consistance k du fluide s'exprime en $Pa.s^n$.

Enfin le modèle de Casson (1959) est lui très utilisé pour modéliser le comportement rhéologique des peintures, des suspensions de boue, ou encore du sang humain (Mitsoulis, 2007). En notant respectivement τ_0^c et k_c la contrainte seuil et la consistance d'un fluide, en cisaillement simple, le modèle de Casson, s'écrit :

$$\begin{cases} \dot{\gamma} = 0 & \text{si } \tau \leq \tau_0^c \\ \sqrt{\tau} = \sqrt{\tau_0^c} + \sqrt{k_c.\dot{\gamma}} & \text{si } \tau \geq \tau_0^c \end{cases} \quad (2.27)$$

La figure 19 illustre le comportement rhéologique des trois types de fluides à seuil précédemment décrits.

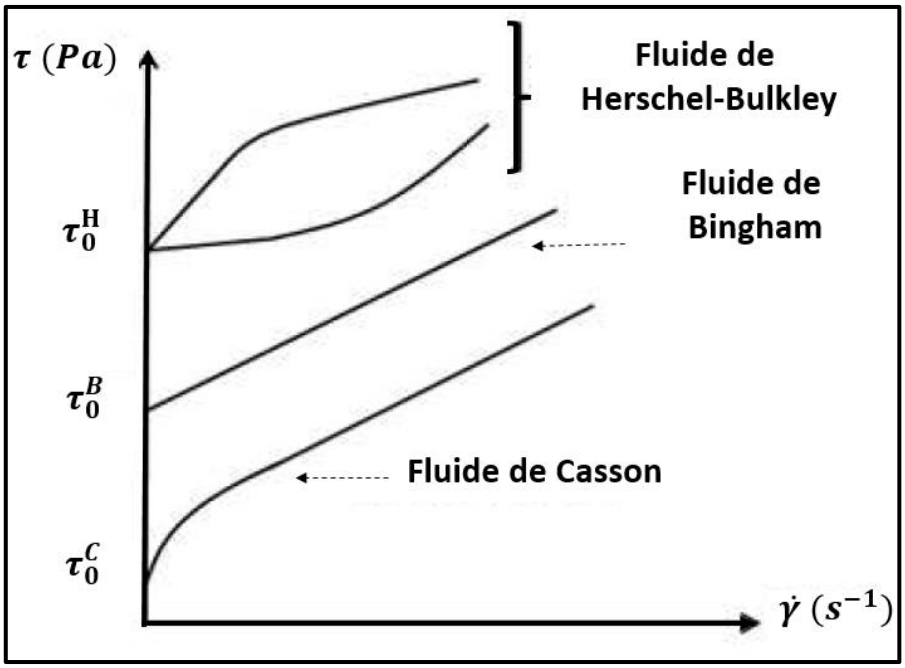


Figure 19: Rhéogrammes des fluides à seuil de type Bingham, Herschel-Bulkley et Casson.

c) Modélisations de la rhéologie des fluides à seuil

Lorsqu'on souhaite étudier numériquement l'écoulement des fluides à seuil, la modélisation du phénomène de seuil d'écoulement est un point crucial. En effet, la première équation des systèmes d'équations (2.24, 2.25, 2.26, 2.27) signifie qu'en deçà de τ_0, la viscosité apparente du fluide ($\eta_{app}(\dot{\gamma}) = \tau/\dot{\gamma}$) est infinie. Cette singularité inhérente à la formulation théorique de ces modèles rhéologiques doit être traitée du point de vue numérique. Plusieurs auteurs ont donc proposé des approches pour pallier à ce problème. En outre, lorsqu'on étudie numériquement l'écoulement des fluides à seuil, il est important de pouvoir prédire de façon très précise la position de la surface limite d'écoulement (ou « yield surface »), c'est-à-dire la surface séparant les zones où le fluide s'écoule de celles où il se comporte comme un solide. En fonction de l'approche numérique adoptée pour décrire le seuil d'écoulement, cette surface limite d'écoulement sera plus ou moins bien matérialisée (Burgos et al., 1999).

Cas des fluides de type Bingham

Dans la littérature, on distingue deux catégories de modèles permettant de décrire numériquement le comportement des fluides de type Bingham. La première regroupe les modèles dits à double viscosités. O'Donovan et Tanner (1984) ont proposé la loi constitutive illustrée par la figure 20, et qui s'écrit comme suit :

$$\begin{cases} \eta_{app} = \eta_0 & \text{si } \dot{\gamma} \leq \dot{\gamma}_c \\ \eta_{app} = \dfrac{\tau_0}{\dot{\gamma}} + k & \text{si } \dot{\gamma} \geq \dot{\gamma}_c \\ \dot{\gamma}_c = \dfrac{\tau_0}{\eta_0 - k} & \end{cases} \tag{2.28}$$

La viscosité η_0 (Pa. s) modélise le domaine où le fluide est très faiblement cisaillé. Afin de s'approcher du comportement solide du fluide dans toute région où $\dot{\gamma} \leq \dot{\gamma}_c$, la valeur de η_0 choisie doit être suffisamment grande. Beverly et Tanner (1989) ont utilisé la même loi, et ont déterminé que la valeur $\eta_0 = 10^3 . k$ était suffisante pour bien modéliser le seuil d'écoulement.

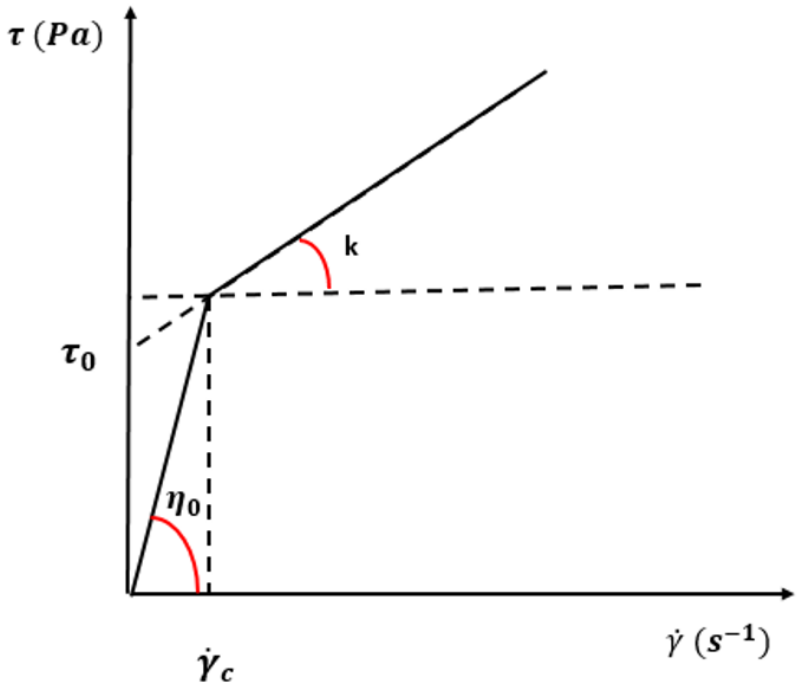


Figure 20 : Rhéogramme du modèle à double viscosités.

La deuxième catégorie regroupe les modèles dits régularisés. Contrairement aux modèles à double viscosités, ces modèles se caractérisent par une seule loi constitutive valable à la fois pour les régions où $\tau \leq \tau_0$ que pour celles où $\tau \geq \tau_0$. Les deux régularisations fréquemment utilisées sont celles de Bercovier et Engelman (1980), et celle de Papanastasiou (1987). La première est donnée par :

$$\eta_{app} = k + \frac{\tau_0}{\dot{\gamma} + \varsigma} \qquad (2.29)$$

où $\varsigma(s^{-1})$ est un paramètre de régularisation qui doit être fixé à une très faible valeur (Taylor et Wilson, 1997).

La régularisation de Papanastasiou (1987) s'écrit comme suit :

$$\eta_{app} = k + \frac{\tau_0[1 - \exp(-m\,\dot{\gamma})]}{\dot{\gamma}} \qquad (2.30)$$

où m (s) est un paramètre de régularisation qui doit avoir une très grande valeur (Frigaard et Nouar, 2005). Cette régularisation de Papanastasiou (1987) prédit une croissance exponentielle

de la contrainte autour de la valeur seuil τ_0, croissance contrôlée par la valeur de m. Ce modèle est illustré par la figure 21 :

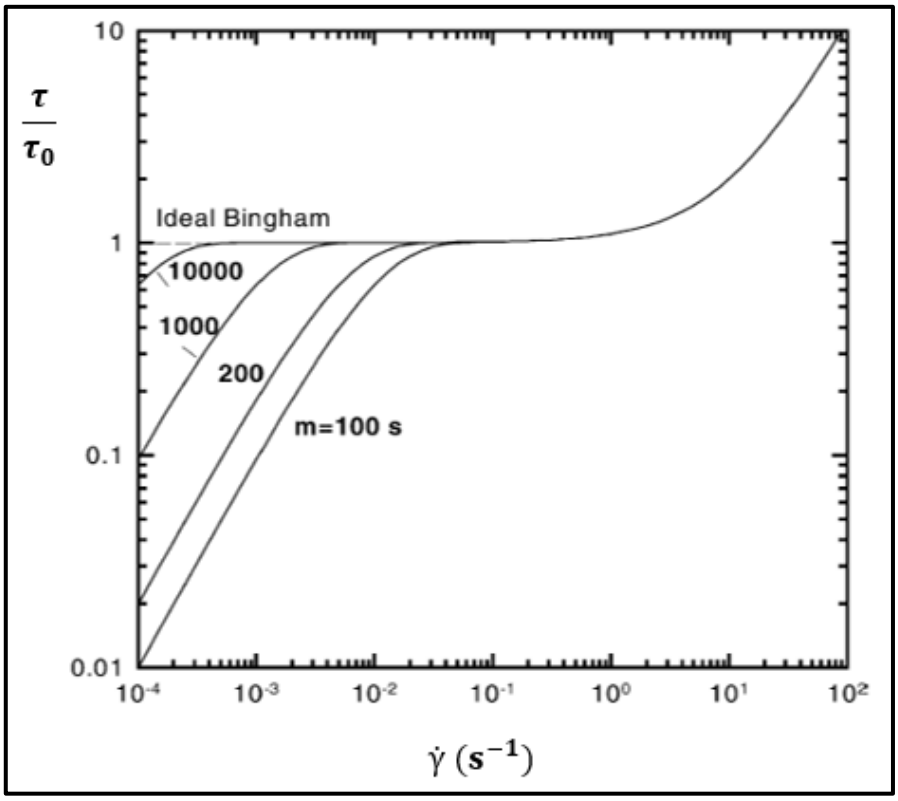


Figure 21: Influence de la valeur de m sur le rhéogramme d'un fluide de type Bingham (Mitsoulis et Huilgol, 2004).

Comme l'illustre cette figure 21, plus la valeur choisie pour m est grande, meilleure est l'approximation du modèle de Bingham par le modèle régularisé.

Cas des fluides de type Herschel-Bulkley

Mitsoulis et al. (1993) ont proposé une généralisation du modèle de Papanastasiou (1987) pour les fluides de type Herschel-Bulkley, formulée comme suit :

$$\eta_{app} = k\dot{\gamma}^{n-1} + \frac{\tau_0[1 - \exp(-m\dot{\gamma})]}{\dot{\gamma}} \qquad (2.31)$$

Comme pour le cas des fluides de Bingham ($n = 1$) plus la valeur de m est grande, plus le modèle régularisé est une meilleure approximation du modèle exact d'Herschel-Bulkley (1926). Burgos et al. (1999) ont vérifié l'aptitude des modèles régularisés à prédire la topographie de la surface seuil d'écoulement pour des écoulements de fluides de type Bingham et Herschel-

Bulkley. Pour ce faire ils se sont basés sur des solutions analytiques connues dans le cadre de l'écoulement de ce type de fluide entre deux plaques rigides. Pour les fluides de type Bingham, ils ont conclu qu'avec des choix rigoureux des paramètres de régularisation, les deux modèles permettaient non seulement de prédire la structure globale de l'écoulement, mais aussi de décrire la position et l'étendue des zones stagnantes (ou rigides). Leurs résultats ont par ailleurs révélé que le modèle de Papanastasiou généralisé (Mitsoulis et al., 1993) prédisait correctement la position de la surface limite d'écoulement, et que le champ de contrainte loin de cette surface seuil était bien prédit aussi bien par le modèle de Papanastasiou que par celui à double-viscosité. Pour les fluides de type Herschel-Bulkley, leurs résultats ont révélé qu'avec de grandes valeurs de l'indice de fluidité n (exemple n = 1.5), la résolution de la surface seuil d'écoulement était meilleure qu'avec de faibles valeurs de n (exemple n = 0.5).

Il est important de noter que l'expression analytique proposée par Mitsoulis et al. (1993) (comme celle proposée par Papanastasiou, 1987) n'est pas définie en $\dot{\gamma} = 0$, puisque $\dot{\gamma}$ apparait au dénominateur du deuxième terme du membre droit de l'équation (2.31). De plus, pour n < 1, le premier terme, à droite de cette même équation pose également un problème de divergence.

Dès lors, l'astuce numérique pour pouvoir simuler l'écoulement de fluides d'Herschel-Bulkley avec cette régularisation consiste à introduire un taux de cisaillement non nul $\dot{\gamma}_{\min}$ ayant une très faible valeur, et d'utiliser la relation :

$$\eta_{app} = k.\max(\dot{\gamma}, \dot{\gamma}_{\min})^{n-1} + \frac{\tau_0[1 - \exp(-m\,\dot{\gamma})]}{\max(\dot{\gamma}, \dot{\gamma}_{\min})} \qquad (2.32)$$

Partant de l'observation qu'avec l'approche de Mitsoulis et al. (1993) la dimension de k ($Pa.s^n$) dépend de l'indice de fluidité n, et qu'aux très faibles valeurs de $\dot{\gamma}$, la viscosité apparente prédite est infinie, Zhu et al. (2005) ont combinés les approches de De Kee et Turcotte (1980) et de Papanastasiou (1987) pour proposer un modèle généralisé s'écrivant comme suit :

$$\eta_{app} = \eta_1.\exp(-t_1\dot{\gamma}) + \frac{\tau_0[1 - \exp(-m\,\dot{\gamma})]}{\dot{\gamma}} \qquad (2.33)$$

où η_1 a la dimension d'une viscosité dynamique ($Pa.s$) et t_1 est un temps caractéristique (s).

Chaque paramètre de ce modèle rhéologique a une unité indépendante des autres paramètres, et la viscosité apparente prédite aux très faibles valeurs de $\dot{\gamma}$ a une valeur finie (Zhu et al. 2005). Ces auteurs ont par ailleurs évalué ce modèle généralisé en vérifiant qu'il prédisait correctement le comportement rhéologique de solutions de carbopol 980. En effet, pour les deux solutions de carbopol caractérisées dans leur étude, les prédictions de ce modèle généralisé se sont avérées plus précises que celles du modèle de Mitsoulis et al. (1993).

Par ailleurs, de Souza Mendes et al. (2004) ont proposé de représenter la rhéologie de solutions de carbopol avec un modèle généralisé s'écrivant comme suit :

$$\tau = (\tau_0 + k\dot{\gamma}^n)(1 - \exp\left[-\frac{\eta_0 \dot{\gamma}}{\tau_0}\right]) \quad (2.34)$$

où η_0 est la viscosité du fluide aux faibles taux de cisaillements. Ce modèle prédit que lorsque la contrainte subie par le fluide approche la valeur seuil τ_0, il se produit une brusque augmentation du taux de cisaillement subie par le fluide, sans que la contrainte ne varie de façon significative (de Souza Mendes et al., 2007). Autrement dit, la valeur de τ reste approximativement égale τ_0, tandis que celle de $\dot{\gamma}$ passe de $\dot{\gamma}_0$ à $\dot{\gamma}_1$, où :

$$\dot{\gamma}_0 \equiv \frac{\tau_0}{\eta_0} \qquad \dot{\gamma}_1 \equiv \left(\frac{\tau_0}{k}\right)^{\frac{1}{n}} \quad (2.35)$$

En effectuant les normalisations $\tau^* = \tau/\tau_0$ et $\dot{\gamma}^* = \dot{\gamma}/\dot{\gamma}_1$, l'ampleur de l'accroissement brusque du taux de cisaillement, représentée par le « Jump number » J est alors donnée par :

$$J \equiv \frac{\dot{\gamma}_1 - \dot{\gamma}_0}{\dot{\gamma}_0} = \frac{\eta_0 \tau_0^{\frac{1}{n}-1}}{k^{\frac{1}{n}}} - 1 = \frac{(1 - \dot{\gamma}_0^*)}{\dot{\gamma}_0^*} \quad (2.36)$$

La loi rhéologique normalisée s'écrit alors :

$$\tau^* = (1 + \dot{\gamma}^{*n})[1 - \exp[-(J+1).\dot{\gamma}^*] \quad (2.37)$$

La figure 22 illustre l'influence de la valeur de J sur un rhéogramme.

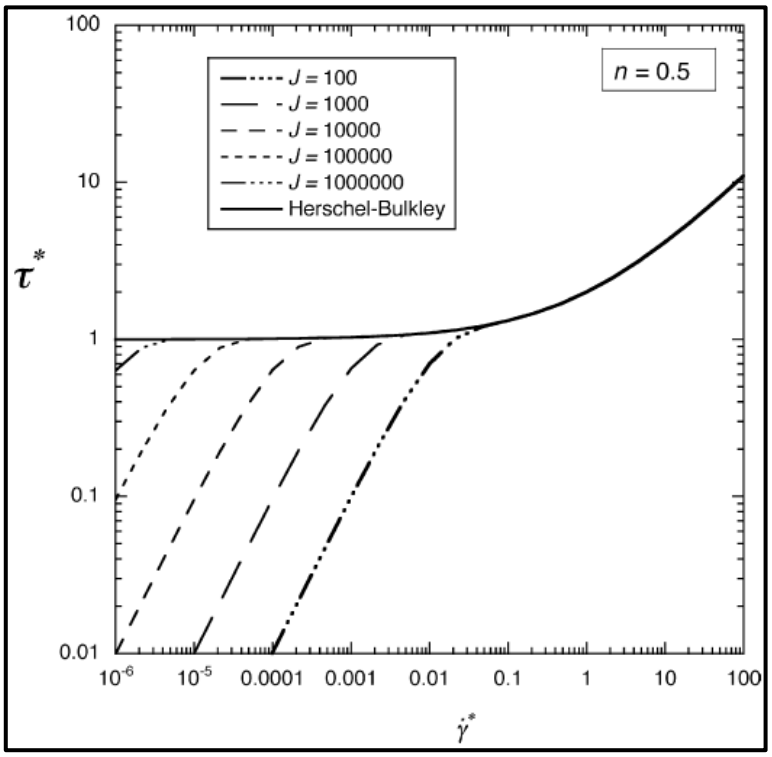


Figure 22: Influence du "Jump number" J sur un rhéogramme (de Souza Mendes et al., 2007)

c) Écoulement d'un fluide à seuil dans un capillaire de section circulaire

Comme il a été évoqué précédemment, le processus d'inversion en porosimétrie par injection de fluides à seuil (YSM) repose sur le modèle du faisceau de capillaires parallèles à section droite circulaire. Le point de départ du processus d'inversion est donc l'expression du débit volumique d'un fluide à seuil en écoulement dans un capillaire rectiligne de section circulaire. La figure 23 présente le profil de vitesse en régime laminaire d'un fluide à seuil en écoulement dans un tel capillaire. La dérivation et l'expression analytique de ce profil sont présentés en annexe A.

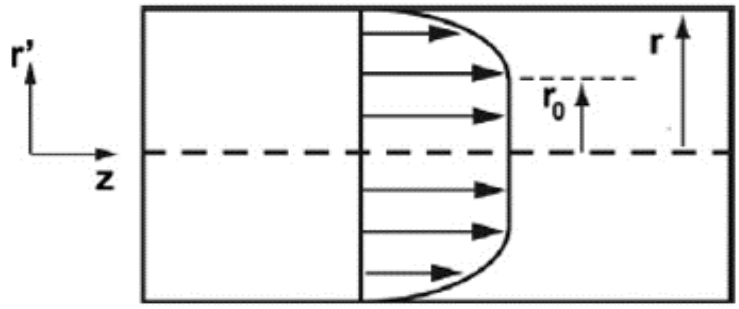


Figure 23: Profil de vitesse d'un fluide à seuil dans un capillaire de section droite circulaire.

Ce profil de vitesse montre l'existence d'une région centrale de rayon r_0 où la vitesse du fluide est constante. Cette région appelée « zone bouchon » est la région dans laquelle le taux de déformation est nul, il se comporte donc comme un solide en translation. A l'extérieure de cette région, le fluide subit un taux de déformation non-nul et s'écoule selon un des modèles précédemment présentés (Bingham, Herschel-Bulkley ou Casson).

La valeur du rayon critique est donnée par $r_0 = 2\tau_0/\nabla P$, où ∇P est le gradient de pression dans le capillaire. Par conséquent, l'écoulement d'un fluide à seuil à travers un capillaire rectiligne de section circulaire de rayon r n'est possible que si le gradient de pression dépasse la valeur critique $\nabla P_c = 2\tau_0/r$. Ce gradient de pression seuil dépend de la taille du capillaire, mais aussi de la contrainte seuil du fluide utilisé. Dans ce cas, le débit volumique de cet écoulement est donné par la formule de Skelland (1967) :

$$q(\nabla P, r) = \begin{cases} \dfrac{\pi r^3}{1+\frac{1}{n}} \left(\dfrac{r.\nabla P}{2k}\right)^{\frac{1}{n}} \left(1-\dfrac{r_0}{r}\right)^{\frac{1+n}{n}} \left[1-2\left\{\dfrac{\left(1-\frac{r_0}{r}\right)^2}{3+\frac{1}{n}}+\dfrac{\left(\frac{r_0}{r}\right)\left(1-\frac{r_0}{r}\right)}{2+\frac{1}{n}}\right\}\right] & \text{si } \nabla P \geq \dfrac{2\tau_o}{r} \\ 0 \quad \text{si} \quad \nabla P \leq \dfrac{2\tau_o}{r} \end{cases} \qquad (2.38)$$

d) Contributions majeures en YSM

Ambari et al. (1990) ont posé les bases théoriques de cette méthode innovante de porosimétrie en considérant une caractérisation par injection de fluides de type Bingham. Ce travail avait pour but de montrer qu'en partant d'un milieu poreux hypothétique sous forme de faisceau de capillaires de section droite circulaire ayant une distribution en rayon de pores $p(r)$ donnée, en calculant un ensemble de débits volumiques pour des gradients de pression différents, il était possible de retrouver la distribution initiale en effectuant une inversion des données générées analytiquement par l'expression du débit volumique moyen à travers le faisceau :

$$\bar{q}(\nabla P) = \int_{r_0=\frac{2\tau_0}{\nabla P}}^{r_{max}} q(\nabla P, r)\, p(r)\, d(r) \qquad (2.39)$$

où r_{max} est le plus grand rayon de pore présent dans la distribution $p(r)$, r_0 est la borne inférieure des rayons de pores participant à l'écoulement, et $q(\nabla P, r)$ est donné par l'équation (2.38). En effet, comme évoqué au paragraphe précédent, pour un gradient de pression donné, seuls les pores dont le rayon est supérieur à un rayon critique vont participer à l'écoulement. Ainsi en augmentant progressivement le gradient de pression imposé, de plus en plus de pores participent à l'écoulement. Cette procédure permet donc de scanner progressivement toutes les tailles de pores présentes dans le milieu poreux étudié. Oukhlef (2011) a étendu le travail d'Ambari et al. (1990) à d'autres types de fluides, notamment les fluides d'Herschel-Bulkley, de Casson, mais aussi de Robertson-Stiff (1976). En partant d'un faisceau de capillaires dont les rayons sont distribués selon une densité de probabilité $p(r)$, il est possible de calculer le débit volumique (total ou moyen) à travers ce faisceau pour un gradient de pression ∇P. Pour un fluide à seuil, le débit volumique total s'exprime par :

$$Q(\nabla P) = N_p . \bar{q}(\nabla P) \qquad (2.40)$$

où N_P le nombre de capillaires constituant le faisceau. L'ensemble des points $Q(\nabla P)$ calculés (ou mesurés expérimentalement) constitue la « courbe caractéristique » du milieu poreux considéré.

L'équation 2.39 est une équation intégrale linéaire de Volterra de première espèce (Oukhlef, 2011). Dans le cas le plus général où la valeur de l'indice de fluidité est un nombre réel ($n \in \mathbb{R}$), la solution analytique du problème d'inversion s'écrit alors (Oukhlef, 2011) :

$$p(r) = \frac{2^{3+\frac{1}{n}} . k^{\frac{1}{n}} . \nabla P^2}{16 . \pi . \tau_0 . r^{3+\frac{1}{n}} . \left(\frac{1}{n}\right)!} \left[\left(\frac{1+4n}{n}\right) . \frac{\partial^{1+\frac{1}{n}} .}{\partial \nabla P^{1+\frac{1}{n}}} + \nabla P . \frac{\partial^{2+\frac{1}{n}} .}{\partial \nabla P^{2+\frac{1}{n}}} \right] \bar{q} | \nabla P = \frac{2\tau_0}{\nabla P} \qquad (2.41)$$

La validation de cette méthode d'inversion analytique consiste, à partir d'une distribution $p(r)$ donnée, à générer des données numériques (équations 2.39 et 2.40), puis à utiliser l'équation (2.41) pour retrouver la distribution initiale. Oukhlef (2011) a effectué une vérification de ces

solutions analytiques (équation 2.41, et ses analogues pour les différents modèles rhéologiques précédemment cités). Pour ce faire, il propose tout d'abord d'effectuer une régression des données $Q(\nabla P)$ numériquement générées avec un polynôme d'ordre élevé, comme décrit par l'équation :

$$Q(\nabla P) = \sum_{i=0}^{W} a_i . \nabla P^i \tag{2.42}$$

où W est l'ordre de polynôme d'interpolation. La deuxième étape consiste à calculer les dérivées fractionnaires de fonction polynomiale en utilisant la relation :

$$\frac{d^p\, Q(\nabla P)}{d\, \nabla P^p} = \sum_{i=0}^{W} a_i \frac{\Gamma\,(i+1)}{\Gamma\,(i+1-p)} \nabla P^{i-p} \tag{2.43}$$

Et la dernière étape consiste à déterminer la PSD grâce à la l'équation 2.41. Cette approche polynomiale a permis de valider la méthode d'inversion analytique pour les fluides de types Bingham, Casson, Robertson et Stiff (1976), et ceci pour des PSD gaussiennes bimodales ou trimodales. En ce qui concerne les fluides de type Herschel-Bulkley, Oukhlef (2011) a montré que cette approche polynomiale ne donnait les résultats escomptés que dans le cas très particulier où l'indice de fluidité était de la forme $n = \frac{1}{l}$, avec $l \in \mathbb{N}^*$. Dans le cas plus général où l'indice de fluidité peut s'écrire sous forme $n = \frac{p}{l}$, avec $(p, l) \in \mathbb{Q}^* \times \mathbb{Q}^*$, les résultats de Oukhlef (2011) ont révélé que la PSD initialement choisie n'était pas entièrement reconstruite à cause d'oscillations constatées aux petites tailles de pores (Oukhlef, 2011). Ses travaux ont donc permis de valider la méthode d'inversion analytique, mais également de révéler les limites de la dérivation des fonctions polynomiales lorsque l'ordre M devenait très élevé (exemple 25 ou 40).

Ensuite, Malvault (2013) a tout d'abord mis en place la validation d'un dispositif expérimental permettant les mesures synchronisées de débit d'écoulement et des gradients de pression imposés. En effet, en injectant des émulsions (ayant un comportement rhéologique de type Herschel-Bulkley) dans différents milieux poreux modèles (faisceau de capillaires à distributions bidisperse, monomodale polydisperse), ou encore un fritté en polyéthylène, il a démontré la simplicité de la mise en place des expériences de YSM. Il est également important de souligner que les fluides à seuil utilisés par Malvault (2013) étaient des mayonnaises commercialises.

Sa deuxième contribution a été de développer une méthode d'inversion discrète matricielle, permettant de déterminer des classes de pores représentatives à partir d'un ensemble de points expérimentaux $(Q, \nabla P)$. Le principe de cette méthode d'inversion est d'effectuer premièrement une régression des données expérimentales par un polynôme d'ordre élevé (équation 2.42).

Ensuite il est nécessaire de ré-échantillonner les données originelles grâce à la fonction polynomiale, afin d'obtenir un plus grand nombre de couples $(Q_i , \nabla P_i)$. En définissant les rayons r_i des classes représentatives dans chacun des intervalles $[2\tau_0/\nabla P_i , 2\tau_0/\nabla P_{i+1}]$, il est alors possible d'écrire le système linéaire suivant :

$$\{ Q(\nabla P_i) \} = \left[q(r_j , \nabla P_i) \right].\{ p(r_i).dr_i \} \equiv q_{ij}.\{p(r_i).dr_i \} \quad (2.44)$$

Après s'être assuré que la matrice q_{ij} est bien inversible, la solution du problème s'écrit :

$$\{ p(r_i).dr_i \} = \left[q_{ij} \right]^{-1}.\{ Q(\nabla P_i) \} \quad (2.45)$$

Le vecteur $\{p(r_i).dr_i\}$ contient les valeurs du nombre de pores n_i pour chaque classe de pore représentative. Il est alors possible d'en déduire des PSD en termes de fréquence relative ou encore de volume relatif de chaque classe (équation 2.6).

En comparant les résultats donnés par sa méthode d'inversion et ceux obtenus avec celle d'Oukhlef (2011) pour des données expérimentales, Malvault (2013) a conclu que la méthode matricielle était moins contraignante que celle analytique, car celle-ci nécessite moins de points $(Q_i , \nabla P_i)$. Elle est donc moins dépendante du polynôme de régression utilisé. Pour finir, la similarité (en terme de forme générale) entre les PSD obtenues avec sa méthode d'inversion et celles provenant de mesures optiques et de MIP, a permis de confirmer le potentiel de la YSM à fournir des PSD représentatives de milieux poreux modèles.

Enfin Rodríguez de Castro (2014) a mis en place un dispositif expérimental qui, contrairement à celui de Malvault (2013), permet d'imposer les débits d'injections du fluide et de mesurer les différences de pression à l'équilibre aux extrémités de l'échantillon. Ce dispositif expérimental a été validé par la réalisation de plusieurs expériences d'écoulements de solutions de xanthane à travers des milieux poreux aussi bien synthétiques (silicate frittés) que réels (en particulier des grès).

La deuxième contribution de Rodríguez de Castro (2014) a été le développement d'une méthode d'inversion discrète « incrémentale » fondée sur une approche intuitive exploitant la particularité rhéologique des fluides à seuil. Cette méthode permet de déterminer N classes de pores représentatives d'un milieu poreux à partir de N+1 données expérimentales $Q_i(\nabla P_i)$. Elle consiste à résoudre le système d'inéquations (2.46) par une incrémentation successive des valeurs n_i jusqu'à ce qu'une des inégalités ne soit plus respectée.

$$\begin{cases} Q_2 \geq n_1\, q(\nabla P_2, r_1) \\ Q_3 \geq n_1\, q(\nabla P_3, r_1) + n_2\, q(\nabla P_3, r_2) \\ \dots \\ Q_j \geq n_1\, q(\nabla P_j, r_1) + n_2\, q(\nabla P_j, r_2) + \cdots + n_{j-1}\, q(\nabla P_j, r_{j-1}) \\ \dots \\ Q_{N+1} \geq n_1\, q(\nabla P_{N+1}, r_1) + n_2\, q(\nabla P_{N+1}, r_2) + \cdots + n_N\, q(\nabla P_{N+1}, r_N) \end{cases} \quad (2.46)$$

Dans ce système, le premier débit d'injection Q_1 était choisi suffisamment faible pour pouvoir considérer qu'aucune classe de pore n'ait participé à l'écoulement. Les rayons des classes de pores sont définis par $r_i = \frac{\alpha 2\tau_0}{\nabla P_i}$, avec α le coefficient de seuil d'écoulement satisfaisant $\alpha > 1$.

Pour résoudre ce système, cet auteur adopte une approche incrémentale consistant à définir un pas de recherche pour chaque valeur de n_i, astucieusement choisi par la relation 2.47.

$$step_i = \zeta . \frac{q(\nabla P_{N+1}, r_N)}{q(\nabla P_{N+1}, r_i)} \quad \text{avec} \quad \zeta \leq 0.05 . \frac{\varphi R^2}{8\,K} \quad (2.47)$$

Où R est le rayon de l'échantillon. Sachant que ∇P_{N+1} est le gradient de pression maximal, cette équation (2.47) exprime le fait qu'au débit d'injection maximal, la contribution à l'écoulement de toutes les classes de pores présentes dans le milieu soit effective. Pour entamer la résolution, toutes les valeurs des n_i sont préalablement initialisées à 0. La première valeur n_1 à déterminer est celle de la plus grande taille de pores r_1 présente dans le milieu. Cette valeur est ensuite progressivement incrémentée jusqu'à ce que l'une des inéquations du système (2.46) ne soit plus respectée. La valeur maximale de n_1 est alors assignée pour cette classe de pores, et une recherche similaire débute pour la valeur de n_2, avec le pas de recherche $step_2$ correspondant et ainsi de suite. La dernière valeur n_{N+1} à être calculée est celle de la plus petite taille r_{N+1}, et cette valeur est en général supprimée à postériori car cette classe de pores n'est contrainte que par le débit d'injection maximal (Rodríguez de Castro et al., 2014).

Pour diverses valeurs de α, des PSD sont alors évaluées et la PSD finale correspond à la valeur optimale α^*, pour laquelle l'erreur totale quadratique entre débits expérimentaux et débits calculés (équation 2.40) est minimale.

$$Q(\nabla P)_{\text{PSD obtenue}} = \sum_{i=1}^{N} n_i(\alpha^*) . q\big(\nabla P, r_i(\alpha^*)\big) \quad (2.48)$$

Cette méthode a tout d'abord été validée grâce à des données générées analytiquement. Par ailleurs les comparaisons entre les PSD fournies par la YSM et celles provenant de MIP sur des échantillons analogues se sont avérés assez encourageantes malgré certaines différences entre les rayons de pore-throats obtenus. A ce sujet, il est important de souligner que les dimensions de pores caractérisées par YSM et par MIP ne sont pas les mêmes (Rodríguez de Castro, 2014). En effet, la YSM permet de caractériser les rayons des pore-throats, tandis que le MIP caractérise le rayon d'entrée vers les pore-bodies. Pour cette raison, il est prévisible que les PSD

obtenues par YSM présentent des tailles de pore plus petites que celles obtenues par MIP (Rodríguez de Castro et al., 2016, 2018).

Comme énoncé précédemment, la mise en place d'une expérience de YSM nécessite de choisir un fluide ayant le comportement rhéologique d'un fluide à seuil. Les travaux précédents (Rodríguez de Castro, 2014 ; Rodríguez de Castro et al., 2018) ont révélé que les solutions de xanthane étaient adéquates pour la YSM. En effet, ces solutions ont la particularité d'exhiber un seuil d'écoulement apparent sans présenter de comportement thixotrope (variation de la viscosité apparente en fonction du temps) ou élastique. Etant donné que les étapes de la YSM (expérimentation et inversion) sont fondées sur l'existence du seuil d'écoulement du fluide, il est nécessaire que les solutions utilisées aient un comportement rhéologique le plus proche possible de celui d'un fluide à seuil. A cet effet, Rodriguez de Castro et al., (2018) ont étudié l'influence de la concentration des solutions de xanthane sur les résultats obtenues par YSM. Pour ce faire, ces auteurs ont réalisé plusieurs expériences de YSM sur des échantillons poreux analogues (Aerolith 10 silicate fritté) avec des solutions de xanthane à 4000, 5000, 6000 et 7000 ppm. En comparant les résultats obtenus après inversion (méthode développée par Rodríguez de Castro, 2014) à ceux obtenus par MIP sur un échantillon analogue, ces auteurs ont démontré que plus la concentration de xanthane était élevée, plus la PSD obtenue par YSM était proche de celle obtenue par MIP.

II.5.2: Porosimétrie combinant injection de fluides Newtoniens et non-Newtoniens

Pour clore cette partie sur les techniques intrusives non-toxiques, il est important d'évoquer la technique « ANA » mise en place par Abou Najm et Attalah (2016). Ces auteurs ont eu l'idée de combiner des injections de fluides Newtoniens et non-Newtoniens dans un même milieu poreux afin de déterminer sa PSD. Ce choix est motivé par le fait que les fluides non-Newtoniens ont une « signature » différente de celle des fluides Newtoniens dans un milieu poreux (Abou Najm et Attalah., 2016). Le principe de la technique ANA consiste à effectuer N expériences d'injection dont une injection d'eau. Les N-1 autres expériences peuvent correspondre à l'injection de solutions de polymères à différentes concentrations, soit à l'injection de différents fluides non-Newtoniens. Tout comme la YSM et le MIP, l'exploitation des résultats de cette technique repose sur le modèle du faisceau de capillaires parallèles à section droite circulaire. Les premières équations formulées sont donc celles de l'écoulement comme rencontrées en YSM, c'est-à-dire :

$$Q_j = \sum_{i=1}^{N} n_i \, . \, q(\nabla P, r_i) \tag{2.49}$$

La première différence avec la YSM est que dans la technique ANA, chaque Q_i expérimental est le résultat de l'injection d'un fluide (Q_1 correspondant à l'injection d'eau). La deuxième différence est que la technique ANA nécessite la détermination de N paramètres z_i en plus du

nombre de capillaires n_i de chaque classe de pore. Ces z_i appelés « weights » représentent la contribution de chaque classe de pores à l'écoulement de l'eau. Ils vérifient dont la relation $\sum_{i=1}^{N} z_i = 1$. La dernière différence avec la YSM est la prise en compte d'une équation supplémentaire sur la porosité du modèle, formulée comme suit :

$$\varphi A = \sum_{i=1}^{N} n_i \, \pi r_i^2 \tag{2.50}$$

Une première étude théorique a été réalisée par Abou Najm et Attalah (2016), dans laquelle ils distinguent trois problèmes différents. Le premier problème est le plus proche du principe d'inversion en YSM. En effet il consiste à se donner N rayons r_i des classes de pores représentatives, et à rechercher les contributions n_i de chacune de ces classes en résolvant un problème d'optimisation linéaire sous contrainte. Leurs résultats d'expérience numériques ont permis de mettre en lumière les apports de cette technique par rapport à une simple caractérisation par injection d'eau, et de valider théoriquement cette approche. Récemment Attalah et Abou Najm (2018) ont effectué la première validation expérimentale de la technique ANA en réalisant des expériences d'écoulement dans trois milieux poreux modèles, en l'occurrence des faisceaux de capillaires manufacturés. Leurs résultats ont prouvé qu'en partant d'un très faible nombre de classes de pores (2 et 3) la technique ANA permettait de retrouver la PSD initiale du milieu poreux modèle. Ces premiers résultats sont encourageants, toutefois l'applicabilité de cette technique à des milieux poreux réels reste encore à être démontrée.

II.6: Autres travaux portant sur l'écoulement de fluides à seuil dans des capillaires

Etant donné que le premier objectif de cette thèse est de pouvoir travailler avec des modèles de milieu poreux plus représentatifs que celui du faisceau de capillaires parallèles à section circulaire, il est nécessaire d'effectuer un rappel des principaux travaux ayant porté sur l'écoulement de fluides à seuil dans des capillaires aussi bien rectilignes de section droite non circulaire, qu'à section droite variable.

II.6.1 : Canaux à section droite constante

L'écoulement de fluides à seuil dans des capillaires de section droite circulaire et non circulaire a été très étudié au cours des dernières décennies. Avant de citer certains de ces travaux, il est nécessaire de rappeler l'équation de Rabinowitch-Mooney (1931). Considérons un fluide quelconque dont le comportement rhéologique est décrit par une loi $\tau(\dot{\gamma})$, en écoulement dans un capillaire rectiligne de rayon r sous l'effet d'un gradient de pression ∇P constant. L'équation de Rabinowitch-Mooney généralisée relie la vitesse moyenne d'écoulement $\overline{U}$ au gradient de pression par :

$$\bar{U} = U_w + \frac{r}{\left(\frac{r}{2}\nabla P\right)^3}\int_0^{\frac{r}{2}\nabla P} \dot{\gamma}(\dot{\gamma})\,\tau^2\,d\tau \qquad (2.51)$$

où U_w est la vitesse du fluide à la paroi du capillaire. Le cas $U_w = 0$ correspond à l'équation de Rabinowitwch-Mooney très souvent utilisée en faisant l'hypothèse de non glissement du fluide sur les parois du conduit.

Kozicky et al. (1966) ont phénoménologiquement généralisé l'équation (2.51) pour le cas d'une section droite arbitraire, en adoptant une écriture à deux facteurs de forme exprimée comme suit :

$$\bar{U} = U_w + \left(\frac{d_e}{4c_1}\right)\frac{c_2}{\left(\frac{d_e}{4}\nabla P\right)^{c_2-1}}\int_0^{\frac{d_e}{4}\nabla P} \dot{\gamma}\,(\tau)\,\tau(\dot{\gamma})^{c_1-2}d\tau \qquad (2.52)$$

où c_1 et c_2 sont deux facteurs de forme, et d_e est le diamètre hydraulique équivalent du conduit. Cette généralisation est basée sur l'hypothèse que le taux de cisaillement du fluide à la paroi est égal au gradient de vitesse dans la direction normale à l'axe du conduit, et que la contrainte $\tau_z(y)$ est linéairement proportionnelle à la distance par rapport à l'axe du conduit (figure 24). Pour ces raisons, cette équation (2.52) est strictement valable pour l'écoulement dans un conduit de section droite circulaire et entre deux plaques parallèles (Liu et Masliyah, 1997). Pour le cas d'un fluide Newtonien, l'équation (2.52) se réduit à l'expression $\bar{U} = \frac{d_e^2}{16\,c_1}\nabla P$. Ainsi, en connaissant l'expression analytique du débit volumique d'un fluide Newtonien dans un capillaire de section droite donnée, la valeur du coefficient c_1 peut-être déterminée. Quant à la valeur de c_2 , elle ne peut être déterminée qu'en réalisant (numériquement ou expérimentalement) des écoulements du fluide non-Newtonien considéré dans des capillaires ayant la forme de section droite d'intérêt.

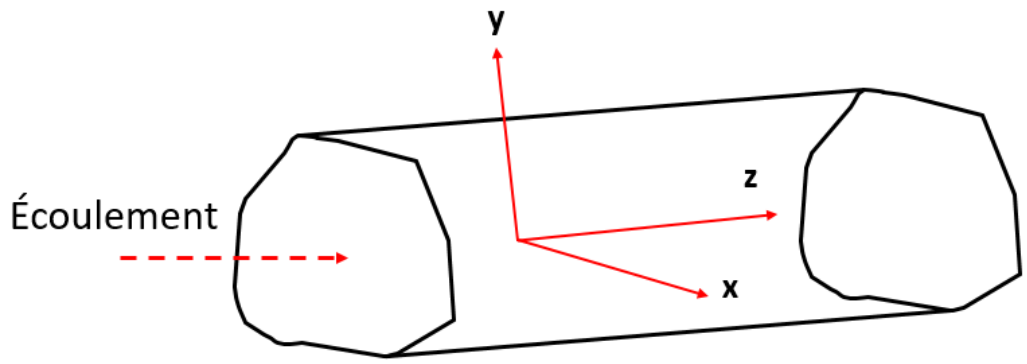


Figure 24 : Schéma d'un conduit rectiligne de section droite arbitraire.

Partant du constat que les hypothèses faites par Kozicky et al. (1966) étaient très restrictives, Liu et Masliyah (1997) ont proposé une approche impliquant trois facteurs de forme pour décrire l'écoulement des fluides non-Newtonien dans des capillaires rectilignes de section droite arbitraire. En l'absence de glissement du fluide aux parois, ces auteurs ont proposé l'équation :

$$\overline{U} = \left(\frac{d_e}{4\, c_1\, c_3}\right) \frac{c_2}{\left(c_3 \frac{d_e}{4} \nabla P\right)^{c_2-1}} \int_0^{c_3 \frac{d_e}{4} \nabla P} \dot{\gamma}\,(\tau)\ \tau(\dot{\gamma})^{c_2-2} d\tau \qquad (2.53)$$

où c_3 est un troisième facteur de forme prenant en compte le rayon de courbure d'une section droite de forme arbitraire. Selon ces auteurs, l'équation (2.53) est une approximation plus précise de la vitesse moyenne d'écoulement dans des conduits de section droite arbitraire que l'équation (2.52) proposée par Kozicky et al. (1966). Selon ces auteurs, une bonne approche pour la détermination des facteurs de forme c_1 , c_2 et c_3 consiste à utiliser les expressions analytiques de $\overline{U}$ connues pour des modèles rhéologiques relativement simples comme celui en loi puissance ($\tau = k\dot{\gamma}^n$), et en faisant de nombreuses corrélations entre vitesse moyenne d'écoulement et gradient de pression mesurés dans des conduits de géométrie donnée. En comparant avec succès les résultats de leur approche à des corrélations empiriques réalisées dans la littérature (René et al., 1991) pour différents types de fluides et différentes géométries, ces auteurs ont confirmé la fiabilité de l'approche à trois facteurs de forme pour prédire le débit d'écoulement de fluides non-Newtoniens dans des conduits de section droite non-circulaire.

Mosolov et Miasnikov (1965, 1966, 1967) ont mené une étude théorique de l'écoulement rampant en régime stationnaire des fluides à seuil à travers des capillaires rectilignes de sections droites variées. En résolvant analytiquement l'équation de conservation de l'énergie, pour un gradient de pression imposé, ils ont démontré que la courbure des régions de fluide en écoulement était partout plus grande qu'une valeur seuil l^*, qui ne dépend que de la forme de la section droite du capillaire. Ce rayon de courbure est illustré par la figure 25, et est donné par l'équation (2.54) :

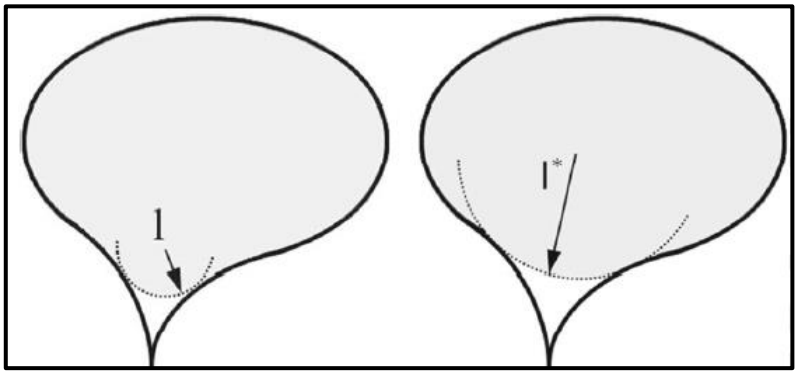


Figure 25 : Schéma du rayon de courbure caractérisant le seuil d'écoulement des fluides à seuil dans des capillaires rectilignes de section droite arbitraire (Malvault et al. 2017). La couleur grise correspond à la zone dans laquelle le fluide est en écoulement.

$$l^* = \sup\left(\frac{A(l)}{P(l)}\right) \tag{2.54}$$

où l est le rayon de courbure de la région concave où le fluide est en écoulement, A(l) et P(l) sont respectivement l'aire et le périmètre de la plus grande région fermée dont le contour a un rayon de courbure minimal l.

Par conséquent, l'écoulement d'un fluide à seuil ayant une contrainte seuil τ_0 constante sous l'effet d'un gradient de pression ∇P à travers un capillaire de section droite donnée ne peut avoir lieu que si et seulement si la condition suivante est respectée :

$$\frac{\tau_0}{l^*} \leq \nabla P \tag{2.55}$$

Ces auteurs ont également montré que la structure générale de l'écoulement était composée d'une région centrale "bouchon" dans laquelle le fluide est non déformé, entourée d'une région déformée, et dans certains cas, il existe des régions « mortes » où le fluide est au repos et en contact avec les parois solides du capillaire.

Taylor et Wilson (1997) ont étudié numériquement l'écoulement d'un fluide de Bingham dans un capillaire de section rectangulaire. Ils ont conclu que la structure de base de l'écoulement consistait en une zone rigide dynamique au centre, et en quatre zones rigides statiques au niveau des angles droits de la section du capillaire. En étudiant l'évolution de ces zones en fonction d'une contrainte seuil normalisée τ_λ et d'un facteur de forme (rapport de la longueur de la section sur sa largeur), ils ont notamment montré que l'étendue de ces zones rigides augmentait avec τ_λ jusqu'à ce que ce dernier atteigne une valeur critique (dépendant du facteur de forme), à partir de laquelle le fluide devenait immobile dans tout le conduit.

De leur côté, Patzek et Silin (2001) ont travaillé sur la détermination du facteur de forme et de la conductance hydraulique pour des capillaires dont la section droite est un triangle équilatéral. En se basant sur un rayon hydraulique normalisé, et sur la moitié de l'angle au sommet du triangle, ils ont déterminé les géométries de capillaires pertinentes pour une description physiquement cohérente du réseau de pores d'un milieu poreux. Ils ont également proposé des expressions analytiques donnant la moitié de l'angle au sommet, et étant en adéquation avec un facteur de forme calculé à partir d'images microscopiques de l'espace poreux. Pour finir ils ont proposé des expressions analytiques des conductances hydrauliques pour des pores dont la section droite est un triangle équilatéral, une ellipse, ou encore un rectangle.

Saramito et Roquet (2001) ont mené une étude numérique de l'écoulement rampant de fluides de type Bingham à travers des capillaires rectilignes de section droite carrée. Ils ont montré que pour de tels fluides, l'écoulement et l'étendue de chaque zone sont contrôlés par la valeur du nombre de Bingham B_i, definie comme le quotient entre la contrainte seuil τ_0 et une valeur σ_0 représentative de la contrainte appliquée : $B_i = \frac{\tau_0}{\tau_w}$. Dans leur étude, Saramito et Roquet (2001) ont adopté la définition $\tau_w = \frac{a\ \nabla P}{2}$, où a est le rayon du cercle inscrit dans la section droite du

capillaire. Ces auteurs ont alors propose d'écrire la vitesse moyenne normalisée U/U^* comme :

$$\frac{\bar{U}}{U^*} = \frac{C_S}{4}\left[1 - \frac{4}{3}\frac{B_i}{B_{ic}} + \frac{1}{3}\left(\frac{B_i}{B_{ic}}\right)^4\right] \qquad (2.56)$$

où U^* est une vitesse caractéristique de l'écoulement définie par $U^* = \frac{a^2 \nabla P}{2k} = \frac{a\,\tau_w}{k}$, et C_S un coefficient de forme donné par :

$$C_s = \frac{8}{3} - 16\sum_{j=0}^{\infty}\frac{\tanh(a_j)}{a_j^5} \approx 1.124616 \quad \text{et} \quad a_j = \frac{\pi}{2}(2j+1) \qquad (2.57)$$

Grâce à des simulations numériques détaillées utilisant la méthode des éléments finis et le maillage adaptatif, ces auteurs ont obtenu la valeur $B_{ic} = 1.07$ pour le nombre de Bingham critique, qui s'est révélée très proche de la valeur $B_{ic} = \frac{4}{2+\sqrt{\pi}}$ fournie par l'inéquation (2.55) théoriquement obtenue par Mosolov et Miasnikov (1965, 1966, 1967). En comparant leurs simulations numériques aux prédictions de la formule (2.56), ces auteurs ont rapporté des erreurs relatives de l'ordre de 10^{-3}. La figure 26 est un schéma illustrant les quatre zones mortes et la zone centrale bouchon observables lors de l'écoulement d'un fluide à seuil à travers un capillaire rectiligne de section droite carrée. Sur cette figure 26, s_{plug} et s_{dead} représentent respectivement la position radiale de la surface externe de la zone bouchon, et de la surface seuil d'écoulement en partant du centre du capillaire.

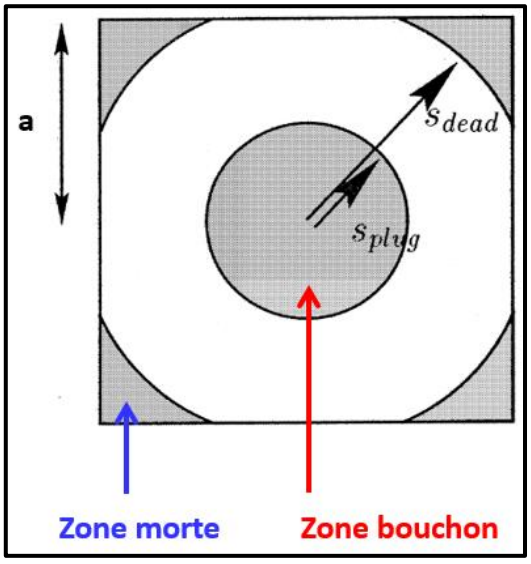


Figure 26: Schéma de la structure d'écoulement d'un fluides à seuil de type Bingham dans un capillaire rectiligne de section droite carrée, d'après Saramito et Roquet (2001).

Plus tard, Huilgol et You (2005) ont étudié numériquement les écoulements stationnaires de fluides à seuil de type Bingham, Casson, et Herschel-Bulkley dans des capillaires de section

droite carrée, en utilisant la méthode du Lagragien augmenté (« ALM »). En comparant profils de vitesses et débits volumiques à la solution analytique connue pour le cas circulaire ces auteurs ont démontré la fiabilité de l'ALM pour décrire de façon précise ce type d'écoulement. Leurs résultats pour le cas de la section droite carrée ont montré des reconstructions très précises de la surface limite d'écoulement et des quatre zones mortes, confirmant que cette méthode numérique est adéquate pour simuler l'écoulement d'autres types de fluides dans des capillaires ayant d'autres formes de sections droites.

Partant des développements théoriques de Mosolov et Miasnikov (1965, 1966, 1967), Huilgol (2006) a étudié l'écoulement de différents types de fluides à seuil (Bingham, Casson, Herschel-Bulkley), à travers des capillaires rectilignes ayant au moins un axe de symétrie. Le principal résultat de ce travail a été la démonstration que pour de telles formes de section droite, le paramètre l^* ne dépend pas du type de fluide à seuil considéré, mais uniquement de la forme de la section droite du capillaire.

Par ailleurs, Letelier et Siginer (2007) se sont intéressés à l'écoulement de fluides à seuil dans des capillaires de section droite arbitraire, sous l'effet d'un gradient de pression constant. En exprimant les équations du mouvement et les équations constitutives du fluide en fonction des coordonnées locales, ils sont parvenus à dériver des relations phénoménologiques conduisant à des informations quantitatives sur les champs de vitesse et de contrainte. Cette approche a été testée aussi bien pour des fluides de Bingham que pour des fluides obéissant au modèle d'Ostwald-Waele (modèle rhéologique en loi puissance). De leur côté, Roquet et Saramito (2008) ont étudié numériquement les écoulements stationnaires de fluides à seuil de type Bingham dans des capillaires de section droite carrée, et avec glissements aux parois solides. Les objectifs de cette étude étaient tout d'abord d'identifier toutes les configurations d'écoulement possibles, et dans le même temps d'évaluer une nouvelle méthode d'éléments finis auto-adaptative. En menant des études paramétriques portant sur deux nombres sans-dimension (le nombre de Bingham B_i et celui du glissement seuil S_g), ces auteurs ont démontré la capacité de cette nouvelle approche numérique à capter tous les détails de l'écoulement (position et étendue des zones mortes, et zone bouchon) dans tous les cas envisagés.

Récemment, Letelier et al. (2017) ont étudié l'écoulement de fluides de Bingham à l'aide d'une méthode analytique versatile appelée « méthode de facteur de forme », permettant d'explorer une large gamme de sections de pores non-circulaires. Ils se sont particulièrement intéressés à la détermination du champ de vitesse, ainsi qu'à la position et à la forme des zones rigides statiques et dynamiques, pour des sections triangulaires (équilatéral) et quasi-carrées. Une méthode analytique pour modéliser les contours arbitraires de l'écoulement est généralisée à des fluides à seuil. Ils ont également analysé l'influence des comportements rhéofluidifiants et rhéoépaississants sur l'écoulement. Ils ont conclu que le modèle de Bingham donnait parfois des résultats non réalistes, qui nécessitent une interprétation minutieuse. De leur côté Malvault et al. (2017) ont effectué des simulations numériques d'écoulements de fluides de type Bingham à travers des capillaires rectilignes ayant des sections droites variées (circulaire, carrée, triangule équilatéral). Ces auteurs ont notamment mis en évidence le fait que la forme de la section droite des capillaires a un impact important sur le débit volumique, en particulier dans

la plage des faibles valeurs du gradient de pression adimensionné ($\nabla P^+ = \frac{a\,\nabla P}{\tau_0} < 2.5$). La même année, Kefayati et Huilgol (2017) ont étudié l'écoulement stationnaire de fluides de Bingham dans des capillaires de section droite carrée. En adoptant une approche innovante basée sur une modification de la méthode Lattice Boltzman (LBM), ces auteurs sont non seulement parvenus à retrouver les résultats présentés dans la littérature, mais surtout leur approche numérique s'est révélée être beaucoup plus rapide que les approches classiques tout en fournissant des résultats d'une précision similaire.

Comme il a été évoqué dès l'introduction de ce manuscrit, une des contributions majeures du présente travail en termes de méthode d'inversion des données de YSM sera de tenir compte du glissement des fluides à seuil en milieux poreux. Par conséquent, il est important, dès ce chapitre II, de citer quelques travaux récents portant sur le glissement des fluides à seuil.

A ce sujet, Damianou et al. (2012) ont étudié numériquement les effets combinés de la compressibilité et du glissement aux parois solides lors de l'écoulement stationnaire de fluides à seuil de type Herschel-Bulkley dans des capillaires de section droite circulaire. Les trois hypothèses majeures de ce travail étaient une équation d'état linéaire pour la densité, une faible compressibilité du fluide et un frottement obéissant à la condition de Navier :

$$\tau_w = \frac{1}{\kappa}.U_w \tag{2.58}$$

où U_w est la vitesse du fluide au niveau de la paroi du capillaire et κ le coefficient de glissement. Ces auteurs ont dérivé des expressions semi-analytiques pour des écoulements rampants en géométries plane et axisymétrique. Un des résultats principaux de cette étude a été de montrer que pour le cas particulier de l'écoulement incompressible, il existe une valeur critique du paramètre de glissement, inversement proportionnelle à la contrainte seuil, pour laquelle la vitesse connue dans la zone bouchon centrale est obtenue. En outre, Damianou et al. 2013 se sont intéressés à la condition de cessation de l'écoulement d'un fluide à seuil de type Herschel-Bulkley dans des capillaires de section droite circulaire. Pour ce faire ces auteurs ont réalisé des simulations numériques en utilisant un modèle rhéologique régularisé (Papanastasiou, 1987). Dans cette étude une loi puissance reliant la contrainte aux parois du capillaire à la vitesse de glissement et été adoptée, suggérant que le glissement n'a lieu que lorsque cette contrainte aux parois excède une valeur critique τ_c appelée « contrainte seuil de glissement ». Cette lois de glissement s'écrit comme suit :

$$\begin{cases} U_w = 0 & \text{si} \quad \tau_w \leq \tau_c \\ \tau_w = \tau_c + \frac{1}{\kappa}.{U_w}^s & \text{si} \quad \tau_w \geq \tau_c \end{cases} \tag{2.59}$$

où s est l'exposant de glissement. Deux des résultats majeurs de cette étude ont été la dérivation d'une expression analytique de la décroissance de la vitesse dans la zone bouchon pour toute valeur de l'exposant de glissement s, et d'une expression analytique du temps d'arrêt de

l'écoulement quand $s < 1$. Damianou et al. (2016) ont réalisé une étude dans le même sens mais cette fois pour des fluides de type Bingham.

Dans la même optique, Damianou et Georgiou (2014) ont étudié numériquement les écoulements stationnaires de fluides à seuil de type Herschel-Bulkley dans des capillaires de section droite rectangulaire, avec glissement aux parois au-dessus d'une contrainte seuil de glissement. Ces auteurs ont proposé une nouvelle équation de glissement régularisée valable quelle que soit l'amplitude de la contrainte aux parois du capillaire. Par ailleurs, quatre régimes d'écoulements ont été observés: un premier au cours duquel il n'y a pas de glissement du fluide aux parois ; un deuxième au cours duquel le glissement n'a lieu qu'au centre des côtés les plus larges de la section droite; un troisième au cours duquel le glissement a lieu partiellement sur tous les côtés de la géométrie ; et un dernier régime où le glissement a lieu partout de façon homogène. Pour finir, une comparaison avec des résultats présents dans la littérature pour plusieurs conditions d'écoulements a permis de conforter ce nouveau modèle de glissement.

De leur côté, Panaseti et Georgiou (2017) ont étudié numériquement les écoulements stationnaires de fluides à seuil de type Herschel-Bulkley dans des capillaires de section circulaire, en considérant que le glissement ne se produit que sur la paroi extérieure de la géométrie. En considérant une équation de glissement en loi puissance comme Damianou et al. (2013), leur étude a tout d'abord montré que la longueur globale de développement de l'écoulement augmentait avec le nombre de Bingham, et que le développement de l'écoulement était plus lent proche de la paroi sans glissement. Par ailleurs, leurs résultats ont démontré que la longueur globale de développement augmentait avec l'amplitude du glissement.

II.6.2 : Capillaires à section droite variable

Cas des sections droites ondulante

Plusieurs études ont été consacrées à l'influence que peut avoir la rugosité des parois d'un pore sur l'écoulement d'un fluide à seuil à travers ce dernier.

Parmi ces travaux Engin et al. (2004), ont simulé l'écoulement d'un fluide de Bingham à travers des micro-tubes. En utilisant un modèle rugueux de viscosité (viscosité apparente dépendant de la position dans le conduit) pour tenir compte de la rugosité des parois. Leurs résultats de simulations ont montré que les pertes de charge sont beaucoup plus importantes que celles attendues en utilisant le modèle de viscosité classique de Bingham. Par ailleurs, ils ont observé que l'écart entre les profils de vitesse obtenus dépendait du seuil d'écoulement du fluide. La même année, Frigaard et Rayan (2004) ont développé une solution asymptotique pour l'écoulement de Poiseuille d'un fluide de Bingham à travers un conduit 2D, dans le cas où le rayon du conduit varie légèrement d'une longueur h suivant son axe telle qu'illustrée par la figure 27.

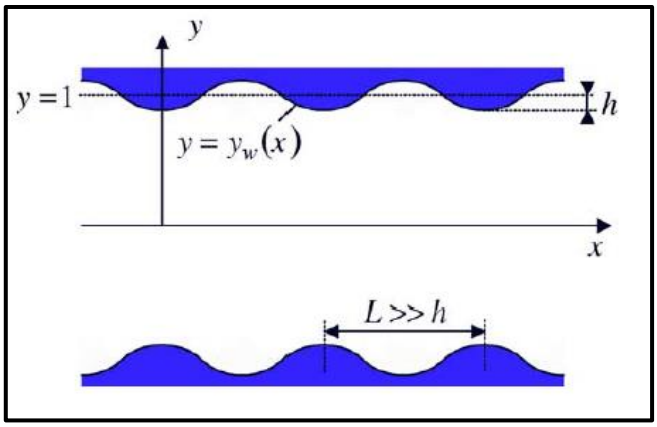


Figure 27: Schéma d'un capillaire de section droite faiblement ondulante (Frigaard et Rayan., 2004).

Le résultat majeur de cette étude a été la mise en évidence d'une longueur critique h_c en deçà de laquelle il est possible d'obtenir une solution asymptotique pour les profils de vitesses avec une zone centrale non-cisaillée intacte. En définissant le facteur de forme ξ comme le rapport entre h et le rayon du conduit, et B_i comme le rapport entre forces de seuil d'écoulement et forces visqueuses ils ont, entre autres, montré que la fonction $\frac{h_c}{h}$ variait peu avec h , et qu'elle atteignait un maximum pour $B_i = 5$.

Plus tard Putz et al. (2009) ont étudié numériquement l'écoulement de fluides de type Bingham à travers des capillaires dont la section varie de façon sinusoïdale. Leurs résultats ont tout d'abord confirmé ceux obtenus par Frigaard et Rayan (2004), à savoir l'existence d'une véritable zone bouchon pour une très faible amplitude de variation de la paroi du capillaire. Pour de grandes amplitudes de variation, la création de très fortes contraintes élongasionnelles qui entrainent une rupture de la zone solide présente au centre du capillaire, et la formation d'un « pseudo zone bouchon ». Dans cette situation, où les contraintes élongasionnelles sont prépondérantes, ces auteurs ont proposé une solution asymptotique pour décrire l'écoulement qui s'est révélé être en accord avec leurs résultats de simulation.

Récemment Roustaei et Frigaard (2013) ont mené une étude similaire à celle de Frigaard et Rayan (2004). Ils se sont particulièrement intéressés au cas où la perturbation de l'épaisseur du conduit dépasse la valeur critique h_c. Dans ce cas on observe des couches d'encrassement stationnaires au niveau des parois du conduit (Frigaard et Rayan 2004). Cet encrassement avait lieu sur une large gamme de valeurs de ξ et qu'il prenait de l'importance quand B_i augmentait. Plus récemment, Roustaei et al. (2016) ont étudié l'écoulement laminaire d'un fluide de Bingham à travers un conduit 2D aux parois rugueuses, matérialisant une fracture. L'aboutissement majeur de ce travail a été l'établissement d'une loi d'écoulement de type Darcy pour ce type de géométries. Cette étude a également montré que même dans des configurations d'écoulement complexes, il est possible d'obtenir des expressions analytiques fiables du gradient de pression initiateur de l'écoulement.

Ces trois travaux donnent un aperçu rapide du type d'études portant sur l'écoulement de fluides à seuil dans des capillaires de parois ondulantes. En effet, vu que ces géométries ne seront pas utilisées au cours de ce travail, il a été jugé non nécessaire de mentionner un grand nombre travaux à ce sujet.

Expansions et contactions

Dans la littérature plusieurs travaux ont été effectués afin de caractériser l'écoulement de fluides à seuil dans des contractions comme illustré par la Figure 28.

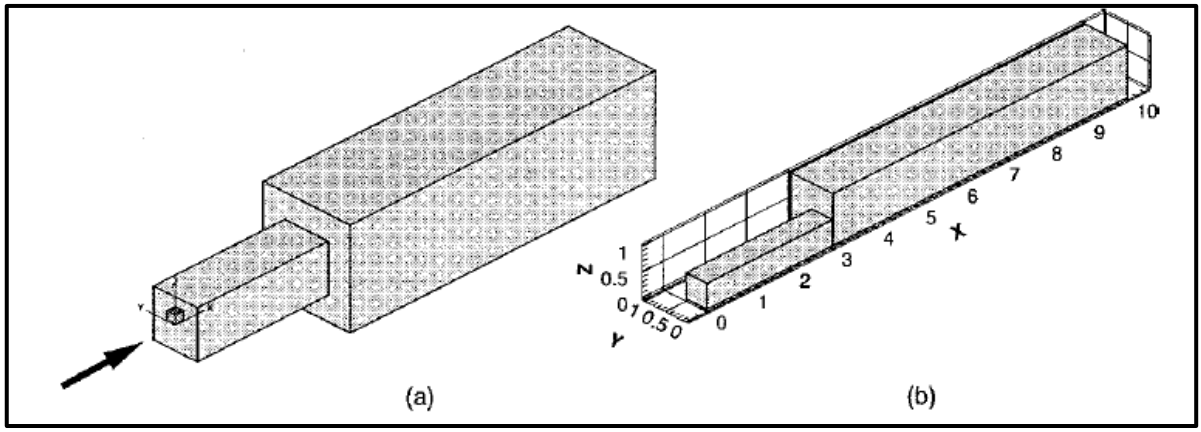


Figure 28: Schéma d'une expansion abrupte en 3D (a), et (b) du domaine choisi pour effectuer les simulations numériques (Burgos et Alexandrou 1999).

Même si ces contractions-expansions ne seront pas utilisées dans ce travail, il est important de les évoquer car dans une perspective d'amélioration de la technique YSM, ces structures seront une étape pour pouvoir modéliser un milieu poreux de façon très réaliste comme une succession de pore-throats et de pore-bodies.

Dans un premier temps, certains travaux effectués sur les fluides de type Bingham dans des contractions et/ou expansions sont présentés.

Parmi ces travaux, Abdali et Mitsoulis (1992) ont mené une étude numérique sur l'écoulement des fluides de Bingham (suivant le modèle régularisé de Papanastasiou 1987) à travers une contraction abrupte de rapport 4:1. En comparant la norme du tenseur de contraintes visqueuses au seuil d'écoulement du fluide, ils sont parvenu à caractériser avec précision la forme et l'étendue des régions de fluide solides et dynamiques (en écoulement). Par ailleurs le champ de pression obtenu leur a permis de calculer une correction d'entrée normalisée, qui physiquement correspond à la perte de charge additionnelle liée à la présence de contraction. Leurs résultats ont révélé que cette correction d'entrée augmentait avec le nombre de Bingham. Parallèlement, Alexandrou et al. (2001b) ont simulé l'entrée d'un fluide de Bingham (modèle régularisé de Papanastasiou 1987) dans une expansion 2D de rapport 5:1. Ils ont examiné l'importance relative des forces inertielles, de frottements visqueux et de résistance plastique sur

l'écoulement. Leurs résultats ont permis de distinguer cinq configurations d'écoulement en fonction du profil de remplissage de la cavité. En définissant le nombre de Saint-Venant comme le rapport B_i/Re, ces auteurs ont pu proposer une cartographie de ces différentes configurations d'écoulement. Comme rappelé par ces auteurs, ce type de cartographies est d'une grande importance lorsqu'il s'agit d'analyser la stabilité d'un processus d'injection de fluide à seuil dans un dispositif industriel.

Plus tard, Soto et al. (2010) ont étudié l'écoulement de fluides de Bingham à travers une expansion de rapport 1: 4 en effectuant des simulations numériques utilisant la méthode des moindres carrés de Galerkin. En explorant des nombres de Reynolds allant de 0.2 à 100, ces auteurs ont montré que cette méthode numérique était stable et efficace pour décrire la morphologie des surfaces limites d'écoulement jusqu'à de très grands nombres de Reynolds. De leur côté Tang et al. (2011) ont utilisé la méthode de Lattice Boltzman (LBM) pour simuler l'écoulement de fluides de Bingham en utilisant la régularisation de Papanastasiou (1987). Ces auteurs ont tout d'abord proposé une méthode permettant de déterminer le paramètre de régularisation m , avant de valider l'approche numérique LBM en retrouvant les résultats analytiques dans le cas d'une géométrie 2D. En effectuant de nombreuses simulations dans des expansions de rapport 2:1 (Re allant de 1 à 200, Bi allant de 0 à 3500), et en comparant les résultats à ceux présentés dans la littérature, ces auteurs ont confirmé l'aptitude de l'approche numérique LBM à décrire de façon précise ce type d'écoulements.

Récemment, Malvault et al. (2017) ont simulé l'écoulement de fluides de type Bingham dans des expansions/contractions (aussi bien abruptes que sinusoïdales), de sections droites circulaires, carrée et triangulaire. Le même travail a été effectué pour des capillaires rectilignes ayant les mêmes formes de section droite. En comparant les débits volumiques obtenus numériquement à ceux obtenus expérimentalement dans la littérature, ces auteurs ont mis en évidence que le fait d'inclure le caractère convergent-divergent des capillaires rendait le modèle beaucoup plus représentatif d'un milieu poreux réel que le modèle classique du faisceau des capillaires rectilignes. Enfin, dans une étude presque similaire, Marly et Vigneaux (2017) ont effectué des simulations numériques d'écoulements de fluides de type Bingham dans des géométries composées d'une expansion suivie d'une contraction, en utilisant un couplage entre méthode des différences finies (pour la discrétisation de l'espace) et méthode du Lagrangien augmenté (ALM, pour la résolution de l'écoulement). En comparant leurs résultats avec ceux obtenus expérimentalement par Chevalier et al. (2013) et Luu et al. (2015), ces auteurs ont démontré que ces simulations pouvaient capturer tous les aspects de l'écoulement observés en laboratoire tels que l'évolution de la vitesse de la zone bouchon dans le conduit d'entrée.

Par ailleurs, plusieurs auteurs se sont intéressés à l'écoulement de fluides à seuil de type Herschel-Bulkely dans des contractions et/ou expansions.

Parmi eux, Burgos et Alexandrou (1999) ont étudié numériquement l'écoulement non-stationnaire de fluides d'Herschel-Bulkley (modèle régularisé de Papanastasiou 1987) à travers une expansion abrupte 3D, de rapport d'expansion 2:1. Leurs résultats ont révélé qu'au cours de l'évolution de l'écoulement, il se forme deux zones rigides dynamiques au centre du conduit,

ainsi que des zones rigides statiques dans les coins de l'expansion. Leurs résultats ont également mis en évidence une diminution de l'étendue des zones rigides (selon l'axe perpendiculaire à l'écoulement) avec le gradient de pression et le nombre de Reynolds (R_e), et une augmentation de cette étendue avec l'indice de fluidité. Pour finir, ces travaux ont montré qu'une fois le régime stationnaire établi, le débit volumique augmente avec le gradient de pression, le nombre de Reynolds ainsi que l'indice de fluidité. Alexandrou et al. (2001a) ont conduit une étude similaire à celle de Burgos et Alexandrou (1999), mais cette fois-ci en régime stationnaire, et pour des rapports de contraction 2:1 et 4:1. Hormis la position de la surface limite d'écoulement, dans cette étude ces auteurs se sont intéressés à l'évolution des zones de recirculation présentes aux extrémités de l'expansion, en fonction des nombres de Bingham (Bi), du Reynolds (Re) et de l'indice de fluidité. Ce travail a révélé que la formation et la destruction des structures d'écoulement (zones rigides statiques, dynamiques, vortex de recirculation) était fortement dépendants des valeurs du couple (Bi,Re).

De leur côté Jay et al. (2002) ont mené une étude numérique sur l'écoulement de fluides à seuil d'Herschel-Bulkley à travers des contractions planaires 2D. Ces auteurs ont étudié l'influence de l'indice de fluidité n, du rapport de contraction (8:1 ,4:1, 2:1), et de l'angle de contraction (entre 20° et 90°) sur la structure globale de l'écoulement (étendue des zones mortes et des zones en écoulement). Cette étude a été réalisée pour des valeurs du nombre de Bingham Bi allant de 0 à 100. Leurs résultats ont révélé que lorsque B_i augmente, l'étendue des zones bouchon et des zones mortes augmente considérablement. Ces auteurs ont également mis en évidence l'existence d'une structure intermédiaire entre le vortex et les zones rigides statiques (vitesse du fluide nulle). Finalement leur étude a révélé que pour des B_i inférieurs à 0.1, la perte de pression entre l'entrée et la sortie de la géométrie était quasiment constante.

Plus tard Mitsoulis (2007) a tout d'abord fait un bilan des modèles rhéologiques de fluides à seuil (Bingham, Casson, Herschel-Bulkley), et des régularisations qui ont été formulées afin de pallier à leurs discontinuités originelles. Ensuite il a proposé une revue de problèmes classiques portant sur les écoulements de fluides à seuil. Cette étude regroupe aussi bien des écoulements à travers des expansions et contractions, qu'autour d'une sphère ou d'un cylindre. Pour chacune de ces géométries récurrentes, la forme et l'étendue des régions de fluide en mouvement et de celles rigides ont étés analysés en fonction du nombre de Bingham. Ces résultats révèlent que la pluspart des phénomènes viscoplastiques intéressants ont lieu pour des B_i compris entre 0 et 10. Par ailleurs, cet auteur a noté que le modèle régularisé de Papanastasiou s'était imposé comme l'approche de référence pour décrire le comportement des fluides à seuil, et ceci notamment pour sa formulation simple et la qualité des résultats qu'il permet d'obtenir en terme de description de la structure globale de l'écoulement quelle que soit la géométrie considérée.

De Souza Mendes et al. (2007) quant à eux ont simulé l'écoulement en régime stationnaire à travers une géométrie axisymétrique composée d'une expansion abrupte suivie d'une contraction abrupte. Le modèle décrivant la rhéologie du fluide a été celui proposé par de Souza Mendes et Dutra (2004). Leurs résultats ont révélé que l'écoulement était gouverné par cinq paramètres dont deux rhéologiques (l'indice de fluidité et un taux de cisaillement normalisé), deux paramètres géométriques (fonctions des longueurs et des rayons des compartiments de la géométrie), et une contrainte normalisée τ^*_R . En définissant l'efficacité du déplacement comme

le rapport du volume de fluide mobile dans la cavité centrale au volume totale de la géométrie, leurs résultats ont montré que cette grandeur augmentait nettement avec τ^*_R , moins nettement avec le « Jump number » J (équation 2.36), et qu'elle diminuait avec n. Ces auteurs ont également réalisé des expériences d'écoulement d'une solution aqueuse de Carbopol à différentes concentrations à travers la même géométrie. La comparaison entre les résultats expérimentaux et ceux des simulations a notamment révélé que l'amplitude du champ de contrainte au niveau de la surface seuil d'écoulement était supérieure à la contrainte seuil du fluide.

Plus récemment, Hermany et al. (2013) ont simulé l'écoulement stationnaire d'un fluide à seuil à travers une géométrie 2D composée d'une expansion abrupte suivie d'une contraction abrupte. Le modèle rhéologique utilisé pour décrire le comportement du fluide était celui proposé par de Souza Mendes et Dutra (2004). Cette étude a révélé que la topographie de la surface seuil d'écoulement était fortement liée à l'inertie du fluide et au seuil d'écoulement, et très peu dépendante de l'indice du caractère rhéofluidifiant du fluide.

Bien que dans certains de ces travaux les effets inertiels de l'écoulement du fluide ont été investigués, il est important de rappeler que dans ce travail, on se placera toujours dans le cas d'écoulements rampants à très faibles nombres de Reynolds.

II.7 : Écoulements de fluides à seuil dans les milieux poreux

Dans la littérature, plusieurs auteurs se sont intéressés à l'écoulement de fluides à seuil dans des milieux poreux réels. Pour ce faire, deux approches sont souvent adoptées: la première consiste à réaliser des expériences directes sur un milieu poreux; la seconde consiste à extraire la structure du milieu à l'aide des techniques d'imageries et à construire des modèles numériques correspondants (coupe 2D ou réseau de pores 3D), puis à réaliser des simulations numériques d'écoulements dans ces milieux modèles. Ci-après des travaux s'inscrivant dans l'une ou l'autre de ces deux approches sont résumés.

Balhoff et al. (2004) ont étudié numériquement les écoulements de fluides à seuil à travers des empilements de billes compactes. Au terme de cette étude un modèle d'écoulement a été proposé, c'est à dire une relation vitesse de filtration-gradient de pression. La comparaison des prédictions de ce modèle à celui du faisceau des capillaires parallèles a montré des différences importantes, principalement liées aux complexités additionnelles (connectivité, géométries convergentes et divergentes) prises en compte par le modèle de réseau poreux. Par ailleurs leurs résultats de simulations se sont révélés en adéquation avec des données expérimentales présentes dans la littérature, et ce uniquement pour certains fluides à seuil. Le fait que certains résultats de simulation diffèrent des résultats expérimentaux serait la preuve selon ces auteurs, que des phénomènes tels que l'adsorption ont été importants lors des expériences prises pour effectuer la comparaison. Ces auteurs ont par ailleurs conclu que les résultats de cette étude peuvent être généralisés pour des fluides d'Herschel-Bulkley, et à des milieux poreux réels non consolidés.

Chen et al. (2005) ont étudié la mise en mouvement puis l'écoulement de fluides de type Bingham en milieu poreux. En utilisant l'algorithme d'invasion percolation avec mémoire (IPM), ces auteurs ont proposé des relations macroscopiques reliant le gradient de pression imposé et le débit volumique tenant compte de la microstucture du micromodèle ainsi que de la configuration des régions de fluide en écoulement.

Plus tard Sochi et Blunt (2008) ont réalisé des simulations numériques d'écoulement de fluides de type Herschel-Bulkley à travers deux réseaux de pores hétérogènes représentant un milieu sableux non consolidé et un grès de Berea. Afin de valider leur modèle et d'évaluer ses capacités de prédiction, des comparaisons ont été faites entre leurs résultats de simulation et des données expérimentales disponibles dans la littérature. Dans la plupart des cas, leurs simulations étaient en accord avec ces données expérimentales. Toutefois les écarts observés dans certains cas sont, selon ces auteurs, dus à des phénomènes physiques tels que l'adsorption qui interviennent au cours des expériences mais qui ne sont pas pris en compte dans les modèles de réseaux de pores. Par ailleurs, ces auteurs ont implémenté deux algorithmes (« IPM » Invasion Percolation Memory et « PMP » Path of Minimum Pressure) afin de prédire la pression minimale d'écoulement dans le réseau de pores. D'un point de vue numérique, l'algorithme PMP s'est révélé plus rapide que l'algorithme IPM. Concernant le seuil d'écoulement dans le réseau de pores correspondant à l'empilement de grains de sable, leurs résultats ont révélé que les deux algorithmes donnaient quasiment les mêmes prédictions qui étaient très proches du résultat numérique. Toutefois pour l'échantillon de Berea, ces auteurs ont rapporté que les prédictions de ces deux algorithmes ont donné un gradient de pression seuil d'écoulement plus faible que la valeur obtenue expérimentalement.

Sochi (2010a) a développé, implémenté et testé un modèle de simulation pour l'écoulement des fluides à seuil dans des réseaux de pores décrivant aussi bien des milieux poreux homogènes qu'hétérogènes. Cet auteur a réutilisé deux algorithmes « IPM » et « PMP » qui prédisent tous deux une pression seuil d'écoulement inférieure aux résultats expérimentaux présents dans la littérature. Dans cette étude, Sochi a évalué l'aptitude de la théorie de la percolation à prédire la pression seuil d'écoulement. Au regard de la comparaison non satisfaisante entre les résultats de simulations et ceux présentés dans la littérature, il a conclu que la théorie de la percolation était trop simpliste pour décrire l'écoulement des fluides à seuil en milieu poreux. Selon cet auteur, la modélisation de l'écoulement des fluides à seuil en milieu poreux reste un problème très complexe, car elle dépend aussi bien du modèle rhéologique utilisé, de la description de l'espace poreux, et de la façon avec laquelle on modélise le phénomène de seuil d'écoulement.

Ce même auteur (Sochi 2010b) a proposé une revue des quatre approches permettant de décrire l'écoulement de fluides à seuil en milieu poreux, à savoir les modèles continus, le modèle des capillaires parallèles, les méthodes numériques, et la modélisation de réseaux de pores. Il a conclu que cette dernière approche était la plus réaliste car permettant de prédire la structure globale de l'écoulement dans de nombreuses situations. Toutefois l'amélioration des techniques et des stratégies de modélisation demeure nécessaire, notamment pour affiner la description de l'espace poreux, et pour détailler davantage la description de la physique de l'écoulement à l'échelle du pore. Balhoff et al. (2012) ont utilisé un modèle de réseaux de pores afin d'évaluer la précision et la performance des algorithmes de résolution d'écoulements de fluides à seuil en

milieu poreux. Ils se sont notamment intéressés à la convergence des algorithmes de résolution des équations constitutives, et à l'importance des facteurs tels que la relaxation sur la résolution des systèmes non-linéaires. Dans cette optique, pour le cas des fluides à seuil, ces auteurs ont développé un nouvel algorithme (Méthode du Jacobien Variable) plus rapide et plus robuste que les algorithmes classiques (itération par point fixe, méthode de Newton). Le résultat majeur de leurs travaux était que contrairement à Sochi (2010b), le gradient de pression seuil estimé par l'algorithme IPM est exactement celui que fournissent leurs résultats de simulations.

Batthad et al. (2011) ont utilisé des images tomographiques de trois milieux poreux différents (empilements aléatoire de sphères, de grains de sable et de cylindres) pour générer 4 réseaux de pores pour chacun de ces milieux, avec pour chaque cas une très grande variabilité de la densité de pores (sur deux ordres de grandeur) et donc de la connectivité du réseau. Leurs résultats ont prouvé que pour chacun milieu poreux, malgré la grande variation de la densité de pores entre les 4 réseaux, la perméabilité prédite en utilisant les quatre modèles était quasiment identiques. Selon ces auteurs, cette consistance est liée au fait que chacun des réseaux de pore est physiquement représentatif du milieu poreux réel. D'autre part leurs résultats ont montré que les courbes de pression capillaire générées par drainage quasi-statique étaient plus sensibles au réseau de pores que la perméabilité. Pour finir, cette étude a révélé que les distributions en tailles de pores obtenues à partir des courbes de pression capillaires étaient cohérentes pour chacun des milieux étudiés, et ce malgré la différence entre les réseaux de pores utilisés. Ce dernier résultat est d'autant plus intéressant qu'on observe une croissance importante du nombre d'algorithmes permettant d'extraire des réseaux de pores à partir d'images de tomographie (Batthad et al. 2011).

Talon et Bauer (2013) ont réalisé des simulations d'écoulement de fluides de Bingham à travers un milieu poreux 2D reconstruit de manière stochastique. L'apport principal de ce travail réside dans l'utilisation d'un schéma numérique « TRT » (Two Relaxation Time) qui permet de pallier les erreurs et les instabilités numériques généralement rencontrées lors des simulations d'écoulements de fluides à seuil dans des réseaux pores, en utilisant les méthodes de résolution de type Lattice-Boltzmann (LBM). Cette étude a abouti à la détermination d'une loi de Darcy généralisée. Leurs résultats de simulation ont révélé l'existence de trois régimes d'écoulement en fonction de la fraction de fluide en mouvement. Un premier régime correspondant au cas où le fluide ne s'écoule que dans un unique chenal à travers le milieu poreux, cas où la loi d'écoulement est une relation de type Poiseuille; un deuxième régime au cours duquel l'accroissement du gradient de pression entraîne la création de nouveaux chemins d'écoulement , et au cours duquel la relation entre le débit d'écoulement et le gradient de pression effectif est de la forme $Q \propto \left(\widetilde{\nabla}P - \widetilde{\nabla}P_{crit}\right)^2$; et enfin un troisième régime correspondant à la situation où le fluide s'écoule dans la quasi-totalité de l'espace poreux, et pour lequel $Q \propto \left(\widetilde{\nabla}P - \widetilde{\nabla}P_{crit}\right)^1$.

Récemment Bleyer et Coussot (2014) se sont intéressés au caractère viscoplastique de l'écoulement dans un milieu poreux modèle 2D, au sein duquel les pores sont des conduits séparant des disques vides. Pour ce faire ils ont étudié des écoulements laminaires de fluides Newtoniens et viscoplastiques. Leurs résultats ont montré que pour une distance entre les

disques suffisamment faible, le champ de vitesse est similaire pour les deux types de fluides, et ceci pour une large gamme de gradients de pression imposés. Par ailleurs, la fraction de fluides au repos dans le cas du fluide à seuil restait négligeable même à faible gradient de pression, conduisant à l'impossibilité de mettre en évidence l'effet du caractère viscoplastique du fluide sur l'écoulement dans des géométries de ce type. Des observations similaires avaient été faites par Chevalier et al. (2013a). En effet à partir de mesures de NMR, ils ont montré que le champ de vitesse obtenu lors de l'écoulement d'un fluide à seuil au sein d'un milieu poreux de forte connectivité, était similaire à celui obtenu lors de l'écoulement d'un fluide Newtonien dans le même milieu. Dans la même perspective, Chevalier et al. (2015) se sont intéressé à l'origine du régime quadratique mis en évidence par Talon et al. (2013). Pour ce faire ils ont étudié numériquement l'écoulement d'un fluide de Bingham à travers un milieu poreux en $2D$. Leurs résultats ont montré que ce régime quadratique pouvait s'expliquer par les propriétés statistiques des zones où le fluide reste rigide.

Récemment, Shahsavari et McKinley (2016) ont mené une étude théorique et numérique d'écoulements de fluides de type Herschel-Bulkley en milieux poreux fibreux illustré par la figure 29.

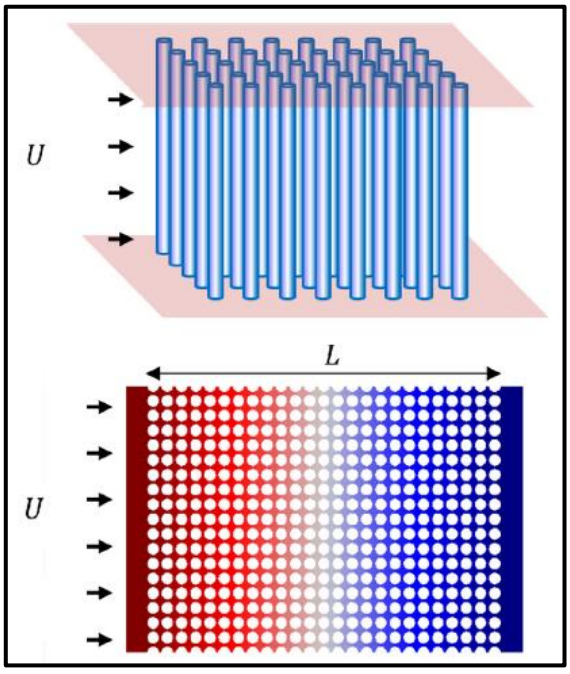


Figure 29: Milieux poreux fibreux investigué dans l'étude de Shahsavari et Mckinley (2016).

Ces auteurs se sont particulièrement intéressés aux caractéristiques de l'écoulement à l'échelle du pore, et aux effets des propriétés rhéologiques des fluides et des paramètres géométriques du milieu. Leurs résultats ont notamment révélé que le nombre de Bingham critique dépendait de la porosité du milieu. Par ailleurs ce travail a vu le développement d'un modèle d'upsaling permettant de décrire les caractéristiques macroscopiques de l'écoulement, incorporant la porosité et la rhéologie du fluide. Comme reporté par ces auteurs, ce modèle s'est avéré fiable pour la prédiction de la relation vitesse/perte de charge sur de larges gammes du nombre de

Bingham, d'indices de fluidité et de porosités du milieu. Enfin le résultat majeur de ce travail a été le développement d'une loi de Darcy généralisée pour l'écoulement de fluides de type Herschel-Bulkley dans ce type de configurations géométriques, et exprimée comme suit :

$$\frac{\Delta P}{L} = \alpha_g \frac{\tau_0}{d_p} + \beta_n \left(\frac{k\,\bar{U}^n}{d_p^{n+1}}\right) \tag{2.60}$$

$$\text{avec} \quad \alpha_g = \frac{\sqrt{\varphi}}{0.32\left(\sqrt{\frac{b_g}{1-\varphi}} - \sqrt{b_g}\right)} \quad \text{et} \quad \beta_n = \frac{2^n \sqrt{b_g^n \varphi\,(1-\varphi)^{n+1}}}{0.32\left(\sqrt{b_g} - \sqrt{1-\varphi}\right)^{2n+1}} \tag{2.61}$$

où b_g est un paramètre géométrique qui dépend de l'arrangement de fibres, qui vaut $\pi/4$ pour un arrangement en forme de carré, et $b_g = \pi/2\sqrt{3}$ pour un arrangement hexagonal.

Comme rappelé par ces auteurs, le paramètre α_g correspond à la contribution du seuil d'écoulement à la perte de charge et ne dépend que du milieu poreux ; tandis que le paramètre β_n correspond à la contribution de la contrainte visqueuse, et dépend aussi bien de la configuration du milieu que de l'indice de fluidité n.

Pour finir, certains auteurs se sont intéressés à l'établissement de lois d'écoulement macroscopiques des fluides à seuil dans des milieux consolidés. Parmi eux, Chevalier et al. (2013) ont effectué des expériences d'écoulement de fluides à seuil (émulsion et carbopol) à travers des empilements de billes de verre de différentes tailles. Cette étude a abouti à une loi de Darcy pour ces empilements, s'exprimant comme suit :

$$\nabla P = \frac{\chi.\tau_0}{d_p} + \frac{\omega k\left(\frac{\bar{U}}{d_p}\right)^n}{d_p} \tag{2.62}$$

où , d_p est le diamètre des billes, χ et ω sont deux paramètres dépendant de la structure interne du milieu, qui selon ces auteurs sont universels. Ces auteurs ont par ailleurs conclu que sous certaines conditions cette relation pouvait être transposée à tout type de milieu poreux.

Récemment, Rodriguez de Castro (2019) a réalisé des expériences d'écoulement de solutions de xanthan dans quatre empilements de billes monodisperses de diamètres d_p de 1mm, 3mm, 4mm et 5mm. Afin de dériver une loi macroscopique de l'écoulement dans ces empilements, cet auteur est parti de la définition du taux de cisaillement moyen dans un milieu poreux (Chauveteau et Zaitoun 1981, Chauveteau 1982) :

$$\dot{\gamma}_{app} = \frac{4.\beta\left(\frac{\bar{U}}{\varphi}\right)}{\bar{r}} = \frac{\beta\left(\sqrt{2}\,\bar{U}\right)}{\sqrt{K\,\varphi}} \tag{2.63}$$

où β est un facteur empirique qui dépend de la rhéologie du fluide dans le milieu poreux et de la tortuosité de l'empilement de billes (Chauveteau 1982, Sorbie et al. 1989).

Par analogie au modèle d'Herschel-Bulkley (équation 2.31), cet auteur a tout d'abord exprimé la viscosité équivalente du fluide dans le milieu poreux comme suit

$$\eta_{app} = \frac{\tau_0\sqrt{K\,\varphi}}{\beta\,\sqrt{2}.\overline{U}} + k\left(\frac{\beta\,(\sqrt{2}\,\overline{U})}{\sqrt{K\,\varphi}}\right)^{n-1} \tag{2.64}$$

Puis, en effectuant quelques transformations mathématiques, il est parvenu à une équation différentielle exprimant β en fonction de la vitesse moyenne de l'écoulement $\overline{U}$:

$$\beta = \frac{\beta_N}{\bar{r}}\frac{2\sqrt{2}\,\sqrt{K}}{3\sqrt{\varphi}}\left(2 + \frac{\beta\left(\tau_0 + 2^{\frac{n}{2}}\,k\left(\beta\left(\frac{\overline{U}}{\sqrt{K\,\varphi}}\right)^n\right)\right)}{2^{\frac{n}{2}}\,k\,n\,\beta\left(\frac{\overline{U}}{\sqrt{K\,\varphi}}\right)^n - 2\overline{U}\left(\tau_0 - 2^{\frac{n}{2}}\,k(n-1)\beta\left(\frac{\overline{U}}{\sqrt{K\,\varphi}}\right)^n\right)\frac{\partial\beta}{\partial\overline{U}}}\right) \tag{2.65}$$

où β_N est la valeur du facteur β lors de l'écoulement d'un fluide Newtonien, et vaut $\beta_N = 0.69$ pour des billes sphériques (Christopher et Middleman, 1985 ; Shenoy, 1994).

La résolution numérique de cette équation différentielle sur l'intervalle des vitesses imposées lors des expériences, permet d'obtenir une valeur de β qui peut ainsi être reconduite dans l'équation (2.63). En suivant cette procédure, Rodriguez de Castro (2019) a dérivé la loi macroscopique suivante :

$$\nabla P = \frac{\eta_{app}}{K}\overline{U} = \frac{C_1}{\beta} + C_2\beta^{n-1}\overline{U}^n \tag{2.66}$$

$$\text{avec} \quad C_1 = \frac{\tau_0\sqrt{\varphi}}{\sqrt{2}.\sqrt{K}} \quad \text{et} \quad C_2 = \frac{k}{K^{\frac{n+1}{2}}}\left(\frac{2}{\varphi}\right)^{\frac{n-1}{2}} \tag{2.67}$$

Les deux coefficients intervenant dans la loi de Chevalier et al. (2013a) sont alors exprimés comme suit :

$$\chi = \frac{\sqrt{\varphi}\,d_p}{\sqrt{2}\,\sqrt{K}\,\beta} \tag{2.68}$$

$$\omega = \frac{2^{\frac{n-1}{2}}}{\varphi^{\frac{n-1}{2}}\,K^{\frac{n+1}{2}}}\beta^{n-1}\,d_p^{n+1} \tag{2.69}$$

En faisant varier les débits d'injection pour chaque empilement, cet auteur a montré que les paramètres χ et ω intervenant dans la loi de Darcy de Chevalier et al. (2013a) n'étaient pas

universels. En effet ces paramètres dépendent d'un régime d'écoulement (constants à forts débits), et variables à faibles débits. Au regard de ce qui précède, il ressort que l'approche proposée par Rodriguez de Castro (2019) a l'avantage de ne faire intervenir aucun paramètre ajustable, et par conséquent d'être facilement extensible à d'autres empilements de billes monodisperses.

Enfin, Bauer et al. (2019) ont réalisé des expériences d'écoulement de solutions de Carbopol, dans un échantillon de grès, ainsi que des simulations en 3D d'écoulement de ces fluides à seuil dans deux empilements de billes de type cubique faces centrées et aléatoires. Leurs résultats numériques et expérimentaux ont montré que la loi macroscopique de l'écoulement était de forme :

$$Q^n = \propto (\Delta P - \Delta P_{crit}) \tag{2.70}$$

où ΔP_{crit} est une différence de pression critique en deçà duquel le fluide ne s'écoule pas. L'analyse de leurs résultats a par ailleurs révélé qu'il existait deux pressions critiques : celle en deçà de laquelle il n'y a pas d'écoulement P_{crit}, et la valeur P_{crit}^{∞} obtenue en effectuant une régression des données $Q(\nabla P)$ sur la plage des plus grands gradients de pression. Ces auteurs (Bauer et al. 2019) ont par ailleurs observé et justifié que pour des milieux hétérogènes, $P_{crit} > P_{crit}^{\infty}$, et dans le cas de l'empilement régulier, ces deux valeurs pouvaient être égales. En outre, ce travail a également révélé l'existence de trois régimes d'écoulement préalablement observés par Talon et Bauer (2013) lors de l'écoulement en 2D de fluides de type Bingham. Finalement, les résultats de cette étude ont révélé que l'existence même des différents régimes d'écoulements dépendait du désordre du milieu poreux étudié (Bauer et al., 2019).

Pour clôturer cette revue bibliographique, il est important de préciser qu'au cours de ce travail, aucune expérience d'écoulement de fluides à seuil dans des empilements de billes de verre ne sera réalisée. De même, aucune simulation d'écoulements de fluides en seuil en utilisant des réseaux de pore ne sera faite. Ces aspects ont simplement été mentionnés pour donner un aperçu de la diversité des travaux portant sur les fluides à seuil.

Le chapitre III de ce manuscrit regroupe les contributions à la porosimétrie par injection de fluides à seuil (YSM) qui ont été apportées durant cette thèse, portant respectivement sur le modèle de milieux poreux considéré et sur la méthode d'inversion des données $Q(\nabla P)$. Certains des éléments de cette revue bibliographique seront utilisés lors de la discussion des résultats qui seront présentés dans les chapitres III, IV et V.

CHAPITRE III : CONTRIBUTION A L'AMELIORATION DE LA TECHNIQUE YSM

III.1 : Contribution portant sur le modèle du faisceau de capillaires parallèles

Comme il a été mentionné dès l'introduction de ce manuscrit, l'un des objectifs de ce travail est d'étudier l'impact de la forme des sections droites des capillaires sur les distributions en tailles de pores obtenues par YSM. Pour cette raison, le premier volet de ce travail a consisté à étudier l'écoulement des fluides à seuil dans des capillaires rectilignes de section droite non-circulaire. L'objectif de ce travail était d'établir des relations empiriques reliant le débit volumique d'écoulement au gradient de pression à travers les capillaires, et qui permettrait de se passer de simulations numériques coûteuses généralement effectuées pour obtenir de tels résultats (Malvault et al. 2017).

Le point de départ de ce volet a été le travail de Saramito et Roquet (2001), et leur équation (2.56) reliant la vitesse moyenne de l'écoulement $\overline{U}$ au gradient de pression pour l'écoulement d'un fluide de Bingham dans un capillaire rectiligne de section droite carrée. Afin d'étendre leur approche à des sections droites triangulaires et rectangulaires, il est nécessaire de rappeler des résultats sur l'écoulement de fluides Newtoniens dans des capillaires de section droite non-circulaires.

III.1.1 : Écoulements de fluides Newtoniens dans des capillaires rectilignes

Patzek et Silin (2001) ont étudié ce type d'écoulements en résolvant les équations du mouvement dans des capillaires rectilignes ayant pour sections droites un rectangle ou encore un triangle équilatéral comme respectivement illustré par les figures 30 et 31. Pour ces deux géométries, ces auteurs rappellent que les expressions analytiques des profils de vitesse sont respectivement :

$$U_{x_3}(x_1, x_2) = \frac{\nabla P}{2\eta}\left[a^2 - {x_2}^2 + \frac{32a^2}{\pi^3}\sum_{j=0}^{\infty}\frac{(-1)^{j+1}\cosh\left(\frac{a_j x_1}{a}\right)\cos\left(\frac{a_j x_2}{a}\right)}{(2j+1)^3\cosh(\varepsilon\, a_j)}\right] \qquad (3.1)$$

où $a_j = \left(\frac{\pi}{2}\right)(2j+1)$, et $\varepsilon = \frac{a}{b}$ est le rapport d'aspect de la section droite($a \leq b$), et

$$U_{x_3}(x_1, x_2) = \frac{a^2 .\nabla P}{12\eta}\left[\left(1 - \frac{x_1}{a}\right)\left(\frac{x_1}{a} - \sqrt{3}\frac{x_2}{a} + 2\right)\left(\frac{x_1}{a} + \sqrt{3}\frac{x_2}{a} + 2\right)\right] \qquad (3.2)$$

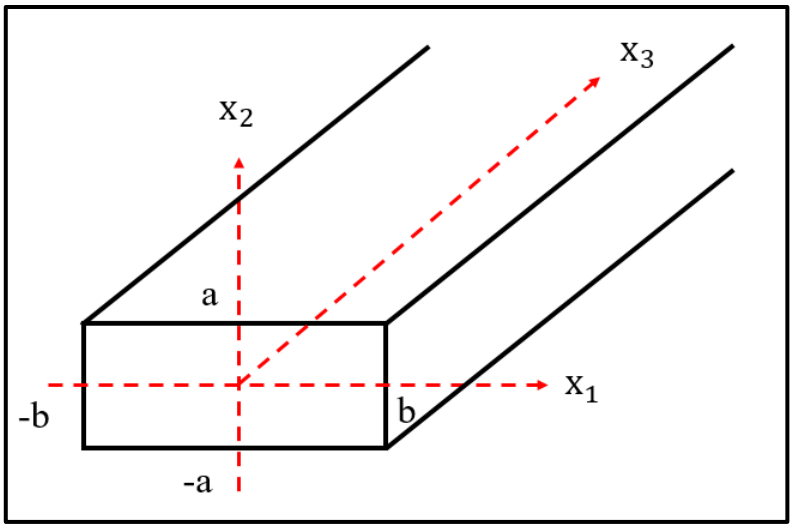


Figure 30: Schéma de la section droite en forme de rectangle d'un capillaire rectiligne

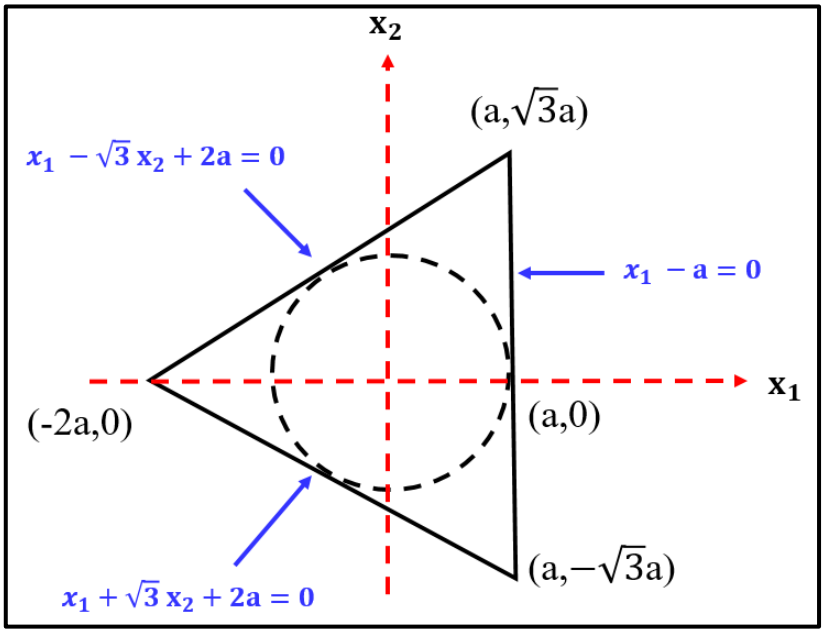


Figure 31: Schéma d'une section droite en forme de triangle équilatéral d'un capillaire.

Ainsi, la relation Q(∇P) entre le débit volumique et le gradient de pression d'un fluide Newtonien dans des capillaires rectilignes de sections droites rectangulaire et triangulaire, obtenues par l'intégration de ces profils de vitesse sur la section droite sont respectivement :

$$\overline{U} = \frac{Q}{S_{pipe}} = \frac{a^2 \nabla P}{8\eta}\left[\frac{8}{3} - 16\,\varepsilon \sum_{j=0}^{\infty} \frac{\tanh(a_j)}{a_j^5}\right] \qquad (3.3)$$

où S_{pipe} est la surface de la section droite, et :

$$\overline{U} = \frac{Q}{S_{pipe}} = \left(\frac{3}{20}\right)\frac{a^2 \nabla P}{\eta} = \frac{a^2 \nabla P}{8\eta}\left(\frac{6}{5}\right) \tag{3.4}$$

Rappelons ici que la relation de Poiseuille, qui donne la vitesse moyenne d'écoulement d'un fluide Newtonien dans un capillaire rectiligne de section circulaire s'écrit :

$$\overline{U} = \frac{Q}{S_{pipe}} = \frac{a^2 \nabla P}{8\eta} \tag{3.5}$$

Ainsi, les équations 3.3 et 3.4 montrent que le débit d'écoulement d'un fluide Newtonien dans un capillaire de section droite rectangulaire (triangulaire) est le produit entre le débit dans un capillaire de section droite circulaire, par un facteur indépendant de la rhéologie du fluide (ici sa viscosité dynamique η). Ci-après, pour les sections droites rectangulaires et triangulaires, ces deux facteurs de forme sont respectivement:

$$C_R(\varepsilon) = \frac{8}{3} - 16\,\varepsilon \sum_{j=0}^{\infty} \left(\frac{1}{a_j^5}\right)\left(\tanh\left(\frac{a_j}{\varepsilon}\right)\right) \tag{3.6}$$

et

$$C_T = \frac{6}{5} \tag{3.7}$$

Pour une section droite carrée ($\varepsilon = 1$), $C_R(\varepsilon)$ se réduit au facteur de forme C_S utilisé par Saramito et Roquet (2001) et rappelé dans l'équation (2.57).

III.1.2 : Écoulement de fluides de type Bingham

Soit un fluide de Bingham en écoulement dans un capillaire de section droite circulaire de rayon a. Comme l'ont fait Saramito et Roquet (2001), il est possible de définir une vitesse caractéristique de cet écoulement U^* et le nombre de Bingham respectivement par :

$$U^* = \frac{a^2 \nabla P}{2k} = \frac{a\tau_w}{k} \quad \text{avec } \tau_w = \frac{a\,\nabla P}{2} \tag{3.8}$$

et

$$B_i = \frac{\tau_0}{\tau_w} = \frac{2\tau_0}{a\,\nabla P} \tag{3.9}$$

Avec ces notations, en partant de la formule de Rabinowitch-Mooney, l'expression de la vitesse moyenne adimensionnée du fluide peut alors s'écrire comme :

$$\frac{\bar{U}}{U^*} = \frac{1}{4}\left[1 - \frac{4}{3}B_i + \frac{1}{3}B_i^4\right] \tag{3.10}$$

Ainsi l'analogie hydraulique (équation 2.56) faite par Saramito et Roquet (2001), consiste à exprimer le débit volumique d'un fluide de Bingham dans un capillaire de section droite carré comme le produit de deux termes :

- un facteur de forme C_{forme} qui tient compte de la non-circularité de la section droite ;
- un terme ayant une forme similaire au membre droit de l'équation (3.10), à la seule différence qu'il fait intervenir le nombre de Bingham critique à travers le quotient B_i/B_{ic}.

$$\frac{\bar{U}}{U^*} = \frac{C_{forme}}{4}\left[1 - \frac{4}{3}\frac{B_i}{B_{ic}} + \frac{1}{3}\left(\frac{B_i}{B_{ic}}\right)^4\right] \tag{3.11}$$

B_{ic} est la valeur limite de B_i au-delà de laquelle le fluide ne s'écoule plus dans le conduit, et a été évalué numériquement à 1.07 par Saramito et Roquet (2001) en réalisant plusieurs simulations numériques. Pour le cas d'un fluide Newtonion ($B_i = 0$), l'équation (3.11) devant être identique à l'équation 3.3 (pour $\varepsilon = 1$), il s'ensuit que pour une section droite carrée, la valeur de C_{forme} est égale à celle de C_S (équation 2.56).

Extension à d'autres formes de section droite

Dans cette étude, cette approche par analogie hydraulique est étendue à des sections droites triangulaires et rectangulaires. Les facteurs de forme étant déjà connus (équations 3.6 et 3.7), il reste à déterminer des nombres de Bingham critiques pour chacune de ces sections droites. Pour ce faire, au lieu de les évaluer en réalisant de nombreuses simulations numériques comme l'ont fait Saramito et Roquet (2001), ces deux facteurs sont déterminés de manière heuristique.

En effet, en partant de la condition générale d'écoulement des fluides à seuil (équation 2.55) analytiquement dérivée par Mosolov et Miasnikov (1965, 1966, 1967), et de la définition de B_i adoptée (3.9) par Saramito et Roquet (2001), le nombre de Bingham critique pour une section droite dont a est le rayon du cercle inscrit s'écrit :

$$B_{ic} = \frac{2l^*}{a} \tag{3.12}$$

où l'expression de l^* a été analytiquement dérivée par Mosolov et Miasnikov (1965, 1966, 1967) pour différentes formes de sections droites. Pour les formes rectangulaires et triangulaires, l^* vaut respectivement :

$$l^* = \frac{ab}{a + b + \sqrt{(a-b)^2 + \pi ab}} \tag{3.13}$$

$$l^* = \frac{3a}{3 + \sqrt{\pi\sqrt{3}}} \tag{3.14}$$

Ainsi,

$$B_{ic}^{R}(\varepsilon) = \frac{4}{1 + \varepsilon + \sqrt{\pi\varepsilon + (\varepsilon - 1)^2}} \tag{3.15}$$

$$B_{ic}^{T} = \frac{6}{3 + \sqrt{\pi\sqrt{3}}} \tag{3.16}$$

Sur la base de ces considérations, et en suivant la même analogie hydraulique de Saramito et Roquet (2001), les relations empiriques (3.17) et (3.18) sont proposées pour l'écoulement des fluides de type Bingham dans des capillaires rectilignes de sections droites rectangulaires et triangulaires.

$$\frac{\bar{U}}{U^*} = \frac{C_R(\varepsilon)}{4}\left[1 - \frac{4}{3}\frac{B_i}{B_{ic}(\varepsilon)} + \frac{1}{3}\left(\frac{B_i}{B_{ic}(\varepsilon)}\right)^4\right] \tag{3.17}$$

$$\frac{\bar{U}}{U^*} = \frac{C_T}{4}\left[1 - \frac{4}{3}\frac{B_i}{B_{ic}^{T}} + \frac{1}{3}\left(\frac{B_i}{B_{ic}^{T}}\right)^4\right] \tag{3.18}$$

Avant d'aborder la confrontation des prédictions de ces formules aux résultats de simulation numérique, soulignons que pour $\varepsilon = 1$, l'équation (3.17) redonne celle proposée et validée par Saramito et Roquet (2001) pour une section droite carrée (équation 2.56).

Évaluation par simulations numériques

Afin d'évaluer la fiabilité des formules (3.17) et (3.18), des simulations numériques d'écoulements de fluides de type Bingham dans des capillaires de section droite triangulaire et rectangulaires de différents rapports d'aspects ont été réalisées, et les résultats sont présentés dans cette section. Par ailleurs, pour la section droite triangulaire, les prédictions de la formule (3.18) sont comparées à des résultats présentés dans la littérature (Malvault et al., 2017).

Validation de la procédure de simulation

OpenFOAM est un logiciel de simulations numériques gratuit, et développé en langage de programmation C++. Ce code de calcul dispose de plusieurs solveurs permettant de traiter un très large éventail de problèmes de mécanique des fluides, en résolvant les équations du

mouvement par la méthode des volumes finis. Afin de simuler les écoulements stationnaires de fluides à seuil, le solveur simpleFOAM qui utilise l'algorithme SIMPLE (Semi-Implicit Pressure Linked Equations) a été choisi. Cet algorithme permet de résoudre les équations de Navier-Stokes et de continuité par un couplage itératif, jusqu'à ce que des critères de convergence préalablement fixés par l'utilisateur soient atteints (Patankar, 1980 ; Ferziger et Peric, 1997).
La résolution des équations du mouvement nécessite de choisir un solveur pour la résolution du champ de vitesse, et un autre pour le champ de pression. Vu le nombre très important de solveurs disponibles dans OpenFOAM (et donc de combinaisons de solveurs possibles), les choix des deux solveurs ont été faits en suivant les recommandations donnés dans des tutoriels et celles d'utilisateurs expérimentés sur le forum OpenFOAM. Ainsi, pour toutes les simulations réalisées, le champ de vitesse a été résolu par le solveur GAMG (Geometric Algebric Multigrid) associé à un smoother GaussSeidel, et celui de pression par le solveur PBiCG (Preconditioned Bi-Conjugate Gradient) en utilisant comme pré conditionneur DILU (Diagonal-based Incomplete LU). Pour la résolution du champ de pression, les tolérances absolues et relatives sont respectivement fixées à 10^{-6} et 10^{-3}. Quant à celles pour le champ de pression, elles sont respectivement fixées à 10^{-8} et 10^{-5}.

On considère l'écoulement isotherme, stationnaire, incompressible d'un fluide de Bingham à faibles nombre de Reynolds dans des capillaires rectilignes de section droite triangulaire et rectangulaire. Pour chaque géométrie, la condition de non-glissement du fluide aux parois des capillaires est appliquée ($\vec{U} = \vec{0}$). Une différence de pression constante est fixée entre l'entrée et la sortie du capillaire ($P_{inlet} = P_i$ and $P_{outlet} = 0$ Pa), et une condition de flux du vecteur vitesse nul est imposée à l'entrée et à la sortie du capillaire ($\nabla\vec{U}.\vec{n}$), avec $\vec{n}$ le vecteur unitaire dirigé vers l'extérieur du domaine. Dans ces conditions, l'écoulement est décrit par les équations de Navier-Stokes et celle de continuité qui, en négligeant les forces de gravité s'écrivent :

$$\begin{cases} \rho\vec{U}.\nabla\vec{U} = \nabla\cdot\underline{\underline{\tau}} - \nabla P \\ \nabla\cdot\vec{U} = 0 \end{cases} \tag{3.19}$$

où le tenseur des contraintes $\underline{\underline{\tau}}$ est donné par l'équation (2.26). Par ailleurs, comme dans l'étude de Saramito et Roquet (2001), le nombre de Reynolds est défini par :

$$Re = \frac{\rho\bar{U}^{2-n}(2a)^n}{k} \tag{3.20}$$

Afin de modéliser le comportement rhéologique du fluide, le modèle régularisé de Papanastasiou (1987) est adopté (équation 2.31), et pour éviter tout problème de divergence, le taux de cisaillement $\dot{\gamma}_{min}$ intervenant dans l'équation (2.32) est fixé à 2.10^{-14}. Ce modèle rhéologique a tout d'abord été implémenté dans OpenFOAM.

Afin de valider la procédure de simulation, les résultats théoriques connus pour l'écoulement des fluides à seuil dans des capillaires de section droite circulaire ont tout d'abord été vérifié. La figure 32 montre la comparaison entre profil de vitesse théorique et simulé, pour un fluide à seuil de type Herschel-Bulkley. Les paramètres rhéologiques utilisés pour ce cas sont ceux d'une solution de carbopol caractérisée par Chevalier et al. (2012), à savoir $\tau_0 = 78$ Pa, $k = 33$ Pa. $s^{0.36}$ et $n = 0.36$ et le paramètre de régularisation m vaut 10000 s. Sur cette figure 32, la moyenne des erreurs relatives par rapport aux vitesses théoriques est de 0.04 %

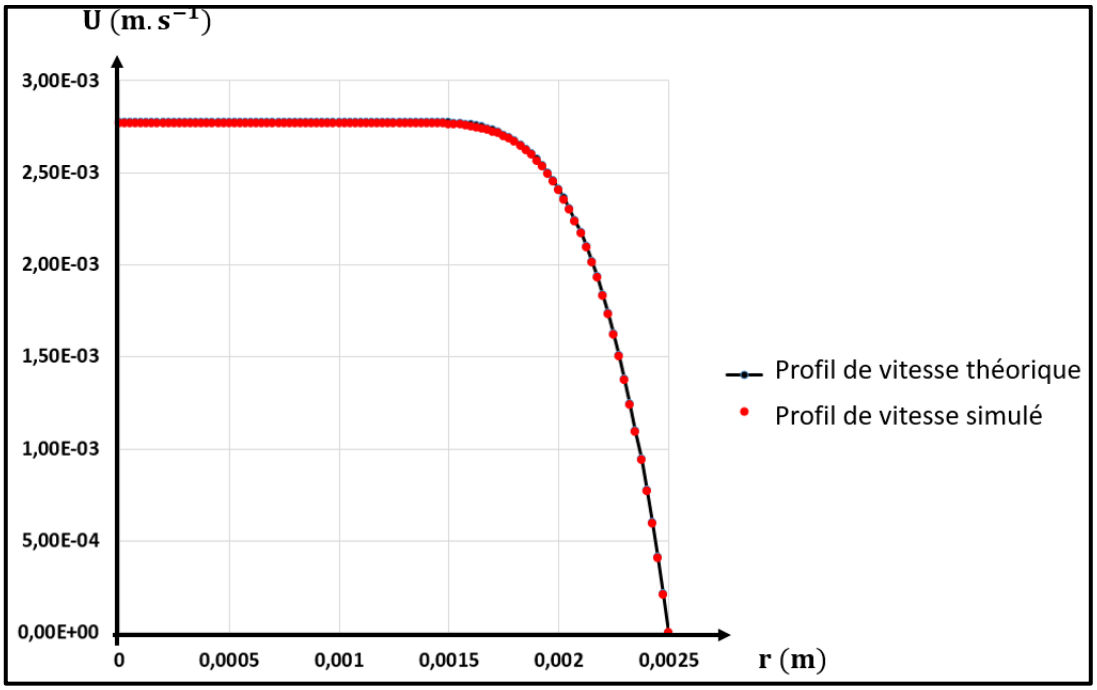


Figure 32: Comparaison entre profiles de vitesse théoriques et simulés pour l'écoulement d'une solution de carbopol ($\tau_0 = 78$ Pa, $n = 0.36$ et $k = 33$ Pa. $s^{0.36}$) dans un capillaire de section droite circulaire.

Écoulements dans des capillaires de section droite non-circulaire

Dans cette section, on considère un fluide de type Bingham ayant comme paramètres rhéologiques $\tau_0 = 1$ Pa, $n = 1$ et $k = 1$ Pa. s. Comme il a été rappelé dans le chapitre 2, le choix de la valeur du paramètre de régularisation m est fondamental lorsqu'on utilise la régularisation de Papanastasiou (1987). Dans ce travail, ce choix a été fait en se basant sur l'approche de Tang et al. (2011). Pour les fluides de type Bingham, partant de l'expression régularisée de la viscosité effective (équation 2.35), ces auteurs suggèrent de définir la valeur de m en se basant sur le rapport M entre la limite de la viscosité effective du fluide quand le taux de cisaillement tend vers 0, et celle lorsque le taux de cisaillement tend vers ∞ :

$$M = \frac{m\tau_0}{k} \tag{3.21}$$

Compte tenu des définitions de B_i et R_e (équations 3.9 et 3.20) adoptées dans cette étude, l'équation 3.21 peut être réécrite comme :

$$m = M \frac{4\,\rho \bar{U}}{B_i\, R_e\, \nabla P} \tag{3.22}$$

Suite à la phase de validation effectuée pour des capillaires de section droite circulaire, la valeur M=1000 a été retenue pour tous les résultats présentés ci-après. Pour toutes les géométries, le gradient de pression est fixé à $\nabla P = 5000\ \mathrm{Pa.m^{-1}}$. Ainsi, différentes valeurs de B_i sont explorées en faisant varier la valeur de la contrainte seuil τ_0. Cette approche est similaire à celle adoptée par Tang et al. (2011). Le tableau 1 présente les différentes valeurs de contraintes seuil du fluide, les valeurs de B_i correspondantes (équation 3.9) et celles de m calculées par l'équation (3.22). Les valeurs du nombre de Reynolds (équation 3.20) explorés en prenant ces valeurs de contraintes seuil vont de $R_e = 1.3 \times 10^{-3}$ (pour $B_i = 0.02$) à $R_e = 2.57 \times 10^{-5}$ pour $B_i = 0.9$.

τ_0 (Pa)	0.05	0.1	0.5	1	1.3	1.7	2	2.25
B_i	0.02	0.04	0.2	0.4	0.52	0.68	0.8	0.9
m (s)	20000	10000	2000	1000	769.231	588.235	500	444.44

Tableau 1 : Valeurs de contraintes seuil et du paramètre de régularisation correspondant pour les 8 valeurs du nombre de Bingham investiguées.

Par ailleurs, pour chaque géométrie, une étude de l'influence du maillage a été réalisée, et est présentée en Annexe D. Par conséquent, les résultats présentés dans les paragraphes suivants peuvent être considérés indépendants du maillage. Pour chaque géométrie, on s'intéresse principalement à la comparaison entre les valeurs des débits volumiques obtenues par simulations numériques, et les prédictions des formules empiriques 3.17 et 3.18. Pour ce faire, comme effectué par Malvault et al. (2017), tous les débits sont normalisés par la quantité $q_c = a^3 \left(\frac{\tau_0}{k}\right)^{\frac{1}{n}}$, et les gradients de pression par la quantité $\nabla P_c = \tau_0/a$.

Capillaires de section droite triangulaire

On considère premièrement l'écoulement dans des capillaires de sections droites triangulaires. La valeur de B_{ic}^{T} dans ce cas (équation 3.16) vaut environ 1.125. La figure 33 illustre la convergence du débit volumique pour chacune des valeurs de B_i (Tableau 1). Rappelons que dans ce travail, on s'intéresse principalement au débit volumique dans les capillaires, et non aux détails de la structure de l'écoulement telle que la topographie des surfaces limites d'écoulement. Toutefois il est utile d'illustrer cette structure et de rappeler son évolution en fonction de la valeur de B_i. Sur la figure 34, la zone bouchon centrale ($\dot{\gamma} = 0$ et $U = U_{max}$) et les zones mortes périphériques ($\dot{\gamma} = 0$ et $U = 0$) sont représentées en bleu, tandis que les zones de fluide cisaillé sont représentées en vert.

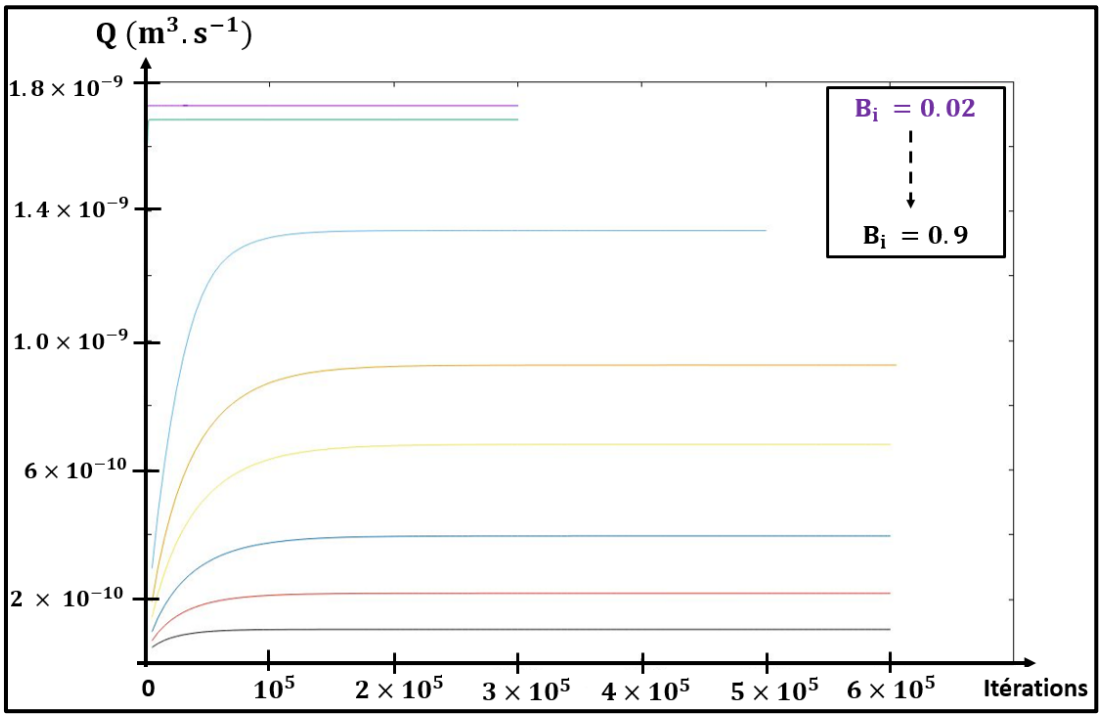


Figure 33: Courbes de convergence pour l'écoulement de fluides de Bingham (k = 1 Pa.s) dans un capillaire de section droite triangulaire, pour des valeurs de B_i allant de 0.02 à 0.9.

Il est important de rappeler qu'avec ce modèle rhéologique régularisé (équation 2.35), les zones mortes et la zone bouchon sont en réalité des zones très faiblement cisaillées dans lesquelles la viscosité du fluide est très grande (Zhu et al., 2005 ; Panaseti et Georgiou 2017).

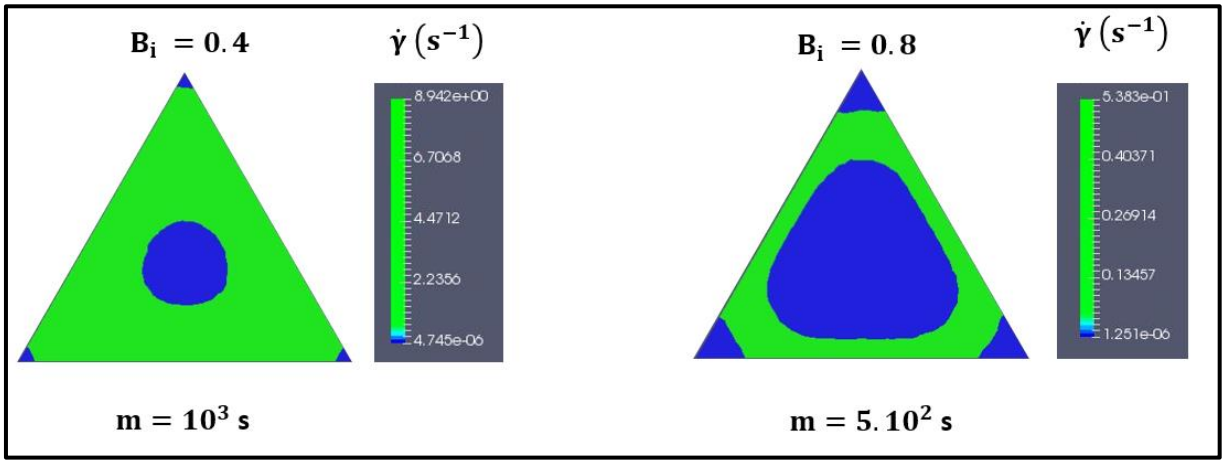


Figure 34: Amplitude du taux de cisaillement (s^{-1}) lors de l'écoulement d'un fluide de Bingham ($k = 1$ Pa. s) dans un capillaire de section droite triangulaire, pour deux valeurs de Bi. En vert, les zones fortement cisaillées, et en bleu celles très faiblement cisaillées en translation linéaire (bouchon) ou au repos (mortes).

Cette figure 34 montre que lorsque la valeur de B_i croit, la zone fortement cisaillée se réduit au profit de celles très faiblement cisaillée, qui progressivement occupe une surface importante du conduit jusqu'à son obturation attendue pour $B_i = B_{ic}$.
La figure 35 présente une comparaison entre les prédictions de la formule empirique (3.18) en jaune, et les résultats de simulations récemment publiés par Malvault et al. (2017) en noir. Sur cette figure, les points rouges correspondent aux simulations effectuées lors de ce travail, marqués de A à H pour les valeurs de B_i allant de 0.02 à 0.9. Comme on peut le voir, la formule empirique proposée prédit bien ces résultats de simulation, et ce sur une large gamme de valeurs de B_i.

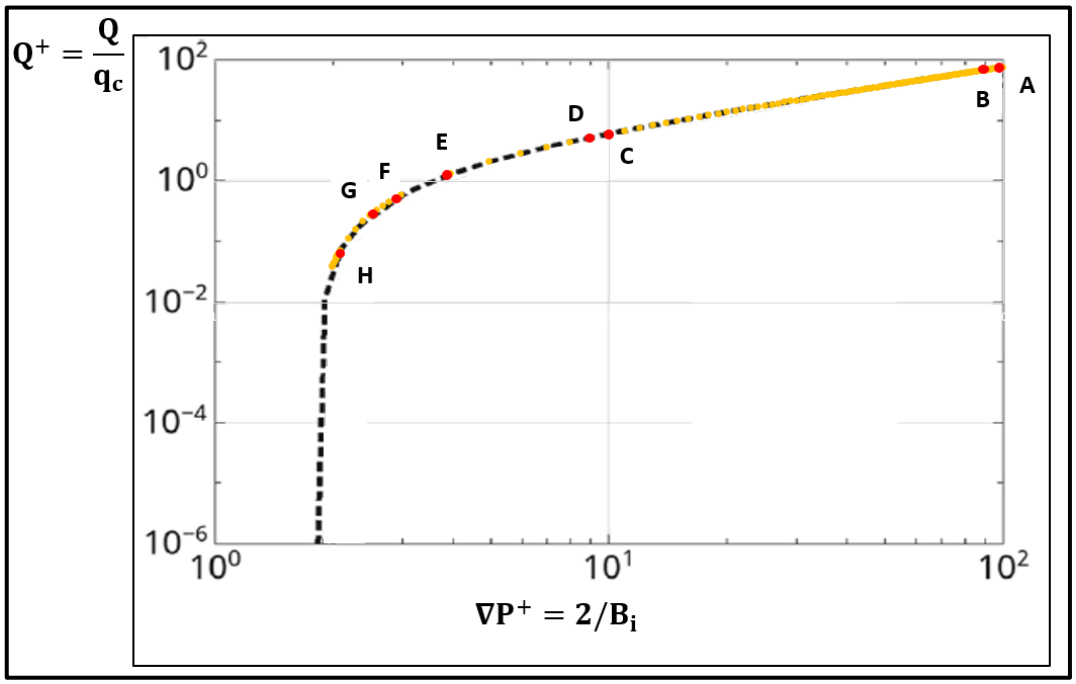


Figure 35: Débit volumique normalisé Q^+ en fonction du gradient de pression normalisé pour un fluide de Bingham fluid ($k = 1 Pa.s$) en écoulement dans un capillaire rectiligne de section droite triangulaire. En noir: simulations de Malvault et al. (2017); en jaune, les prédictions de l'équation 3.17; et en rouge les résultats numériques obtenus lors de de la présente étude.

Le Tableau 2 présente la comparaison entre débits simulés lors de cette étude et ceux prédits par la formule (3.18) pour différentes valeurs de B_i. La valeur du nombre de Bingham critique et celle du facteur de forme y sont également rappelées.

$B_{ic}^{T} = 1.125$ $C_T = 1.2$								
B_i	0.02	0.04	0.2	0.4	0.52	0.68	0.8	0.9
$Q^{+}_{empirique}$	38.05	18.56	2.97	1.035	0.598	0.274	0.1336	0.0606
$Q^{+}_{simulation}$	37.52	18.34	2.94	1.021	0.591	0.27	0.1317	0.0597
Erreur relative (%)	1.41	1.2	1.02	1.37	1.18	1.48	1.44	1.5

Tableau 2 : Comparaison entre débits simulés normalisés et ceux prédits par la formule empirique (3.18) pour l'écoulement de fluides de type Bingham (k = 1 Pa.s) dans un capillaire rectiligne de section droite triangulaire.

Comme on peut le voir, les erreurs relatives (par rapport aux valeurs simulées) sont inférieurs à 2 % dans tous les cas, et permet de conclure que les prédictions de la formule proposée sont acceptables sur la gamme des B_i investigués.

Capillaires de section droite rectangulaire

Dans un second temps, on s'intéresse à l'écoulement de fluides de Bingham dans des capillaires rectilignes de sections droites rectangulaires. Cinq valeurs de ε ont été investiguées : $1/2$, $1/3$, $1/4$, $1/7$ et $1/10$. Les figures 36 et 37 illustrent les courbes de convergence de débits volumiques respectivement obtenues pour $\varepsilon = 1/2$ et $\varepsilon = 1/3$.

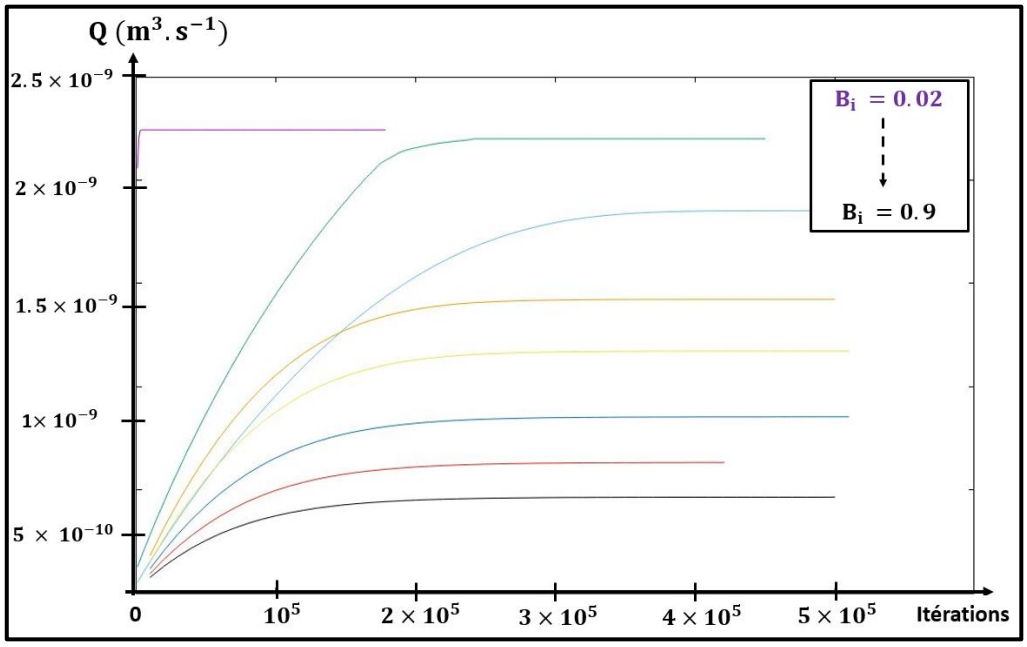


Figure 36: Courbes de convergence pour l'écoulement de fluides de Bingham (k = 1 Pa.s) dans un capillaire de section droite rectangulaire ($\varepsilon = 1/2$), pour des valeurs de B_i allant de 0.02 à 0.9.

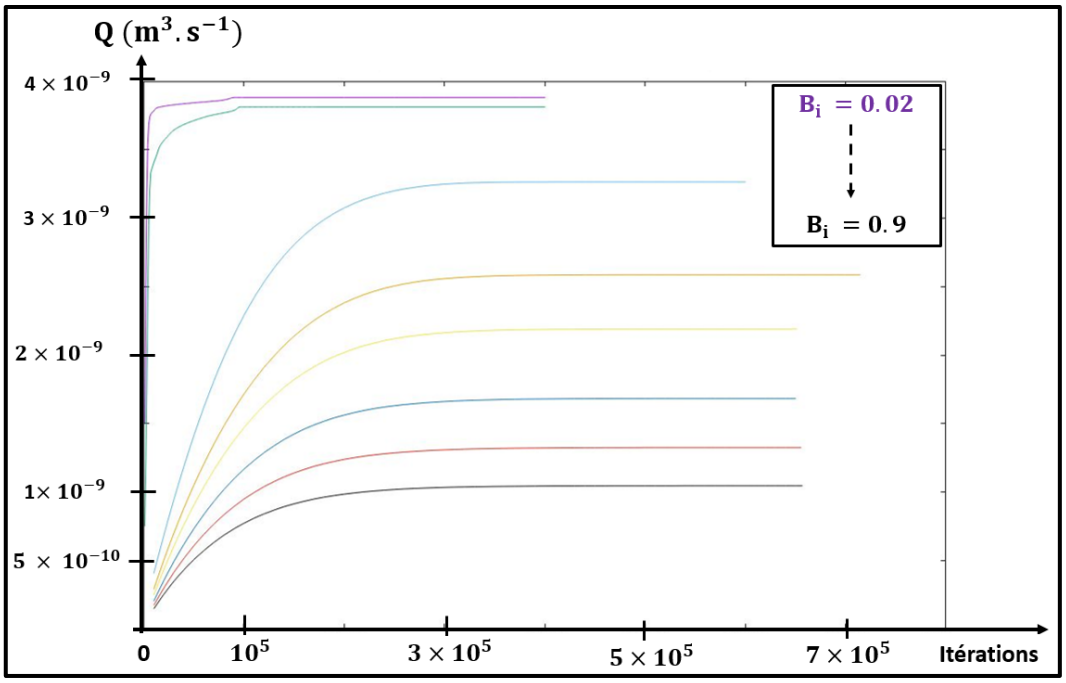


Figure 37: Courbes de convergence pour l'écoulement de fluides de Bingham (k = 1 Pa.s) dans un capillaire de section droite rectangulaire ($\varepsilon = 1/3$), pour des valeurs de B_i allant de 0.02 à 0.9.

Les figures 38 et 39 illustrent l'évolution de la structure de l'écoulement en fonction de B_i respectivement pour les rapports d'aspect $\varepsilon = 1/2$ et $\varepsilon = 1/4$. Le code de couleur étant le même que celui présenté avec des sections droites triangulaires. Ces figures illustrent bien les structures d'écoulement attendues pour ce type d'écoulement (Damianou et al., 2014, Damianou et Georgiou, 2014), c'est-à-dire des zones mortes et une zone de bouchon clairement identifiables, et dont l'étendue croit avec B_i jusqu'à l'obturation du conduit pour une valeur critique de B_i.

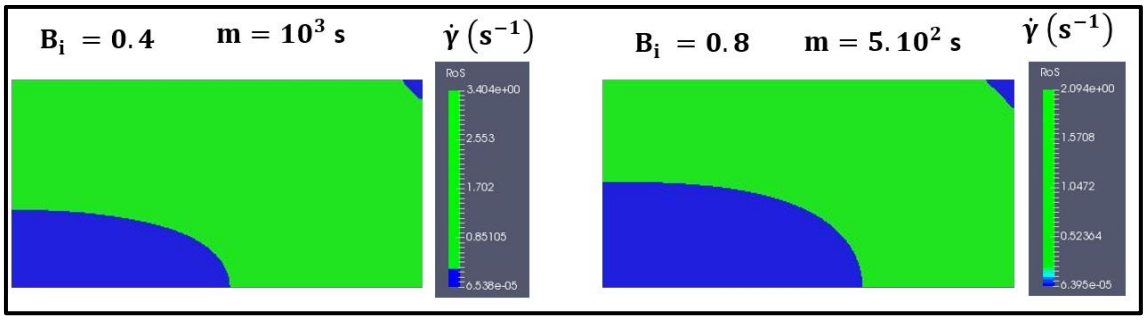


Figure 38 : Amplitude du taux de cisaillement (s^{-1}) lors de l'écoulement d'un fluide de Bingham ($k = 1$ Pa. s) dans un capillaire de section droite rectangulaire ($\varepsilon = 1/2$), pour deux valeurs de Bi. En vert, les zones fortement cisaillées, et en bleu celles très faiblement cisaillées en translation linéaire (bouchon) ou au repos (mortes).

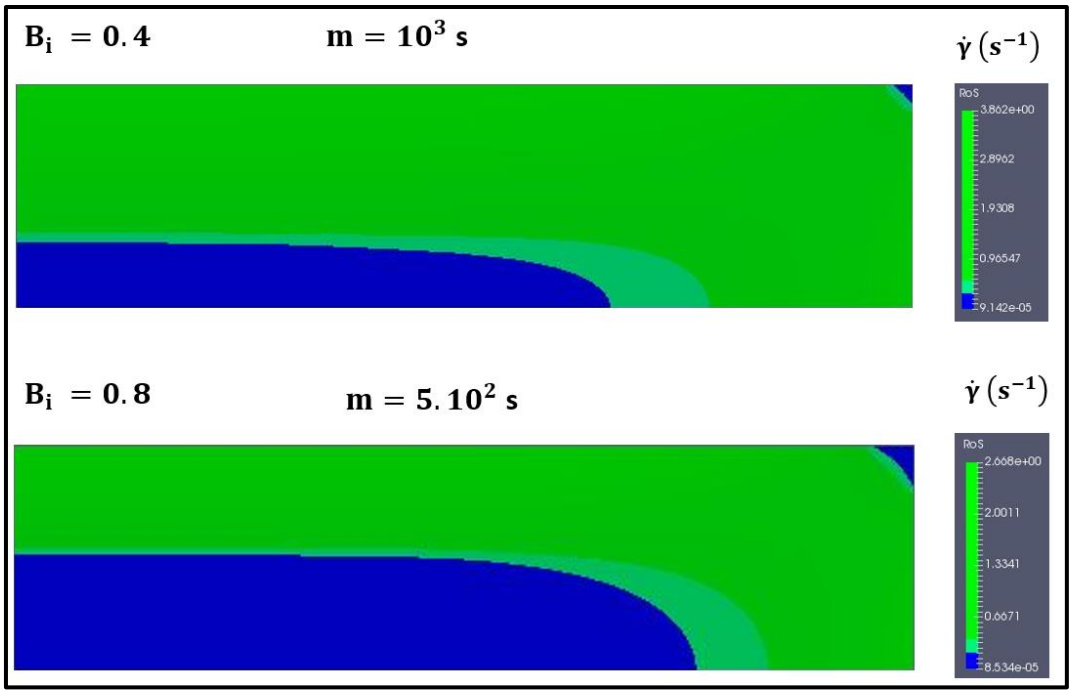


Figure 39: Amplitude du taux de cisaillement (s-1) lors de l'écoulement d'un fluide de Bingham (k =1 Pa.s) dans un capillaire de section droite rectangulaire $\varepsilon = 1/4$, pour deux valeurs de Bi. En vert, les zones fortement cisaillées, et en bleu celles très faible faiblement cisaillées en translation linéaire (bouchon) ou au repos (mortes).

Les tableaux 3 à 7 comparent les prédictions de l'équation (3.17) aux résultats de simulation obtenus. Les valeurs du nombre de Bingham critique $B_{ic}^{R}(\varepsilon)$ et du facteur de forme $C_R(\varepsilon)$ respectivement calculées par les équations 3.15 et 3.6 y sont également mentionnées.

$B_{ic}^{R}(\varepsilon = 1/2)$ =1.4038 $C_R\ (\varepsilon = 1/2)$ =1.8295								
B_i	0.02	0.04	0.2	0.4	0.52	0.68	0.8	0.9
$Q^{+}_{empirique}$	44.868	21.99	3.7056	1.4231	0.9014	0.501	0.3148	0.2048
$Q^{+}_{simulation}$	44.878	22.004	3.7058	1.4232	0.904	0.5023	0.3164	0.2067
Erreur relative (%)	0.02	0.0636	0.0054	0.007	0.3	0.26	0.508	0.919

Tableau 3 : Comparaison entre débits simulés normalisés et ceux prédits par la formule empirique (3.18) pour l'écoulement de fluides de type Bingham (k = 1 Pa.s) dans un capillaire rectiligne de section droite rectangulaire ($\varepsilon = 1/2$).

$B_{ic}^{R}(\varepsilon = 1/3) = 1.5658$ $C_R(\varepsilon = 1/3) = 2.1065$								
B_i	0.02	0.04	0.2	0.4	0.52	0.68	0.8	0.9
$Q^+_{empirique}$	77.6484	38.151	6.5547	2.61	1.705	1.0055	0.6744	0.4739
$Q^+_{simulation}$	77.6367	38.1296	6.5292	2.587	1.6855	0.9903	0.6625	0.465
Erreur relative (%)	0.01507	0.0561	0.39	0.89	1.16	1.535	1.8	1.91

Tableau 4 : Comparaison entre débits simulés normalisés et ceux prédits par la formule empirique (3.18) pour l'écoulement de fluides de type Bingham (k = 1 Pa.s) dans un capillaire rectiligne de section droite rectangulaire ($\varepsilon = 1/3$).

$B_{ic}^{R}(\varepsilon = 1/4) = 1.651$ $C_R(\varepsilon = 1/4) = 2.2465$								
B_i	0.02	0.04	0.2	0.4	0.52	0.68	0.8	0.9
$Q^+_{empirique}$	110.5196	54.357	9.4279	3.8171	2.5287	1.5293	1.0533	0.7627
$Q^+_{simulation}$	110.48	54.43	9.3632	3.7589	2.4764	1.4865	1.0183	0.7343
Erreur relative (%)	0.0358	0.13	0.69	1.55	2.11	2.87	3.32	3.86

Tableau 5 : Comparaison entre débits simulés normalisés et ceux prédits par la formule empirique (3.18) pour l'écoulement de fluides de type Bingham (k = 1 Pa.s) dans un capillaire rectiligne de section droite rectangulaire ($\varepsilon = 1/4$).

$B_{ic}(\varepsilon = 1/7) = 1.7931$ $C_R(\varepsilon = 1/7) = 2.4657$								
B_i	0.02	0.04	0.2	0.4	0.52	0.68	0.8	0.9
$Q^+_{empirique}$	212.54	104.666	18.3675	7.5878	5.109	3.1808	2.2564	1.6873
$Q^+_{simulation}$	209.02	102.82	17.8653	7.2734	4.8508	2.98	2.0924	1.5512
Erreur relative (%)	1.68	1.79	2.81	4.32	5.32	6.74	7.83	8.77

Tableau 6 : Comparaison entre débits simulés normalisés et ceux prédits par la formule empirique (3.18) pour l'écoulement de fluides de type Bingham (k = 1 Pa.s) dans un capillaire rectiligne de section droite rectangulaire ($\varepsilon = 1/7$).

$B_{ic}(\varepsilon = 1/10) = 1.8516 \qquad C_R\ (\varepsilon = 1/10) = 2.4986$								
B_i	0.02	0.04	0.2	0.4	0.52	0.68	0.8	0.9
$Q^+_{empirique}$	307.827	151.6645	26.7359	11.1296	7.5394	4.7437	3.40	2.5717
$Q^+_{simulation}$	307.82	151.66	26.3657	10.7869	7.2243	4.4733	3.1672	2.3697
Erreurs relatives (%)	0.0832	0.213	1.4	3.17	4.36	6.04	7.35	8.5

Tableau 7 : Comparaison entre débits simulés normalisés et ceux prédits par la formule empirique (3.18) pour l'écoulement de fluides de type Bingham (k = 1 Pa.s) dans un capillaire rectiligne de section droite rectangulaire ($\varepsilon = 1/10$).

Comme le montrent ces Tableaux, les prédictions de la formule empirique sont en très bon accord avec les résultats de simulations obtenus. En effet les erreurs relatives obtenues (par rapport aux résultats de simulation) sont dans tous les cas inférieurs à 9 %. Pour une valeur de ε donnée, en général les erreurs sont plus importantes pour les grandes valeurs de B_i , c'est-à-dire lorsque la proportion de régions fortement cisaillées et donc le débit d'écoulement sont les plus faibles. Par ailleurs, ces erreurs semblent augmenter au fur et à mesure que le rapport d'aspect de la section droite diminue. Avant de conclure cette section il est important de rappeler que les équations 3.17 et 3.18 ne sont pas exactes, mais bien des approximations. Par conséquent, les erreurs calculées proviennent non seulement du fait que ces formules soient empiriques, mais aussi du fait que les résultats de simulations sont eux aussi entachés d'erreurs notamment liées à la discrétisation des équations sur le domaine de calcul, et aux schémas numériques utilisés (Jasak, 1996 ; Roache, 1997). Toutefois, les résultats obtenus montrent que cette extension de l'analogie hydraulique initialement proposée par Saramito et Roquet (2001) à des sections droites triangulaire et rectangulaire fournit des prédictions de précision acceptable en terme de débit d'écoulement des fluides de type Bingham. Par ailleurs au cours de cette étude la valeur de l'indice de consistance a été fixée à 1 Pa. s (valeur utilisée par Malvautlt et al. 2017). Comme perspective de ce travail de simulation, il serait intéressant d'explorer d'autres valeurs de k pour savoir comment les erreurs obtenues varient avec ce paramètre.

Conclusion partielle

Pour conclure cette section, rappelons que des formules empiriques ont été proposées pour l'écoulement de fluides de type Bingham dans des capillaires rectilignes de sections droites triangulaires et rectangulaires. Ces formules ont été dérivées en adoptant une approche par analogie hydraulique initialement proposée par Saramito et Roquet (2001) pour l'écoulement des fluides de même type dans des capillaires de section droite carrée. Cette approche consiste à écrire le débit volumique (ou la vitesse moyenne d'écoulement) comme le produit de deux

termes : un facteur de forme C_{forme} tenant compte de la non-circularité de la section droite ; et un terme regroupant la rhéologie et l'amplitude de l'écoulement à travers le quotient B_i/B_{ic}. Les facteurs de forme C_T et $C_R(\varepsilon)$ proviennent des solutions analytiques d'écoulement des fluides Newtoniens dans des capillaires de section circulaire et non-circulaire. Les expressions des nombres de Bingham critiques pour les sections droites triangulaires B_{ic}^{T} et rectangulaires ont été formulées $B_{ic}^{R}(\varepsilon)$ à partir du rayon de courbure caractéristique de l'écoulement l^* analytiquement dérivé par Mosolov et Miasnikov (1965, 1966, 1967). La validité des relations empiriques $\overline{U}/U^*(B_i/B_{ic})$ proposées a ensuite été évaluée en effectuant des simulations numériques avec OpenFOAM. Dans le cas des sections droites rectangulaires, les résultats obtenus se sont révélé en bon accord avec les prédictions des formules proposées pour des faibles valeurs de B_i (erreurs relatives de l'ordre de 2 % par rapports aux simulations), et en moins bon accord pour les plus grandes valeurs de B_i (erreurs relatives par rapports aux simulations pouvant aller jusqu'à 9 %). Dans le cas d'une section droite triangulaire, les prédictions de la formule proposée se sont montrées en très bon accord avec des résultats obtenus par Malvault et al. (2017). Par conséquent, on peut avancer que les relations empiriques dérivées au cours de ce travail peuvent être utilisées pour estimer rapidement le débit volumique des fluides de Bingham dans ces géométries sans passer par des simulations numériques très couteuses en temps, à l'image de celles réalisées par Malvault et al. (2017).

III.1.3 : Écoulements de fluides de type Herschel-Bulkley

Cette section a pour objectif de proposer des relations $Q(\nabla P)$ empiriques pour l'écoulement de fluides à seuil de type Herschel-Bulkley dans des capillaires rectilignes dont la section droite est un carré et un triangle équilatéral. Pour des raisons de cohérences avec le cas des fluides de type Bingham, ces relations empiriques seront également exprimées sous la forme $\overline{U}/U^*(B_i/B_{ic})$.

Formulation des relations empiriques

Afin d'utiliser l'approche par analogie hydraulique décrite à la section précédente, et formuler des relations empiriques $\overline{U}/U^*(B_i/B_{ic})$ pour l'écoulement de fluides à seuil de type Herchel-Bulkley, il est nécessaire de disposer des valeurs du nombre de Bingham critique B_{ic} pour chaque section droite considérée. Pour ce faire, les travaux d'Huigol (2006) ont été utilisés comme point de départ.

En effet, en partant des travaux précurseurs de Mosolov et Miasnikov (1965, 1966, 1967), cet auteur a mathématiquement démontré que pour des capillaires rectilignes, lorsque la forme de la section droite admet un axe de symétrie, la valeur du rayon de courbure caractéristique l^* est indépendante du type de fluide à seuil considéré (Casson, Bingham ou Herschel-Bulkley). Ainsi, pour des capillaires dont la section droite est un carré ou un triangle équilatéral ou, les valeurs de B_{ic} sont prises identiques à celles utilisées pour les fluides de type Bingham, respectivement données par les équations 3.15 et 3.16. En effet dans cette approche empirique

par analogie au cas circulaire, quelle que soit la forme de la section droite du capillaire, les valeurs de B_{ic} et de l^* sont reliées par l'équation 3.12.

Par ailleurs, la formule de Rabinowitch-Mooney (équation 2.52) permet d'obtenir la relation $q(\nabla P)$ bien connue pour l'écoulement d'un fluide à seuil de type Herschel-Bulkley dans un caillaire rectiligne de section droite circulaire. Pour ce type de fluides à seuil, la vitesse caractéristique de l'écoulement U^*et le nombre de Bingham B_i peuvent respectivement être définis par les expressions (Alexandrou et al., 2001) :

$$U^* = \frac{a\left(\frac{a\nabla P}{2}\right)^{\frac{1}{n}}}{k^{\frac{1}{n}}} \tag{3.23}$$

$$B_i = \frac{\tau_0\, a^n}{k\, U^{*n}} \tag{3.24}$$

En partant de ces définitions, le débit $q(\nabla P)$ dans un capillaire de section droite circulaire peut s'écrire en termes de vitesse moyenne normalisée selon l'équation :

$$\frac{\bar{U}}{U^*} = (1 - B_i)^{\frac{1}{n}+1}\left[\frac{(1-B_i)^2}{3+\frac{1}{n}} + \frac{2B_i(1-B_i)}{3+\frac{1}{n}} + \frac{B_i^2}{1+\frac{1}{n}}\right] \tag{3.25}$$

Ensuite, en adoptant l'approche par analogie hydraulique introduite par Saramito et Roquet (2001) pour les fluides de type Bingham, l'équation 3.26 est proposée comme une généralisation empirique de l'équation (3.25) pour l'écoulement des fluides à seuil de type Herschel-Bulkley dans des capillaires de sections droites carrées et triangulaires :

$$\frac{\bar{U}}{U^*} = C_{forme}\cdot\left(1 - \frac{B_i}{B_{ic}}\right)^{\frac{1}{n}+1}\left[\frac{\left(1-\frac{B_i}{B_{ic}}\right)^2}{3+\frac{1}{n}} + \frac{2\frac{B_i}{B_{ic}}\left(1-\frac{B_i}{B_{ic}}\right)}{3+\frac{1}{n}} + \frac{\left(\frac{B_i}{B_{ic}}\right)^2}{1+\frac{1}{n}}\right] \tag{3.26}$$

où C_{forme} est le facteur de forme de la section droite considérée, et est égal à C_S pour la section droite carrée (équation 2.56), et à C_T pour une section droite triangulaire (équation 3.7). B_{ic} est le nombre de Bingham critique respectivement donné par les équations 3.15 et 3.16 pour les sections droites carrées et triangulaires.

Par ailleurs, pour $C_{forme} = 1$ et B_{ic} = 1, l'équation 3.26 redonne l'équation 3.25, et pour n=1, cette équation 3.26 pour une section droite carrée se réduit à celle proposée par Saramito et Roquet (2001) pour l'écoulement des fluides de type Bingham.

Comme pour les fluides de type Bingham, ces relations empiriques ont été évaluées en effectuant des simulations numériques avec le logiciel OpenFOAM. Ces simulations ont été effectuées dans des capillaires rectilignes de sections droites carrées et triangulaires, en résolvant les équations de Stokes et de continuité :

$$\begin{cases} \nabla \cdot \underline{\underline{\tau}} - \nabla P = 0 \\ \nabla \cdot \vec{U} = 0 \end{cases} \tag{3.27}$$

Tout comme pour les fluides de type Bingham, le solveur simpleFOAM a été utilisé, et la rhéologie du fluide a été modélisée en adoptant le modèle régularisé (équation 2.26).

Le champ de vitesse a été résolu avec le solveur "Smoothsolver" d'OpenFOAM associé au smoother GaussSeidel, et celui de pression par le solveur GAMG associé au smoother GaussSeidel. Pour la résolution du champ de pression, les tolérances absolues et relatives ont respectivement été fixées à 10^{-6} et 10^{-3}. Quant à celles pour le champ de pression, elles ont respectivement été fixées à 10^{-8} et 10^{-5}.

En outre, au cours de ces simulations, les propriétés rhéologiques du fluide ont été fixées à $\tau_0 = 1$ Pa, $n = 0.6$ et $k = 1$ Pa. $s^{0.6}$, et différents gradients de pression étaient imposés afin de faire varier la valeur du nombre de Bingham B_i (équation 3.24). La figure 40 montre la comparaison entre des rhéogrammes obtenus d'une part avec le modèle d'Herschel-Bulkley originel, et d'autre part avec le modèle régularisé (équation 2.31) pour différentes valeurs de m.

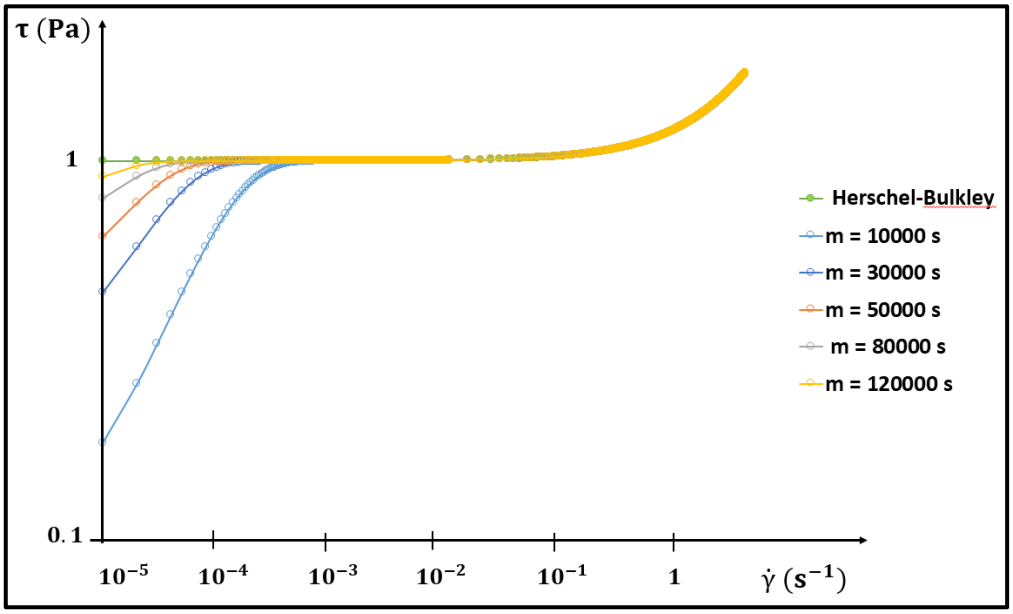


Figure 40: Influence de la valeur du paramètre de régularisation m (intervenant dans le modèle de Papanastasiou, 1987) sur le rhéogramme d'un fluide à seuil ($\tau_0 = 1$ Pa, $n = 0.6$ and $k = 1$ Pa. $s^{0.6}$).

Comme le montre cette figure 40, la valeur de m détermine la plage de taux de cisaillement sur laquelle le modèle d'Herschel-Bulkey (équation 2.26) est approximée de façon précise par le modèle régularisé (équation 2.31) pour un triplé de paramètres rhéologiques (τ_0, k, n) donné. Par conséquent, en fonction de l'amplitude de l'écoulement dans un capillaire (qui est relié aux amplitudes des taux de cisaillement impliquées), différentes valeurs de m peuvent être adéquates pour correctement modéliser le comportement rhéologique du fluide à seuil.

Lors de l'écoulement des fluides à seuil, il est possible de définir les surfaces limites d'écoulement (ou enveloppes) comme l'ensemble des points pour lesquels $\tau = \tau_0$. Plusieurs auteurs ont rapporté que la valeur de m jouait un rôle important dans la précision de la position de ces surfaces (Damianou et al., 2014; Panaseti et Georgiou, 2017). D'autres auteurs ont montré que plus le nombre de Bingham était important, plus la valeur de m nécessaire à une reconstruction précise de la topographie des surfaces limites d'écoulement était grande (Damianou et Georgiou 2014). Contrairement au cas des fluides de type Bingham, pour les fluides à seuil de type Herschel-Bulkley, aucune méthodologie n'est disponible dans la littérature pour le choix de la valeur du paramètre de régularisation m. Par conséquent dans ce travail, une étude préliminaire a été menée sur les capillaires rectilignes de sections droites carrées, afin de déterminer la plus petite valeur de m nécessaire à la modélisation du seuil d'écoulement du fluide.

Pour chaque valeur de B_i, différentes simulations ont été effectuées avec des valeurs croissantes de m. Pour chacune de ces simulations, la convergence était prise lorsque les critères sur les résidus normalisés étaient atteints (moins de 10^{-7} pour la vitesse ainsi que la pression), et que la variation relative du débit volumique sur les 1000 dernières itérations était inférieure à 0.004 %. Puis, à un nombre de Bingham donné, la valeur finale de m a été sélectionnée lorsque l'erreur relative sur les débits volumiques convergés (par rapport au débit à la valeur précédente de m) était inférieure à 0.004 %. Suite à ces étapes, pour chaque valeur de B_i, la valeur finale de m a été utilisée pour effectuer les simulations dans des capillaires rectilignes de sections droites triangulaires.
Il est nécessaire de rappeler ici que l'objectif dans ce travail était de confronter les formules empiriques proposées aux résultats de simulation. Par conséquent, un autre critère important dans le choix des valeurs de m utilisées pour ces simulations était le temps de calcul nécessaire pour atteindre des valeurs stabilisées du débit volumique.

Concernant les domaines de calculs, comme avec les fluides de type Bingham, toutes les géométries ont été maillées en 3D. Afin de réduire le temps de calcul, et pour des raisons de symétrie, uniquement une fraction du domaine a été considérée. En outre, vu que la solution du problème ne varie pas dans la direction axiale des capillaires, le raffinement du maillage a été fait en augmentant le nombre de cellules dans la section droite des capillaires. Pour les sections droites carrées, le maillage final a été chois lorsque la variation relative du débit volumique entre deux maillage successif était inférieure à 0.1 %. Pour les sections droites triangulaires, le maillage final était pris lorsque cette variation relative était inférieure à 0.5 %.

Par ailleurs, vu que pour les sections droites carrée et triangulaire les valeurs des nombres de Bingham critiques sont respectivement 1.0603 (équation 3.15) et 1.1251 (équation 3.16), la valeur 0.9 a été choisie comme valeur maximale de Bi à investiguer. Ci-après, les valeurs des débits volumiques obtenues ont ensuite été comparées à celles empiriques obtenues par les équations (3.26). Pour ce faire, tous les débits volumiques ont été normalisés par la quantité $q_c = a^3 \left(\frac{\tau_0}{k}\right)^{\frac{1}{n}}$. Enfin, pour les deux formes de section droite, les valeurs de Bi ont été choisies pour que les nombres de Reynolds restent compris entre 0.01 et 10^{-7}.

Résultats de simulation

La figure 41 montre la structure de l'écoulement du fluide à seuil considéré ($\tau_0 = 1$ Pa, n = 0.6 and k = 1 Pa. $s^{0.6}$) dans un capillaire de section droite carrée pour deux valeurs distinctes de B_i. Les valeurs de m correspondantes sont également mentionnées. Cette figure 40 montre quantitativement l'évolution attendue de la structure de l'écoulement en fonction de la valeur de Bi (Damianou et al., 2014, Damianou et Georgiou, 2014) : une zone bouchon centrale (en bleu) entourée de zones fortement cisaillées (en vert) et une zone morte à l'angle droit de la section (en bleu). Lorsque la valeur de Bi croît, l'étendue des zones bouchon et morte augmente, tandis que celle de la zone fortement cisaillée diminue.

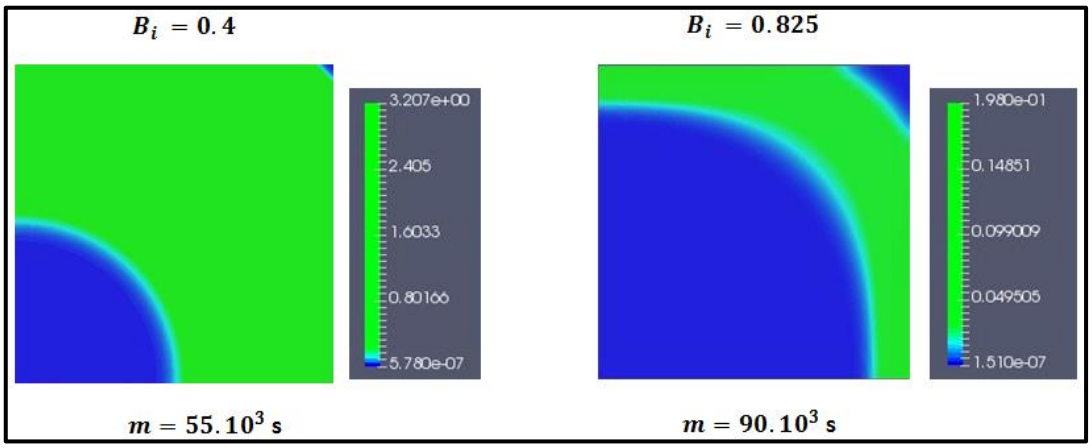


Figure 41: Amplitude du taux de cisaillement (s^{-1}) pour l'écoulement d'un fluide à seuil de type Herschel-Bulkley ($\tau_0 = 1$ Pa, n = 0.6 and k = 1 Pa. $s^{0.6}$) dans un capillaire de section droite carrée pour deux valeurs de B_i. Les zones très faiblement cisaillées et celles fortement cisaillées sont respectivement représentées en bleu et en vert.

Concernant la variation du débit volumique en fonction de Bi, les tableaux 8 et 9 montrent les comparaisons entre les valeurs $Q^+_{simulé}$ simulées normalisées et les prédictions $Q^+_{empirique}$ des formulations empiriques 3.26 respectivement pour les sections droites carrées et triangulaires. Les valeurs de m utilisées pour ces simulations sont également reportées. Comme on peut le voir, pour les différentes valeurs de B_i investiguées, $Q^+_{empirique}$ et $Q^+_{simulé}$ sont en bon accord.

B_i	0.25	0.4	0.6	0.725	0.825	0.9
m (s)	40×10^3	55×10^3	70×10^3	80×10^3	90×10^3	10^5
$Q^+_{empirique}$	5.4072	1.5503	0.3353	0.1123	0.0371	0.012
$Q^+_{simulé}$	5.415	1.5528	0.3358	0.1125	0.0372	0.01203
Erreur relative (%)	0.144	0.161	0.149	0.17	0.296	0.25

Tableau 8 : Comparaison entre valeurs normalisées des débits volumiques simulés et empiriques pour l'écoulement d'un fluide à seuil de type Herschel-Bulkley dans un capillaire de section droite carrée, pour différentes valeurs de B_i.

B_i	0.25	0.4	0.6	0.725	0.825	0.9
m (s)	40×10^3	55×10^3	70×10^3	80×10^3	90×10^3	10^5
$Q^+_{empirique}$	7.7957	2.326	0.5535	0.2082	0.082	0.0342
$Q^+_{simulé}$	7.852	2.342	0.5574	0.2097	0.08287	0.0346
Erreur relative (%)	0.7722	0.688	0.705	0.72	1.061	1.17

Tableau 9 : Comparaison entre valeurs normalisées des débits volumiques simulés et empiriques pour l'écoulement d'un fluide à seuil de type Herschel-Bulkley dans un capillaire de section droite triangulaire, pour différentes valeurs de B_i.

Cependant, quelle que soit la forme de la section droite, les erreurs entre simulations numériques et approximations empiriques varient en fonction de la valeur de Bi, mais restent globalement inférieures à 1 %. Cette variation est probablement due en partie à la reconstruction des structures d'écoulement, et donc aux valeurs de m utilisées lors de ce travail. Par ailleurs, il est nécessaire de souligner que les résultats de simulations sont eux-mêmes affectés par des imprécisions liées à la discrétisation des équations constitutives sur les domaines de calculs (Jasak 1996). Cette source d'incertitude pourrait également expliquer la variation avec la valeur de B_i des erreurs entre approches numériques et empiriques.

Ainsi, en se basant sur ces résultats de simulations, on peut avancer que les relations empiriques $\overline{U}/U^*(B_i/B_{ic})$ proposées fournissent une approximation acceptable du débit volumique des fluides à seuil de type Herschel-Bulkey dans des capillaires rectilignes de sections droites carrée et triangulaire, pour des écoulements rampants.

Néanmoins, il est important de souligner qu'un nombre limité de simulations a été réalisé lors de ce travail. Il serait intéressant d'effectuer un plus grand nombre de simulations numériques en utilisant par exemple des paramètres rhéologiques différents de ceux pris au cours de ce travail, et de confronter les résultats obtenus aux prédictions de ces formules empiriques. Dans la suite de ce travail, on considèrera que les formules empiriques (équations 3.26) fournissent une bonne approximation du débit volumique des fluides à seuil de type Herschel-Bulkey dans des capillaires rectilignes de sections droites carrée et triangulaire.

Exemple d'application en YSM

Comme mentionné dès l'introduction de ce manuscrit, la porosimétrie par injection de fluides à seuil (YSM) a été jusqu'ici basée sur une modélisation de l'espace poral comme un faisceau de capillaires parallèles de sections droites circulaires. Dans cette partie, les relations empiriques (3.26) sont utilisées pour modéliser l'écoulement des fluides à seuil dans des échantillons poreux comme des faisceaux de capillaires dont les sections droites sont soit toutes carrées, soit toutes triangulaires. Cette considération permettra d'évaluer l'impact de la forme des sections droites des capillaires sur les distributions en tailles de pores (PSD) obtenues par YSM.

Avant tout, il est nécessaire de souligner que modéliser un milieu comme un faisceau de capillaires ayant des sections droites circulaires, carrées ou triangulaires a un impact significatif sur les surfaces spécifiques développées. En effet, le rapport entre surface et volume de pore est directement proportionnel à la surface spécifique. En considérant des capillaires dont l'aire de la section droite est unitaire, ce rapport surface sur volume de pore diffère en fonction de la forme de la section droite. Pour des sections droites circulaires, carrées et triangulaires, ce rapport vaut respectivement $2\sqrt{\pi}$, 4 and $6/\sqrt[4]{3}$. Par conséquent les rapports entre les surfaces spécifiques de capillaires de section carrée et triangulaire et celle d'un capillaire de section droite circulaire valent respectivement $\frac{2}{\sqrt{\pi}} \cong 1.128$ et $\frac{3}{\sqrt{\pi\sqrt{3}}} \cong 1.286$. Or il est bien connu que la surface spécifique est un paramètre clé dans tous les phénomènes de surface tes que la rétention de polymère. Par conséquent, lorsqu'on souhaite modéliser les phénomènes de surface intervenant dans un milieu poreux, la fiabilité des PSDs obtenues par YSM peut-être mise en question si uniquement des pores de sections droites circulaires sont pris pour le faisceau de capillaires modèle.

Ci-après, un échantillon poreux virtuel de forme cylindrique est considéré. De longueur arbitraire, son diamètre vaut $2R = 5$ cm et sa porosité $\varphi = 0.4$. Comme hypothèse de départ, l'espace poral de cet échantillon hypothétique peut être assimilé à un faisceau de capillaires dont les sections droites sont toutes circulaires, carrées ou triangulaires. De plus, ces trois milieux poreux modèles sont supposés avoir des pores dont les rayons des cercles inscrits a (figure 42) sont répartis selon une distribution bimodale p(a) donnée par l'équation 3.28.

$$p(a) = \left[\frac{w_1}{\sigma_1\sqrt{2\pi}}\exp\left(-\frac{(a-m_1)^2}{2\,\sigma_1^2}\right) + \frac{w_2}{\sigma_2\sqrt{2\pi}}\exp\left(-\frac{(a-m_2)^2}{2\,\sigma_2^2}\right)\right] \qquad (3.28)$$

où $w_1 = \frac{2}{3}, w_1 = \frac{1}{3}$, $m_1 = 12\ \mu m, m_2 = 24\ \mu m, \sigma_1 = 3\ \mu m$ and $\sigma_2 = 6\ \mu m$.

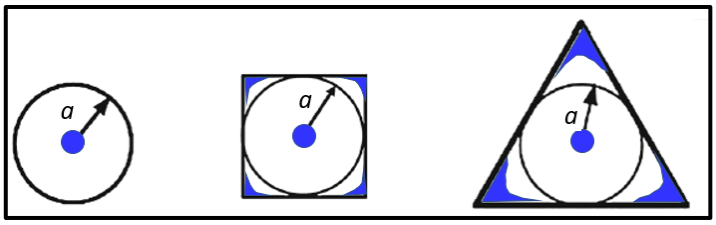


Figure 42: Représentation schématique de sections droites de capillaires ayant le même rayon a du cercle inscrit. Pour une amplitude d'écoulement arbitraire d'un fluide à seuil, la zone bouchon centrale et les zones mortes sont représentées en bleu.

Afin que ces trois modèles de l'échantillon hypothétique aient la même porosité, le nombre de capillaires formant chaque faisceau est calculé comme suit :

$$N_p = \lambda \frac{\varphi R^2}{\int_{a_{min}}^{a_{max}} p(a) a^2 da} \tag{3.29}$$

avec $\lambda = 1$ pour la forme circulaire, $\lambda = \frac{1}{4}$ pour la forme carrée, et $\lambda = \frac{\pi}{3\sqrt{3}}$ pour la forme triangulaire.

Ensuite, une expérience numérique est envisagée, au cours de laquelle un fluide à seuil de type Herschel-Bulkley définit par les paramètres $\tau_0 = 10$ Pa, $n = 0.6$ and $k = 1$ Pa. $s^{0.6}$ est « injecté » à travers les trois modèles de milieux poreux. Pour ce faire, 50 gradients de pression préalablement calculés sont imposés. Ces gradients de pression sont calculés en se prenant 50 rayons de pores équidistants entre

$a_{min} = m_1 - 3\sigma_1$ et $a_{max} = m_2 + 3\sigma_2$. Ces valeurs limites permettent de définir la plage des gradients de pression à imposer, et ceci par les valeurs $\nabla P_{min} = 2\tau_0/a_{max}$ et $\nabla P_{max} = 2\tau_0/a_{min}$. Les gradients de pression intermédiaires restant sont donnés par la relation $\nabla P_i = 2\tau_0/a_i$. Étant donné que la relation débit/gradient de pression est connue pour les fluides à seuil de type Herschel-Bulkley dans un capillaire isolé, il est désormais possible de calculer le débit volumique total à travers chacun des trois faisceaux modèles pour tous les gradients de pression imposes, et ceci par la relation :

$$Q(\nabla P) = N_p \int_{\frac{2\tau_0}{B_{ic}\nabla P}}^{a_{max}} q(\nabla P, a)\, p(a)\, da \tag{3.30}$$

où $q(\nabla P, a)$ est le debit volumique du fluide dans un capillaire dont le rayon du cercle inscrit vaut a.

La borne inférieure de l'intégrale dans l'équation 3.30 correspond à la valeur critique du rayon du cercle inscrit en deçà de laquelle le fluide ne s'écoule pas dans le capillaire pour le gradient de pression ∇P. Les courbes obtenues grâce aux équations 3.30, aussi appelées « courbes

caractéristiques » sont représentées sur la figure 43 pour les trois faisceaux de capillaires modèles. Cette figure montre que pour une porosité identique, la forme de la section droite des capillaires a un impact non négligeable sur les courbes $Q(\nabla P)$ obtenues.

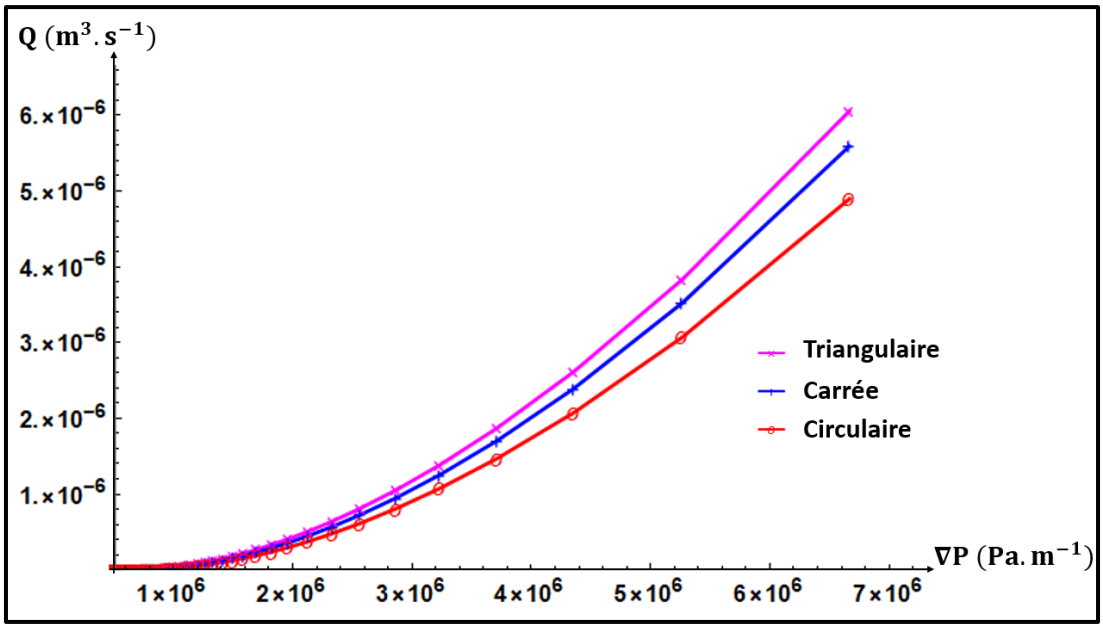


Figure 43: Courbes caractéristiques pour l'écoulement d'un fluide à seuil de type Herschel-Bulkley ($\tau_0 = 10$ Pa, $k = 1$ Pa. $s^{0.6}$ et $n = 0.6$) dans trois faisceaux de capillaires modélisant un même échantillon hypothétique de porosité $\varphi = 0.4$ %.

Les différences entre ces courbes caractéristiques sont principalement dues à la forme des capillaires (figure 42) constituant les trois faisceaux modèles ayant la même distribution p(a) des rayons des cercles inscrits dans les capillaires (équation 3.28). Par conséquent, pour un gradient de pression donné, le débit volumique à travers les capillaires de section droite triangulaire est plus grand que celui à travers les capillaires de section droite carrée, qui à son tour est supérieur à celui à travers les capillaires de section droite circulaire. De plus, la figure 44 montre que l'écart entre les trois courbes caractéristiques augmente avec le gradient de pression. Ceci est premièrement dû au fait que lorsque le gradient de pression croît, de plus en plus de capillaires participent à l'écoulement. Deuxièmement quand le gradient de pression croît, l'étendue des zones mortes et bouchons (figure 42) diminue, et par conséquent les régions de fluides en écoulement dans les capillaires de sections droites non-circulaires gagnent de l'ampleur (figure 42).

Par ailleurs, l'allure de ces courbes caractéristiques pour des gradients de pression vérifiant $\nabla P >> \frac{2\,\tau_0}{a_{min}}$ fournit également des informations importantes. En effet dans ce régime d'écoulement, et pour des capillaires de sections droites circulaires, on s'attend à ce que l'allure de la courbe $Q(\nabla P)$ évolue en $\nabla P^{\frac{1}{n}}$ (Rodríguez de Castro et al. 2014). La figure 44 est une représentation en échelle log-log illustrant l'allure de ces courbes caractéristiques pour des

gradients de pression compris entre $\nabla P_A = 6.66 \times 10^7\ Pa.m^{-1}$ et $\nabla P_B = 6.66 \times 10^8\ Pa.m^{-1}$.

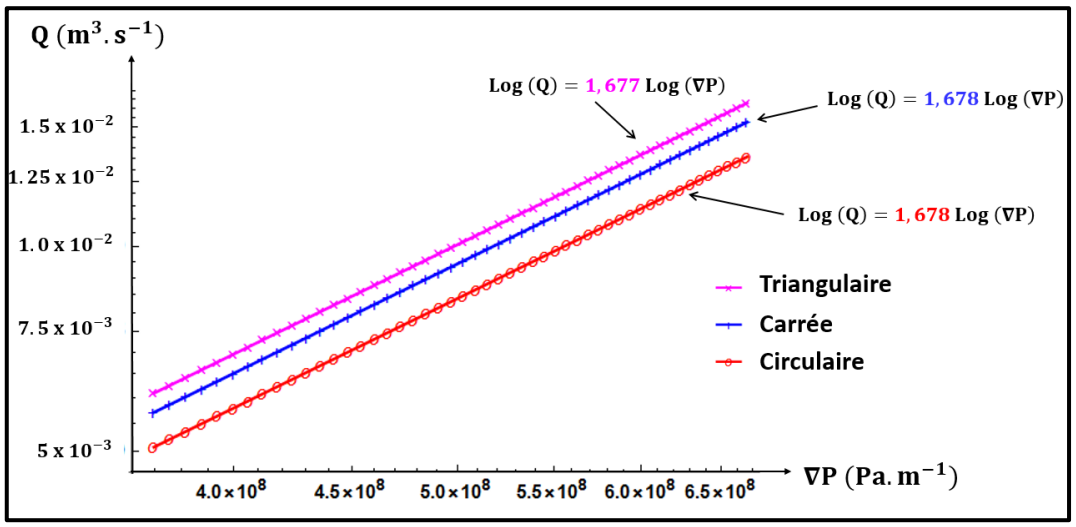


Figure 44: Zoom montrant l'allure des courbes caractéristiques de la figure 43 pour des gradients de pression plus importants ($\nabla P_A = 6.66 \times (10)^7\ Pa.m^{-1}$ et $\nabla P_A = 6.66 \times (10)^8\ Pa.m^{-1}$).

Cette figure 44 montre en effet que $Q(\nabla P)$ évolue comme $\nabla P^{\frac{1}{n}}$ pour les trois faisceaux de capillaires modèles. Les pentes des droites obtenues valent respectivement 1.677 (sections droites triangulaires), 1.678 (sections droites carrées) et 1.678 (sections droites circulaires), et sont toutes très proches de la valeur attendue $\frac{1}{n} = \frac{1}{0.6} \sim 1.667$.

Enfin, en réalisant une expérience réelle de YSM sur un milieu poreux dont la distribution en taille de pores (PSD) est à priori inconnue, une seule courbe caractéristique est obtenue. Cette courbe est ensuite inversée en se basant sur un faisceau de capillaires modèle. Afin d'évaluer l'impact de la forme des sections droites des pores sur les PSDs obtenues après inversion, on considère la courbe caractéristique numérique précédemment obtenue à partir du faisceau de capillaires de sections droites circulaires (courbe rouge figure 44). Cette courbe $Q(\nabla P)$ est ensuite traitée en utilisant la méthode inversion proposée par Rodríguez de Castro et al. (2016, 2018), (voir plus loin) et en adoptant successivement les trois faisceaux de capillaires modèles. Il est utile de rappeler à ce stade que pour les sections droites carrées et triangulaires, cette inversion des données $Q(\nabla P)$ est rendue possible par l'utilisation des formules empiriques (équations 3.26) proposées au cours de ce travail. Les PSDs obtenues sont présentées sur la figure 45. Ces PSDs correspondent à la probabilité de chaque classe de pores représentative en termes de fréquences, définie $p(r_i) = n_i / \sum_{j=1}^{N} n_j$, où Nest le nombre total de classes de pore représentatives.

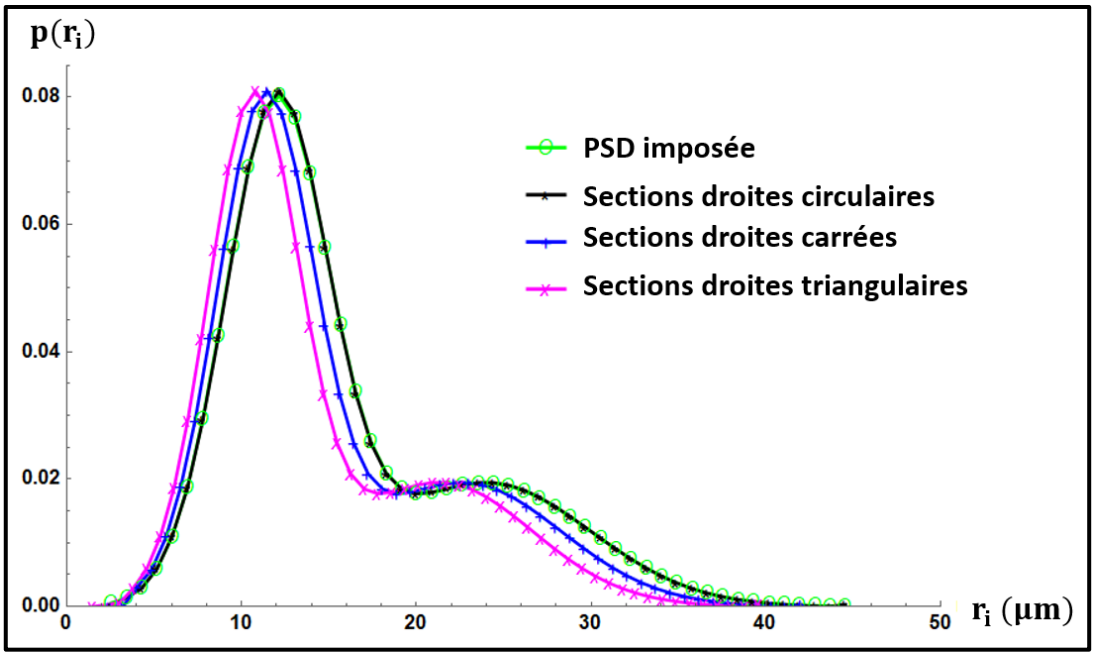


Figure 45: Comparaison entre PSD obtenues en par inversion d'une courbe caractéristique de YSM en adoptant des faisceaux de capillaires modèles de sections droites circulaires, carrées, et triangulaires.

Comme le montre cette figure 45, pour les trois formes de sections droites de pores considérées, la forme globale bimodale de la PSD initiale est entièrement reconstruite par le processus d'inversion. Logiquement, la PSD obtenue en se basant sur des capillaires de sections droites circulaires redonne exactement la PSD initiale. On remarque également que le modèle choisi pour effectuer l'inversion de ces données synthétiques de YSM a un impact non négligeable sur les PSDs obtenues. En effet, on observe qu'en utilisant des faisceaux de capillaires de sections droites carrées et triangulaires, les PSD obtenues par YSM présentent des pores de tailles légèrement plus petites que celles obtenues en utilisant l'habituel faisceau de capillaires à sections droites circulaires.
Ce constat peut être dû au fait que pour un gradient de pression quelconque, pour des capillaires ayant le rayon du cercle inscrit, le débit volumique augmente progressivement lorsqu'on passe de la section droite circulaire à la triangulaire en passant par celle de forme carrée (Fig. 43). Ainsi, étant donné que dans le processus d'inversion en YSM, la contribution à l'écoulement de chaque classe de pores représentative est exprimée par le produit $n_i . q\,(\nabla P_i, r_i)$, avec des capillaires sections droites triangulaires et carrées les valeurs de n_i obtenues sont plus faibles que celles obtenues avec des capillaires de sections droites circulaires.

Conclusion partielle

Dans cette section, des relations empiriques débit/gradient de pression ont été proposées pour l'écoulement des fluides à seuil de type Herschel-Bulkley dans des capillaires ayant pour sections droites un carrée et un triangle équilatéral. Tout comme avec les fluides de type Bingham, ces formules ont été proposées en faisant une analogie avec la relation $q(\nabla P, r)$ bien

connue pour des capillaires rectilignes de sections droites circulaires. Cette analogie nécessite l'introduction d'un facteur de forme C_{forme} et du nombre de Bingham critique B_{ic} qui dépendent tous deux de la forme de section droite considérée et non du type de fluide à seuil étudié. En outre, pour une section droite carrée, et pour les fluides de type Bingham fluid (n = 1) la formule empirique (3.26) dérivée se réduit à celle proposée par Saramito et Roquet (2001) pour ce type d'écoulement.

Ces formules empiriques ont ensuite été confrontées aux résultats de simulation, pour des valeurs du nombre de Bingham B_i allant de 0.25 à 0.9. Pour des sections droites carrées et triangulaires, les résultats de simulation obtenus se sont révélés en bon accord avec les prédictions des formules empiriques proposées. En effet, pour les différentes valeurs de B_i investiguées, les erreurs relatives par rapport aux résultats de simulations étaient toujours inférieures à 2 %. Sur la base de ces résultats, dans ce travail, ces formules ont été considérées comme des approximations de précision acceptable du débit d'écoulement des fluides à seuil de type Herschel-Bulkley dans des capillaires rectilignes de sections droites carrée et triangulaire. Ces résultats de simulations ont malheureusement été supprimés au cours d'une période durant laquelle l'auteur ne souhaitait plus présenter ces formules empiriques dans son manuscrit, et ce dernier s'en excuse auprès des rapporteurs.

Par ailleurs dans cette section, un exemple concret d'utilisation de ces formules empiriques dans le cadre de la YSM a été présenté. Pour ce faire, des données synthétiques $Q(\nabla P)$ ont tout d'abord été générées en partant d'un faisceau de capillaires de sections droites circulaires, dont les rayons étaient distribués selon une PSD bimodale. Cette courbe caractéristique $Q(\nabla P)$ a ensuite été traitée en adoptant la méthode d'inversion discrète (Rodríguez de Castro 2014; Rodríguez de Castro et al. 2016), et en se basant sur trois faisceaux de capillaires modèles : à sections droites circulaires, carrées et triangulaires. Pour les trois modèles utilisés, la forme globale des PSDs obtenues par inversion a été cohérente avec celle de la PSD initiale, qui a été entièrement reconstruite en utilisant le faisceau de capillaires à sections droites circulaires.

Ainsi, les différences observées entre ces trois PSDs ont bien montré que la forme des sections droites des capillaires avait un effet non négligeable sur les PSDs obtenues par YSM. Ce constat a été fait en réalisant une expérience numérique d'injection de fluide à seuil à travers un échantillon virtuel. La question reste alors de savoir si les mêmes observations seraient faites avec des données expérimentales réelles. Dans cette perspective, il est important de souligner que pour exploiter des données réelles de YSM en adoptant un faisceau de capillaires de sections droites non-circulaires, il faudrait en toute rigueur disposer d'une information préalable sur la forme des pores du milieu poreux étudié, justifiant l'utilisation des sections droites carrées ou triangulaires. Une étude d'impact de la forme des sections droites des pores sera menée au chapitre IV de ce manuscrit.

La section III.2 portera sur les contributions en termes de méthode d'inversion des données de YSM qui ont été apportées au cours de ce travail.

III.2 : Contributions à l'inversion des données $Q(\nabla P)$ de YSM

Comme il a été mentionné dès l'introduction de ce mémoire, en porosimétrie par injection de fluides à seuil (YSM), le traitement des données expérimentales se fait par l'application d'une méthode d'inversion. Parmi les différentes méthodes d'inversion disponibles, celle retenue pour ce travail est une méthode discrète, à l'image de celle développée par Rodríguez de Castro (2014), et utilisée par Rodríguez de Castro et al. (2016, 2018). Pour éviter toute confusion entre la technique de porosimétrie (YSM) et la méthode d'inversion discrète proposée par ces auteurs, par la suite, leur méthode sera désignée par I-YSM (où « I » signifie Initiale). Dans le cadre de ce travail, une modification a été apportée à la I-YSM, et elle sera détaillée et justifiée dans les paragraphes suivants.

III.2.1 : Glissement des fluides à seuil en milieu poreux

Depuis son introduction par Ambari et al. (1990), une des hypothèses majeures faites en porosimétrie par injection de fluides à seuil (YSM) est qu'il n'y a pas de glissement du fluide aux parois des pores. Cette hypothèse simplificatrice se traduit par une vitesse nulle du fluide aux parois des capillaires, et par l'utilisation de la formule de Skelland (1967) pour le débit volumique dans un capillaire de section droite circulaire (équation 2.38).

Cependant plusieurs travaux ont révélé que lors de l'écoulement de fluides à seuil, le glissement aux parois des pores était très souvent présent (Yilmazer et Kaylon, 1989 ; Barnes 1995 ; Ballesta, 2012), voire inévitable (Brochard-Wyart et de Gennes, 1992). En effet, ce phénomène est lié à la formulation particulière de ces fluides, composés de particules en suspensions dans une phase liquide. Dès lors, en terme de méthode d'inversion des données $Q(\nabla P)$, la nouveauté apportée au cours de cette thèse consiste à prendre en compte le glissement des fluides à seuil sur les parois des pores.

Le glissement des fluides à seuil aux parois des pores

Observations et caractéristiques du phénomène

Lors de l'écoulement de fluides Newtoniens, ou non-Newtoniens dans des capillaires rectilignes manufacturés, plusieurs travaux expérimentaux ont révélé des vitesses de fluide non-nulles aux parois (Cohen et Metzner, 1986 ; Jiang et al., 1986 ; Chang et al., 2003 ; Kaylon et Cevgilili, 2003).

Ce phénomène de glissement a été observé au microscope pour la première fois par Green (1920) lors de l'écoulement de peintures, et est lié à la présence d'une fine couche de fluide (pouvant être du gaz) entre la paroi des pores et le fluide en écoulement. Ce film de fluide de très faible épaisseur souvent appelée couche de Vand (1948) agit alors comme un lubrifiant

facilitant l'écoulement de la solution à travers l'espace poreux. On parle alors de couche « apparente » de glissement. Pour les fluides complexes généralement obtenus par solvatation d'un soluté dans un solvant, la présence de cette couche peut s'expliquer par deux mécanismes, soit une attraction entre les molécules de soluté et les parois du matériau, soit une répulsion des molécules par ces dernières. Dans le premier cas, les molécules sont adsorbées sur la surface des pores, créant alors un film lubrificateur sur lequel les autres molécules de soluté glissent. Lorsqu'il y'a répulsion des molécules par la paroi des pores, il existe une zone de faible concentration proche de la paroi appelée « couche déplétion ». Dans les deux cas, la viscosité apparente du fluide se trouve réduite par comparaison à la situation où il n y'a pas de glissement (Barnes, 1995, Zami et al., 2017).

Par ailleurs, les gradients de vitesse de fluide dans cette zone déplétée sont très importants, ce qui peut donner lieu à une amplification des comportements rhéologiques dépendants du taux de déformation tels que le caractère rhéofluidifiant ou rhéoépaississant (Maciel et Salas, 2002).

Bien que ce phénomène soit également observé pour les fluides Newtoniens (Spikes et Granick, 2003 ; Neto et al., 2005), il est plus récurrent pour les fluides non-Newtoniens (Kountouriotis et al., 2016). Sochi (2011) a dressé une revue très exhaustive des travaux portant sur ce phénomène de glissement aussi bien pour les fluides Newtoniens que non-Newtoniens. De cette revue, il ressort qu'en général l'ampleur de ce phénomène dépend de la rhéologie du fluide, de sa concentration (pour les solutions de polymères ou les suspensions), du type d'écoulement en présence (laminaire, turbulent), du débit d'écoulement et de la température (Valdez et al., 1995 ; He et al., 2018). Comme rappelé par cet auteur, la rugosité de la surface des pores a également un impact non négligeable sur le glissement des fluides sur les parois de ces derniers.

Enfin ce phénomène de glissement a également une influence sur les mesures rhéologiques. Pour les fluides présentant un seuil d'écoulement, il peut conduire à une mauvaise estimation de la contrainte seuil du fluide (Barnes, 1995 ; Ovarlez et al., 2013 ; Marchesini et al., 2012, 2015). En effet, lorsque le taux de cisaillement subi par le fluide est très faible, l'écoulement de ce dernier peut-être essentiellement dû au glissement du fluide sur les parois des pores, et non à sa déformation. Il existe alors une contrainte seuil dite apparente τ_c très faible mais mesurable caractérisant le seuil de glissement du fluide (Barnes, 1999 ; de Souza Mendes et Thompson, 2013). Au cours des dernières décennies, de nombreuses approches ont d'ailleurs été proposées pour la prise en compte de ce phénomène de glissement afin de corriger les mesures rhéologiques (Yoshimura et Prud'homme, 1988 ; Roberts et Barnes, 2001 ; Stokes et Telford, 2004 ; Uhlherr et al., 2005).

Exemple de lois de glissement

Il existe plusieurs lois permettant de modéliser le phénomène de glissement. Hatzikiriakos (2012) a dressé une revue des modèles de glissement et les a classé en deux catégories, à savoir les modèles de glissement statiques (faibles amplitudes de glissement) et ceux dits dynamiques. Les lois de glissement classiques relient la contrainte à la paroi du pore et la vitesse de

glissement du fluide. Parmi ces lois, celle de Navier $\tau_w = \frac{1}{\kappa}.U_w$ (équation 2.58) est couramment utilisée (Fortin et Tanguy, 1991 ; Daminanou et al., 2012). Le coefficient de glissement κ est fonction notamment de la température, la contrainte normale s'exerçant sur la paroi du capillaire, la pression, et des caractéristiques de l'interface fluide/paroi (Hatzikiriakos et Kazatchkov, 1997 ; Valdez et al., 1995). Le cas de non glissement est retrouvé lorsque $\kappa \rightarrow \infty$. Pour les fluides complexes tels que les solutions de polymères, les gels et suspensions colloïdales, la présence de glissement est souvent associée à l'existence d'une contrainte seuil de glissement τ_c, aussi appelé contrainte de friction ou contrainte interfaciale (Damianou et al., 2013). La valeur de cette contrainte dépend fortement du système considéré (Ramamurthy ,1986 ; Kaylon et Gevgilili, 2003).

Pour finir, il est nécessaire de noter que la loi de glissement linéaire de type Navier est un cas particulier de lois de glissement en loi puissance (Cohen et Metzner, 1985 ; Spikes and Granick, 2003 ; Piau 2007). Ces lois s'écrivent en général comme l'équation (2.59).

Les valeurs du coefficient κ et de l'exposant de glissement s dépendent du fluide utilisé, mais également des conditions expérimentales telles que la température (Hatzikiriakos et Dealy 1991 ; Damianou et al. 2013). La détermination de ces coefficients se fait généralement par régression de données expérimentales obtenues. A titre d'exemple, pour des solutions de Carbopol, Piau (2007) a reporté des valeurs de τ_c comprises entre [0.2 et 33 Pa], et des valeurs de s allant de 0.3 à 1. Cet auteur a par ailleurs remarqué que les valeurs de τ_c étaient toujours inférieures à celles de la contrainte seuil du fluide (Damianou et al. 2013).

Influence du glissement sur l'écoulement en milieux poreux

Plusieurs études d'écoulements de fluides dans des milieux poreux tels que les empilements de billes ont été réalisées afin d'évaluer l'effet du glissement sur les propriétés macroscopiques de l'écoulement (Marshall et Metzner, 1967 ; Kozicki et al., 1967; Fletcher et al., 1991; Chauveteau 1982 ; Huang et Sorbie, 1992). Toutefois, l'observation et la mesure de ce phénomène en milieux poreux est très difficile (Sorbie, 1990), et dans la plupart des cas, les observations faites lors des expériences sont interprétées en faisant des déductions, des analyses théoriques, et en se basant sur des résultats de simulations numériques dans des conditions semblables à celles expérimentales (Sorbie, 1990 ; Luk et Mutharasan, 1997).

De plus le phénomène de glissement est plus complexe à étudier en milieu poreux car son ampleur dépend également des caractéristiques du milieu étudié tels que la géométrie et la dimension des chemins percolant, la rugosité des surfaces des pores et leur mouillabilité (Sochi, 2011). Certains auteurs ont constaté que l'impact de ce phénomène semblait plus important dans les milieux de faible perméabilité (Sorbie, 1990), et que le fait qu'aucune réduction de perméabilité d'un milieu poreux ne soit observé après plusieurs expériences d'écoulements de fluides à travers ce dernier pouvait être attribué à la présence d'une couche de glissement (Chauveteau et Zaitoun, 1981).

Par ailleurs, des travaux expérimentaux ont révélé que dans les milieux ayant des pores de dimensions micrométriques et nanométriques, l'ampleur du phénomène de glissement pouvait être très importante, et conduire à des augmentations significatives de la perméabilité effective du milieu (Tretheway et Menhart, 2002, 2004 ; Craig et al., 2001). Pour finir, en milieu poreux, le glissement du fluide aux parois des pores a pour effet une diminution significative de la viscosité apparente du fluide par rapport à sa valeur effective mesurée à l'aide de rhéomètres, et un accroissement du débit volumique d'écoulement (Fletcher et al., 1991 ; Nguyen et Boger, 1992 ; Huang et Sorbie, 1992 ; Sanchéz et al., 2001).

Mécanismes de glissement et épaisseur de la couche de glissement

Pour décrire le glissement des fluides, plusieurs modèles ont été proposés dans la littérature, parmi lesquels celui à double viscosités introduit par Chauveteau (1982), et rappelé par le système (3.31). Ce modèle est basé sur l'idée que le glissement du fluide aux parois des pores peut être pris en compte en considérant que le fluide en écoulement présente deux régions de viscosités différentes : une zone centrale dont la viscosité est celle effectivement mesurée, et une zone annulaire dont la viscosité est beaucoup plus faible.

$$\eta(r) = \begin{cases} \eta_{layer} & \text{si} \quad R - \delta \leq r \leq R] \\ \eta_0 & \text{si} \quad 0 \leq r \leq R - \delta \end{cases} \tag{3.31}$$

où η_0 est la viscosité dynamique de la région au centre du capillaire, et η_{layer} celle de la couche déplétée ayant une épaisseur δ.

Il existe d'autres modèles de glissement comme celui de Kaylon (2005), qui sera présenté au paragraphe suivant. Mais quel que soit le modèle choisi, la détermination de la valeur de l'épaisseur δ est un challenge, d'autant plus qu'elle dépend fortement du système fluide/solide considéré (Sochi, 2011), et du type de molécules présentes en solution (semi-rigides ou flexibles). En effet, pour des molécules flexibles comme celles de polyacrylamides, il est inenvisageable que cette épaisseur soit constante dans tout le milieu poreux (Sochi, 2011 ; Zami et al., 2017). Pour des molécules semi-rigides comme celles de xanthane, cette épaisseur est très souvent prise constante. A titre d'exemple, Chauveteau (1982) a réalisé des expériences d'écoulements d'une solution de xanthane dans des empilements de billes de verre de différentes tailles et a reporté une épaisseur de couche déplétée de l'ordre de 0.575 µm. Quant à eux Sorbie et Huang (1991), ont réalisé des expériences d'écoulements de divers solutions de xanthane dans un même empilement de billes de verre et ont reporté une épaisseur de l'ordre de 0.7 µm.

Toutefois, pour des systèmes tels que les suspensions de particules de sulfate d'ammonium, de methyl metacrylate, plusieurs travaux (Yilmazer et Kaylon, 1989 ; Jana et al., 1995 ; Soltani et Yilmazer, 1998) ont révélé des épaisseurs de couche de glissement approximativement données par la relation $\delta \sim 0.07\ d_m$, avec d_m le diamètre moyen des particules de la suspension. En fonction des particules considérées et de leurs proportions dans les suspensions caractérisées,

des épaisseurs comprise entre 2 µm et 30 µm ont été reportées par certains de ces auteurs (Kaylon, 2005). Pour finir, quel que soit le système considéré, des épaisseurs de couche de glissement de l'ordre du nanomètre sont des cas rares (Sochi, 2011). Cette observation importante sera prise en compte pour définir la plage de valeurs de δ à explorer lors de l'interprétation des résultats expérimentaux présentés à la section 3.

Ainsi, compte tenu de la grande variabilité de cette épaisseur de la couche de glissement en fonction du système fluide-solide en présence, et de son impact sur les propriétés macroscopiques de l'écoulement à travers le milieu poreux (Sorbie, 1991 ; Zami et al., 2017), dans cette étude, la valeur de cette épaisseur sera investiguée.

III.2.2 : Modèle de glissement de Kaylon

Dans ce travail, le modèle de Kaylon (2005) a été retenu pour tenir compte du glissement dans le processus d'inversion en YSM. Cet auteur a proposé un modèle de glissement apparent basé sur l'existence d'une couche de glissement d'épaisseur constante, sur laquelle les molécules de solution concentrée glissent lors de l'écoulement. Comme souligné par cet auteur, ce modèle est valable non seulement pour les suspensions fortement concentrées mais aussi pour les fluides à seuil tels que les polymères, les gels, les dispersions colloïdales, ou encore les émulsions (Kaylon 2005). Ce choix est motivé par le fait que selon plusieurs auteurs, ce modèle de glissement est le principal et pour certains le plus réaliste, car reposant sur le principe physique de migration des particules de la suspension loin des parois des pores (Cohen et Metzner, 1986 ; Barnes, 1995 ; Meeker et al., 2004).

Ce modèle de Kaylon (2005) est fondé sur les cinq hypothèses suivantes :

- La couche de glissement est uniquement constituée de la phase liante de la suspension ;
- L'épaisseur de la couche est suffisamment faible pour que la viscosité en cisaillement de la solution globale ne soit pas affectée par sa présence ;
- En régime d'écoulement stationnaire, l'épaisseur de cette couche est constante et est définie par les propriétés de la suspension ;
- L'épaisseur de la couche déplétée est indépendante du rayon du capillaire et du débit volumique ;
- La phase liante et la solution sont toutes les deux incompressibles.

Il est important de souligner que l'hypothèse concernant l'épaisseur constante de la couche déplétée avait déjà été utilisée bien avant notamment par Reiner (1960). De plus, cette hypothèse a été validée par des travaux expérimentaux portant sur l'écoulement de solutions de xanthane en l'absence d'adsorption (Omari et al., 1989). Ces auteurs ont également montré que l'épaisseur de cette couche était indépendante de la concentration en xanthane (ce qui est le résultat attendu pour des molécules semi-rigides de type molécule de xanthane), et qu'elle diminuait très faiblement lorsque le taux de cisaillement augmentait. La figure 46 illustre les trois régions de fluide impliquées dans ce modèle de glissement apparent.

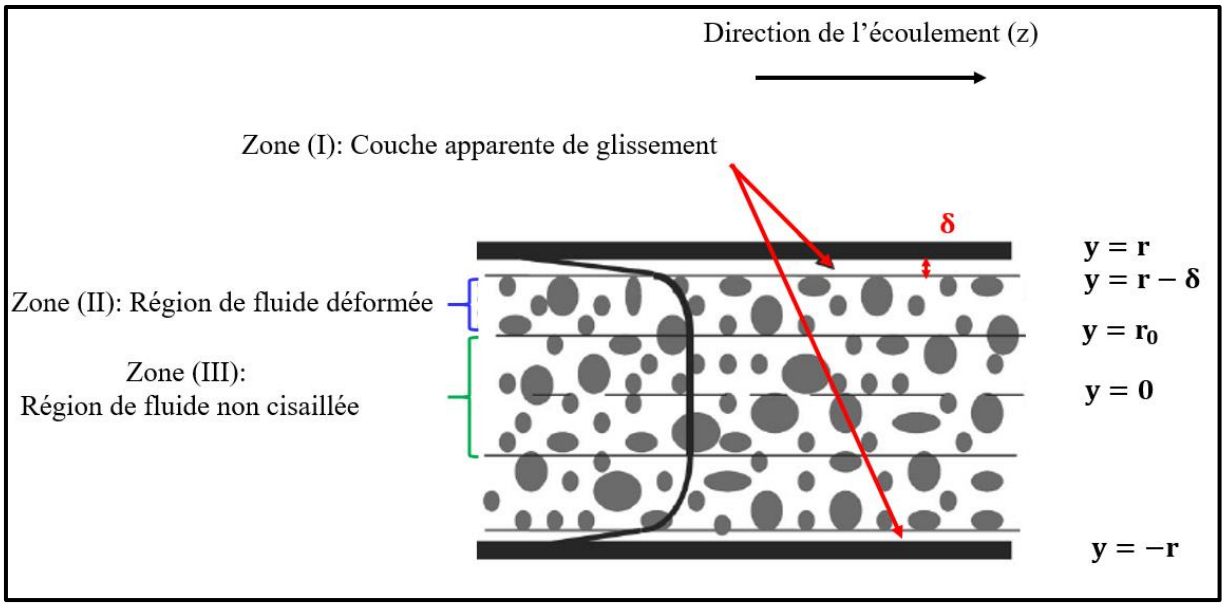


Figure 46: Représentation schématique de l'écoulement sous l'effet d'un gradient de pression constant avec glissement, dans un capillaire rectiligne de rayon r (Kaylon 2005).

Cas du capillaire de section droite circulaire

D'après ce modèle, lors de l'écoulement stationnaire, incompressible et isotherme d'un fluide à seuil sous l'effet d'un gradient de pression constant, les expressions de la vitesse dans les trois zones I, II et III ainsi que celle du débit volumique dans un capillaire rectiligne de section droite circulaire sont respectivement données par les équations :

$$\begin{cases} V_z^I = \left(\nabla P \dfrac{1}{2\,m_b}\right)^{\frac{1}{n_b}} \dfrac{r^{1+\left(\frac{1}{n_b}\right)}}{1+\frac{1}{n_b}} \left[\left(1-\dfrac{y}{r}\right)^{1+\left(\frac{1}{n_b}\right)}\right] \\ V_z^{II} = U_s + \dfrac{r}{\left(1+\frac{1}{n}\right)} \dfrac{1}{(\tau_w\, k^{\frac{1}{n}})} \left(\tau_w\left(1-\dfrac{\delta}{r}\right) - \tau_0\right)^{1+\frac{1}{n}} - \left(\tau_{yz} - \tau_0\right)^{1+\frac{1}{n}} \\ V_z^{III} = U_s + \dfrac{r}{\left(1+\frac{1}{n}\right)} \dfrac{1}{(\tau_w\, k^{\frac{1}{n}})} \left(\tau_w\left(1-\dfrac{\delta}{r}\right) - \tau_0\right)^{1+\frac{1}{n}} \end{cases} \qquad (3.32)$$

où $\tau_{yz} = \frac{y\nabla P}{2}$, et :

$$\tilde{q}\,(\nabla P, r, \delta) = \pi r^2 U_S \left[1 - \frac{\delta}{r} + \frac{1-\frac{1}{n_b}}{3}\left(\frac{\delta}{r}\right)^2 + \frac{\left(\frac{1}{n_b}\right)\left(\frac{1}{n_b}+2\right)}{12}\left(\frac{\delta}{r}\right)^3\right] + \left(\frac{\tau_w}{k}\right)^{\frac{1}{n}} \frac{\pi r^3}{1+\frac{1}{n}} \left[\begin{array}{c} \left(1-\frac{\delta}{r}\right)^2 \left(1-\frac{\delta}{r}-\frac{\tau_0}{\tau_w}\right)^{1+\frac{1}{n}} - \frac{2}{3+\frac{1}{n}}\left(1-\frac{\delta}{r}-\frac{\tau_0}{\tau_w}\right)^{3+\frac{1}{n}} \\ -\frac{2}{2+\frac{1}{n}}\frac{\tau_0}{\tau_w}\left(1-\frac{\delta}{r}-\frac{\tau_0}{\tau_w}\right)^{2+\frac{1}{n}} \end{array}\right] \quad (3.33)$$

La vitesse U_S de glissement, la contrainte à la paroi $\tau_w = \frac{r\nabla P}{2}$ et le coefficient κ de glissement sont reliés par la relation :

$$U_S = \kappa \tau_w^{\frac{1}{n_b}} \quad (3.34)$$

U_S est la vitesse du fluide à l'interface entre la couche de glissement et la zone centrale d'écoulement (zone II sur la figure 46). Les coefficients n_b et m_b sont les paramètres rhéologiques de la phase liante de la suspension, telle que sa loi rhéologique en cisaillement simple s'écrive :

$$\tau = m_b \dot{\gamma}^{n_b} \quad (3.35)$$

Dans ces conditions, le coefficient de glissement κ est alors donné par l'équation :

$$\kappa = \frac{r}{m_b^{\frac{1}{n_b}}\left(1+\frac{1}{n_b}\right)}\left[1-\left(1-\frac{\delta}{r}\right)^{1+\frac{1}{n_b}}\right] \quad (3.36)$$

Pour $\delta = 0$ et $U_S = 0$, l'équation (3.33) se réduit à l'équation (2.38) bien connue en l'absence de glissement.

L'un des avantages de ce modèle est qu'il fait directement intervenir d'une part les propriétés rhéologiques du fluide mesurées, et explicitement l'épaisseur de la couche déplétée, qui est l'inconnue cruciale dans ce modèle. Dans ce mécanisme de glissement, cette épaisseur supposée constante (pour des molécules rigides) apparait alors comme un paramètre englobant aussi bien les propriétés du milieu poreux que celles du fluide en écoulement.

Même s'il est difficile de connaitre cette épaisseur à priori, il existe un grand nombre d'études expérimentales réalisées avec différents types de suspensions (Yilmazer et Kaylon, 1989), de solutions de polymères (Chauveteau, 1982, 1984), et dans différentes conditions de température et d'écoulement au cours desquelles cette épaisseur a été mesurée ou estimée, et qui permettent donc d'avoir un ordre de grandeur de sa valeur.

Cas des slits

Les « slits » sont des pores représentés comme des capillaires rectilignes de section droite rectangulaire ayant un rapport d'aspect de la section droite très grand. En notant a, b et L les dimensions d'un slit comme illustrées par la figure 47, ces dernières vérifient la relation $2a \ll 2b \ll L$, et le rapport d'aspect du slit est défini par $\varepsilon = a/b$.

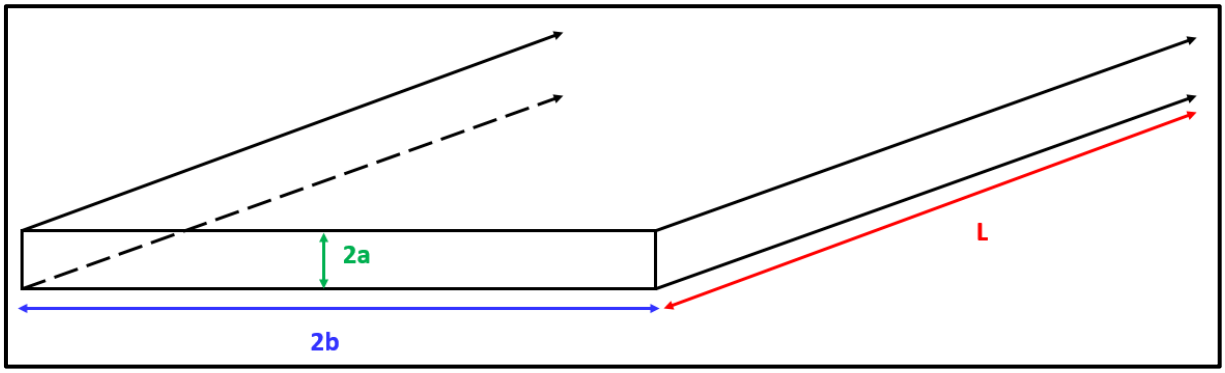


Figure 47: Schéma illustrant le rapport d'aspect et les dimensions d'un slit.

Dans les mêmes conditions d'écoulement que celles évoquées avec des capillaires de section droite circulaire, Kaylon (2005) donne les équations des profils de vitesses dans les trois régions de conduit et du débit volumique d'un fluide à seuil dans un slit en présence d'une couche de glissement d'épaisseur δ.

$$\begin{cases} V_z^I = \left(\nabla P \dfrac{a}{m_b}\right)^{\frac{1}{n_b}} \dfrac{a}{1+\dfrac{1}{n_b}}\left[\left(1-\dfrac{y}{a}\right)^{1+\left(\frac{1}{n_b}\right)}\right] \\ V_z^{II} = U_s + \dfrac{a}{\left(1+\dfrac{1}{n}\right)}\dfrac{1}{\left(\tau_w\, k^{\frac{1}{n}}\right)}\left(\tau_w\left(1-\dfrac{\delta}{r}\right)-\tau_0\right)^{1+\frac{1}{n}} - \left(\tau_w\left(\dfrac{y}{a}\right)-\tau_0\right)^{1+\frac{1}{n}} \\ V_z^{III} = U_s + \dfrac{a}{\left(1+\dfrac{1}{n}\right)}\dfrac{1}{\left(\tau_w\, k^{\frac{1}{n}}\right)}\left(\tau_w\left(1-\dfrac{\delta}{a}\right)-\tau_0\right)^{1+\frac{1}{n}} \end{cases} \quad (3.37)$$

$$\tilde{q}_{slit}\,(\nabla P, r, \delta) = U_S.2a.b + \left[\frac{2\,b\,(\frac{a}{2})^2}{\tau_w^2\,(1+\frac{1}{n})}\right]\left[\frac{(\tau_w-\tau_0)^{1+\frac{1}{n}}}{k^{\frac{1}{n}}}\right]\left[\frac{\tau_w\left(1+\frac{1}{n}\right)+\tau_0}{2+\frac{1}{n}}\right] \quad (3.38)$$

Comme il a été mentionné dans la section bibliographie, les solutions de xanthane sont adéquates pour caractériser des échantillons poreux par YSM. Selon plusieurs auteurs (Mongruel et Cloitre, 2003; Iijima et al., 2007), en solution, une molécule de xanthane a un diamètre caractéristique d'environ 2 nm et une longueur de 1 µm . Compte tenu de ces

dimensions, la valeur minimale de rayon de pores caractérisable par YSM est d'environ $\frac{1}{2}.1.\sin(\pi/4) = 0.35\ \mu m$. En effet, l'angle $\pi/4$ correspond à la déviation maximale par rapport à l'axe de l'écoulement qu'une molécule de xanthane puisse effectuer.

Par conséquent, afin de respecter l'hypothèse $\delta \ll r$ du modèle de glissement de Kaylon, et compte tenu des travaux expérimentaux portant sur l'écoulement de solutions de xanthane en milieux poreux (Chauvetau, 1982 ; Sorbie, 1991), les valeurs des épaisseurs de couche de glissement qui seront explorées dans ce travail seront comprises entre $\delta = 0.1\ nm$ et $\delta = 0.35\ \mu m$. Pour finir, comme indiqué dans les hypothèses de Kaylon (2005), l'épaisseur de la couche de glissement sera toujours considérée constante dans tout le milieu poreux qu'il soit hypothétique ou réel.

Ce choix d'une couche de glissement d'épaisseur constante a déjà été utilisé par d'autres auteurs tels que Zami et al. (2017) pour étudier l'écoulement de solutions de xanthane en milieu poreux. Ces auteurs se sont intéressés à l'effet de cette couche déplétée sur les propriétés macroscopiques de l'écoulement en utilisant le modèle à double viscosité proposé par Chauveteau (1982). Les valeurs de δ prises au cours de cette étude étaient de l'ordre de 0.5 µm et 0.7 µm, valeurs provenant de la relation $\delta = 0.7\ m_l$ (où m_l est la longueur de la molécule semi-rigide). En effet, d'après certains des travaux précurseurs (Chauveteau, 1984 ; Huang et Sorbie, 1992), cette relation est une bonne approximation de l'épaisseur de la couche déplétée aux faibles taux de cisaillement, lors de l'écoulement de solutions de xanthane dans des empilements de billes de verre.

III.2.3 : Inversion des données de YSM avec prise en compte du glissement

Dans ce travail, le glissement des fluides à seuil sur les parois des pores sera pris en compte dans la méthode d'inversion en adoptant le mécanisme de Kaylon (2005). Pour cette raison, cette approche d'inversion sera par la suite dénommée « MGK » (Mécanisme de Glissement de Kaylon). L'eau étant la phase liante des solutions de polymère utilisées pour caractériser les échantillons poreux en YSM, les paramètres n_b et m_b intervenant dans les équations 3.32 à 3.38 valent respectivement 1 et $10^{-3}\ Pa.s$. Ci-après, pour des raisons de simplicité, le débit volumique d'un fluide à seuil dans un capillaire de rayon r comprenant une couche de glissement d'épaisseur δ sera noté $\tilde{q}(\nabla P, r, \delta)$, invariablement pour les sections droites circulaires ou rectangulaire.

Formulation alternative de la méthode d'inversion discrète

Soit $N+1$ le nombre de données $Q_i(\nabla P_i)$ obtenues par une expérience réelle ou numérique de YSM, et soit N le nombre de classes de pores qui seront caractérisées dans le milieu poreux réel ou synthétique. Tout comme avec la méthode d'inversion YSM, les propriétés d'écoulement des fluides à seuil permettent de formuler un système d'inéquations impliquant les débits

volumiques et les nombre de capillaires n_i présents dans chaque classe de pore r_i. Toutefois, après réflexion sur le système d'inéquations résolu en YSM (système 2.48), il semblait que toutes les équations de ce système soient des conditions nécessaires, mais pas forcément suffisantes. Pour cette raison, dans ce travail, l'inversion des données de YSM en utilisant l'approche MGK a originellement été formulée par un système d'inéquations sur-contraint, décrit ci-dessous :

$$\begin{cases} Q_2 \geq n_1\, \tilde{q}(\nabla P_2, r_1, \delta) \\ Q_3 \geq n_1\, \tilde{q}(\nabla P_3, r_1, \delta) + n_2\, \tilde{q}(\nabla P_3, r_2, \delta) \\ n_1\, \tilde{q}(\nabla P_3, r_1, \delta) \geq Q_2 \\ \dots \\ Q_j \geq n_1\, \tilde{q}(\nabla P_j, r_1, \delta) + n_2\, \tilde{q}(\nabla P_j, r_2, \delta) + \cdots + n_{j-1}\, \tilde{q}(\nabla P_j, r_{j-1}, \delta) \\ n_1\, \tilde{q}(\nabla P_j, r_1, \delta) + n_2\, \tilde{q}(\nabla P_j, r_2, \delta) + \cdots + n_{j-2}\, \tilde{q}(\nabla P_j, r_{j-2}, \delta) \geq Q_{j-1} \\ \dots \\ Q_{N+1} \geq n_1\, \tilde{q}(\nabla P_{N+1}, r_1, \delta) + n_2\, \tilde{q}(\nabla P_{N+1}, r_2, \delta) + \cdots + n_N\, \tilde{q}(\nabla P_{N+1}, r_N, \delta) \\ n_1\, \tilde{q}(\nabla P_{N+1}, r_1, \delta) + n_2\, \tilde{q}(\nabla P_{N+1}, r_2, \delta) + \cdots + n_{N-1}\, \tilde{q}(\nabla P_{N+1}, r_{N-1}, \delta) \geq Q_N \end{cases} \tag{3.39}$$

Dans ce système (3.39), les inéquations en bleu sont des contraintes additionnelles assurant qu'au débit d'écoulement Q_{i+1}, la contribution de la classe de pore r_i soit plus grande que la valeur du débit Q_i sous-jacent. Ce qui revient à résoudre non plus un système à N inéquations, mais un système à $2N-1$ inéquations et N inconnues. Il existe plusieurs algorithmes pour résoudre ce type de problèmes dans Mathematica. En l'occurrence, la fonction NMinimize offre le choix entre quatre algorithmes : DifferentialEvolution, SimulatedAnnealing, NelderMead, et RandomSearch.

La validation de cette méthode d'inversion a tout d'abord été faite en l'absence de couche de glissement $\delta = 0$. Comme il sera détaillé dans le paragraphe suivant, valider une méthode d'inversion en YSM consiste tout d'abord à se donner un fluide à seuil hypothétique et un faisceau de capillaires dont les rayons sont répartis selon une distribution connue p(r). Ensuite à partir de cette distribution, un ensemble de données sont calculées numériquement grâce aux formules analytiques (2.39, 2.40), et la courbe caractéristique obtenue est inversée pour voir si la PSD initiale est retrouvée. En partant d'une distribution gaussienne définie par :

$$p(r) = \left[\frac{1}{\sigma_1\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(r-m_1)^2}{2\,\sigma_1^2}\right)\right] \tag{3.40}$$

avec $m_1 = 11\ \mu m$ et $\sigma_1 = 1\ \mu m$, l'approche d'inversion KSM originelle a été testée en résolvant le système (3.39) pour $\delta = 0$ avec la fonction NMinimize de Mathematica, et les quatre algorithmes précédemment cités. Après plusieurs essais, deux algorithmes permettaient toujours de reconstruire la PSD initiale: DifferentialEvolution et SimulatedAnnealing.

Pour chacun de ces algorithmes, la fonction objective (ou fonction coût à minimiser) était la somme des erreurs quadratiques commises par rapport aux valeurs pseudo-expérimentales $Q(\nabla P_i)$.

L'algorithme DifferentialEvolution est basé sur les principes génétiques que sont la sélection naturelle, les « cross over » et les mutations. L'algorithme SimulatedAnnealing est inspiré du processus industriel consistant à chauffer un matériau à une température très élevée, modifiant ainsi sa structure atomique, puis à le laisser refroidir pour obtenir un matériau plus résistant.

En utilisant ces deux approches avec des paramètres d'optimisation (telles que les tolérances) recommandés dans les documentations de Mathematica, la PSD initiale a été entièrement reconstruite comme illustré par la figure 48. Toutefois la résolution de ce système sur-contraint a été abandonnée en raison des temps de calcul extrêmement longs. Pour donner un ordre de grandeur, la reconstruction de la PSD de la figure 48 (N+1 = 41) avec chacun de ces deux algorithmes prend plus de 3 heures de temps, et ceci en n'explorant pour chaque cas que cinq valeurs du coefficient de seuil d'écoulement α comprises entre 1 et 1.2 (donc cinq PSD).

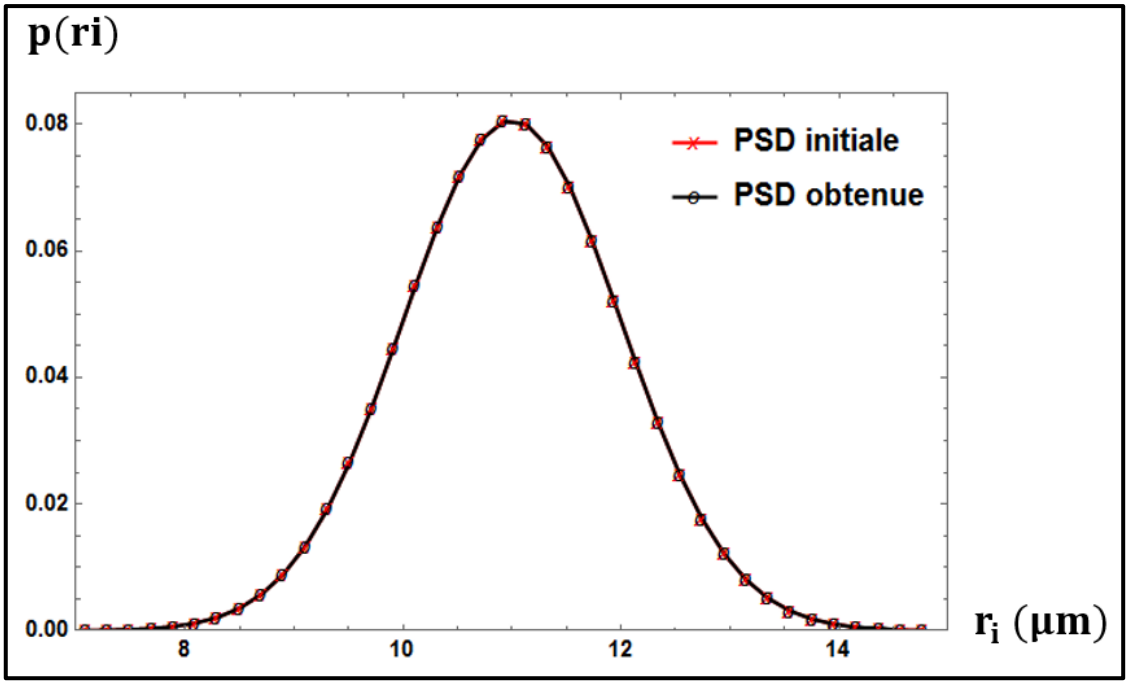


Figure 48: Validation de l'approche MGK initiale pour une PSD gaussienne en utilisant la fonction NMinimize de Mathematica, l'algorithme SimulatedAnnealing et les paramètres rhéologiques $\tau_0 = 10$ Pa, $k = 0.2$ Pa. $s^{0.6}$ et $n = 0.6$.

La figure 49 est un deuxième exemple de la validation de l'approche MGK originelle avec une PSD bimodale.

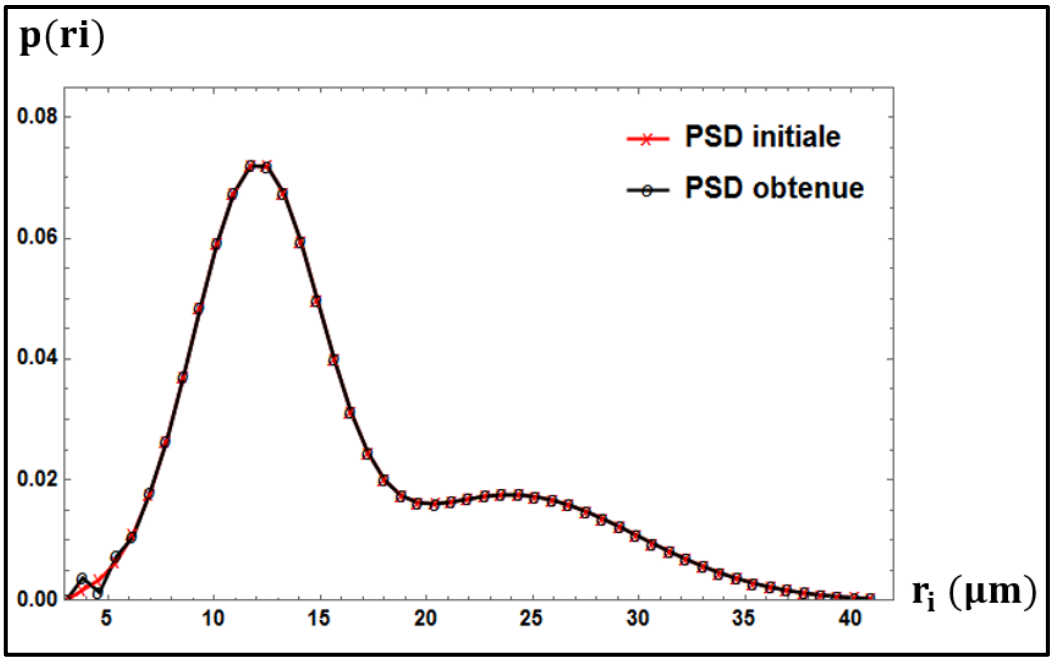


Figure 49: Validation de l'approche MGK initiale pour une PSD bimodale en utilisant la fonction NMinimize de Mathematica, l'algorithme SimulatedAnnealing et les paramètres rhéologique $\tau_0 = 10$ Pa, $k = 0.2$ Pa. $s^{0.6}$ et $n = 0.6$.

Comme le montre cette figure 49, pour un échantillon hypothétique, la résolution du système sur-contraint conduit à l'obtention de la PSD initialement imposée. Toutefois, les temps de calcul nécessaires à l'obtention du résultat sont très longs, et donc pour des raisons pratiques, ce système sur-contraint ne sera pas utilisé dans la suite de ce travail.

Formulation retenue pour l'inversion des données de YSM avec l'approche MGK

Compte tenu des remarques et observations précédentes le système d'inéquations (3.41) qui est la version simplifiée du système (3.39) a finalement été retenu pour l'approche d'inversion MGK. Ce système est résolu en se basant sur un faisceau composé uniquement de capillaires de sections droites circulaires, ou alors rectangulaires de rapport d'aspect ε fixé, et avec une épaisseur constante δ de la couche de glissement dans chaque cas.

$$\begin{cases} Q_2 \geq n_1\, \tilde{q}(\nabla P_2, r_1, \boldsymbol{\delta}) \\ Q_3 \geq n_1\, \tilde{q}(\nabla P_3, r_1, \boldsymbol{\delta}) + n_2\, \tilde{q}(\nabla P_3, r_2, \boldsymbol{\delta}) \\ \dots \\ Q_j \geq n_1\, \tilde{q}(\nabla P_j, r_1, \boldsymbol{\delta}) + n_2\, \tilde{q}(\nabla P_j, r_2, \boldsymbol{\delta}) + \cdots + n_{j-1}\, \tilde{q}(\nabla P_j, r_{j-1}, \boldsymbol{\delta}) \\ \dots \\ Q_{N+1} \geq n_1\, \tilde{q}(\nabla P_{N+1}, r_1, \boldsymbol{\delta}) + n_2\, \tilde{q}(\nabla P_{N+1}, r_2, \boldsymbol{\delta}) + \cdots + n_N\, \tilde{q}(\nabla P_{N+1}, r_N, \boldsymbol{\delta}) \end{cases} \quad (3.41)$$

Comme il a été rappelé dans la section bibliographique, chaque gradient de pression ∇P_i définit une taille de pore caractéristique du milieu, ayant un rayon $r_i = \alpha \frac{2\tau_0}{\nabla P_i}$.

Pour résoudre ce système, l'approche incrémentale suggérée par Rodríguez de Castro et al. 2014, 2016, 2018) est adoptée. Cette approche est basée sur la définition d'un pas de recherche pour chaque valeur de n_i, astucieusement choisi par la relation 2.47 rappelée ici.

$$\text{step}_i = \zeta . \frac{q(\nabla P_{N+1}, r_N)}{q(\nabla P_{N+1}, r_i)} \quad \text{où} \quad \zeta \leq 0.05 . \frac{\varphi R^2}{8\ K}$$

Dans la présente étude, ces pas de recherche sont volontairement pris encore plus faibles en choisissant comme facteur 0.01 au lieu de 0.05 dans la relation précédente. La procédure de résolution du système d'inéquations par incrémentation a été rappelée au chapitre II.

III.2.4 : Validation de la méthode d'inversion

Afin de valider l'inversion des données de YSM en utilisant l'approche MGK, un échantillon hypothétique de rayon $R = 2.5$ cm est considéré. Cet échantillon est assimilé à un faisceau de capillaires tous parallèles, et dont les rayons des pores sont distribués selon une distribution donnée par l'équation suivante :

$$p(r) = \left[\frac{w_1}{\sigma_1 \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(r-m_1)^2}{2\,\sigma_1^2} \right) + \frac{w_2}{\sigma_2 \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(r-m_2)^2}{2\,\sigma_2^2} \right) + \frac{w_3}{\sigma_3 \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(r-m_3)^2}{2\,\sigma_3^2} \right) \right] \quad (3.42)$$

où les w_i sont des coefficients de pondération, les σ_i sont des écarts types et les m_i sont des moyennes des gaussiennes pondérées. Les PSD initiales étant connues, $N + 1 = 51$ rayons de classes de pores sont choisis équidistants entre deux valeurs r_{min} et r_{max} délimitant les classes de pores qui seront caractérisées par la méthode d'inversion. Typiquement pour une distribution gaussienne, $r_{min} = m_1 - 3\sigma_1$ et $r_{max} = m_1 + 3\sigma_1$. Les gradients de pression à imposer sont alors déterminés par la relation $\nabla P_i = \frac{2\tau_0}{r_i}$. Ensuite pour chaque gradient de pression ∇P_i préalablement calculé, le débit volumique total à travers le faisceau de capillaire est calculé par la relation :

$$Q(\nabla P_i) = N_p \int_{\frac{2\,\tau_0}{\nabla P_i}}^{r_{max}} \tilde{q}(\nabla P_i, r, \delta)\ p(r)\ dr \quad (3.43)$$

Par la suite le nombre $N_p = 500000$ de pores (ou de capillaires) est choisi pour générer les données synthétiques. Les paramètres rhéologiques du fluide à seuil hypothétique choisis sont respectivement $\tau_0 = 10$ Pa, $k = 0.2$ Pa. $s^{0.6}$ et $n = 0.6$, qui sont des valeurs proches de celles généralement obtenues pour des solutions de xanthane (Rodríguez de Castro et al. 2016 , 2018). Pour finir, dans chacun des cas (PSD gaussienne, bimodale et trimodale) qui sera étudié, l'erreur par rapport à la PSD initiale sera quantifiée par l'écart :

$$err = \sum_{i=1}^{N} \left| \frac{n_{io}}{\sum_{i=1}^{N} n_{io}} - \frac{n_i}{\sum_{i=1}^{N} n_i} \right| \quad (3.44)$$

où n_i et n_{io} sont respectivement les nombres de capillaires de rayon r_i de la PSD initiale, et de la PSD obtenue après inversion.

Pour cette phase de validation, pour chaque distribution imposée, deux épaisseurs de la couche déplétée seront considérées ($\delta = 0.1$ µm et $\delta = 0.3$ µm), et pour les faisceaux de capillaires à sections droites rectangulaires, quatre valeurs arbitraires de rapports d'aspects seront investiguées ($\varepsilon = 15, 25, 35$ et 50).

Cas d'une PSD gaussienne

Premièrement le cas d'une PSD gaussienne ayant pour paramètres $m_1 = 11$ µm et $\sigma_1 = 1$ µm, $w_3 = w_2 = 0$ est traité. La figure 50 illustre la courbe caractéristique $Q_i(\nabla P_i)$ obtenue à travers cet échantillon hypothétique et pour trois valeurs non-nulles de l'épaisseur δ de la couche de glissement.

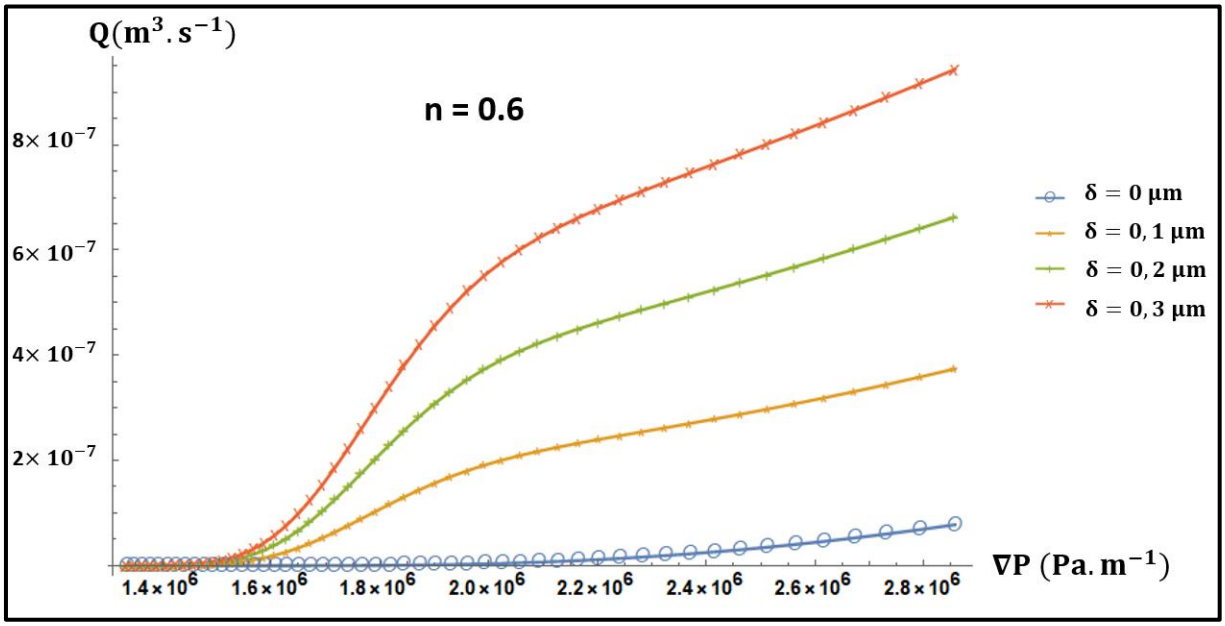


Figure 50: Courbes caractéristiques obtenues pour un fluide à seuil ($\tau_0 = 10$ Pa, $k = 0.2$ Pa. $s^{0.6}$ et $n = 0.6$) à travers un échantillon hypothétique ayant une PSD gaussienne ($m_1 = 11$ µm et $\sigma_1 = 1$ µm), pour différentes épaisseurs de la couche de glissement.

Cette figure 50 illustre bien le fait que même aux plus faibles gradients de pression, le glissement du fluide a un effet non négligeable sur le débit volumique total à travers le milieu poreux hypothétique considéré.

La figure 51 montre qu'en prenant un faisceau de capillaires à sections droites circulaires, et pour deux épaisseurs de la couche déplétée différentes, la PSD initiale est bien reconstruite par le processus d'inversion. Dans ce cas, les différences entre PSDs initiales et obtenues (équation 3.44) avec les épaisseurs $\delta = 0.1$ µm et $\delta = 0.3$ µm valent respectivement 1.205×10^{-3} et 1.202×10^{-3}.

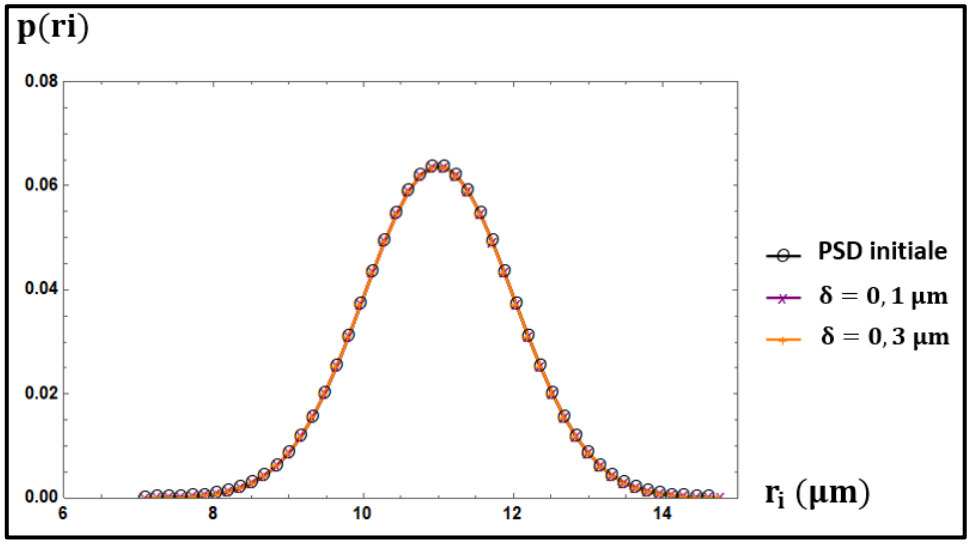


Figure 51: Comparaison entre PSD initiale gaussienne et PSD inversée pour deux valeurs de l'épaisseur de la couche de glissement, et pour des capillaires de sections droites circulaires.

Pour une section de capillaires rectangulaire, en considérant les quatre rapports d'aspects préalablement mentionnés, la PSD initiale est également reconstruite après inversion comme l'illustre la figure 52 obtenue pour $\delta = 0.3$ µm.

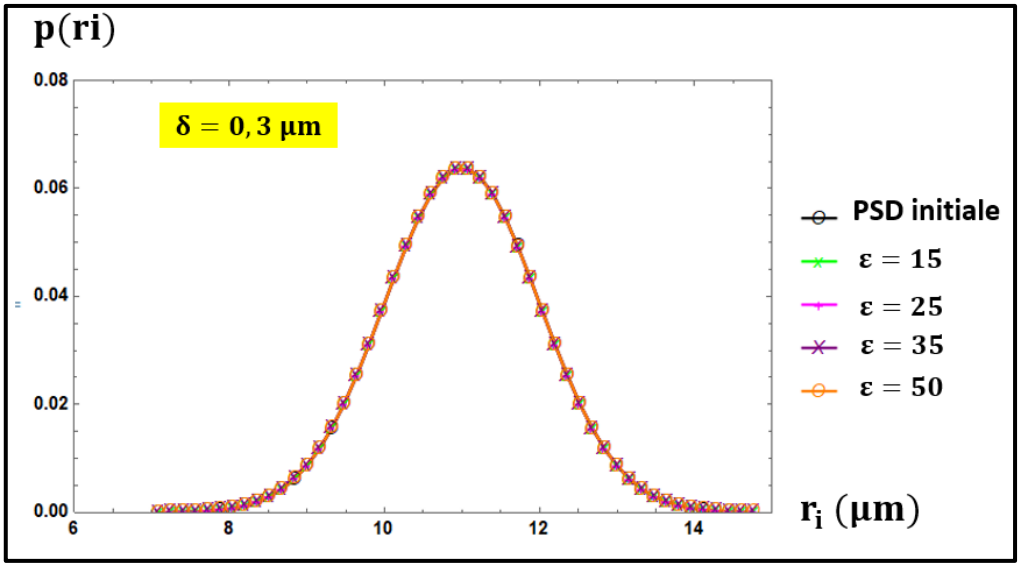


Figure 52: Comparaison entre PSD initiale gaussienne et PSD inversée pour deux valeurs de l'épaisseur de la couche de glissement, et pour des capillaires de sections droites rectangulaires.

Dans ce cas, les erreurs entre PSD initiales et obtenues pour les épaisseurs $\delta = 0.1$ µm et $\delta = 0.3$ µm valent respectivement 1.2×10^{-3}et 1.202×10^{-3}, pour toutes les valeurs de ε.

Première distribution Bimodale

Dans un deuxième temps, le cas d'une distribution bimodale est considéré, avec les paramètres $w_1 = \frac{2}{3}, w_1 = \frac{1}{3}$, $m_1 = 12$ µm, $m_2 = 24$ µm, $\sigma_1 = 3$ µm et $\sigma_2 = 6$ µm.
Les figures 53 et 54 présentent les résultats d'inversion respectivement obtenues pour des faisceaux de capillaires à sections droites circulaires et rectangulaires.

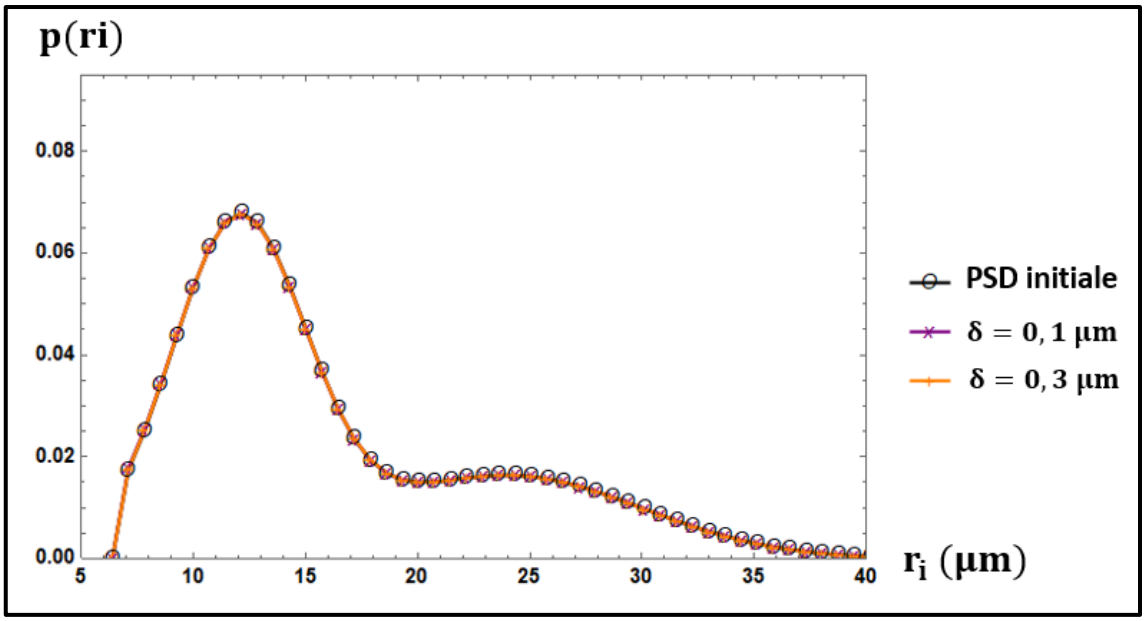


Figure 53: Comparaison entre PSD initiale bimodale et PSD inversée pour deux valeurs de l'épaisseur de la couche de glissement, et pour des capillaires de sections droites circulaires.

Comme on peut le voir sur ces deux figures 53 et 54, la PSD initiale est reconstruite de façon précise par le processus d'inversion. Pour les sections circulaires, les erreurs sur les PSDs en prenant $\delta = 0.1$ µm et $\delta = 0.3$ µm sont respectivement de 3.404×10^{-3} et 2.048×10^{-3}. Et pour les sections droites rectangulaires, ces erreurs valent respectivement 3.176×10^{-3}et 2.943×10^{-3}.

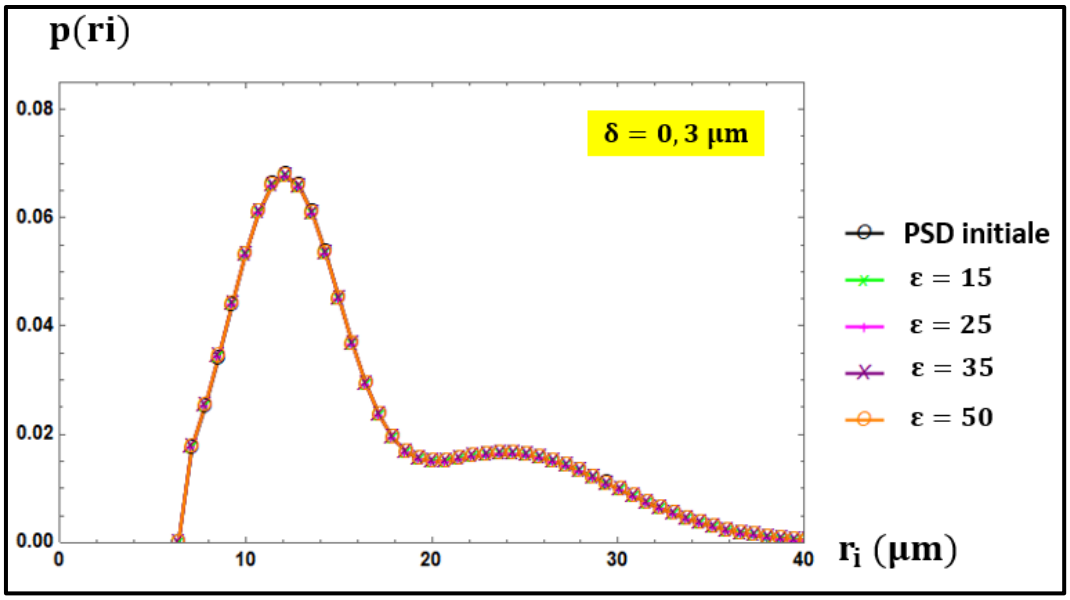


Figure 54: Comparaison entre PSD initiale bimodale et PSD inversée pour deux valeurs de l'épaisseur de la couche de glissement, et pour des capillaires de sections droites rectangulaires.

Lors de la validation de la I-YSM, les résultats d'inversion s'étaient révélés fortement dépendants d'une éventuelle erreur commise sur la valeur de l'indice de fluidité n. Pour évaluer si cette observation est également valable avec l'approche MGK, quatre valeurs erronées ñ sont utilisées pour essayer d'inverser des données générées en partant d'un faisceau de capillaires de sections droites circulaires, et avec la valeur initiale $n = 0.6$.

Les figures 55 et 56 présentent les résultats obtenues pour quatre valeurs $\tilde{n} = 0.95n\ , 0.975n, 1.025n, 1.05n$, et pour les deux épaisseurs de la couche déplétée. Les erreurs obtenues pour chaque cas sont reportées dans le tableau suivant :

	$\tilde{n} = 0.95\ n$	$\tilde{n} = 0.975\ n$	$\tilde{n} = 1.025\ n$	$\tilde{n} = 1.05\ n$
$\delta = 0.1\ \mu m$	err = 99.1 %	err = 60.1 %	err = 37.7 %	err = 55.9 %
$\delta = 0.3\ \mu m$	err = 48.5 %	err = 26.1 %	err = 15.9 %	err = 26.3 %

Tableau 10 : Erreurs sur une PSD bimodale en fonction de l'épaisseur de la couche déplétée et de l'incertitude sur la valeur de n.

Ces deux figures confirment la forte dépendance des résultats d'inversion aux erreurs commises sur la valeur de n, même en présence d'une couche de glissement. Par ailleurs ces figures

révèlent que l'influence de l'erreur sur la valeur de n dépend de l'épaisseur de la couche de glissement en présence.

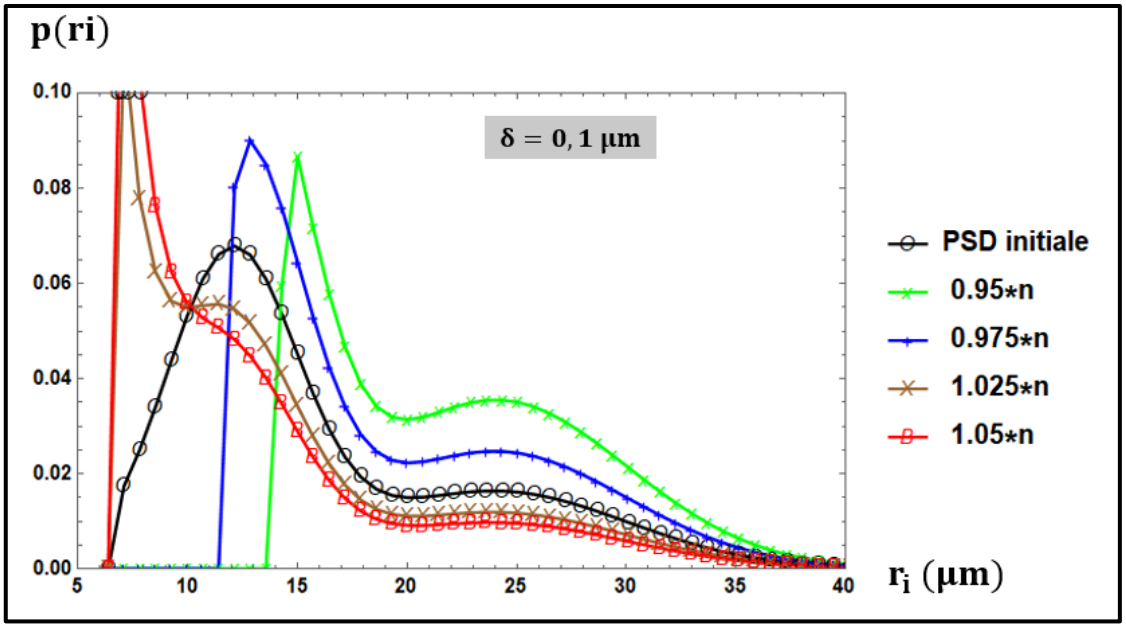


Figure 55: Impact des erreurs sur la valeur de n sur la détermination d'une PSD bimodale par inversion basée sur un faisceau de capillaires à sections droites circulaires, et avec $\delta = 0.1$ µm.

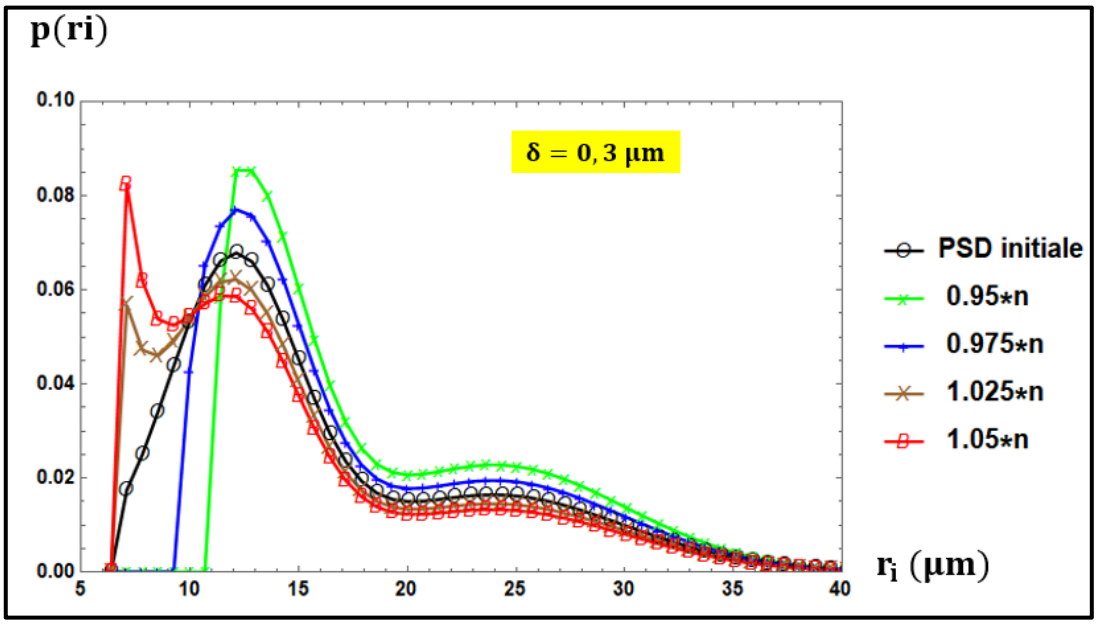


Figure 56: Impact des erreurs sur la valeur de n sur la détermination d'une PSD bimodale par inversion basée sur un faisceau de capillaires à sections droites circulaires, et avec $\delta = 0.3$ µm.

De plus, ces figures 55 et 56 montrent que les écarts entre PSDs initiales et PSDs obtenues par inversions sont plus importants pour les plus petits rayons de pores. Ces observations peuvent être expliquées par le fait que pour une épaisseur δ (constante dans tout le milieu poreux modèle), l'écoulement du fluide dans les capillaires de différents rayons est piloté par le rapport

δ/r_i. Ainsi, la présence d'une couche de glissement impacte davantage la contribution à l'écoulement des petites tailles de pores (car δ/r_i est plus grand) que celle des plus grandes tailles de pores. Par conséquent, quelle que soit l'épaisseur δ, une incertitude sur la valeur de n aura plus d'influence sur les nombres de pores de plus petites taille, comme on peut le voir sur les figures 55 et 56. Ces observations confirment donc l'importance de la caractérisation rhéométrique des fluides à seuil en YSM, car même une incertitude relativement faible (2.5 %) sur la valeur de l'indice de fluidité n peut conduire à de grandes erreurs sur les PSDs obtenues.

Deuxième distribution bimodale

Une deuxième distribution bimodale a été investiguée au cours de cette phase de validation. Les paramètres de cette distribution sont les suivants $w_1 = \frac{1}{3}, w_1 = \frac{2}{3}, m_1 = 12\ \mu m,\ m_2 = 24\ \mu m, \sigma_1 = 3\ \mu m$ et $\sigma_2 = 6\ \mu m$. Comme pour la précédente PSD bimodale, pour les deux épaisseurs de glissement considérées, la PSD initiale a été intégralement reconstruite par le processus d'inversion. La figure 57 présente le cas des faisceaux de capillaires à sections droites rectangulaires, et avec une épaisseur de $\delta = 0.1\ \mu m$. Dans ce cas, les erreurs sur les PSD correspondant aux épaisseurs $\delta = 0.1\ \mu m$ et $\delta = 0.3\ \mu m$ valent respectivement 3.17×10^{-3} et 2.57×10^{-3}.

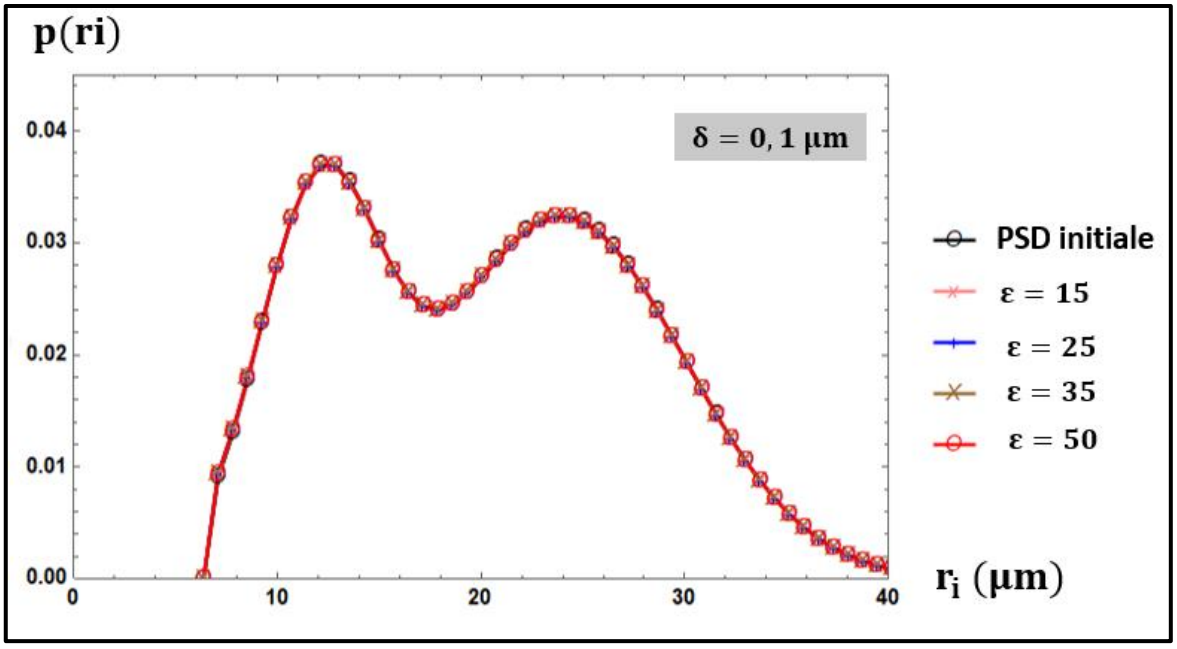


Figure 57 : Deuxième comparaison entre PSD initiale bimodale et PSD inversée pour deux valeurs de l'épaisseur de la couche de glissement, et pour des capillaires de sections droites rectangulaires.

Cas d'une distribution trimodale :

Pour clôturer cette phase de validation, le cas d'une PSD trimodale est traité. Les paramètres de cette distributions sont $w_1 = w_2 = w_3 = 1$, $m_1 = 12\ \mu m$, $m_2 = 2m_1$, $m_3 = 3m_1$, $\sigma_2 = 4\ \mu m$, $\sigma_1 = \frac{2}{3}\sigma_2$ et $\sigma_3 = 2\sigma_2$.

En prenant des capillaires de sections droites circulaires ou rectangulaires, la PSD initiale est entièrement reconstruite comme l'illustre les figures 58 et 59. Avec cette PSD trimodale, les erreurs sur les PSD pour $\delta = 0.1\ \mu m$ et $\delta = 0.3\ \mu m$ sont respectivement de 2.46×10^{-3} et 4.88×10^{-3} pour les sections droites circulaires, et respectivement de 4.31×10^{-3} et 3.67×10^{-3} avec des sections droites rectangulaires.

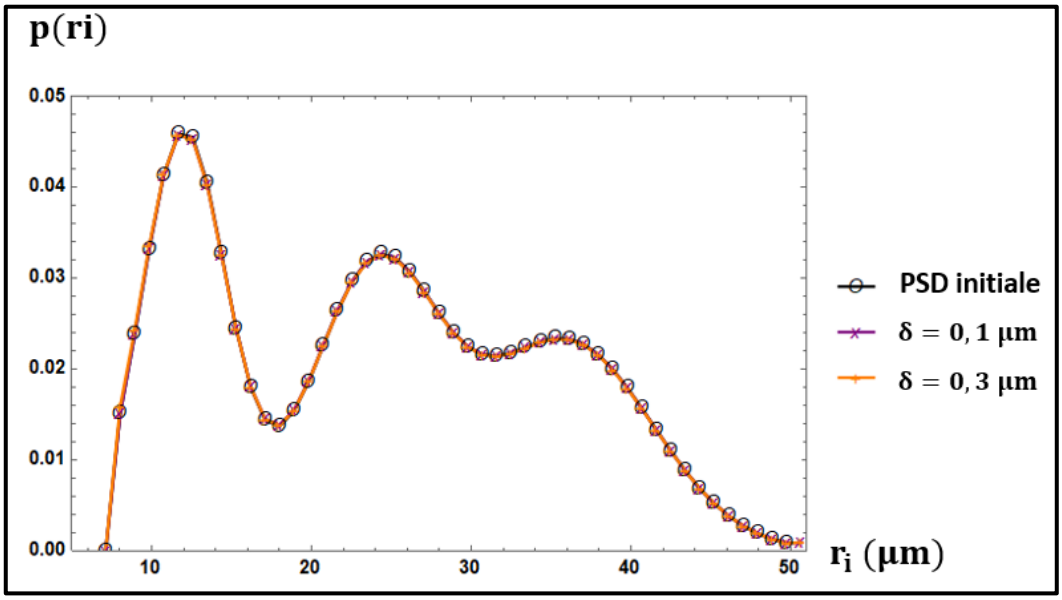


Figure 58: Comparaison entre PSD initiale trimodale et PSD inversée pour deux valeurs de l'épaisseur de la couche de glissement, et pour des capillaires de sections droites circulaires.

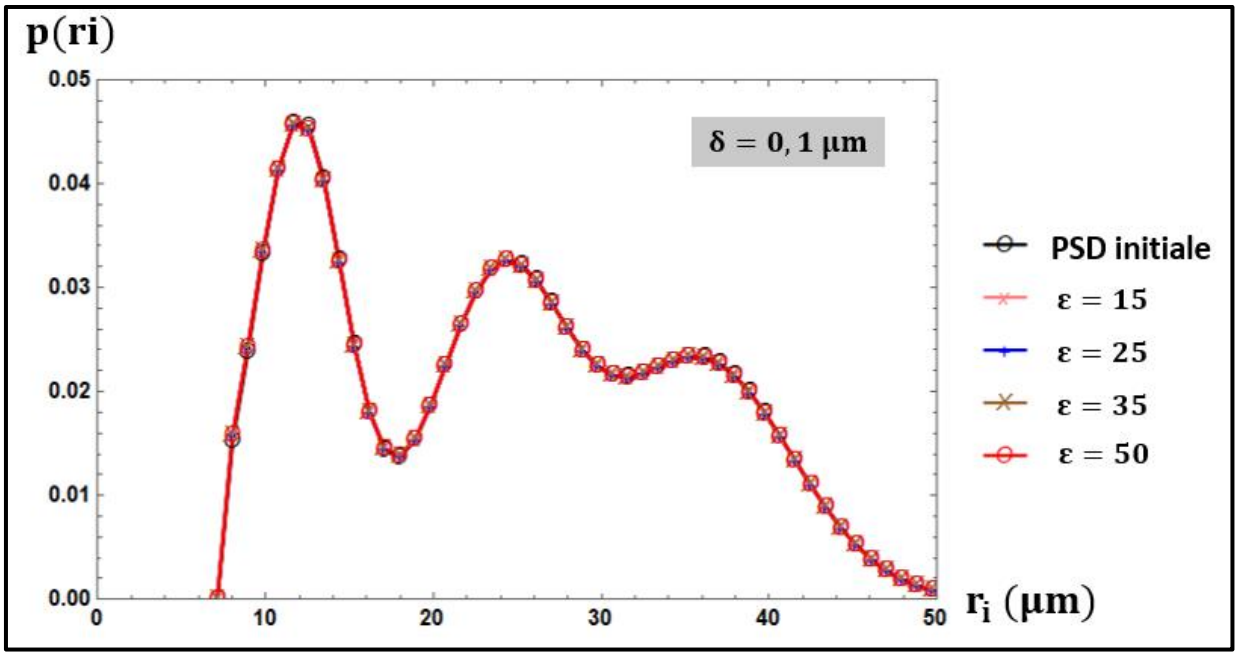


Figure 59: Comparaison entre PSD initiale trimodale et PSD inversée pour deux valeurs de l'épaisseur de la couche de glissement, et pour des capillaires de sections droites rectangulaires.

Pour conclure cette section, retenons que l'approche d'inversion MGK a été validée pour différents types de distributions en tailles de pores, et pour des sections droites de pores aussi bien circulaires que rectangulaires de différents rapports d'aspects. Comme avec la méthode I-YSM, il a été confirmé que les incertitudes sur la valeur de l'indice de fluidité n ont un impact considérable sur les PSDs obtenues par inversion des données expérimentales. Cette influence est en outre fonction de l'épaisseur de la couche de glissement en présence.

Cette approche d'inversion sera également utilisée pour exploiter les données expérimentales présentées dans la partie suivante. Enfin, si la valeur de δ a été fixée au cours de cette phase de validation, elle sera déterminée suite à des tests successifs lors du traitement des données expérimentales réelles présentées à la section III. En effet, pour des échantillons poreux consolidés tels que les grès, l'épaisseur de cette couche de glissement selon le modèle de Kaylon (2005) est à priori inconnue.

CHAPITRE IV : EXPERIENCES D'ECOULEMENTS DE FLUIDES A SEUIL EN MILIEUX POREUX

Cette section est consacrée aux expériences d'injection de fluides à seuil dans des échantillons poreux qui ont été effectuées au cours de ce travail.

IV.1 : Fluides et Matériaux

IV.1.1 : Les solutions de xanthane

Comme il a été rappelé en introduction de ce manuscrit, il existe différentes dispersions présentant le comportement rhéologique d'un fluide à seuil. Parmi ces dispersions, les émulsions telles que la mayonnaise ont été utilisés dans des travaux antérieurs (Malvault 2013). Toutefois, des travaux récents ont confirmé que les solutions de xanthane sont adéquates pour les expériences de YSM (Rodríguez de Castro 2016, 2018). Pour ces raisons, ce polymère a été retenu pour caractériser les échantillons poreux durant cette étude.

Le xanthane est un polymère hydrosoluble de formule brute C35H49O29, de masse moléculaire M = 933.746 g. mol^{-1}, et obtenu par fermentation de la bactérie *Xantomonas campestris*. Il est utilisé dans plusieurs domaines tels que l'industrie pétrolière ou encore agroalimentaire, où on le retrouve sous forme d'additif dans un grand nombre de produits pour ses propriétés émulsifiantes et épaississantes (Abidin et al. 2012). Lorsqu'il est dissout dans un solvant tel que l'eau, le xanthane donne une solution caractérisée par une forte viscosité effective aux faibles taux de cisaillement, suivie d'une décroissance rapide lorsque le taux de cisaillement augmente. Pour ces raisons, les solutions de xanthane sont considérées comme des pseudo fluides à seuil. En solution, les dimensions moyennes d'une molécule de xanthane ont un diamètre de 2nm et une longueur approximativement égale à 1µm (Mongruel et Cloitre 2003). Ces dimensions suggèrent que pour des milieux dont les macropores ont une dimension de l'ordre de 10 µm comme ceux caractérisés au cours de ce travail, il n'y a à priori aucun risque d'obturation des pores aux plus faibles débits d'injections, qui correspondent également aux plus faibles gradients de pressions à travers le milieu et aux plus faibles taux de cisaillement $\dot{\gamma}$.

Par ailleurs les solutions de xanthane sont également adéquates pour les expériences de YSM en raison de sa faible thixotropie (Jones et Walters 1989), qui garantit que les propriétés du fluide sont invariantes au cours des expériences. La figure 60 illustre la structure d'une molécule de xanthane.

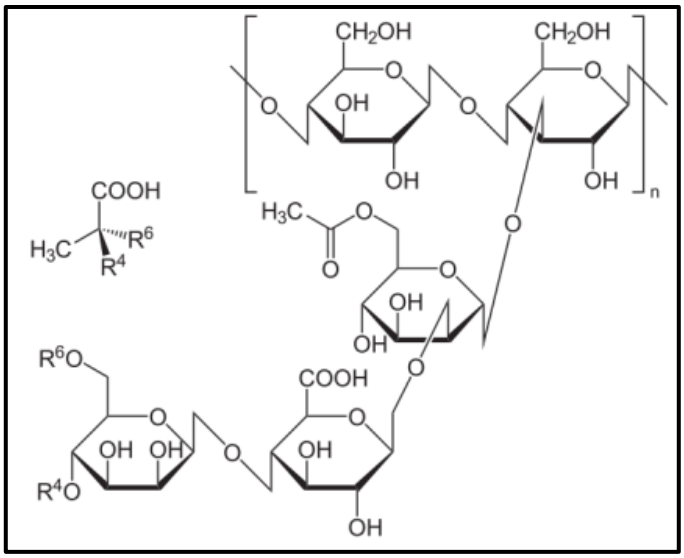


Figure 60: Représentation schématique d'une molécule de xanthane (Lachke 2004)

Les travaux récents en YSM ont montré que la concentration en xanthane avait une influence non négligeable sur les distributions en tailles de pores obtenues, et que plus celle-ci était élévée, plus les PSD déterminées par inversion étaient proche de celle déduite des résultats de porosimétrie par injection de mercure (Rodríguez de Castro et al., 2018). Par conséquent, au cours de cette étude, il a été décidé d'utiliser des concentrations plus élevées que celles utilisées lors des travaux précédents, c'est-à-dire supérieures ou égales à 7000 ppm.

IV.1.2 : Préparation des solutions de xanthan

Pour ce faire, la poudre Xanthan Gum food grade XGF FNCS (jungbunzlauer Austria AG, factory pernhofen), a été choisie car parmi les trois poudres disponibles au laboratoire elle contient le moins d'impuretés. La préparation d'une solution débute tout d'abord par le choix de sa concentration et du calcul de la masse de poudre nécessaire. Ensuite le solvant est préparée en utilisant de l'eau dé-ionisée, et en y ajoutant $0.4\ g.l^{-1}$ de NaN_3 utilisé comme bactéricide. Cette eau est ensuite filtrée sur $0.42\ \mu m$, afin d'éliminer le maximum d'impuretés possibles. Une fois cette phase de filtration achevée, le solvant est dégazé pendant trois quarts d'heure en utilisant une pompe à vide dans le but de réduire au maximum l'air dissout dans la solution.

La dernière étape consiste à dissoudre la masse de poudre de xanthane préalablement calculée dans des bécher de 0.5 L de solvant. Le solvant premièrement homogénéisé grâce à un agitateur mécanique (Heidolph, RZR 2041) en rotation à 500 tours/min, ce qui crée un vortex dans lequel la poudre est progressivement dispersée. Ensuite, la vitesse de rotation de l'agitateur est réduite à 200 tours/min, et la solution est laissée à l'abris de la lumière pendant 24 à 48h dans une salle maintenue à $= 20°C \pm 1$. Après cela, la solution de xanthane est conservée à une température $T = 4°C \pm 1$. Avant chaque expérience, la solution est tout d'abord dégazée à l'aide d'une pompe à vide (Vacuum Pumps MPC Ultimate Pressure, ILMVAK GmbH). Quatre

concentrations ont été choisies, 7000, 8000, 9000 et 10000 ppm. Pour toutes ces concentrations investiguées, le pH de la solution de xanthane a été mesuré, et dans tous les cas sa valeur était d'environ 7. La figure 61 présente un échantillon d'une solution de xanthane de concentration $C = 9\ g.L^{-1}$.



Figure 61 : Échantillon de 0.5 L d'une solution de Xanthan Gum food grade XGF FNCS de concentration 9000 ppm.

IV.1.3 : Caractérisation rhéologique des solutions de xanthane

Une fois préparées, les solutions sont caractérisées à l'aide d'un rhéomètre à contrainte contrôlée équipé d'une géométrie cône-plan (KINEXUS, France). Ces mesures consiste à imposer la contrainte de cisaillement au fluide, et à mesure le taux de déformation subi par ce dernier. L'appareil de mesure permet également de fixer la température à laquelle les mesures sont faites (20 °C dans ce cas), et d'enregistrer les valeurs de viscosité effective mesurées ($\eta = \tau/\dot{\gamma}$).

Durant ces mesures, la contrainte imposée variant de 0.01 à 1000 Pa et l'intervalle pour chaque point de mesure est d'au moins une minute, pour s'assurer de la stabilité de la valeur de taux de cisaillement obtenue. Par ailleurs chaque mesure rhéologique est répétée de façon à limiter les erreurs sur l'estimation des propriétés rhéologiques du fluide. La figure 62 montre le rhéomètre cône plan utilisé pour caractériser les quatre solutions de xanthane.

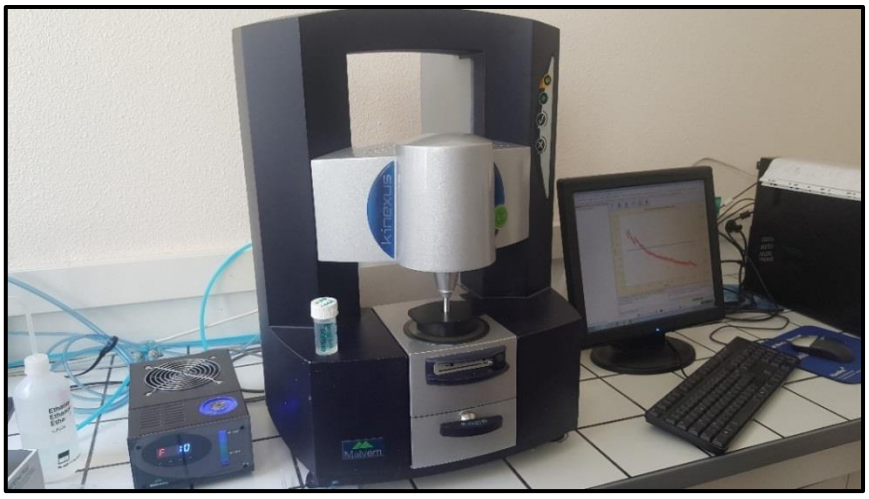


Figure 62: Rhéomètre cône-plan (KINEXUS, France) utilisé pour caractériser les solutions de xanthane.

Les mesures rhéologiques obtenues sont ensuite approchées par un modèle de type Herschel-Bulkley (équation 2.26) en effectuant une régression au sens des moindres carrés par la formule:

$$\sum_{i}(\tau(\dot{\gamma}_i) - \tau_i)^2 \ \dot{\gamma}_i \qquad (4.1)$$

où $\tau_i(\dot{\gamma}_i)$ sont les contraintes du modèle et $(\tau_i, \dot{\gamma}_i)$ sont les mesures expérimentales. Cette régression permet de déterminer la valeur de la contrainte seuil τ_o, l'indice de consistance k, et l'indice de fluidité n. Les figures 63 et 64 suivantes présentent les mesures rhéologiques obtenues et approximées par le modèle d'Herschel-Bulkley pour les différentes solutions de xanthane. Comme on peut le voir sur ces figures, les rhéogrammes sont bien approximés par le modèle d'Herschel-Bulkley, même si comme il a été rappelé précédemment, le xanthane est en réalité un pseudo fluide à seuil (Song et al. 2006).

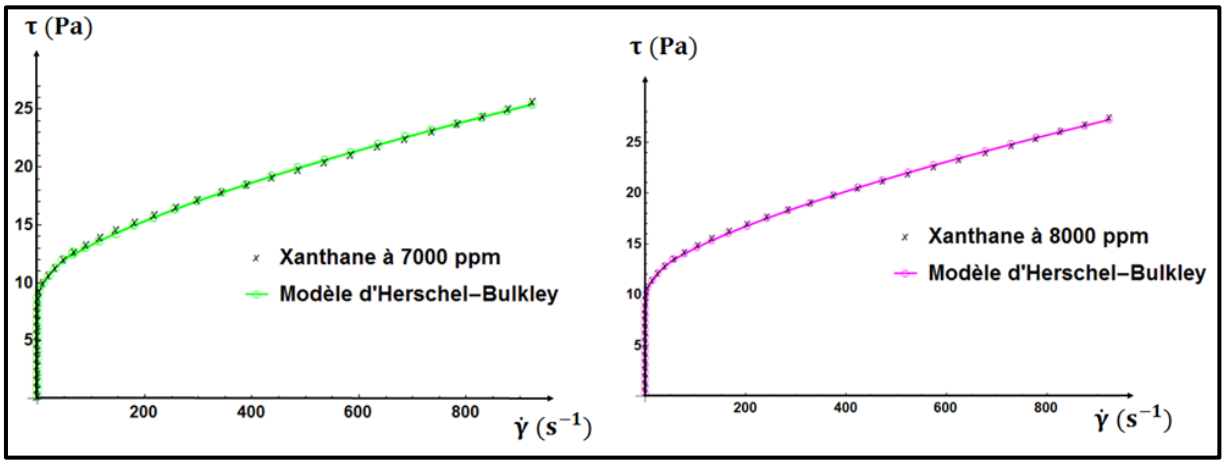


Figure 63 : Rhéologie des solutions de xanthane à 7000 et 8000 ppm.

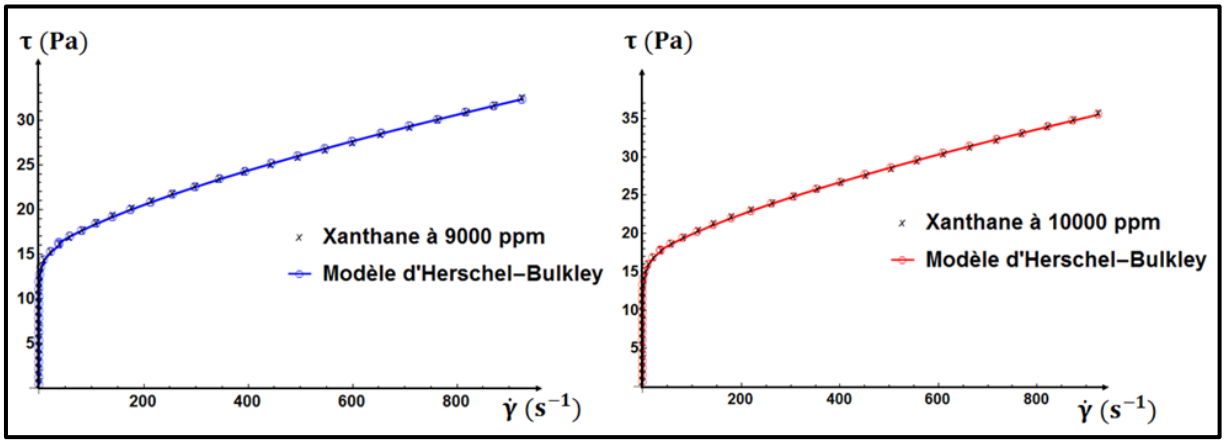


Figure 64 : Rhéogramme des solutions de xanthane à 9000 et 10000 ppm.

La figure 65 présente les mêmes résultats en termes de viscosité effective mesurées pour les quatre solutions de xanthane. Comme on peut le voir sur cette figure 65, le plateau Newtonien présent aux faibles taux de déformation est plus élevé avec la concentration en xanthane, faisant que l'approximation par une loi rhéologique de fluide à seuil sera meilleure.

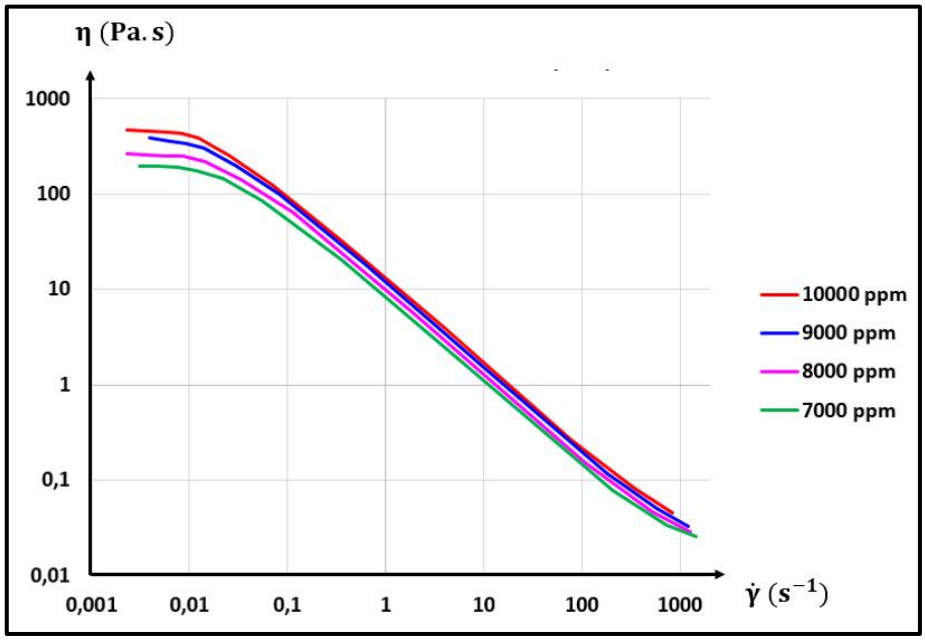


Figure 65: Viscosité effective mesurée en fonction du taux de cisaillement pour les quatre solutions de xanthane.

Le tableau 11 présente les propriétés rhéologiques obtenues après traitement des données pour les quatre solutions de xanthane.

Solution	Concentration (ppm)	τ_0 (Pa)	k ($Pa.s^n$)	n
1	7000	9.13	0.16	0.67
2	8000	10.18	0.177	0.65
3	9000	11.56	0.226	0.64
4	10000	11.79	0.5	0.55

Tableau 11 : Paramètres rhéologiques des quatre solutions de xanthane utilisées au cours des expériences.

Les figures 66, 67, 68 présentent l'évolution de ces paramètres rhéologiques avec la concentration en xanthane. On observe qu'il n'y a aucune tendance pour l'évolution de la valeur l'indice de consistance avec la concentration en xanthane. Cependant, la valeur de la contrainte seuil obtenue croît avec concentration en xanthane, quand celle de l'indice de fluidité n décroit, ce qui traduit un comportement rhéofluidifiant plus marqué lorsque la concentration de la solution augmente. Des tendances similaires ont été observées lors de la caractérisation des solutions de xanthane au cours des dernières études de YSM (Rodríguez de Castro et al., 2016 ; 2018).

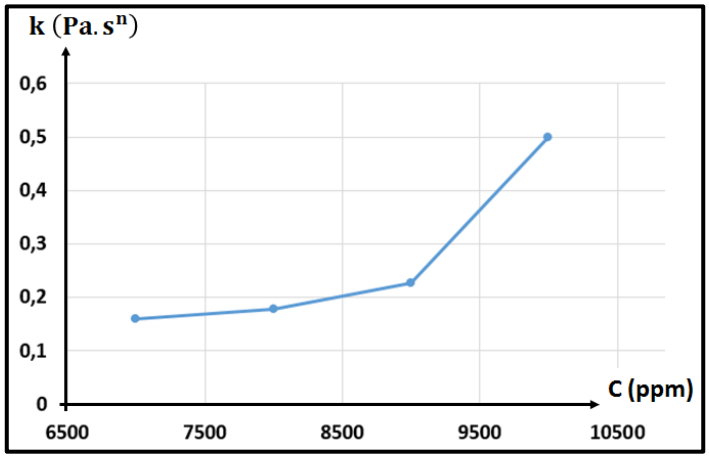


Figure 66: Évolution de l'indice de consistance k en fonction de la concentration C en xanthane.

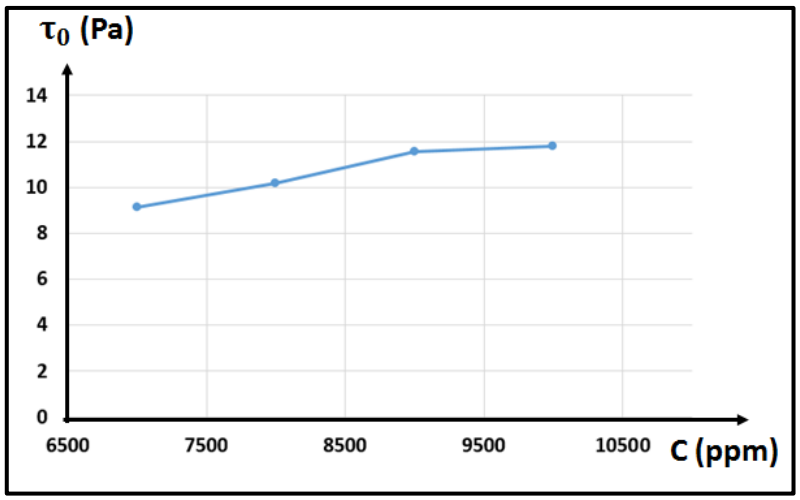


Figure 67: Évolution de la contrainte seuil τ_0 en fonction de la concentration C en xanthane.

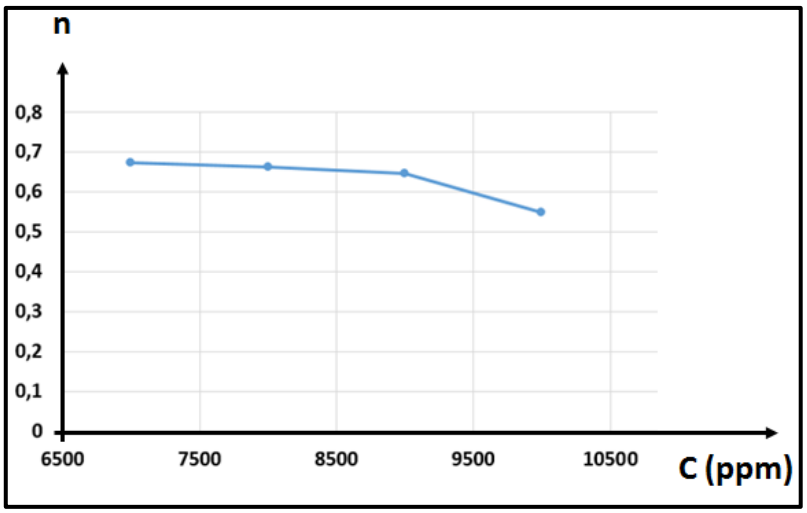


Figure 68: Évolution de l'indice de fluidité, n, en fonction de la concentration C en xanthane.

IV.2 : Milieux poreux utilisés

IV.2.1 : Échantillons de roches réels et synthétiques

Deux types de matériaux ont été choisis pour réaliser ces expériences de caractérisation par injection de fluides à seuil. Premièrement les échantillons de silicate frittés Aerolith 10 (ou A10) commercialisés par PALL Corporation (USA), et dont les propriétés pétrophysiques indiquées par le constructeur sont $\varphi = 0.4$ % et $K = 5$ D. Deuxièmement, des échantillons de grès de Bentheimer, qui contrairement au A10 est une roche naturelle. Ce grès a été choisi car

il est très étudié dans le domaine de la pétrophysique, et nous disposons de distributions en taille des pores de ce matériau provenant d'expériences de MIP et fournies par la compagnie pétrolière SHELL. Les perméabilités du grès de Bentheimer varient de 2.8 à 3.2 D, et leur porosité généralement autour de 23%. Pour ces deux matériaux poreux, différents échantillons ont été utilisés et leurs propriétés pétrophysiques seront présentées ci-après. La figure 69 présente des échantillons de A10 et de Bentheimer caractérisés lors de cette étude.

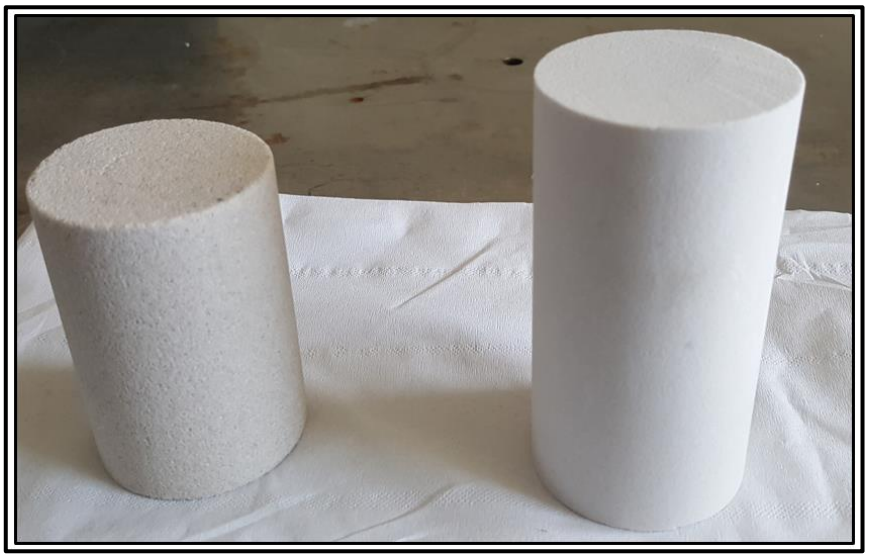


Figure 69 : Différence de texture entre un échantillon provenant d'un grès Bentheimer (gauche) et un échantillon de silicate fritté A10 (droite).

IV.2.2 : Préparation des échantillons de milieux poreux

Tous les échantillons utilisés lors de cette étude ont une forme cylindrique. Leur préparation nécessite tout d'abord deux plaques métalliques circulaires d'injection entre lesquelles l'échantillon sera placé. Pour éviter toute contamination possible de l'échantillon avec par des ions fer, une fine couche de téflon est appliquée sur ces deux plaques métalliques. Après avoir mesuré les dimensions de l'échantillon, il est placé entre les deux plaques métalliques, et une couche de résine Epoxy est appliquée pour le fixer à celles-ci et sur sa surface. Le durcissement de la résine nécessite au moins 24h. Cette étape est suivie par une vérification de l'étanchéité de l'ensemble en injectant du $C0_2$ sous pression dans l'échantillon tout en aspergeant la résine d'époxy à l'aide d'un détecteur de fuite Eco Leak Finder. Cette solution moussante produit des bulles aux endroits où il y'a des fuites. Celles-ci peuvent ensuite être colmatées en ajoutant une couche supplémentaire d'époxy. Une fois l'étanchéité du milieu assurée, deux trous sont percés proche de l'entrée et la sortie de l'échantillon, et les connections nécessaires aux capteurs de pressions sont installées. Ensuite trois couches de fibre de verre sont appliquées pour renforcer la résistance mécanique de l'échantillon et éviter toute rupture de la couche de résine sous l'effet de la pression au cours des expériences. Cette étape de préparation nécessite également une durée de 24h avant que des couches de résine d'époxy supplémentaires ne soient placées autour

des connections. La figure 70 présente un échantillon de Bentheimer à deux stades de sa préparation.

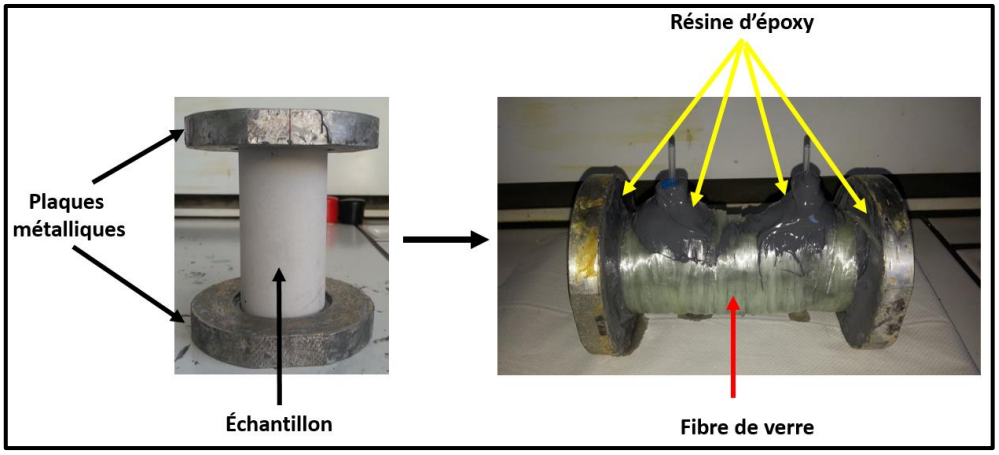


Figure 70: Phase initiale et finale de la préparation d'un échantillon.

IV.2.3 : Caractérisation pétrophysique des échantillons

La caractérisation des échantillons débute tout d'abord par la détermination de leur porosité. Pour ce faire, l'échantillon de roche est pesé à vide puis saturé avec de l'eau dégazée et filtrée à 0.42 µm, et sa porosité est obtenue en calculant la variation relative de sa masse après la saturation. Ensuite l'échantillon est laissé en repos pendant environ 12 heures avant d'effectuer les tests de perméabilité. Ensuite des tests de perméabilité sont effectués en injectant de l'eau dans l'échantillon à 15 débits compris entre 500 et 5 ml/h. Une régression linéaire des données obtenues est alors effectuée, et la valeur de la perméabilité absolue est déduite par la relation :

$$K = \frac{Q}{\Delta P}\frac{\eta}{A}L \qquad (4.2)$$

Les tableaux 12 et 13 présentent les propriétés pétrophysiques obtenues pour les 4 échantillons de A10. Ces mesures sont conformes avec celles connues pour ce type de matériaux, et rappelées dans les sections précédentes.

Échantillons	Milieu poreux	K (mD)	φ	L (Cm)	D (Cm)
1	A10	8050	0.527	6.8	4.65
2	A10	8950	0.502	9.3	4.6
3	A10	8670	0.512	6.3	4.77
4	A10	8333	0.507	5.28	4.77

Tableau 12: Liste des échantillons de A10 caractérisés par YSM au cours de cette étude.

Échantillons	Milieu poreux	K (mD)	φ	L (Cm)	D (Cm)
5	Grès de Bentheimer	3710	0.24	7	4.65
6	Grès de Bentheimer	2910	0.229	4.7	4.65
7	Grès de Bentheimer	3320	0.228	4.7	4.65

Tableau 13: Liste des échantillons de Bentheimer caractérisés par YSM au cours de cette étude.

Comme le montrent ces mesures la caractérisation de ces deux matériaux avec des solutions de xanthane de concentrations différentes est intéressante compte tenue de la différence de leur propriétés pétrophysiques.

IV.3 : Réalisation des expériences d'injection de fluides à seuil dans les milieux poreux

IV.3.1 : Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental utilisé pour cette étude est identique à celui adopté lors des derniers travaux en YSM (Rodríguez de Castro 2014) et est montré sur la figure 71. La procédure consiste à injecter les solutions de xanthane à des débits préalablement définis dans le milieu poreux à caractériser.

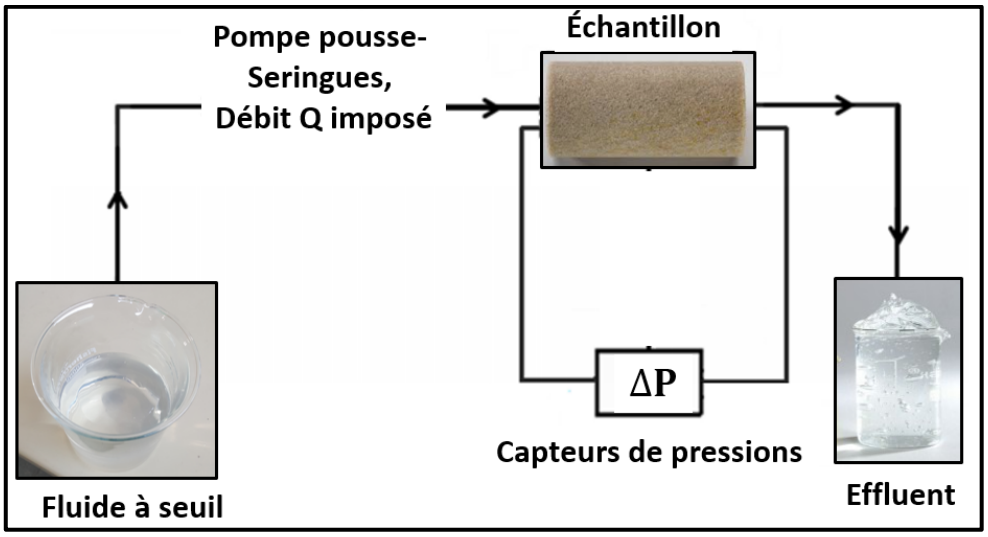


Figure 71: Représentation schématique du montage expérimental.

Grâce à des capteurs de pression (Rosemount 3051 Pressure Transmitter) fixés entre l'entrée et la sortie du milieu poreux et reliés à un ordinateur, pour chaque débit Q_i imposé les différences

de pression sont relevées. Un traitement permet ensuite de prendre les valeurs à l'équilibre et de les convertir en gradient de pression à travers l'échantillon.

Les solutions de xanthane sont injectées dans les échantillons à l'aide d'une pompe pousse seringues (Harvard Apparatus PHD Ultra), pouvant fonctionner de façon semi-automatique grâce à un enregistrement de l'ensemble des débits volumiques à imposer. La figure 72 est une image réelle du dispositif expérimental.

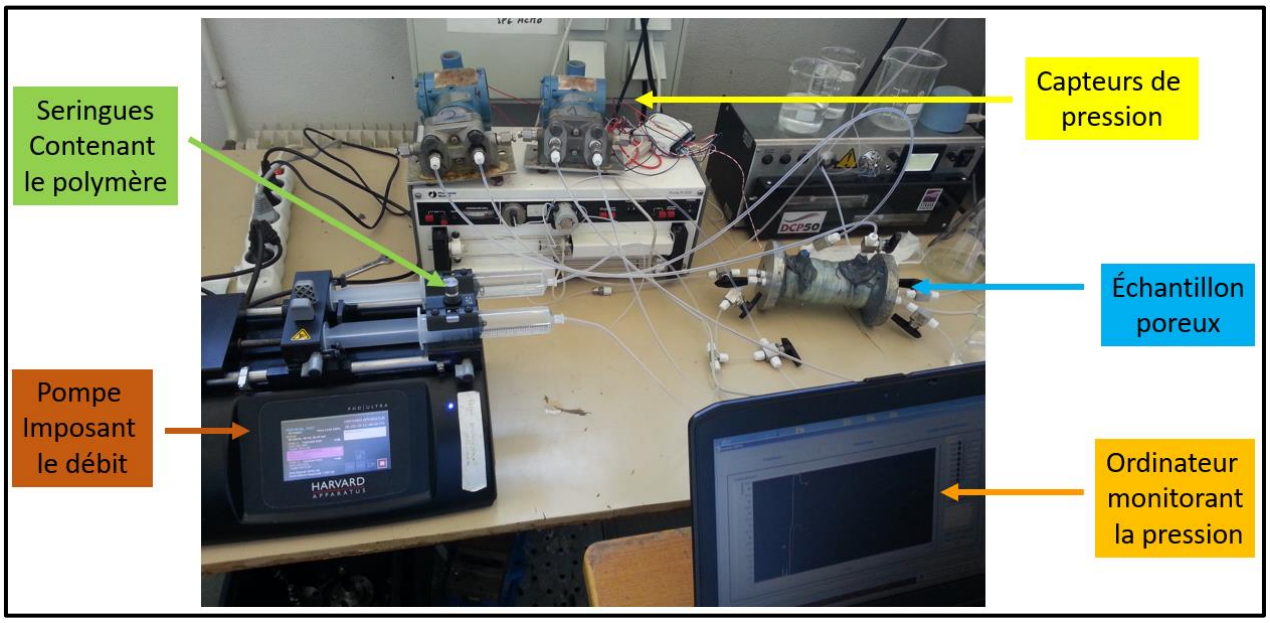


Figure 72: Image du dispositif expérimental réel.

Avant toute expérience, l'échantillon préalablement saturé en eau est saturé avec la solution de xanthane mise en œuvre. Cette saturation est effectuée en injectant tout d'abord l'équivalent de deux volumes de pores de la solution de xanthane à un débit de 500 ml/h. Ensuite une dernière injection d'un volume de pores est effectuée au débit maximal 1000 ml/h, afin de s'assurer que tous les pores soient saturés en xanthane. L'échantillon ainsi saturé est laissé au repos pendant 48 heures avant de commencer l'acquisition des mesures $Q_i(\nabla P_i)$. Cette procédure est similaire à celle adoptée au cours d'expériences typiques de YSM (Rodríguez de Castro 2016, 2018). Pour finir, la température du laboratoire est maintenue à $20°C \pm 0.1\,°C$ durant toutes les expériences, et est identique à celle laquelle les mesures rhéologiques sont effectuées.

IV.3.2 : Dimensionnement des expériences et acquisition des mesures

Le dimensionnement des expériences de YSM consiste à déterminer la plage et les valeurs de débits volumiques qui seront imposés lors d'une expérience. Comme lors des travaux précédents en YSM (Rodríguez de Castro 2014), les débits d'injection sont calculés par l'équation suivante :

$$Q_i = Q_{min} * \left(\frac{Q_{max}}{Q_{min}}\right)^{\frac{i-1}{N-1}} \quad (4.3)$$

où N est le nombre de mesures $Q_i(\nabla P_i)$ à effectuer, Q_{min} et Q_{max} sont respectivement les valeurs minimales des débits d'injection imposés.

Afin d'éviter toute déformation des seringues causée par des débits d'injection trop élevés, 50 débits d'injection sont imposés entre 0.01 et 1000 ml/h. Cette valeur maximale correspond approximativement à la valeur limite que la pompe pousse seringues puisse imposer. En outre, toutes les données sont acquises en partant des débits les plus grands vers les plus faibles, et ceci pour limiter les risques de rétention de polymères aux plus faibles débits. Pour chaque expérience réalisée, tous les points de mesure sont pris à l'équilibre. A titre d'exemple la figure 73 illustre la stabilisation des mesures de différence de pression entre l'entrée et la sortie.

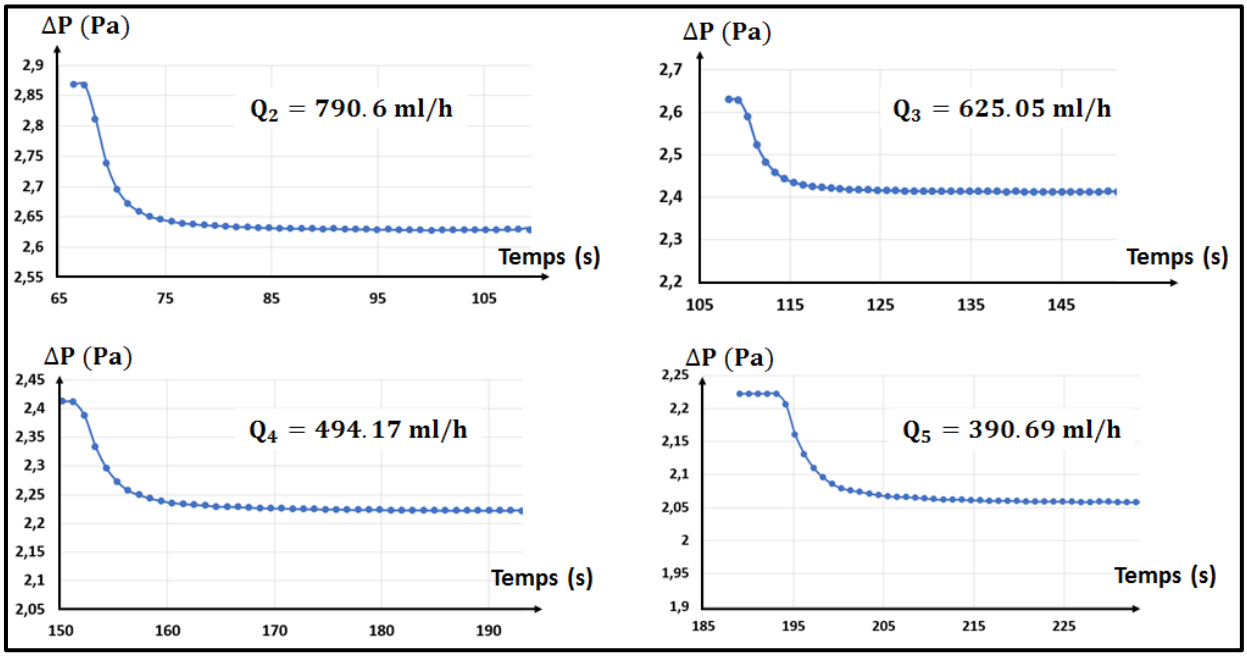


Figure 73: Stabilisation au cours des mesures de la différence de pression entre l'entrée et la sortie d'un échantillon de Bentheimer (échantillon 5) pour différents débits d'injection.

Par ailleurs, pour chaque débit Q_i, les erreurs relatives entre valeurs successives de différences de pression ΔP_i ont été calculées en prenant les 20 derniers points de chaque plateau de stabilisation (figure 73). Pour tous les échantillons étudiés, la valeur minimale de ces erreurs relatives s'est révélée inférieure à 0.5 %.

IV.4 : Présentation des résultats expérimentaux

Dans cette section, les données expérimentales obtenues par injection des solutions de xanthane à travers les échantillons de Bentheimer et de A10 sont présentés, ainsi que les courbes de viscosités apparentes dans ces milieux poreux pour chaque expérience. Les solutions 1 à 4 ont été injectées dans les échantillons de A10 (tableau 12) et celles de 2 à 4 ont respectivement été utilisées pour caractériser les trois échantillons de Bentheimer (tableau 13).

IV.4.1 : Influence de la concentration en Xanthan sur les courbes $\mathbf{Q(\nabla P)}$

La figure 74 présente les courbes Q(∇P) obtenues par injection des quatre solutions de xanthane dans les échantillons de A10 préalablement présentés (tableau 12), et également rappelées en Annexe B. Cette figure montre que pour des débits d'injection similaires, plus la concentration en xanthane est élevée, plus les gradients de pressions mesurés entre l'entrée et la sortie de l'échantillons sont importants. Ce qui est une conséquence directe de la viscosité du fluide en écoulement. Par ailleurs sur toutes ces courbes caractéristiques, on peut observer qu'il y'a un gradient de pression minimal en dessous duquel le débit d'écoulement est négligeable mais non nulle, ce qui est bien la signature d'un pseudo-fluide à seuil.

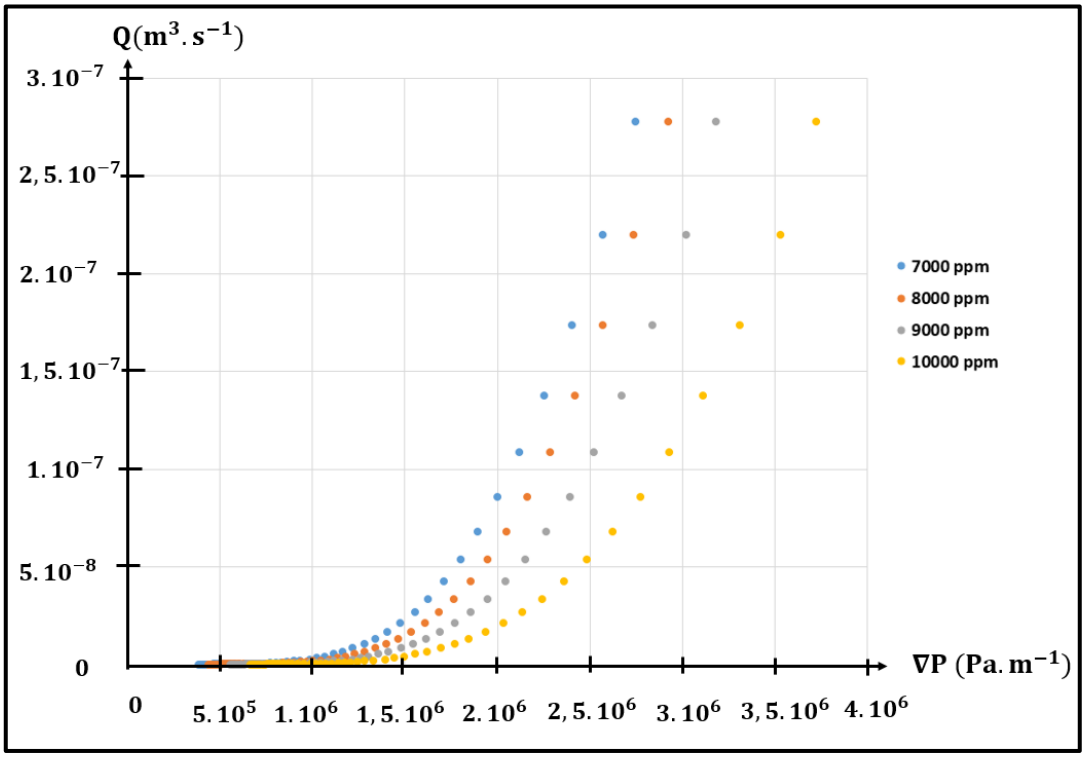


Figure 74: Courbes caractéristiques obtenues avec les 4 échantillons de A10

La figure 75 présente les données obtenues pour les échantillons de Bentheimer, et également rappelées en Annexe B.

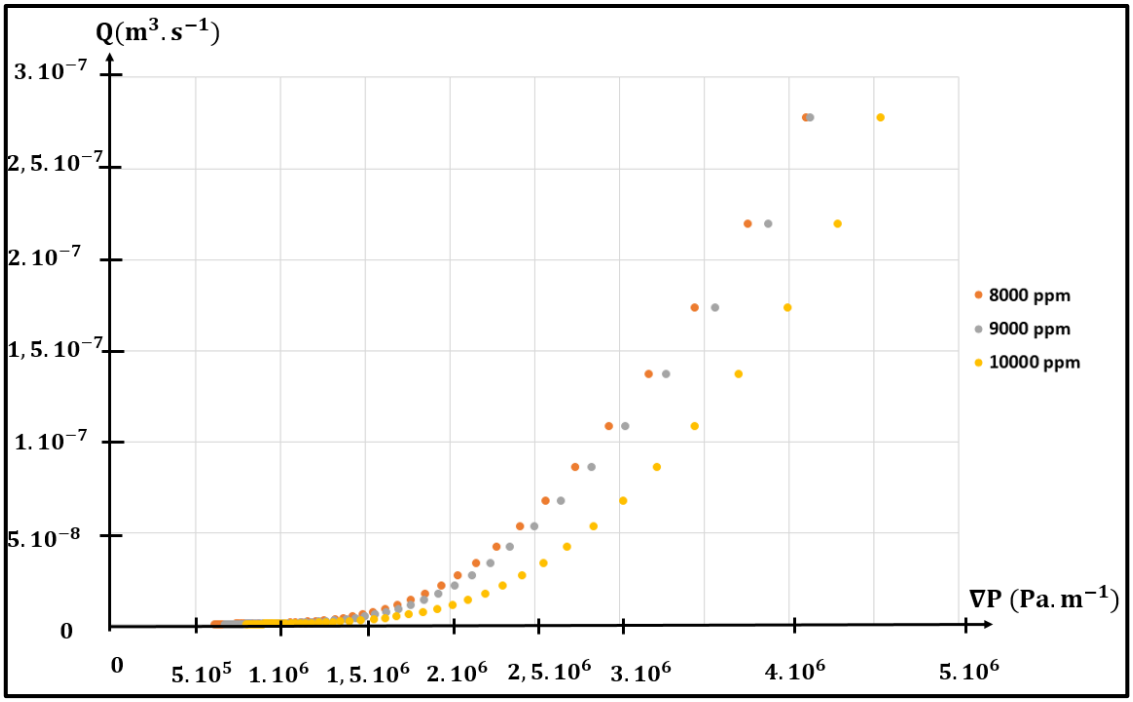


Figure 75 : Courbes caractéristiques obtenues pour les échantillons de Bentheimer.

IV.4.2 : Viscosités effectives et apparentes en milieu poreux

Il est intéressant de comparer les courbes de viscosités effectives provenant des mesures de rhéologie et celles de viscosité apparentes obtenues expérimentalement. Connaissant le gradient de pression mesuré ∇P, la viscosité apparente peut être calculée à l'aide de la loi de Darcy :

$$\eta_{app} = \frac{K.A.\nabla P}{Q} \qquad (4.4)$$

Le taux de cisaillement apparent dans le milieu poreux est défini par la formule (2.63) où le coefficient β a été fixé à 1. Les figures 76, 77, 78, 79 présentent les résultats pour les échantillons de Bentheimer et de A10. On remarque que dans chaque expérience, les taux de cisaillement subits par le fluide dans le milieu poreux sont du même ordre de grandeur que ceux mesurés par le rhéomètre. Sur la base de ces observations, on peut donc considérer que les paramètres τ_0, k et n obtenus par traitement des données rhéologiques caractérisent bien le comportement du fluide en milieu poreux.

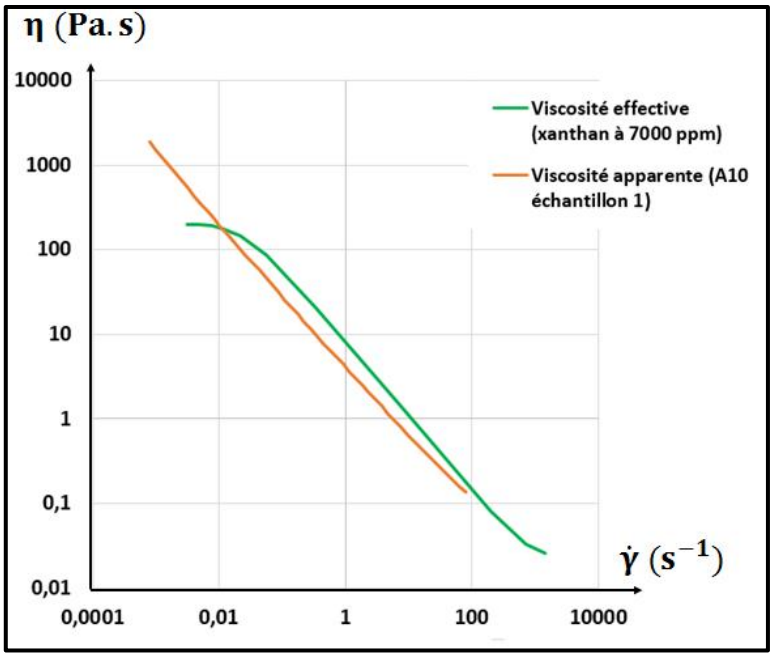


Figure 76: Comparaison entre viscosités apparentes et effectives pour la solution 1.

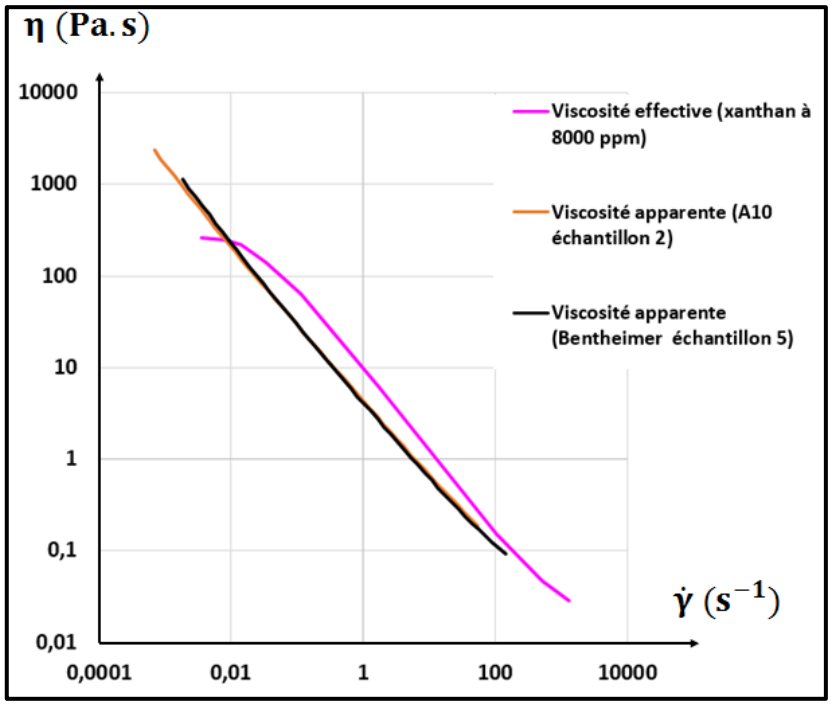


Figure 77: Comparaison entre viscosités apparentes et effectives pour la solution 2.

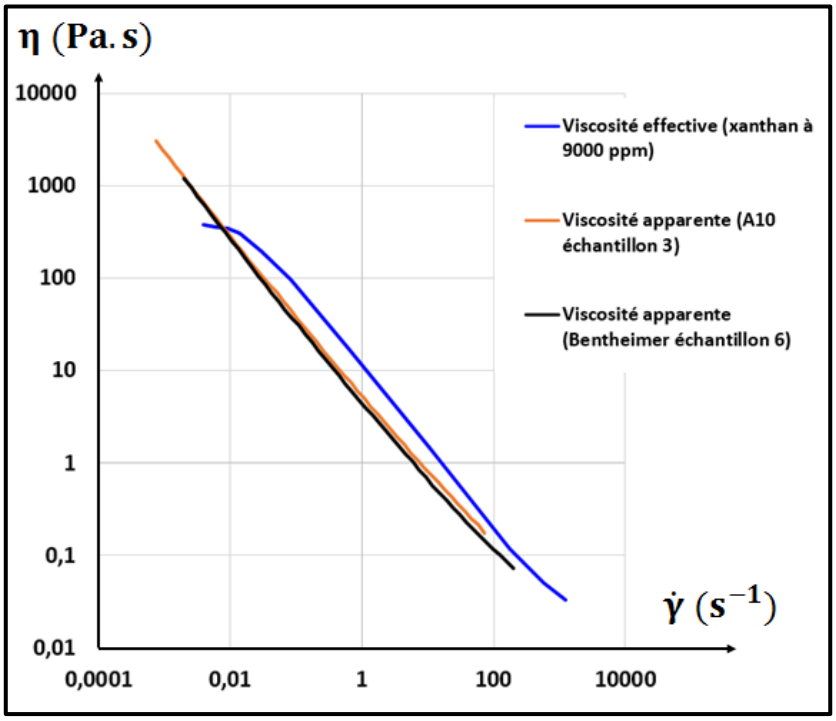


Figure 78: Comparaison entre viscosités apparentes et effectives pour la solution 3.

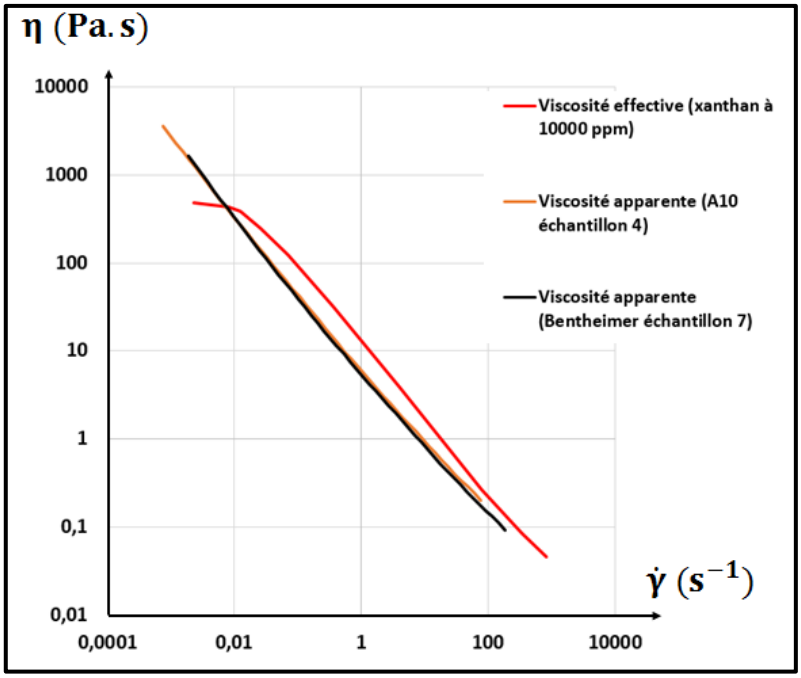


Figure 79: Comparaison entre viscosités apparentes et effectives pour la solution 4.

Sur ces figures 76, 77, 78, 79, on observe que les courbes de viscosités apparentes semblent décalées vers les faibles taux de cisaillement par comparaison aux courbes de viscosités

effectives. Cette observation est liée à la valeur $\beta = 1$ (équation 2.62) prise pour superposer ces courbes.

Pour clôturer cette partie expérimentale, il est nécessaire de rappeler que des mesures supplémentaires de densités et de viscosités effectuées lors de travaux antérieurs en YSM ont montré que les phénomènes de dégradation mécanique de la solution de xanthane et d'adsorption de ces molécules dans les échantillons étaient négligeables (Rodriguez de Castro et al. 2016). Ces travaux ont toutefois mis en évidence l'importante du phénomène de rétention de polymère aux plus petits débits d'injection, dû à l'orientation aléatoire des molécules de xanthane dans les pores. En raison de ces observations, la présente étude expérimentale aura pour buts principaux d'enrichir la base de données en YSM, et d'évaluer l'impact du glissement sur les PSDs en adoptant le modèle de Kaylon (2005) qui a été présentée au chapitre III.

CHAPITRE V : INTERPRETATION DES RESULTATS EXPERIMENTAUX

Dans ce chapitre, les distributions en tailles de pores obtenues par YSM sont comparées à celles obtenues par porosimétrie mercure (MIP). Concernant les échantillons de A10, la PSD de la figure 18 disponible dans la base de données du laboratoire (Rodríguez de Castro 2014) sera utilisée pour effectuer la comparaison avec les PSDs provenant de YSM. Quant aux échantillons de Bentheimer, des PSDs provenant de l'entreprise Shell sur des échantillons ayant des propriétés pétrophysiques (φ, K) comparables à nos échantillons seront confrontés aux PSD obtenues par YSM. Ces données de MIP sont présentées sur la figure 80 :

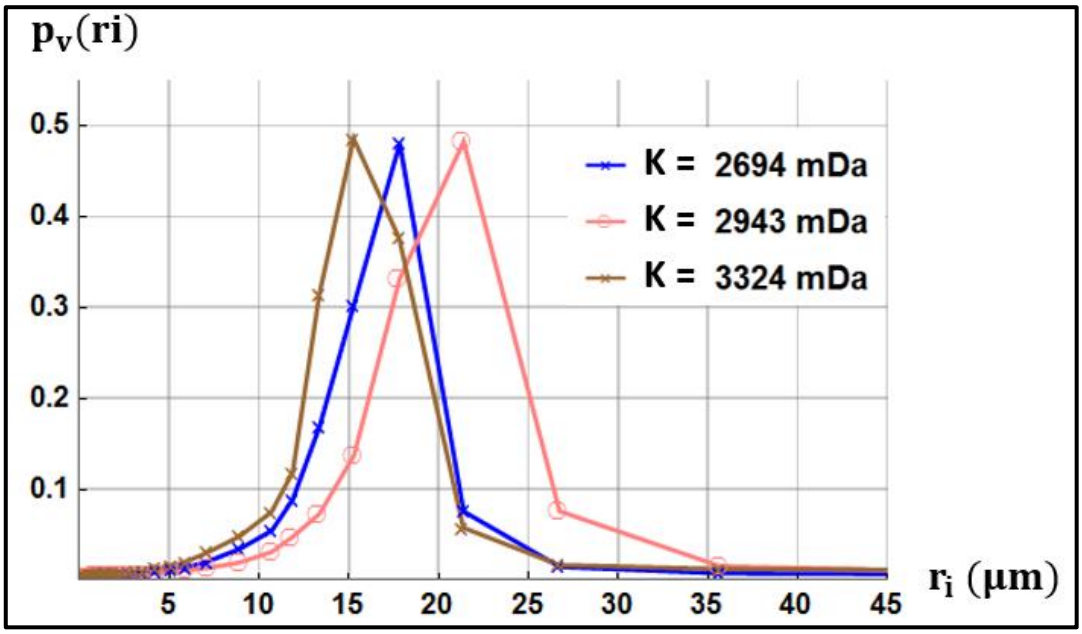


Figure 80: Distributions en tailles de pores obtenues par porosimétrie mercure sur des échantillons de grès de Bentheimer ayant différentes perméabilités (SHELL).

Sur cette figure 80, il est également intéressant de noter le nombre important de classes de pores de très petites tailles caractérisées par le MIP grâce aux très hautes pressions qu'il est possible d'imposer.

V.1 : Considérations générales

Comme cela a été proposé lors de travaux précédents en YSM (Rodríguez de Castro et al. 2016, 2018), il est possible de réaliser une comparaison entre courbes de pression capillaire déduites des PSDs obtenues par MIP, et de celles obtenues par YSM. Pour ce faire, les saturations en mercure sont calculées par l'équation :

$$S(P_{ci}) = \sum_{\forall\ r_i > \frac{-2.\sigma.\cos(\theta)}{P_{ci}}} P_v\ (r_i) \qquad (5.1)$$

où les valeurs de pression capillaires sont obtenues par l'équation :

$$P_{ci} = \frac{-2.\sigma.\cos(\theta)}{r_i} \qquad (5.2)$$

avec $\theta = 140\ °$ et $\sigma = 0.485\ N.m^{-1}$ à 25 °C.

Les courbes de pressions capillaires obtenues grâce aux PSDs de la figure 80 sont présentées sur la figure 81.

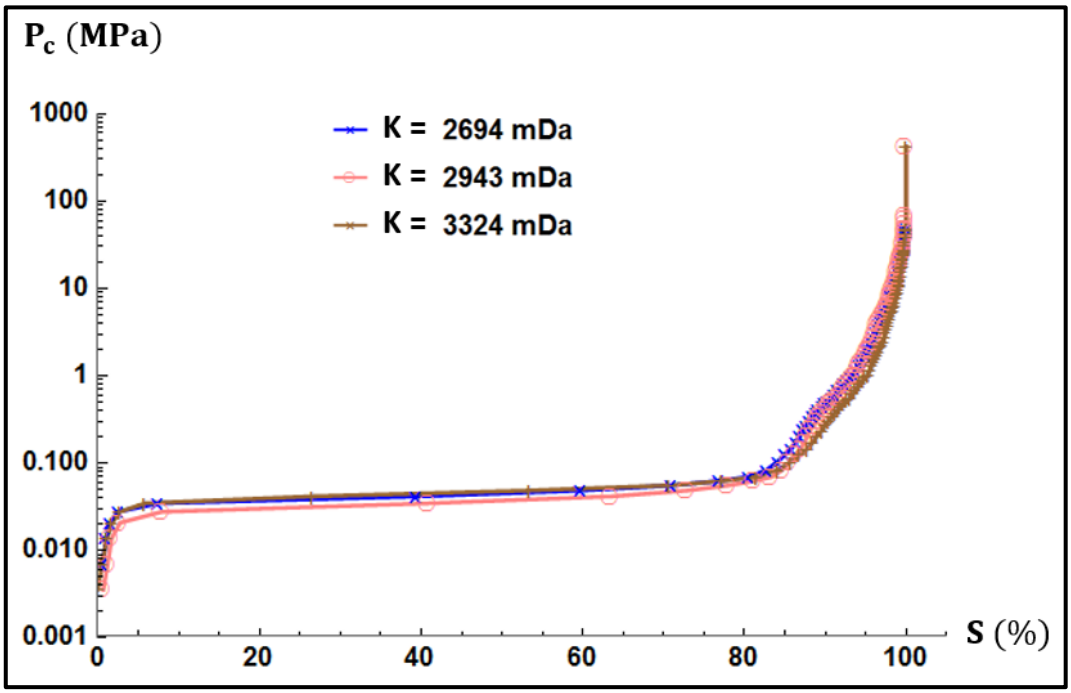


Figure 81: Courbes de pression capillaire obtenues par MIP sur trois grès de Bentheimer de différentes perméabilités (SHELL).

Sur cette figure 81, les très petites tailles de pores visibles sur la figure 80 sont à l'origine des plus grandes valeurs de pressions capillaires observées aux saturations les plus grandes.

Comme il a été rappelé dans le chapitre II, les tailles de pores caractérisées par la technique YSM correspondent aux rayons des plus petites constrictions des chemins percolant du milieu. Par contre celles caractérisées par MIP correspondent au plus grand rayon d'accès au pore-body sur un chemin percolant. Par conséquent, on s'attend à ce que les PSDs obtenues par YSM présentent des rayons de pore de plus petite taille que celles obtenues par MIP (Rodríguez de Castro et al., 2016 ; 2018). Une application directe de l'équation (5.2) donnerait donc des valeurs de pressions capillaires plus grandes en utilisant les PSDs provenant de YSM, que pour celles provenant de MIP. Il est donc nécessaire d'effectuer une transformation préliminaire avant l'obtention des courbes de pression capillaires à partir d'une PSD provenant de YSM (Rodríguez de Castro et al., 2016 ; 2018). Pour des raisons de comparaison, au cours de ce travail, cette transformation sera faite en adoptant les mêmes considérations que dans les

derniers travaux en YSM. En remarquant que $\sum n_i$ représente le nombre de chemins percolants présents dans le milieu caractérisé, ces considérations sont les suivantes:

1) La chute de pression le long d'un chemin percolant a majoritairement lieu au niveau de la plus étroite constriction (pore-throat);
2) Tous les chemins percolant ont le même volume, et ce volume est celui d'un pore cylindrique équivalent. En se basant sur le faisceau de capillaires parallèles à section droite circulaire, et en négligeant le volume provenant des pore-throats, le rayon de ce pore cylindrique équivalent noté r_{body} est donné par l'équation :

$$r_{body} = \sqrt{\frac{\varphi R^2}{\sum n_i}} \tag{5.3}$$

3) Un chemin percolant dont le rayon de la plus petite constriction est de r_i et dont le rayon du pore-body est r_{body} est envahi par le fluide non-mouillant pour des pressions allant de $\frac{-2.\sigma.\cos(\theta)}{r_i}$ à $\frac{-2.\sigma.\cos(\theta)}{r_{body}}$. En première approximation, on définit le rayon équivalent de pression capillaire par l'équation :

$$\tilde{r}_i = \frac{r_{body} + r_i}{2} \tag{5.4}$$

Ainsi, les pressions capillaires calculées à partir des PSD provenant YSM sont obtenues grâce à l'équation :

$$P_{ci} = \frac{-2.\sigma.\cos(\theta)}{\tilde{r}_i} \tag{5.5}$$

Dans cette étude, en plus des capillaires de section droite circulaire, les données obtenues seront également interprétées en se basant sur des faisceaux de capillaires de sections droites carrées et triangulaires. Pour ces deux formes de sections droites des pores, en faisant les mêmes hypothèses 1), 2) et 3) précédentes, il est possible d'exprimer des rayons équivalents des pore-bodies par les équations :

$$r_{body,car} = \sqrt{\frac{\pi \varphi R^2}{4 \sum n_i}} \quad \text{et} \quad r_{body,tri} = \sqrt{\frac{\pi \varphi R^2}{(3\sqrt{3}) \sum n_i}} \tag{5.6}$$

où les abréviations « car » et « tri » désignent respectivement les formes des sections droites carrées et triangulaires.

De la même façon, pour chaque classe de pores caractérisée en adoptant ces deux modèles de milieu poreux (faisceaux de capillaires à sections droites carrées et triangulaires), il est possible de définir des rayons de pores équivalents par les équations :

$$\tilde{r}_{i,car} = \frac{r_{body,car}+r_i}{2} \quad \text{et} \quad \tilde{r}_{i,tri} = \frac{r_{body,tri}+r_i}{2} \tag{5.7}$$

Et d'en déduire des valeurs de pression capillaire grâce aux équations :

$$P_{ci,car} = \frac{-2.\sigma.\cos(\theta)}{\tilde{r}_{i,car}} \qquad \text{et} \qquad P_{ci,tri} = \frac{-2.\sigma.\cos(\theta)}{\tilde{r}_{i,tri}} \tag{5.8}$$

Par la suite, quel que soit le modèle de milieu poreux adopté, la saturation en fluide non-mouillant (mercure) sera calculée par l'équation 5.1.

Il est nécessaire de souligner que pour des sections droites carrées et triangulaires, les rayons r_i intervenant dans les équations 5.7 et 5.8 représentent en réalité les rayons des cercles inscrits dans la section droite des capillaires. Par ailleurs, il est nécessaire de rappeler cette approche permettant d'obtenir des courbes de pressions capillaires a été proposée par Rodríguez de Castro (2014) avec des pores de section droite circulaire, et que le premier objectif de la technique YSM est de déterminer des distributions en tailles de pores (PSDs), et non des courbes de pression capillaire. Ces dernières sont en effet directement obtenues par MIP.

Dans cette section, toutes les données présentées au chapitre IV sont traitées en tenant compte du glissement (méthode d'inversion « YSM_G »), et sans tenir compte du glissement (méthode d'inversion « YSM »). De plus, dans chaque cas, la recherche de la PSD optimale est faite en explorant 20 valeurs du coefficient seuil d'écoulement α régulièrement espacées dans l'intervalle I_α =]1,1.2], et pour chacune d'elle, 50 valeurs de δ sont testées, régulièrement espacées entre 0.1 nm et 0.3 µm.

V.2 : Échantillons de A10

Dans un premier temps, les données obtenues sur les échantillons de A10 (tableau 12) sont traitées, et les résultats en terme de PSDs et de courbes de pression capillaire sont présentés et commentées en s'appuyant sur les chapitres II, III et IV.

Influence du glissement sur les résultats de YSM

Afin d'étudier l'influence du glissement sur les résultats obtenues par YSM, dans un premier temps, les échantillons poreux sont tous assimilés à des faisceaux de capillaires de sections droites circulaires.

PSDs et courbes de pression capillaire

Les figures 82 et 83 présentent respectivement les PSDs et les courbes de pression capillaire obtenues sur l'échantillon caractérisé avec la solution de xanthane de concentration 7000 ppm. Sur la figure 82, on remarque premièrement que les PSDs obtenues avec ou sans glissement ont une forme globale proche d'une distribution gaussienne, tout comme la PSD obtenue par MIP. Il est important de souligner que pour des milieux synthétisés comme le A10, en s'attend à ce que la PSD soit effectivement centrée autour d'une valeur moyenne. Deuxièmement sur cette figure 82, on constate que les PSDs obtenues en prenant en compte le glissement du fluide présentent des tailles de pores légèrement plus petites que celles obtenues sans glissement. Ce résultat est dû au fait que la prise en compte du glissement conduit à une diminution de la viscosité apparente du fluide dans le milieu poreux, comme il a été rappelé au chapitre III. Ainsi, dans une certaine mesure, la PSD déterminée en intégrant le glissement peut être vue comme celle qu'on aurait obtenu avec une solution de xanthane de plus faible concentration (dans ce cas, inférieure à 7000 ppm). Cette interprétation est en accord avec les travaux les plus récents en YSM, qui ont montré qu'en augmentant la concentration en xanthane, les PSD obtenues par YSM se rapprochaient progressivement de celles obtenues par MIP (Rodríguez de Castro et al. 2016, 2018).

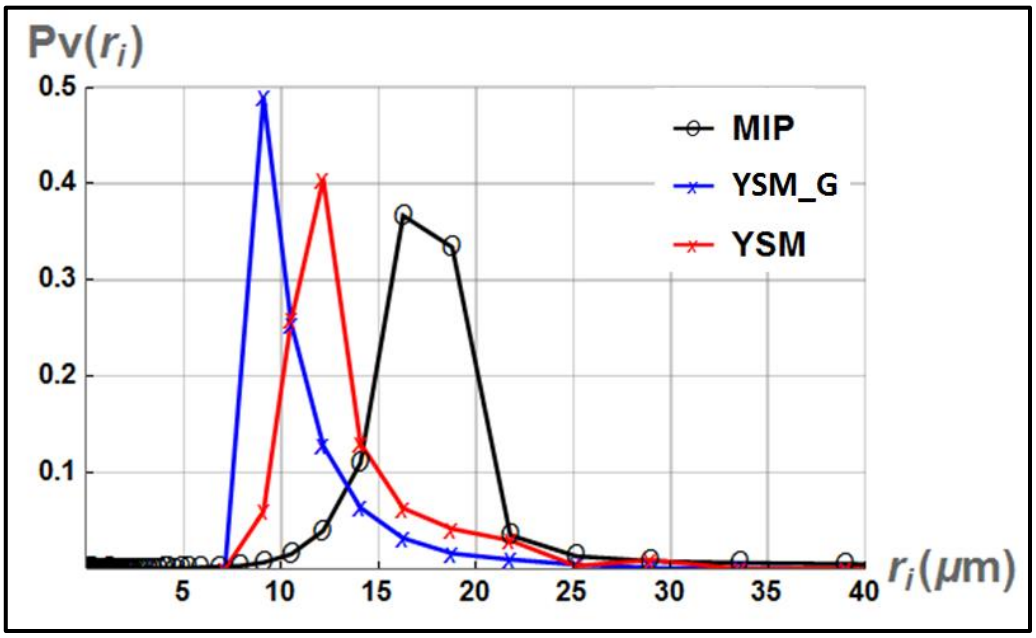


Figure 82: Comparaison des PSD obtenues sur un échantillon de A10 d'une part avec le MIP et d'autre part avec la YSM (xanthane à 7000 ppm). L'épaisseur de la couche de glissement vaut $\delta = 8.08 \times 10^{-9}$ m.

La figure 83 montre que les courbes de pression capillaires déduites des PSDs obtenues par YSM présentent des similarités avec celles provenant de MIP. En effet, sur cette figure 83, il existe une pression d'entrée à partir de laquelle la saturation en mercure croît de façon significative. Comme lors des travaux antérieurs (Rodríguez de Castro et al. 2016, 2018), la

valeur de cette pression d'entrée est plus grande sur les courbes provenant de YSM que sur celles provenant de MIP. Deuxièmement, le plateau observé sur la courbe de MIP est également sur la courbe de pression capillaire déduite de la PSD provenant de YSM. Néanmoins, les plus grandes valeurs de pression capillaire observées sur la courbe de MIP ne sont pas présentes en YSM. En effet, comme il a été rappelé au début de cette section, ces valeurs correspondent aux très faibles tailles de pores qui sont caractérisables par MIP et non par YSM. Par ailleurs, sur cette figure 83 on remarque que la courbe de pression capillaire déduite en tenant compte du glissement est légèrement au-dessus de celle déduite sans tenir compte du glissement. Cette observation directement liée au fait que les PSDs obtenues en tenant compte du glissement présentent des pores dont la taille est légèrement plus petite que dans le cas où le glissement aux parois est négligé.

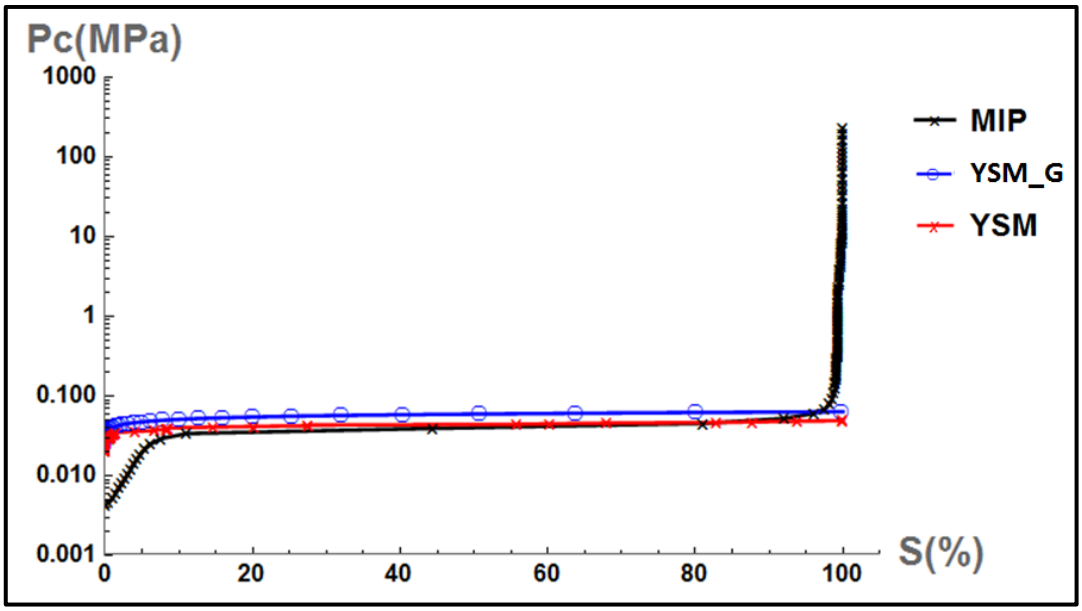


Figure 83: Comparaison des courbes de pression capillaire obtenues sur un échantillon de A10 d'une part avec le MIP et d'autre part avec la YSM (xanthane à 7000 ppm).

Les figures 84 et 85 présentent les résultats obtenus à partir de l'injection de la solution 2 (concentration 8000 ppm) dans l'échantillon 2 de A10. La figure 84 montre une fois de plus qu'avec ou sans glissement, la forme globale de la PSD obtenue est identique à celle obtenue par MIP. De plus sur la figure 84, les deux PSD obtenues par YSM présentent plus de similitudes avec celle provenant de MIP que sur la figure 83, à l'image de la valeur maximale de $p_v(r_i)$ située entre 0.3 et 0.4 au lieu de 0.4 et 0.5 sur la figure 82.

On remarque par ailleurs que le glissement a une influence beaucoup moins importante sur ces figures 84 et 85 que sur les figures 82 et 83. Ce résultat peut en partie être dû au fait que l'échantillon 1 (caractérisé avec la solution de 7000 ppm) a une perméabilité légèrement plus faible (8.05 D) que celle de l'échantillon 2 et 3 (8.95 D). En effet, comme il a été rappelé au chapitre III, l'ampleur du phénomène de glissement des fluides non-Newtonien augmente lorsque la perméabilité du milieu diminue (Sochi, 2011). Concernant les courbes de pression

capillaire, la figure 85 montre une fois de plus qu'avec ou sans glissement, les résultats de YSM sont très cohérents avec ceux provenant directement de MIP.

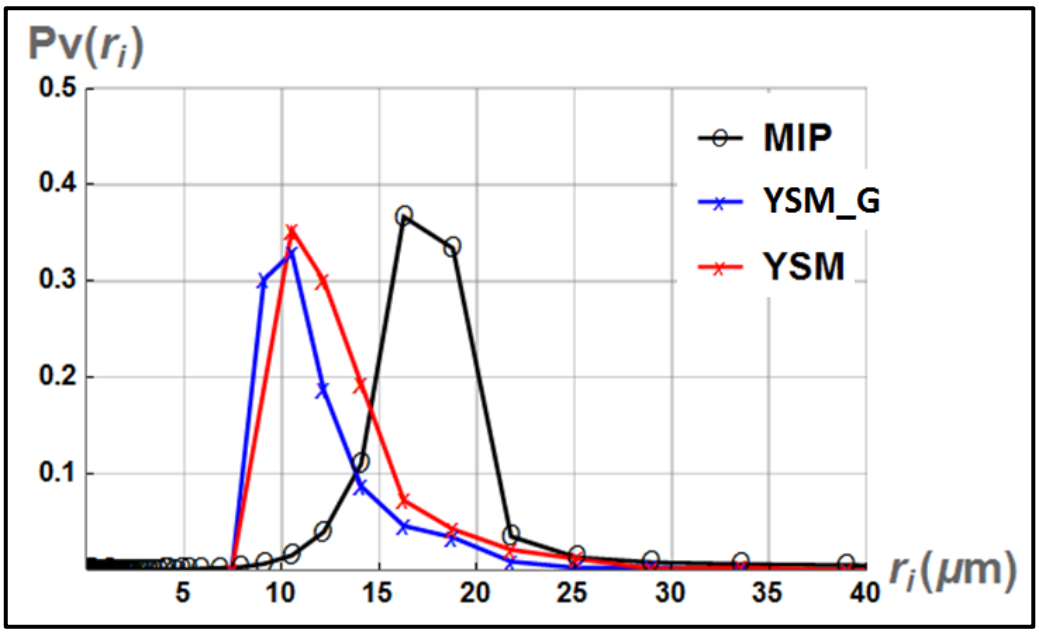


Figure 84: Comparaison des PSD obtenues sur un échantillon de A10 d'une part avec le MIP et d'autre part avec la YSM (xanthane à 8000 ppm). L'épaisseur de la couche de glissement vaut $\delta = 2.47 \times 10^{-9}$ m.

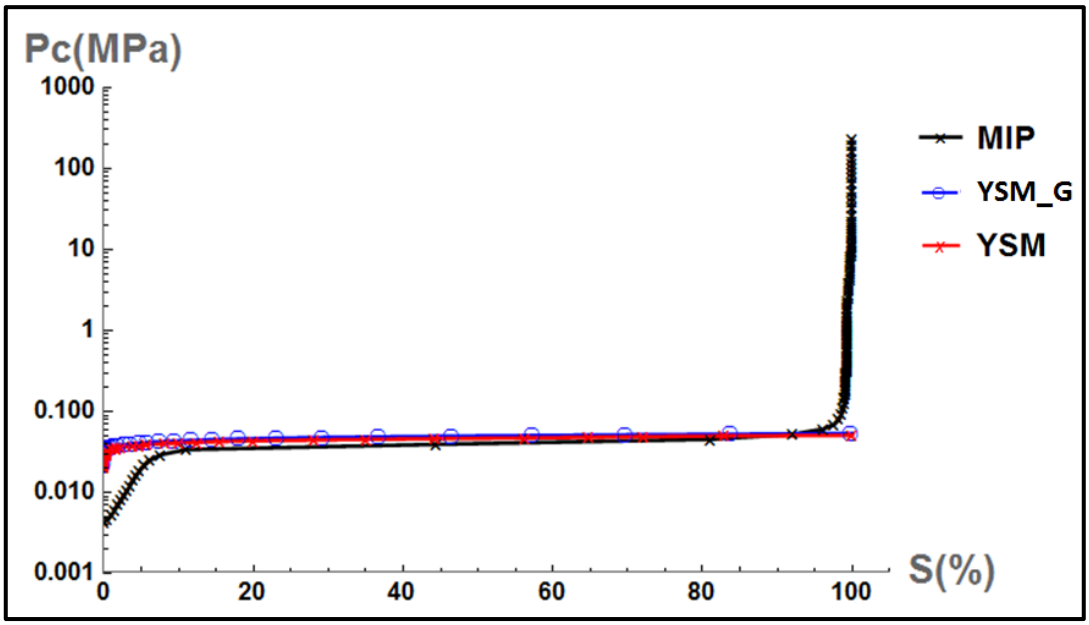


Figure 85: Comparaison des courbes de pression capillaire obtenues sur un échantillon de A10 d'une part avec le MIP et d'autre part avec la YSM (xanthane à 8000 ppm).

Les PSDs et courbes de pression capillaire obtenues avec la solution 3 (concentration de 9000 ppm) sont présentées sur les figures 86 et 87, et celles obtenues avec la solution 4 (concentration de 10000 ppm) sont présentées sur les figures 88 et 89. Comme avec les concentrations antérieures, ces résultats montrent premièrement qu'avec ou sans glissement, la forme globale de toutes les PSDs est bien semblable à une gaussienne. Deuxièmement, comme avec les concentrations de 7000 et 8000 ppm, la prise en compte du glissement conduit toujours à des PSDs présentant des pores de tailles légèrement plus petites qu'en l'absence de glissement.

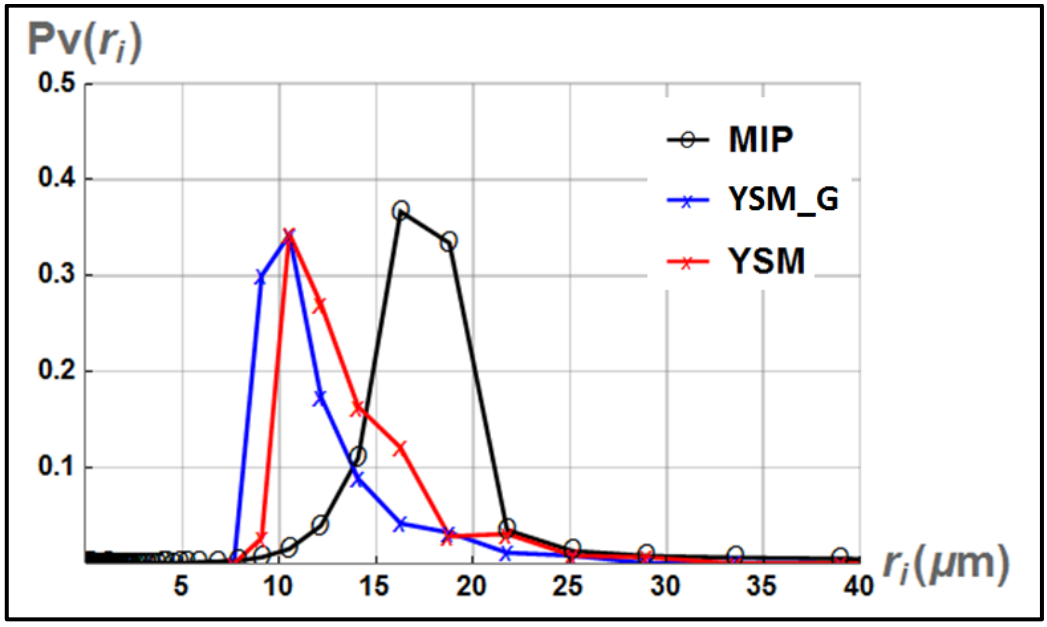


Figure 86: Comparaison des PSD obtenues sur un échantillon de A10 d'une part avec le MIP et d'autre part avec la YSM (xanthane à 9000 ppm). L'épaisseur de la couche de glissement vaut $\delta = 1.29 \times 10^{-9}$ m.

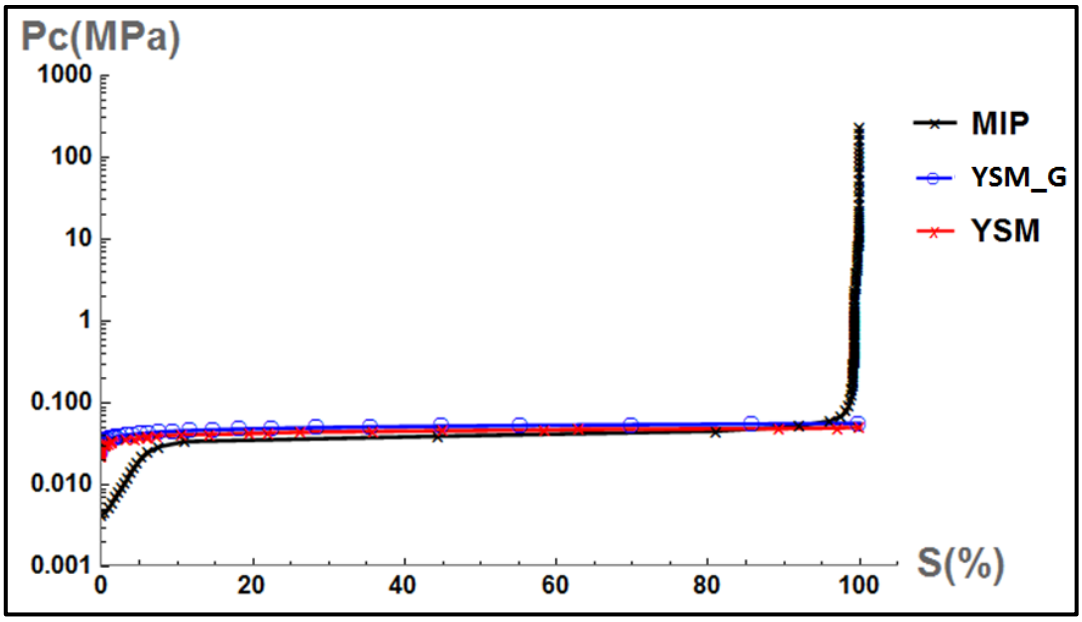


Figure 87: Comparaison des courbes de pression capillaires obtenues sur un échantillon de A10 d'une part avec le MIP et d'autre part avec la YSM (xanthane à 9000 ppm).

Par ailleurs, on remarque que le glissement a une influence plus importante sur les figures 88 et 89 que sur les figures 86 et 87. Ce résultat peut en premièrement être dû à la différence des concentrations des solutions de xanthane utilisées. En effet, comme rappelé au chapitre III, plus la concentration de la solution est élevée, plus le phénomène de glissement est prononcé (Sochi, 2011). De ce point de vue, les écarts observés entre les figures 86 et 87 d'une part (9000 ppm), et les figures 88 et 89 d'autre part (10000 ppm) sont donc cohérents.

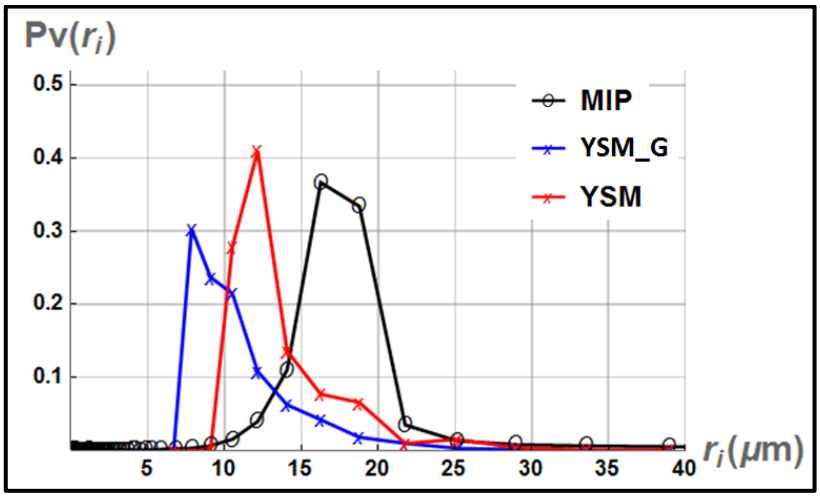


Figure 88: Comparaison des PSD obtenues sur un échantillon de A10 d'une part avec le MIP et d'autre part avec la YSM (xanthane à 10000 ppm). L'épaisseur de la couche de glissement vaut $\delta = 4.96 \times 10^{-10}$ m.

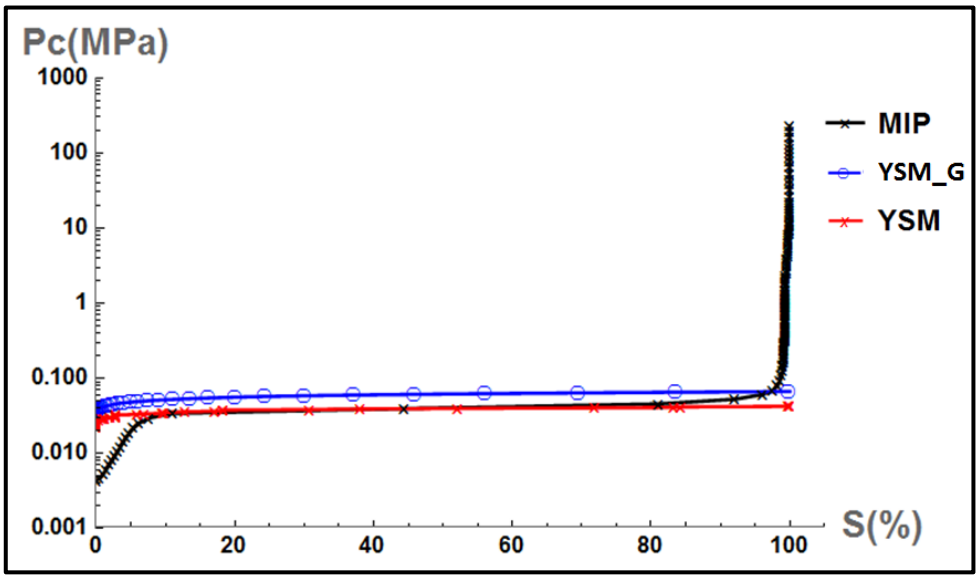


Figure 89: Comparaison des courbes de pression capillaires obtenues sur un échantillon de A10 d'une part avec le MIP et d'autre part avec la YSM (xanthane à 10000 ppm).

Au regard de ces résultats, il est difficile de tirer des conclusions sur l'évolution de l'impact du glissement avec la concentration en xanthane, car bien que provenant du même type de milieu poreux (A10), les échantillons utilisés n'ont pas exactement les même propriétés pétrophyqiques (tableau 12). Toutefois, pour des concentrations successives (7000 et 8000 ppm), ces résultats montrent que les effets du glissement sont plus prononcés sur les échantillons de plus faible perméabilité, et avec des solutions de plus forte concentration (entre 9000 et 10000 ppm).

Rayon moyen des pores

Dans cette section, une comparaison plus qualitative des PSDs précédemment présentées est faite, en se basant sur les rayons moyens de pores. Ci-après, $\bar{r}_{MIP}$ désignera le rayon moyen des pores déduite à partir de la PSD de MIP, $\bar{r}_{YSM}$ et $\bar{r}_{YSM_G}$ désigneront ceux obtenus à partir des PSDs provenant de YSM, respectivement sans et avec glissement. Ces rayons moyens sont calculés à partie des équations suivantes :

$$\bar{r}_{PSD} = \sum_{i} p_v(r_i)\, r_i \qquad (5.9)$$

Le rayon moyen $\bar{r}$ désigne celui obtenu à partir des propriétés pétrophysiques de l'échantillon (équation 2.5). Rappelons que ce rayon moyen est calculé en faisant l'hypothèse que tous les pores présents dans le milieu poreux ont le même rayon.

Le tableau 14 présente les rayons moyens des PSDs obtenues par YSM sans et avec glissement, ainsi que les épaisseurs des couches de glissement obtenues.

Section droite circulaire			
Concentration en xanthane	$\bar{r}_{YSM}$	**δ (m)**	$\bar{r}_{YSM_G}$
7000 ppm	12.92	8.08×10^{-9}	10.77
8000 ppm	12.97	2.47×10^{-9}	11.45
9000 ppm	13.04	1.29×10^{-9}	11.47
10000 ppm	13.09	4.96×10^{-10}	10.34

Tableau 14: Rayons moyens des PSDs obtenues sur les échantillons de A10 en adoptant comme modèle des pores de sections droites circulaires, et épaisseurs optimales des couches de glissement.

On peut constater que globalement, la couche de glissement a une épaisseur de l'ordre du nanomètre (à l'exception du cas C=10000 ppm), et que cette épaisseur diminue avec la concentration en xanthane. Cette observation peut être reliée au fait que plus la solution de xanthane est concentrée, moins il y'a d'espace disponible pour la couche de glissement

(uniquement constituée d'eau) entre la paroi des pores et les molécules de xanthane. On constate également que le rayon moyen obtenu en prenant en compte le glissement est toujours plus faible que celui obtenu en l'absence de glissement (tableau 14), ce qui est en accord avec les observations précédemment faites sur les PSDs pour les quatre concentrations.

Le tableau 15 présente la comparaison des rayons $\bar{r}_{YSM}$ et $\bar{r}_{YSM_G}$ avec $\bar{r}$ et $\bar{r}_{MIP}$ pour les quatre solutions de xanthane utilisées. Ce tableau montre tout d'abord que quelle que soit la concentration en xanthane, les rayons moyens obtenus en tenant compte du glissement sont toujours inférieurs à ceux obtenus en l'absence de glissement. Par ailleurs, on remarque une augmentation monotone des valeurs de $\bar{r}_{YSM}$ et de $\bar{r}_{YSM_G}$ avec la concentration en xanthane.

Section droite circulaire				
Echantillon	$\bar{r}$ **(µm)**	$\bar{r}_{YSM_G}$ **(µm)**	$\bar{r}_{YSM}$ **(µm)**	$\bar{r}_{MIP}$ **(µm)**
A10 (7000 ppm)	11.078	10.77	12.92	17.78
A10 (8000 ppm)	11.88	11.45	12.97	17.78
A10 (9000 ppm)	11.66	11.47	13.12	17.78
A10 (10000 ppm)	11.46	14.29	13.09	17.78

Tableau 15 : Comparaison entre rayons moyens obtenus à partir des PSDs provenant de MIP et de YSM (avec et sans glissement) pour des solutions de xanthane de différentes concentrations, sur des échantillons de A10, et en adoptant comme modèle des pores de sections droites circulaires.

La figure 90 montre l'évolution de l'erreur relative entre les rayons moyens des PSDs provenant de YSM et celui des PSD provenant de MIP en fonction de la contrainte seuil de la solution de xanthane. Rappelons ici que la valeur de la contrainte seuil croît avec la concentration en xanthane (Chapitre IV).

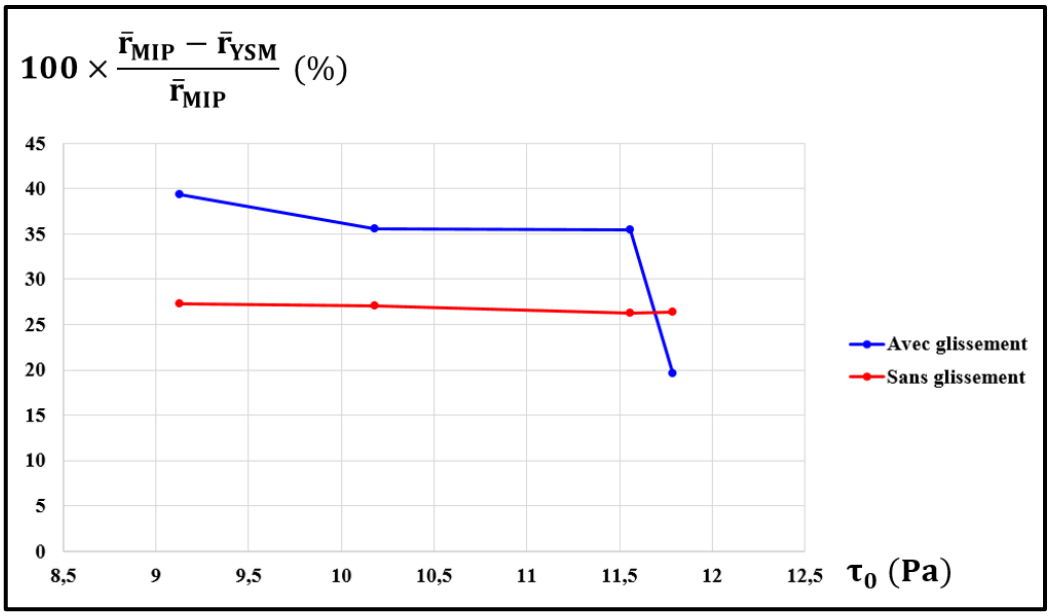


Figure 90: Evolution en fonction de la contrainte seuil du fluide, de l'erreur relative entre rayons moyens des PSDs provenant d'une part de YSM et d'autre part de MIP, sur les échantillons de A10.

Ainsi, cette figure 90 montre que globalement, avec ou sans glissement, $\bar{r}_{YSM}$ se rapproche de $\bar{r}_{MIP}$ lorsque la concentration en xanthane augmente. Cette observation avait déjà été faite dans les travaux les plus récents en YSM (Rodríguez de Castro et al., 2018) en l'absence de glissement.

On constate par ailleurs que les épaisseurs de la couche de glissement obtenues sont de l'ordre du nanomètre. Il est nécessaire de souligner ce résultat n'est pas contradictoire avec la revue de littérature effectuée sur le glissement des solutions de xanthane en milieu poreux (section III.2). En effet, les auteurs qui ont reporté des épaisseurs de couches de glissement de l'ordre de 0.7 µm (Omarie et al., 1989, Zami et al., 2017) ont tous adopté le modèle à double viscosités proposé par Chauveteau (1982), et ont étudié des écoulement de solutions de xanthane dans des empilements de billes de verre qui sont des milieux non-consolidés. Au cours de ce travail, c'est le modèle de Kaylon (2005) qui est utilisé pour prendre en compte le glissement, et les milieux poreux étudiés sont tous consolidés.

En adoptant ce modèle de glissement de Kaylon (2005), l'épaisseur de la couche de glissement est constante dans tout le milieu poreux et à priori inconnue. Pour cette raison, dans ce travail, 50 épaisseurs ont successivement été testées avant d'obtenir les PSDs présentées. La décroissance monotone de cette épaisseur avec la concentration en xanthane (tableau 14) est logique dans la mesure où cette couche de glissement est entièrement constituée d'eau, d'où le fait que son épaisseur diminue lorsque la quantité de molécules de xanthane en solution croît.

Aspect des pores

Dans cette section, on s'intéresse au quotient entre le rayon moyen des pore-bodies et celui des pore-throats (PTR, Pore to Throat Ratio). Comme il a été rappelé au chapitre I, ce paramètre est important car il donne des indications sur la structure de l'espace poral d'un milieu. Pour les quatre échantillons de A10, les valeurs des PTR ont été calculées sans et avec glissement. Avant de présenter ces résultats, il est nécessaire de rappeler qu'afin obtenir ces valeurs de PTR, des hypothèses sont faites pour déterminer une valeur du rayon équivalent des pore-bodies (section V.1).

Le tableau 16 présente les valeurs de PTR obtenues pour les quatre échantillons de A10. On remarque que ces valeurs de PTR sont globalement comprises entre 1.3 et 2.1 avec ou sans glissement. Ces valeurs sont assez similaires à celle obtenue par Rodríguez de Castro 2014 (PTR = 1.26), pour une expérience effectuée sur un échantillon de A10 avec une solution de xanthane de concentration 7000 ppm. Il est important de souligner ici que la poudre de xanthane utilisée par cette auteur (Satiaxane CX 930) est différente de celle utilisée dans le présent travail, et il en est de même pour les propriétés pétrophysiques de l'échantillon de A10 évoqué (K = 9D et $\varphi = 0.45$). Par ailleurs, avec les présents résultats, aucune conclusion ne peut être tirée sur l'évolution des valeurs de PTR avec la concentration en xanthane, et ceci avec ou sans glissement.

Section droite circulaire		
Concentration en xanthane	$\frac{r_{body}}{\bar{r}_{YSM}}$	$\frac{r_{body}}{\bar{r}_{YSM_G}}$
7000 ppm	2.123	1.352
8000 ppm	1.985	1.623
9000 ppm	1.488	1.5
10000 ppm	1.923	1.383

Tableau 16: Evolution du quotient entre rayon moyen des pore-bodies et celui des pores throats en fonction de la concentration en xanthane, pour des échantillons de A10, en considérant des pores de section droite circulaire.

Influence de la forme de la section droite des pores du A10 sur les résultats de YSM

On s'intéresse deuxièmement aux résultats obtenus par YSM en assimilant les échantillons de A10 à des faisceaux de capillaires de sections droites carrées et triangulaires. Les PSDs et les courbes de pression capillaires déduites sont comparées au cas où les sections droites sont supposées circulaires. Les figures 91 et 92 présentent les résultats obtenus avec la solution de concentration 7000 ppm. La figure 91 montre qu'avec cette concentration de xanthane, quelle

que soit la forme de la section droite des pores, la PSD obtenue a globalement la forme attendue d'une gaussienne.

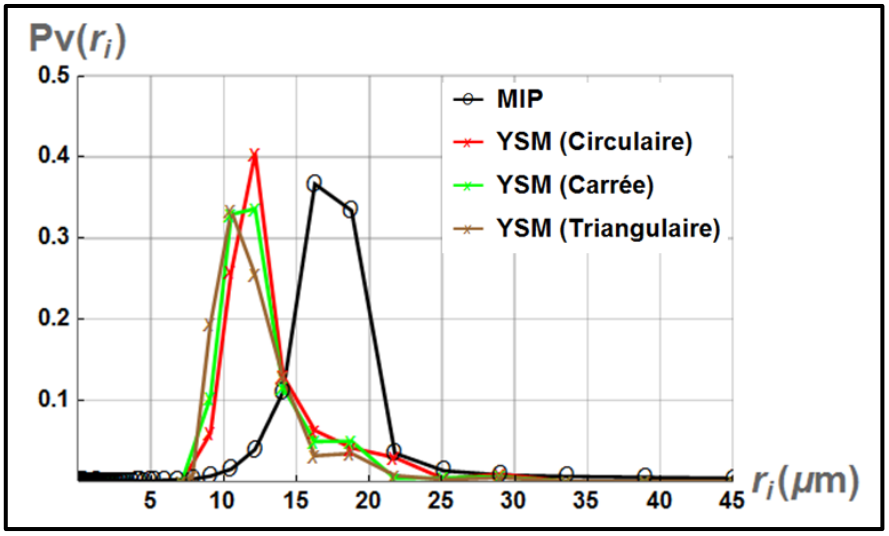


Figure 91: Influence de la forme de la section droite des pores sur les PSDs obtenues par YSM suite à l'injection d'une solution de xanthane (7000 ppm) dans un échantillon de A10.

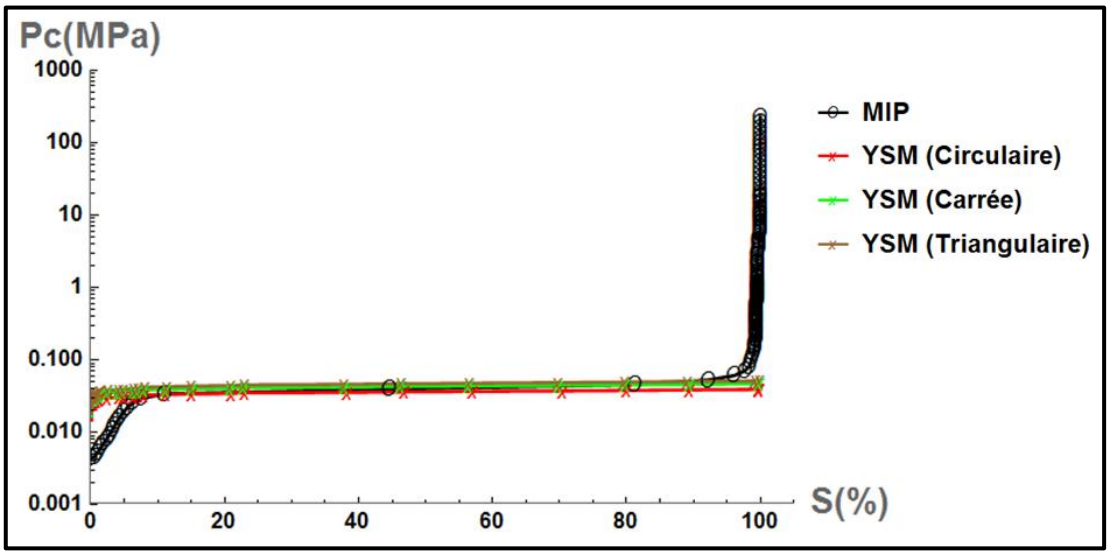


Figure 92: Influence de la forme de la section droite des pores sur les courbes de pression capillaire obtenues par YSM suite à l'injection d'une solution de xanthane (7000 ppm) dans un échantillon de A10.

De plus cette figure 91 montre qu'avec des sections droites non-circulaires, les PSDs obtenues présentent des pores de tailles légèrement plus petites que celles obtenues en considérant des sections droites circulaires. Cette observation est en accord avec celle faite au chapitre III sur des données de YSM synthétiques. Ces tailles de pores plus petites avec des sections droites non-circulaires se répercutent directement sur les courbes de pression capillaire (figure 92). En effet, cette figure 92 montre que la courbe de pression capillaire correspondant aux sections

droites de pores triangulaires surplombe celle correspondant aux sections droites de pores carrées, qui à son tour est légèrement au-dessus de celle correspondant à sections droites de pores circulaires. On note également que ces trois courbes de pression capillaire présentent bien le plateau observé sur celle de MIP pour des saturations en mercure comprises entre 10 et 90 %.

Les figures 93 et 94 montrent les résultats obtenus avec la solution de concentration 8000 ppm. La forme globale gaussienne des PSDs est également observée à l'exception du cas des sections droites de pores carrées. Comme avec la solution 1 (7000 ppm), la PSD obtenue avec les pores de sections droites circulaires est la plus rapprochée et la plus similaire à celle provenant de MIP. Cette observation peut en partie être liée au fait que les résultats de MIP sont eux-aussi interprétés en considérant que les sections droites des pores sont toutes circulaires. On note également que les courbes de pression capillaire de la figure 94 sont rangées dans le même ordre que celles obtenues avec la solution de concentration 7000 ppm (figure 92).

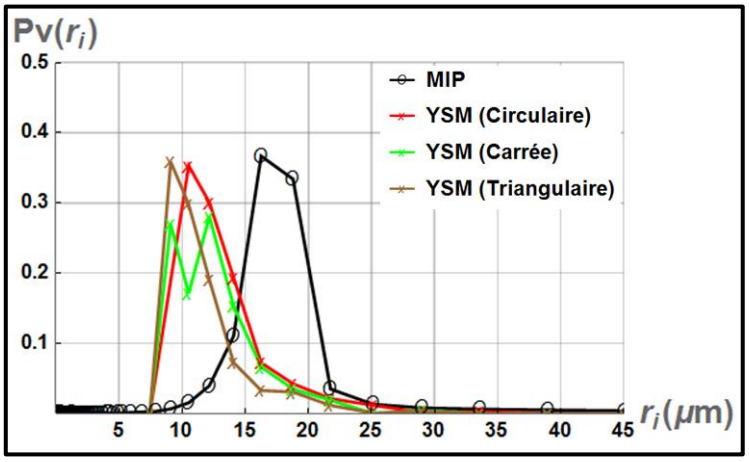


Figure 93: Influence de la forme de la section droite des pores sur les PSDs obtenues par YSM suite à l'injection d'une solution de xanthane (8000 ppm) dans un échantillon de A10.

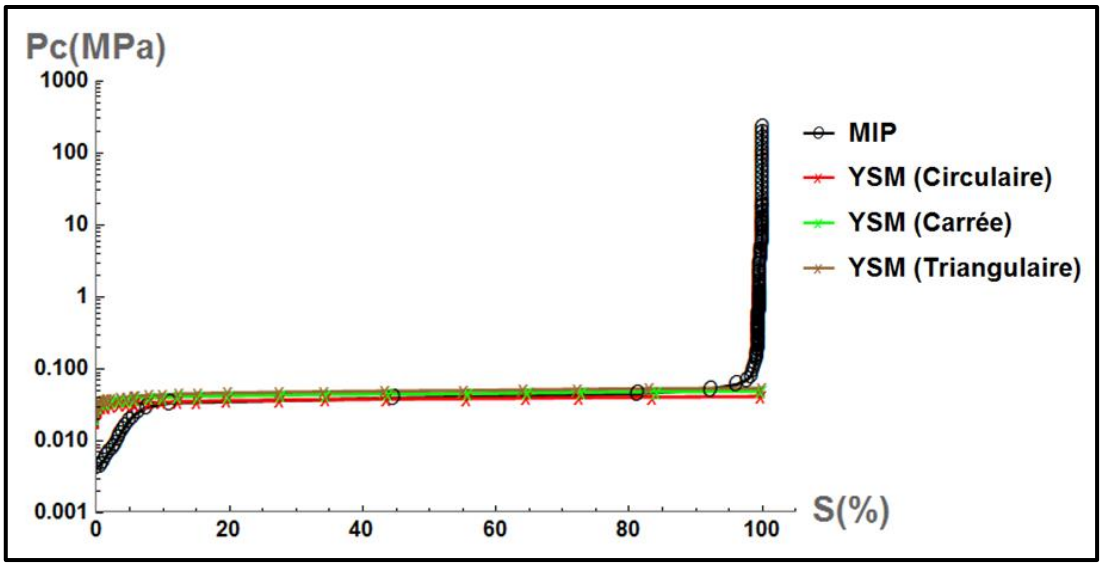


Figure 94: Influence de la forme de la section droite des pores sur les courbes de pression capillaire obtenues par YSM suite à l'injection d'une solution de xanthane (8000 ppm) dans un échantillon de A10.

Les résultats obtenus avec les solutions de concentrations 9000 et 10000 ppm sont respectivement présentés sur les figures 95 à 96, et 97 à 98. Pour ces deux concentrations, les courbes de pression capillaire (figures 96 et 98) montrent les mêmes tendances qu'avec les solutions de 7000 et 8000 ppm.

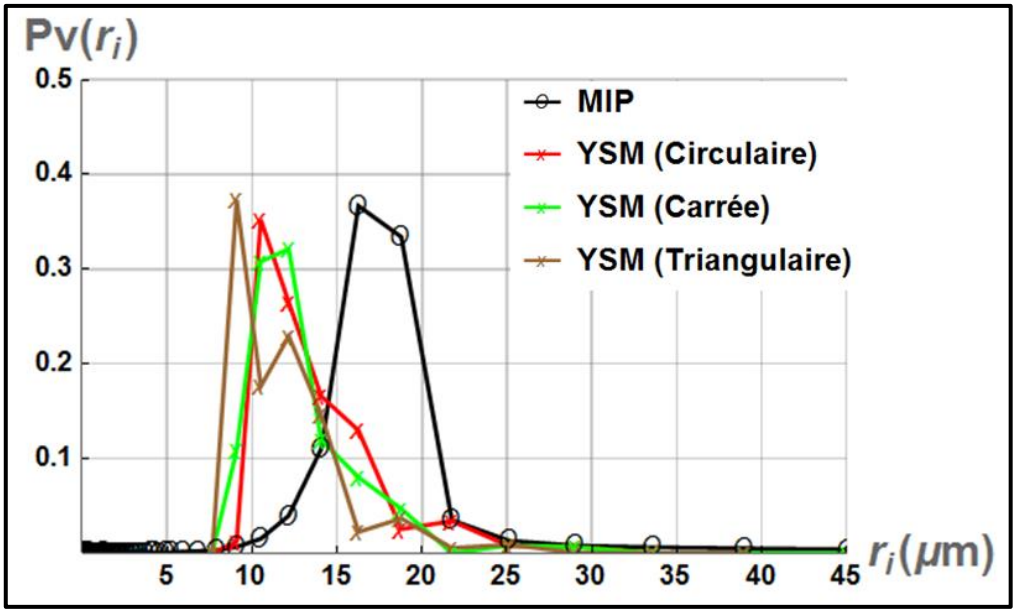


Figure 95: Influence de la forme de la section droite des pores sur les PSDs obtenues par YSM suite à l'injection d'une solution de xanthane (9000 ppm) dans un échantillon de A10.

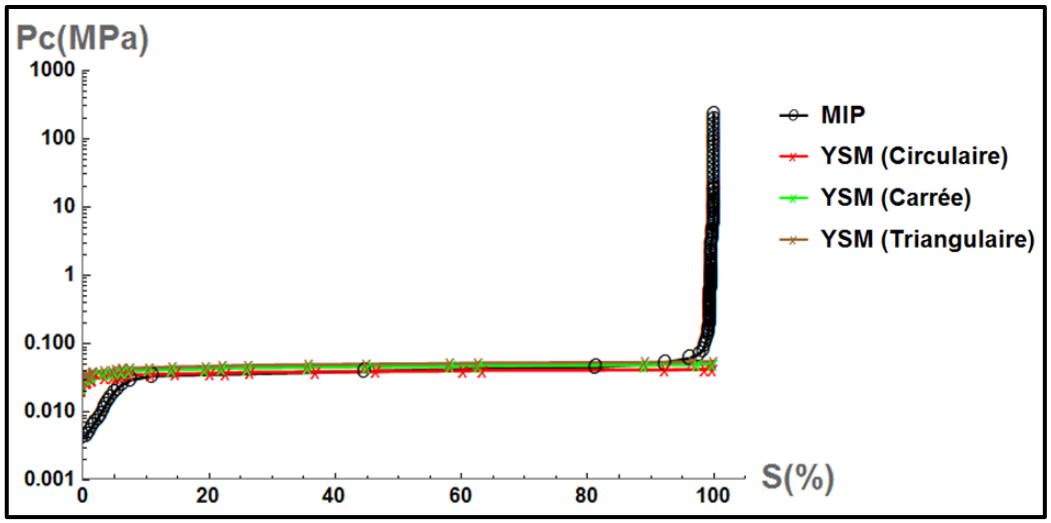


Figure 96: Influence de la forme de la section droite des pores sur les courbes de pression capillaire obtenues par YSM suite à l'injection d'une solution de xanthane (9000 ppm) dans un échantillon de A10.

Concernant les PSDs, les figures 96 et 98 montrent que la forme de la section droite des pores a un effet non négligeable sur le résultat obtenu. Si dans tous les cas les PSDs obtenues avec des sections droites triangulaires présentent globalement des pores de plus petites tailles, la forme de la PSD obtenue quant à elle varie d'une concentration à l'autre.

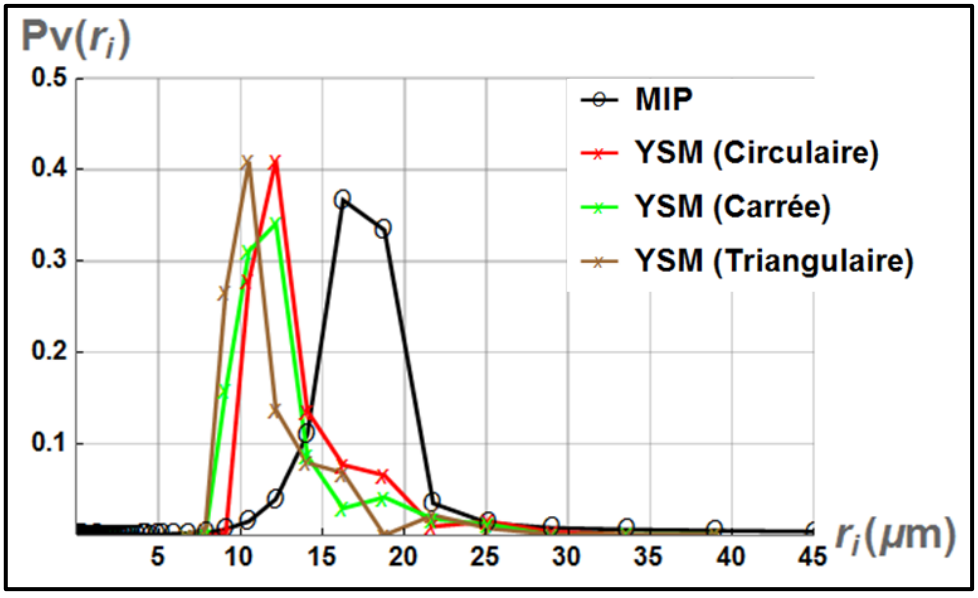


Figure 97: Influence de la forme de la section droite des pores sur les PSDs obtenues par YSM suite à l'injection d'une solution de xanthane (10000 ppm) dans un échantillon de A10.

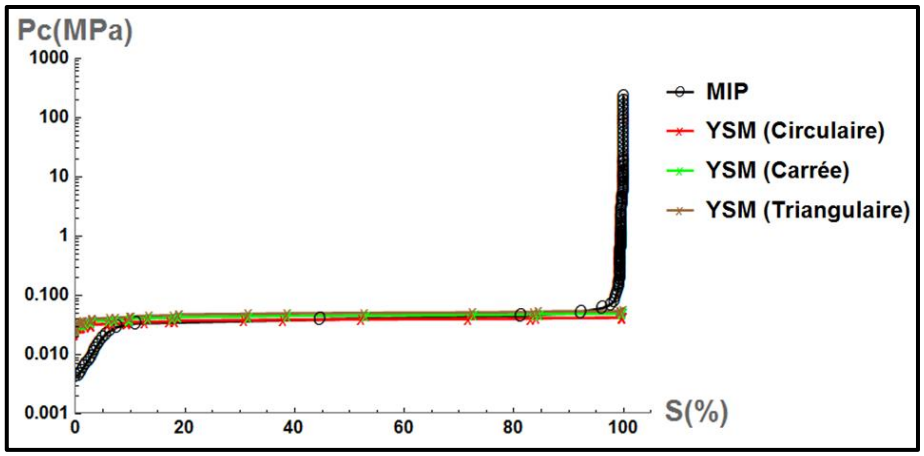


Figure 98: Influence de la forme de la section droite des pores sur les courbes de pression capillaire obtenues par YSM suite à l'injection d'une solution de xanthane (10000 ppm) dans un échantillon de A10.

De plus, en observant les figures 91, 93, 95 et 97, on remarque que plus la concentration en xanthane est grande (de 7000 à 10000 ppm), plus la forme de la section droite des pores semble avoir une grande influence sur les PSDs obtenues. Ce résultat peut être expliqué par le fait que plus la contrainte seuil du fluide est élevée, plus la viscosité apparente du fluide est grande (chapitre IV). Ainsi, l'étendue des zones mortes présentes dans des capillaires de sections droites carrées et triangulaires est plus grande lorsque la concentration en xanthane croît, ce qui se répercute directement sur le débit volumique unitaire de chaque classe de pores, et par voie de conséquence sur les PSDs obtenues par inversion des données expérimentales.

Ensuite, les rayons moyens déduits de chaque distribution sont comparés à ceux provenant de MIP pour les différents modèles de milieux poreux. Les tableaux 17, 18 et 19 présentent ces comparaisons respectivement pour des sections droites circulaires, carrées et triangulaires. Ces tableaux montrent que quelle que soit la concentration en xanthane, les rayons moyens obtenus diminuent lorsqu'on passe du modèle avec des sections droites de pores circulaires à celui avec des sections droites de pores triangulaires en passant par le cas des sections droites de pores carrées.

Section droite circulaire			
Echantillon	$\bar{r}$ **(µm)**	$\bar{r}_{YSM}$ **(µm)**	$\bar{r}_{MIP}$ **(µm)**
A10 (7000 ppm)	11.08	12.92	17.78
A10 (8000 ppm)	11.88	12.97	17.78
A10 (9000 ppm)	11.66	13.12	17.78
A10 (10000 ppm)	11.46	13.09	17.78

Tableau 17: Comparaison entre rayons moyens obtenus à partir des PSDs provenant de MIP et de YSM pour des solutions de xanthane de différentes concentrations, sur des échantillons de A10, et en adoptant comme modèle des pores de sections droites circulaires.

Section droite carrée			
Echantillon	$\bar{r}$ **(µm)**	$\bar{r}_{YSM}$ **(µm)**	$\bar{r}_{MIP}$ **(µm)**
A10 (7000 ppm)	11.08	12.26	17.78
A10 (8000 ppm)	11.88	12.11	17.78
A10 (9000 ppm)	11.66	12.42	17.78
A10 (10000 ppm)	11.46	12.08	17.78

Tableau 18: Comparaison entre rayons moyens obtenus à partir des PSDs provenant de MIP et de YSM pour des solutions de xanthane de différentes concentrations, sur des échantillons de A10, et en adoptant comme modèle des pores de sections droites carrées.

Section droite triangulaire			
Echantillon	$\bar{r}$ **(µm)**	$\bar{r}_{YSM}$ **(µm)**	$\bar{r}_{MIP}$ **(µm)**
A10 (7000 ppm)	11.08	11.77	17.78
A10 (8000 ppm)	11.88	11.23	17.78
A10 (9000 ppm)	11.66	11.52	17.78
A10 (10000 ppm)	11.46	11.40	17.78

Tableau 19: Comparaison entre rayons moyens obtenus à partir des PSDs provenant de MIP et de YSM pour des solutions de xanthane de différentes concentrations, sur des échantillons de A10, et en adoptant comme modèle des pores de sections droites triangulaire.

La figure 99 montre l'évolution des erreurs relatives entre $\bar{r}_{YSM}$ et $\bar{r}_{MIP}$ avec la contrainte seuil du fluide (ou la concentration en xanthane) pour les trois formes de section droites de pores considérées. Pour des sections droites de pores circulaires une décroissance de cet écart avec la concentration en xanthane est observée entre 7000 et 9000 ppm. Toutefois pour les sections droites carrées et triangulaires, aucune corrélation de cet écart avec la concentration en xanthane ne peut être faite. Le fait que les échantillons utilisés n'aient pas les mêmes propriétés pétrophysiques peut aussi expliquer qu'aucune tendance ne soit observée entre ces écarts et l'évolution de la concentration en xanthane.

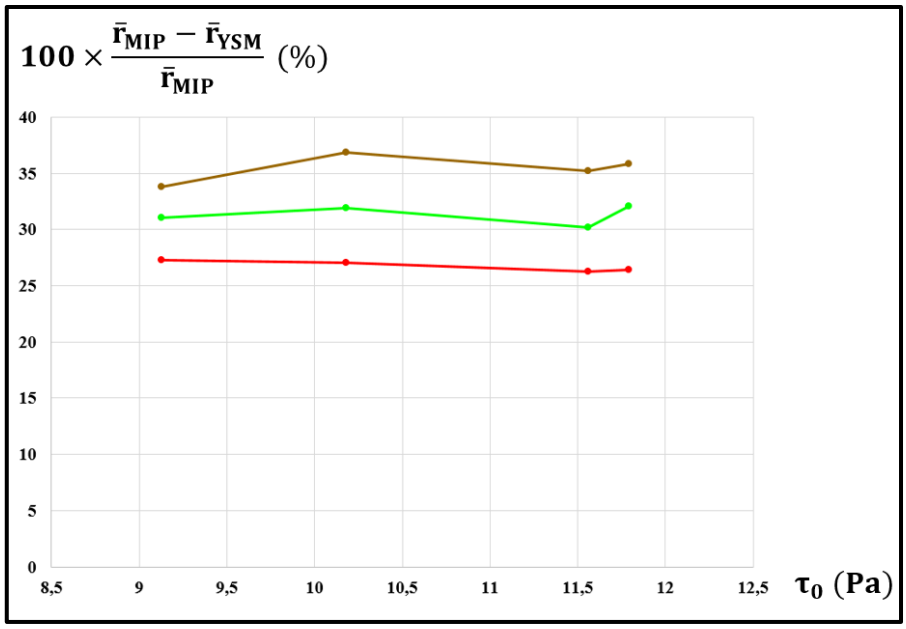


Figure 99: Evolution en fonction de la contrainte seuil du fluide, de l'erreur relative entre rayons moyens des PSDs provenant d'une part de YSM (pour des sections droites des pores circulaires, carrées, triangulaires) et d'autre part de MIP, sur les échantillons de A10.

Le tableau 20 compare les valeurs de PTR (Pore to Throat ratio) obtenues pour les quatre échantillons de A10, en adoptant les trois faisceaux modèles du l'espace poral.

	$\frac{r_{body}}{\bar{r}_{YSM}}$		
Concentration en xanthane	**Circulaire**	**Carrée**	**Triangulaire**
7000 ppm	2.12	1.812	1.7
8000 ppm	1.985	1.713	1.652
9000 ppm	1.891	1.614	1.567
10000 ppm	1.923	1.707	1.611

Tableau 20 : Evolution du quotient entre rayon moyen des pore-bodies et celui des pores throats en fonction de la concentration en xanthane, pour des échantillons de A10, en considérant des pores de section droite circulaire, carrée et triangulaire.

Come évoqué précédemment, les faisceaux de capillaires de sections droites non-circulaires conduisent à des PSDs présentant des plus petites tailles de pores que celui avec des capillaires de sections droites circulaires. Ce résultat se répercute directement sur les valeurs de PTR obtenues à partir de ces trois modèles, comme le montre le tableau 20. De plus dans ce tableau, quel que soit la forme des sections droites de pores considérée, aucune tendance d'évolution du PTR avec la concentration en xanthane n'est observée. On peut tout de même constater que les valeurs de PTR obtenues en utilisant des sections droites non-circulaires sont assez voisines (autour de 1.7), et diffèrent légèrement de celles obtenues avec des sections droites circulaires

(autour de 1.9). Sachant que les valeurs de PTR renseignent sur les rapports d'aspect des pores rencontrés dans un milieu poreux, ces résultats montrent qu'en modélisant l'espace poral avec des faisceaux de capillaires de sections droites non-circulaires, il est également possible de capturer l'organisation interne d'un milieu poreux synthétique tel que le A10 par YSM.

En outre, pour les quatre échantillons de A10 étudiés, les courbes de pression capillaires déduites de YSM se sont révélées en assez bon accord avec celles provenant de MIP, et ce quel que soit le modèle d'espace poral considéré. Ces observations montrent que les considérations faites par (Rodríguez de Castro 2014) pour obtenir ces courbes (et rappelées dans la partie V.1) sont transposables à des faisceaux de capillaires de sections droites carrées et triangulaires.

Ainsi, ces résultats obtenus sur les échantillons de A10 ont montré que la forme des sections droites des pores a un impact non négligeable sur les PSDs obtenues par YSM, ainsi que sur les courbes de pressions capillaires, les rayons moyens des distributions, et les valeurs de PTR qui en sont déduites. Pour les quatre échantillons de A10 caractérisés, la forme circulaire des sections droites de pores s'est révélée être la plus appropriée par comparaison aux résultats de MIP. Toutefois, l'utilisation de sections droites de pores carrées et triangulaires a également fourni des résultats cohérents, mais doit être justifiée par des informations à priori sur le milieu poreux comme il a été mentionné au chapitre III.

V.3: Échantillons de Bentheimer

Dans cette section, les résultats obtenus avec les échantillons de Bentheimer sont présentés, en commençant par les PSDs et les courbes de pressions capillaires qui en sont déduites. Rappelons ici que les échantillons de Bentheimer se différencient de ceux de A10 notamment par des valeurs de porosité et des perméabilités plus faibles (respectivement environ 2.5 fois et 3 fois en moyenne).

Influence du glissement sur les résultats de YSM

PSDs et courbes de pression capillaire

Les figures 100, 101 et 102 illustrent les PSDs obtenues sur les 3 échantillons de Bnetheimer (tableau 13) avec les solutions de xanthane de concentrations 8000, 9000 et 10000 ppm. De prime abord, quelle que soit la concentration, avec ou sans glissement, les PSDs obtenues par YSM ont globalement toutes une forme similaire à une gaussienne, tout comme la PSD provenant de MIP. Ensuite comme il a été observé à la section V.2, la prise en compte du glissement conduit à l'obtention de PSDs présentant des tailles de pores plus petites qu'en l'absence de glissement. En outre, ces échantillons de Bentheimer étant de plus faibles perméabilités que ceux de A10, on s'attend à ce que l'influence du phénomène de glissement

sur les PSDs obtenues soit plus important. C'est en effet ce qui est observé sur ces figures 100 à 102.

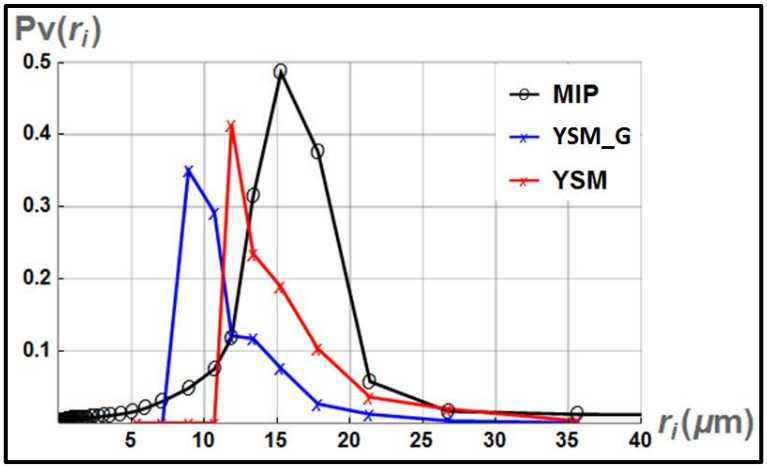


Figure 100: Comparaison des PSD obtenues sur un échantillon de Bentheimer d'une part avec le MIP et d'autre part avec la YSM (xanthane à 8000 ppm). L'épaisseur de la couche de glissement vaut $\delta = 8.92 \times 10^{-9}$ m.

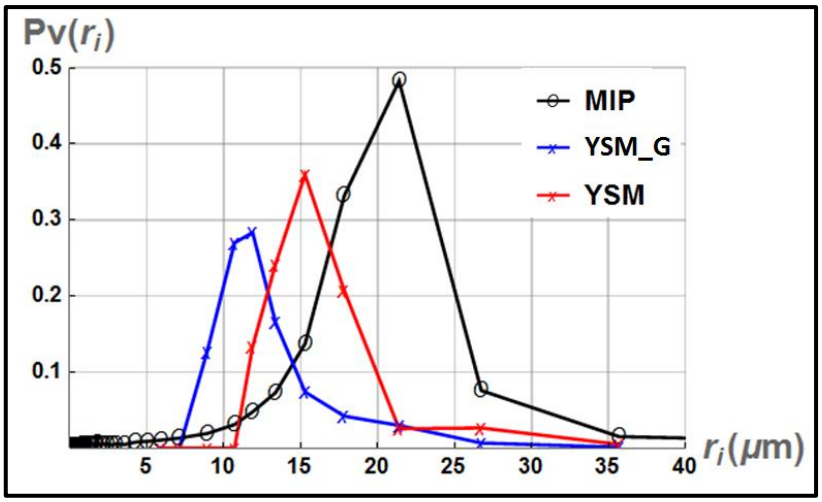


Figure 101: Comparaison des PSD obtenues sur un échantillon de Bentheimer d'une part avec le MIP et d'autre part avec la YSM (xanthane à 9000 ppm). L'épaisseur de la couche de glissement vaut $\delta = 4.96 \times 10^{-9}$ m.

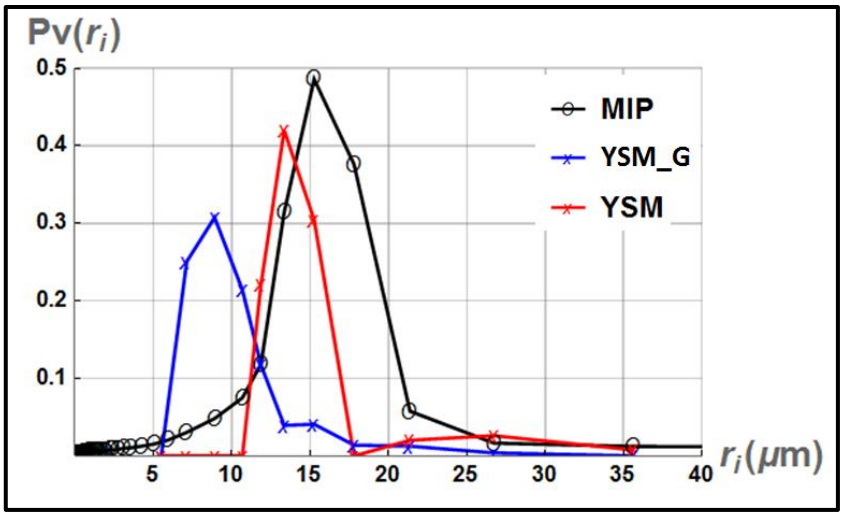


Figure 102: Comparaison des PSD obtenues sur un échantillon de Bentheimer d'une part avec le MIP et d'autre part avec la YSM (xanthane à 10000 ppm). L'épaisseur de la couche de glissement vaut $\delta = 1 \times 10^{-10}$ m.

Rappelons ici que les trois échantillons de Bentheimer utilisés ont des perméabilités différentes : 3.71 D (échantillon 5, figure 100), 2.91 D (échantillon 6, figure 101) et 3.32 D (échantillon 7, figure 102). Etant donné que pour les échantillons 5 et 7, les mêmes données de MIP ont été utilisées pour la comparaison avec les résultats de YSM, on peut essayer de comparer les figures 100 et 102 au regard de la concentration en xanthane. En faisant cette comparaison, on peut avancer que plus la concentration en xanthane est élevée (10000 ppm figure 103), plus l'impact du glissement sur la PSD est important. En effet, sur cette figure 103, les PSDs en rouge et en bleu sont plus éloignées que sur la figure 100, si on compare la différence entre les pics des deux distributions (environ 4.5 µm sur la figure 102 contre 3 µm sur la figure 100).

Ensuite les figures 103 à 105 présentent les courbes de pressions capillaires obtenues respectivement avec les solutions de concentration 8000, 9000 et 10000 ppm. Ces figures montrent premièrement que le plateau observé sur la courbe de MIP est également observé sur les courbes déduites de YSM, bien qu'ils ne soient pas quasi superposés comme avec les échantillons de A10. Ensuite, ces figures 103 à 105 confirment qu'en prenant en compte le glissement, la courbe de pression capillaire déduite de la PSD de YSM est au-dessus de celle obtenue sans glissement. Pour finir, comme avec les échantillons de A10, toutes les pressions capillaires correspondant aux très petites tailles de pores (entre 85 et 100 % de saturation en mercure sur les figures 103 à 105) ne sont logiquement pas prédites par les résultats de YSM.

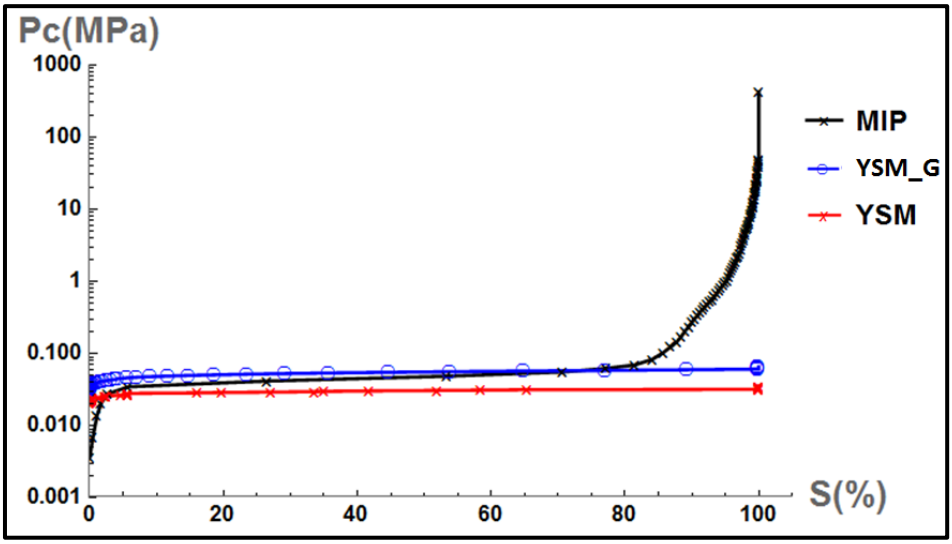


Figure 103: Comparaison des courbes de pression capillaire obtenues sur un échantillon de Bentheimer d'une part avec le MIP et d'autre part avec la YSM (xanthane à 8000 ppm).

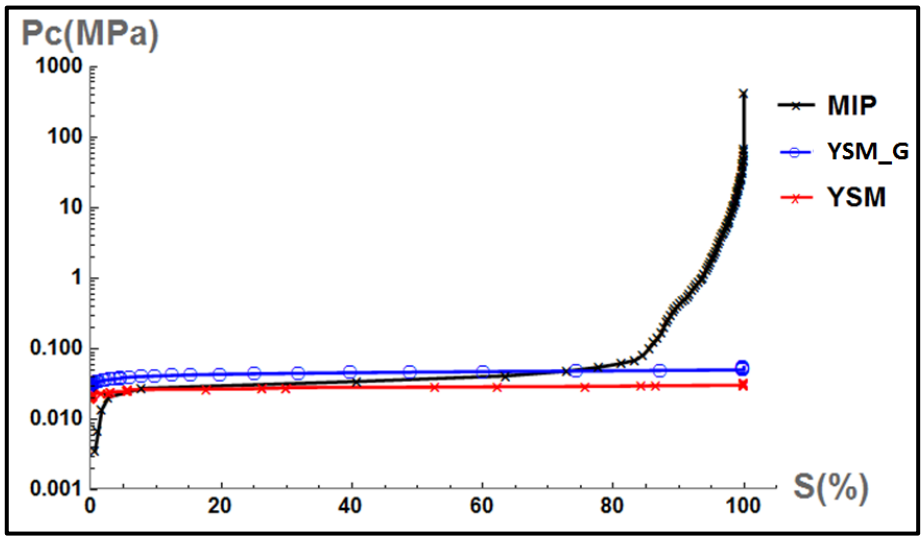


Figure 104: Comparaison des courbes de pression capillaire obtenues sur un échantillon de Bentheimer d'une part avec le MIP et d'autre part avec la YSM (xanthane à 9000 ppm).

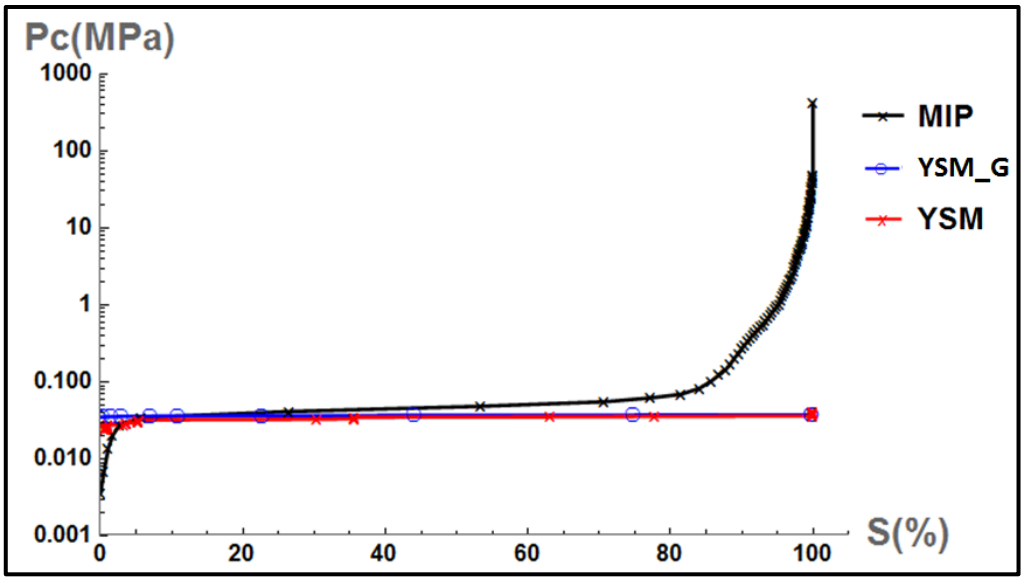


Figure 105: Comparaison des courbes de pression capillaire obtenues sur un échantillon de Bentheimer d'une part avec le MIP et d'autre part avec la YSM (xanthane à 10000 ppm).

Rayon moyen des pores

Dans cette section, une comparaison plus quantitative est faite entre les PSDs obtenues par YSM et celles obtenues par MIP. Le tableau 21 présente les rayons moyens de pores obtenus avec et sans glissement, ainsi que les épaisseurs optimales des couches de glissement pour les trois concentrations. On peut souligner que ces épaisseurs sont environ dix fois inférieures à celles obtenues avec les échantillons de A10. Sachant que quel que soit le type d'échantillons, les 50 valeurs de débits d'injection imposés ont été les mêmes, cette différence d'épaisseurs de la couche de glissement entre le A10 et le Bentheimer peut s'expliquer par la différence de perméabilités entre ces deux milieux. De plus ce tableau 21 montre qu'en présence de glissement, les rayons moyens obtenus sont plus proches de l'estimation faite à partir des paramètres pétrophysiques (équation 2.5).

Section droite circulaire			
Concentration en xanthane	$\bar{r}_{YSM}$	**δ (m)**	$\bar{r}_{YSM_G}$
8000 ppm	14.18	8.92×10^{-10}	11.25
9000 ppm	15.07	4.96×10^{-10}	12.35
10000 ppm	14.28	1.00×10^{-10}	9.97

Tableau 21: Rayons moyens des PSDs obtenues sur les échantillons de Bentheimer en adoptant comme modèle des pores de sections droites circulaires, et épaisseurs optimales des couches de glissement.

Le tableau 22 montre également la comparaison de ces rayons moyens avec celui calculé à partir de la PSD provenant de MIP. Rappelons ici que l'échantillon de Bentheimer caractérisé par la solution 3 (9000 ppm) a une perméabilité plus faible (2.91 D) que les deux autres (3.32D et 3.71 D). Par conséquent bien qu'il soit présenté aux côtés des deux autres échantillons de Bentheimer, il n'est pas possible de comparer de façon logique les rayons moyens obtenus sur ces trois échantillons à ceux provenant de MIP.

Section droite circulaire				
Echantillon	$\bar{r}$ **(µm)**	$\bar{r}_{YSM_G}$ **(µm)**	$\bar{r}_{YSM}$ **(µm)**	$\bar{r}_{MIP}$ **(µm)**
Bentheimer (8000 ppm)	11.37	11.25	14.24	18.31
Bentheimer (9000 ppm)	10.08	12.35	15.45	23.33
Bentheimer (10000 ppm)	10.79	9.97	14.28	18.31

Tableau 22 : Comparaison entre rayons moyens obtenus à partir des PSDs provenant de MIP et de YSM (avec et sans glissement) pour des solutions de xanthane de différentes concentrations, sur des échantillons de Bentheimer, et en adoptant comme modèle des pores de sections droites circulaires.

La figure 106 montre l'évolution avec la contrainte seuil de l'erreur relative entre rayons moyens des PSDs obtenues par YSM, et celui des PSDs provenant de MIP. Come rappelé précédemment, l'échantillon 6 (solution à 9000 ppm) doit être considéré à part en raison de sa faible perméabilité. Ainsi, entre l'échantillon 5 (solution à 8000 ppm) et l'échantillon 7 (solution à 10000 ppm), en l'absence de glissement, on constate que l'erreur entre $\bar{r}_{YSM}$ et $\bar{r}_{MIP}$ se réduit quand la concentration en xanthane croit. Cette tendance est celle qui avait été observé lors des travaux les plus récents en YSM (Rodríguez de Castro et al., 2018).

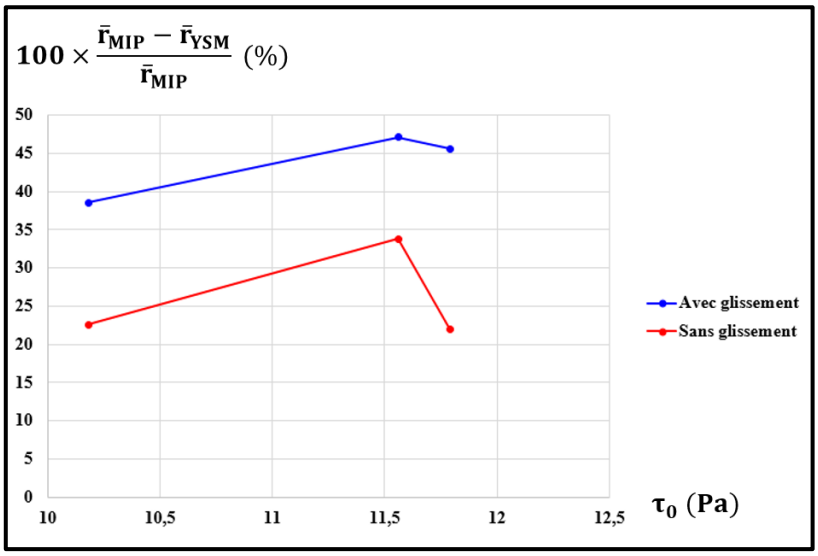


Figure 106: Evolution en fonction de la contrainte seuil du fluide, de l'erreur relative entre rayons moyens des PSDs provenant d'une part de YSM et d'autre part de MIP, sur les échantillons de Bentheimer.

En présence de glissement, la figure 106 montre que c'est la tendance inverse qui est observée. Ce résultat peut être expliqué par le fait qu'avec la solution de concentration 10000 ppm, l'épaisseur optimale de la couche de glissement est plus grande que celle obtenue avec la solution de concentration 9000 ppm (tableau 22). Ainsi pour l'échantillon 7, la viscosité apparente de la solution en écoulement serait plus faible que dans le cas de l'échantillon 5. D'où l'obtention d'un rayon moyen plus faible pour le cas 10000 ppm que celui 9000 ppm, et par conséquent un écart plus grand par rapport au rayon moyen des pores estimé par MIP.

Aspect des pores

Dans cette section, les valeurs des PTR (Pore to Throat Ratio) des échantillons de Bentheimer sont investiguées. Le tableau 23 présente ces valeurs de PTR pour les trois concentrations en xanthane, avec et sans glissement.

Premièrement, en l'absence de glissement, les valeurs obtenues sont relativement proches de celles reportées par Rodríguez de Castro 2014 (PTR = 2.1), pour une expérience effectuée sur un échantillon de Bentheimer avec une solution de xanthane de concentration 7000 ppm. Par contre en présence de glissement les valeurs de PTR obtenues sont nettement plus faibles, ce qui est directement lié au fait que, comme expliqué précédemment, la prise en compte de ce phénomène conduit à l'obtention de tailles pores plus petites. De plus, par comparaison aux échantillons de A10, la différence entre valeurs de PTR avec et sans glissement est beaucoup plus significative. Ce qui confirme encore une fois que les effets du glissement sont plus prononcés sur des milieux de faible perméabilité (Sochi, 2011).

Section droite circulaire		
Concentration en xanthane	$\frac{\bar{r}_{body}}{\bar{r}_{YSM}}$	$\frac{\bar{r}_{body}}{\bar{r}_{YSM_G}}$
8000 ppm	2.45	1.42
9000 ppm	2.352	1.58
10000 ppm	1.99	1.09

Tableau 23 : Evolution du quotient entre rayon moyen des pore-bodies et celui des pores throats en fonction de la concentration en xanthane, pour des échantillons de Bentheimer, en considérant des pores de section droite circulaire.

Influence de la forme de la section droite des pores du Bentheimer sur les résultats de YSM

Dans un second temps, on s'intéresse aux résultats obtenus en assimilant les échantillons à des faisceaux de capillaires de sections droites carrées et triangulaires. Les PSDs et les courbes de

pression capillaire obtenues avec ces deux modèles sont comparées au cas où les sections droites des pores sont supposées circulaires.

Les figures 107 à 109 présentent respectivement les PSDs obtenues avec les solutions de concentration 8000, 9000 et 10000 ppm. Ces figures révélèrent premièrement un impact non négligeable de la forme des sections droites des pores sur les PSDs obtenues par YSM. En effet dans les trois cas, la PSD obtenue avec des pores sections droites carrée est une bimodale. De plus, pour les concentrations 9000 et 10000 ppm, ce sont les PSDs obtenues avec des pores de section triangulaires qui sont des distributions bimodales. Par comparaison aux PSDs provenant de MIP, ces résultats suggèrent que la forme circulaire soit la plus adéquate pour modéliser les sections droites des pores du Bentheimer, et que la forme carrée soit la moins appropriée des trois.

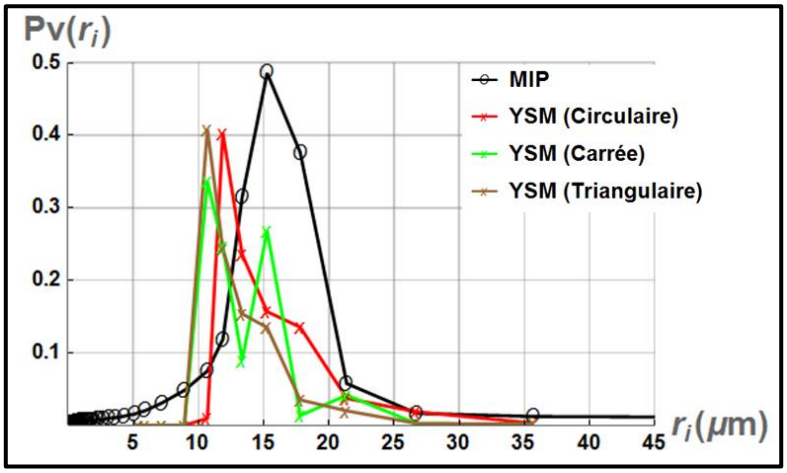


Figure 107: Influence de la forme de la section droite des pores sur les PSDs obtenues par YSM suite à l'injection d'une solution de xanthane (8000 ppm) dans un échantillon de Bentheimer.

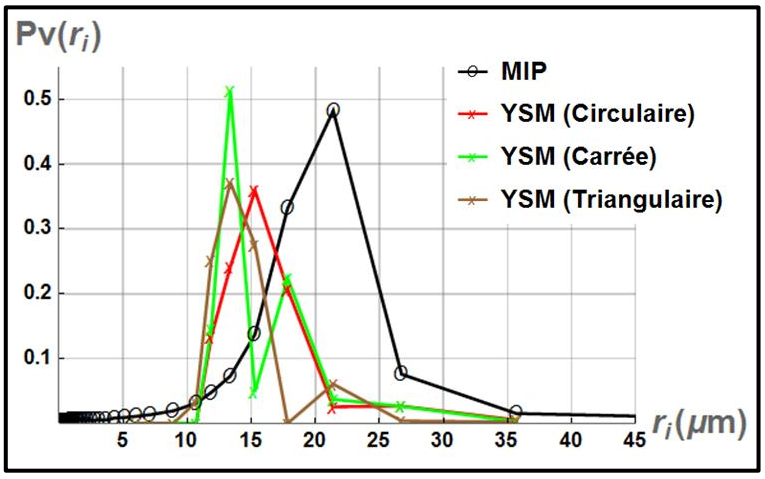


Figure 108: Influence de la forme de la section droite des pores sur les PSDs obtenues par YSM suite à l'injection d'une solution de xanthane (9000 ppm) dans un échantillon de Bentheimer.

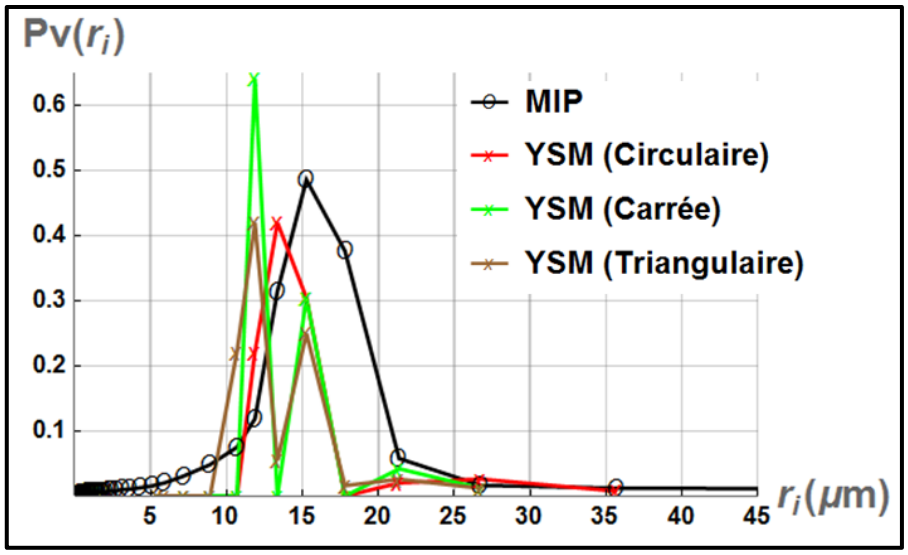


Figure 109: Influence de la forme de la section droite des pores sur les PSDs obtenues par YSM suite à l'injection d'une solution de xanthane (10000 ppm) dans un échantillon de Bentheimer.

Comme il a été rappelé dans la section V.1, quelle que soit la section droite des pores, la PSD finale a été obtenue après avoir testé 20 valeurs du coefficient seuil d'écoulement α régulièrement espacées dans l'intervalle I_α =]1,1.2]. Ainsi, les pics visibles sur les PSDs correspondant aux sections droites de pores non-circulaires (figures 107 à 109) peuvent suggérer qu'il aurait fallu explorer plus de valeurs de α pour ces cas que pour des sections droites de pores circulaires.

Par ailleurs, on peut également se demander si en résolvant le système d'inéquations sur-contraint (3.39), et en utilisant des sections droites de pores non-circulaires, des pics seraient observés comme sur les PSDs des figures 107 à 109. En effet, ce système sur-contraint est résolu en utilisant des algorithmes numériques différents de l'approche incrémentale utilisée au cours de ce travail. Bien qu'avec des données générées numériquement, les résolutions des systèmes d'inéquations (2.46) et (3.39) conduisent à l'obtention de la PSD initialement considérée, il n'en est peut-être pas le cas avec des données expérimentales réelles de YSM. Cette interrogation n'a pas pu être éclaircie au cours de ce travail.

De plus, ces trois figures 107 à 109 montrent que l'impact de la forme de la section droite des pores sur les PSDs semble augmenter avec la concentration en xanthane. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que plus il y'a de molécules dans une solution, plus l'écoulement de cette dernière est contraint par la géométrie des parois des pores.

Les figures 110 à 112 présentent les courbes de pression capillaires déduites respectivement pour les solutions de concentration 8000, 9000 et 10000 ppm.

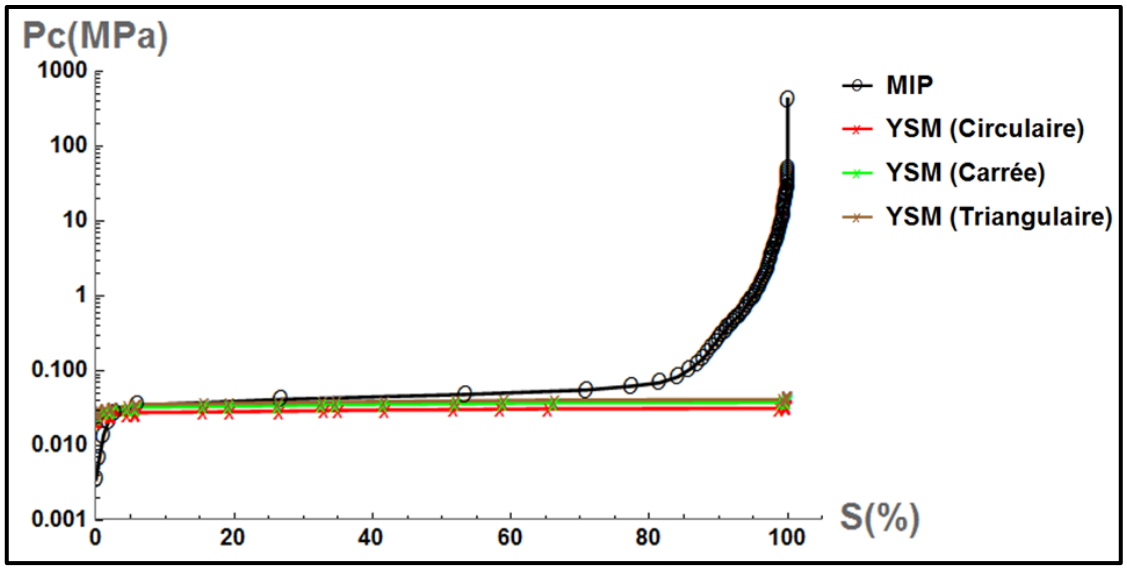


Figure 110: Influence de la forme de la section droite des pores sur les courbes de pression capillaire obtenues par YSM suite à l'injection d'une solution de xanthane (8000 ppm) dans un échantillon de Bentheimer.

Ces figures montrent que même si les PSDs obtenues à partir des sections droites de pores non-circulaires ne sont pas conformes à celle attendue pour des échantillons de Bentheimer, les courbes de pression capillaire qui en sont déduites sont en accord avec celles obtenues par MIP. En effet, pour les trois concentrations, la courbe de pression capillaire correspondant aux sections droites triangulaires est globalement plus proche de celle provenant de MIP que la courbe de pression capillaire correspondant aux sections droites circulaires (figures 110 à 112).

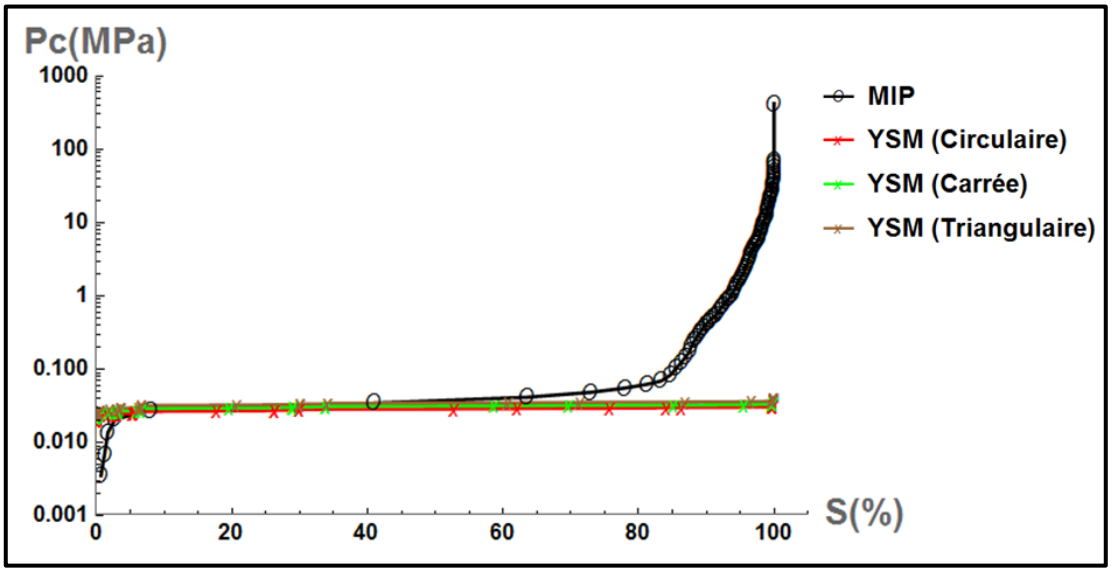


Figure 111: Influence de la forme de la section droite des pores sur les courbes de pression capillaire obtenues par YSM suite à l'injection d'une solution de xanthane (9000 ppm) dans un échantillon de Bentheimer.

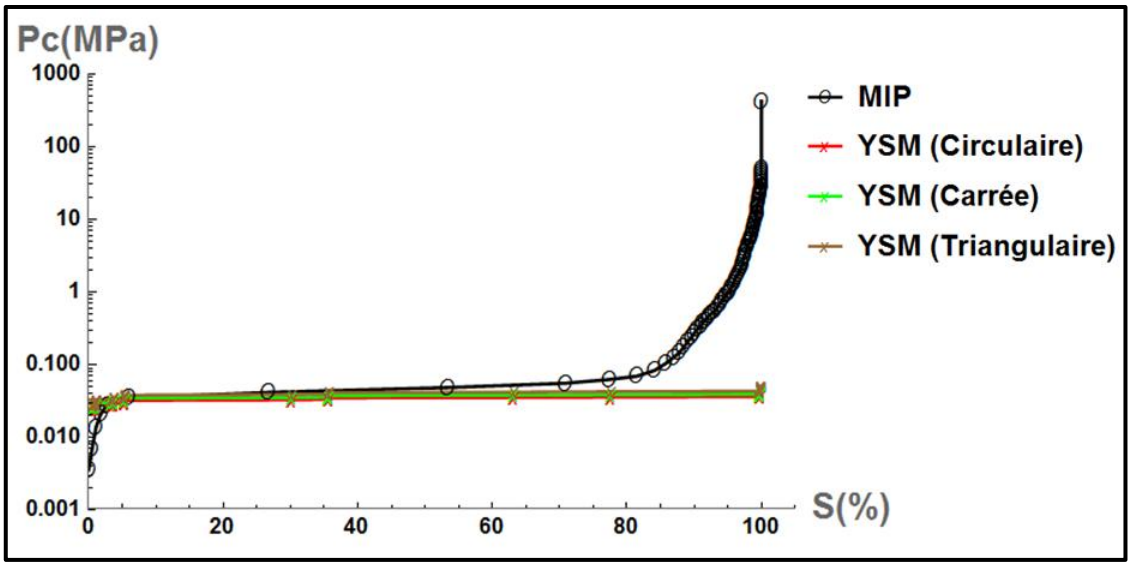


Figure 112: Influence de la forme de la section droite des pores sur les courbes de pression capillaire obtenues par YSM suite à l'injection d'une solution de xanthane (10000 ppm) dans un échantillon de Bentheimer.

Ces résultats montrent donc que la forme des sections droites des pores a un impact plus important sur la forme globale des PSDs obtenues par YSM que sur les courbes de pression capillaire qui en sont déduites. Ces observations peuvent être liées au fait que les facteurs de formes des sections droites carrées et triangulaires (1.12 et 1.2) ne sont pas très différents de celui de la section droite circulaire qui vaut 1. Par conséquent les hypothèses faites pour obtenir ces courbes de pression capillaire (qui portent majoritairement sur les volumes relatifs de pore-throats et des pore-bodies) conduisent à des courbes assez semblables (figures 110 à 112). Ainsi on peut se demander si les mêmes observations seraient faites en adoptant des faisceaux de capillaires ayant des sections droites de formes différentes (par exemple rectangulaire ou encore ellipsoïdale). Toutefois, comme il a été rappelé au chapitre III, l'utilisation de tels faisceaux de capillaires doit être clairement justifiée par une connaissance préalable de l'espace poral du milieu étudié.

Ensuite, afin d'effectuer une deuxième comparaison de ces PSDs, les rayons moyens déduits de chaque distribution sont comparés à ceux provenant de MIP pour les différents modèles de milieux poreux. Les tableaux 24 à 26 présentent ces comparaisons respectivement pour des sections droites circulaires, carrées et triangulaires.

Section droite circulaire			
Echantillon	$\bar{r}$ **(µm)**	$\bar{r}_{YSM}$ **(µm)**	$\bar{r}_{MIP}$ **(µm)**
Bentheimer (8000 ppm)	11.37	14.24	18.31
Bentheimer (9000 ppm)	10.08	15.45	23.33
Bentheimer (10000 ppm)	10.79	14.28	18.31

Tableau 24: Comparaison entre rayons moyens obtenus à partir des PSDs provenant de MIP et de YSM pour des solutions de xanthane de différentes concentrations, sur des échantillons de A10, et en adoptant comme modèle des pores de sections droites circulaires.

Section droite carrée			
Echantillon	$\bar{r}$ **(µm)**	$\bar{r}_{YSM}$ **(µm)**	$\bar{r}_{MIP}$ **(µm)**
Bentheimer (8000 ppm)	11.37	13.06	18.31
Bentheimer (9000 ppm)	10.08	14.96	23.33
Bentheimer (10000 ppm)	10.79	13.46	18.31

Tableau 25: Comparaison entre rayons moyens obtenus à partir des PSDs provenant de MIP et de YSM pour des solutions de xanthane de différentes concentrations, sur des échantillons de A10, et en adoptant comme modèle des pores de sections droites carrées.

Section droite triangulaire			
Echantillon	$\bar{r}$ **(µm)**	$\bar{r}_{YSM}$ **(µm)**	$\bar{r}_{MIP}$ **(µm)**
Bentheimer (8000 ppm)	11.37	12.54	18.31
Bentheimer (9000 ppm)	10.08	14.01	23.33
Bentheimer (10000 ppm)	10.79	13.05	18.31

Tableau 26 : Comparaison entre rayons moyens obtenus à partir des PSDs provenant de MIP et de YSM pour des solutions de xanthane de différentes concentrations, sur des échantillons de A10, et en adoptant comme modèle des pores de sections droites triangulaires.

Comme avec les échantillons de A10, ces tableaux 24 à 26 montrent que quel que soit la concentration en xanthane, les rayons moyens obtenus diminuent lorsqu'on passe du modèle avec des sections droites de pores circulaires à celui avec des sections droites de pores triangulaires, en passant par le cas des sections droites de pores carrées. Cette hiérarchie est une fois de plus en accord avec celle observée au chapitre III sur des données synthétiques de YSM.

La figure 113 montre l'évolution des erreurs relatives entre $\bar{r}_{YSM}$ et $\bar{r}_{MIP}$ avec la contrainte seuil du fluide (ou la concentration en xanthane) pour les trois formes de section droites de pores considérées. Comme évoqué précédemment, les valeurs de perméabilités de ces échantillons de Bentheimer permettent de faire une comparaison entre l'échantillon 5 (8000 ppm) et l'échantillon 7 (10000 ppm). En dressant cette comparaison à partir de la figure 113, on constate que pour toutes les formes de sections droites de pores, l'écart relatif entre $\bar{r}_{YSM}$ et $\bar{r}_{MIP}$ diminue entre 8000 et 10000 ppm. Toutefois, cette observation faite uniquement entre deux échantillons ne peut pas être considérée comme une tendance générale.

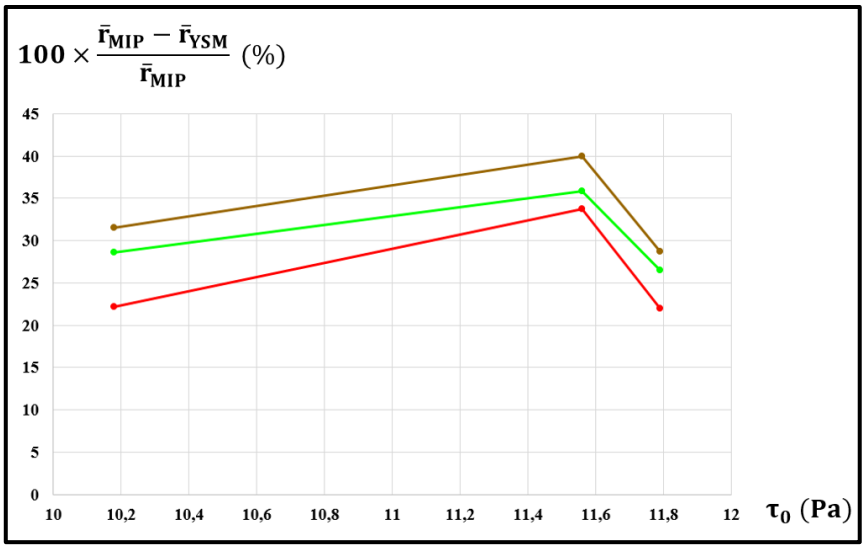


Figure 113: Evolution en fonction de la contrainte seuil du fluide, de l'erreur relative entre rayons moyens des PSDs provenant d'une part de YSM (pour des sections droites des pores circulaires, carrées, triangulaires) et d'autre part de MIP, sur les échantillons de Bentheimer.

Enfin le tableau 27 présente les valeurs de PTR obtenues pour les trois échantillons de Bentheimer, et avec les trois modèles de l'espace poral.

	$\frac{r_{body}}{\bar{r}_{YSM}}$		
Concentration en xanthane	**Circulaire**	**Carrée**	**Triangulaire**
8000 ppm	2.467	2.152	2.025
9000 ppm	2.352	2.168	2.085
10000 ppm	1.992	1.946	1.798

Tableau 27 : Evolution du quotient entre rayon moyen des pore-bodies et celui des pores throats en fonction de la concentration en xanthane, pour des échantillons de Bentheimer, en considérant des pores de section droite circulaire, carrée et triangulaire.

Ce tableau 27 montre que tout comme avec les échantillons de A10, quel que soit la concentration de la solution de xanthane, les valeurs de PTR obtenues avec des pores de sections droites non-circulaires sont légèrement plus faibles que celles obtenues avec des pores de sections droites circulaires. Ainsi, ces résultats suggèrent donc que des faisceaux de capillaires de sections droites carrée ou triangulaire peuvent être utilisés dans la cadre de la YSM, afin d'investiguer les rapports PTR d'un milieu poreux naturel tel que le Bentheimer.

Dans ces sections V.2 et V.3, pour les deux types d'échantillons poreux (synthétique et naturel), deux formes de sections droites non-circulaires ont été testées afin d'étudier l'influence de la forme des pores sur les PSDs provenant de YSM et les paramètres qui en sont déduits (rayons moyens, PTR). Toutefois à l'avenir, le choix d'un modèle de milieu poreux pour effectuer

l'inversion des données de YSM, doit être justifié par une connaissance préalable sur le milieu poreux étudié, pouvant provenir d'autres techniques telles que l'analyse de coupes d'échantillon. A titre d'exemple, la figure 114 est une image de tomographie d'une coupe d'un échantillon de Bentheimer.

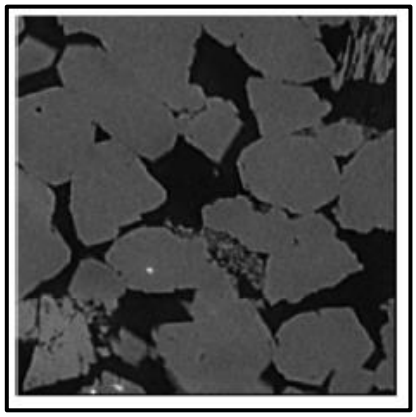


Figure 114 : Image de tomographie d'une coupe d'un échantillon de Bentheimer, gris (grains), noir (pores) Sheppard et al. (2014).

Cette figure 114 confirme de nouveau la complexité de l'espace poral des roches telles que les grès. Elle révèle en outre qu'un nombre limité de coupes d'échantillon sur un matériau donné ne saurait être suffisant pour rigoureusement déterminer la forme adéquate des pores à utiliser lors de l'inversion de données de YSM obtenu sur un échantillon de ce matériau. Cette information à priori sur la forme la plus représentative des pores d'un milieu poreux serait très importante car comme l'ont révélé les résultats de cette étude, la concentration de la solution de xanthane, l'épaisseur de la couche de glissement ainsi que la forme des pores ont un impact non négligeable sur les attributs du milieu poreux (PSDs, courbes de pressions capillaires, rayons moyens des pores, PTR) obtenus par YSM.

V.4 : Comparaisons aux corrélations empiriques

Dans la littérature il existe de nombreuses corrélations empiriques entre les propriétés pétrophysiques d'échantillons de roches et un rayon moyen de pore déduit des courbes de pressions capillaires. Parmi ces équations empiriques, deux des plus connues sont celles de Windland (1980) et de Aguilera (2002). En analysant 56 échantillons de grès et 25 de carbonates par MIP, Winland (1980) a conclu que la meilleure corrélation entre rayon moyen de pores et propriétés pétrophysiques était obtenue pour une saturation en mercure de 35 %. Cet auteur a lors proposé la relation empirique :

$$r_{p,Windland} = 5.395 \left(\frac{K^{0.588}}{\varphi}\right)^{0.864} \quad (5.10)$$

En analysant un total de 2500 échantillons de roches comprenant à la fois des carbonates et des grès, Aguilera (2002) a également obtenu la meilleure corrélation pour une saturation en mercure de 35 %, et a proposé la rlation empirique suivant :

$$r_{p,Aguilera} = 2.665 \left(\frac{K}{\varphi}\right)^{0.45} \quad (5.11)$$

Ci-après, les courbes de pression capillaires obtenues dans les sections 5.2 et 5.3, en utilisant le modèle en faisceaux de capillaires à sections droites circulaires sont considérés afin d'effectuer des comparaisons entre les rayons de pores correspondant à $S = 35$ %, et ceux prédits par les formules empiriques de Windland (1980) et Aguilera (2002). Sachant que pour tous les sept échantillons caractérisés par YSM, cette valeur de saturation se situe toujours au niveau plateau du plateau observé sur les courbes de pression capillaires, dans chaque cas, une interpolation linéaire est faite entre les valeurs de P_{ci}, et le rayon moyen d'intérêt est obtenu par l'équation :

$$r_{p,S35} = \frac{-2.\sigma.\cos(\theta)}{P_{ci}\,(0.35)} \quad (5.12)$$

Le tableau 28 compare ces rayons moyens de pores pour les trois échantillons de Bentheimer, avec et sans prise en compte du phénomène de glissement.

	$\mathbf{r_{p,S35}(\mu m)}$ **(sans glissement)**	$\mathbf{r_{p,S35}(\mu m)}$ **(avec glissement)**	$\mathbf{r_{p,Windland}(\mu m)}$	$\mathbf{r_{p,Aguilera}(\mu m)}$
8000 pmm	24.71	13.79	20.9	30.73
9000 pmm	25.98	16.25	26.6	33.3
10000 pmm	22.06	20.09	28.5	35.4

Tableau 28 : Comparaison pour les échantillons de Bentheimer entre rayons moyens de pores à $S = 35$ %, obtenus d'une part à partir de la PSD provenant de YSM, et d'autre part avec les formules empiriques de Windland (1980) et d'Aguilera (2002).

Ce tableau montre que les résultats obtenus lors de cette étude sont plus proches de l'estimation empirique de Windland (1980) que de celle de Aguilera (2002). Ce constat peut être relié au fait que ces relations empiriques ont été obtenues en se basant sur des résultats provenant de deux types de roches différentes (grès et carbonates). En outre la relation proposée par Aguilera provient d'une étude menée sur 2500 échantillons, et par conséquent est moins représentative de la structure poreuse des grès que celle de Windland (2002).

Les figures 115 et 116 montrent l'évolution en fonction de la contrainte seuil du fluide de l'erreur relative entre rayons de pores estimés par YSM, et ceux donnés par les relations empiriques 5.10 et 5.11. En faisant abstraction de l'échantillon 6 (C=9000 ppm), ces figures montrent que l'écart entre rayons de pores du grès de Bentheimer à $S = 35$ % et rayons de pores empiriques à la même saturation de mercure augmente avec la contrainte seuil du fluide.

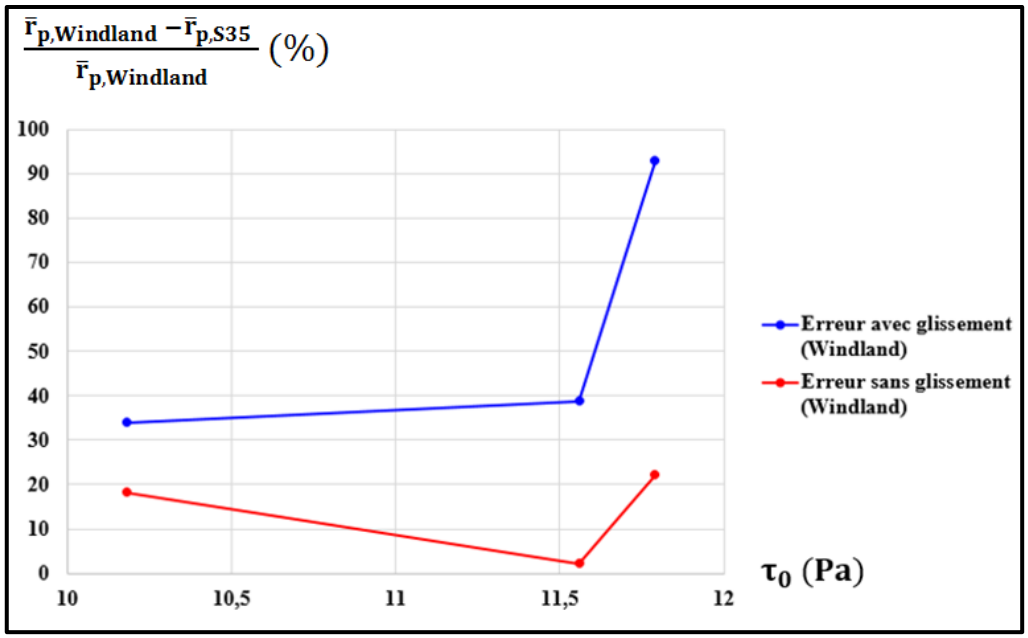


Figure 115: Evolution en fonction de la contrainte seuil du fluide, pour les échantillons de Bentheimer, de l'erreur relative entre rayons moyens à S = 35 % d'une part déduit des résultats de YSM, et d'autre part calculé à partir de l'équation 5.10 empirique de Windland (1980).

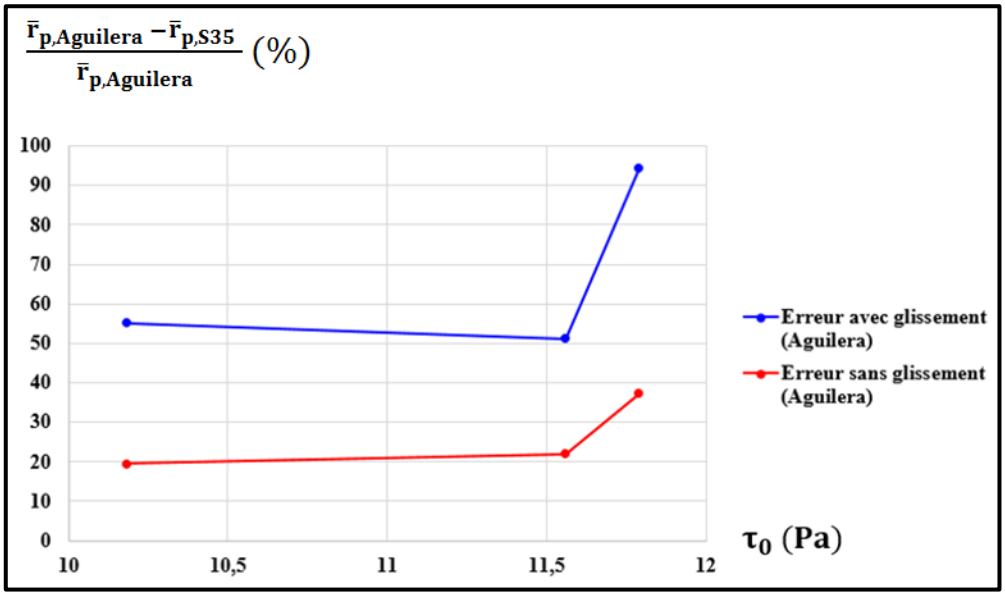


Figure 116: Evolution en fonction de la contrainte seuil du fluide, pour les échantillons de Bentheimer, de l'erreur relative entre rayons moyens à S = 35 % d'une part déduit des résultats de YSM, et d'autre part calculé à partir de l'équation (5.11) empirique de Aguilera (2002).

Pour finir, des comparaisons similaires ont été réalisées avec les échantillons de A10, et les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 29, et illustrés par les figures 117 et 118.

	$r_{p,S35}(\mu m)$ (sans glissement)	$r_{p,S35}(\mu m)$ (avec glissement)	$r_{p,Windland}(\mu m)$	$r_{p,Aguilera}(\mu m)$
7000 pmm	17	12.824	21.7	36.18
8000 pmm	16.3	15.259	23.9	38.78
9000 pmm	16.4	14.473	23.1	37.89
10000 pmm	19.1	12.47	22.8	37.38

Tableau 29 : Comparaison pour des échantillons de A10 entre rayons moyens de pores à S = 35 %, obtenus d'une part à partir de la PSD provenant de YSM, et d'autre part avec les formules empiriques de Windland (1980) et d'Aguilera (2002).

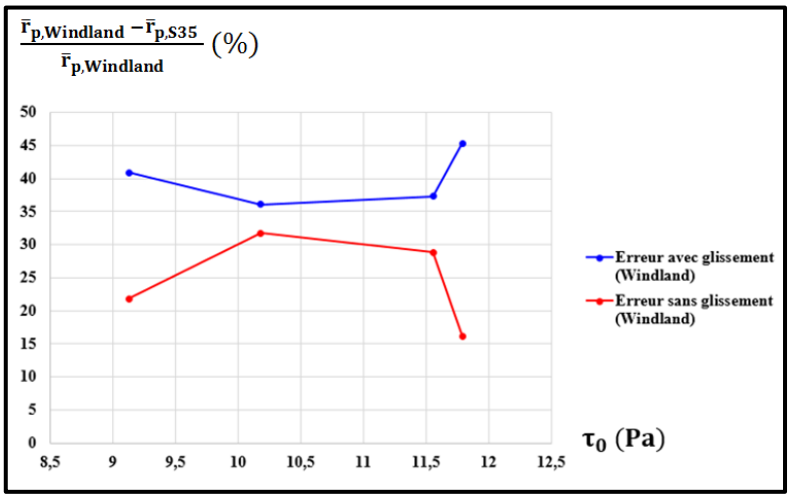


Figure 117: Evolution en fonction de la contrainte seuil du fluide, pour les échantillons de A10, de l'erreur relative entre rayons moyens à S = 35 % d'une part déduit des résultats de YSM, et d'autre part calculé à partir de l'équation 5.10 empirique de Windland (1980).

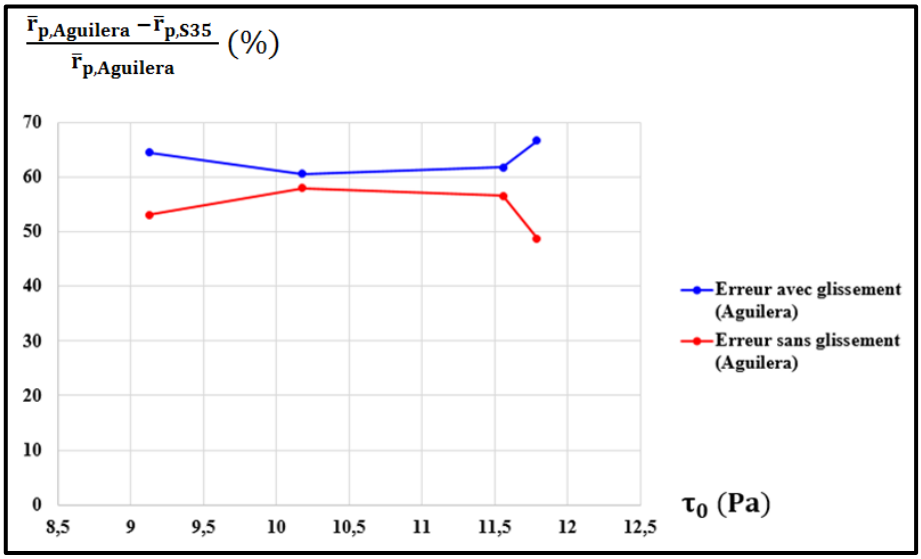


Figure 118: Evolution en fonction de la contrainte seuil du fluide, pour les échantillons de A10, de l'erreur relative entre rayons moyens à $S = 35\ \%$ à d'une part déduit des résultats de YSM, et d'autre part calculé à partir de l'équation 5.11 empirique de Aguilera (2002).

Ces comparaisons montrent que pour un milieu poreux manufacturé tel que le A10, les erreurs par rapport aux prédictions empiriques sont beaucoup plus grandes qu'avec les grès de Bentheimer. Enfin, une fois de plus, la comparaison avec les prédictions de l'équation de Windland (1980) conduit à des erreurs relatives plus faibles que celle réalisée avec l'équation d'Aguilera (2002).

CHAPITRE VI : DISCUSSIONS, CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Ce chapitre a pour objectif de discuter certains points qui ont abordés au cours de manuscrit, de donner les conclusions générales de ce travail, et enfin d'y proposer quelques perspectives. La section discussions comprendra trois volets, à savoir les modèles de faisceau de capillaires considérés en YSM, la méthode d'inversion des données expérimentales basée sur ces modèles, et enfin le modèle de glissement adopté lors de ce travail.

Discussions

Tout comme en porosimétrie par injection de mercure (MIP), depuis son introduction en 1990, l'interprétation des données de YSM reposait sur une modélisation de l'espace poreux comme un faisceau de capillaires parallèles à sections droites circulaires. Un des objectifs principaux de cette thèse était justement de travailler avec des modèles de milieux poreux plus réalistes. Dans cette perspective, c'est la non-circularité des capillaires du modèle qui a été choisie comme variante par rapport aux travaux précédents. Une approche empirique préalablement proposée dans la littérature a été utilisée au cours de cette étude afin de dériver des relations $q(\nabla P)$ pour l'écoulement des fluides de type Bingham dans des capillaires de sections droites triangulaire et rectangulaire pour des rapports d'aspects allant de $\varepsilon = 1/2$ à $\varepsilon = 1/10$. En confrontant les prédictions de ces formules empiriques aux résultats de simulations numériques, les erreurs obtenues se sont révélées fortement dépendante du rapport d'aspect de la section droite des capillaires, et de la valeur du nombre de Bingham B_i. Ces résultats laissent penser que cette approche empirique par analogie hydraulique n'est acceptable que dans le cas où le facteur de forme n'est pas très supérieur à 1.

En suivant la même approche par analogie, des formules empiriques ont été proposées pour l'écoulement des fluides à seuil de type Herschel-Bulkley dans des capillaires de sections droites carrées et triangulaires. Ces formules empiriques ont été confrontées aux résultats de simulations numériques, et ceci en gardant les paramètres rhéologiques constants ($\tau_0 = 1$ Pa , $n = 0.6$ et $k = 1$ Pa. $s^{0.6}$). La bonne adéquation obtenue dans les cas testés peut en partie être en partie due au fait que les facteurs de formes des sections droites carrées et triangulaires sont assez proches de 1 (respectivement 1.124 et 1.2), et il en est de même pour les nombres de Bingham critiques (respectivement 1.06 et 1.125). D'ailleurs au cours de ce travail, les écarts entre résultats numériques et empiriques étaient toujours plus importants pour des capillaires de section droite triangulaire que ceux de sections droites carrées. Il serait intéressant de faire varier ces paramètres rhéologiques, afin de voir si des résultats similaires ont obtenus. Par ailleurs, comme il a été mentionné au chapitre V, le choix d'une forme de section droite des pores par rapport à une autre doit être rigoureusement justifié par des informations sur le milieu poreux provenant d'autres techniques telles que l'analyse de coupes. Une telle investigation avant l'inversion des données en se basant sur un faisceau modèle préalablement défini n'a pas été réalisée au cours de cette étude, et serait intéressant lors de travaux ultérieurs. Avant de

boucler ce volet sur le modèle de milieu poreux, il est nécessaire de rappeler que le MIP n'est pas la technique de référence pour l'obtention des PSD d'un milieu poreux, mais plus pour l'obtention des courbes de pressions capillaires.

Deuxièmement, au cours de cette étude, le glissement des fluides à seuil sur les parois des pores a été pris en compte dans le processus d'inversion des données de YSM. Pour ce faire, le modèle de glissement proposé par Kaylon (2005) a été adopté. Ce modèle repose sur plusieurs hypothèses, dont celle concernant l'épaisseur constante de la couche de glissement. Au cours de ce travail, l'épaisseur de cette couche a été considérée constante dans tout le milieu poreux. Tous les résultats obtenus (PSDs, courbes de pressions capillaires, rayons moyens de la PSD, Pore to Throat Ratio, rayons de pores correspondant à une saturation en mercure de 35 %) se sont révélés fortement dépendant de la présence d'une couche de glissement. Or comme il a été rappelé au chapitre III, des travaux expérimentaux ont montré que cette épaisseur variait très légèrement avec le débit d'écoulement du fluide. Par conséquent, ou peut se demander si en envisageant une légère variation de l'épaisseur de la couche de glissement avec le débit d'écoulement, toutes les observations faites lors de cette étude sur l'impact de ce phénomène de glissement seraient les mêmes. Par ailleurs, pour un débit d'écoulement donné, on pourrait considérer que ce n'est pas l'épaisseur δ de la couche de glissement qui est constante, mais plutôt le rapport δ/r_i dans tous les pores participant à l'écoulement. Cette variante du mécanisme de glissement n'a pas été investiguée au cours de cette étude. De même, pour des raisons pratiques liées au temps de calcul, un nombre limité de valeurs de δ a été exploré lors de cette étude (50 valeurs dans chaque cas). Il serait intéressant lors des travaux futurs de pouvoir tester un plus grand nombre de valeurs de δ. Concernant les valeurs optimales de δ, pour le A10 elles étaient de l'ordre du nanomètre, et environ dix fois plus faibles pour les échantillons de Bentheimer. Il serait intéressant de vérifier si pour d'autres types de grès (de Berea, de Castelgate ou de Fontainebleau), des épaisseurs du même ordre sont obtenues.

Pour boucler ce volet sur le glissement, on pourrait se demander dans quelle mesure il est possible de formuler une approche permettant de prendre en compte ce phénomène dans le processus d'inversion mais cette fois-ci en adoptant d'autres mécanismes tels que celui à double viscosités proposé par Chauveteau (1982) et récemment par Zami et al. (2017). Cette piste reste également inexplorée à l'heure actuelle.

Enfin, en ce qui concerne l'inversion des données $Q(\nabla P)$ obtenues par YSM, un système d'inéquations sur-contraint a tout d'abord été formulé. Ce système se différencie de celui initialement formulé par Rodríguez de Castro (2014), et ceci par l'ajout de contraintes supplémentaires sur les valeurs des nombre n_i de pores caractérisant chaque classe de rayon r_i. Ce système a été formulé ainsi afin de mieux garantir l'unicité de la PSD obtenue. La résolution d'un tel système d'inéquations (2N-1 inéquations et N inconnus) est possible en utilisant des algorithmes d'optimisation. Dans le cadre de ce travail, cette approche a été validée pour des PSDs gaussiennes et bimodales, en utilisant deux algorithmes d'optimisation, à savoir SimulatedAnnealing et DifferentialEvolution de la fonction NMinimize du logiciel de calcul

formel Mathematica. Toutefois, les temps de résolution extrêmement longs ont conduit à laisser cette approche de côté pour des raisons pratiques.

Au cours d'une phase de validation de la méthode d'inversion, la PSD de départ est connue, et quel que soit le temps de résolution, le résultat final permet de constater si oui ou non la PSD initiale est intégralement retrouvée. Le vrai enjeu de la méthode d'inversion en YSM reste sur l'exploitation de données expérimentales réelles, pour lesquelles la PSD de l'échantillon poreux est à priori inconnue. Par conséquent, il serait intéressant de comparer d'une part la résolution du système d'inéquations sur-contraint (par algorithme d'optimisation) et d'autre part celle du système d'inéquations simple (par approche incrémentale) pour des données expérimentales $Q(\nabla P)$ réelles, et ce pour différents échantillons poreux. Si le phénomène de glissement est pris en compte, à priori rien ne garantit que les épaisseurs optimales de la couche de glissement soient les mêmes entre les deux résolutions. En outre, rien ne garantit également que la valeur optimale du coefficient de seuil d'écoulement α soit la même entre les deux résolutions. Par ailleurs, en considérant des pores de sections droites carrées et triangulaires, les PSDs obtenues sur les échantillons de Bentheimer présentaient parfois des pics, leur donnant une forme globale plus semblable à des distributions bimodales que gaussiennes. Il serait intéressant de savoir si la résolution du système d'inéquations sur-contraint en partant des mêmes données conduirait à des observations similaires.

Au cours de cette étude, la résolution du système d'inéquations simple a été retenue, et ceci en adoptant l'approche incrémentale mise en place par Rodríguez de Castro (2014). De plus pour des raisons de comparaison avec les travaux antérieurs en YSM, la valeur du coefficient de seuil d'écoulement α a été prise constante pour toutes les classes de pores. Or ceci n'est pas obligatoire, en effet la seule condition sur ce coefficient est qu'il soit strictement supérieur à 1. Il est donc possible d'adopter une variante de la méthode d'inversion YSM dans laquelle chaque classe de pores est caractérisé par une valeur de α différente, c'est-à-dire définie par $r_i = \alpha_i 2\tau_0/\nabla P_i$. Cette variante a également été validée au cours de ce travail, avec des données numériquement générées, et ceci pour des PSDs gaussiennes et bimodales. Lors d'études ultérieures il serait intéressant d'adopter cette variante pour l'exploitation de résultats expérimentaux réels.

Conclusions

Cette thèse avait pour but d'apporter de nouvelles contributions à la porosimétrie par injection de fluides à seuil (YSM), une technique de caractérisation présentée depuis deux décennies comme potentielle alternative à l'injection de mercure (MIP) qui à ce jour reste la plus utilisée. Le premier volet de ce travail a été motivé par la modification du modèle de faisceaux de capillaires habituellement utilisé en YSM, et ce en introduisant la non circularité des capillaires. Pour se faire, une approche empirique basée sur une analogie hydraulique a été proposée afin de prédire la relation $q(\nabla P)$ des fluides de type Bingham en écoulement dans des capillaires de section droite triangulaire et rectangulaire. Des comparaisons avec des résultats de littérature et les simulations numériques effectuées au cours de ce travail ont révélé que pour les capillaires

de section triangulaire, la formule empirique proposée était une bonne approximation sur toute la gamme de valeurs du nombre de Bingham B_i explorée.

Pour les sections droites rectangulaires, il a été observé que les erreurs entre les prédictions de la formule $q(\nabla P)$ empirique et les résultats de simulations numériques augmentaient au fur et à mesure que le rapport d'aspect de la section droite et la valeur de B_i deviennent importants.

Une extension de cette approche empirique a ensuite été proposée pour l'écoulement de fluides à seuil de type Herschel-Bulkley dans des capillaires rectilignes de sections droites carrées et triangulaires. Les formules empiriques proposées ont également été évaluées par confrontation aux résultats de simulations numériques. Sur la plage de B_i investiguée, les prédictions de ces formules empiriques se sont révélé en bon accord avec les résultats de simulation (erreurs relatives inférieures à 2 %). Ces formules empiriques ont donc été adoptées au cours de ce travail afin d'étudier l'impact de la forme des sections droites des capillaires sur les résultats de YSM.

Le deuxième volet de ce travail a été la réalisation d'expériences d'écoulements de fluides à seuil dans des échantillons poreux. Deux matériaux ont été caractérisés, à savoir le silicate fritté A10 qui est un milieu manufacturé, et le grès de Bentheimer qui lui est une roche naturelle. Ces expériences ont été réalisées en se basant sur un dispositif expérimental adopté au cours des derniers travaux en YSM, et qui permet d'imposer le débit d'injection du fluide. Les expériences réalisées au cours de cette thèse ont révélé qu'en choisissant une poudre de xanthane de granulométrie finie, il était possible de préparer des solutions de polymère limpides très concentrées (jusqu'à 10000 ppm), et de les injecter dans des milieux peu perméables comme le grès de Bentheimer (K de l'ordre de 2,9 D) en utilisant une pompe peu sophistiquée telle que celle à pousse seringues.

Le troisième volet a porté sur la méthode d'inversion des données expérimentales $Q(\nabla P)$ de YSM. Dans ce cadre, la contribution majeure de ce travail a été l'introduction du phénomène de glissement dans le processus d'inversion en YSM. Ce phénomène a été pris en compte grâce à un mécanisme proposé par Kaylon (2005), reposant sur des hypothèses simples, rigoureuses, et tout à fait appropriées pour des molécules semi-rigides comme celles de xanthane. Pour cette raison, cette approche d'inversion a été appelée MGK (Mécanisme de Glissement de Kaylon). Grâce aux relations analytiques $q(\nabla P, r, \delta)$ dérivées par cet auteur pour l'écoulement de fluides à seuil dans des capillaires rectilignes en présence d'une couche de glissement d'épaisseur δ, l'approche MGK permet de considérer aussi bien des capillaires de sections droites circulaire que rectangulaire de très faible rapport d'aspect ($\varepsilon \ll 1$), encore appelés slits. Pour des raisons pratiques liées au temps d'obtention des PSDs, l'approche MGK a été intégrée à la méthode d'inversion YSM développée par Rodríguez de Castro (2014). Toutefois, il faut noter que cette approche d'inversion MGK peut être utilisée avec n'importe quelle méthode d'inversion des données de YSM, à l'image de la méthode matricielle proposée par Malvault (2013). Dans ce mécanisme de glissement, l'épaisseur de la couche de glissement est constante mais à priori inconnue. Raison pour laquelle dans ce travail, une recherche permettant d'explorer plusieurs valeurs d'épaisseurs a été effectuée.

L'interprétation des résultats expérimentaux sur le A10 et le Bentheimer a premièrement confirmé que même si les dimensions de pores caractérisées par les deux techniques (MIP et YSM) ne sont pas les mêmes, dans tous les cas, les PSDs obtenues par ces deux techniques ont la même allure générale. Deuxièmement, les résultats de ce travail ont montré que le glissement pouvait avoir un impact considérable sur les PSDs, les courbes de pressions capillaires, les rayons moyens de ces PSDs, et les valeurs de Pore to Throat Ratio. En effet, la présence d'une couche de glissement engendre une réduction de la viscosité apparente du fluide, et conduit à l'obtention de PSDs présentant des pores dont la taille est légèrement plus faible qu'en l'absence de glissement. D'où une plus grande nécessité d'utiliser des solutions de xanthane très concentrées pour caractériser les échantillons poreux par YSM. En outre, les résultats obtenus montrent que l'épaisseur optimale dépend du type de milieu poreux, des propriétés pétrophyiques des échantillons et qu'elle varie également avec la concentration en xanthane. Il a par ailleurs été observé que les effets du glissement sur les attributs du milieu poreux étaient plus importants avec le Bentheimer qu'avec le A10. Ces observations sont en accord avec celle reportées dans la littérature sur la plus grande influence du phénomène de glissement pour des milieux de plus faibles perméabilités.

En ce qui concerne les pores de sections droites carrées et triangulaires, pour des raisons de comparaison avec les sections droites circulaires, les PSD ont été représentées en termes de rayons des cercles inscrits dans les sections des pores. Les résultats obtenus en considérant des faisceaux de capillaires à sections droites non-circulaires ont montré que la forme de la section droite des pores a également un impact considérable sur les PSDs obtenues par YSM, et que cet impact est plus prononcé sur les échantillons de Bentheimer que sur ceux de A10. En effet, en considérant des pores de sections droites carrées et triangulaires, les PSDs obtenues sur le Bentheimer pouvaient être des distributions bimodales, c'est-à-dire non conformes à celles attendues pour ce milieu poreux. D'où la nécessité d'utiliser le modèle le plus représentatif possible des pores du milieu poreux étudié lorsqu'on inverse les données de YSM.

De plus, dans une certaine mesure, il a également été observé que cet impact de la forme des sections droites des pores augmentait avec la concentration en xanthane. Ces observations restent toutefois à confirmer en utilisant des échantillons ayant des propriétés pétrophysiques très similaires, afin de pouvoir dissocier les effets de la perméabilité et de la concentration en xanthane. De plus, en considérant ces faisceaux de capillaires à sections droites carrées et triangulaires, et en faisant les mêmes considérations que lors de travaux antérieurs avec des sections droites circulaires (Rodríguez de Castro 2014), des formules ont été proposées afin de déduire des courbes de pression capillaires à partir des PSDs obtenues par YSM. Pour tous les échantillons caractérisés, ces formules ont conduit à des courbes de pressions capillaires en accord avec celles provenant de MIP, qui reste la technique de référence pour l'obtention de ces courbes. En outre, avec des pores de sections droites circulaires, avec ou sans glissement, le courbes de pression capillaire déduites se sont révélées en assez bon accord avec celles provenant de MIP que ce soit pour le A10 ou le Bentheimer.

Comme il a été rappelé durant ce travail, si les pores de section droite circulaire ont toujours été utilisés en YSM, l'utilisation d'une forme de section droite non-circulaire doit être

rigoureusement justifiée par des informations sur l'échantillon provenant d'autres techniques telles que l'analyse de coupe.

Pour finir, des comparaisons ont été faites entre les rayons de pores calculées à partir des courbes de pression capillaires déduites, et des empiriques disponibles dans la littérature, pour une saturation en mercure de 35 %. Ces comparaisons ont montré des écarts significatifs entre les rayons de pores provenant des courbes de pressions capillaires déduites de YSM, et ceux obtenus avec l'équation empirique de Windland (1980) ou celle d'Aguilera (2002).

Perspectives

Une première perspective de cette thèse concernerait tout d'abord le volet expérimental. Elle consisterait à réaliser un grand nombre d'expériences de YSM sur des roches variées (par exemple les grès de Fontainebleau, de Berea, de Castelgate, des Vosges), ayant des propriétés pétrophysiques différentes, et avec des solutions de xanthane de concentrations variées. Ensuite il serait intéressant d'interpréter les résultats obtenus avec et sans glissement, et d'étudier l'impact de ce phénomène en fonction de la concentration en xanthane et des propriétés de l'échantillon poreux.

Dans la même lancée, il serait intéressant d'effectuer en parallèle des expériences de YSM, des analyses de coupes de ces échantillons, et d'essayer de mettre en place une méthodologie permettant de déterminer la forme de pore la plus représentative d'un milieu poreux considéré. Ce travail permettrait de justifier le choix d'une forme de pore plutôt qu'une autre lors de l'inversion des données.

De même, une revue bibliographique portant sur les modélisations en réseaux de pores effectués sur ces types de roches serait un atout supplémentaire. En effet, elle permettrait d'avoir des valeurs de PTR auxquelles celles déduites par YSM pourraient être comparées, avec et sans glissement.

En outre, vu l'impact de la forme des sections droites des pores sur les PSDs, il serait intéressant de pouvoir prendre en compte d'autres formes géométriques telles que les ellipses ou même des formes non régulières. Pour se faire, il faudrait préalablement établir des relations $q(\nabla P)$ le plus rigoureusement possible, pour l'écoulement de fluides de type Herschel-Bulkley dans de tels capillaire. Une voie possible pour le faire serait d'envisager une approche « hybride » en essayant de combiner l'approche empirique à trois facteurs proposée par Liu et Masliyah (1996) et celle basée sur l'analogie hydraulique initialement proposée par Saramito et Roquet (2002) et reprise au cours de ce travail. En effet, comme il a été rappelé dans le chapitre II, cette approche à trois facteurs nécessite un très grand nombre de simulations pour les déterminer. Une approche empirique reliant ces trois facteurs de forme au nombre de Bingham critique B_{ic} ou au facteur de forme C_{forme} serait donc intéressante en gain de temps de calcul. Une autre alternative pour la dérivation de ces équations serait la méthode versatile proposée par Letelier et al. (2017).

En ce qui concerne la déduction des courbes de pressions capillaires à partir des PSDs provenant de YSM, ce travail a montré que les considérations faites pour les pores de sections droites circulaires n'étaient pas adaptées aux slits. Par conséquent, il serait intéressant de revoir ces considérations et d'en dériver des équivalences pour des pores de sections droites rectangulaires. Une autre alternative serait d'utiliser les mêmes considérations qu'avec les pores circulaires, mais d'appliquer un facteur de correction sur les courbes obtenues afin que la courbe finale soit plus proche de celle prédite par MIP.

Par ailleurs, une potentielle prochaine étape en YSM serait d'inverser les données expérimentales en se basant sur des modèles de milieux poreux encore plus réalistes que les faisceaux de capillaires rectilignes. Par exemple, des modèles comprenant des successions de pore-throats et des de pore bodies, comme ceux investigués par Zhang et Hue (2006), Batthad et al. (2011), Malvault et al. (2017). Cependant avant d'arriver à la phase d'inversion, il faudrait disposer de relations $q(\nabla P)$ rigoureuses pour l'écoulement de fluides à seuil dans de telles géométries (contractions/expansions). A ce jour, de telles relations n'existent pas encore, et un travail fourni serait nécessaire juste pour leur dérivation, et pour leur validation. Une telle étude pourrait être entamée par des relations $q(\nabla P)$ dans des expansions/contractions progressives, avant de passer au cas abrupt qui modéliserait la succession pore-throat/pore-body. A titre d'exemple, Sochi (2015) a proposé des formules $q(\nabla P)$ pour l'écoulement des fluides obéissant au modèle de Carreau dans des capillaires de section droite circulaire, et en expansion progressive. Un travail analogue pourrait être envisagé pour les fluides à seuil, avant peut-être de passer à l'expansion/contraction abrupte.

Une dernière perspective à cette thèse serait de commencer à mettre en place une plateforme dédiée à la YSM. Il s'agirait d'une plateforme orientée utilisateur industriel, avec un ou plusieurs formats d'entrée des données (ex : fichiers Excel, Notepad ++), un logiciel de calcul (Mathematica ou Matlab), différentes méthodes d'inversions disponibles (analytique, matricielle, discrète, avec ou sans glissement), avec pour chaque méthode des paramètres ajustables (degré de polynôme de fitting, possibilité de l'ajuster manuellement pour bien fitter les données, différentes méthodes d'interpolation disponibles). Cette interface serait un premier pas vers la commercialisation de la technique de caractérisation des échantillons poreux par injection de fluides à seuil.

RÉFÉRENCES

Abidin, A.Z., Puspasari, T., Nugroho,W.A.: Polymers for enhanced oil recovery technology. Procedia Chem. 4, 11–16 (2012)

Abdali, S., Mitsoulis, E., Markatos, N.: Entry and exit flows of bingham fluids. Journal of Rheology 36(2), 389–407 (1992)

Aguilera, R.: Incorporating Capillary Pressure, Pore Throat Aperture Radii, Height above Free Water Table, and Windland r35 Values on Pickett Plots, AAPG Bulletin, v. 86, p. 605- 624. (2002)

Al-Raoush, R.I., Madhoun, I.T.: Tort3d: A matlab code to compute geometric tortuosity from 3d imagesof unconsolidated porous media. Powder technology 320, 99–107 (2017)

Alexandrou, A.N., Duc, E., Entov, V.: Inertial, viscous and yield stress effects in bingham fluid filling of a 2-d cavity. Journal of non-newtonian fluid mechanics 96(3), 383–403 (2001)

Alexandrou, A.N., McGilvreay, T.M., Burgos, G.: Steady herschel–bulkley fluid flow in threedimensional expansions. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 100(1-3), 77–96 (2001)

Allen, K., Von Backström, T., Kröger, D.: Packed bed pressure drop dependence on particle shape, size distribution, packing arrangement and roughness. Powder Technology 246, 590–600 (2013)

Ambari, A., Benhamou, M., Roux, S., Guyon, E., Distribution des tailles des pores d'un milieu poreux déterminée par l'écoulement d'un fluide à seuil. C.R. Acad. Sci. Paris t.311 (II), 1291–1295 (1990)

Anovitz, L.M., Cole, D.R.: Characterization and analysis of porosity and pore structures. Reviews in Mineralogy and geochemistry 80(1), 61–164 (2015)

Atallah, N., Abou Najm, M.: Characterization of synthetic porous media using non-newtonian fluids: experimental evidence. European Journal of Soil Science 70(2), 257–267 (2019)

Atkins, J.E., McBride, E.F.: Porosity and packing of holocene river, dune, and beach sands (1). AAPG Bulletin 76(3), 339–355 (1992)

Ballesta, P., Petekidis, G., Isa, L., Poon, W.C.K., Besseling, R.: Wall slip and flow of concentrated hard-sphere colloidal suspensions, J. Rheol. 56, 1005 (2012)

Balhoff, M. T., Lake, L.W., Bommer, P.M., Lewis, R.E., Weber, M.J., Calderin, J.M., Rheological and yield stress measurements of non-Newtonian fluids using a Marsh funnel. J. Petrol. Sci. Eng. 77 (3–4), 393–402 (2011)

Balhoff, M., Sanchez-Rivera, D., Kwok, A., Mehmani, Y., Prodanovi´c, M.: Numerical algorithms for network modeling of yield stress and other non-newtonian fluids in porous media. Transport in porous media 93(3), 363–379 (2012)

Balhoff, M. T., Sanchez-Rivera, D., Kwok, A., Mehmani, Y., Prodanovic, M., Numerical algorithms for network modelling of yield stress and other non-Newtonian fluids in porous media. Transp. Porous Media 93(3), 363–379 (2012)

Balhoff, M.T., Thompson, K.E., Modelling the steady flow of yield-stress fluids in packed beds. AlChE J. 50 (12), 3034–3048 (2004)

Balhoff, M. T., Thompson, K. E., A macroscopic model for shear-thinning flow in packed beds based on network modelling, Chemical Engineering Science 61, 698-719 (2006)

Barnes, H. A., Hutton, J. F., Walters, K., An Introduction to Rheology, Elsevier, Amsterdam, (1989)

Barnes, H., Walters, K., The yield stress myth? Rheol.Acta 24, 323–326 (1985)

Barnes HA: The yield stress - A review, J. Non-Newt. Fluid Mech. 81,133 – 178 (1999)

Barnes, H.A.: A review of the slip (wall depletion) of polymer solutions, emulsions and particle suspensions in viscometers: its cause, character, and cure, J. Non-Newtonian Fluid Mech. 56, 221 (1995)

Bauer, D., Talon, L., Peysson, Y., Ly, H., Batôt, G., Chevalier, T., Fleury, M.: Experimental and numerical determination of darcy's law for yield stress fluids in porous media. Physical Review Fluids 4(6), 063301 (2019)

Bear, J.: Dynamics of Fluids in Porous Media. Elsevier, New York. (1972)

Bercovier, M., Engelman, M.: A finite-element method for incompressible non-newtonian flows. Journal of Computational Physics 36(3), 313–326 (1980)

Beverly, C. R. and R. I. Tanner, ''Numerical analysis of extrudate swell in viscoelastic materials with yield stress,'' J. Rheol. 33, 989–1009 (1989)

Bhattad, P., Willson, C.S., Thompson, K.E.: Effect of network structure on characterization and flow modeling using x-ray micro-tomography images of granular and fibrous porous media. Transport in porous media 90(2), 363 (2011)

Bingham, E. C.: «An investigation of the laws of plastic flow,» U. S. Bureau of Standards Bulletin, vol. 13, pp. 309-353, (1916)

Bingham, E. C.: Fluidity and plasticity, New York: McGraw-Hill Book Co, (1922)

Bleyer, J., Coussot, P.: Breakage of non-newtonian character in flow through a porous medium: evidence from numerical simulation. Physical Review E 89(6), 063018 (2014)

Blunt, M.J., Bijeljic, B., Dong, H., Gharbi, O., Iglauer, S., Mostaghimi, P., Paluszny, A., Pentland, C.: Pore-scale imaging and modelling. Advances in Water Resources 51, 197–216 (2013)

Brochard-Wyart, F., de Gennes, P.G.: Shear-dependent slippage at a polymer/solid interface, Langmuir 8 (1992) 3033. Y. Cohen, A.B. Metzner, Apparent slip of polymer solutions, J. Rheol. 29, 67 (1985)

Bultreys, T., Van Hoorebeke, L., Cnudde, V.: Multi-scale, micro-computed tomography-based pore network models to simulate drainage in heterogeneous rocks. Advances in Water Resources 78, 36–49 (2015)

Burgos, G.R., Alexandrou, A.N.: Flow development of herschel–bulkley fluids in a sudden three dimensional square expansion. Journal of rheology 43(3), 485–498 (1999)

Burgos, G.R., Alexandrou, A.N., Entov, V.: On the determination of yield surfaces in herschel–bulkley fluids. Journal of Rheology 43(3), 463–483 (1999)

Carman, P. C.: «Determination of the specific surface of powders,» J. Soc. Chem. Indus., vol. 57, pp. 225-234, (1938)

Carman, P. C.: Flow of gases through porous media, London: Butterworths, (1956)

Carman, P. C.: «Fluid flow through granular beds,» Trans. Inst. Chem. Engin., vol. 15, pp. 154-155, (1937)

Casson, N.: «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)

Chang, G-S., Koo, J-S., Song K-W.: Wall slip of vaseline in steady shear rheometry. Korea-Australia Rheology Journal, 15(2):55-61, (2003)

Chauveteau, G., Kohler, N., et al.: Influence of microgels in polysaccharide solutions on their flow behavior through porous media. Society of Petroleum Engineers Journal 24(03), 361–368 (1984)

Chauveteau, G., Rodlike Polymer Solution Flow through Fine Pores: Influence of Pore Size on Rheological Behavior, Journal of Rheology 26 (2), 111–142 (1982)

Chauveteau, G., Tirrell, M., Omari, A.: Concentration dependence of the effective viscosity of polymer solutions in small pores with repulsive or attractive walls. Journal of colloid and interface science 100(1), 41–54 (1984)

Chauveteau, G., Zaitoun, A., Basic rheological behavior of xanthan polysaccharide solutions in porous media: effects of pores size and polymer concentration. Proceedings of the First European Symposium on EOR, Bournemouth, England (1981)

Chhabra, R.P., et Richardson, J.F.: Non-Newtonian flow in the process industries : fundamentals and engineering applications, Butterworth-Heinemann, p. 81, (1999)

Chen, M., Rossen, W., Yortsos, Y.C.: The flow and displacement in porous media of fluids with yield stress. Chemical engineering science 60(15), 4183–4202 (2005)

Chevalier, T., Chevalier, C., Clain, X., Dupla, J.C., Canou, J., Rodts, S., Coussot, P.: Darcy's law foryield stress fluid flowing through a porous medium. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 195, 57–66 (2013)

Chevalier, T., Talon, L.: Moving line model and avalanche statistics of bingham fluid flow in porous media. The European Physical Journal E 38(7), 76 (2015)

Christopher, R.H., Middleman, S.,: Power-law flow through a packed tube. Ind. Eng. Chem. Fundament. 4 (4), 422–426. https://doi.org/10.1021/i160016a011 (1965)

Cieszko, M., Kempi´nski, M., Czerwi´nski, T.: Limit models of pore space structure of porous materials for determination of limit pore size distributions based on mercury intrusion data. Transport in Porous Media 127(2), 433–458 (2019)

Cohen, Y. Metzner. A.B.: An analysis of apparent slip ow of polymer solutions. Rheologica Acta, 25(1):28-35, (1986)

Coussot P: Yield stress fluid flows: A review of experimental data, J. Non-Newt. Fluid Mech. 211,31 – 49 (2014)

Craig, V.S.J., Neto, C., Williams, D.R.M.: Shear-Dependent Boundary Slip in an Aqueous Newtonian Liquid. Physical Review Letters, 87(5):054504, (2001)

Darcy, H.J.: Les Fontaines Publiques de la Vue de Dijon. Libraire de Corps Impériaux des Ponts et Chausées et des Mines, Paris, pp. 590–594 (1856)

Damianou, Y., Georgiou, G.C.: Viscoplastic poiseuille flow in a rectangular duct with wall slip. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 214, 88–105 (2014)

Damianou, Y., Kaoullas, G., Georgiou, G.C.: Cessation of viscoplastic poiseuille flow in a square duct with wall slip. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 233, 13–26 (2016)

Damianou, Y., Philippou, M., Kaoullas, G., Georgiou, G.C.: Cessation of viscoplastic poiseuille flow with wall slip. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 203, 24–37 (2014)

De Kee, D., Turcotte, G.: Viscosity of biomaterials, Chem. Eng. Commun. 6, 273–282 (1980)

De Las Cuevas, C.: Pore structure characterization in rock salt. Engineering geology 47(1-2), 17–30 (1997)

Denn, M.M., Bonn, D.: Issues in the flow of yield-stress liquids. Rheologica acta 50(4), 307–315 (2011)

De Souza Mendes, P.R., Naccache, M.F., Varges, P.R., Marchesini, F.H.: Flow of viscoplastic liquids through axisymmetric expansions–contractions. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 142(1-3),207–217 (2007)

De Souza Mendes PR, Thompson RL: A unified approach to model elasto-viscoplastic thixotropic yield-stress materials and apparent-yield stress fluids, Rheol Acta 52, 673 – 694 (2013)

Dou,W., Liu, L.,Wu, K., Xu, Z., Liu, X., Feng, X.: Diagenetic heterogeneity, pore throats characteristic and their effects on reservoir quality of the upper triassic tight sandstones of yanchang formation in ordos basin, china. Marine and Petroleum Geology 98, 243–257 (2018)

Dullien, F. A. L., Porous Media: Fluid Transport and Pore Structure (2nd edition), Howard Brenner, Academic Press (1991)

Dullien, F. A. L., Characterization of porous media – pore level, Transport in Porous Media 6; 581–606 (1991)

Dullien, F., Dhawan, G.: Photomicrographic size distribution determination of non-spherical objects. Powder Technology 7(6), 305–313 (1973)

Dullien, F.A., Batra, V.: Determination of the structure of porous media. Industrial & Engineering Chemistry 62(10), 25–53 (1970)

Dupuit, J.É.J.: Études théoriques et pratiques sur le mouvement des eaux dans les canaux découverts et à travers les terrains perméables: avec des considérations relatives au régime des grandes eaux, au débouché à leur donner, et à la marche des alluvions dans les rivières à fond mobile. Dunod (1863)

Dullien, F. A. L., Dhawan, K., Bivariate Pore-Size Distributions of Some Sandstones, Colloid Interface Sci. 52(1), 129–135 (1975)

Du Toit, C., Rosslee, P.: Analysis of the porous structure of packed beds of spheres using x-ray computed tomography. In: Eighth South African conference on computational and applied mechanics, SACAM (2012)

Engin, T., Dogruer, U., Evrensel, C., Gordaninejad, F., et al.: Effect of wall roughness on laminar flow of bingham plastic fluids through microtubes. Journal of fluids engineering 126(5), 880–883 (2004)

Ergun, S.: Fluid flow through packed columns, Chem. Eng. Prog. 48, 89–94 (1952)

European Chemicals Agency, Committee for Risk Assessment (RAC) and Committee for Socio-economic Analysis (SEAC), Background document to the opinions on the Annex XV dossier proposing restrictions on Mercury in measuring devices (2011)

Ferziger, J. H., Peric, M.: Computational methods for fluid dynamics (1997)

Fletcher, A.J.P, Flew, S.R.G, Lamb, S.P. Lund, T. Bjornestad, E., Stavland, A. Gjovikli, N.B: Measurements of Polysaccharide Polymer Properties in Porous Media. SPE International Symposium on Oilield Chemistry, 20-22 Fabruary, Anaheim, California, SPE 21018, (1991)

Forchheimer, P.: Wasserbewegung durch boden. Z. Ver. Deutsch, Ing. 45, 1782–1788 (1901)
Fortin, A., Côté, D., Tanguy, P.A.: On the imposition of friction boundary conditions for the numerical simulation of Bingham fluid flows, Comp. Methods Appl. Mech. Eng. 88, 97 (1991)

Fredrich, J., Greaves, K., Martin, J.: Pore geometry and transport properties of fontainebleau sandstone. In: International journal of rock mechanics and mining sciences & geomechanics abstracts, vol. 30, pp. 691–697. Elsevier (1993)

Frigaard, I., Ryan, D.: Flow of a visco-plastic fluid in a channel of slowly varying width. Journal of Non-Newtonian fluid mechanics 123(1), 67–83 (2004)

Gaither, A.: A study of porosity and grain relationships in experimental sands. Journal of Sedimentary Research 23(3), 180–195 (1953)

Gao, Z., Yang, X., Hu, C., Wei, L., Jiang, Z., Yang, S., Fan, Y., Xue, Z., Yu, H.: Characterizing the pore structure of low permeability eocene liushagang formation reservoir rocks from beibuwan basin in northern south china sea. Marine and Petroleum Geology 99, 107–121 (2019)

Giesche, H., Mercury Porosimetry: a General (Practical) Overview, Part. Part. Syst. Charact. 23, 1–11 (2006)

Green, H., "Further development of the plastometer and its practical application to research and routine problems," Proceedings Am. Soc. Testing Materials, II, 20 (1920)

Gundogar, A., Ross, C., Akin, S., Kovscek, A.: Multiscale pore structure characterization of middle east carbonates. Journal of Petroleum Science and Engineering 146, 570–583 (2016)
46. Guo, Z., Sun, Z., Zhang, N., Ding, M., Wen, J.: Experimental characterization of pressure drop in slender packed bed (1< d/d< 3). Chemical Engineering Science 173, 578–587 (2017)

Hatzikiriakos, S.G. Dealy, J.M.: Wall slip of molten high density polyethylene. I. Sliding plate rheometer studies, J. Rheol. 35, 497 (1991)

Hatzikiriakos, S.G., Dealy, J.M.: Wall slip of molten high density polyethylenes. II. Capillary rheometer studies, J. Rheol. 36,703 (1992)

Hatzikiriakos, S.G., Kazatchkov, I.G.: Interfacial phenomena in the capillary extrusion of metallocene polyethylenes, J. Rheol. 41, 1299 (1997)

Hatzikiriakos, S.G.: Wall slip of molten polymers, Progr. Polym. Sci. 37, 624–643 (2012)

Hay, G., Mackay, M.E., McGlashan, S.A., Park, Y.: Comparison of shear stress and wall slip measurement techniques on a linear low density polyethylene, J. Non-Newtonian Fluid Mech. 92,187 (2000)

He, J., Lee, S.S., Kalyon, D.M.: Shear viscosity and wall slip behavior of dense suspensions of polydisperse particles a. Journal of Rheology 63(1), 19–32 (2019)

Hermany, L., dos Santos, D.D., Frey, S., Naccache, M.F., de Souza Mendes, P.R.: Flow of yield-stress liquids through an axisymmetric abrupt expansion-contraction. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 201, 1–9 (2013)

Herschel, W.H., Bulkley, R.: Konsistenzmessungen von gummi-benzollösungen. Colloid & Polymer Science 39(4), 291–300 (1926)

Hess, S.: Structure and nonlinear flow behavior of simple and complex fluids. International journal of thermophysics 23(4), 905–920 (2002)

Hill, D.A., Hasegawa, T., Denn, M.M.: On the apparent relation between the adhesive failure and melt fracture, J. Rheol. 34,891 (1990)

Houston, A.N., Otten, W., Falconer, R., Monga, O., Baveye, P.C., Hapca, S.M.: Quantification of the pore size distribution of soils: assessment of existing software using tomographic and synthetic 3D images.Geoderma 299, 73–82 (2017)

Huang, Y., Sorbie, K.S.: The Adsorption and In-Situ Rheological Behavior of Xanthan Solution Flowing Through Porous Media. SPE/DOE Enhanced Oil Recovery Symposium, 22-24 April, Tulsa, Oklahoma, SPE/DOE 24153, (1992)

Huet, C.C., Rushing, J.A., Newsham, K.E. and Blasingame, T.A.: "A Modified Purcell/Burdine Model for Estimating Absolute Permeability from Mercury Injection Capillary Pressure Data," Paper IPTC 10994 Presented at the 2005 International Technology Conference, Doha, 21-23, 12 p November (2005)

Huilgol, R.R., You, Z.: Application of the augmented lagrangian method to steady pipe flows of bingham, casson and herschel–bulkley fluids. Journal of non-newtonian fluid mechanics 128(2-3), 126–143 (2005)

Iijima, M., Shinozaki, M., Hatakeyama, T., Takahashi, M., Hatakeyama, H.: AFM studies on gelation mechanism of xanthan gum hydrogels. Carbohydr. Polym. 68, 701–707 (2007)

Jana, S., B. Kapoor, and A. Acrivos, "Apparent wall-slip velocity coefficients in concentrated suspensions of noncolloidal particles," J. Rheol. 39, 1123–1132 (1995)

Jay, P., Magnin, A., Piau, J.M.: Numerical simulation of viscoplastic fluid flows through an axisymmetric contraction. Journal of fluids engineering 124(3), 700–705 (2002)

Jasak, H.: Error Analysis and Estimation for the Finite Volume Method with Applications to Fluid Flows. PhD thesis, Imperial College, (1996)

Jiang, T.Q., Young, A.C., Metzner, A.B.: The rheological characterization of HPG gels: measurement of slip velocities in capillary tubes, Rheol. Acta 25, 397 (1986)

Jones, D.M., Walters, K.: The behavior of polymer solutions in extension-dominated flows with applications to enhanced oil recovery. Rheol. Acta 28, 482–498 (1989)

Kalika, D.S., Denn, M.M.: Wall slip and extrudate distortion in linear low-density polyethylene, J. Rheol. 31, 815 (1987)

Kalyon, D.M.: Apparent slip and viscoplasticity of concentrated suspensions. Journal of Rheology 49(3), 621–640 (2005)

Kalyon, D.M., Gevgilili, H.: Wall slip and extrudate distortion of three polymer melts, J. Rheol. 47, 683 (2003)

Kefayati, G., Huilgol, R.: Lattice boltzmann method for the simulation of the steady flow of a bingham fluid in a pipe of square cross-section. European Journal of Mechanics-B/Fluids 65, 412–422 (2017)

Kim, J.W., Bryant, W., Watkins, J., Tieh, T.: Electron microscopic observations of shale diagenesis, offshore louisiana, usa, gulf of mexico. Geo-Marine Letters 18(3), 234–240 (1998)

Kountouriotis, Z., Georgiou, G.C., Mitsoulis, E.: Numerical study of the combined effects of inertia, slip, and compressibility in extrusion of yield stress fluids. Rheologica Acta 53(10-11), 791–804 (2014)

Kountouriotis, Z., Philippou, M., Georgiou, G.C.: Development lengths in newtonian poiseuille flows with wall slip. Applied Mathematics and Computation 291, 98–114 (2016)

Kolodzie, S.Jr.,: Analysis of Pore Throat Size and Used of the Waxman-Smits Equation to determine OOIP in Spindle Field, Colorado, SPE-ATCE (1980)

Kozeny, J.: Ueber kapillare Leitung des Wassers im Boden. Sitzungsber Akad.Wiss.,Wien 136(2a), 271–306 (1927)

Kozicki, W., Chou, C., Tiu, C.: Non-newtonian flow in ducts of arbitrary cross-sectional shape. Chemical Engineering Science 21(8), 665–679 (1966)

Kozicki, W., Hsu, C.J., Tiu, C.: Non-Newtonian ow through packed beds and porous media. Chemical Engineering Science, 22(4):487-502, (1967)

Lachke, A.: Xanthan–a versatile gum. Resonance 9(10) (2004)

Lai, J.,Wang, G., Chai, Y., Ran, Y., Zhang, X.: Depositional and diagenetic controls on pore structure of tight gas sandstone reservoirs: Evidence from lower cretaceous b ashijiqike formation in k elasu thrust belts, k uqa depression in t arim b asin of west c hina. Resource Geology 65(2), 55–75 (2015)

Lai, J.,Wang, G.,Wang, S., Cao, J., Li, M., Pang, X., Zhou, Z., Fan, X., Dai, Q., Yang, L., et al.: Review of diagenetic facies in tight sandstones: Diagenesis, diagenetic minerals, and prediction via well logs. Earth-Science Reviews 185, 234–258 (2018)

Langsch, R., Zalucky, J., Haase, S., Lange, R.: Investigation of a packed bed in a mini channel with a low channel-to-particle diameter ratio: flow regimes and mass transfer in gas–liquid operation. Chemical Engineering and Processing: Process Intensification 75, 8–18 (2014)

Larachi, F., Hannaoui, R., Horgue, P., Augier, F., Haroun, Y., Youssef, S., Rosenberg, E., Prat, M., Quintard, M.: X-ray micro-tomography and pore network modeling of single-phase fixed-bed reactors. Chemical Engineering Journal 240, 290–306 (2014)

Lassen, C., Andersen, B. H., Maag, J., Maxson, P., Options for reducing mercury use in products and applications, and the fate of mercury already circulating in society, European Commission, Directorate-General Environment (2008)

Lau, H.C., Schowalter, W.R.: A model of adhesive failure of viscoelastic fluids during flow, J. Rheol. 30, 193 (1996)

Letelier, M.F., Siginer, D.A.: On the flow of a class of viscoinelastic–viscoplastic fluids in tubes of non-circular contour. International Journal of Engineering Science 45(11), 873–881 (2007)

Letelier, M.F., Siginer, D.A., Hinojosa, C.B.: On the physics of viscoplastic fluid flow in non-circular tubes. International Journal of Non-Linear Mechanics 88, 1–10 (2017)

Li, P., Zheng, M., Bi, H., Wu, S., Wang, X.: Pore throat structure and fractal characteristics of tight oil sandstone: a case study in the ordos basin, china. Journal of Petroleum Science and Engineering 149, 665–674 (2017)

Li, X., Zhang, L.: Characterization of dual-structure pore-size distribution of soil. Canadian geotechnical journal 46(2), 129–141 (2009)

Li, Z.,Wu, S., Xia, D., He, S., Zhang, X.: An investigation into pore structure and petrophysical property in tight sandstones: A case of the yanchang formation in the southern ordos basin, china. Marine and Petroleum Geology 97, 390–406 (2018)

Liu, S., Masliyah, J.H.: On non-newtonian fluid flow in ducts and porous media. Chemical Engineering Science 53(6), 1175–1201 (1998)

Liu, X., Wang, J., Ge, L., Hu, F., Li, C., Li, X., Yu, J., Xu, H., Lu, S., Xue, Q.: Pore-scale characterization of tight sandstone in yanchang formation ordos basin china using micro-ct and sem imaging from nm-to cm-scale. Fuel 209, 254–264 (2017)

Lønøy, A., Akselsen, J., Rønning, K.: Diagenesis of a deeply buried sandstone reservoir: Hild field, northern North Sea. Clay Minerals 21(4), 497–511 (1986)

Lowenstein, T.K. and Spencer, R.J.: Syndepositional origin of potash evaporites: petrographic and fluid inclusion evidence. Am. J. Sci., 290:1 42. (1990)

Luk, S., Mutharasan, R., Apelian, D.: Experimental observations of wall slip: tube and packed bed ow. Industrial & Engineering Chemistry Research, 26(8):1609-1616, (1987)

Maciel, A., Salas, V., Soltero, J.F.A., Guzman, J., Manero, O.: On the wall slip of polymer blends. Journal of Polymer Science Part B, 40(4):303-316, (2002)

Malvault, G., Ahmadi, A., Omari, A.: Numerical simulation of yield stress fluid flow in capillary bundles: influence of the form and the axial variation in the cross section. Transport in porous media 120(2), 255–270 (2017)

Marchesini FH, Alicke AA, de Souza Mendes PR, Zíglio CM: Rheological characterization of waxy crude oils: Sample preparation, Energy Fuels 26, 2566 – 2577 (2012)

Marchesini, F.H., Naccache, M.F., Abdu, A., Alicke, A.A., de Souza Mendes, P.R.: Rheological characterization of yield-stress materials: Flow pattern and apparent wall slip. Applied Rheology 25(5), 32–41 (2015)

Marly, A., Vigneaux, P.: Augmented lagrangian simulations study of yield-stress fluid flows in expansion-contraction and comparisons with physical experiments. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 239, 35–52 (2017)

Marshall, R.J., Metzner, A.B.: Flow of viscoelastic uids through porous media. Industrial & Engineering Chemistry Fundamentals, 6(3):393-400, (1967)

Meeker; S.P. Bonnecaze, R.T., Cloitre, M.: Slip and ow in pastes of soft particles: Direct observation and rheology. Journal of Rheology, 48(6):1295-1320, (2004)

Mendes, P.R.S., Dutra, E.S.: Viscosity function for yield-stress liquids. Applied Rheology 14(6), 296– 302 (2004)

Mitsoulis, E.: Flows of viscoplastic materials: models and computations. Rheology reviews 2007, 135–178 (2007)

Mitsoulis, E., Abdali, S., Markatos, N.: Flow simulation of herschel-bulkley fluids through extrusion dies. The Canadian Journal of Chemical Engineering 71(1), 147–160 (1993)

Mitsoulis, E., Huilgol, R.: Entry flows of bingham plastics in expansions. Journal of non-newtonian fluid mechanics 122(1-3), 45–54 (2004)

Moller, P.C., Fall, A., Bonn, D.: No steady state flows below the yield stress. a true yield stress at last? arXiv preprint arXiv:0904.1467 (2009)

Mongruel, A., Cloitre, M.: Axisymmetric orifice flow for measuring the elongational viscosity of semi-rigid polymer solutions. J. Non Newton Fluid Mech. 110, 27–43 (2003)

Mooney M., "Explicit formulas for slip and fluidity," J. Rheol. 2, 210–222 (1931)

Mosolov, P.P., Miasnikov V.P.: Variational methods in the theory of viscousplastic medium, J. Mech. Appl. Math. (P.M.M.) 29, 468–492 (1965)

Mosolov, P.P., Miasnikov V.P.: On stagnant flow regions of a viscous-plastic medium in pipes, J. Mech. Appl. Math. (P.M.M.) 30, 705–719 (1966)

Mosolov, P.P., Miasnikov V.P.: On qualitative singularities of the flow of a viscous-plastic medium in pipes, J. Mech. Appl. Math. (P.M.M.) 31, 581–585 (1967)

Mueller, G.E.: Radial porosity in packed beds of spheres. Powder Technology 203(3), 626–633 (2010)

Muljadi, B.P., Blunt, M.J., Raeini, A.Q., Bijeljic, B.: The impact of porous media heterogeneity on nondarcy flow behaviour from pore-scale simulation. Advances in Water Resources 95, 329–340 (2016)

Nabawy, B.S.: Estimating porosity and permeability using digital image analysis (dia) technique for highly porous sandstones. Arabian Journal of Geosciences 7(3), 889–898 (2014)

Najm, M.R.A., Atallah, N.M.: Non-newtonian fluids in action: Revisiting hydraulic conductivity and pore size distribution of porous media. Vadose Zone Journal 15(9) (2016)

Neto, C., Evans, D.R., Bonaccurso, E., Butt, H.J., Craig, V.S.J.: Boundary slip in Newtonian liquids: a review of experimental studies, Rep. Prog. Phys. 68, 2859–2897 (2005)

Nguyen, Q., Boger, D., Direct yield stress measurement with the vane method. J. Rheol. 29 (3), 335–347 (1983)

Nguyen, Q.D., Boger, D.V.: Measuring the Flow Properties of Yield Stress Fluids. Annual Review of Fluid Mechanics, 24:47-88, (1992)

Nolan, G., Kavanagh, P.: The size distribution of interstices in random packings of spheres. Powder technology 78(3), 231–238 (1994)

O'Donovan, E. J. and R. I. Tanner, ''Numerical study of the Bingham squeeze film problem,'' J. Non- Newtonian Fluid Mech. 15, 75–83 (1984)

Omari, A., Moan, M., Chauveteau, G.: Hydrodynamic behavior of semirigid polymer at a solid-liquid interface. Journal of Rheology 33(1), 1–13 (1989)

Oukhlef, A., Ambari, A., Champmartin, S., Despeyroux, A.: «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)

Ovarlez, G., Cohen-Addad, S., Krishan, K., Goyon, J., Coussot, P.: On the existence of a simple yield stress fluid behavior. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 193, 68–79 (2013)

Panaseti, P., Georgiou, G.C.: Viscoplastic flow development in a channel with slip along one wall. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 248, 8–22 (2017)

Papanastasiou, T.C.: Flows of materials with yield. Journal of Rheology 31(5), 385–404 (1987)

Patankar, S. V. : Numerical heat transfer and fluid flow. Series in computational methods in mechanics and thermal sciences. Hemisphere Pub. Corp. New York, Washington, (1980)

Patzek, T., Silin, D.: Shape factor and hydraulic conductance in noncircular capillaries: I. one-phase creeping flow. Journal of colloid and interface science 236(2), 295–304 (2001)

Pérez-González, J., López-Durán, J.J., Marín-Santibáñez, B.M., Rodriguez- González, F.: Rheo-PIV of a yield-stress fluid in a capillary with slip at the wall, Rheol. Acta 51, 937 (2012)

Perrin, C.L., Tardy, P.M., Sorbie, K.S., Crawshaw, J.C.: Experimental and modeling study of newtonian and non-newtonian fluid flow in pore network micromodels. Journal of Colloid and Interface Science 295(2), 542–550 (2006)

Pham, T., Mitsoulis, E.: Entry and exit flows of casson fluids. The Canadian Journal of Chemical Engineering 72(6), 1080–1084 (1994)

Piau, J.M.: Carbopol gels: elastoviscoplastic and slippery glasses made of individual swollen sponges: meso- and macroscopic properties, constitutive equations and scaling laws, J. Non-Newtonian Fluid Mech. 144 (2007)

Pistocchini, L., Garone, S., Motta, M.: Porosity and pressure drop in packed beds of spheres between narrow parallel walls. Chemical Engineering Journal 284, 802–811 (2016)

Poiseuille, J.: Recherches expérimentales sur le mouvement des liquides dans les tubes de très petits diamètres [experimental research on the movement of liquids in capillary of very small diameters]. Comptes rendus hebdomadaires des séances de l'Académie des sciences 11, 1041–1048 (1840)

Purcell, W. R.: «Capillary pressure - Their measurement using mercury and the calculation of Références bibliographiques, 120 permeability therefrom,» J. Petr. Tech., vol. 1, pp. 39-48, (1949)

Putz, A., Frigaard, I., Martinez, D.: On the lubrication paradox and the use of regularisation methods for lubrication flows. Journal of Non-Newtonian fluid mechanics 163(1-3), 62–77 (2009)

Ramamurthy, A.V.: Wall slip in viscous fluids and influence of materials of construction, J. Rheol. 30, 337 (1986)

Rene, F., Leuliet, J. C. and Lalande, M.: Heat transfer to Newtonian and non Newtonian food fuids in plate heat exchangers: Experimental and numerical approaches. ¹rans. Inst. Chem. Engng 69 Part C), 115Ð126 (1991)

Robertson, R. E., et Stiff, H. A. : «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)

Rodriguez de Castro, A.: Extending darcy's law to the flow of yield stress fluids in packed beds: Method and experiments. Advances in Water Resources 126, 55–64 (2019)

Rodriguez de Castro, A., Ahmadi-Sénichault, A., Omari, A.: Using xanthan gum solutions to characterize porous media with the yield stress fluid porosimetry method: Robustness of the method and effects of polymer concentration. Transport in Porous Media 122(2), 357–374 (2018)

Rodriguez de Castro, A., Omari, A., Ahmadi-Sénichault, A., Bruneau, D.: Toward a new method of porosimetry: principles and experiments. Transport in porous media 101(3), 349–364 (2014)

Rodriguez de Castro, A., Omari, A., Ahmadi-Sénichault, A., Savin, S., Madariaga, L.F.: Characterizing porous media with the yield stress fluids porosimetry method. Transport in Porous Media 114(1), 213–233 (2016)

Rodts, S.: 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)

Rouquerol, J., Avnir, D., Fairbridge, C. W., Everett, D. H., Haynes, J. H., Pernicone, N., Ramasay, J. D. F., Sing, K. S. W., Unger, K. K., Recommendations for the characterization of porous solids, Pure & Appl. Chem. 66, No.8, 1739–1758 (1994)

Reiner, M., Deformation, Strain and Flows H. K. Lewis, London, (1960)

Roache. P. J.: Quantification of uncertainty in computational fluid dynamics. Annual review of fluid Mechanics, 29(1) :123–160, (1997)

Roberts, G.P, Barnes, H.A.,: New measurements of the flowcurves for carbopol dispersions without slip artefacts, Rheol. Acta 40, 499 – 503 (2001)

Roberts, G.P., Barnes, H.A., Carew, P.: Modelling the ow behaviour of very shear-thinning liquids. Chemical Engineering Science, 56(19):5617-5623, (2001)

Roquet, N., Saramito, P.: An adaptive finite element method for viscoplastic flows in a square pipe with stick–slip at the wall. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 155(3), 101–115 (2008)

Roustaei, A., Chevalier, T., Talon, L., Frigaard, I.: Non-darcy effects in fracture flows of a yield stress fluid. Journal of Fluid Mechanics 805, 222–261 (2016)

Roustaei, A., Frigaard, I.: The occurrence of fouling layers in the flow of a yield stress fluid along a wavy-walled channel. Journal of Non-Newtonian fluid mechanics 198, 109–124 (2013)

Sanchez, M.C., Valenci, C., Franco, J.M. Gallegos, C. : Wall Slip Phenomena in Oil-in-Water Emulsions: E_ect of Some Structural Parameters. Journal of Colloid and Interface Science, 241(1):226-232, (2001)

Saramito, P., Roquet, N.: An adaptive finite element method for viscoplastic fluid flows in pipes. Computer methods in applied mechanics and engineering 190(40-41), 5391–5412 (2001)

Scheidegger, A. E., The physics of flow through porous media, 3e éd., University of Toronto Press, (1974)

Schmitt, M., Halisch, M., Müller, C., Fernandes, C.P.: Classification and quantification of pore shapes in sandstone reservoir rocks with 3-d x-ray micro-computed tomography. Solid Earth 7(1), 285–300 (2016)

Scott, P., Mirza, F., Vlachopoulos, J.: A finite element analysis of laminar flows through planar and axisymmetric abrupt expansions. Computers & fluids 14(4), 423–432 (1986)

Schüth, F., Sing, K. S. W., Weitkamp, J., Handbook of Porous Solids, WILEY-VCH Verlag GmbH (2002)

Shahsavari, S., McKinley, G.H.: Mobility and pore-scale fluid dynamics of rate-dependent yield-stressn fluids flowing through fibrous porous media. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 235, 76–82 (2016)

Shenoy, A.V.,: Non-Newtonian Fluid Heat transfer in porous media. Adv. Heat Trans- fer 24, 101–190. https://doi.org/10.1016/S0065-2717(08)70233-8 (1994)

Sheppard, A., Latham, S., Middleton, J., Kingston, A., Myers, G., Varslot, T., Fogden, A., Sawkins, T., Cruikshank, R., Saadatfar, M., et al.: Techniques in helical scanning, dynamic imaging and image segmentation for improved quantitative analysis with x-ray micro-ct.

Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms 324, 49–56 (2014)

Skelland, A.H.P., Non-Newtonian Flow and Heat Transfer. Wiley, New York (1967)

Sochi, T.: Modelling the flow of yield-stress fluids in porous media. Transport in Porous Media 85(2), 489–503 (2010)

Sochi, T.: Non-newtonian flow in porous media. Polymer 51(22), 5007–5023 (2010)

Sochi, T.: Slip at fluid-solid interface. Polymer Reviews 51(4), 309–340 (2011)

Sochi, T., Blunt, M.J.: Pore-scale network modeling of ellis and herschel–bulkley fluids. Journal of Petroleum Science and Engineering 60(2), 105–124 (2008)

Soltani, F., and U. Yilmazer, "Slip velocity and slip layer thickness in flow of concentrated suspensions," J.Appl. Polym. Sci. 70, 515–522 (1998)

Song, K.-W., Kim, Y.-S., Chang, G.S., Rheology of concentrated xanthan gum solutions: steady shear flow behavior. Fibers Polym. 7(2), 129–138 (2006)

Sorbie, K.S.: Polymer-Improved Oil Recovery. Blackie and Son Ltd, Glasgow (1991a)

Sorbie, K.S.: Rheological and transport effects in the flow of low-concentration xanthan solution through porous media. J. Colloid lnterface Sci. 145(I), 74–89 (1991b)

Sorbie, K., Huang, Y.: Rheological and transport effects in the flow of low-concentration xanthan solution through porous media. J. Colloid Interface Sci. 145(1), 74–89 (1991)

Sorbie. K.S.: Depleted layer effects in polymer ow through porous media: I. Single capillary calculations. Journal of Colloid and Interface Science, 139(2):299-314, (1990)

Soto, H.P., Martins-Costa, M.L., Fonseca, C., Frey, S.: A numerical investigation of inertia flows of bingham-papanastasiou fluids by an extra stress-pressure-velocity galerkin least-squares method. Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering 32(SPE), 450–460 (2010)

Spikes, H. Granick, S.: Equation for slip of simple liquids at smooth solid surfaces, Langmuir 19, 5065 (2003)

Steffe, J.F., Rheological Methods in Food Process Engineering, Second Edition. Freeman Press, East Lansing, Michigan (1996)

Stegemeier, G.: Improved oil recovery by surfactant and polymer flooding. Vol. I, eds. Shah, DO and Schechter, RS, Academic Press, NY (1977)

Stokes JR, Telford JH: Measuring the yield behavior of structured fluids, J. Non-Newt. Fluid Mech. 124,137 – 146 (2004)

Talon, L., Bauer, D.: On the determination of a generalized darcy equation for yield-stress fluid in porous media using a lattice-boltzmann trt scheme. The European Physical Journal E 36(12), 139 (2013)

Tang, G.,Wang, S., Ye, P., Tao,W.: Bingham fluid simulation with the incompressible lattice boltzmann model. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 166(1-2), 145–151 (2011)

Taylor, A.J., Wilson, S.D.: Conduit flow of an incompressible, yield-stress fluid. Journal of Rheology 41(1), 93–102 (1997)

Torskaya, T., Shabro, S., Torres-Verdin, C., Salazar-Tio, Revil, A., Grain Shape Effects on Permeability, Formation Factor, and Capillary Pressure from Pore-Scale Modelling, Transp Porous Med 102, 71–90 (2014)

Tretheway, D.C., Meinhart, C.D.: Apparent uid slip at hydrophobic microchannel walls. Physics of Fluids, 14(3):L9-L12, (2002)

Tretheway, D.C., Meinhart, C.D.: A generating mechanism for apparent uid slip in hydrophobic microchannels. Physics of Fluids, 16(5):1509-1515, (2004)

Uhlherr PHT, Guo J, Tiu C, Zhang XM, Zhou JZQ, Fang TN: The shear-induced solid–liquid transition in yield stress materials with chemically different structures, J. Non- Newt. FluidMech. 125,101 – 119 (2005)

United Nations Environment Programme (UNEP), Minamata convention on mercury. http://www.mercuryconvention.org/Convention/tabid/3426/Default.aspx (2013). Accessed 25 Oct (2013)

Valdez, M.A., Yeomans, L., Montes, F., Acuña, H., Ayala, A.: Influence of temperature on the slip velocity of semidilute xanthan gum solutions. Rheologica acta 34(5), 474–482 (1995)

Vand, V., "Viscosity of solutions and suspensions. I. Theory," J. Phys. Colloid Chem. 52, 277–314 (1948)

Van der Linden, J.H., Sufian, A., Narsilio, G.A., Russell, A.R., Tordesillas, A.: A computational geometry approach to pore network construction for granular packings. Computers & geosciences 112, 133–143 (2018)

Vogel, H.J., Roth, K.: Quantitative morphology and network representation of soil pore structure. Advances in water resources 24(3-4), 233–242 (2001)

Wang, W., Jiang, Y., Swennen, R., Yuan, J., Liu, J., Zhang, S.: Pore-throat characteristics of tight sandstonereservoirs composed of gravity flow sediments: Yingcheng formation, longfengshan sag, china.Journal of Petroleum Science and Engineering 171, 646–661 (2018)

Xiao, D., Jiang, S., Thul, D., Huang, W., Lu, Z., Lu, S.: Combining rate-controlled porosimetry and nmr to probe full-range pore throat structures and their evolution features in tight sands: A case study in the songliao basin, china. Marine and Petroleum Geology 83, 111–123 (2017)

Xiao, D., Jiang, S., Thul, D., Lu, S., Zhang, L., Li, B.: Impacts of clay on pore structure, storage and percolation of tight sandstones from the songliao basin, china: Implications for genetic classification of tight sandstone reservoirs. Fuel 211, 390–404 (2018)

Xiong, Q., Baychev, T.G., Jivkov, A.P.: Review of pore network modelling of porous media: experimental characterisations, network constructions and applications to reactive transport. Journal of contaminant hydrology 192, 101–117 (2016)

Yang, R., Zou, R., Yu, A., Choi, S.: Pore structure of the packing of fine particles. Journal of colloid and interface science 299(2), 719–725 (2006)

Yilmazer, U. Kalyon, D.M.: Slip effects in capillary and parallel disk torsional flows of highly filled suspensions, J. Rheol. 33, 1197 (1989)

Yoshimura A, Prud'homme R: Wall slip corrections for couette and parallel disk viscometers, J. Rheol. 32, 53 – 67 (1988)

Yoshimura A, Prud'homme R: Wall slip effects on dynamic oscillatory measurements, J. Rheol. 32, 575 – 584, (1988)

Zami-Pierre, F., de Loubens, R., Quintard, M., Davit, Y.: Polymer flow through porous media: numerical prediction of the contribution of slip to the apparent viscosity. Transport in Porous Media 119(3), 521– 538 (2017)

Zhang, L., Lu, S., Xiao, D., Li, B.: Pore structure characteristics of tight sandstones in the northern songliao basin, china. Marine and Petroleum Geology 88, 170–180 (2017)

Zhang, W., Thompson, K.E., Reed, A.H., Beenken, L.: Relationship between packing structure and porosity in fixed beds of equilateral cylindrical particles. Chemical Engineering Science 61(24), 8060– 8074 (2006)

Zhu, F., Hu, W., Cao, J., Sun, F., Liu, Y., Sun, Z.: Micro/nanoscale pore structure and fractal characteristics of tight gas sandstone: A case study from the yuanba area, northeast sichuan basin, china. Marine and Petroleum Geology 98, 116–132 (2018)

Zhu, H., Kim, Y., De Kee, D.: Non-newtonian fluids with a yield stress. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 129(3), 177–181 (2005)

ANNEXES

ANNEXE A : Écoulement d’un fluide à seuil dans un capillaire rectiligne de section circulaire

Pour un écoulement stationnaire en régime laminaire d'un fluide incompressible (figure 119), le bilan des forces s'appliquant sur la particule fluide située à la position radiale x le long du rayon du capillaire s'écrit :

$$P\pi\, x^2 \;+\; (P \;-\; \nabla P)\, \pi\, x^2 \;= \tau\, (2\, \pi\, x\, L) \qquad \text{(A.1)}$$

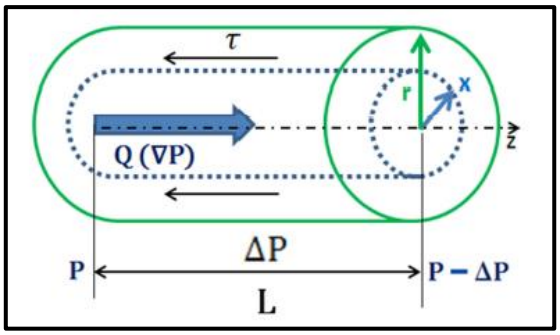


Figure 119: Bilan des forces s'exerçant sur un fluide à seuil en écoulement dans un capillaire rectiligne de section droite circulaire (Rodriguèz de Castro 2014).

où L est la longueur du pore, et ∇P la différence de pression imposée aux extrémités de ce pore, et τ la contrainte de cisaillement subie par la particule fluide située à la position radiale x. D'où l'expression de la contrainte de cisaillement en fonction de la position radiale selon :

$$\tau \;= \frac{x\,.\Delta P}{2\,L} \qquad \text{(A.2)}$$

Pour un gradient de pression donné, cette contrainte de cisaillement évolue linéairement avec la position radiale à l'intérieur du pore. Valant 0 Pa sur l'axe du pore elle atteint sa valeur maximale sur les parois (r = R) :

$$\tau \;= \frac{R\,.\nabla P}{2\,L} \qquad \text{(A.3)}$$

Considérons maintenant l'écoulement d'un fluide à seuil dont la contrainte seuil est τ_0, et supposons qu'il n'y a pas de glissement du fluide sur les parois du pore. Dans ce cas, il existe un rayon critique définit par :

$$r_0 \;= \frac{2\tau_0}{\nabla P} \qquad \text{(A.4)}$$

Pour un gradient de pression donné, ce rayon critique délimite la région centrale appelée zone bouchon de l'écoulement, au sein de laquelle le fluide s'écoule à vitesse constante. Dans le cas d'un fluide obéissant au modèle d'Herschel-Bulkley, et en utilisant la formule 40, on obtient l'équation suivante :

$$\frac{x\,.\,\Delta P}{2\,L} = \tau_0 + \;\; k\left(\frac{dV}{dx}\right)^n \qquad \text{(A.5)}$$

L'intégration de cette équation selon x conduit au profil de vitesse suivant :

$$\begin{cases} V(\nabla P, r, x) = \frac{n\,r}{n+1}\left(\frac{r.\nabla P}{2k}\right)^{\frac{1}{n}}\left[\left(1-\frac{2\tau_0}{r.\nabla P}\right)^{\frac{1+n}{n}}-\left(\frac{x}{r}-\frac{2\tau_0}{r.\nabla P}\right)^{\frac{1+n}{n}}\right] \quad si \quad x \geq r_0 \\ V(\nabla P, r, x) = \frac{n\,r}{n+1}\left(\frac{r.\nabla P}{2k}\right)^{\frac{1}{n}}\left[\left(1-\frac{2\tau_0}{r.\nabla P}\right)^{\frac{1+n}{n}}\right] \quad si \quad x \leq r_0 \\ V(\nabla P, R) = 0 \end{cases} \tag{A.6}$$

Ce profil de vitesse révèle qu'en partant de l'extrémité de la zone bouchon vers la paroi du pore, la vitesse de fluide décroît graduellement pour finalement s'annuler à la paroi, comme l'illustre la figure 21. Dans le cas d'un fluide de Bingham, le profil de vitesse théorique est obtenu en prenant $n = 1$ dans la formule suivante.

ANNEXE B : Mesures expérimentales débits/gradient de pression

Cette annexe regroupe les résultats expérimentaux d'injection de solutions de xanthane en milieux poreux qui ont été acquis au cours de travail.

Xanthane 7000 ppm, Aerolith A10

Q (ml/h)	ΔP (bar)	Q (ml/h)	ΔP (bar)
1000	1,8708	2,81177	0,5465
790,604	1,7472	2,223	0,5268
625,055	1,6364	1,75751	0,5055
494,171	1,5337	1,3895	0,4877
390,694	1,444	1,09854	0,4755
308,884	1,3633	0,868511	0,4656
244,205	1,2905	0,686649	0,457
193,07	1,225	0,542868	0,4331
152,642	1,164	0,429193	0,4131
120,679	1,1073	0,339322	0,3944
95,4095	1,0574	0,26827	0,38
75,4312	1,0039	0,212095	0,3675
59,6362	0,9575	0,167683	0,3551
47,1487	0,9128	0,132571	0,3445
37,2759	0,871	0,104811	0,3346
29,4705	0,8296	0,082864	0,3259
23,2995	0,7917	0,065512	0,3162
18,4207	0,7585	0,0511794	0,3082
14,5635	0,7256	0,040949	0,3001
11,514	0,6983	0,032374	0,2931
9,10298	0,671	0,025595	0,286
7,19686	0,6367	0,0202359	0,2798
5,68987	0,6119	0,015998	0,273
4,49843	0,5894	0,0126486	0,2673
3,55648	0,5671	0,01	0,2648

Figure 120: Données expérimentales **Q**(**∇P**) obtenues sur un échantillon de A10, avec une solution de xanthane de concentration 7000 ppm.

Xanthane 8000 ppm, Aerolith A10

Q (ml/h)	ΔP (bar)		Q (ml/h)	ΔP (bar)
1000	2,7203		2,81177	0,8142
790,604	2,5477		2,223	0,7828
625,055	2,3923		1,75751	0,7582
494,171	2,2541		1,3895	0,733
390,694	2,1278		1,09854	0,71
308,884	2,0129		0,868511	0,6976
244,205	1,9089		0,686649	0,6627
193,07	1,8149		0,542868	0,6335
152,642	1,7269		0,429193	0,6062
120,679	1,6444		0,339322	0,5857
95,4095	1,5689		0,26827	0,5667
75,4312	1,4958		0,212095	0,5502
59,6362	1,4267		0,167683	0,5338
47,1487	1,3625		0,132571	0,5188
37,2759	1,3028		0,104811	0,5054
29,4705	1,2481		0,082864	0,4927
23,2995	1,1919		0,065512	0,4805
18,4207	1,1442		0,0511794	0,4696
14,5635	1,0993		0,040949	0,4585
11,514	1,0592		0,032374	0,4482
9,10298	1,0169		0,025595	0,4393
7,19686	0,9717		0,0202359	0,4299
5,68987	0,9361		0,015998	0,4215
4,49843	0,9021		0,0126486	0,4136
3,55648	0,872		0,01	0,4119

Figure 121: Données expérimentales Q(∇P) obtenues sur un échantillon de A10, avec une solution de xanthane de concentration 8000 ppm.

Xanthane 9000 ppm, Aerolith A10

Q (ml/h)	ΔP (bar)		Q (ml/h)	ΔP (bar)
1000	2,0046		2,81177	0,6421
790,604	1,9037		2,223	0,6235
625,055	1,7882		1,75751	0,6022
494,171	1,6841		1,3895	0,5837
390,694	1,5909		1,09854	0,5676
308,884	1,508		0,868511	0,5603
244,205	1,4283		0,686649	0,5389
193,07	1,3571		0,542868	0,5163
152,642	1,2903		0,429193	0,4974
120,679	1,2286		0,339322	0,4815
95,4095	1,1696		0,26827	0,4675
75,4312	1,1148		0,212095	0,4549
59,6362	1,0656		0,167683	0,4435
47,1487	1,0186		0,132571	0,4326
37,2759	0,9746		0,104811	0,4243
29,4705	0,932		0,082864	0,4141
23,2995	0,8911		0,065512	0,4056
18,4207	0,8565		0,0511794	0,3977
14,5635	0,8232		0,040949	0,3898
11,514	0,7937		0,032374	0,383
9,10298	0,7673		0,025595	0,3769
7,19686	0,7305		0,0202359	0,3704
5,68987	0,7044		0,015998	0,3635
4,49843	0,6822		0,0126486	0,358
3,55648	0,6606		0,01	0,3517

Figure 122: Données expérimentales Q(∇P) obtenues sur un échantillon de A10, avec une solution de xanthane de concentration 9000 ppm.

Xanthane 10000 ppm, Aerolith A10

Q (ml/h)	ΔP (bar)		Q (ml/h)	ΔP (bar)
1000	2,3407		2,81177	0,7392
790,604	2,2174		2,223	0,7187
625,055	2,0812		1,75751	0,6938
494,171	1,9558		1,3895	0,6737
390,694	1,8411		1,09854	0,6566
308,884	1,7418		0,868511	0,6397
244,205	1,6478		0,686649	0,6241
193,07	1,5626		0,542868	0,6007
152,642	1,4846		0,429193	0,5793
120,679	1,4111		0,339322	0,5614
95,4095	1,3417		0,26827	0,5466
75,4312	1,2787		0,212095	0,5334
59,6362	1,2164		0,167683	0,5203
47,1487	1,1612		0,132571	0,5089
37,2759	1,1113		0,104811	0,4985
29,4705	1,0644		0,082864	0,4883
23,2995	1,0195		0,065512	0,4793
18,4207	0,9772		0,0511794	0,4698
14,5635	0,9424		0,040949	0,4615
11,514	0,9071		0,032374	0,4536
9,10298	0,8769		0,025595	0,4447
7,19686	0,8369		0,0202359	0,4378
5,68987	0,8073		0,015998	0,4306
4,49843	0,7818		0,0126486	0,4234
3,55648	0,7597		0,01	0,4167

Figure 123: Données expérimentales Q(∇P) obtenues sur un échantillon de A10, avec une solution de xanthane de concentration 10000 ppm.

Xanthane 8000 ppm, Bentheimer

Q (ml/h)	ΔP (bar)		Q (ml/h)	ΔP (bar)
1000	2,8685		2,81177	0,7644
790,604	2,629		2,223	0,7418
625,055	2,4121		1,75751	0,7132
494,171	2,2221		1,3895	0,6894
390,694	2,0585		1,09854	0,6697
308,884	1,9198		0,868511	0,6514
244,205	1,7974		0,686649	0,6353
193,07	1,6906		0,542868	0,6118
152,642	1,5964		0,429193	0,5896
120,679	1,5115		0,339322	0,5718
95,4095	1,4338		0,26827	0,5562
75,4312	1,3657		0,212095	0,5422
59,6362	1,3		0,167683	0,5297
47,1487	1,2401		0,132571	0,5184
37,2759	1,1856		0,104811	0,5077
29,4705	1,1346		0,082864	0,4983
23,2995	1,0864		0,065512	0,489
18,4207	1,043		0,0511794	0,4805
14,5635	1,0023		0,040949	0,4727
11,514	0,9623		0,032374	0,4652
9,10298	0,9276		0,025595	0,4583
7,19686	0,8828		0,0202359	0,4517
5,68987	0,8472		0,015998	0,4454
4,49843	0,817		0,0126486	0,4396
3,55648	0,7893		0,01	0,434

Figure 124: Données expérimentales Q(∇P) obtenues sur un échantillon de Bentheimer, avec une solution de xanthane de concentration 8000 ppm.

Xanthane 9000 ppm, Bentheimer

Q (ml/h)	ΔP (bar)		Q (ml/h)	ΔP (bar)
1000	1,9373		2,81177	0,5414
790,604	1,8231		2,223	0,5262
625,055	1,6743		1,75751	0,5075
494,171	1,5397		1,3895	0,493
390,694	1,4272		1,09854	0,4792
308,884	1,3325		0,868511	0,4669
244,205	1,2474		0,686649	0,456
193,07	1,1737		0,542868	0,4396
152,642	1,1083		0,429193	0,4252
120,679	1,0532		0,339322	0,4136
95,4095	1,0015		0,26827	0,4025
75,4312	0,9536		0,212095	0,3929
59,6362	0,9103		0,167683	0,3848
47,1487	0,8707		0,132571	0,3771
37,2759	0,8335		0,104811	0,3671
29,4705	0,8		0,082864	0,3635
23,2995	0,7651		0,065512	0,3572
18,4207	0,7344		0,0511794	0,3509
14,5635	0,7044		0,040949	0,3457
11,514	0,6791		0,032374	0,3405
9,10298	0,6552		0,025595	0,3357
7,19686	0,6214		0,0202359	0,3312
5,68987	0,5979		0,015998	0,3269
4,49843	0,5774		0,0126486	0,3229
3,55648	0,558		0,01	0,3184

Figure 125: Données expérimentales Q(∇P) obtenues sur un échantillon de Bentheimer, avec une solution de xanthane de concentration 9000 ppm.

Xanthane 10000 ppm, Bentheimer

Q (ml/h)	ΔP (bar)		Q (ml/h)	ΔP (bar)
1000	2,1342		2,81177	0,5982
790,604	2,0149		2,223	0,5795
625,055	1,876		1,75751	0,5575
494,171	1,7394		1,3895	0,5416
390,694	1,6178		1,09854	0,5271
308,884	1,5133		0,868511	0,5137
244,205	1,4201		0,686649	0,5016
193,07	1,3385		0,542868	0,4848
152,642	1,2655		0,429193	0,4708
120,679	1,2005		0,339322	0,46
95,4095	1,1402		0,26827	0,4508
75,4312	1,0868		0,212095	0,4431
59,6362	1,039		0,167683	0,4354
47,1487	0,9921		0,132571	0,4292
37,2759	0,9476		0,104811	0,423
29,4705	0,9062		0,082864	0,4172
23,2995	0,8655		0,065512	0,4122
18,4207	0,8268		0,0511794	0,4072
14,5635	0,7932		0,040949	0,4013
11,514	0,7616		0,032374	0,3973
9,10298	0,732		0,025595	0,3935
7,19686	0,6931		0,0202359	0,3899
5,68987	0,6636		0,015998	0,3861
4,49843	0,6389		0,0126486	0,3825
3,55648	0,617		0,01	0,3789

Figure 126: Données expérimentales Q(∇P) obtenues sur un échantillon de Bentheimer, avec une solution de xanthane de concentration 10000 ppm.

ANNEXE C: Étude d'influence de maillage pour les résultats de simulation

Cette annexe regroupe les études d'influence du maillage qui ont conduit à l'obtention des résultats présentés au chapitre III.

	Section triangulaire							
	$B_i = 0.02$	$B_i = 0.04$	$B_i = 0.2$	$B_i = 0.4$	$B_i = 0.52$	$B_i = 0.68$	$B_i = 0.8$	$B_i = 0.9$
Nombre de mailles	Débits volumiques normalisés par la quantité $q_c = a^3 \left(\frac{\tau_0}{k}\right)^{\frac{1}{n}}$							
46974	38.15	18.65	2.99	1.046	0.604	0.28	0.1398	0.0638
66686	37.98	18.57	2.97	1.039	0.601	0.276	0.1353	0.0619
90597	37.71	18.43	2.95	1.026	0.594	0.271	0.1324	0.0601
122160	37.52	18.34	2.94	1.021	0.591	0.27	0.1317	0.0597

Tableau 30 : Influence du maillage pour une section droite triangulaire.

	Section rectangulaire ($\varepsilon = 1/2$)							
	$B_i = 0.02$	$B_i = 0.04$	$B_i = 0.2$	$B_i = 0.4$	$B_i = 0.52$	$B_i = 0.68$	$B_i = 0.8$	$B_i = 0.9$
Nombre de mailles	Débits volumiques normalisés par la quantité $q_c = a^3 \left(\frac{\tau_0}{k}\right)^{\frac{1}{n}}$							
16000	44.8925	22.011	3.7063	1.4228	0.9012	0.5014	0.3156	0.2059
25000	44.8823	22.0066	3.7060	1.4230	0.9017	0.5018	0.3158	0.2063
36000	44.8783	22.0042	3.7057	1.4233	0.902	0.5023	0.3165	0.2067
49000	44.878	22.004	3.7058	1.4232	0.904	0.5023	0.3164	0.2067

Tableau 31: Influence du maillage pour une section droite rectangulaire ($\varepsilon = 1/2$).

	Section rectangulaire ($\varepsilon = 1/3$)							
	$B_i = 0.02$	$B_i = 0.04$	$B_i = 0.2$	$B_i = 0.4$	$B_i = 0.52$	$B_i = 0.68$	$B_i = 0.8$	$B_i = 0.9$
Nombre de mailles	Débits volumiques normalisés par la quantité $q_c = a^3 \left(\frac{\tau_0}{k}\right)^{\frac{1}{n}}$							
37500	77.651	38.1344	6.5295	2.5865	1.6846	0.9893	0.6617	0.4642
54000	77.646	38.1317	6.5293	2.5867	1.6851	0.9898	0.6619	0.4647
63375	77.6391	38.1304	6.5292	2.5869	1.6854	0.9902	0.6624	0.4649
73500	77.6367	38.1296	6.5292	2.587	1.6855	0.9903	0.6625	0.465

Tableau 32: Influence du maillage pour une section droite rectangulaire ($\varepsilon = 1/3$).

	Section rectangulaire ($\varepsilon = 1/4$)							
	$B_i = 0.02$	$B_i = 0.04$	$B_i = 0.2$	$B_i = 0.4$	$B_i = 0.52$	$B_i = 0.68$	$B_i = 0.8$	$B_i = 0.9$
Nombre de mailles	Débits volumiques normalisés par la quantité $q_c = a^3 \left(\frac{\tau_0}{k}\right)^{\frac{1}{n}}$							
32000	110.5179	54.4427	9.3641	3.7573	2.4744	1.4843	1.0161	0.7321
50000	110.4937	54.4381	9.3637	3.7576	2.4753	1.4854	1.0174	0.7336
60500	110.4863	54.434	9.3634	3.7587	2.4762	1.4865	1.0181	0.7341
72000	110.48	54.43	9.3632	3.7589	2.4764	1.4865	1.0183	0.7343

Tableau 33: Influence du maillage pour une section droite rectangulaire ($\varepsilon = 1/4$).

	Section rectangulaire ($\varepsilon = 1/7$)							
	$B_i = 0.02$	$B_i = 0.04$	$B_i = 0.2$	$B_i = 0.4$	$B_i = 0.52$	$B_i = 0.68$	$B_i = 0.8$	$B_i = 0.9$
Nombre de mailles	Débits volumiques normalisés par la quantité $q_c = a^3 \left(\frac{\tau_0}{k}\right)^{\frac{1}{n}}$							
42875	209.12	102.865	17.8665	7.2685	4.8449	2.9738	2.0864	1.5456
56000	209.078	102.851	17.8662	7.2706	4.8474	2.9766	2.0884	1.548
70875	209.0519	102.8339	17.8657	7.2721	4.8493	2.9789	2.0909	1.5498
87500	209.02	102.82	17.8653	7.2734	4.8508	2.98	2.0924	1.5512

Tableau 34: Influence du maillage pour une section droite rectangulaire ($\varepsilon = 1/7$).

	Section rectangulaire ($\varepsilon = 1/10$)							
	$B_i = 0.02$	$B_i = 0.04$	$B_i = 0.2$	$B_i = 0.4$	$B_i = 0.52$	$B_i = 0.68$	$B_i = 0.8$	$B_i = 0.9$
Nombre de mailles	Débits volumiques normalisés par la quantité $q_c = a^3 \left(\frac{\tau_0}{k}\right)^{\frac{1}{n}}$							
45000	307.78	151.4454	26.536	10.7742	7.2092	4.4575	3.1521	2.3559
80000	307.645	151.387	26.421	10.7819	7.2187	4.4623	3.1616	2.3647
101250	307.6004	151.3549	26.3652	10.7846	7.2219	4.4729	3.1647	2.3676
125000	307.82	151.66	26.3657	10.7869	7.2243	4.4733	3.1672	2.3697

Tableau 35: Influence du maillage pour une section droite rectangulaire ($\varepsilon = 1/10$).

ÉTUDE NUMÉRIQUE ET EXPÉRIMENTALE D'ÉCOULEMENTS DE FLUIDES A SEUIL EN MILIEU POREUX : CONTRIBUTION AU DÉVELOPPEMENT D'UNE MÉTHODE INNOVANTE DE POROSIMÉTRIE.

RESUME : Pour caractériser les échantillons poreux, la porosimétrie par injection de mercure (MIP) demeure l'une des techniques les plus utilisées, mais également la plus décriée en raison de la toxicité de ce fluide. Parmi les potentielles alternatives au MIP, la porosimétrie par injection de fluides à seuil (YSM) a l'avantage d'être non-toxique et peu coûteuse. En partant de données expérimentales débits/gradient de pression, l'inversion en YSM permet d'obtenir une distribution en tailles de pores (DTP) de l'échantillon poreux qui, jusqu'à lors, était toujours modélisé comme un faisceau de pores tous parallèles à section droite circulaire. Dans ce travail, le glissement du fluide contre les parois des pores a été pris en compte dans l'inversion à travers un mécanisme impliquant une couche de glissement. En outre, l'impact de la non-circularité des sections droites des pores sur les DTPs obtenues par YSM a été étudié. L'exploitation de nouvelles données expérimentales obtenues sur des échantillons de silicate fritté et de grès de Bentheimer montrent que ces aspects de glissement et de non-circularité des sections droites des pores influencent de façon non négligeable les DTPs obtenues, et donc ouvre de nouvelles portes pour le futur de la YSM.

Mots clés : Milieux poreux, Distribution en tailles de pores, Fluides à seuil, Technique de porosimétrie.

NUMERICAL AND EXPERIMENTAL STUDY OF YIELD STRESS FLUID FLOW IN POROUS MEDIA : CONTRIBUTION TO THE DEVELOPMENT OF AN INNOVATIVE POROSIMETRY TECHNIQUE.

ABSTRACT : In order to characterize porous samples, mercury injection porosmetry (MIP) is still one of the mostly used technique, but also probably one of the mostly critized due to the toxicity of this fluid. Among possible alternatives to MIP, yield stress fluids porosimetry (YSM) has the advantages to be non-toxic and cheap. Starting from flow-rate/pressure gradient experimental data, the inversion process in YSM allows to determine a pore-size distribution (PSD) of the studied porous sample which, up to this day, was always idealized as a bundle of parallel capillaries with circular cross-sections. In this work, the slip of the yield stress fluid against the pore walls has been taken into account in the inversion process through a mechanism involving a slipping layer. In addition, during this PhD thesis, the influence of the non-circularity of the pores cross-sections on the PSDs obtained by YSM has been investigated. New YSM experimental data acquired on both samples of sintered silicate and Bentheimer sandstones have been processed by incorporating these features of slip and non-circular pore cross sections. The results show that these features have a non-negligible influence on the obtained PSDs, and therefore open new doors for the future of YSM.

Keywords : Porous media, pore size distribution, yield stress fluids, porosimetry technique.



Arts et Métiers Sciences et Technologies

HESAM UNIVERSITÉ