



Influence des particules fines sur la stabilité d'un milieu granulaire

Xixi Huang

► To cite this version:

Xixi Huang. Influence des particules fines sur la stabilité d'un milieu granulaire. Autre. Ecole Centrale de Lyon, 2013. Français. NNT : 2013ECDL0034 . tel-00963654

HAL Id: tel-00963654

<https://theses.hal.science/tel-00963654>

Submitted on 21 Mar 2014

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

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

**Thèse de doctorat de l'Université de Lyon
délivrée par l'Ecole Centrale de Lyon**

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR

Spécialité

Matériaux

École doctorale Matériaux (Lyon)

Présentée par

Xixi HUANG

Sujet de la thèse :

Influence des particules fines sur la stabilité d'un milieu granulaire

Soutenue publiquement le 25 Octobre 2013

devant le jury composé de :

Prof. Denis MAZUYER	Président
Dr Etienne BARTHEL	Rapporteur
Prof. Jérôme CRASSOUS	Rapporteur
Dr Jean-Christophe GEMINARD	Examineur
Dr. Frédéric RESTAGNO	Examineur
Dr Louis VOVELLE	Examineur
Dr Sandrine BEC	Directrice de thèse
Prof. Jean COLOMBANI	Directeur de thèse

序

假设人类所有的知识，就是一个圆。圆的内部代表已知，圆的外部代表未知。

读完小学，你有了一些最基本的知识。

读完中学，你的知识又多了一点。

读完本科，你不仅有了更多的知识，而且还有了一个专业方向。

读完硕士，你在专业上又前进了一大步。

进入博士生阶段，你大量阅读文献，接触到本专业的最前沿。

你选择边界上的一个点，也就是一个非常专门的问题，作为自己的主攻方向。

你在这个点上苦苦思索，也许需要好几年。

终于有一天，你突破了这个点。

你把人类的知识向前推进了一步，这时你就成为博士了。

现在你就是最前沿，其他人都在你身后。

但是，不要陶醉在这个点上，不要把整张图的样子忘了。

——谨以此纪念我的博士生涯

Remerciements

Ce travail a été réalisé avec une collaboration entre deux laboratoires qui fait partie du projet RAMBAM financé par l'Institut Carnot Ingénierie at Lyon (I@L) que je remercie. Je remercie Denis MAZUYER de m'avoir accueillie au laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes de l'Ecole Centrale de Lyon. Je remercie aussi Marie-France JOUBERT de m'avoir accueillie au sein de Institut Lumière et Matière de l'Université Claude Bernard.

Au terme d'un travail enrichissant, je tiens à remercier mes directeurs de thèse : Jean COLOMBANI et Sandrine BEC, à l'initiative de ce projet innovant et ambitieux, pour m'avoir proposé d'en prendre la charge, m'avoir laissé une autonomie complète, m'avoir fait confiance et m'avoir aidée tout au long de cette thèse. Leur conseils intéressants et leur constant attachement à la compréhension des résultats expérimentaux m'a permis de réussir ce travail.

Je suis reconnaissant à Denis MAZUYER de m'avoir fait l'honneur de présider le jury de cette thèse. Je remercie Etienne BARTHEL ainsi que Jérôme CRASSOUS, rapporteurs de cette thèse, pour avoir accepté de consacrer une partie de leur temps à l'analyse de mon travail. Je remercie également à Jean-Christophe GEMINARD, Frédéric RESTAGNO et Louis VOVELLE d'avoir participé à mon jury et pour leurs nombreux conseils précieux.

Merci à Franck DAHLEM de m'avoir aidé pour les expériences de Microscopie à Force Atomique et Pascal VINCENT pour les observations au Microscope Électronique à Balayage. Merci à Catherine BARENTIN de m'avoir permis d'utiliser le rhéomètre qui est sensé servir pour les "fluides". Un grand merci à l'ensemble de techniciens au sein de ILM d'avoir m'aidée pour le montage expérimental, Frank LEGRAND qui a dessiné les plans de montage, Gilles SIMON qui m'a beaucoup aidée pour les "bricolages" instrumentaux. François GAY et Jean-Michel COMBES pour le pilotage d'instruments. Également merci à Matthieu GUIBERT pour le montage et le pilotage du moteur.

Je remercie l'ensemble du personnel de l'équipe Liquide et Interface de ILM pour l'ambiance conviviale et sympathique dans laquelle j'ai passé trois ans formidables. Je tiens à remercier l'ensemble des doctorants de l'équipe Liquide et Interface qui font régner dans le laboratoire une ambiance à la fois studieuse et conviviale, plus particulièrement : Ludivine, Baudouin, Catherine, Simon, Antoine, Menka, Pauline, Issac, Félix, pour tous vos soutiens et les soirées chaleureuses.

Je remercie aussi chaque membre du LTDS même si je n'ai pas passé beaucoup de temps au laboratoire, pour une excellente ambiance qui m'a accueillie chaque fois. Merci aux thésards du laboratoire : Jiao, Sophie, Eloi et tous les autres...

Je souhaite aussi remercier toute ma famille pour m'avoir constamment soutenue tout au

long de ces années. J’embrasse mes parents et mon frère qui sont venus plusieurs fois en France pour m’encourager et qui sont toujours là tant que j’ai besoin.

Enfin, je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance en particulier à mon copain Liping pour m’avoir encouragée dans les moments difficiles, les nombreux aller-retours de Tours à Lyon, et pour avoir supporté de longues périodes de solitude pendant la période de ma thèse.

Table des matières

Introduction	7
I. État des connaissances	17
I.1 Écoulement dense	18
I.1.1 Mode d'écoulement	18
I.1.2 Tambour tournant	18
I.1.2.1 Régimes du mouvement	19
I.1.2.2 Transitions de régimes	21
I.2 Ségrégation	24
I.2.1 Mécanismes de ségrégation	25
I.2.2 Ségrégation sous l'effet des vibrations	26
I.2.3 Ségrégation sur plan incliné	26
I.2.4 Ségrégation dans une cellule rectangulaire 2D- Cellule de "Hele-Shaw"	27
I.2.5 Ségrégation dans un tambour tournant	28
I.2.5.1 Tambour tournant 2D - ségrégation radiale	28
I.2.5.2 Tambour tournant 3D - Ségrégation axiale & radiale	30
I.3 Forces d'interaction au sein d'un milieu granulaire	31
I.3.1 Forces Van der Waals	32
I.3.2 Force électrostatique	33
I.3.3 Capillarité	34
I.3.4 Force d'adhésion	39
I.3.5 Pont solide	39
I.4 Stabilité d'un tas granulaire	40
I.4.1 Approche de Mohr-Coulomb	40
I.4.2 Exemple d'un tas granulaire mouillé	41
I.4.3 Vieillessement	44

II. Dispositif expérimental et méthode de mesure	47
II.1 Choix d'une configuration tambour tournant 3D	47
II.2 Montage expérimental	47
II.2.1 Tambour tournant	49
II.2.2 Matériaux	51
II.2.3 Protocole expérimental	53
II.3 Méthode d'analyse	55
II.3.1 Capture et analyse d'image	55
II.3.2 Mise en place de la source de lumière	55
II.3.3 Choix de la zone de mesure	56
II.3.4 Taux de remplissage	57
II.4 Contrôle de l'humidité relative	57
 III. Résultats	 61
III.1 Expériences sans fine	61
III.1.1 Avalanche	62
III.1.2 Écoulement continu	63
III.1.3 Transition avalanche/écoulement continu	64
III.2 Expériences avec introduction de particules fines	67
III.2.1 Diagramme de stabilité	68
III.2.2 Régime d'avalanche et écoulement continu	70
III.2.3 Régime de stick-slip et régime de roulement	72
III.3 Effet de l'humidité relative	75
III.3.1 Influence de l'humidité relative sur la transition de régime	77
III.3.2 Influence de l'humidité relative sur le coefficient de friction	77
III.4 Expériences avec plan d'obstacle et essais de rhéométrie	78
III.4.1 Introduction d'un plan d'obstacle	79
III.4.2 Essai rhéologique	81
III.4.2.1 Cisaillement dans un milieu granulaire	82
III.4.2.2 Expériences de cisaillement avec le rhéométrie	83
III.4.2.3 Difficultés de mesure plan-plan sur un tas granulaire	85
III.5 Conclusion	86
 IV. Discussion	 87
IV.1 Répartition des particules fines	88
IV.2 Régime d'avalanche	91
IV.2.1 Rôle de particules fines	91
IV.2.2 Transition avalanche/stick-slip	94
IV.3 Régime de stick-slip	95
IV.3.1 Effet des fines et de l'humidité relative	95

IV.3.2	Modèle Mohr-Coulomb à l'interface tas-tambour	96
IV.4	Intérêt pour le broyage	98
IV.5	Conclusion	100
 Conclusion et perspectives		101
 Bibliographie		105

Introduction

Depuis le début de l'agriculture (8000 avant JC), l'homme a commencé des activités de réduction de taille de particules. Les poudres sont utilisées par l'homme comme une des formes principales de la valorisation industrielle des minéraux. L'application de ces poudres est très variée, on peut constater deux grands domaines principaux : les matériaux de construction (ciments, chaux, plâtres, bétons, etc.) et l'utilisation comme charge (peintures, pigments, cosmétique, produits pharmaceutiques, etc.).

Phénomène de ré-agglomération lors du broyage

Historique du broyage

Les premiers humains ont pilonné des grains et des noix avec des pierres pour libérer les parties intérieures comestibles des coquilles de protection rigide. C'est la première conscience du broyage. L'existence de l'ensemble du mortier et du pilon en fait le premier outil de la procédure du broyage. Et il est encore largement utilisé dans les laboratoires de chimie ou même en pharmacie. Au niveau de la gastronomie, ce type de moulin est encore utilisé dans beaucoup de pays traditionnels (Chine, Inde, etc) pour des préparations culinaires domestiques plus délicates. La première activité du broyage visant à des particules très fines est le broyage de pigments. Il y a plus de 40 000 ans, les aborigènes australiens extraient des ocres de haute qualité à partir de dépôts d'oxyde de fer et les broyaient en poudre avec des pierres pour une utilisation cosmétique, et de décoration (peintures rupestres). Comme la population du monde ne cesse d'augmenter, la demande de conversion de matières premières en produits tels que les médicaments, les minéraux et pigments devient de plus en plus importante. En même temps, la demande de la finesse de particules entraînent l'amélioration de la machine du broyage (Figure .1). Selon Fischer (1944), "Avec des progrès, la machine la plus ancienne du monde (le moulin) a servi les hommes dans tous les pays depuis plus de 100 siècles".

Tout au long de l'histoire de la réduction de taille, les innovations ont été tirées principalement par les progrès technologiques liés à l'énergie et aux nouveaux matériaux pour rendre le processus plus efficace et libérer l'homme. Donc les ressources renouvelables comme l'énergie hydraulique et éolienne ont été introduites dans la conception de moulins plus puissants. Le point de repère dans le développement du broyage est l'utilisation de l'énergie thermique de la vapeur d'eau. Après la révolution industrielle, d'énormes machines de broyage sont inventées et

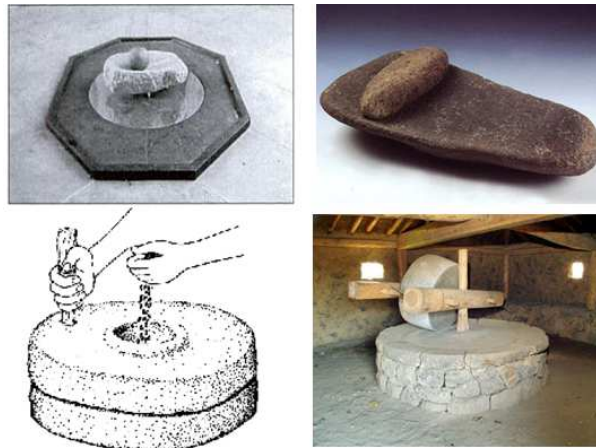


Fig. .1: Evolution des moulins.

s'améliorent rapidement. Au début du 20^{ème} siècle, la découverte de nouvelles sources d'énergie, l'électricité et le pétrole, fait que l'industrie des matériaux progresse avec une intensité incroyable.

Depuis, l'obtention des poudres est réalisée par la technique du broyage dans l'industrie moderne. La demande en machines de broyage avec une productivité et une efficacité énergétique plus grande augmente. Principalement, ces industries produisent de la farine, des matériaux de construction et des agrégats, des minéraux métalliques et non métalliques, du ciment Portland et des produits chimiques et des poudres fines. Le processus de fabrication du ciment Portland, les processus d'obtention du cyanure et la flottation des minéraux, ainsi que le processus de la réduction progressive pour les céréales, qui demandent tous de hautes efficacités et capacités de broyage ont été développés vers le début du 20^{ème} siècle grâce au développement du moteur électrique, la Figure .2 présente la croissance de la capacité de production due au développement énergétique depuis des siècles [1].

Le broyage n'est pas seulement la technologie la plus ancienne mais aussi la plus répandue. Il est utilisé dans tous les pays et dans tous les secteurs qui impliquent des particules solides. Voici quelques-unes des applications les plus importantes de cette technologie :

- Briser les grains de blé pour séparer l'endosperme et le son du blé et puis broyer l'endosperme pour produire la farine.
- Broyer de nombreuses denrées alimentaires, y compris les épices, confiserie, et les aliments pour les animaux.
- Casser la roche en blocs et en cailloux.
- Pulvériser le charbon combustible dans les centrales.
- Broyer du calcaire et du clinker pour fabriquer du ciment.
- Broyer des minéraux industriels pour l'utilisation comme pigments et fabriquer des engrais, du verre, des produits chimiques, des médicaments pharmaceutiques, etc.

Peter Ritter von Rittinger était un minéralogiste réputé dont les inventions et les descriptions mathématiques des opérations unitaires des procédés minéraux, ont conduit aux technologies modernes. Il a été le premier à fournir une base mathématique solide pour la physique de la séparation des particules en voie humide et les procédés de séparation par gravité, et le premier à discuter de la relation quantitative entre l'énergie consommée et la réduction de la taille atteinte

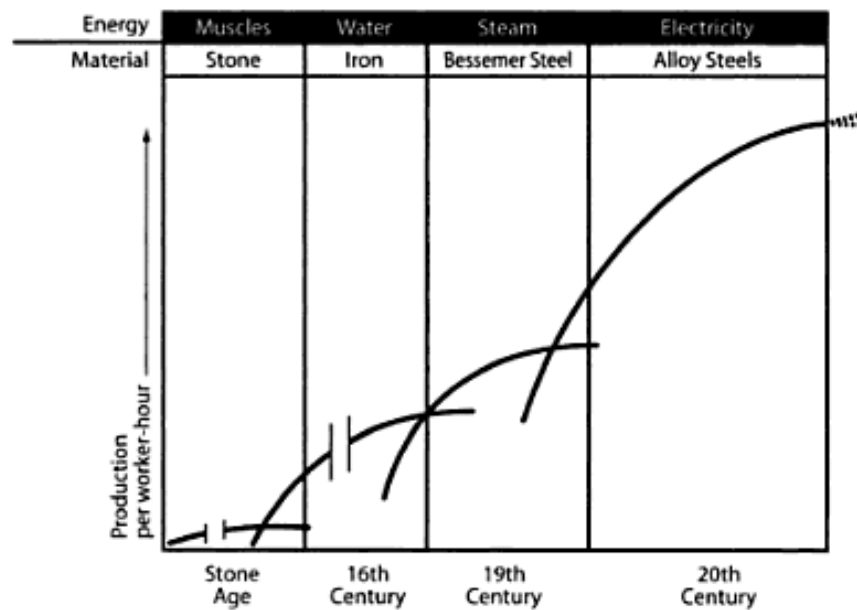


Fig. .2: Évolution de la capacité de production du broyage [1].

dans le concassage et le broyage. Il a inventé le Spitzkasten qui a permis la classification de fines particules par gravité.

Dans son livre sur les procédures des minéraux (Lehrbuch der Aufbereitungskunde, von Rittinger 1867), il a expliqué les principes impliqués dans le processus de broyage à l'aide d'équations mathématiques. Il a décrit la relation entre la réduction taille des particules et la consommation énergétique de la façon suivante : "le travail accompli dans l'écrasement est proportionnel à l'aire de la nouvelle surface créée", l'hypothèse attribuée à von Rittinger est définie par l'équation .1, où E est l'énergie, k est une constante, et χ_1 et χ_2 sont la taille du produit initial et après broyage.

$$E = k \left[\frac{1}{\chi_2} - \frac{1}{\chi_1} \right] \quad (.1)$$

Procédé de broyage industriel

Les industries de broyage des matériaux utilisent principalement deux types de broyage : le broyage en voie humide et le broyage en voie sèche. Le broyage en voie humide utilise une suspension (par exemple, de l'eau) pour obtenir une granulométrie plus fine. Cette méthode est souvent plus rentable au niveau énergétique par rapport au broyage en voie sèche. Malgré ces avantages, le broyage en voie humide est limité dans plusieurs domaines puisque le produit final de ce type de broyage est une suspension. Cela peut être inconvenient et cause des étapes supplémentaires (transport de grandes quantités d'eau, séchage du produit, etc). En revanche, le broyage en voie sèche est développé dans des domaines divers bien que le rendement de celui-ci soit plus faible. Le procédé du broyage en voie sèche est constitué de trois étapes principales : concassage du matériau dans l'enceinte du broyage ; sélection des particules par taille ; acquisition de particules de taille désirée et recyclage de particules non qualifiées, schématisées sur la

Figure .3.

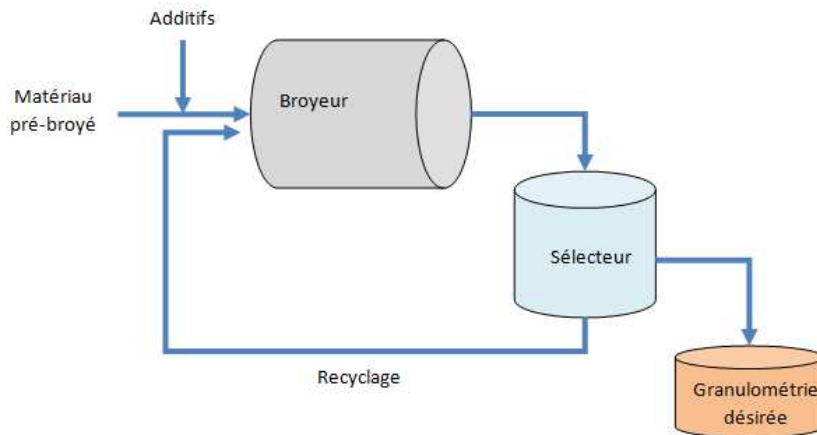


Fig. .3: Procédure de broyage en voie sèche.

Dans le cas du broyage à boulet, dans l'enceinte de broyage, en interagissant par des collisions avec des boulets de broyage ou avec la paroi du broyeur, les particules subissent plusieurs modes de sollicitation : la percussion, l'impact, la pression ou écrasement et le frottement, montrés sur la Figure .4.

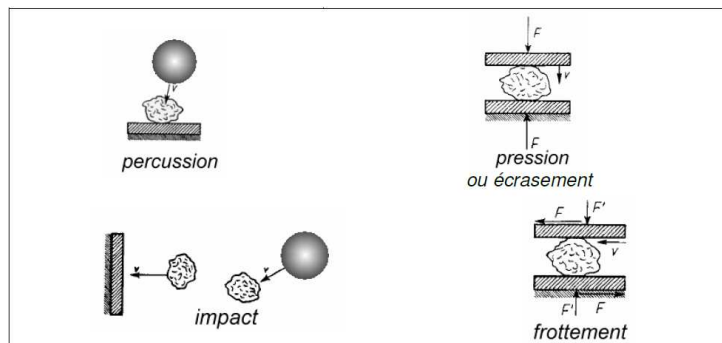


Fig. .4: Sollicitations subies par les particules lors du broyage [2].

Ce procédé de broyage, qui est utilisé depuis plus d'un siècle, n'est toujours pas totalement optimisé. L'efficacité énergétique du broyage est entre 1 et 5% [3]. Du fait de la croissance énorme de l'énergie consommée avec l'augmentation de la finesse des particules, l'optimisation du bilan énergétique reste toujours un enjeu important. Aussi de nombreuses études sont réalisées pour chercher à augmenter l'efficacité énergétique dans le procédé de broyage en voie sèche. Réduire la consommation d'énergie et accroître l'efficacité dans la technologie de broyage des matériaux tels que les minéraux, ciment, pigments, produits chimiques et alimentaires ont longtemps été considérées comme des domaines majeurs du développement, en particulier pour la fabrication des particules de taille micronique. La figure .5 montre l'énergie spécifique nécessaire pour différentes demandes de taille de produit. Seulement 1kWH/t nécessite pour fabriquer des particules de taille de $104 \mu\text{m}$, néanmoins plus de 200 kWh/t sont

consommés pour obtenir des particules de $1\ \mu\text{m}$. Cette forte augmentation est due à de nombreux facteurs [4]. D'après EL-Shall, l'énergie réelle nécessaire pour la fracturation (la création des nouvelles surfaces) est seulement une petite fraction (moins de 1%) de l'énergie totale apportée dans le broyeur. Une grande proportion d'énergie (plus de 75%) est dissipée en chaleur, probablement due au frottement, collisions non productives, etc [5]. D'autres phénomènes dissipatifs tels que des réactions chimiques, des déformations élastiques et plastiques contribuent aussi à cette perte énergétique.

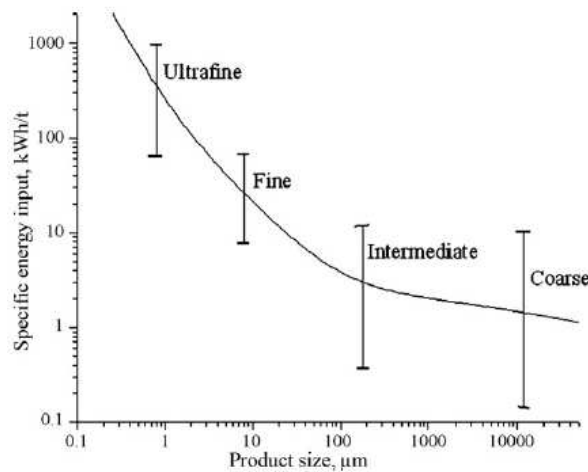


Fig. .5: Coût énergétique en fonction de la taille finale lors du broyage [4].

Étant un procédé en boucle avec plusieurs étapes (fragmentation, sélection, recyclage), l'évaluation des paramètres influents est rendue assez difficile puisque les phénomènes sont regroupés. En général, les caractéristiques principales d'un procédé de broyage sont : 1) le type de broyeur (à boulets, à marteaux, voie sèche, voie humide ...) ; 2) le milieu de broyage (température, humidité) ; 3) les propriétés des matières (taille, dureté, porosité) ; 4) les agents de mouture (additifs du broyage). Tous ces paramètres doivent être optimisés pour améliorer le rendement énergétique du procédé de broyage. Dans cette thèse, nous nous sommes focalisées sur un phénomène non désirable dans l'étape de recyclage : la ré-agglomération des particules broyées. Dans l'étape de broyage, les particules sont concassées lors de collisions entre particules et particules/corps broyant, des particules très fines souvent sous forme de poussière de quelques microns ou moins apparaissent. Ces particules très fines qui ont déjà atteint la seuil de taille demandé, se regroupent ensemble sous forme d'une grosse particule, et sont donc renvoyées dans l'enceinte du broyage pour être ré-fragmentées. Ce phénomène de ré-agglomération est un des phénomènes à éliminer ou à minimiser dans la procédure du broyage.

Phénomène de ré-agglomération

Lorsque la taille des particules devient faible (typiquement inférieure à quelques dizaines de microns), les particules deviennent particulièrement sensibles aux différentes forces d'attraction inter-particulaires, en même temps les forces macroscopiques comme la gravitation deviennent négligeables. L'expérience faite par Opocky *et al.* montre qu'après avoir atteint un certain degré de dispersion, la réduction de taille des particules a tendance à ralentir, et qu'au contraire, une

croissance de la taille des particules ou un grossissement apparent du matériau a lieu, ce qui indique une ré-agglomération des particules. L'évolution du degré de dispersion en fonction du temps de broyage est montrée sur la Figure .6.

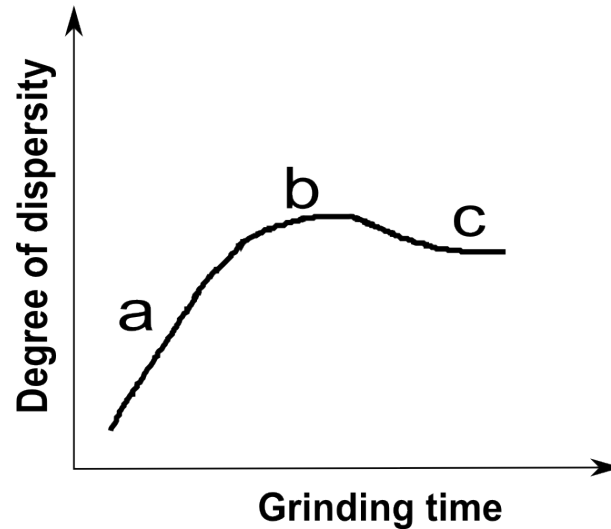


Fig. .6: Évolution de degré de dispersion en fonction du temps du broyage [6].

Au départ du processus, la fracturation est relativement efficace du fait que les particules sont grosses. L'énergie consommée est proportionnelle à la croissance de nouvelles surfaces dans cette étape (étape "a" dans la figure .6 : Rittinger's stage). Avec l'évolution du temps de broyage, la quantité des particules de petite taille augmente, ce qui rend plus difficile la fragmentation. En même temps, l'adhésion entre les particules et la paroi du broyeur, ou particule-particule, commence à avoir un effet significatif, cette étape "b" s'appelle l'agrégation. Après avoir atteint un certain critère de finesse, le degré de dispersion atteint une vitesse d'augmentation minimum (étape "c"), ou même diminue. Les matériaux ont une adhérence très forte et irréversible qu'on l'appelle agglomération [6]. La Figure .7 montre une forte adhérence des "poussières" de silice sur une grosse particule de silice (observation faite en microscopie électronique à balayage).

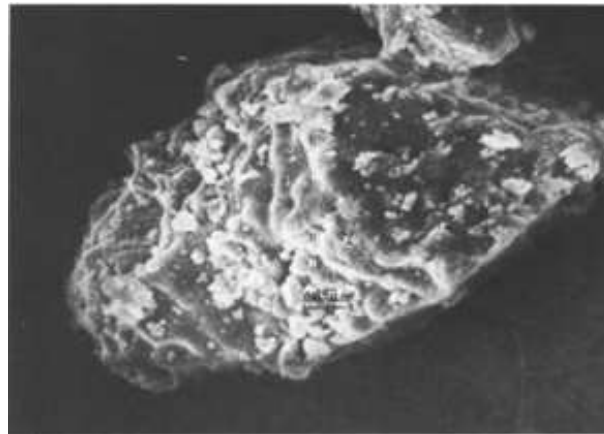


Fig. .7: Image MEB d'une particule de silice couverte de particules fines issues du broyage [6].

Ce phénomène de ré-agglomération des particules conduit à une perte d'efficacité dans le procédé du broyage que les industries cherchent depuis des années à améliorer. Ainsi, les mécanismes d'agglomération ou de croissance d'agglomérat ont fait l'objet de recherches récentes. Étant donnée la difficulté d'étudier *in situ* comment les particules fines créées lors du concassage s'agglomèrent, nous nous sommes intéressés à la conséquence principale de cette attraction inter-particules : le changement de stabilité du tas granulaire. En effet, l'évolution de la cohésion entre grosses particules du fait de la présence des fines a une incidence sur l'équilibre mécanique de l'ensemble des particules. Dans la suite de cette introduction, nous allons nous focaliser sur les enjeux et les motivations de l'étude réalisée durant cette thèse.

Problématique de thèse

L'intérêt pour le phénomène de ré-agglomération nous a conduit à étudier la stabilité d'un milieu granulaire. Il faut noter que les milieux granulaires présentent une variété de comportements et de propriétés divers, et que la physique de ceux-ci reste encore mal comprise. La compréhension des milieux granulaires, et en particulier de leurs propriétés d'écoulement, est d'autant plus importante qu'ils interviennent dans de nombreux domaines. De nombreuses études sur la stabilité des tas granulaires sont réalisées avec différentes conditions expérimentales : humide/sec, diverses géométries d'expérience, mono/poly-disperses, etc. Il y a un point rarement étudié qui est le fait que même dans les expériences granulaires mono-disperses, le tas n'est jamais tout à fait mono-disperse à cause de la présence d'une petite fraction des particules très fines pendant l'expérience, issues par exemple de l'usure naturelle des grains lors du transport. Est-ce que ces particules fines ont un effet sur la stabilité ou l'écoulement du tas qui peut être vraiment négligé ? Pour apporter des réponses à cette question, nous avons réalisé une étude sur l'influence des particules fines sur les propriétés physiques d'un tas granulaire.

Le fait de concentrer notre étude sur l'étude de la stabilité mécanique de l'ensemble des grains présente 3 avantages :

- la facilité des expériences permet de reproduire celle-ci de nombreuses fois dans des conditions expérimentales variées.
- la loi cohésion microscopique-stabilité macroscopique a déjà été étudiée par d'autres groupes de recherche (vieillessement granulaire, ajout de liquide, ...) et on pourra donc s'appuyer à la base sur la littérature de ce sujet.
- enfin la connaissance des conditions de stabilité d'un milieu granulaire réaliste (contenant des poussières) a un grand intérêt en soi. De nombreuses industries qui stockent des milieux granulaires (ciment, plâtre, céréales, pigment...) pourront bénéficier de ces connaissances.

Nous avons choisi un matériau granulaire modèle : des billes de verre. Les billes de verre sont un matériau couramment utilisé dans les recherches expérimentales sur les milieux granulaires. Pourquoi choisir les billes de verre sphériques comme matériau expérimental ? D'abord, les billes de verre sont faciles à trouver, et comme elles sont utilisées dans divers domaines d'application (polissage, broyage, peinture...), les tailles de billes de verre disponibles vont de $1\ \mu\text{m}$ jusqu'à quelques centimètres, donc le choix de taille est plus large par rapport à d'autres matériaux. Étant issues d'une procédure bien développée, la distribution de taille et la sphéricité des particules sont satisfaisantes pour les études expérimentales assez délicates. Le deuxième

point d'intérêt des billes de verre est lié aux propriétés physico-chimiques du verre. Le verre est un matériau amorphe qui est plus dur que la plupart des matériaux. Ce caractère nous permet de minimiser le problème d'usure des particules durant les expériences. Pour finir, le verre est un matériau largement étudié, la connaissance de ses caractéristiques peut nous amener à une meilleure compréhension physique des phénomènes à étudier.

Comme le but final de la thèse est de comprendre le rôle des particules fines sur la ré-agglomération dans le procédé de broyage, les particules fines sont de la même matière que les grosses particules, donc des billes de verres très fines sont donc utilisées pour représenter les particules fines lors du broyage.

La stabilité d'un tas granulaire dépend non seulement des propriétés surfaciques des particules mais aussi de la façon dont les particules se tiennent ensemble - la force de cohésion à l'échelle microscopique. Pour un tas granulaire "sec", la force de cohésion est influencée de manière importante par l'humidité relative ambiante. Dans ce travail, l'humidité relative est prise en compte pour toutes les expériences en la considérant comme un paramètre influent.

L'étude de la stabilité d'un milieu granulaire peut être réalisée avec des dispositifs simples mais permet néanmoins d'avoir accès à la compréhension des mécanismes essentiels qui régissent le comportement du milieu granulaire. La stabilité d'un empilement granulaire se caractérise souvent par deux angles de stabilité θ_m et θ_r sur lesquels nous reviendrons détaillé dans le corps du mémoire. En recherche fondamentale, la plupart des études sont réalisées avec un système de plan incliné ou de tambour tournant. La dispositif utilisé dans cette thèse est le tambour tournant qui nous permet d'effectuer un écoulement granulaire intermittent ou continu. En tambour tournant, les mélanges de particules bidisperses ou polydisperses se trouvent souvent confrontée à des phénomènes de ségrégation (radiale ou axiale). Cependant, ces études expérimentales sont généralement effectuées avec un ratio de diamètre de particules petit ou des fractions volumiques de particules assez proches. Que se passe-t-il si on travaille dans des conditions plus extrêmes ? Est-ce que le phénomène de ségrégation est universel pour un milieu granulaire polydisperse en tambour tournant ? Pour tenter de répondre à ces questions, nous avons réalisé des expériences en variant le pourcentage des particules très fines dans un milieu granulaire dans différentes conditions d'humidité relative en tambour tournant.

Organisation du mémoire

Cette thèse est constituée de 4 chapitres.

Tout d'abord, une étude bibliographique est faite sur les écoulements des milieux granulaires pour acquérir des informations fondamentales sur ce sujet. Dans un premier temps, nous allons donner une brève revue du comportement avec différents dispositifs expérimentaux, de la stabilité du tas et du phénomène de ségrégation. Ensuite, nous allons nous intéresser à dans l'échelle microscopique de la force de cohésion en présence de la capillarité au contact entre particules afin de comprendre le rôle de l'humidité relative dans un milieu granulaire.

Nous présentons la procédure expérimentale et les différents outils d'analyse mises en ?uvre dans ce travail dans le chapitre 2. En fonction des différentes vitesses de rotation du tambour et de la variation de la concentration des particules fines, nous avons effectué des expériences dans plusieurs régimes d'écoulement granulaire caractérisés par des mesures de l'angle maximum de stabilité θ_m et de l'angle minimum de repos θ_r .

Dans le chapitre 3, les résultats sont présentés. Nous nous intéressons d'abord à l'étude d'un tas granulaire contenant une seule gamme de billes de verre. Les mesures d'angles caractéristiques d'écoulement du milieu granulaire dans le régime d'écoulement intermittent et le régime d'écoulement continu sont présentées et analysées en fonction de différents paramètres (vitesse de rotation, humidité relative). Ensuite, les résultats d'expériences en présence des particules fines sont abordés. L'influence des particules fines sur le comportement du milieu granulaire et aussi sur les angles de stabilité du tas est présentée. Enfin, quelques expériences complémentaires sont réalisées et exploitées pour obtenir des informations sur l'effet des particules fines sur la rhéologie du milieu.

A la fin, nous discuterons l'effet de l'humidité et l'effet de particules très fines sur la stabilité du milieu granulaire ainsi que la cohésion entre les particules dans le chapitre 4, qui nous permettra d'interpréter les différents résultats présentés dans le chapitre précédent.

État des connaissances

Un milieu granulaire est constitué d'un ensemble de particules discrètes. Il présente des propriétés différentes des trois phases standards (gaz, liquide, solide). Les particules sont caractérisées par leur taille, forme, rugosité, densité... Toutes ces propriétés physicochimiques influencent fortement l'arrangement des particules, ce qui change le comportement dynamique et statique du milieu granulaire. Quand la structure interne du tas granulaire est modifiée, le milieu peut se comporter à la fois comme un liquide avec des particules qui s'écoulent et à la fois comme un solide. Dans le cas où il y a très peu de grains (milieu très dispersé), la possibilité de contact entre particules est si faible que le milieu se comporte comme un gaz. La phase interstitielle dans le milieu granulaire (gaz ou liquide) joue un rôle très important sur son comportement. Cela peut favoriser l'écoulement des particules qui s'écoulent comme un fluide dans un tuyau, ou créer un ensemble solide comme un château de sable à la plage (Figure I.1).



Fig. I.1: Un château de sable à la plage.

Ce premier chapitre bibliographique présente des informations générales sur les matériaux granulaires et la dynamique d'écoulement pour différentes géométries qui permettent d'avoir une connaissance globale sur l'étude de l'écoulement du milieu granulaire polydisperse dans un tambour tournant.

I.1 Écoulement dense

I.1.1 Mode d'écoulement

Du fait de la complexité du milieu granulaire, l'écoulement des particules est étudié dans différentes configurations géométriques. Généralement, deux familles d'écoulement sont étudiées : l'écoulement confiné et l'écoulement à surface libre. L'écoulement confiné peut se faire avec 3 géométries de cisaillement : plan (Figure I.2(a)) où un cisaillement est appliqué dû au mouvement d'une paroi, le cisaillement annulaire (Fig. I.2(b)) dans lequel le matériau confiné entre deux cylindres est cisailé par la rotation du cylindre intérieur et l'écoulement vertical (Figure I.2(c)), dans lequel le matériau s'écoule par gravité entre les deux parois verticales. Les écoulements à surface libre sont le flux de matériau granulaire sur un plan incliné (Figure I.2(d)), l'écoulement sur fond meuble (Figure I.2(e)) et l'écoulement dans un tambour tournant (Figure I.2(f)). Dans ces trois derniers cas, la force motrice est la gravité.

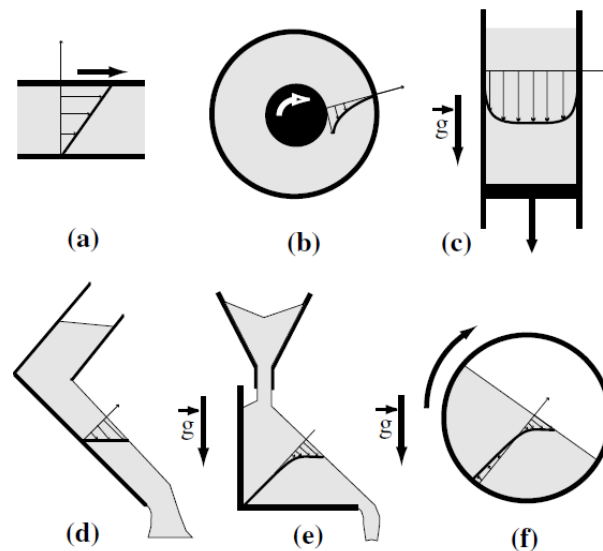


Fig. I.2: Six géométries d'écoulement d'un milieu granulaire : (a) le cisaillement plan, (b) le cisaillement annulaire, (c) la conduite verticale, (d) le plan incliné, (e) le socle meuble, (f) le tambour tournant [7].

Dans la suite nous nous intéressons principalement aux écoulements à surface libre, plus particulièrement dans la configuration du tambour tournant.

I.1.2 Tambour tournant

Dans l'industrie du broyage des matériaux, des tambours rotatifs horizontaux ou inclinés de quelques degrés par rapport à l'axe horizontal [8] sont couramment utilisés pour le traitement des matériaux granulaires dans de nombreux domaines, tels que les industries des minéraux (céramique, ciment), la métallurgie, la chimie, la pharmacie, l'agro-alimentaire ou encore le traitement des déchets industriels. Ces types de dispositifs jouent un rôle important dans les procédés

car ils sont utilisés pour de multiples fonctions : mélange de particules, séchage, échauffement, réactions chimiques...

Il est difficile d'étudier directement les dispositifs réels à cause de la complexité du montage et de la variété de paramètres. La recherche scientifique dans le domaine des milieux granulaires utilise donc des dispositifs plus simples (voir I.1.1). Parmi eux, le plan incliné et le tambour tournant sont les deux dispositifs les plus largement étudiés.

Dans le cas du plan incliné, l'alimentation en matériau granulaire est assurée par un réservoir et l'écoulement se développe sur une épaisseur h le long du plan. Souvent deux paramètres sont contrôlés et varient dans des expériences de plan incliné : l'angle d'inclinaison θ et le débit Q du matériau granulaire dans le réservoir (voir Figure I.3).

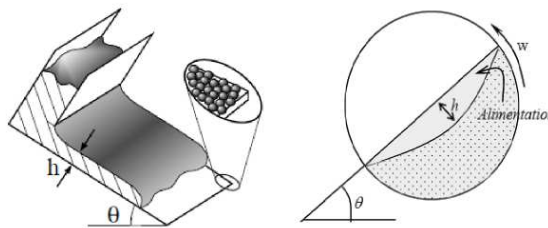


Fig. I.3: Gauche : configuration d'écoulement sur un plan incliné [9] ; droite : configuration d'écoulement dans un tambour tournant [10].

Dans un tambour tournant de laboratoire (Figure I.3), grâce à la géométrie, le matériel est auto-alimenté par la rotation du tambour. Le taux de remplissage, la longueur du cylindre et la vitesse de rotation sont les trois paramètres principaux. Dans cette thèse, nous avons choisi de travailler avec un montage de tambour tournant à l'axe horizontal pour simuler le comportement des grains dans un broyeur à boulets.

I.1.2.1 Régimes du mouvement

Dans un tambour tournant, le matériau granulaire forme un lit au bas du tambour. Le mouvement du lit de particules s'effectue dans le plan transversal (perpendiculaire à l'axe du tambour). Ce comportement dépend des conditions de fonctionnement (vitesse de rotation et degré de remplissage) et du frottement des particules entre elles et avec la surface de la paroi du tambour [11]. La figure I.4 illustre les différents régimes possibles pour le mouvement du matériau granulaire lorsque le tambour est en rotation.

Ces différents régimes sont décrits ci-après :

Régime de glissement L'état de glissement, appelé aussi "stick-slip", se produit souvent à très faible vitesse de rotation et faible taux de remplissage. Le tas reste en bloc et glisse sur la paroi du tambour. Ce comportement se produit avec une friction faible entre les particules et la paroi. Le lit glisse alternativement vers le haut et le bas de la paroi du cylindre tournant, avec un mouvement relatif très faible entre les particules. En conséquence, en régime de glissement, le mélange radial du tas est relativement faible. Dans la suite de ce mémoire, nous utilisons "stick-slip" pour décrire ce régime.

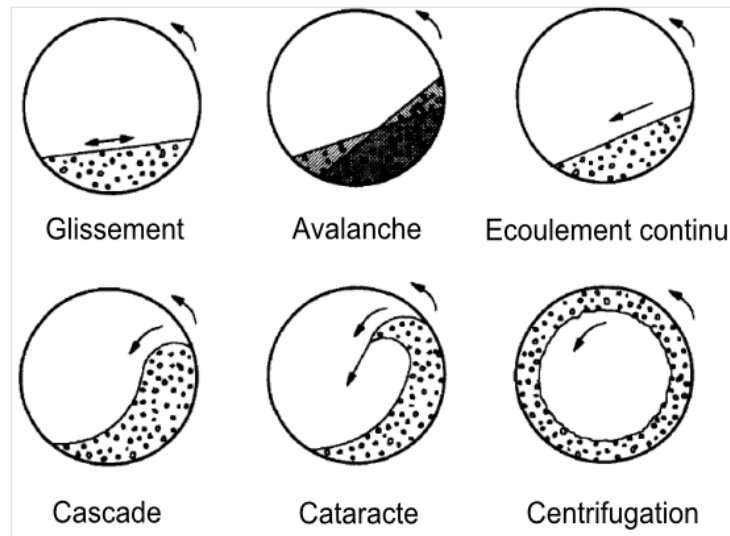


Fig. I.4: Régimes du mouvement d'un tas granulaire dans un tambour tournant, d'après [12].

Régime d'avalanche ou écoulement intermittent Contrairement à la surface libre d'un liquide, la surface libre d'un empilement granulaire n'est pas nécessairement horizontale. Le régime d'avalanche ("slumping" en anglais) se produit aussi à très faible vitesse de rotation. La rotation lente du tambour entraîne une augmentation progressive de l'angle que fait la surface libre avec l'horizontale. Le tas tourne en bloc tel un solide jusqu'à un angle critique donné qui dépend des propriétés du milieu, puis la surface libre se déstabilise et une avalanche se produit, quelques (~ 10) couches de grains à la surface s'écoulent et ramènent la pente à un angle inférieur. L'angle maximum de stabilité du tas θ_m est l'angle d'avalanche du tas. Après l'avalanche, la surface libre de l'empilement granulaire fait un angle plus petit, on l'appelle l'angle de repos θ_r . Ces angles sont illustrés sur la figure I.5. L'utilisation du tambour tournant permet de répéter les mesure d'angles un grand nombre de fois sans faire de nouvelle préparation du système.

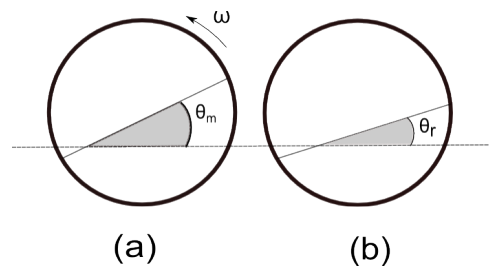


Fig. I.5: (a) Angle d'avalanche ; (b) Angle de repos.

Dans le régime d'avalanche, le tas granulaire dans le tambour peut être dissocié en deux régions (Figure I.6). La zone du bas est la région statique, dans laquelle les particules se déplacent vers le haut avec la rotation de la paroi. Chaque particule est fixe par rapport aux particules adjacentes. Les particules se déplacent avec la région statique jusqu'à ce qu'elles atteignent la zone supérieure que l'on appelle la zone active. Dans la zone active, les particules s'écoulent par intermittence du haut vers le bas le long de la surface inclinée du tas puis elle entrent à nouveau dans la région statique pour recommencer un autre cycle.

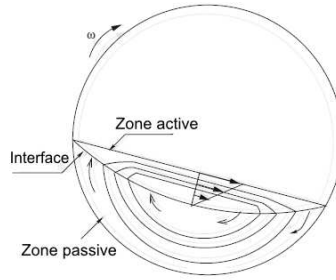


Fig. I.6: Zone active et zone passive d'écoulement dans un tambour tournant, d'après [13].

Régime écoulement continu Quand la vitesse de rotation du tambour dépasse une vitesse critique, le temps d'intervalle entre deux avalanches devient de plus en plus court jusqu'à s'annuler, l'empilement granulaire est alors dans le régime d'écoulement continu ("rolling" en anglais). Le comportement est caractérisé par une surface libre quasi plane. Dans le régime d'écoulement continu, la région active a une forme parabolique et représente environ 15 à 20% de la profondeur totale du tas. L'angle que fait la surface avec l'horizontale est dénommé angle de repos dynamique θ_{dyn} de la matière granulaire. Ce régime d'écoulement est le plus répandu dans les opérations industrielles parce que le mélange des particules dans ce régime est plus efficace que dans les autres régimes. Quand la vitesse de rotation augmente encore, on atteint un régime d'écoulement continu à surface incurvée en S dénommé cascade ou cascading en anglais. Comme dans le régime d'avalanche, le tas granulaire dans le tambour peut être divisé en deux régions. La différence est qu'à haute vitesse de rotation, les particules s'écoulent en continu et rapidement à la surface.

Régime cataracte et centrifugation Lorsqu'on augmente encore la vitesse de rotation, les particules à la surface s'écoulent tellement vite qu'une cataracte ("cataracting" en anglais) se produit. La centrifugation (centrifuging) se produit à des vitesses de rotation encore plus élevées, lorsque la force centrifuge sur la paroi est supérieure à la gravité. Les particules restent plaquées contre la paroi. La vitesse à laquelle commence à se produire la centrifugation est appelée la vitesse critique et peut être déterminée à l'aide d'une équation :

$$v_c = \frac{60}{2\pi} \sqrt{\frac{g}{R}} \quad (\text{I.1})$$

avec g l'accélération de la gravité et R le rayon du tambour. Ce régime n'a pas beaucoup d'intérêt pour les procédures industrielles puisque le mélange des particules n'est alors pas du tout efficace.

I.1.2.2 Transitions de régimes

Le comportement lors de la transition entre différents régimes d'écoulement d'un tas de matériaux granulaires dans un tambour tournant est déjà étudié par plusieurs groupes de recherche [14], [15]. Tous ces travaux se sont intéressés à la transition entre le régime d'avalanche et le régime d'écoulement continu et une explication générale de cette transition est que le régime d'écoulement se produit quand la durée d'une avalanche est égale au temps nécessaire

pour que la zone statique alimente la zone d'écoulement. Henein et al. [11] ont réalisé une étude expérimentale de la transition entre deux régimes d'écoulement d'un tas granulaire (avalanche et écoulement continu) dans un tambour tournant. Plus récemment Lim *et al.* ont montré dans une étude plus détaillée que le nombre d'avalanches que subit une particule en parcourant la zone active décroît de $3.5 \sim 4$ à 1 au moment de la transition de régime. Les résultats ont été obtenus par la méthode de "Positron emission particle tracking" [16]. Ils ont aussi montré que la vitesse de la transition dépend de plusieurs paramètres différents :

- La hauteur de remplissage du tambour
- Le rapport entre le diamètre du tambour D et le diamètre des particules d
- Le nombre de Froude F_r , défini par :

$$F_r = \frac{\omega^2 R}{g} \quad (\text{I.2})$$

où $\omega = 2\pi v/60$ est la vitesse de rotation angulaire du tambour, R est le rayon du tambour, g l'accélération de gravité et v la vitesse de rotation du tambour en tours par minute. Le nombre de Froude est égal à 1 pour le régime de centrifugation. Dans les régimes d'écoulement continu et d'avalanche, F_r est largement inférieur à 1.

- Les caractéristiques du milieu granulaire, coefficient de friction, friction particule/parois, angles de repos statique et dynamique, etc.

Cette étude montre que la frontière du comportement du tas à la transition de régimes peut rester identique lors de l'utilisation de particules de même forme mais de tailles différentes dans des tambours de diamètres variables avec un taux de remplissage fixe. Dans ce cas, on a la relation suivante :

$$[F_r]_A \left[\frac{D_A}{d_A} \right]^{1/2} = [F_r]_B \left[\frac{D_B}{d_B} \right]^{1/2} \quad (\text{I.3})$$

Dans une autre étude, Mellmann [17] donne aussi des critères et des équations permettant de prédire les transitions entre les différents types de comportement (voir Figure I.7).

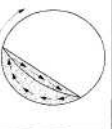
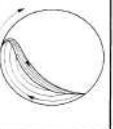
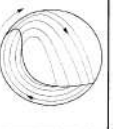
Basic form	Slipping motion		Cascading ("tumbling") motion			Catacting motion	
Subtype	Sliding	Surging	Slumping	Rolling	Cascading	Catacting	Centrifuging
Schematic							
Physical process	Slipping		Mixing			Crushing	Centrifuging
Froude number Fr [-]	$0 < Fr < 10^{-4}$		$10^{-3} < Fr < 10^{-2}$	$10^{-4} < Fr < 10^{-2}$	$10^{-3} < Fr < 10^{-1}$	$0.1 < Fr < 1$	$Fr \geq 1$
Filling degree f [-]	$f < 0.1$	$f > 0.1$	$f < 0.1$	$f > 0.1$		$f > 0.2$	
Wall friction coeff. μ_w [-]	$\mu_w < \mu_{w,c}$	$\mu_w \geq \mu_{w,c}$	$\mu_w > \mu_{w,c}$			$\mu_w > \mu_{w,c}$	
Application	no use		Rotary kilns and reactors; rotary dryers and coolers; mixing drums			Ball mills	no use

Fig. I.7: Critères de transition entre différents régimes du mouvement [17].

Le comportement d'un tas granulaire dépend donc de la vitesse de rotation du tambour, de la hauteur du tas, des propriétés des matériaux et de la friction tas/parois. Pour des particules sphériques, les transitions de comportement du tas se produisent à des vitesses de rotation plus lentes que pour les particules d'autres formes. Généralement, un matériau avec un angle de repos petit, ou une fluidité grande, a une frontière de transition à une vitesse de rotation petite. Dans les études de Liu *et al.* [18], les auteurs ont développé un modèle mathématique qui permet de prédire la transition entre le régime d'avalanche et le régime d'écoulement continu. Ils considèrent que la transition se produit quand le temps t_1 nécessaire pour les particules dans la zone ACE chutent d'ACE jusqu'à EBD, est égal au temps t_2 requis par le tas solide pour passer de l'angle α à l'angle β , comme montré sur la Figure. I.8 :

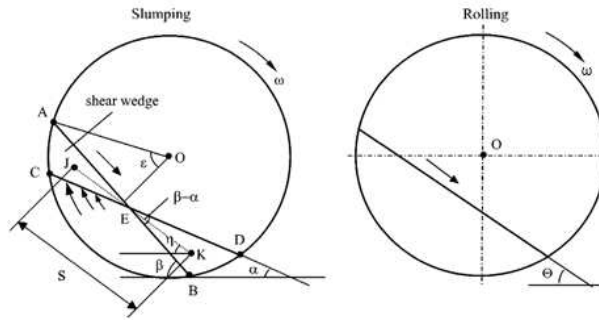


Fig. I.8: Schéma géométrique de la transition avalanche/écoulement continu [18].

Le nombre de Froude critique F_{rc} pour lequel la transition apparaît s'écrit alors :

$$F_{rc} = \frac{R}{2s}(\beta - \alpha^2)(\sin \eta - \tan \alpha \cos \eta) \quad (I.4)$$

R est le rayon du tambour, s est la distance parcourue par le centre de masse du tas granulaire dans la zone d'écoulement, α l'angle avant l'avalanche, β l'angle après avalanche, et η la pente d'inclinaison moyenne de la trajectoire de masse du tas granulaire.

Dans cette équation la distance s et l'angle η doivent être calculés par des mesures géométriques précises de la position du tas ce qui rend le calcul de F_{rc} plus compliqué. Récemment, Mellmann *et al.* ont développé un modèle simplifié basé sur le modèle de Henein en ajoutant quelques hypothèses :

- La distance parcourue s est environ de 2/3 de la longueur de la corde du tas (ligne AB sur Figure I.8)

$$s \approx \frac{4}{3}R \sin \varepsilon \quad (I.5)$$

où ε est l'angle de remplissage défini comme le demi angle du secteur occupé par le milieu granulaire.

- La pente d'inclinaison η est supposée être égale à l'angle dynamique de repos θ_r

$$\eta = \frac{\alpha + \beta}{2} \approx \theta_r \quad (I.6)$$

Avec ces deux approximations, le calcul de F_{rc} peut être simplifié :

$$F_{rc} = \frac{3}{2}(\beta - \theta_r)^2 \frac{\sin \theta_r - \tan(2\theta_r - \beta) \cos \theta_r}{\sin \varepsilon} \quad (I.7)$$

Les propriétés des particules et le taux de remplissage sont des paramètres qui interviennent dans cette équation. Et à partir de cette expression, le nombre critique de Froude est proportionnel au carré de la différence d'angle $(\beta - \theta_r)^2$. En fonction de la vitesse de rotation, l'angle β peut être mesuré proprement et la mesure de θ_r est aussi facile à réaliser dans le régime d'écoulement continu. La différence entre β et θ_r est souvent comprise entre 1 et 4°, par conséquent, le carré de la différence d'angles influence significativement le nombre critique de Froude. Un autre paramètre important est l'angle de remplissage ε . Le nombre de Froude à la transition est plus petit quand l'angle de remplissage est élevé. Ding *et al.* [19] ont proposé plus récemment un autre modèle pour le calcul du nombre critique de Froude. Ce modèle suggère que la transition entre le régime d'avalanche et le régime d'écoulement continu se produit quand le temps nécessaire au renversement de la totalité du tambour en régime d'écoulement continu est égal au temps nécessaire au renversement de la totalité du tambour en régime d'avalanche.

$$F_{r(tbr)} = \frac{\frac{1}{(tbr)^2} R}{g} \quad (I.8)$$

- $(tbr)_r$: temps nécessaire pour que le tas total des particules se renverse en régime d'écoulement continu
- $(tbr)_s$: temps de renversement de la totalité des particules en régime d'avalanche. Pour le régime d'avalanche, $(tbr)_s$ est le temps d'intervalle entre deux avalanches multiplié par le nombre d'avalanches.

La transition se produit alors quand le temps de renversement du tas du régime d'avalanche est égal au temps de renversement du tas du régime d'écoulement continu.

$$(tbr)_s = (tbr)_r \quad (I.9)$$

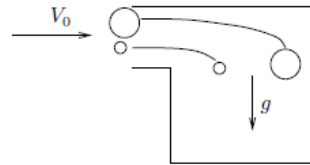
Dans notre travail, la vitesse de rotation du tambour varie entre 0 et 10 tr/min, ce qui nous permet d'avoir un nombre de Froude maximum de l'ordre de 5×10^{-3} . D'après les valeurs critiques de la transition de régime de Mellmann *et al.* [17], plusieurs régimes doivent être observés dans nos expériences.

I.2 Ségrégation

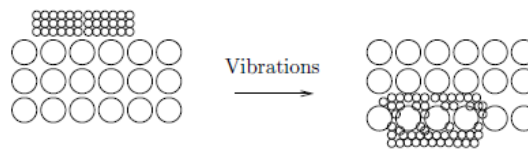
Dans la nature ou dans les procédés industriels, il est rare d'avoir un milieu mono-disperse et le mélange contient des particules de différentes tailles ou densités. La procédure de "particules Mixing" est exploitée depuis les années 50s et différents modèles de critère de "degré de mixité" sont proposés pour définir l'homogénéité d'un mélange de particules [20], [21]. Il est bien connu que les particules granulaires ne se mélangent pas spontanément. Au contraire, le phénomène de ségrégation se produit dès que l'on mélange des particules avec différentes propriétés (taille, forme, densité, etc). Par exemple dans le phénomène de "Brazil Nuts Effect", lorsque l'on fait vibrer un milieu granulaire poly-disperse, les gros grains se retrouvent souvent à la surface libre. Ce phénomène est souvent non désirable dans les industries des matériaux granulaires bien que dans certains procédés, cela puisse être favorable pour la séparation des particules.

I.2.1 Mécanismes de ségrégation

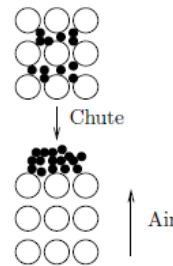
Williams [22] a différencié trois mécanismes de ségrégation : la ségrégation due aux trajectoires, la ségrégation par percolation et la ségrégation par élutriation (voir Figure I.9).



(a) Ségrégation due aux trajectoires



(b) Ségrégation par percolation des fines



(c) Ségrégation par élutriation

Fig. I.9: Schéma des différents mécanismes de ségrégation [23].

Ségrégation due aux trajectoires Dans le cas où les particules peuvent se déplacer librement, par exemple dans un silo, la vitesse de chute des particules est fortement influencée par le diamètre des particules. L'équation I.10 donne la distance D parcourue par une particule projetée horizontalement dans un fluide avec une vitesse initiale u_0 depuis une hauteur infinie. Cette distance augmente avec le carré du diamètre d_p de la particule et avec la viscosité du fluide, c'est pourquoi les plus grosses particules s'écoulent plus loin que les petites (à densité égale).

$$D = \frac{u_0 \rho_p d_p^2}{18\mu} \quad (\text{I.10})$$

Ségrégation par percolation de fines Le deuxième mécanisme invoqué est la percolation des petites particules dans les vides entre les grosses particules lors de la vibration, en même temps que les grosses sont repoussées vers la surface libre [24]. La pression exercée par les grosses particules a ensuite pour conséquence de consolider l'arrangement des particules fines et donc de bloquer le système. Un modèle géométrique avec 3 sphères en contact définit le rapport

de taille critique (diamètre des petites particules d_p /diamètre des grosses particules d_g) au delà duquel la percolation spontanée sous vibration se produit. Ce rapport est de $(\frac{2}{\sqrt{3}} - 1)$, et de $(\sqrt{\frac{3}{2}} - 1)$ si on considère un arrangement tétraédrique de 4 sphères en contact.

Ségrégation par élutriation Quand des particules très fines coexistent avec des grosses particules, lors de la chute du milieu granulaire, les fines peuvent être chassées vers le haut à cause du flux d'air qui résulte de la chute des grosses particules.

I.2.2 Ségrégation sous l'effet des vibrations

La ségrégation par vibration est étudiée depuis la découverte du phénomène de "Brazil Nuts Effect" dans les années 30. Sous l'effet des vibrations, les particules les plus grosses remontent à la surface du milieu granulaire même si le ratio de taille est proche de 1 et la densité de grosses particules est supérieure à celle des fines. Cette expérience est aussi largement étudiée par des simulations numériques [25]. Souvent, on invoque le mécanisme de percolation pour expliquer ce phénomène. Un autre mécanisme a été mis en évidence dans des études sur des systèmes soumis à des vibrations en faisant intervenir des mouvements collectifs de convection dans le contenant [26]. Lorsque l'on fait vibrer un récipient rempli de grains, des rouleaux se forment, les grains remontant au centre et redescendant sur les côtés. L'épaisseur de la zone de redescente est petite, de l'ordre de quelques grains. Si une grosse particule se trouve dans le milieu, elle remonte avec les autres au centre mais ne peut pas être réinjectée dans la couche des fines de qui redescend et reste "piégée" à la surface (Figure I.10). La présence de ces deux mécanismes dépend de l'énergie apportée au système pour la vibration. Souvent, la ségrégation par convection se produit à haute fréquence de vibration, et le phénomène "Brazil Nuts Effect" se produit à plus basse fréquence [27].

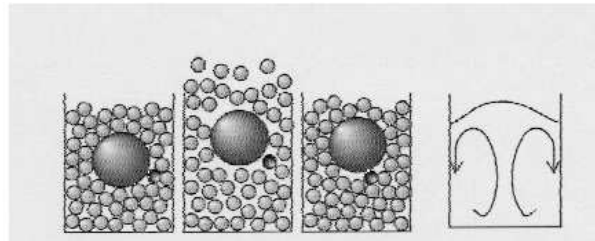


Fig. I.10: Mécanisme de ségrégation sous vibration par convection [28].

Comme ce phénomène dépend à la fois du ratio de taille et de la densité, D.Hong *et al.* ont mis en évidence qu'un phénomène de "Brazil Nuts Effect" inversé peut se produire quand le ratio $\frac{d_p}{d_g}$ est inférieur au ratio de masse $\frac{m_p}{m_g}$ [29].

I.2.3 Ségrégation sur plan incliné

La première observation et modélisation de la ségrégation d'un milieu granulaire bidispersé sur un plan incliné a été réalisée par Savage et Lun [30]. Quand un tas de particules bidispersé est placé sur un plan incliné, la probabilité pour que des particules fines trouvent des

espaces pour tomber par gravité est plus grande, donc les particules petites ont une tendance à migrer vers le bas du tas et repoussent les grandes vers le haut. On parle alors du processus de tamisage cinétique. Le mécanisme de percolation des fines donne une bonne explication. Ce phénomène de ségrégation est très rapide. Goujon *et al.* ont réalisé une étude expérimentale d'avalanche granulaire bidisperse (bille de verre $\frac{d_g}{d_p} = 1.2 \sim 8.9$) sur un plan incliné avec différentes concentrations de fines (schéma Figure I.11). Dans toutes les expériences, les grosses particules s'écoulent plus rapidement à la surface du tas et tendent à ségréger vers le haut de l'écoulement [31].

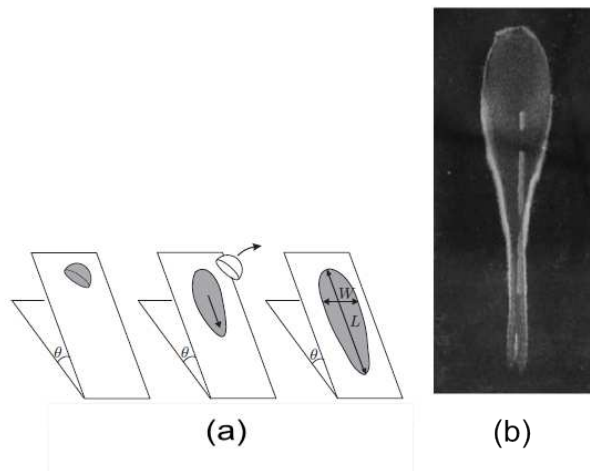


Fig. I.11: Ségrégation sur un plan incliné (a)schéma du montage d'écoulement bidisperse sur un plan incliné, (b)ségrégation avec 40% de fines ($d_g/d_p = 2.3$, fines : gris foncé) [31].

Des résultats similaires sont observés par F. Moro *et al.* en utilisant un ratio de diamètre proche de 5. La longueur du tas après avalanche dépend de la fraction massique de particules fines ϕ dans le mélange, avec un pic de $\phi \approx 25\%$ [32]. Des concentrations très diluées de particules fines sur un plan incliné ($d_g = 8\text{mm}$, $d_p = 4\text{mm}$, $\phi = 1\%$) sont étudiées par le groupe de Berton *et al.*. Malgré le faible pourcentage, les particules fines ségrègent rapidement pendant l'avalanche et migrent vers le bas du tas [33].

I.2.4 Ségrégation dans une cellule rectangulaire 2D- Cellule de "Hele-Shaw"

Quand un mélange de grosses particules facettées et de particules fines sphériques est versé dans une cellule rectangulaire quasi 2D (2 plaques de verre rectangulaires avec un espace de 5 à 10 mm entre les deux), les particules ségrègent en plusieurs couches alternatives de particules facettées et de particules sphériques, conduisant à une stratification. Ce phénomène demande non seulement une différence de taille mais aussi une certaine irrégularité des grosses particules. Quand les grosses particules sont plus sphériques, il n'y a que de la ségrégation qui se produit (Figure I.12). D'après Maske et al. [34], le phénomène de stratification est dû à la différence d'angle du repos θ_r , plus précisément, il faut que l'angle de repos θ_r des grosses particules soit plus grand que l'angle d'avalanche θ_m des petites. Sinon il n'y a que de la ségrégation.

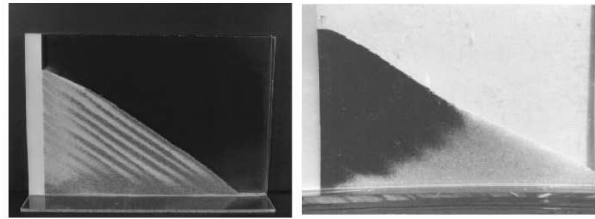


Fig. I.12: (a) Stratification d'un mélange de petites particules sphériques (billes de verre, blanc) et de grosses particules facettées (grains de sucre, noir), (b) Ségrégation d'un mélange de grosses particules sphériques (billes de verre, blanc) et de petits grains facettés (grains de sable, noir) [35].

I.2.5 Ségrégation dans un tambour tournant

L'écoulement granulaire en tambour tournant est aussi largement étudié depuis plusieurs années et le phénomène de ségrégation en tambour tournant est remarquable par la variété des résultats obtenus. Deux types de ségrégation sont le plus souvent observés dans une configuration de tambour tournant :

- La ségrégation radiale qui se produit au bout de quelques tours de rotation. Elle correspond à la séparation des particules suivant leurs caractéristiques dans un plan transverse, perpendiculaire à l'axe de rotation.
- La ségrégation axiale qui se présente après un grand nombre de tours du cylindre, sous forme de la présence de bandes alternées des particules de différentes caractéristiques.

I.2.5.1 Tambour tournant 2D - ségrégation radiale

Le tambour tournant quasi 2D (diamètre $\gg$ longueur) est beaucoup utilisé dans les études expérimentales du milieu granulaire puisque cette géométrie permet d'observer la majorité des particules et d'éviter le phénomène de ségrégation axiale, ce qui facilite la compréhension du mécanisme de ségrégation radiale. Comme dans le cas de la ségrégation sous vibration, la taille, la forme et la densité des particules sont les trois paramètres influents principaux ([36], [37]). Il faut noter que la ségrégation radiale se produit dans le régime d'écoulement continu, où les particules les plus petites ou les plus denses ségrègent vers le centre du tas et forment un 'noyau' radial entouré par les grosses particules ou moins denses qui migrent vers la périphérie.

Ségrégation radiale par taille La ségrégation par taille dans une configuration 2D a été étudiée par Drahn et Bridgwater pour la première fois en utilisant la géométrie du plan incliné [38]. Prigozhin et Kalman ont montré qu'au bout de 3 tours de rotation, un noyau se forme déjà au centre du cylindre. Par ailleurs, le taux de remplissage est considéré comme un paramètre important de la formation du noyau. Il faut un taux de remplissage supérieur à 50% pour que le noyau se forme pendant la rotation du tambour [39].

Des études plus récentes montrent qu'un autre phénomène de ségrégation radiale peut se produire dans des expériences de tambour tournant 2D : la formation de raies ("streak pattern" en anglais). Dans le régime d'écoulement continu, les particules plus petites migrent vers le centre et forment un noyau alors que les grosses restent autour. Quand la vitesse du tambour descend au régime d'avalanche, les particules fines dans le noyau commencent à se déplacer

dans les espaces entre les grosses par percolation et forment des raies (voir Figure I.13). Une fois les raies formées, elles sont relativement stables par rapport au changement de vitesse de rotation ou par rapport au temps de rotation puisque les raies s'estompent et se forment simultanément ([40], [41]).

Zuriguel *et al.* ont étudié le mécanisme de la formation et la disparition des raies dans un tambour 2D. Le nombre de raies formées à la fin est principalement dominé par la vitesse de rotation. Pour une fréquence de rotation donnée, quand une avalanche se produit à la surface, le mélange granulaire est fluidisé avec des particules fines qui passent à travers les espaces existants entre les plus grandes. Par conséquent, une couche mince de fines est déposée au fond de l'avalanche et une couche de grosses particules migre vers la partie supérieure. De cette manière, des raies apparaissent comme une conséquence du processus d'avalanche. Le phénomène de la disparition repose sur la présence de l'onde montante des grosses particules qui se déplacent depuis l'extérieur des raies formées par les fines vers le centre du tambour entraînant un aplanissement de la surface. Par conséquent, si la distance entre deux raies est assez grande, dans la rotation suivante, l'onde montante aura le temps de rejoindre le centre du tambour avant que la prochaine raie se déplace vers le bas, et le motif sera stable. Au contraire, si la raie descendante interagit avec l'onde des grosses particules qui se déplacent vers le haut, la raie sera déplacée vers la surface par la vague. Il en résulte un déplacement de la raie dans le sens contraire à la rotation du tambour. La diminution du degré du remplissage du tambour peut éliminer la formation des raies [42].

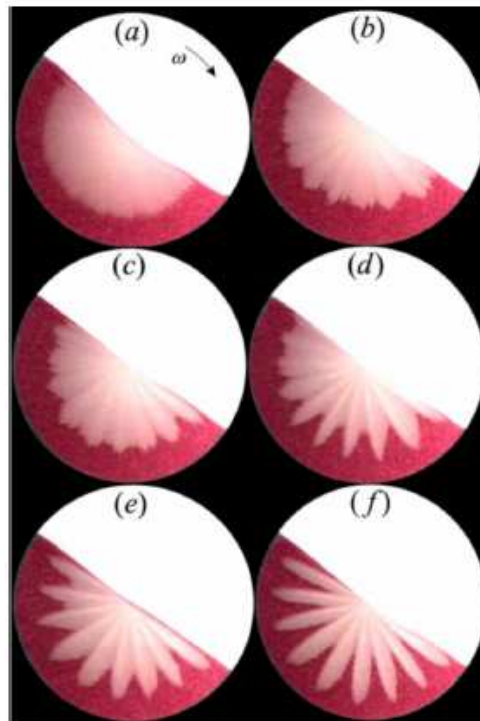


Fig. I.13: Evolution du tas granulaire bidisperse dans le régime d'avalanche (blanc -fines ; rouge-grosses [42].

Ségrégation radiale par densité (flottabilité) D'après certaines études, la différence de densité des particules peut aussi entraîner une ségrégation radiale. La taille du noyau augmente avec l'augmentation de la fraction de particules plus denses. Dans ces expériences, il n'y a pas de raie formée [36]. Jain et al. ont étudié la compétition d'effet de la taille et de la densité des particules dans un tambour quasi 2D en utilisant des billes de verre et d'acier [43]. Ils ont présenté un diagramme des régimes de ségrégation en fonction du ratio $d_{\text{acier}}/d_{\text{verre}}$. Leurs résultats montrent que les régions de ségrégation et de mélange peuvent être distinguées par le ratio de diamètre et de masse. La phase de mélange domine quand :

$$\frac{d_{\text{acier}}}{d_{\text{verre}}} > \left(\frac{m_{\text{acier}}}{m_{\text{verre}}} \right)^{1/4} \quad (\text{I.11})$$

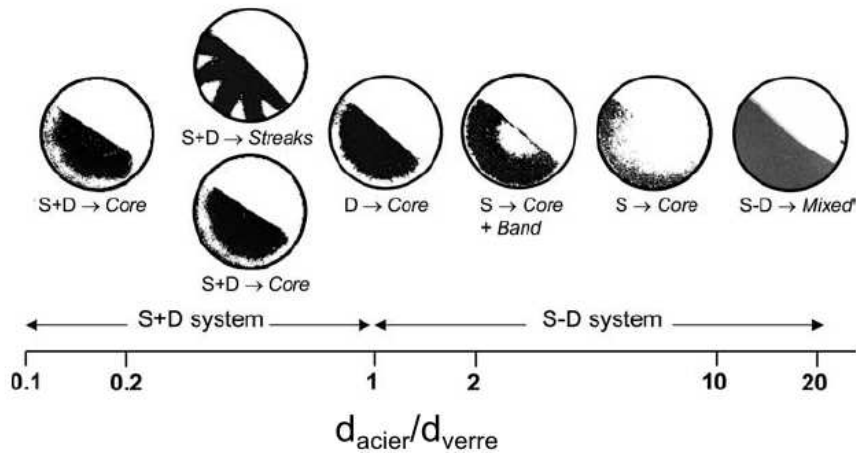


Fig. I.14: Régimes de ségrégation en fonction du ratio de diamètre d'un mélange bidisperse, blanc : billes de verre ; noir : particules d'acier [43].

I.2.5.2 Tambour tournant 3D - Ségrégation axiale & radiale

Ségrégation axiale dans tambour tournant 3D long ($L > D$) Dans un tambour long (cylindrique ou rectangulaire), la ségrégation des particules bidisperses se produit en trois phases. Tout d'abord, après quelques tours de rotation, la ségrégation radiale se forme. Les particules fines forment un noyau entouré par les particules plus grosses. La seconde phase est une instabilité axiale du noyau. Cette instabilité n'est pas toujours présente, elle dépend de la vitesse de rotation et des propriétés des particules. Les particules peuvent se développer en une structure de plusieurs bandes axiales après plusieurs centaines de rotations. La troisième phase est un grossissement de cette structure de bande, qui se termine lorsque le matériau granulaire est complètement séparé en deux ou trois bandes. L'origine de cette séparation des particules vient de la différence d'angle de repos des particules. Généralement, l'angle du repos des particules fines est un peu plus grand que celui des grosses particules. Les particules dans une région mixte s'écoulent vers la pente de la couche active, les particules fines percolent vers le bas dans la couche active en laissant des particules plus grosses tomber vers le côté et après plusieurs centaines de rotation, le mélange initial finit par former des bandes alternatives.

Ce phénomène de ségrégation axiale a été découvert par Oyama et al. avec un mélange bidisperse de particules de calcaire. Depuis, de nombreuses études ont été réalisées pour comprendre ce mécanisme. Zik et al. ont développé une expérience de ségrégation axiale dans un milieu bidisperse de billes de verre et de sable de moins de $500\ \mu\text{m}$ de diamètre (Figure. I.15) [44].

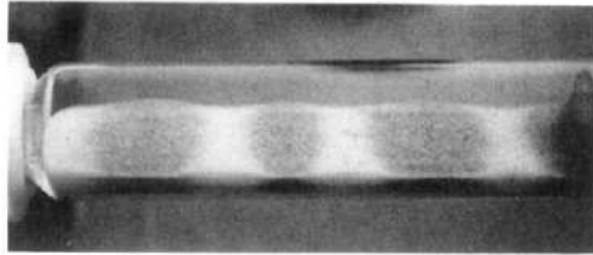


Fig. I.15: Ségrégation axiale d'un mélange de billes de verre de $250\ \mu\text{m}$ et de particules de sable $150\ \mu\text{m}$ de diamètre [44].

Hill *et al.* ont montré que la ségrégation axiale d'un mélange de billes de verre peut être réversible en variant la vitesse de rotation du tambour [45]. Concernant la modélisation, des méthodes de simulations moléculaires comme la méthode des éléments discrets (DEM pour Discrete Element Method) ou la dynamique moléculaire (MD pour Molecular Dynamics) sont utilisées pour réaliser des simulations et des prédictions de la ségrégation axiale [46], [47].

Tambour tournant 3D court ($D=L$) Malheureusement, il n'y a pas beaucoup de références bibliographiques sur l'étude du phénomène de ségrégation dans ce type de tambour. Shinbrot *et al.* présentent une observation d'un mélange des particules de 63 à $180\ \mu\text{m}$ de diamètre [48]. Les particules sont divisées en deux groupes identiques et le mécanisme du mélange est observé en coupant le tas en tranche avec la méthode de solidification d'échantillon par injection de copolymère de méthacrylate. Ils aussi ont montré un schéma de principe du mécanisme du comportement en régime "stick-slip". Les particules dans la bande de cisaillement se déplacent lentement en aval, et glissent vers le haut et finissent par se mélanger. Chakraborty *et al.* ont établi un modèle pour la prédiction de la répartition des particules (grosses et fines) dans la couche active et à l'interface entre la couche active et la partie passive. Les gros grains sont largement présents dans la région centrale de la couche active et s'accumulent au niveau des extrémités, à la fois dans la couche active et à l'interface active/passive [13].

I.3 Forces d'interaction au sein d'un milieu granulaire

Les forces adhésives potentiellement impliquées dans l'agglomération et la désagglomération sont les forces de Van der Waals, les forces électrostatiques, les forces capillaires dues à la formation de ponts liquide ou solides, représentées sur la Figure I.16. En pratique, dans une procédure du mélange de particules bidisperses, les particules de diamètre supérieur à $100\ \mu\text{m}$ n'ont pas de comportement cohésif mesurable, bien que pour certains milieux granulaires dont les particules bidisperses ont des tailles proches, le seuil descend jusqu'à $30\ \mu\text{m}$ [49]. Ces forces d'adhésion inter-particulaires sont éventuellement à l'origine du phénomène d'agglomération dans la procédure de broyage. Les mécanismes des forces d'interactions entre particules

peuvent être classés en deux groupes : (1) les forces qui ne demandent pas de liaison concrète entre particules, ce sont la force de Van der Waals, la force électrostatique ou magnétique, la force chimique, etc. (2) les forces qui résultent d'un pontage entre les particules, la force capillaire par un pont liquide et le pont solide. Les forces du premier groupe sont à considérer quand les particules sont dans une atmosphère plutôt sèche. Quand l'humidité augmente, ce sont les forces du deuxième groupe qui prédominent [50].

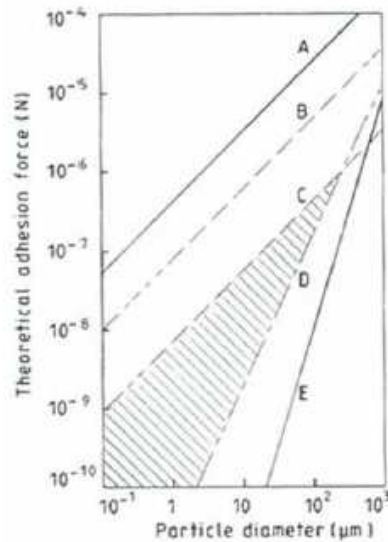


Fig. I.16: Force d'adhésion théorique entre une surface plane et une particule, A : capillaire ; B : van der Waals ; C et D : électrostatique ; E : gravité [51].

I.3.1 Forces Van der Waals

Les forces de Van der Waals sont des interactions électrostatiques de faible intensité entre atomes, molécules ; ou entre une molécule et un cristal. Ces forces sont seulement perceptibles quand la distance entre particules est suffisamment courte (< 100 nm). Ces forces attractives de Van der Waals sont la somme de trois contributions différentes variant en fonction de la distance moyenne entre deux molécules [52]. Ci-dessous, les notations utilisées :

- r la distance moyenne entre deux molécules 1 et 2 ;
- μ_1 et μ_2 les moments dipolaires ;
- h la constante de Planck ;
- k_B la constante de Boltzmann ;
- T la température absolue ;
- α_1 et α_2 les polarisabilités électriques ;
- ν_1 et ν_2 les fréquences d'ionisation.

1. Interaction d'orientation (force de Keesom), entre deux molécules polaires tournant librement : pour de grandes distances ou pour un milieu de grande constante diélectrique, les potentiels moyennés sur les angles ne sont pas nuls ; et les orientations qui donnent les plus basses énergies sont favorisées. L'énergie potentielle d'interaction est de la forme :

$$E_K = -\frac{1}{r^6} \left[\frac{\mu_1^2 \mu_2^2}{3(4\pi\epsilon_0\epsilon)^2 \kappa_B T} \right] \quad (\text{I.12})$$

2. Interaction d'induction (force de Debye), entre une molécule polaire et une molécule non polaire de polarisabilité α_0 : la molécule neutre, subissant le champ électrique du dipôle permanent, acquiert un moment dipolaire induit, et interagit avec le dipôle fixe. L'énergie potentielle d'interaction est de la forme :

$$E_D = -\frac{1}{r^6} \left[\frac{\mu_1^2 \alpha_2 + \mu_2^2 \alpha_1}{(4\pi\epsilon_0\epsilon)^2} \right] \quad (\text{I.13})$$

3. Interaction de dispersion (force de London), prépondérante car se produisant dans tout les cas, due aux moments dipolaires instantanés non nuls de toutes les molécules non polaires ; elle est anisotrope et non additive, il faut en général prendre en compte les effets retardés. L'énergie potentielle d'interaction est de la forme :

$$E_L = -\frac{1}{r^6} \left[\frac{3}{4} \times \frac{h\nu\alpha_1\alpha_2}{(4\pi\epsilon_0\epsilon)^2} \right] \quad (\text{I.14})$$

L'expression de la force de Van der Waals est obtenue en dérivant les trois équations ci-dessus. On trouve donc que la force de Van der Waals varie en fonction de r^{-6} , ce qui montre bien que ces forces sont à courte portée, actives à une distance de 10^{-8} à 10^{-9} m. Dans une atmosphère sèche (air) ou dans le vide, les forces de Van der Waals sont typiquement de l'ordre de 10^{-9} N, en revanche dans des milieux liquides ces forces sont entre 10^{-10} à 10^{-11} N. Donc l'attraction par force de Van der Waals est beaucoup plus faible en milieu humide. D'après le travail de Megias-Alguacil *et al.* sur l'étude de la force capillaire et la force de Van der Waals entre deux particules colloïdales partiellement mouillées par un liquide et un pont liquide formé entre les deux sphères, le ratio entre F_{vdw} et F_{cap} est de l'ordre de 10^{-6} pour un liquide avec un angle de mouillage de 20° et un volume du pont liquide fixé [53]. Cela montre bien qu'en présence d'humidité, la force capillaire est la force dominante dans la cohésion du milieu granulaire.

I.3.2 Force électrostatique

Les forces électrostatiques peuvent avoir un impact important dans les milieux granulaires d'une façon qui peut être soit bénéfique, soit préjudiciable aux activités industrielles. Dans l'industrie automobile et l'imprimerie, ces phénomènes électrostatiques sont utilisés pour différentes procédures comme les revêtements et la xérographie. En revanche, l'agglomération électrostatique pose de grands problèmes dans des industries comme l'industrie pharmaceutique, où la nature des phénomènes électrostatiques est mal comprise, ce qui peut sérieusement perturber la fabrication des poudres pharmaceutiques, provoquant le blocage des mélanges et des dosages non désirés du composant actif.

Dans la procédure de broyage en voie humide, les forces électrostatiques ont un effet assez limité car la présence d'eau dissipe les charges électrostatiques hors du matériau. Au contraire, dans le broyage en voie sèche, qui entraîne beaucoup de frottements entre les particules, les phénomènes de tribo-électrification ne sont plus négligeables. Les nouvelles particules créées

par la rupture des particules plus grosses apportant des charges électrostatiques, elles peuvent facilement s'attirer et s'agglomérer.

R. Lamarche *et al.* ont réalisé une étude sur l'agglomération de plusieurs milieux granulaires dont la taille des particules varie de 100 à 300 μm (cellulose, grains de sable, billes de verre et lactose) par les forces de diélectrique électrostatique (force DEP). L'adhésion et l'agglomération peuvent se produire soit en appliquant une haute tension électrique, soit simplement par frottement ce qui donne des résultats comparables. La quantité de particules agglomérées augmente significativement avec l'augmentation de la tension envoyée vers le matériau granulaire. L'effet de l'humidité et de la taille des particules sont aussi explorés dans ce travail [54].

La présence d'impuretés fines a un effet significatif sur la réduction de la charge des particules. Par exemple l'ajout de 1% de particules fines (nanotubes de carbone, poudre d'aluminium, etc.) entraîne une diminution importante de la densité de charge d'un tas de billes de verres en vibration [55].

I.3.3 Capillarité

On sait qu'il faut un tas de sable humide pour construire un château de sable car le liquide interstitiel crée une forte adhésion entre les grains de sable. Cette adhésion est due aux ponts capillaires formés dans la zone de contact entre deux particules. Dans un milieu granulaire sec, tant que l'atmosphère n'est pas en conditions absolument sèches ou sous vide, le phénomène de la condensation capillaire est toujours présent spontanément et forme des ponts liquides entre les particules. Afin de connaître l'effet de l'humidité relative, nous allons d'abord nous intéresser les forces d'adhésion à l'échelle microscopique.

Tension de surface A l'interface d'un liquide et d'une phase gazeuse, les molécules du liquide sont dans un état "métastable" qui s'oppose à la déformation de la surface. Cet état local a une énergie légèrement supérieure à l'état stable. Donc la surface ou interface est associée à une certaine énergie par unité de surface (exprimée en J/m^2), aussi connue aussi comme une force par unité de longueur (N/m) qui s'appelle **tension superficielle** γ ou **tension de surface**. L'origine physique de cette force provient d'un déséquilibre qui subsiste à l'interface gaz/liquide. En effet, les molécules de la phase liquide n'interagissent pas de la même manière avec leurs voisines en surface et dans le liquide. Les molécules situées à la surface se trouvent alors dans un état énergétiquement défavorable et tendent donc à minimiser l'interface développée.

La notion de tension superficielle γ peut être appliquée dans des interfaces autres que liquide-gaz, par exemple solide-liquide γ_{sl} , solide-gaz γ_{sv} , ou même entre deux liquides immiscibles.

Le paramètre d'étalement Γ est défini comme la différence entre l'énergie de surface du substrat sec et mouillé pour donner une indication de la mouillabilité du liquide sur le substrat.

$$\Gamma = \gamma_{sv} - \gamma_{sl} - \gamma_{lv} \quad (\text{I.15})$$

Avec ce paramètre d'étalement Γ , on peut déduire si le liquide peut mouiller la surface du substrat ou pas. Quand Γ est positif, cela signifie que l'étalement du liquide à la surface se produit spontanément et un film mince liquide se forme. Dans le cas où Γ est négatif, le mouillage est partiel et le liquide reste sous forme d'une goutte qui peut être caractérisée par

son angle de contact θ . Si on considère une gouttelette de liquide déposée sur un substrat plan, en appliquant le bilan de force à la frontière solide-liquide-gaz, on obtient l'équation de Young :

$$\cos \theta = \frac{\gamma_{sv} - \gamma_{sl}}{\gamma_{lv}} = 1 + \frac{\Gamma}{\gamma_{lv}} \quad (\text{I.16})$$

Condensation capillaire La tension superficielle d'interface et le facteur de mouillabilité sont deux paramètres caractéristiques du liquide. Pour comprendre le mécanisme de la condensation capillaire, il faut encore s'intéresser à la pression et à la force capillaire. Considérons deux plaques de solide parallèles séparées d'une distance D , entre lesquelles il y a la vapeur d'un liquide avec une pression P_v et à température T . P_v est inférieure à la pression de saturation P_{sat} où la phase liquide et la phase vapeur coexistent. Si le liquide mouille la surface et si les deux plans sont suffisamment rapprochés (D suffisamment petit), l'espace entre les deux plans se remplit de liquide.

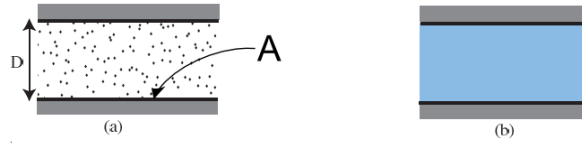


Fig. I.17: (a) Interstice rempli par le gaz ; (b) Interstice rempli par le liquide [56].

Dans le cas de remplissage par un gaz, le potentiel thermodynamique du système s'écrit :

$$\Omega_{\text{vap}} = -DAP_v + 2A\gamma_{sv} \quad (\text{I.17})$$

où A est l'aire d'interface solide-vapeur.

Et si c'est le liquide qui remplit :

$$\Omega_l = -DAP_l + 2A\gamma_{sl} \quad (\text{I.18})$$

La vapeur commence à se condenser quand :

$$\Omega_l = \Omega_{\text{vap}} \quad (\text{I.19})$$

soit :

$$(P_v - P_l)D = 2(\gamma_{sv} - \gamma_{sl}) \quad (\text{I.20})$$

Donc on obtient une distance critique

$$D = \frac{2(\gamma_{sv} - \gamma_{sl})}{(P_v - P_l)} \quad (\text{I.21})$$

Au moment de la condensation, on a alors une égalité du potentiel chimique :

$$\mu_l = \mu_v \quad (\text{I.22})$$

$$\mu_{\text{sat}} + (P_1 - P_{\text{sat}}) \frac{d\mu}{dP} = \mu_{\text{sat}} + k_B T \ln \frac{P_v}{P_{\text{sat}}} \quad (\text{I.23})$$

dans un liquide incompressible, on sait que $\frac{d\mu}{dP} = \frac{1}{\rho}$ où ρ est la densité volumique des molécules. On a :

$$(P_1 - P_{\text{sat}}) = \rho k_B T \ln \frac{P_v}{P_{\text{sat}}} \quad (\text{I.24})$$

On considère généralement que $(P_v - P_1) \simeq (P_{\text{sat}} - P_1)$, donc en intégrant avec l'équation I.21, on obtient :

$$D = 2 \frac{(\gamma_{\text{sv}} - \gamma_{\text{sl}})}{\rho k_B T \ln \frac{P_{\text{sat}}}{P_v}} \quad (\text{I.25})$$

En définissant le rayon de Kelvin $r_k = \frac{\gamma_{\text{lv}}}{\rho k_B T \ln \frac{P_v}{P_{\text{sat}}}}$ qui est négatif, avec l'équation de Young, la distance critique D_c s'exprime ainsi :

$$D_c = 2r_k \cos \theta \quad (\text{I.26})$$

Il faut bien noter que la condensation capillaire ne se produit que dans le cas où la phase liquide peut mouiller, au moins partiellement, la surface du solide.

Force capillaire Bien qu'il n'y ait pas d'ajout du liquide dans la procédure du broyage en voie sèche, les forces capillaires sont l'origine principale du phénomène de réagglomération à cause de la présence d'un pont liquide entre les particules. Dans l'enceinte du broyeur, l'eau sous forme gazeuse est toujours présente en fonction de l'humidité relative et des propriétés du matériau.

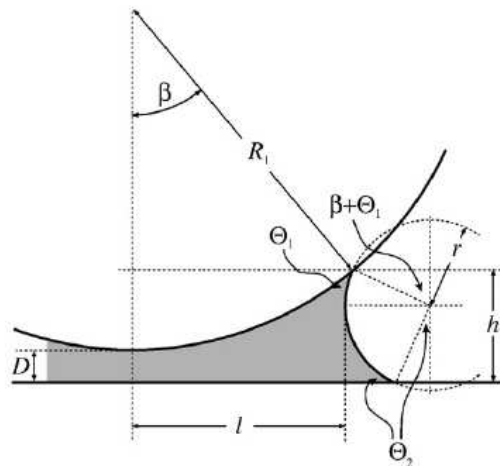


Fig. I.18: Force capillaire entre une sphère et un plan [57].

La courbure du ménisque liquide, aussi appelée anneau de pendulaire (voir Figure I.18), est caractérisée par deux rayons : le rayon azimutal l et le rayon méridien r , perpendiculaire. Le

premier, l , est positif, car le ménisque est concave par rapport au liquide. Le rayon r est compté négativement. La courbure totale de la surface liquide est de $(1/l - 1/r)$. La pression capillaire dans le liquide est donc $\Delta P = \gamma(1/l - 1/r)$. La pression dans le liquide est plus faible que dans la phase externe de vapeur. La force capillaire est :

$$F = 2\pi\gamma l - \pi l^2 \Delta P \quad (\text{I.27})$$

On introduit l'angle de remplissage β (Figure I.18), qui décrit la position de la ligne de contact entre les trois phases (sphère solide, liquide, air). Avec la géométrie de la figure. I.18, les expressions des deux rayons de courbure sont :

$$r = \frac{R_1(1 - \cos \beta) + D}{(\cos(\theta_1 + \beta) + \cos \theta_2)} \quad (\text{I.28})$$

$$l = R_1 \sin \beta - r[1 - \sin(\theta_1 + \beta)] \quad (\text{I.29})$$

où R_1 est le rayon de la sphère, D est la distance entre la sphère et la surface plane, θ_1 et θ_2 sont les angles de contact du ménisque. En intégrant les deux équations dans l'équation I.27 de la force F , on obtient l'expression suivante :

$$F = \pi\gamma R_1 \sin \beta [2 \sin(\beta + \theta_1) + R_1 \sin \beta (\frac{1}{r} - \frac{1}{l})] \quad (\text{I.30})$$

Les calculs décrits ci-dessus sont plutôt délicats à effectuer. Heureusement, une expression approximative peut être obtenue pour $R_1 \gg l \gg r$. Tout d'abord, on suppose que la surface du ménisque du liquide dans la direction parallèle à l'axe de symétrie est décrite par un cercle de rayon r . Cette approximation est appelée approximation circulaire ou toroïdale. La deuxième approximation consiste à dire que $l \gg r$. Cette approximation est valable quand $R_1 \gg r$. Le rayon r est de l'ordre de la longueur de Kelvin. Ainsi, sauf quand les sphères sont de dimensions nanoscopiques ou quand la pression de vapeur est très proche de la saturation, cette approximation est valide. A partir de ces deux approximations, on peut simplifier l'équation de la force capillaire F :

$$F = 2\pi R_1 (2c - \frac{D}{r}) \quad (\text{I.31})$$

avec

$$c = \frac{\cos(\theta_1 + \beta) + \cos(\theta_2)}{2} \quad (\text{I.32})$$

La force capillaire décroît linéairement avec la distance inter-particule D .

Dans le cas d'un ménisque entre deux sphères, on peut appliquer directement cette formule pour calculer la force capillaire. En général, quand les deux sphères sont de tailles différentes, R_a et R_b . On remplace simplement le R_1 dans l'équation par le rayon effectif R^* :

$$R^* = \frac{R_a R_b}{R_a + R_b} \quad (\text{I.33})$$

Cas des particules rugueuses Les interprétations présentées ci-dessus sont valables pour les surfaces lisses, alors que dans la réalité, les surfaces des particules ont toujours une certaine

rugosité (Figure I.19). Tabor *et al.* ont réalisé la première observation de la contradiction entre les valeurs théoriques de la force capillaire entre deux sphères et les résultats expérimentaux. L'explication de cette différence par Tabor est liée à la rugosité de la surface des particules [58].

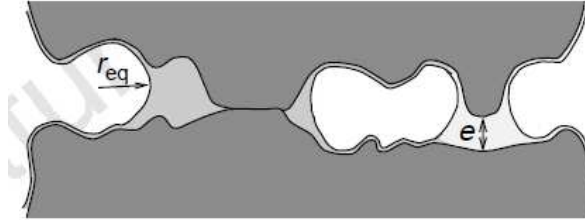


Fig. I.19: Présentation schématique du ménisque formé entre des aspérités de la surface dans la zone de contact entre deux billes.

Une étude plus détaillée de la force capillaire entre deux sphères rugueuses est effectuée par Halsey et Levine [59], en fonction de la quantité V du liquide non volatil présent dans le contact. Trois régimes différents sont introduits dans leur modélisation : (i) Régime d'aspérité : très peu de liquide, la force capillaire est dominée par l'ensemble du liquide au niveau d'une seule ou de quelques aspérités au contact entre deux particules ; (ii) Régime de rugosité : le liquide remplit partiellement les aspérités au contact ; (iii) Régime sphérique : quand l'amplitude latérale du liquide dépasse une distance d (schéma droite sur la Figure I.20), on atteint la saturation du liquide dans le contact. La zone de mouillage ne dépend que de la courbure macroscopique de la particule. Les calculs de la force capillaire F dans ces trois régimes sont présentés dans Tableau I.1.

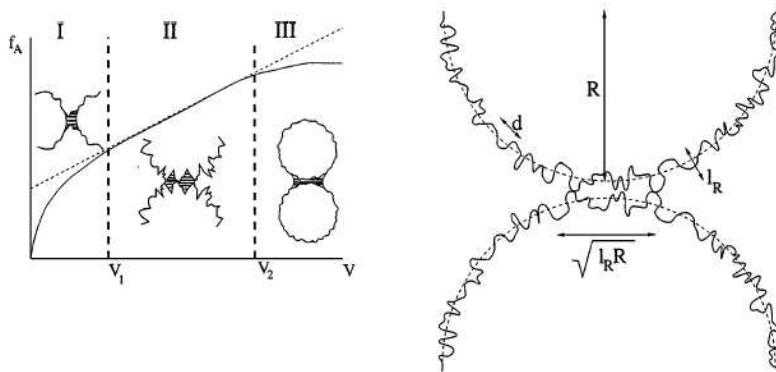


Fig. I.20: Force capillaire entre deux sphères, R est le rayon de la particule, d et l_R sont deux paramètres qui définissent la rugosité du matériau [59].

Quand deux particules sphériques s'approchent suffisamment dans une atmosphère de vapeur, il se forme un ménisque de liquide entre les 2 sphères, dont la courbure moyenne doit être en tout point égale à l'inverse du rayon de Kelvin r_K , on l'appelle " pont capillaire ". Avec ce pont capillaire, les deux particules adhèrent grâce à la force d'attraction due à la pression de Laplace à l'intérieur du liquide, qui est inférieure à la pression du vapeur dans l'atmosphère.

Plusieurs études ont montré que la force d'attraction entre deux sphères de verre reliées par un pont capillaire ne correspond pas tout à fait à la valeur théorique donnée par l'équation I.30,

Tab. I.1: Régimes de forces vs volume du liquide.

Régime	Volume du liquide	Force capillaire
Régime d'aspérité	$V < l_R d^2$	$F \sim \frac{\Gamma V_1}{l_R^2} \left(\frac{V}{V_1} \right)^{(2-\chi)/(2+\chi)}$
Régime de rugosité	$l_R d^2 < V < l_R^2 R$	$F \sim \frac{\Gamma V}{l_R^2}$
Régime sphérique	$V > l_R^2 R$	$F = 2\pi\Gamma R$

cette différence peut s'expliquer par la rugosité de la surface des particules puisqu'elles sont jamais parfaitement lisses [58].

I.3.4 Force d'adhésion

Une fois les particules en contact, la force capillaire devient négligeable devant la force d'adhésion, exprimée par :

$$F_{\text{adh}} = F(D = 0) = 4\pi\gamma c R^* \quad (\text{I.34})$$

Cette force d'adhésion dépend seulement du rayon de la particule et de la tension superficielle du liquide. Elle ne dépend pas du rayon de courbure du ménisque.

I.3.5 Pont solide

Les ponts solides constituent une autre forme d'interaction possible entre particules (Figure I.21). Contrairement aux ponts capillaires, à base de liquide, les ponts solides sont dus à des phénomènes de recristallisation, de précipitation ou de molécules jointives entre les particules. La liaison créée est donc beaucoup plus forte. La nature chimique des liaisons est variable, par exemple la précipitation d'ions d'un matériau dissous ne conduisant pas aux mêmes interactions que la présence de molécules assurant une cohésion entre particules. Lors de l'évaporation de l'eau et donc de la solidification du pont capillaire, la force d'attraction exercée entre les particules peut atteindre jusqu'à 400 fois le poids du pont capillaire.

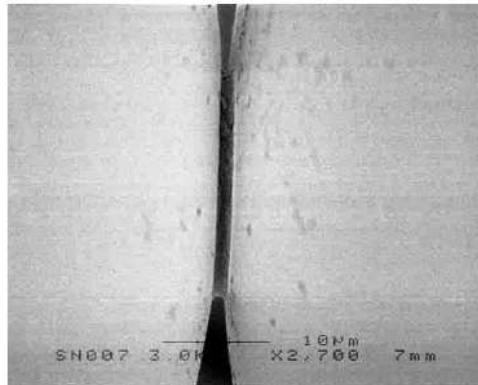


Fig. I.21: Image MEB d'un pont solide entre deux billes de silice [60].

I.4 Stabilité d'un tas granulaire

On se pose toujours la question à propos d'un tas granulaire : est-ce qu'il est stable ? A quel endroit va-t-il devenir instable ? Pour un tas sec, on peut verser les particules sur un plan et mesurer l'angle critique de repos θ_r . Pour la limite d'instabilité, c'est l'angle maximum de stabilité θ_m qui donne l'indication. A la plage, on sait bien qu'il faut de l'eau pour faire un château de sable. L'humidité augmente la cohésion du milieu granulaire de façon significative. Nous allons faire une étude bibliographique sur l'origine de la stabilité du tas et comment la cohésion joue sur la stabilité.

I.4.1 Approche de Mohr-Coulomb

Les matériaux granulaires sont souvent considérés avec trois "états" possibles : l'état solide, l'état liquide et encore l'état transitoire entre les deux. La rhéologie d'écoulement dense du milieu granulaire peut être reliée à la friction solide. On peut considérer un tas de matériaux granulaires comme un solide, donc le mouvement du tas peut être interprété par une friction statique ou dynamique contre la surface d'un substrat au contact tas/surface. Nous présentons ici les lois de frottement proposées par Coulomb en 1776, utilisées pour la caractérisation du frottement entre particules.

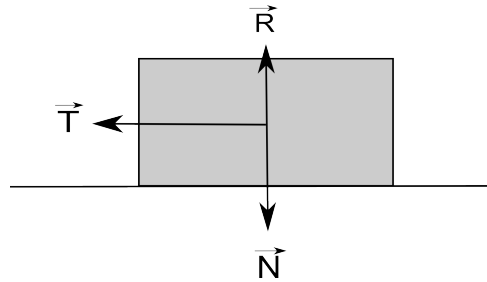


Fig. I.22: Solide sur une surface plane horizontale.

Considérons un solide de poids N posé sur un plan horizontal. Pour mettre le solide en mouvement, il faut lui appliquer une force tangentielle T . Cette force tangentielle est indépendante de l'aire apparente de contact entre le solide et la surface plane. Le quotient de la force tangentielle T par la force normale N est appelé le coefficient de friction statique.

$$\frac{T}{N} = \mu_s \quad (\text{I.35})$$

Lorsque le solide glisse sur la surface, il faut considérer le coefficient de frottement dynamique. Ce coefficient est généralement inférieur au coefficient statique.

$$\frac{T}{N} = \mu_d \quad (\text{I.36})$$

Si on incline progressivement le plan sur lequel repose le solide, celui-ci reste immobile tant que la composante normale du poids multipliée par le coefficient de frottement statique est supérieure à sa composante tangentielle (Figure I.23).

La valeur critique de l'inclinaison θ pour laquelle le solide se met en mouvement s'écrit :

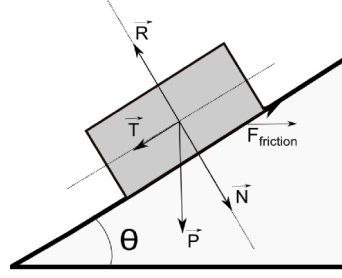


Fig. I.23: Solide sur une surface plane inclinée.

$$T = N \tan \theta \quad (\text{I.37})$$

Ici $\tan \theta = \mu_s$, l'angle θ est appelé l'angle de frottement. Une analyse de Mohr-Coulomb montre alors que l'angle maximum de stabilité d'un tas granulaire est tout simplement $\theta_m = \theta$ [61]. Si on ajoute la cohésion C entre le solide et la surface plane, dans ce cas là, le solide se met en mouvement quand :

$$T = N \tan \theta + C \quad (\text{I.38})$$

Dans un milieu granulaire, la mesure de l'angle pour lequel un tas est au repos donne une estimation de l'angle de friction statique du matériau granulaire. L'angle de déstabilisation du tas donne une estimation du coefficient de friction dynamique.

I.4.2 Exemple d'un tas granulaire mouillé

Bien que de nombreuses études expérimentales sur les mesures et analyses des 3 angles caractéristiques ont été réalisées pour comprendre la stabilité des milieux granulaires, il y a peu de résultats théoriques sur la modélisation et la prédiction de ces 3 angles sauf par des simulations de Dynamique Moléculaire. Une des ces approches est celle de Albert *et al.* [62] pour la prédiction de l'angle de repos et de l'angle d'avalanche d'un tas de billes sphériques. Le modèle est plus ou moins simple : pour un empilement compact aléatoire de particules, si on prend un ensemble de 3 sphères en contact les unes avec les autres, et si on ajoute la 4^{ème} à la surface de ce triangle de 3 particules, la stabilité de cette particule ne dépend que de l'arrangement des 3 particules en dessous. La pente locale du tas θ est définie comme étant l'angle entre le plan passant par la tangente des 3 sphères de base et le plan horizontal (voir Figure I.24). La sphère au sommet reste stable avec l'augmentation progressivement de θ jusqu'à $\theta_c(\phi)$ qui dépend de l'orientation relative des 3 sphères décrite par l'angle ϕ où $\phi = \frac{\pi}{3} - \phi'$ ($0 < \phi' < \frac{\pi}{3}$). S'il n'y a pas de forces de cohésion ou de friction, l'angle maximum de stabilité de la sphère au-dessus peut être calculé simplement en fonction de ϕ .

$$\theta_c(\phi) = \arctan \frac{1}{\sqrt{8} \cos(\pi/3 - \phi)} \quad (\text{I.39})$$

Comme ϕ est aléatoire pour un tas de particules, on considère que l'angle critique du tas sera donné par l'angle obtenu en calculant la moyenne de $\theta_c(\phi)$.

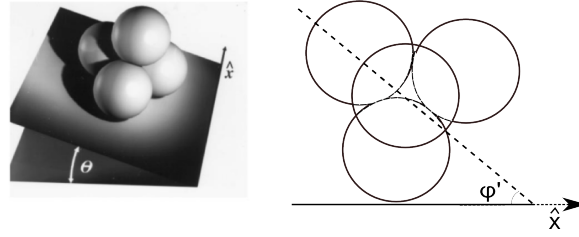


Fig. I.24: (a) Géométrie de l'ensemble de 4 sphères, θ est l'angle d'inclinaison du tas ; (b) Vue de dessus du tas [62].

$$\theta_c = (\pi/3) \int_0^{\pi/3} \theta_c(\phi) d(\phi) = 23,8^\circ \quad (\text{I.40})$$

On trouve que cette valeur critique est en bon accord avec la valeur expérimentale de l'angle maximum de stabilité θ_m d'un tas de billes de verre ou de plastique, soit $\theta_m = 22^\circ$ [45]. La différence entre les deux valeurs peut être due à la friction entre les particules. Quand il y a de la cohésion dans le milieu granulaire, la sphère du sommet aura une force de cohésion avec les sphères du dessous avec lesquelles elle est en contact. Par conséquent, la stabilité de cette bille au sommet résulte de l'équilibre entre la gravité, la friction et la cohésion. Une expression de la stabilité est alors donnée par :

$$\frac{G}{F} = \frac{\sin \beta_2}{\sin(\gamma_1 + \gamma_2)} \left(\frac{\sin \gamma_2}{\tan(\beta_1 - f)} + \frac{\sin \gamma_1}{\tan(\beta_3 - f)} \right) - \cos \beta_2 \quad (\text{I.41})$$

Où G est la force de gravité de la particule du sommet, F est la force de cohésion, et les angles β_i, γ_i sont définis de la façon suivante :

$$\cos \beta_i = \frac{\sqrt{3}}{3} [\sqrt{2} \cos \theta - \sin(\phi + \alpha_i) \sin \theta] \quad (\text{I.42})$$

$$\cos \gamma_1 = \frac{\sin^2 \beta_1 + \sin^2 \beta_2 + \sin^2 \theta \sin^2 \phi}{2 \sin \beta_1 \sin \beta_2} \quad (\text{I.43})$$

$$\cos \gamma_2 = \frac{\sin^2 \beta_2 + \sin^2 \beta_3 + \cos^2(\theta - \frac{\pi}{6}) \sin^2 \phi}{2 \sin \beta_2 \sin \beta_3} \quad (\text{I.44})$$

ici $i = 1, 2, 3$, $\alpha_1 = -\pi/2$, $\alpha_2 = \pi/6$, $\alpha_3 = \pi/3$ et $f = \arctan(\mu)$, μ étant le coefficient de friction. D'après cette équation, l'angle maximum de stabilité θ_c augmente linéairement de 20° jusqu'à 90° quand le rapport $(\frac{F}{G})$ atteint 1. Cela ne correspond pas au résultat expérimental qui est autour de 31° .

Nowak *et al.* considèrent que cette contradiction vient de l'hypothèse du modèle précédent qui est que le tas granulaire humide se casse à la surface. Ils ont donc développé un modèle modifié basé sur celui de Albert *et al.* pour prédire l'angle maximum de stabilité d'un tas granulaire en présence d'un pont liquide entre les particules (Figure I.25).

Dans ce modèle, deux hypothèses sont faites :

1. dans un tas humide, l'avalanche se produit à une certaine profondeur alors qu'elle se

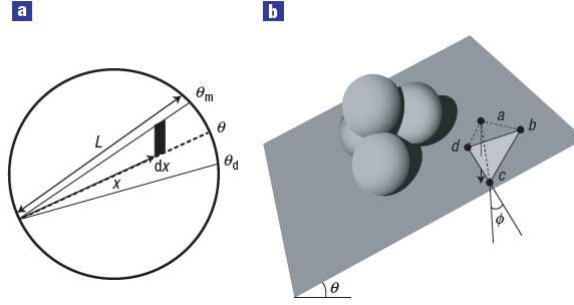


Fig. I.25: (a) Schéma du modèle Nowak, L est la longueur de la surface du tas ; (b) Modèle de 4 sphères de Albert *et al.* [62].

produit à la surface dans le cas d'un tas sec ;

2. on considère qu'un pont liquide est formé dans tous les contacts particule-particule.

On connaît l'équation de la force capillaire due aux ponts capillaires :

$$F_c = \alpha \pi \gamma r \quad (\text{I.45})$$

α est une constante non dimensionnée qui dépend de la taille et de la forme du pont liquide ; γ est la tension superficielle du liquide et r est le rayon de la particule. Quand la sphère du sommet s'incline progressivement, les ponts liquides supportent exactement le poids de la partie de sphère qui n'est pas supportée par la force normale. Pour une particule, la contribution moyenne de la force capillaire résultant des ponts capillaires est donnée par $F_c / \sqrt{24} \tan \theta_d$ avec θ_d l'angle de repos pour un tas granulaire sec. Par conséquent, pour un tas en empilement compact aléatoire avec une fraction d'empilement de f_p , la contrainte de cisaillement sur la force capillaire par unité de surface est calculée selon l'équation suivante :

$$\tau_{\text{cap}} = \frac{F_c}{\sqrt{24} \tan \theta_d} \left(\frac{3f_p}{4\pi r^3} \right)^{2/3} \quad (\text{I.46})$$

Cette contrainte doit équilibrer la contrainte de cisaillement due au poids du volume des billes de longueur d_x et largeur de W , qui est donnée par $Mg \sin(\theta - \theta_d)$. La contrainte due à ce poids s'écrit :

$$\tau_{\text{poids}} = x \rho f_p \sin(\theta_m - \theta) \sin(\theta - \theta_d) / \cos \theta_d \quad (\text{I.47})$$

Avec une approximation de petits angles ($\sin \theta \approx \theta$ quand θ est petit), on trouve que la condition d'équilibre de ces deux contraintes s'exprime par :

$$\left(\frac{\theta_m - \theta_d}{2} \right)^2 = \left(\frac{9\pi}{16f_p} \right)^{\frac{1}{3}} \left(\frac{\alpha \cos \theta_d \gamma}{\sqrt{24} \tan \theta_d \rho g r L} \right) \quad (\text{I.48})$$

ou encore,

$$\theta_m - \theta_d = \sqrt{\left(\frac{9\pi}{2f_p} \right)^{\frac{1}{3}} \left(\frac{\alpha_0 \cos \theta_d \gamma}{\sqrt{6} \tan \theta_d \rho g r L} \right)} \quad (\text{I.49})$$

Avec cette équation, Nowak et al. ont montré que le modèle est en bon accord avec les résultats expérimentaux.

I.4.3 Vieillessement

Le coefficient de friction statique μ_s est influencé par plusieurs paramètres : la température, l'humidité et le temps durant lequel le tas est mis au repos appelé "temps d'attente" [63]. Dans ce travail, nous nous intéressons aux deux derniers paramètres, la température étant maintenue constante.

Cette évolution temporelle du comportement en friction avec le temps est connue comme le phénomène de vieillissement du coefficient de friction μ_s . Le temps d'attente t_w peut varier de quelques secondes jusqu'à plusieurs jours. Dans la littérature, plusieurs mécanismes sont proposés pour expliquer ce phénomène. Restagno *et al.* ont montré une forte augmentation de l'angle maximum de stabilité du tas θ_m avec l'évolution du temps d'attente t_w dans un tas granulaire de particules rugueuses humides [63], [64]. Sur la Figure I.26, on peut observer que dans une atmosphère sèche (3% d'humidité relative), l'évolution du temps d'attente t_w n'a pas d'influence sur l'angle d'avalanche θ_m , alors que pour les cas à 23% HR et à 43% HR, θ_m augmente rapidement avec t_w . Ils ont interprété ce phénomène comme étant dû au développement graduel des ponts capillaires entre particules avec le temps d'attente au repos, c'est à dire que plus on attend, plus il se forme des ponts capillaires au niveau des aspérités sur les particules [65].

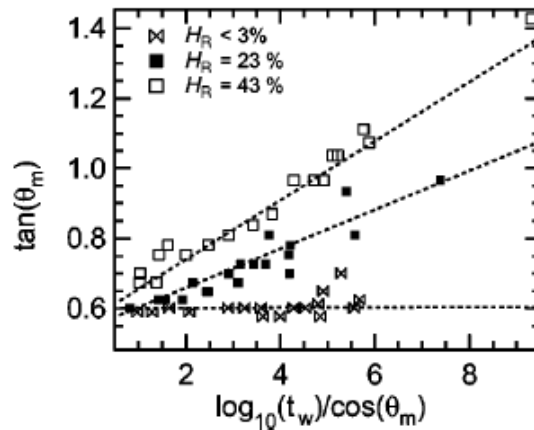


Fig. I.26: Evolution temporelle de l'angle d'avalanche θ_m d'un tas de billes de verre de 200 μm de diamètre dans différentes conditions d'humidité en fonction du temps d'attente [64].

Le vieillissement du milieu granulaire immergé dans un liquide a été étudié par Gayvallet *et al.*. D'après les expériences dans différents liquides, ils ont mis en évidence une augmentation de l'angle d'avalanche en fonction du temps d'attente d'un tas de billes de verre immergé dans l'eau qui est due à une corrosion chimique verre/eau [66].

Conclusion

En conclusion, l'écoulement du milieu granulaire polydisperse en tambour tournant fait intervenir plusieurs phénomènes intéressants : l'écoulement dynamique à la surface, la ségrégation et la cohésion des particules, qui sont en relation avec la variation de la vitesse du tambour, le ratio de diamètre des particules mélangées et l'humidité relative. L'étude du comportement du milieu granulaire polydisperse nous impose donc la compréhension de la friction solide-solide, de l'écoulement granulaire monodisperse et de l'influence de propriétés des particules sur l'écoulement granulaire. Généralement, les phénomènes observés et étudiés sur un milieu granulaire polydisperse en tambour tournant correspondent au cas d'un mélange d'une fraction volumique ou massique proche. Dans ce travail en revanche, nous sommes intéressés à un cas spécial : l'effet des particules très fines sur l'écoulement granulaire en tambour tournant. Est-ce que les comportements observés sont universels pour une fraction très faible de particules fines ? Malheureusement, peu d'études sont réalisées sur cet aspect. L'étude de l'influence de particules fines à faible concentration sur l'écoulement granulaire en tambour tournant va donc être réalisé par des expériences en deux étapes :

- l'étude d'écoulement du milieu granulaire monodisperse ;
- l'influence des particules fines sur l'écoulement.

Dispositif expérimental et méthode de mesure

Dans ce chapitre, nous allons présenter la configuration expérimentale étudiée dans ce travail : l'écoulement granulaire dans un tambour tournant horizontal. Les caractéristiques des particules utilisées et la méthode de mesure seront aussi décrites.

II.1 Choix d'une configuration tambour tournant 3D

Il existe plusieurs méthodes pour mesurer l'angle d'avalanche d'un tas granulaire, nous avons choisi la configuration d'un tambour tournant cylindrique horizontal. Les expériences en tambour tournant sont réalisées dans de nombreuses études car cette géométrie présente plusieurs avantages :

- Le système de tambour tournant permet de mettre ?uvre facilement une auto-alimentation des matériaux en continu, qui permet de reproduire les expériences un grand nombre de fois sans recharger en matériau.
- Il est possible de varier la vitesse de rotation du tambour et donc d'observer la dynamique de l'écoulement granulaire aux temps courts.

Comme indiqué dans le chapitre 1, différentes géométries de tambour tournant sont utilisées dans les recherches expérimentales concernant les milieux granulaires : tambour 2D pour visualiser sur la paroi la totalité des phénomènes qui se produisent dans le milieu granulaire et suivre les particules individuelles par analyse d'images ; tambour 3D long pour observer la ségrégation axiale des particules. Dans ce travail, nous avons utilisé un tambour tournant 3D court (Diamètre = Longueur).

II.2 Montage expérimental

Le dispositif expérimental est schématisé Figure II.1. Nous reprenons le principe de celui de Restagno *et al.* [67]. Les billes de verre sont introduites dans un tambour tournant ($D=L=10$ cm) dont l'axe horizontal est alimenté par un moteur synchrone qui permet de varier la vitesse de rotation du tambour depuis une vitesse très basse (0,0001 tours par minute (tr/min) jusqu'à une grande vitesse de l'ordre de 2000 tours par minute (tr/min)(référence du moteur : AKM23D AN CNAA, Kollmorgen). Le cylindre est en acier inoxydable afin d'éviter la corrosion lors des

expériences en atmosphère humide. Il est fermé par deux plaques en verre, percées en leur centre d'un trou circulaire de 2 cm. Les faces avant et arrière ont été choisies en verre pour permettre une détection optique des avalanches à la surface libre du milieu. Le cylindre repose sur des galets en duralumin, entraînés par le moteur par l'intermédiaire d'une courroie et de roues crantées. En tenant-compte du rapport des diamètres des roues crantées, la vitesse de rotation du cylindre peut être réglée entre 1 et 20 tours par minute (tr/min). L'ensemble constitué par le cylindre et son système de mise en mouvement est monté sur un socle de duralumin surélevé par quatre pieds de 4 cm.

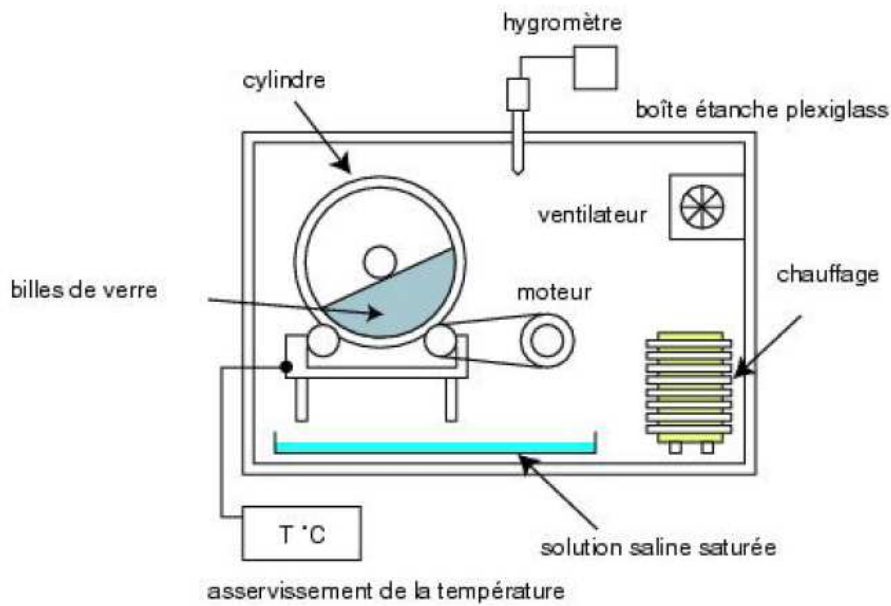


Fig. II.1: Système expérimental de tambour tournant pour la mesure d'angle de l'avalanche d'un tas granulaire [67].

Pour mieux contrôler les conditions expérimentales, le tambour tournant est placé dans une enceinte quasi fermée en plexiglass. La boîte est un parallélépipède rectangle constitué de plaques de plexiglass de 5 mm d'épaisseur. Les dimensions de la boîte sont 80 cm × 40 cm × 40 cm. La température est contrôlée par un système de chauffage. Une résistance est installée dans l'enceinte et alimentée par une boîte de consigne à l'extérieur, une sonde à résistance de platine PT100 est collée sur le support métallique du tambour et reliée à la boîte de consigne pour donner l'indication de la température en temps réel dans l'enceinte. La régulation de température par un PID aux coefficients optimisés automatiquement assure une température constante de $29 \pm 0.1^\circ\text{C}$ dans l'enceinte. Nous avons choisi de travailler à cette température afin d'obtenir une meilleure isolation de l'ambiance extérieure. Un autre raison est qu'avec cette température, l'humidité relative est plus facile à contrôler en utilisant des solutions salines (méthode présentée ci-après).

Un récipient plastique contenant une solution saline saturée en sel est placé dans l'enceinte pour contrôler l'humidité relative. Un hygromètre de précision $\pm 1.5\% \text{HR}$ (série T900 DOST-MANN Electronic) est placé sur la paroi de la boîte afin d'enregistrer l'évolution d'humidité relative pendant les expériences. Une sonde d'hygromètre portable est placée à l'intérieur du tambour par le trou au centre pour vérifier l'humidité dans le tambour. A l'intérieur de la boîte,

un ventilateur assure l'homogénéité de la température et de l'humidité. Une caméra numérique (Tamron AF Aspherical) est placée face au tambour cylindrique pour enregistrer les images. Une lampe est placée à 45° sur le côté gauche de l'enceinte pour éclairer la surface du tas granulaire et un fond noir est mis en place sur la face arrière du tambour pour accentuer le contraste d'image.

Cette enceinte est fixée sur une table en acier dans une salle d'expérience fermée afin d'éviter le plus possible les vibrations du tambour et obtenir une meilleure isolation thermique. Un programme de pilotage avec le logiciel LABVIEW permet d'imposer différentes vitesses de rotation au tambour et d'enregistrer l'évolution de l'angle de la surface du tas granulaire. La figure II.2 montre une vue d'ensemble du montage expérimental.



Fig. II.2: Montage expérimental.

II.2.1 Tambour tournant

Dans ce travail, nous avons utilisé un tambour tournant en acier inoxydable avec une dimension de 10 cm de diamètre D et 10 cm de longueur L . Le tambour est constitué d'un cylindre et deux plaques de verre de diamètre de 10 cm.

Le matériau d'acier inoxydable est choisi pour minimiser l'usure des matériaux lors du brassage de billes de verres sachant que le verre est un matériel dur (dureté Mohs du verre : 5.5). Une étude sur la morphologie de la surface interne du tambour a été effectuée pour connaître son état de surface et surtout sa rugosité.

L'interféromètre (Veeco Instruments, Wyko, Cambridge, Royaume-Uni) est un dispositif optique destiné à mesurer la topographie des surfaces. Une source de lumière blanche est divisée en deux faisceaux distincts dont l'un est réfléchi sur la surface étudiée avant de toucher le capteur CCD détecteur de charge, et l'autre est réfléchi par le miroir de référence du détecteur CCD. Quand ils sont recombinaés, les deux faisceaux créent une série de bandes blanches et foncées appelées franges qui composent un interférogramme. Ces franges peuvent être associées et converties en lignes sur une carte topographique. Le microscope est relié à un transducteur

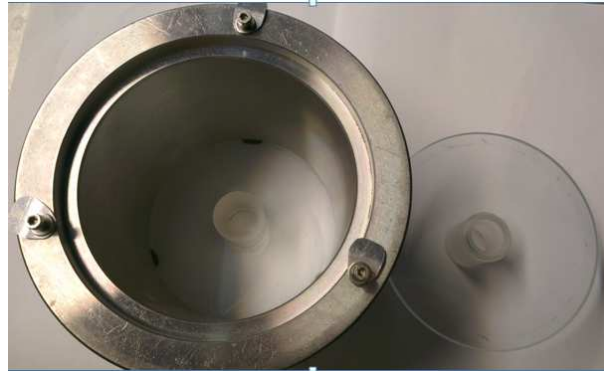


Fig. II.3: Tambour tournant.

piézo-électrique qui sert à déplacer l'échantillon en z et examiner la hauteur de la surface, commandé par un micro-calculateur. Les données recueillies par cette méthode se composent de coordonnées de points dans les directions x , y et z qui créent une représentation en trois dimensions de la surface après reconstruction. La Figure II.4 présente le schéma du principe de l'interféromètre.

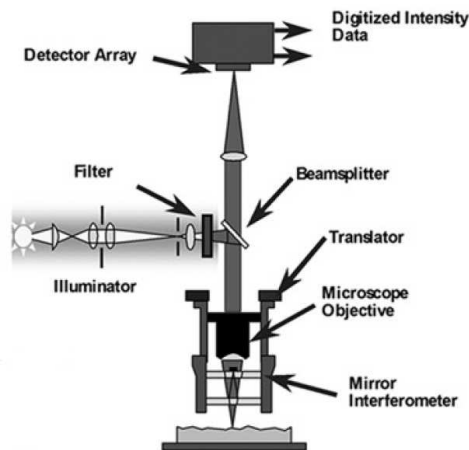


Fig. II.4: Schéma de principe du fonctionnement de l'interféromètre Veeco utilisé [68].

Un échantillonnage de 5 cm^2 de la surface intérieure du tambour est effectué par un moulage de celle-ci en utilisant du silicone Siflo qui est un matériau d'impression de haute qualité. Une fois la surface moulée, la réplique est caractérisée avec l'interféromètre pour obtenir des informations topographiques en 2D et 3D sur la paroi intérieure du tambour tournant.

On remarque que la surface de la paroi interne du tambour n'est pas tout à fait plane, des stries sont présentes due à l'usinage pendant la fabrication du cylindre. Elles sont dans le sens longitudinal du tambour (schéma sur Figure II.5). Les mesures topographiques en 2D (Figure II.5) d'un échantillon d'environ 2 mm^2 montrent que la surface a une rugosité de quelques micromètre selon la direction X et de 5 à 15 micromètres selon l'axe y , due aux stries. A cause de la présence des stries, la rugosité est plus grande dans le sens transversal. Malgré cela, cette rugosité est relativement négligeable pour les grosses billes de $250 \mu\text{m}$. Au contraire, certaines

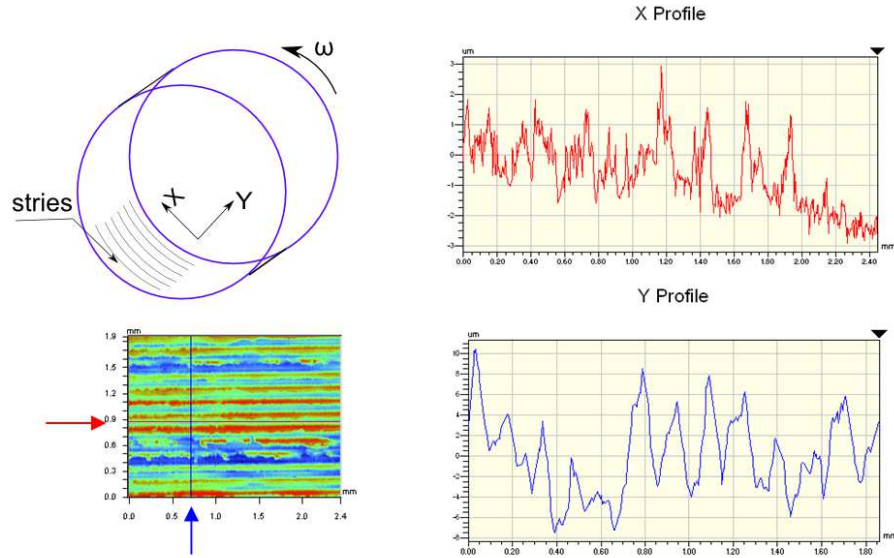


Fig. II.5: A gauche : image topographique de la surface intérieure du tambour d'une zone de $1.9 \text{ mm} \times 2.4 \text{ mm}$; à droite : mesure de la rugosité selon les directions X et Y.

particules fines pourront se retrouver bloquées entre les aspérités. Une représentation en 3D de la surface intérieure du tambour est présentée sur la Figure II.6.

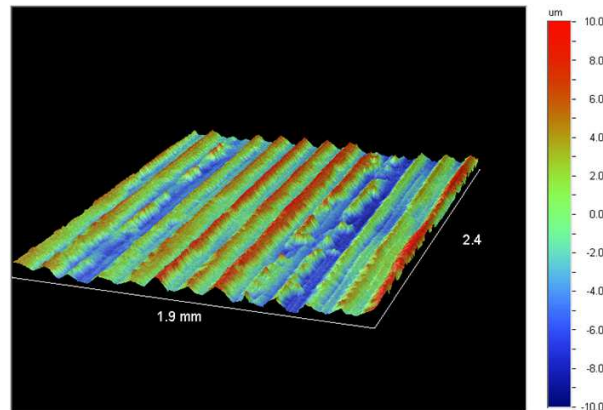


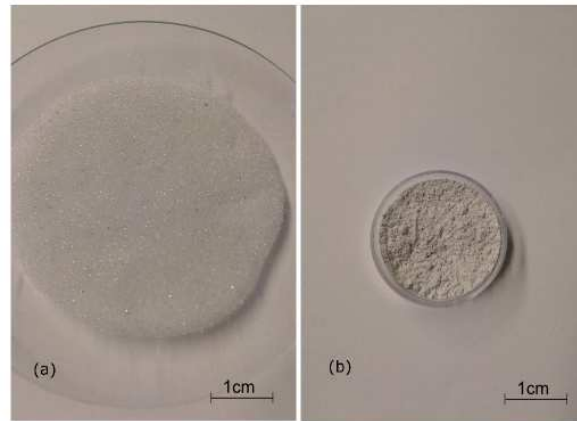
Fig. II.6: Profil 3D de la surface intérieure du tambour mesuré par interférométrie optique.

II.2.2 Matériaux

Dans ce travail, des billes de verre de densité 2500 kg/m^3 (Sigmund Lindner) sont utilisées. Nous avons choisi des billes de verre de diamètre moyen $250 \mu\text{m}$ pour toutes les expériences en tambour tournant. Des billes de verre de diamètre moyen $5 \mu\text{m}$ sont utilisées comme particules fines (Figure II.7). Les billes de verre ont une composition chimique de 71.6% de SiO_2 , 13.8% de Na_2O , 9.28% de CaO , 4.25% de MgO et 0.07% d'impureté. La sphéricité des billes est autour de 0.89 d'après la fiche technique du fournisseur.

Tab. II.1: Caractéristiques des deux gammes de billes de verre

Type de lot	Densité(kg/l)	$d_{\text{moyen}}(\mu\text{m})$
BV250	2.5	250
BF10	2.5	5

Fig. II.7: (a) Billes de verre BV250 $d_{\text{moyen}} = 250\mu\text{m}$, (b) Billes de verre fine $d_{\text{moyen}} = 5\mu\text{m}$.

Dans ce travail, nous avons choisi d'utiliser directement les billes de verre telles que reçues sans faire de tamisage afin d'avoir des échantillons polydisperses. L'utilisation des particules polydisperses permet de réaliser des expériences qui correspondent plus au processus réel puisque le plus souvent, on travaille avec des matériaux polydisperses dans l'industrie du broyage. Afin de connaître la répartition de taille des billes, une étude statistique de granulométrie de ces deux échantillons a été effectuée par le fournisseur. La Figure II.8 montre les deux histogrammes, celui de la gamme BV250 et celui de BF10. On voit que la largeur de la distribution de taille de BF10 est grande, et le diamètre moyen est proche de $5\mu\text{m}$. Néanmoins, les deux histogrammes ne se recouvrent pas ; la gamme BV250 ne contient pas de particules fines de moins de $150\mu\text{m}$. Donc dans la suite de ce travail, ces billes pourront bien décrire un mélange de grosses billes comportant des particules fines. Nous considérons que le diamètre moyen de BV250 est de $250\mu\text{m}$ et celui de BF10 est de $5\mu\text{m}$.

Etat de surface Il est bien connu qu'il est très difficile d'avoir une surface lisse sauf à effectuer des procédures spéciales de fabrication. La rugosité des particules est un paramètre important du milieu granulaire car elle influence fortement la coulabilité du tas. Nous avons effectué une mesure de la rugosité des billes BV250 par Microscopie à Force Atomique (AFM).

La Microscopie à Force Atomique est un type de microscopie à sonde locale. Elle est souvent utilisée pour visualiser la topographie de la surface d'un échantillon dans différentes conditions environnementales (sous vide, en milieu liquide ou à l'ambiante). Une pointe de taille micrométrique, le plus souvent en silicium, fixée à l'extrémité d'un micro-levier, lui-même fixé à un tube piezo-électrique, balaye la surface de l'échantillon. Les déplacements de la pointe dans les 3 directions de l'espace sont enregistrés.

Il existe trois modes de travail de la pointe d'AFM [69] :

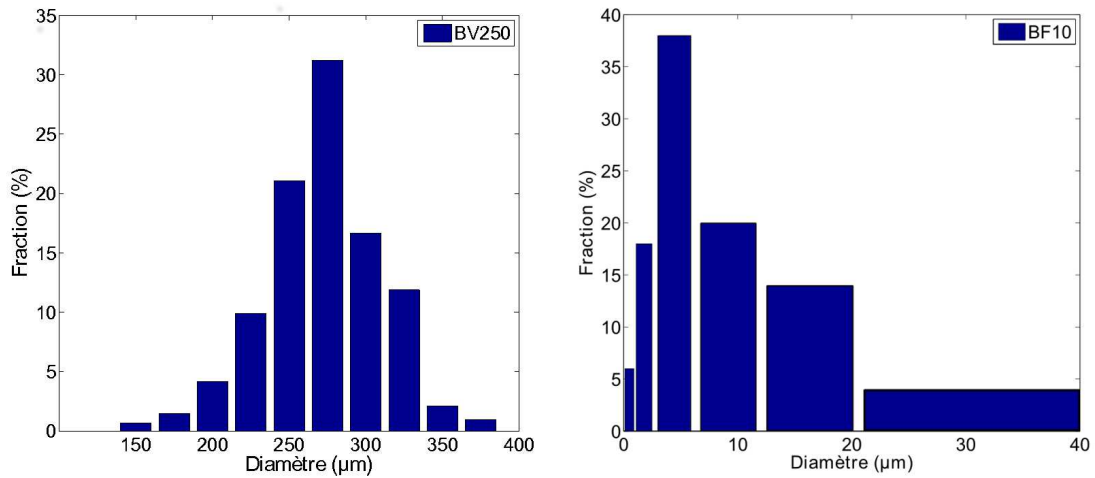


Fig. II.8: Histogramme du diamètre des deux types de billes utilisées dans ce travail : (a) BV250 ; (b) BF10.

- **Mode contact**- la pointe est en contact avec la surface. Les cortèges électroniques des atomes se repoussent. Le levier est dévié d'une hauteur telle que la force d'appui reste constante.
- **Mode tapping**- de loin le plus utilisé, le levier vibre à une centaine de kHz. Lorsque la pointe interagit avec la surface, l'amplitude de la vibration décroît parce que la fréquence s'éloigne de la résonance.
- **Mode non-contact**- la pointe est attirée. Les forces attractives étant très faibles, il faut travailler à basse température et sous vide pour éviter l'humidité et l'agitation thermique.

Les billes de verre sont transparentes et lisses. Afin d'avoir une connaissance de l'état de surface et la forme de bille, le microscope optique est utilisé pour l'observation de la surface de bille de verre de la gamme BV250. D'après l'observation AFM (Figure II.9), la surface des grosses billes de verre a plutôt une rugosité de l'ordre de quelques centaines de nanomètres lorsqu'on l'observe sur une longueur de 10 μm. Localement, il y a des aspérités ponctuelles de quelques nanomètres.

Bien que les billes de verre soient toutes commandées chez le même fabricant, il risque d'y avoir des différences entre les lots de particules (rugosité, distribution de taille, etc), nous avons donc travaillé avec un seul lot de billes de verre dans toutes les expériences de ce travail.

II.2.3 Protocole expérimental

Pour les expériences en milieu granulaire, il faut bien spécifier le protocole expérimental puisque plusieurs facteurs comme l'humidité et le temps d'attente influencent les résultats. Nous décrivons ici le protocole expérimental de la mesure de l'angle d'avalanche du tas que nous avons suivi. Ce protocole est basé sur celui suivi par Restagno [67].

1. Introduction de 200 g des billes de verre dans le tambour, ce qui correspond à une hauteur de remplissage de 2,2 cm, et un angle de remplissage de 53°.
2. Rotation lente du tambour (~ 1 tr/min) pendant 24 heures pour obtenir l'uniformisation

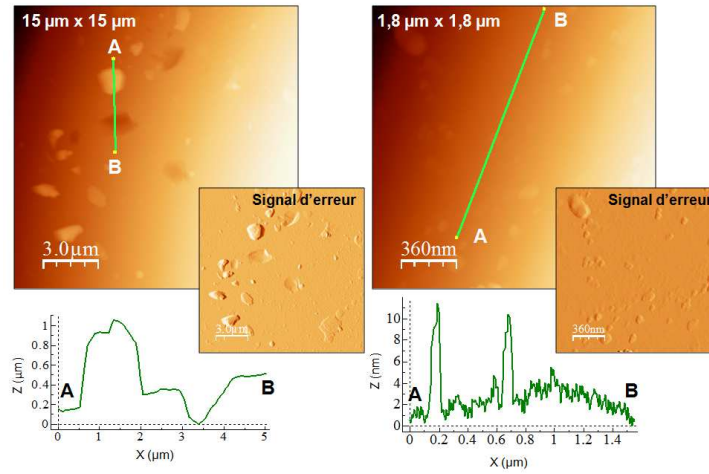


Fig. II.9: Image topographique AFM de la surface d'une bille de verre BV250 avec un profil de rugosité pris le long de AB, gauche : image d'une surface $15\mu m \times 15\mu m$; droite : image d'une surface $1,8\mu m \times 1,8\mu m$.

en température et en humidité dans l'enceinte et à l'intérieur du tas.

3. Arrêt de la rotation lente et brassage du tas par rotation du tambour avec une vitesse rapide (5 tr/min) pendant 30 secondes.
4. Après le brassage, reprise la rotation lente à une vitesse fixée (ω) et pré-mesure de l'angle d'avalanche en laissant le tambour finir un tour complet de 360° . Cette étape permet de trouver l'angle maximum du tas qui correspond à l'angle d'avalanche, et l'angle minimum du tas. Avec ces deux valeurs, on arrive à déterminer l'angle de référence θ_{ref} pour les mesures suivantes qui est environ inférieur de 0.5° à l'angle maximum obtenu dans la pré-mesure.
5. Avec la même vitesse de rotation (ω), rotation lente du tas jusqu'à l'angle de référence θ_{ref} et arrêt de la rotation pendant 3 secondes, qui correspond au temps d'attente, puis reprise de la rotation dans le même sens à la même vitesse jusqu'à l'avalanche. Mesure de l'angle d'avalanche θ_m et de l'angle de repos θ_r .
6. Cette mesure des deux angles est répétée 100 fois et l'angle d'avalanche et l'angle de repos pour ces conditions expérimentales sont obtenus en prenant la valeur moyenne de ces 100 mesures.

Pour les expériences en présence des particules fines, différentes quantités de particules fines sont ajoutées dans un tas de grains BV250 de 200 g et mélangées délicatement en utilisant une spatule. Avec les quantités utilisées (au maximum 1% en masse), La hauteur de remplissage n'est pas modifiée.

Ce protocole est suivi pour des vitesses de rotation ω comprises entre 0.05 tr/min et 10 tr/min. Quand la vitesse de rotation ω dépasse une certaine valeur, la transition de régime se produit et l'écoulement continu est observé pendant les mesures. Les particules coulent en continu à la surface du tas et le protocole expérimental est modifié pour mesurer l'angle dynamique de repos du tas granulaire. On mesure l'angle moyen d'écoulement à la surface du tas à l'étape de pré-mesure (étape 4). Dans l'étape 5, après 3 secondes de temps d'attente, on laisse le tas en

rotation pendant 1 minute ce qui donne une valeur d'angle dynamique. Cette étape est ensuite répétée 5 fois pour obtenir une valeur moyenne de l'angle dynamique du repos θ_{dyn} .

II.3 Méthode d'analyse

La mesure de l'angle d'écoulement du milieu granulaire est très sensible à différents paramètres expérimentaux tels que les propriétés des particules, la rugosité de la surface de contact, les conditions environnementales, le taux de remplissage, etc. Dans ce travail, nous nous intéressons surtout à l'effet des particules très fines, donc nous avons essayé de contrôler les autres des paramètres.

II.3.1 Capture et analyse d'image

Grâce à la plaque de verre transparente fermant le côté du tambour, la mesure de l'angle d'avalanche θ_m du milieu granulaire est obtenue à partir d'un enregistrement filmé de la face avant en temps réel avec une caméra numérique. Un programme écrit sous Labview permet de mesurer l'angle du tas directement sur l'image à l'écran (voir Figure II.10).

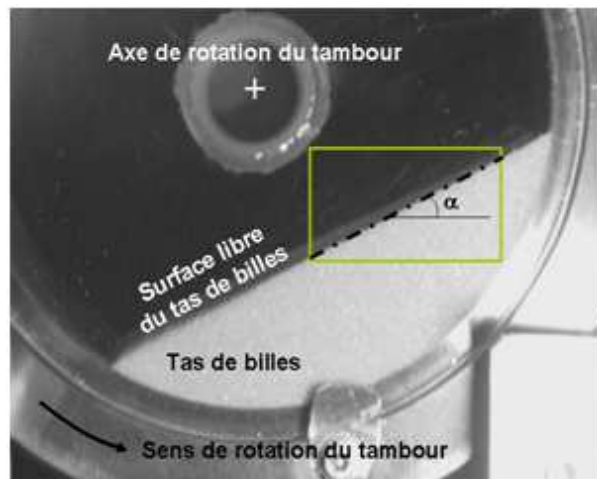


Fig. II.10: Mesure de l'angle d'un tas de billes de verre dans le tambour tournant.

II.3.2 Mise en place de la source de lumière

Comme la détection automatique de l'angle du tas dépend fortement du niveau de lumière, les valeurs d'angle d'avalanche peuvent varier significativement pour un même tas de billes en fonction de la position de la source de lumière (voir Figure II.11).

Nous avons choisi 4 positions différentes de la source d'éclairage : (1) position 1 : la lampe se situe sur le côté gauche perpendiculairement à la vitre qui ferme le cylindre ; (2) position 2 : la lampe se situe toujours à gauche du cylindre mais avec un angle de 45° ; (3) position 3 : la lampe se situe en face du cylindre, dans l'axe du tambour ; (4) position 4 : la lampe se trouve à droite, perpendiculairement à la vitre. Pendant ces tests d'éclairage, nous avons observé que la position 3 et la position 4 ont un effet de relief important, c'est à dire qu'il y a trop de lumière

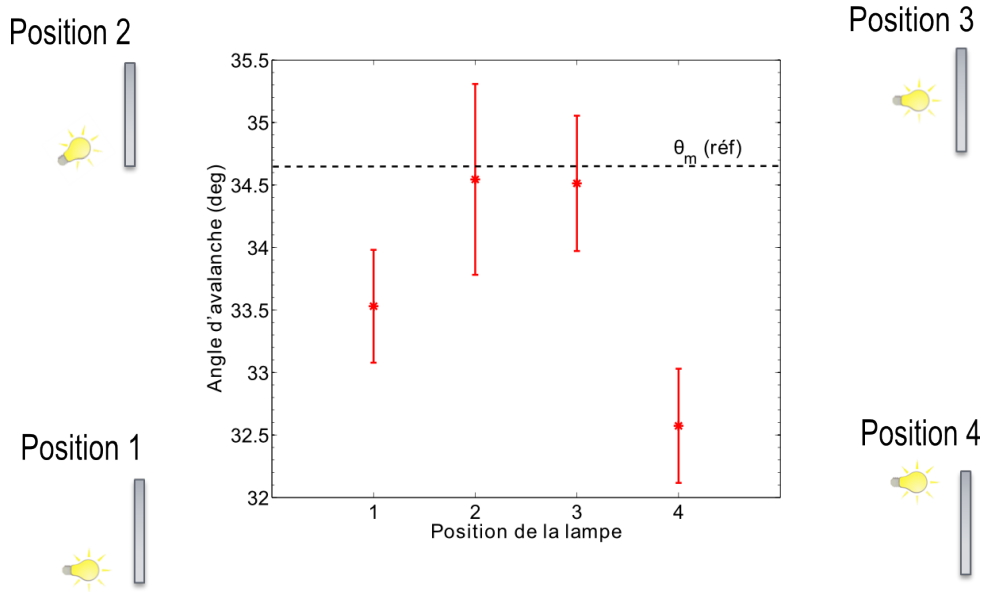


Fig. II.11: Influence de la position de lampe sur les mesures d'angle d'avalanche.

qui traverse la face avant du cylindre et la surface arrière du tas est aussi éclairée ce qui rend la détection des points moins précise. Après avoir comparé notre mesures d'angle d'avalanche avec celle de Restagno *et al.* ($\theta_m(\text{réf})$ sur la figure. II.11) qui est à 34.62° [64], les positions 2 et 3 semblent plutôt raisonnables. Pour éliminer cet effet négatif de la densité de lumière, la source de lumière est fixée de 45° à gauche du tambour avec une distance de 20 cm.

II.3.3 Choix de la zone de mesure

Une fois que l'image est capturée, il faut une méthode pour identifier la surface du tas et calculer la pente, c'est à dire l'angle de la surface par rapport à l'horizontale. Comme les billes de verre apparaissent en blanc sur l'image et le reste est noir, nous avons effectué un balayage horizontal pixel par pixel de l'image pour détecter la surface du tas et mesurer l'évolution de l'angle de la surface pendant la rotation du tambour. Nous ne pouvons pas créer simplement une pente à la surface du tas parce que d'une part la surface de tas des billes n'est pas parfaitement plane à cause du réarrangement des particules pendant la rotation du tambour et d'autre part, certaines billes de verre peuvent adhérer sur la plaque de verre et cela peut perturber la mesure. Il faut donc fixer une zone de mesure pour minimiser l'erreur de mesure. Dans le programme de pilotage, une zone de traçage de la pente rectangulaire de dimension $x = 30$ mm, $y = 25$ mm (rectangle vert sur la Figure II.10) reste fixée pendant toutes les expériences.

Quand une image est enregistrée dans le programme, un balayage horizontal des pixels dans la zone de traçage est effectué, comparant l'intensité de chaque point de la ligne avec une référence d'intensité qui est choisie au départ de l'expérience. Le premier point qui a une intensité supérieure à la référence sur chaque ligne de balayage est détecté et enregistré par un point rouge. Dès que le balayage de la zone est terminé, on obtient un nuage de points rouges dans la zone de mesure à partir duquel on détermine la pente par comparaison entre la ligne moyenne du nuage et l'horizontale. On détermine ainsi les différents angles recherchés. Pendant la mesure d'angle d'avalanche θ_m et l'angle dynamique de repos θ_{dyn} , cette pente suit

la surface du tas et enregistre l'évolution de l'angle du tas par rapport à l'horizontale.

II.3.4 Taux de remplissage

Le taux de remplissage, ou le degré de remplissage est aussi un paramètre influent dans le milieu granulaire. Plusieurs travaux ont montré que le taux de remplissage influence non seulement l'écoulement surfacique d'un tas granulaire mais aussi le phénomène de ségrégation dans un tambour tournant. D'après Liu *et al.*, la transition entre le régime d'avalanche et celui d'écoulement continu a lieu à des vitesses plus basses quand le taux de remplissage est plus élevé [18]. Par ailleurs D. Khakhar a montré qu'un milieu bidisperse a plus de tendance à ségréger dans un tambour à haut taux de remplissage élevé [40]. Dans ce travail, la quantité de billes de verre BV250 est fixée à 200 g pour toutes les expériences, cela donne un taux de remplissage fixé de 30%.

II.4 Contrôle de l'humidité relative

Les expérimentations dans les milieux granulaires peuvent être influencées par plusieurs paramètres expérimentaux, notamment par l'humidité relative de l'atmosphère. Plusieurs études ont été effectuées sur l'influence du taux d'humidité sur la mesure de l'angle d'avalanche d'un tas granulaire dans un tambour tournant. Une augmentation d'angle d'avalanche est observée quand le taux d'humidité relative augmente progressivement [64]. En effet, un fort taux d'humidité relative entraîne la formation de ponts liquides voire de ponts solides entre particules [60]. Cette formation de ponts capillaires introduit une augmentation de la cohésion entre les particules et par conséquent une augmentation de l'angle d'avalanche.

Il existe différentes méthodes pour fixer et contrôler l'humidité relative dans une enceinte fermée. Fraysse *et al.* [70] ont utilisé un dispositif dans lequel il est possible de faire d'abord le vide puis d'introduire une quantité bien maîtrisée de vapeur. Donc la pression de vapeur dans l'enceinte est précisément contrôlée, néanmoins cette pression est extrêmement sensible à la température dans l'enceinte.

Une autre méthode souvent utilisée en recherche et dans l'industrie est la technique des solutions salines saturées. Le principe de cette méthode repose sur la modification du potentiel chimique de l'eau quand des sels sont dissous, et l'humidité relative dépend directement du potentiel chimique du liquide. Comme on utilise les solutions saturées, la concentration de sel reste toujours constante et l'humidité relative ne dépend alors que de la température.

Pour préparer une solution saline saturée, il faut simplement mettre suffisamment de sel dans un grand récipient et ajouter de l'eau distillée dans le bac pour éviter les "impuretés" comme des ions qui pourraient influencer l'humidité finale.

Cette méthode est largement utilisée comme moyen de contrôle et de vérification des instruments de mesure de l'humidité relative, les hygromètres [71]. Pour une solution saturée, la pression de vapeur à l'équilibre est inférieure à celle trouvée pour l'eau pure et la loi d'évolution en fonction de la température est différente pour chaque sel. Pour certains sels, cette loi est telle que l'humidité relative correspondante reste pratiquement constante. La figure II.12 donne l'évolution de l'humidité relative de l'air avec des solutions salines saturées pour différentes températures. L'incertitude de la mesure d'humidité relative est de ± 2 à $\pm 4\%$ selon

Tableau 4 – Valeur du point fixe d'humidité relative pour différentes solutions salines saturées (d'après OIML)											
Température θ (°C)	Humidité relative U_w (%)										
	Solution (7) de fluorure de césium CsF	Solution (7) de bromure de lithium LiBr	Solution (7) de chlorure de lithium LiCl	Solution (7) d'acétate de potassium KCH ₃ CO ₂	Solution (7) de chlorure de magnésium MgCl	Solution (7) de carbonate de potassium K ₂ CO ₃	Solution (7) de bromure de sodium NaBr	Solution (7) d'iode de potassium IK	Solution (8) de chlorure de sodium NaCl	Solution (7) de chlorure de potassium KCl	Solution (7) de sulfate de potassium K ₂ SO ₄
5		7,4 ± 0,8	13 (3)		33,6 ± 0,3	43,1 ± 0,5	63,5 ± 0,7	73,3 ± 0,3	75,7 ± 0,3	87,7 ± 0,5	98,5 ± 0,9
10		7,1 ± 0,7	13 (4)	23,4 ± 0,5	33,5 ± 0,2	43,1 ± 0,4	62,2 ± 0,6	72,1 ± 0,3	75,7 ± 0,2	86,8 ± 0,5	98,2 ± 0,8
15	4,3 (1) ± 1,4 (2)	6,9 ± 0,6	12 (5)	23,4 ± 0,3	33,3 ± 0,2	43,2 ± 0,3	60,7 ± 0,5	71,0 ± 0,3	75,6 ± 0,2	85,9 ± 0,3	97,9 ± 0,6
20	3,8 ± 1,1	6,6 ± 0,6	12 (6)	23,1 ± 0,3	33,1 ± 0,2	43,2 ± 0,3	59,1 ± 0,4	69,9 ± 0,3	75,5 ± 0,1	85,1 ± 0,3	97,6 ± 0,5
25	3,4 ± 0,9	6,4 ± 0,5	11,3 ± 0,3	22,5 ± 0,3	32,8 ± 0,3	43,2 ± 0,4	57,6 ± 0,4	68,9 ± 0,2	75,3 ± 0,1	84,3 ± 0,3	97,3 ± 0,5
30	3,0 ± 0,8	6,2 ± 0,5	11,3 ± 0,2	21,6 ± 0,5	32,4 ± 0,1	43,2 ± 0,5	56,0 ± 0,4	67,9 ± 0,2	75,1 ± 0,1	83,6 ± 0,3	97,0 ± 0,4
35	2,7 ± 0,6	6,0 ± 0,4	11,3 ± 0,2		32,1 ± 0,1		54,6 ± 0,4	67,0 ± 0,2	74,9 ± 0,1	83,0 ± 0,3	96,7 ± 0,4
40	2,4 ± 0,5	5,8 ± 0,4	11,2 ± 0,2		31,6 ± 0,1		53,2 ± 0,4	66,1 ± 0,2	74,7 ± 0,1	82,3 ± 0,3	96,4 ± 0,4
45	2,2 ± 0,4	5,7 ± 0,4	11,2 ± 0,2		31,1 ± 0,1		52,0 ± 0,5	65,3 ± 0,2	74,5 ± 0,2	81,7 ± 0,3	96,1 ± 0,4
50	2,1 ± 0,4	5,5 ± 0,3	11,1 ± 0,2		30,5 ± 0,1		50,9 ± 0,6	64,5 ± 0,3	74,6 ± 0,9	81,2 ± 0,3	95,8 ± 0,5
55	2,0 ± 0,4	5,4 ± 0,3	11,0 ± 0,2		29,9 ± 0,2		50,2 ± 0,7	63,8 ± 0,3	74,5 ± 0,9	80,7 ± 0,4	
60	2,0 ± 0,4	5,3 ± 0,3	11,0 ± 0,3		29,3 ± 0,2		49,7 ± 0,8	63,1 ± 0,3	74,4 ± 0,9	80,3 ± 0,4	
65	2,1 ± 0,4	5,3 ± 0,2	10,9 ± 0,3		28,5 ± 0,2		49,5 ± 0,9	62,5 ± 0,3	74,2 ± 0,9	79,9 ± 0,5	
70	2,2 ± 0,5	5,2 ± 0,2	10,8 ± 0,3		27,8 ± 0,3		49,7 ± 1,1	61,9 ± 0,4	74,1 ± 0,9	79,5 ± 0,6	
75	2,4 ± 0,6	5,2 ± 0,2	10,6 ± 0,4		26,9 ± 0,3		50,3 ± 1,3	61,4 ± 0,4	74,0 ± 0,9	74,9 ± 0,7	
80	2,6 ± 0,8	5,2 ± 0,2	10,5 ± 0,4		26,1 ± 0,3		51,4 ± 1,5	61,0 ± 0,5	73,9 ± 0,9	78,9 ± 0,8	

(1) Valeur du point fixe de l'humidité.
(2) Incertitude avec laquelle est connu le point fixe.
(3) Dispersion des données de 11,2 % à 14,0 %.
(4) Dispersion des données de 11,3 % à 14,3 %.
(5) Dispersion des données de 11,3 % à 13,8 %.
(6) Dispersion des données de 11,1 % à 12,6 %.
(7) Valeur du point fixe selon L. Greenspan.
(8) Valeur du point fixe selon a) L. Greenspan de 5 à 45 °C ;
b) P.H. Huang et J.R. Wahlstone de 50 à 80 °C.

Fig. II.12: Humidité relative en fonction de la température pour différentes solutions salines saturées [71].

l'utilisation.

Dans ce travail, nous avons choisi 4 types de solution saline pour fixer l'humidité relative de manière plus au moins stable par rapport à la température pour atteindre différentes humidités relatives dans l'enceinte expérimentale (voir Tableau II.2). Les solutions salines sont préparées au moins 24h avant les expériences puisque certains sels se dissolvent dans l'eau avec une réaction très exothermique (ex : LiBr). Avant l'expérience, la solution saline est versée dans un bac de laboratoire de dimension de 250 × 190 × 65mm³ placé au milieu de l'enceinte pour assurer une grande surface de contact avec l'air et faciliter l'échange air-liquide.

Tab. II.2: Humidité relative de l'air pour les 4 solutions salines saturées utilisées dans ce travail

Sel	Humidité relative à 25°C (théorique)
Solution de bromure de lithium (LiBr)	6%
Solution d'acétate de potassium (KCH ₃ CO ₂)	23%
Solution de carbonate de potassium (K ₂ CO ₃)	43%
Solution de bromure de sodium (NaBr)	58%

Une fois que la solution saline saturée est mise en place dans l'enceinte, on ferme la boîte et une ventilation est mise en service pour homogénéiser l'atmosphère des essais. L'humidité relative dans l'enceinte a été capturée et vérifiée avec un hygromètre (T900, DOSTMANN ELECTRONIC). Nous avons utilisé un 2^{ème} hygromètre portable (Hygromètre TFA) qui peut être placé à l'intérieur du tambour à travers le trou au centre de la plaque de verre pour connaître

l'évolution d'humidité relative réelle dans le milieu granulaire. Comme cet appareil est moins précis, nous avons effectué une comparaison des valeurs données par les deux hygromètres afin d'être sûr de la valeur réelle de l'humidité pour la valeur théorique de 23%HR. Les deux sondes sont placées côte à côte contre la paroi de l'enceinte et l'évolution de l'humidité relative est enregistrée pendant 24 heures.

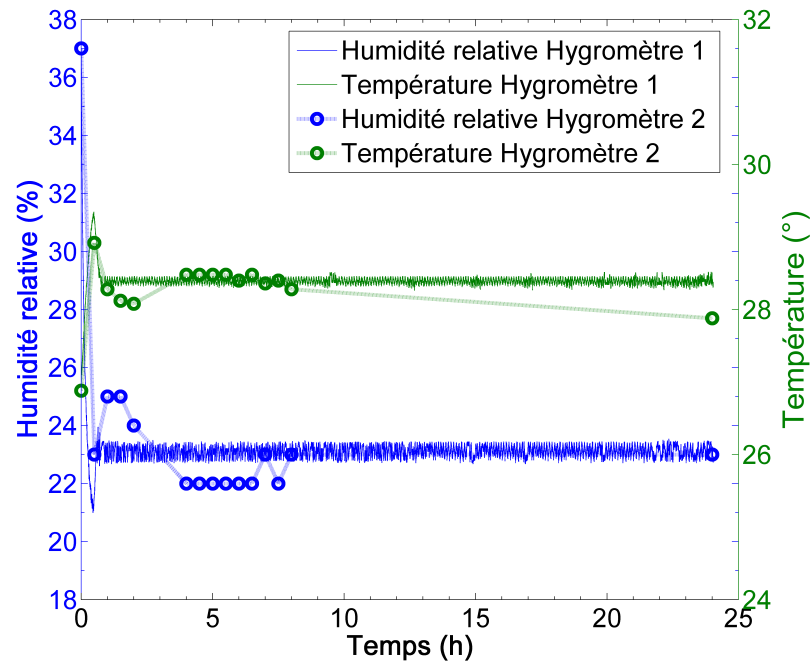


Fig. II.13: Comparaisons des mesures effectuées avec les deux hygromètres placées côte à côte dans l'enceinte à 23%HR à 29°C.

La Figure II.13 montre que les deux hygromètres donnent des valeurs d'humidité relative assez proches (voire identiques au bout de 5 à 7 heures), donc on considère que les deux sondes donnent des résultats comparables. Dans la suite des expériences, les valeurs mesurées par les deux hygromètres seront utilisées directement sans correction.

Avant de commencer les expériences avec différentes conditions atmosphériques, une comparaison entre la mesure d'humidité relative dans l'enceinte et à l'intérieur du tambour est réalisée pour vérifier si l'échange d'air est suffisant pour que le tas granulaire puisse se mettre dans les conditions désirées. D'après les mesures (Figure II.14), l'évolution de l'humidité relative apparaît synchrone à l'intérieur du tambour et dans l'enceinte. Il faut bien noter que le temps nécessaire de mise en équilibre de l'atmosphère dans l'enceinte après la mise en place de la solution saline saturée est de près de 5 heures. Une fois l'équilibre atmosphérique est établi, la température et l'humidité relative restent à une valeur constante tant que l'enceinte reste fermée. On observe que l'humidité relative à l'intérieur du tambour est légèrement plus faible que celle dans l'enceinte, c'est probablement dû au fait que géométriquement, l'échange d'air dans le tambour est plus difficile avec deux trous de 2 cm de diamètre. Mais comme ce décalage avec l'humidité relative à l'extérieur est relativement stable, il n'est pas problématique pour les mesures d'angles caractéristiques du milieu granulaire.

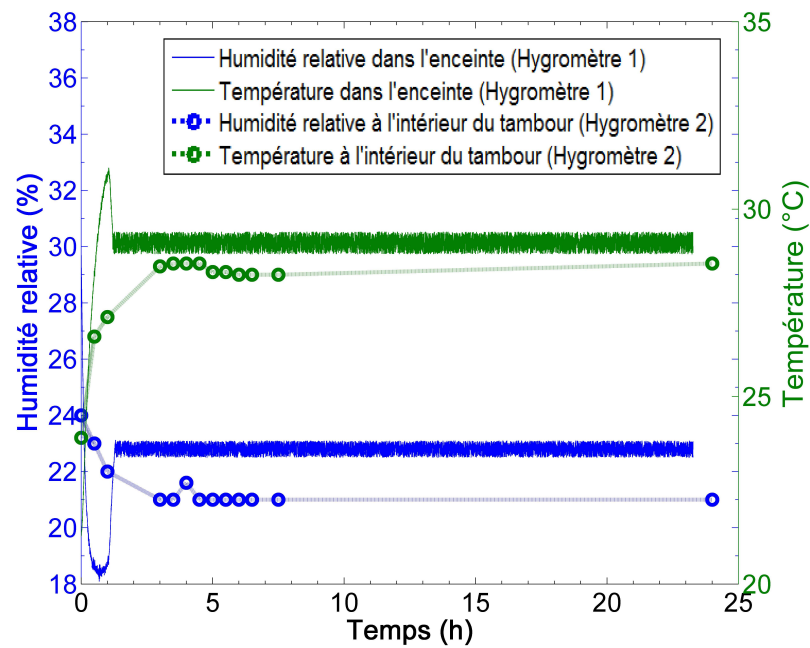


Fig. II.14: L'évolution d'humidité relative dans l'enceinte et à l'intérieur du tambour à 23%HR à 29°C.

Nous avons présenté la configuration expérimentale du tambour tournant et les méthodes de mesure utilisées dans ce travail. Pour les études expérimentales dans les milieux granulaire, la préparation du tas granulaire, la visualisation de la surface du tas et la méthode d'analyse d'image sont les trois aspects principaux. Nous allons maintenant présenter les résultats expérimentaux obtenus.

Chapitre III

Résultats

Cette partie vise à présenter les résultats obtenus par les mesures d'angle de surface du milieu granulaire en tambour tournant. Dans ce travail, nous avons étudié 3 facteurs influant sur la mesure d'angle caractéristique d'un tas granulaire : la vitesse de rotation ω , le pourcentage massique des particules fines BF10 ϕ ajoutées et l'humidité relative (6%, 23%, 43%, 58%), qui seront discutés en détail dans la suite du chapitre.

III.1 Expériences sans fine

Avant d'ajouter des particules fines de BF10, nous avons effectué plusieurs séries de mesure sur un tas granulaire ne comportant que des billes de verre BV250 en faisant varier la vitesse de rotation et avec différentes conditions d'humidité afin d'observer le comportement du tas dans différents régimes d'écoulement et étudier l'effet des paramètres influents.

Une fois le tas granulaire introduit dans le tambour, la rotation du tambour entraîne l'augmentation progressivement de l'angle de la surface du tas granulaire par rapport à l'horizontale, le tas se comporte comme un solide ; l'avalanche se produit au moment où la surface libre du tas se déstabilise, lorsque la cohésion ne suffit plus à retenir les particules par rapport à la gravité, pour un angle maximum de stabilité appelé *l'angle d'avalanche* θ_m . L'écoulement des particules se poursuit jusqu'à un équilibre ré-établi à un angle donné, *l'angle de repos* θ_r . L'augmentation de la vitesse de rotation du tambour réduit le temps d'intervalle entre deux avalanches et à partir d'une vitesse critique, l'avalanche des particules se produit en continu et le régime d'écoulement continu se présente, l'angle du tas dans ce régime est appelé θ_{dyn} . Comme décrit dans le chapitre 1, dans la littérature, de nombreux travaux étudient la transition entre le régime d'avalanche et le régime d'écoulement continu [15], [18].

Dans ce travail, nous avons étudié l'écoulement du milieu granulaire de billes de verre BV250 en variant la vitesse de rotation du tambour de 0,05 tr/min à 10 tr/min. Les mesures des angles caractéristiques θ_m et θ_r sont effectuées dans le régime d'avalanche et la mesure de θ_{dyn} dans le régime d'écoulement continu.

III.1.1 Avalanche

Le régime d'avalanche est un régime largement étudié dans les recherches portant sur les milieux granulaires puisque l'angle maximum de stabilité et l'angle minimum de stabilité mesurés dans ce régime peuvent donner des informations importantes sur les propriétés physico-chimiques du matériau granulaire : l'interaction entre les particules dans le tas, l'interaction entre particules et la paroi et notamment la coulabilité du milieu granulaire. Ce phénomène d'écoulement intermittent dépend fortement des conditions expérimentales comme la dimension du cylindre, le taux de remplissage, etc. Dans ce travail, l'avalanche se produit à des vitesses de rotation basses, entre 0,05 tr/min à 1 tr/min. La Figure III.1 ci-dessous montre une mesure d'angle du tas θ dans le régime d'avalanche à 0,05 tr/min à 6% HR. Dans toutes nos expériences, la température est fixée à 29° C.

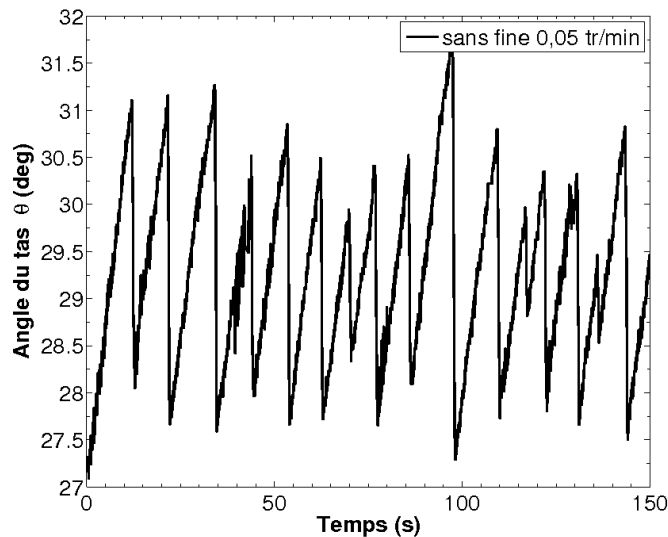


Fig. III.1: Régime d'avalanche d'un tas de billes BV250 à 0,05 tr/min avec 6% HR.

En poursuivant la rotation du tambour, le tas granulaire présente des avalanches intermittentes et l'observation montre que toutes les avalanches n'ont pas atteint le même angle maximum au sommet, ce qui est dû au ré-arrangement des particules dû à l'avalanche. A chaque cycle, l'organisation microscopique des grains est différente et donc θ_m varie légèrement [11].

Mesure d'angle d'avalanche et d'angle du repos Comme présenté dans le protocole expérimental dans le chapitre 2, à cause de la sensibilité au temps d'attente et à l'angle de référence de départ sur la formation des ponts liquides par condensation capillaire, la mesure d'angle maximum de stabilité du tas est réalisée après un temps de repos constant de 3 s à un angle légèrement inférieur à θ_m . La Figure III.2 présente une mesure typique des deux angles caractéristiques d'avalanche, θ_m et θ_r .

Pour chaque vitesse de rotation, 100 mesures d'angle d'avalanche sont effectuées et la valeur moyenne est obtenue avec une erreur de $\pm 0,25^\circ$.

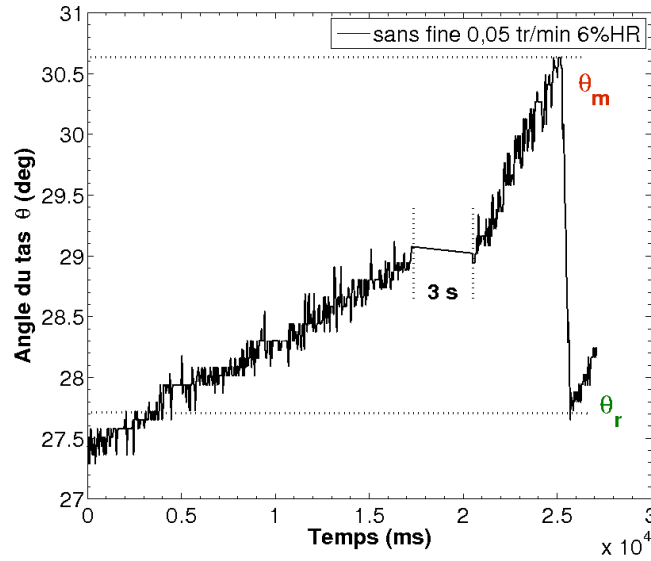


Fig. III.2: Mesure de l'angle d'avalanche θ_m et de l'angle du repos θ_r à 0,05 tr/min et 6% HR.

III.1.2 Écoulement continu

Quand la vitesse de rotation dépasse la valeur critique dans l'équation de nombre de Froude critique $F_{rc} = \frac{\omega_c^2 R}{g}$, les particules à la surface du tas s'écoulent en continu (régime d'écoulement continu). Ce régime est caractérisé par un écoulement uniforme et stable des certaines couches de particules à la surface du tas (zone active) tandis que le reste du tas (zone statique ou 'plug-flow') est entraîné en rotation par le tambour. Quand les particules se mettent en écoulement continu, l'échange des particules devient fréquent grâce au renouvellement rapide de la surface active. La Figure III.3 montre l'évolution de l'angle de la surface du tas θ_{dyn} dans le régime d'écoulement continu.

Quand le tambour tourne de plus en plus vite, la surface du tas commence à s'incurver et à prendre une forme de 'S'. C'est le régime d'écoulement continu à surface en S ou cascade. Dans ce travail, nous ne restons que dans le régime d'écoulement continu de précédent avec une vitesse de rotation du tambour inférieure à 10 tr/min.

Mesure de l'angle dynamique de repos Dans ce régime, les particules s'écoulent en continu à la surface du tas ce qui donne un angle de surface quasi constant. Pour effectuer la mesure de l'angle dynamique de repos θ_{dyn} , le tas est laissé en rotation pendant 60 s à une vitesse fixée et l'angle du tas est enregistré toutes les 10 ms. La mesure de θ_{dyn} est alors obtenue en calculant la moyenne des valeurs mesurées (Figure III.4).

Pour minimiser l'erreur sur la mesure de l'angle dynamique de repos, l'expérience est répétée 5 fois dans les mêmes conditions et la valeur moyenne calculée à partir de ces 5 mesures est prise comme θ_{dyn} du tas granulaire à cette vitesse.

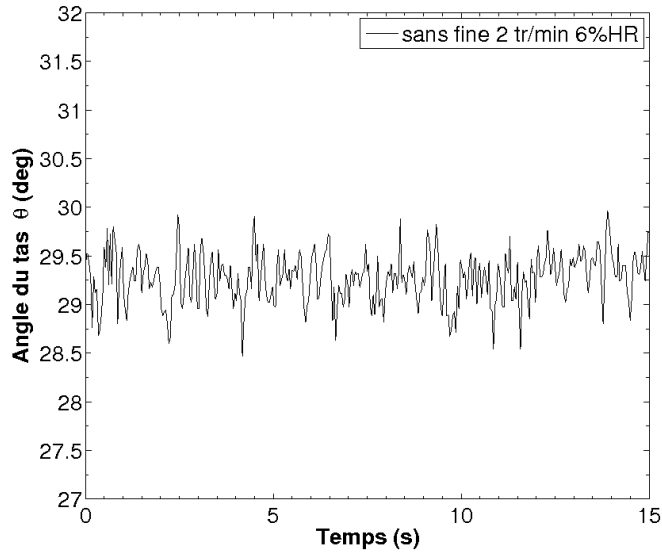


Fig. III.3: Régime d'écoulement continu d'un tas de billes de verre BV250 à 2 tr/min à 6% HR.

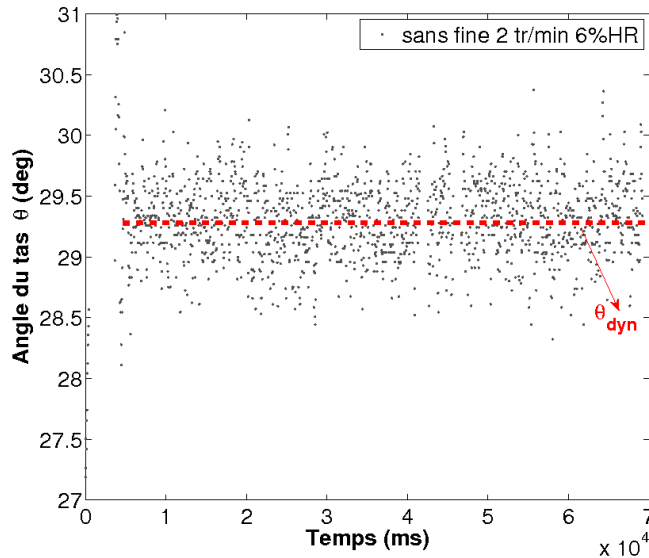


Fig. III.4: Mesure de l'angle dynamique de repos θ_{dyn} à 2 tr/min et 6% HR.

III.1.3 Transition avalanche/écoulement continu

La transition du régime d'avalanche au régime écoulement continu a été déjà étudiée par plusieurs groupes de recherche avec différentes géométries de montage, i.e. tambour tournant, boîte rectangulaire ([14], [18], [15]). Si Rajchenbach a observé que cette transition est hystérétique et dépend du sens de variation de la vitesse de rotation, Fischer *et al.* ont montré par la suite qu'il s'agissait plutôt d'un régime d'intermittence avec des transitions erratiques d'un mode d'écoulement à l'autre [14], [72]. Dans notre travail, toutes les expériences sont réalisées à vitesse croissante, augmentant progressivement de 0,05 tr/min à 10 tr/min. Comme Fischer

et al., nous obtenons que quand la transition de régime a lieu, les phénomènes d'avalanche et d'écoulement continu existent alternativement pendant la rotation du tambour (Figure III.5).

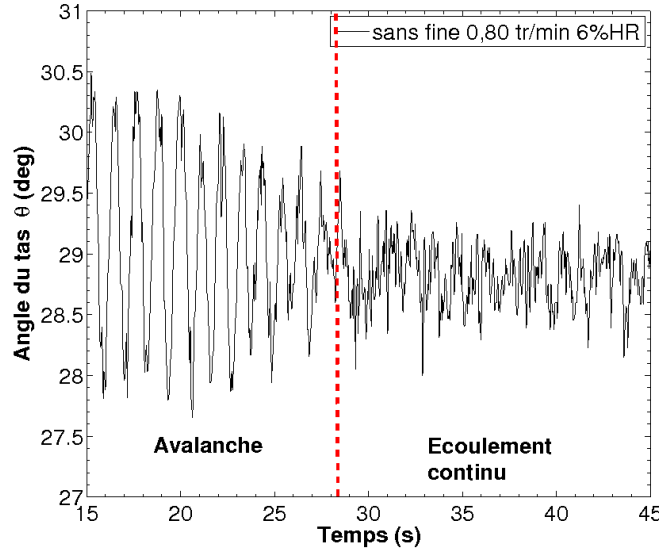


Fig. III.5: Transition de régime avalanche/écoulement continu d'un tas de billes de verre BV250 à 0,8 tr/min et 6%HR.

Comme discuté dans le chapitre 1, le nombre de Froude F_r est un paramètre utilisé pour caractériser la transition de régime dans les milieux granulaires. Cependant ce nombre F_r est fortement dépendant des conditions expérimentales. D'après Henein *et al.*, la vitesse de rotation du tambour, le taux de remplissage, le ratio entre le diamètre des particules d et celui du cylindre D , d/D , et les propriétés des particules (taille, forme) sont les quatre paramètres principaux qui déterminent la transition entre le régime d'avalanche et le régime d'écoulement continu [11]. Si les trois autres paramètres sont fixés constants dans l'expérience, la transition de régime ne dépend alors que de la vitesse de rotation. Lorsqu'on augmente la vitesse de rotation du tambour, l'intervalle entre deux avalanches, ou durée d'avalanche c'est-à-dire le temps entre deux angles maximum de stabilité (voir Figure III.1), diminue progressivement jusqu'à ce que cette durée devienne suffisamment petite et que les avalanches se produisent sans intermittence.

La durée d'avalanche correspond à la durée nécessaire pour que des particules de surface en haut du tas se déplacent vers le bas, et si dans cette période, la zone statique parvient à alimenter la zone active par le transport des particules, l'écoulement des particules à la surface devient continu. Nous présentons sur la Figure III.6 un exemple d'évolution de la durée d'avalanche en fonction de la vitesse de rotation du tambour. On note τ la durée d'avalanche. Au moment de la transition de régime, la durée d'avalanche mesurée est $\tau = 593$ ms. D'après la mesure d'avalanche, on obtient que $(\theta_m - \theta_r) = 2,7^\circ$. On trouve alors une vitesse d'avalanche de $\omega_c = \frac{(\theta_m - \theta_r)}{\tau} = 4,55^\circ/\text{s}$, ce qui correspond bien à la valeur obtenue expérimentalement pour la vitesse de transition qui est autour de 0,7 tr/min, soit $4,2^\circ/\text{s}$.

D'après la Figure III.6, la durée d'une avalanche diminue rapidement quand la vitesse de rotation augmente. Une fois qu'on atteint la vitesse critique de la transition de régime, le temps d'avalanche est autour de 500 millisecondes. Ensuite, dans le régime d'écoulement continu ce

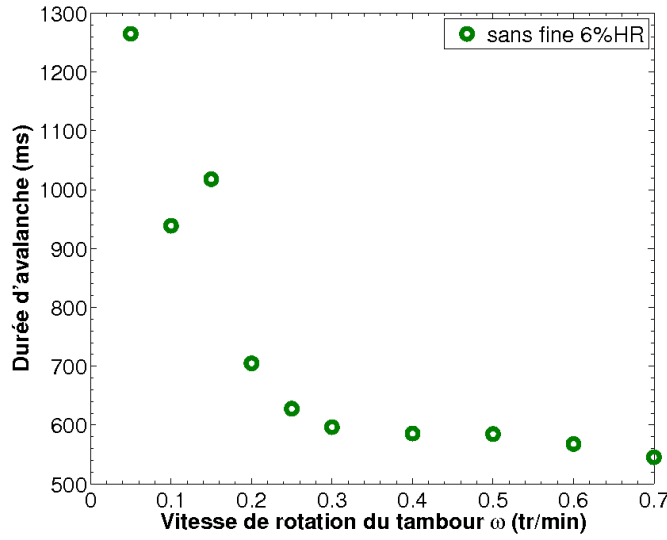


Fig. III.6: Évolution du temps d'avalanche d'un tas de billes BV250 en fonction de la vitesse de rotation à 6% HR.

temps d'avalanche reste toujours constant.

Fischer *et al.* [72] ont montré que la transition de régime se produit quand la dérivée de l'angle du tas θ atteint la vitesse de rotation, c'est à dire :

$$\dot{\theta} = \frac{d\theta}{dt} = \Omega \quad (\text{III.1})$$

où Ω est la vitesse de rotation du tambour en deg/s.

Liu *et al.* ont développé un modèle mathématique basé sur la théorie de Mellmann *et al.* pour la prédiction du nombre de Froude critique F_{rc} de la transition entre le régime d'avalanche et d'écoulement continu [18], [17]. D'après leur modèle, F_{rc} s'écrit :

$$F_{rc} = \frac{\omega_c^2 R}{g} = 8 \frac{d}{D \sin \epsilon^2} (\beta - \alpha)^2 \sin \beta \quad (\text{III.2})$$

avec

- ω_c la vitesse critique de transition (rad/s) ;
- R le rayon du cylindre (m)
- g l'accélération de gravité (m/s²)
- d le diamètre des particules (m)
- ϵ l'angle de remplissage (rad)
- α l'angle de repos (rad)
- β l'angle d'avalanche (rad)

D'après les résultats expérimentaux, Liu *et al.* ont observé que α et β dépendent l'un de l'autre, et la relation $\alpha = 0.65\beta + 8.75\pi/180$ a été obtenue. L'équation III.2 ci-dessus peut alors être modifiée et devient :

$$F_{rc} = 8 \frac{d}{D \sin \epsilon^2} \left(0.35\beta - \frac{8.75\pi}{180}\right)^2 \sin \beta \quad (\text{III.3})$$

Avec l'équation III.3, il suffit de calculer le ratio de diamètre d/D , l'angle de remplissage ε et l'angle β pour obtenir le nombre de Froude critique qui vaut 1×10^{-4} . En utilisant les paramètres de notre expérience (voir Tableau III.1), on obtient une vitesse critique de transition ω_c de 1 tr/min. Cette valeur est proche de la vitesse observée pour la transition de régime dans ce travail (voir Figure III.7).

Tab. III.1: Paramètres nécessaires pour le calcul du nombre de Froude critique de la transition avalanche/écoulement continu d'un tas de billes BV250

Ratio de diamètre d/D	Angle de remplissage ε	Angle d'avalanche θ_m
0.0025	53 °	32 °

En variant la vitesse de rotation du tambour de 0,05 tr/min à 10 tr/min, nous avons observé l'évolution de l'angle d'avalanche θ_m et de l'angle de repos θ_r dans le régime d'avalanche et de l'angle dynamique du repos θ_{dyn} dans le régime d'écoulement continu (voir Figure III.7). Dans le régime d'avalanche, θ_m et θ_r restent quasiment constants même si la vitesse de rotation est augmentée d'un facteur 20 de 0,05 tr/min à ~ 1 tr/min. En revanche, l'angle dynamique du repos θ_{dyn} augmente linéairement avec la vitesse de rotation dans le régime d'écoulement continu. Des résultats similaires ont été déjà présentés dans la littérature avec différents matériaux granulaires et conditions d'humidité. Par exemple Dury *et al.* ont étudié l'évolution des angles caractéristiques d'un tas de grains de moutarde (diamètre 1,7 mm et 2,5 mm) et d'un tas de billes de verre (diamètre 1.5 mm et 3 mm). Les auteurs n'ont pas spécifié la condition d'humidité dans leur travail, donc probablement l'humidité ambiante. L'angle d'avalanche et l'angle du repos restent constants avec une légère ondulation dans le régime d'avalanche [73]. Un autre exemple, en travaillant avec des billes de verre de diamètre de $0,5 \text{ mm} \pm 20\%$ et de $0,9 \text{ mm} \pm 11\%$ en présence du liquide de mouillage (huile d'hydrocarbure), Tegzes *et al.* ont observé une transition de régime avec une très légère diminution de l'angle d'avalanche et une augmentation de l'angle du repos quand la vitesse de rotation du tambour augmente, puis une transition brutale avec un changement d'angle qui dépend de la façon d'humidifier le milieu granulaire [74]. Plus récemment, Liu *et al.* ont montré que l'angle d'avalanche d'un tas de particules en acier ($d = 2,8 \text{ mm}$) augmente progressivement quand la vitesse de rotation augmente de 0,3 à 1 tr/min dans certaines conditions expérimentales (ratio taille de particule/dimension tambour d/D , taux de remplissage ε ...)

Sur la Figure III.7, chaque valeur d'angle d'avalanche et d'angle du repos est la valeur moyenne calculée à partir de 100 mesures, l'angle dynamique dans le régime d'écoulement continu est aussi une valeur moyenne de 5 expériences de mesure d'angle, chacune étant moyennée pendant 60 s.

Les mesures de l'évolution des angles caractéristiques du tas granulaire de billes BV250 sur la Figure III.7 correspondent bien avec d'autres résultats dans la littérature [72], [18], [73].

III.2 Expériences avec introduction de particules fines

Dans l'industrie du traitement des matériaux dans des domaines divers, on constate souvent des particules polydispersées. En recherche expérimentale, les groupes de recherche s'inté-

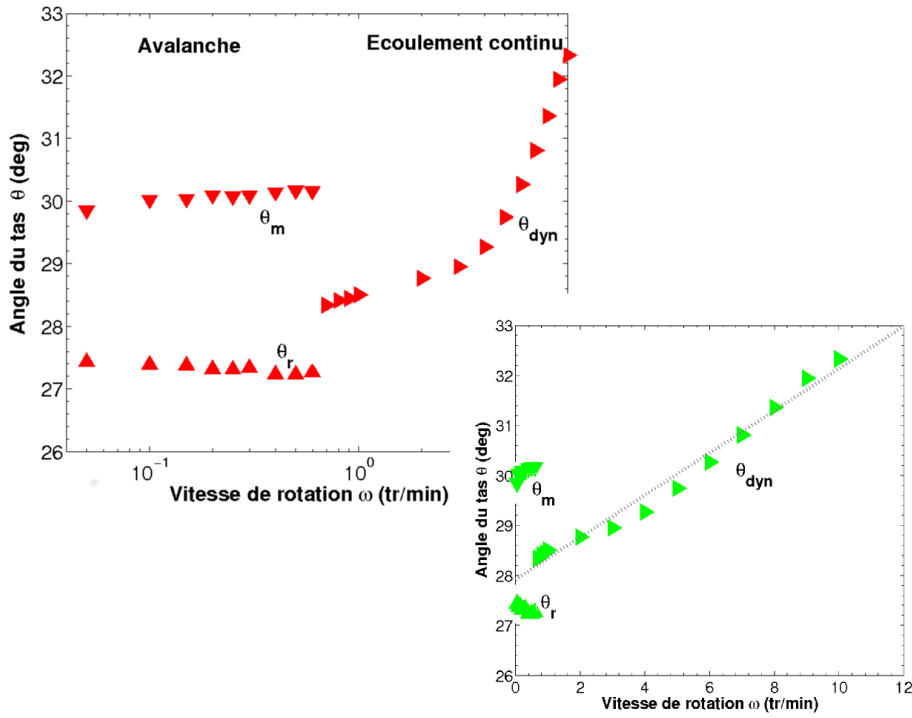


Fig. III.7: Évolution des angles θ_m , θ_r et θ_{dyn} d'un tas granulaire de billes BV250 en fonction de la vitesse de rotation du tambour à 6%HR (rouge échelle log-lin, vert échelle lin-lin).

ressent aux milieux granulaires bidispersés, voire aux mélanges ternaires. La plupart des études effectuées concernent la compréhension des mécanismes de mélange ou de ségrégation des particules. En effet, que dans un milieu granulaire bidispersé, le phénomène de ségrégation est fréquent et cela empêche fortement le mélange des particules [75], [76]. Dans ces travaux, la fraction volumique des particules fines est relativement grande ($>10\%$), le ratio de diamètre d_{grand}/d_{petit} est souvent compris entre 5 et 1. Les études sont réalisées dans cette gamme de mesure parce que le mélange des particules de tailles voisines dans l'industrie est une problématique fréquente.

Dans ce travail, nous nous intéressons au problème de ré-agglomération des particules dans la procédure de broyage en voie sèche. Des particules très fines de taille micrométrique ou encore plus petite, produite pendant le concassage des grosses particules peuvent s'agglomérer facilement à l'échelle micrométrique, les forces d'interactions ne sont plus négligeables. Nous étudions donc un cas particulier du milieu granulaire représentatif du broyage : un ensemble de grosses particules en présence de particules très fines à faible concentration ($<1\%$ en masse) dans une atmosphère plus ou moins humide. Ces caractéristiques du milieu granulaire différentes des études habituelles nous permettent d'observer des comportements inédits de ce milieu.

III.2.1 Diagramme de stabilité

A faible humidité relative, en fonction de différentes vitesses de rotation, le comportement du tas peut varier entre les régimes de glissement, d'avalanche, d'écoulement continu, de cas-

cade et de centrifugation. De même que pour les expériences sans particule fine, les expériences se font toujours à partir d'un tas de billes de verre BV250 de diamètre moyen $250\ \mu\text{m}$ avec différentes vitesses de rotation du tambour. On conserve le même taux de remplissage, la hauteur du tas est toujours de 2 cm, fixée afin de minimiser l'influence de ce paramètre sur la transition de régime. Il faut noter que l'ajout des particules fines n'influence pas la hauteur du tas en sachant que les fines sont tellement petites et qu'elles peuvent percoler dans les espaces interstitiels entre les grosses particules. Différentes quantités de particules fines de diamètre $0-20\ \mu\text{m}$ sont ajoutées dans le tas avec un pourcentage massique variant de 0 à 1%. La Figure III.8 montre un exemple de diagramme de stabilité obtenu avec une humidité relative de 6%, en faisant varier la vitesse de rotation du tambour entre 0 et 10 tr/min et le pourcentage massique de fines entre 0 et 1%. On observe différents régimes : avalanche, écoulement continu, stick-slip et roulement, avec des zones de transition où deux régime alternent (régions hachurées).

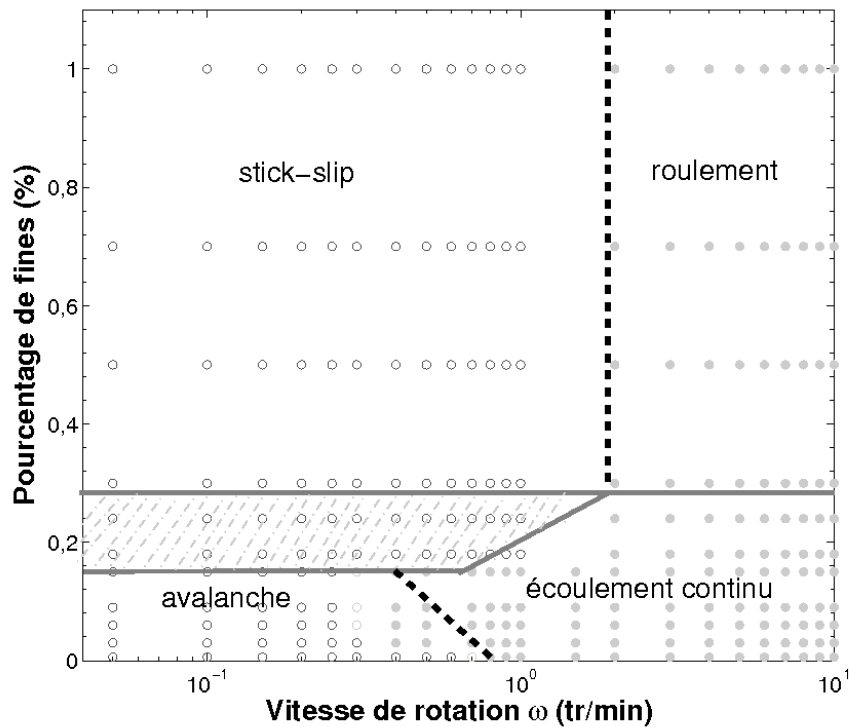


Fig. III.8: Diagramme de stabilité du milieu granulaire à 6% HR.

L'avalanche des particules à la surface du tas se produit pour des faibles quantités de particules fines, $<0,15\%$ en masse et à vitesse de rotation lente, $<1\ \text{tr/min}$. Quand la vitesse augmente, l'écoulement continu est observé. La transition entre ces deux régimes pendant laquelle le phénomène d'avalanche et celui d'écoulement continu co-existent pendant l'observation dépend principalement du taux de remplissage et de la vitesse de rotation. Comme le taux de remplissage est fixé dans toutes les expériences (30%), nous observons la transition du régime autour de $0,4-0,7\ \text{tr/min}$, proche de la valeur théorique déterminée dans III.1.3. Lorsqu'on dépasse la concentration critique des fines ϕ_c , un autre comportement inattendu se produit : le régime stick-slip à basse vitesse de rotation et le régime de roulement à haute vitesse de rotation. Pendant

l'expérience, le tas se comporte comme un solide, il n'y a plus d'avalanche à la surface. A faible vitesse de rotation, le tas est entraîné progressivement par la rotation du tambour jusqu'au moment où la gravité devient supérieure au frottement à la paroi et le tas glisse d'un coup vers le bas. L'angle maximum de stabilité est appelé l'angle de glissement θ_{mg} . L'angle auquel le tas se stabilise après le glissement est l'angle de repos de glissement θ_{rg} . Dans ce régime de stick-slip, il n'y a plus de déplacement des particules à l'exception d'une fine couche à la paroi au moment du glissement. Quand la vitesse de rotation augmente, le régime de stick-slip se transforme en un écoulement d'une couche fine de particules en contact avec la paroi interne. On l'appelle régime de roulement continu avec la surface présentant un angle constant, caractéristique du roulement θ_{rou} . La transition entre le régime de stick-slip et le régime du roulement continu peut aussi être observée dans une géométrie de Couette où le milieu granulaire peut aussi présenter un régime de "stick-slip" (Nasuno *et al.* [77]) mais il n'avait encore jamais été observé dans un tambour tournant.

III.2.2 Régime d'avalanche et écoulement continu

Puisque les particules fines peuvent modifier significativement le comportement du tas granulaire, l'étude de la compréhension de l'effet de particules fines est divisée en deux parties : à $\phi < \phi_c$ où l'écoulement de particules se produit à la surface et le comportement 'solide' quand $\phi > \phi_c$. Nous nous intéressons tout d'abord ici à l'influence des particules fines sur les angles caractéristiques dans le régime d'avalanche et d'écoulement continu.

Comme le ratio de diamètre d_{grand}/d_{petit} est grand, autour de 50, la fraction de particules est un paramètre pertinent. Dans nos expériences, la quantité de fines ajoutée dans le tas est calculée en pourcentage massique variant entre 0 à 1%. Puisque les particules ne sont pas de même taille, le rapport entre les nombres de particules n_{petit}/n_{grand} est calculé en utilisant la taille moyenne de chaque gamme de billes pour donner une indication macroscopique. Les résultats sont donnés dans le tableau III.2.

On voit qu'à 0,15% de particules fines, il y a environ 200 particules fines pour une grosse. Nous avons calculé le nombre des particules fines nécessaire pour recouvrir la surface d'une grosse bille. La surface totale d'une bille de $250\mu m$ est :

$$A = 4\pi R^2 \quad (III.4)$$

donc le nombre de particules fines N pour recouvrir cette surface est de

$$N = A/d_{petit}^2 = 7854 \quad (III.5)$$

Évidemment même à la concentration maximum 1% étudiée ici, donc à plus fort ratio à ϕ_c , les grosses billes ne sont pas totalement couvertes par les particules fines. On peut déduire que le blocage du tas n'est pas uniquement dû à la modification des propriétés de surface du matériau.

Quand la concentration des fines est inférieure à la valeur critique, le milieu granulaire est toujours en régime d'avalanche à basse vitesse de rotation et en écoulement continu quand la vitesse dépasse une vitesse de l'ordre de 1 tr/min.

Dans le régime d'avalanche en présence des particules fines, un phénomène intéressant est observé : lorsque la concentration de particules fines augmente, la transition du régime se pro-

Tab. III.2: Nombre de particules fines pour une grosse, $d_{\text{petit}} = 5\mu\text{m}$, $d_{\text{grand}} = 250\mu\text{m}$

Pourcentage massique des fines	ratio nombre $n_{\text{petit}}/n_{\text{grand}}$
0	0
0,002	3
0,004	5
0,006	8
0,008	10
0,01	13
0,015	19
0,02	25
0,03	32
0,06	75
0,09	113
0,15	188
0,18	225
0,24	300
0,3	375
0,5	625
0,7	875
1	1250

duit à des vitesses plus basses, c'est à dire l'écoulement des particules à la surface du tas devient plus facile (voir Figure III.8). Cela nous montre que jusqu'à une certaine concentration, les particules peuvent fluidifier le milieu granulaire à la surface. Ce phénomène est confirmé par la diminution significative de l'angle maximum de stabilité θ_m dans le régime d'avalanche (Figure III.9).

La décroissance des angles caractéristiques est observée dès que les particules fines sont présentes dans le milieu. Dans le régime d'avalanche à basse vitesse de rotation, quand le pourcentage de fines augmente, le milieu devient de plus en plus fluide en surface et l'avalanche se produit à un angle plus petit. La vitesse de rotation n'a pas d'influence sur θ_m ni sur θ_r , contrairement à l'angle dynamique de repos qui augmente quasi proportionnellement avec la vitesse (Figure III.10). Cette évolution de θ_{dyn} en fonction de la vitesse de rotation du tambour a été déjà étudiée et confirmée par plusieurs groupes de recherche [78], [73].

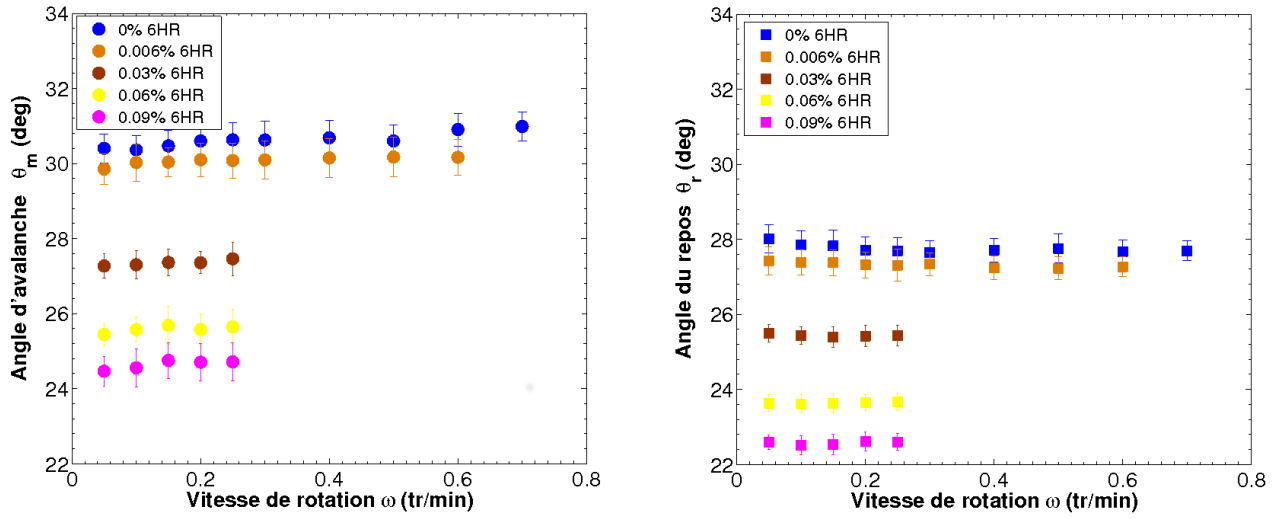


Fig. III.9: Évolution des angles caractéristiques du tas en fonction de la vitesse de rotation à différentes concentration de fines à 6% HR, (a) angle d'avalanche θ_m ; (b) angle de repos θ_r .

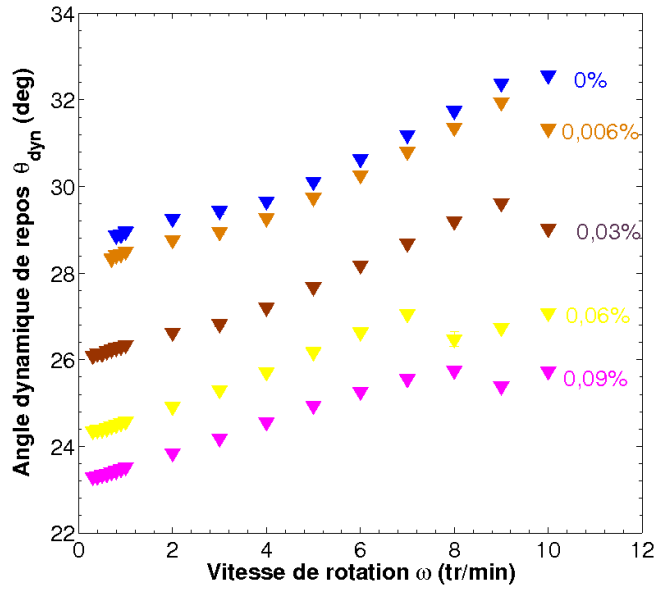


Fig. III.10: Angle dynamique de repos θ_{dyn} à différents pourcentages de particules fines à 6% HR.

III.2.3 Régime de stick-slip et régime de roulement

Pour 6% HR, l'empilement granulaire présente toujours un régime d'avalanche ou d'écoulement continu jusqu'à une fraction massique critique de fines $\phi_c \simeq 0.15\%$. Quand la concentration massique des particules fines dépasse cette valeur, le comportement du tas se transforme en un mouvement global du tas de stick-slip à la paroi intérieure du tambour tournant. Et à des vitesses plus élevées, on observe le régime du roulement comme présenté dans le paragraphe III.2.1. Dans le régime de stick-slip, la zone d'écoulement est au fond du tas, comme illustré

sur la Figure III.11.

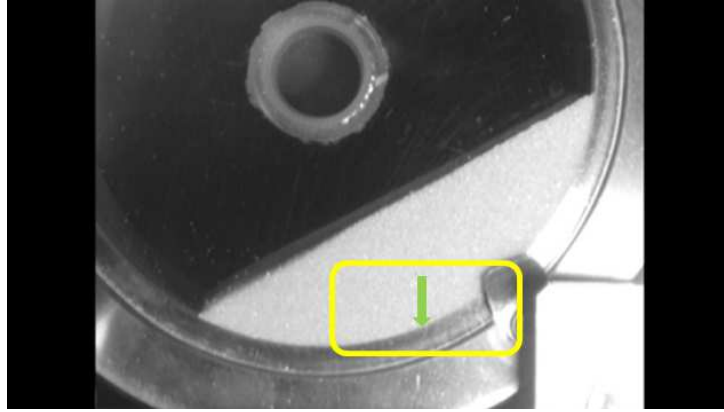


Fig. III.11: Zone d'écoulement dans le régime stick-slip.

Le déplacement de la zone d'écoulement de la surface du tas vers le bas est un phénomène caractéristique de la transition du régime d'avalanche à celui de stick-slip. Ce changement du mouvement des particules est dû à la cohésion ajoutée par des particules fines entre les grosses billes. D'après Restagno *et al.*, plus la cohésion est forte, plus l'avalanche se produit en profondeur dans le tas [79].

On mesure encore l'angle maximum et minimum de stabilité θ_{mg} et θ_{rg} dans le régime de stick-slip et θ_{rou} dans le régime de roulement.

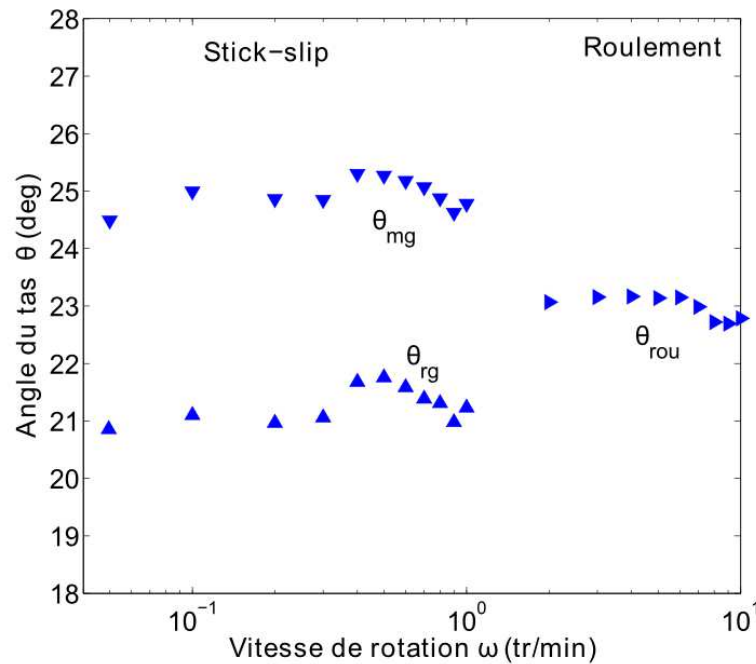


Fig. III.12: Évolution de l'angle maximum de stabilité θ_{mg} dans le régime de stick-slip, de l'angle de repos θ_{rg} et de l'angle de roulement θ_{rou} en fonction de la vitesse de rotation à 6% HR, pour une concentration de fines ϕ de 0,5%.

La Figure III.12 montre l'évolution de l'angle maximum de stabilité θ_{mg} , de l'angle de repos θ_{rg} dans le régime stick-slip et de l'angle du roulement θ_{rou} en fonction de la vitesse de rotation du tambour. On observe que θ_{mg} et θ_{rg} restent constants quand la vitesse augmente, en revanche θ_{rou} n'augmente pas linéairement avec la vitesse comme dans le régime d'écoulement continu.

Donc en introduisant de 0 à 0,15% en masse de particules fines, le milieu granulaire est d'abord fluidifié avec une diminution de l'angle d'avalanche, puis si on augmente encore la proportion de fines, le milieu granulaire n'est plus fluidifié mais solidifié. Cette transition brutale de régime est surprenante. Elle est observée ici pour la première fois. Nous considérons que cela est dû au changement de la cohésion dans le tas entraîné par les particules fines.

L'effet des particules fines dans le régime de stick-slip a été étudié avec différentes concentrations massiques de fines ϕ de 0,15% à 1%. Des résultats inattendus sont observés pendant les expériences. Entre 0,15% et 0,3%, l'angle maximum de stabilité θ_{mg} reste constant vers 23°. Le milieu transite de façon erratique entre avalanche et stick-slip. Et quand la concentration des fines devient plus élevée que 0,3%, le tas est toujours bloqué et une forte augmentation de θ_{mg} , θ_{rg} et θ_{rou} est observée. La Figure III.13 et la Figure III.14 présentent les évolutions de ces trois angles en poursuivant l'augmentation de ϕ .

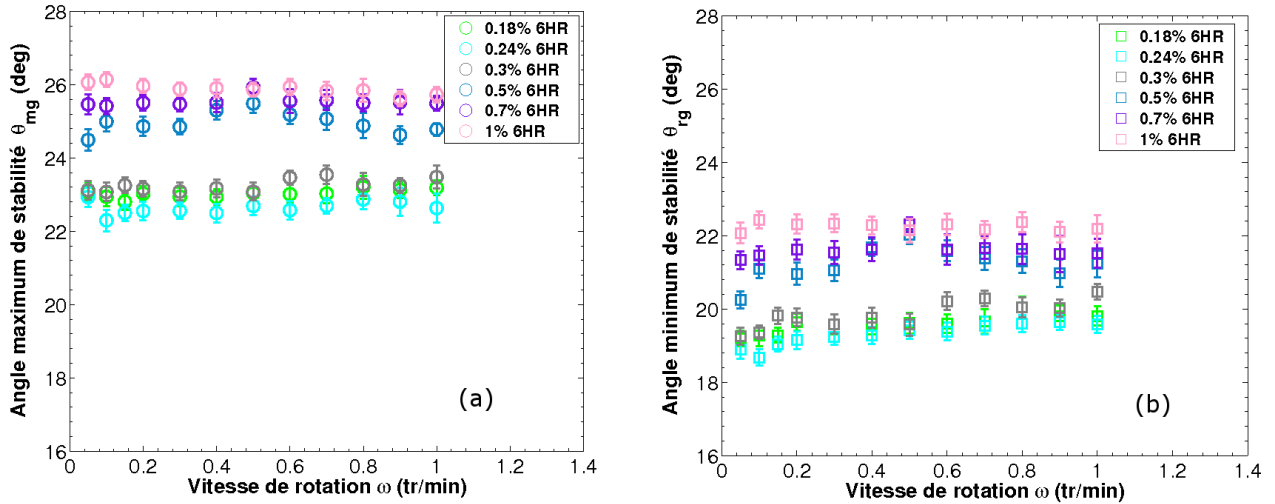


Fig. III.13: Évolution des angles du tas dans le régime stick-slip et le régime roulement en fonction de la vitesse de rotation à différentes concentrations de fines à 6% HR, (a) angle maximum de stabilité θ_{mg} ; (b) angle minimum de stabilité θ_{rg} .

La question qu'on se pose maintenant est : pourquoi la transition avalanche/stick-slip a-t-elle lieu à $\phi = 0,15\%$? Dans le paragraphe III.2.2, nous avons calculé la proportion numérique de particules fines et le nombre de fines nécessaire pour recouvrir la surface d'une grosse bille, on se rend compte qu'à la concentration critique de fines ϕ_c , les grosses particules sont loin d'être recouvertes de fines. Cette valeur critique est probablement liée à la capacité des particules fines à augmenter la cohésion de l'ensemble des grosses billes. Nous allons détailler l'interprétation de cette transition dans le chapitre suivant.

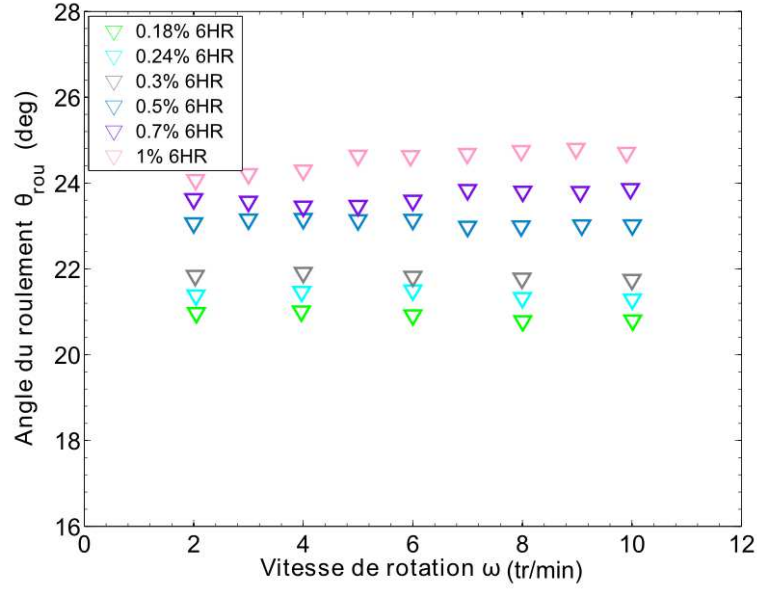


Fig. III.14: Évolution de l'angle du roulement θ_{rou} dans le régime roulement en fonction de la vitesse de rotation à différentes concentrations de fines à 6% HR.

III.3 Effet de l'humidité relative

La présence du liquide peut changer complètement le comportement d'un milieu granulaire. Dans la procédure du broyage en voie sèche, l'humidité relative dans l'ambiance du travail n'est pas un paramètre négligeable sur l'efficacité du broyage puisque l'eau sous forme de vapeur dans l'air peut provoquer une condensation capillaire à la surface des particules, et par conséquent augmenter la cohésion entre particules et favoriser la ré-agglomération. Dans ce travail, nous avons étudié 4 conditions différentes d'humidité relative : 6%, 23%, 43% et 58% afin de comprendre l'évolution de l'angle maximum de stabilité du milieu granulaire en fonction de ce paramètre.

D'après des expériences dans différentes conditions d'humidités relatives, Tabor *et al.* ont montré que la force d'adhésion s'écarte d'autant plus de la valeur théorique que l'humidité est élevée ($\sim 75 - 80\%$) [80]. Récemment, Fraysse *et al.* ont montré que quand l'humidité dépasse 70%, l'angle maximum de stabilité d'un tas de billes de verre (diamètre 200-250 μm) augmente rapidement avec l'humidité. En revanche, en-dessous de cette valeur critique, l'influence de l'humidité relative sur l'angle d'avalanche du tas n'est pas très significative [70]. Ce comportement a été interprété par le fait qu'à haute humidité relative, les ponts capillaires se forment sur toutes les aspérités et le ménisque dans la zone de contact entre deux billes est saturé [64]. Dans notre travail, toutes les expériences sont réalisées à HR inférieure à 60%, donc l'angle maximum de stabilité mesuré ici ne dépend pas de l'humidité puisque le ménisque n'est pas saturé dans ces conditions. Les résultats d'évolution de l'angle d'avalanche θ_m en fonction de la concentration massique de particules fines ϕ ($\phi < \phi_c$) dans le régime d'avalanche pour 4 humidités relatives différentes sont montrés sur la Figure III.15.

D'après la Figure III.15, on voit que de 6% jusqu'à 58%, et pour une fraction massique

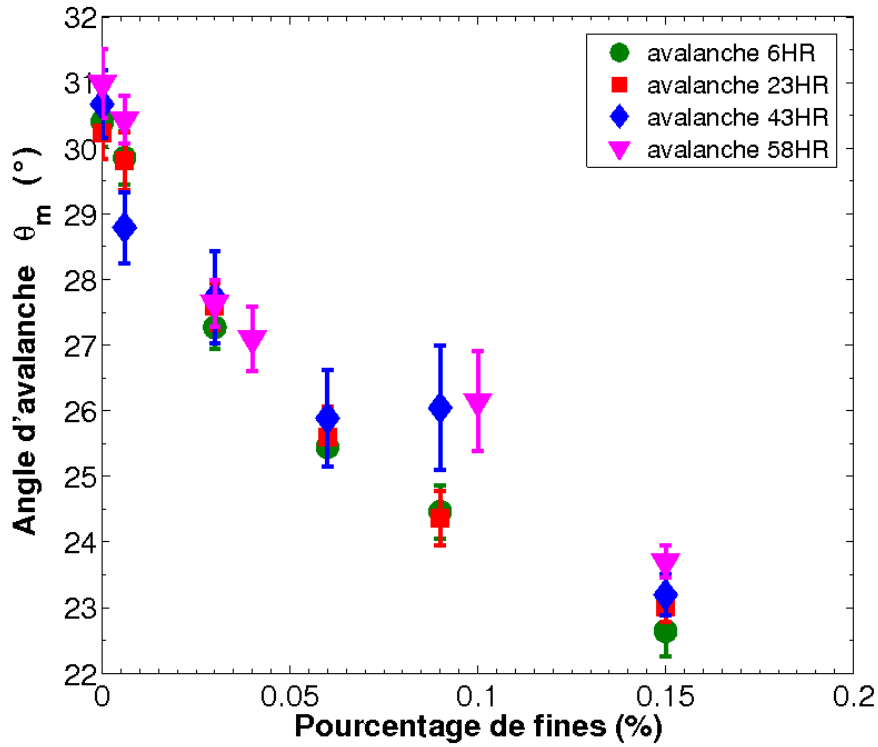


Fig. III.15: Évolution de l'angle d'avalanche en fonction de la concentrations de particules fines pour 4 conditions différentes d'humidité relative : 6% (rond vert), 23% (carré rouge), 43% (losange bleu), 58% (triangle inversé violet) dans le régime d'avalanche ($\phi < \phi_c$).

de fines inférieure à 0,15% il n'y a pas d'effet significatif observé sur l'angle d'avalanche du tas granulaire, à chaque pourcentage de particules étudié, les valeurs de θ_m obtenues sont superposées l'un sur l'autre comme observé par Fraysse [70], donc on peut conclure que dans notre étude, l'humidité relative n'a pas d'influence sur l'angle maximum de stabilité du milieu granulaire dans le régime avalanche à faible concentration de particules fines.

Dans le régime d'écoulement continu, une série d'expériences a aussi été réalisée pour connaître l'effet de l'humidité relative. De la même manière que dans régime d'avalanche, l'humidité n'a pas d'influence significative sur l'angle dynamique du repos θ_{dyn} (voir Figure III.16)

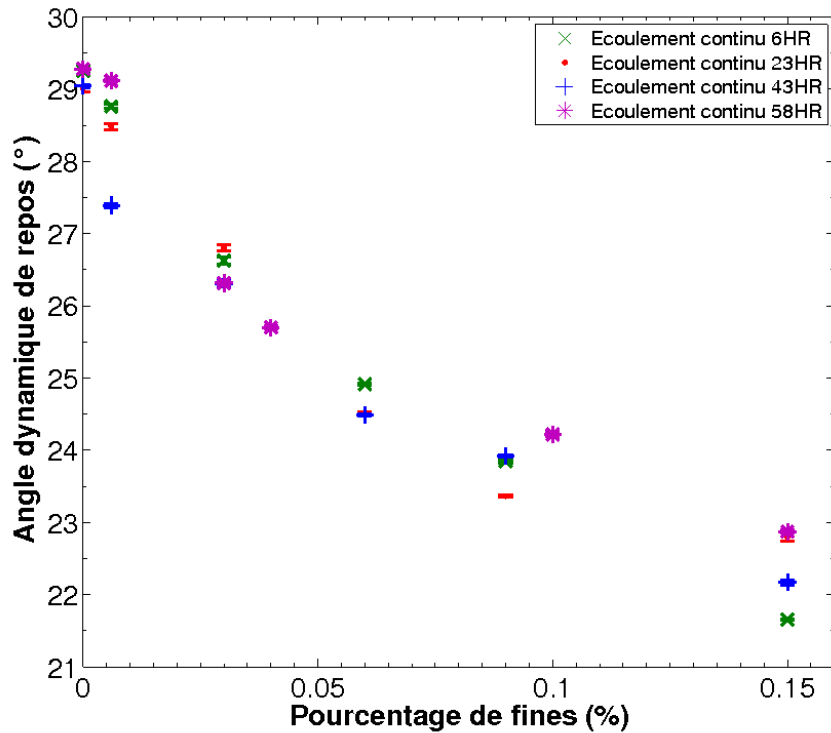


Fig. III.16: Évolution de l'angle dynamique de repos en fonction de la concentrations de particules fines pour 4 conditions différentes d'humidité relative : 6% (× vert), 23% (● rouge), 43% (+ losange bleu), 58% (* violet) dans le régime d'avalanche ($\phi < \phi_c$).

III.3.1 Influence de l'humidité relative sur la transition de régime

Même si l'humidité relative n'a pas d'influence sur l'angle maximum de stabilité θ_m dans le régime d'avalanche, on observe néanmoins une augmentation de la cohésion à l'intérieur du milieu granulaire. On observe en effet que la transition de régime entre avalanche et écoulement continu et entre stick-slip et roulement se produit pour des vitesses plus rapides lorsque l'humidité relative augmente. Cela montre que quand l'environnement est plus humide, il y a plus de ponts capillaires qui se forment au contact entre les particules, ce qui rend le tas de plus en plus cohésif. L'évolution du diagramme de stabilité sous différentes conditions d'humidité est présentée sur la figure III.17.

Ce retard d'apparition de la transition est la conséquence de l'augmentation de la cohésion due à l'augmentation de l'humidité relative. Ce résultat sera discuté de manière plus détaillée dans le chapitre 4.

III.3.2 Influence de l'humidité relative sur le coefficient de friction

Après avoir discuté précédemment de l'effet de l'humidité relative à faible concentration de particules fines ($<0,15\%$), nous allons étudier comment l'humidité joue un rôle dans les régimes plus cohésifs.

Dans le régime de stick-slip, pour $\phi \geq 0,3\%$, l'angle maximum de stabilité augmente pro-

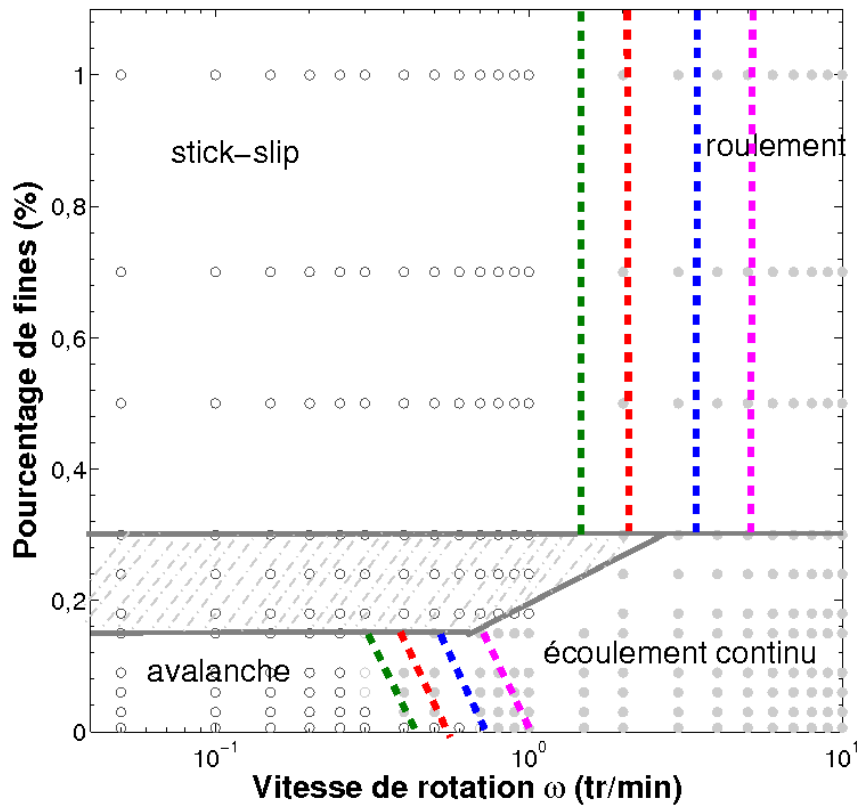


Fig. III.17: Diagramme de stabilité pour 4 conditions différentes d'humidité relative : 6% (vert), 23% (rouge), 43% (bleu), 58% (violet).

portionnellement avec le taux de particules fines ajoutées. Des mesures de θ_{mg} à différentes concentrations de fines sont effectuées séparément à 6%, 23%, 43%, 58%. Les résultats sont donnés sur Figure III.18. Entre $\phi = 0,15\%$ et $\phi = 0,3\%$, on est dans la transition de régime et θ_{mg} est quasi constant.

Le tas granulaire se comporte comme un bloc solide qui glisse sur la paroi intérieure du tambour à haute concentration de particules fines. L'angle maximum de stabilité du tas dépend ici de la friction entre les billes de verres et la paroi en acier du cylindre. Puisque l'angle de stabilité augmente avec l'humidité, l'adhérence à la paroi du tambour augmente et on peut supposer que cette adhésion est liée à la formation de ponts capillaires, en nombre suffisant pour retenir le tas jusqu'à un angle plus grand. Le taux d'humidité dans l'enceinte est alors un paramètre influent. Cette hypothèse sera discutée dans le chapitre 4.

III.4 Expériences avec plan d'obstacle et essais de rhéométrie

Les expériences avec différentes concentrations de particules fines avec différentes humidités relatives nous montrent que les particules fines ont un effet ambivalent et surprenant. Elles

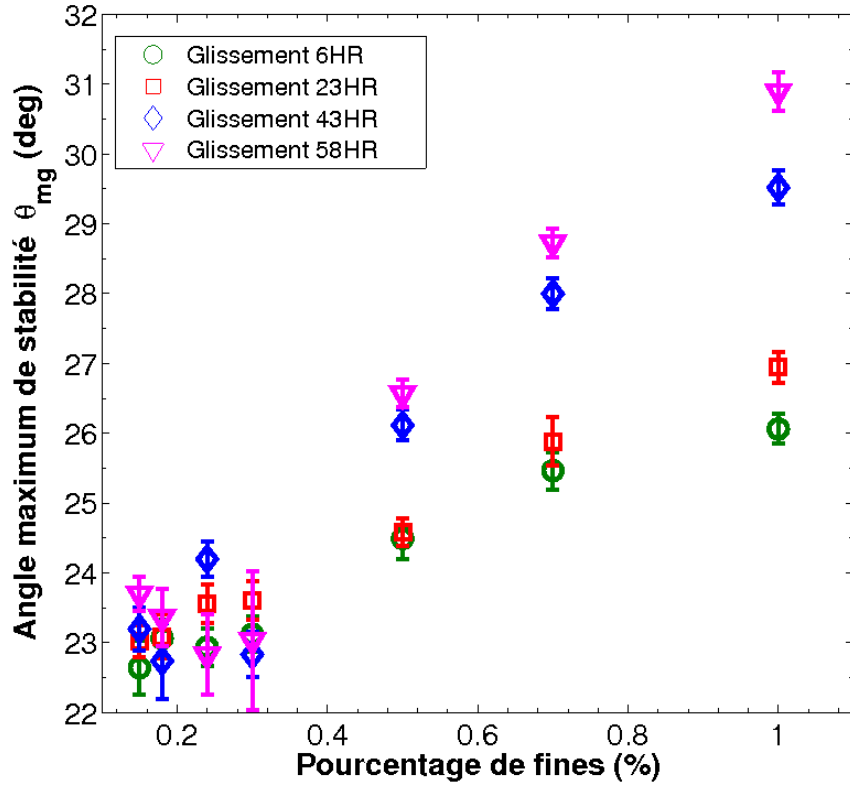


Fig. III.18: Évolution de l'angle maximum de stabilité de glissement θ_{mg} en fonction de la concentration de particules fines pour 4 conditions différentes d'humidité relative : 6% (rond vert), 23% (carré rouge), 43% (losange bleu), 58% (triangle inversé violet), dans le régime de stick slip.

peuvent soit contribuer à la fluidification de la surface, soit entraîner une augmentation de la cohésion à l'intérieur du tas granulaire de billes de verre. Ce changement de l'arrangement des particules se traduit par une diminution de l'angle d'avalanche θ_m dans le régime d'avalanche et une augmentation de l'angle maximum de stabilité θ_{mg} dans le régime de stick-slip. Afin de comprendre la transition entre le régime d'avalanche et celui de stick-slip ainsi que la variation d'angle maximum de stabilité du tas, nous avons effectué différentes expériences complémentaires.

III.4.1 Introduction d'un plan d'obstacle

Dans le régime de stick-slip, le tas granulaire montre avec la rotation du tambour jusqu'à l'angle maximum de stabilité puis glisse contre la paroi intérieure du cylindre. On constate que cet angle maximum de stabilité est inférieur à l'angle d'avalanche dans le régime d'avalanche. Une hypothèse pour expliquer cette observation est que la friction entre le milieu granulaire et la paroi est réduite lorsque la fraction de particules fines introduite est supérieure à ϕ_c , puisque le tas glisse à la paroi avant d'atteindre l'angle d'avalanche θ_m . Afin d'essayer de vérifier cette hypothèse, nous avons réalisé une série d'expériences en plaçant une plaque radiale dans le tambour pour bloquer le tas (baffle) et l'empêcher de glisser pendant la rotation.

La plaque, appelée aussi un baffle est souvent utilisée en recherche expérimentale afin de comprendre le phénomène de ségrégation des particules. Plusieurs études sur l'écoulement granulaire dans un tambour tournant avec baffle montrent qu'en mettant simplement un baffle le long de l'axe de rotation du tambour, la ségrégation peut être réduite ou même éliminée [81]. Ce type de baffle est souvent sous forme rectangulaire et fixé au centre de la paroi latérale arrière du tambour. Il faut noter que on utilise souvent des tambours 2D ($L \ll D$) de façon à ce que le baffle agisse sur la totalité du tas granulaire.

Dans ce travail, une plaque de plexiglass rectangulaire de taille $4 \times 10 \text{ cm}^2$ est utilisée comme plaque d'obstacle. Le baffle de la longueur du tambour, est inséré dans des entailles réalisées sur les deux plaques fermant le tambour (Figure III.19). Pendant la rotation, le tas sera ainsi bloqué et l'angle maximum de stabilité pourra être mesuré.



Fig. III.19: Montage de la plaque d'obstacle.

Le principe de la mesure d'angle maximum de stabilité avec le baffle est analogue aux mesures présentées précédemment. La mesure d'évolution de l'angle de la surface du tas est effectuée en enregistrant en temps réel d'écoulement du tas granulaire avec une caméra numérique.

Comme le tambour tourne dans le sens anti-horaire, les billes sont placées du côté droit de la plaque lors de la préparation. Au départ, la surface du tas est horizontale. Quand on commence la rotation, le tas monte progressivement jusqu'à l'angle maximum de stabilité du régime stick-slip, puis, on observe une augmentation légère de l'angle du tas, jusqu'à ce que les particules à la surface commencent à s'écouler vers le bas comme dans le régime d'écoulement continu. Puisque le baffle empêche le tas glisser sur la paroi vers le bas, les particules se ré-arrangent et le tas se déforme au contact avec la plaque d'obstacle. La Figure III.20 présente la mesure d'angle maximum de stabilité du tas en présence de la plaque d'obstacle en comparaison avec l'angle d'avalanche et l'angle maximum de stick-slip. Ces trois mesures ont été réalisées à 58% HR. θ_m est la valeur de l'essai à 0% de fines et les deux autres sont obtenues d'après les expériences à 0,5%. On trouve qu'à cause du baffle, l'angle maximum de stabilité augmente d'environ 4° par rapport à l'angle maximum de stabilité du tas θ_{mg} dans le régime stick-slip. Ce angle maximum arrive à atteindre une valeur proche de la valeur de l'angle θ_m observé dans

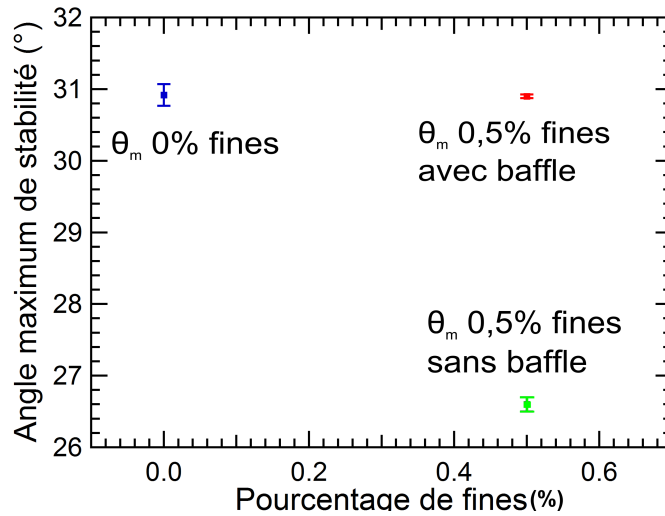


Fig. III.20: Angle maximum de stabilité du tas en présence d'une plaque d'obstacle.

le régime d'avalanche. Cet écoulement des particules de surface montre que la surface du tas n'est plus fluidifiée par les particules fines de BF10. Et c'est le glissement à la paroi qui se produit pour un angle inférieur, qui empêche d'atteindre l'angle auquel se produit l'écoulement des particules en surface.

En suivant la rotation du tambour cylindrique, les particules à la surface continue à couler et le tas continue à se déformer au contact avec la plaque d'obstacle jusqu'à former un demi-secteur. Puis, comme la plaque n'est placée que sur un demi diamètre, au-delà d'un certain angle proche de l'horizontale, les particules chutent de l'autre côté de la plaque. Pendant ce mouvement, on observe la création d'un grand nuage formé de particules fines de BF10. Cela est probablement dû au courant d'air créé par la chute des particules BV250, comme les fines ont une très faible masse, ce courant d'air chasse les fines vers le haut et crée le nuage.

L'expérience avec un plan d'obstacle montre donc bien deux points intéressants : au-delà de la concentration critique, l'effet de fluidification de la surface par les fines n'existerait plus. Après avoir fluidifié la surface jusqu'à un certain taux de fines, elles ne joueraient plus ce rôle de fluidification et l'effet de fines est en revanche significatif au niveau de la paroi : elles augmentent l'adhérence à la paroi puisque l'angle augmente dans le régime de stick slip.

- Pour $\phi < \phi_c$, l'ajout de particules fines provoque un lissage de la surface et déstabilise donc la surface du tas.
- Pour $\phi > \phi_c$, un blocage du tas se produit, ce qui rend la surface de plus en plus stable et semble donc réaugmenter l'angle d'avalanche.

III.4.2 Essai rhéologique

Les expériences précédentes ont montré qu'à faible concentration, les fines fluidifient la surface du tas qui s'écoule pour des angles de plus en plus faibles lorsque la fraction de fines augmente, et dans le cas de la présence d'une grande quantité de fines, la cohésion entre particules est largement renforcée par les fines donc le régime de stick-slip se produit. Pour aller plus loin, nous avons essayé de comprendre le rôle des fines à l'intérieur du tas en réalisant des es-

sais de cisaillement du milieu granulaire. Pour ces expériences, nous avons utilisé un rhéomètre standard plan-plan (Rhéomètre MCR, Anton Paar).

III.4.2.1 Cisaillement dans un milieu granulaire

Le cisaillement est le glissement relatif entre deux sections d'un matériau conduisant à une déformation plastique. Dans un milieu granulaire, la réponse du matériau aux forces appliquées peut donner des indications importantes sur les propriétés physiques. Le cisaillement d'un milieu granulaire est un phénomène complexe et généralement mal compris, et travailler avec un milieu bidisperse ou polydisperse augmente encore la complexité.

Le modèle classique et couramment utilisé pour caractériser la résistance au cisaillement des milieux granulaires est celui de Mohr-Coulomb. Dans un milieu granulaire, si la contrainte tangentielle appliquée sur un plan donné atteint ou dépasse la valeur critique appelé "*résistance au cisaillement*" ($\tau_{\max}$), un glissement se produit le long du plan.

De nombreux essais expérimentaux ont été conçus pour étudier la plasticité des matériaux granulaires cisailés. Ici, nous présentons les deux méthodes les plus utilisées : l'essai de cisaillement direct et l'essai de cisaillement annulaire.

Cisaillement direct L'essai de cisaillement direct est effectué dans une boîte de Casagrande. On cherche à provoquer la rupture de l'échantillon suivant un plan imposé. L'échantillon est placé dans une boîte constituée de deux parties qui peuvent glisser horizontalement l'une sur l'autre. On applique à l'échantillon une force normale de compression N , verticalement, et un effort tranchant T , horizontalement, en déplaçant la demi-boîte inférieure, ce qui provoque le cisaillement de l'échantillon. Lors du cisaillement, on peut mesurer la contrainte normale $\sigma = \frac{N}{S}$ et tangentielle $\tau = \frac{T}{S}$ avec S l'aire de la section d'échantillon (Figure III.21).

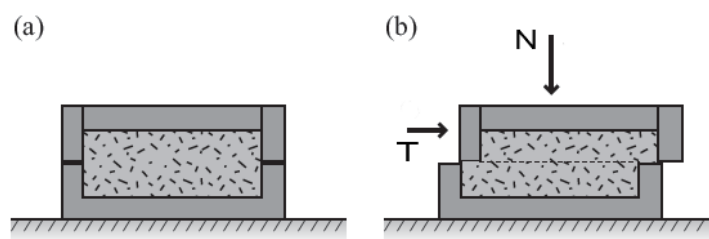


Fig. III.21: Cisaillement direct d'un matériau, (a) état initial ; (b) état cisailé, d'après [82].

Selon la densité initiale du milieu, deux types d'évolution de la contrainte de déformation sont obtenus.

Si le milieu est dense, la courbe contrainte-déformation présente un pic de résistance pour des déformations très faibles. Lorsqu'on continue à cisailier, la résistance du matériau diminue et se stabilise à une valeur plus faible appelée la résistance résiduelle du matériau. Dans les phases initiales de l'essai, le volume de l'échantillon V augmente ; ce phénomène est connu sous le nom de dilatation. Cette dilatation permet aux grains de se déplacer les uns par rapport aux autres.

Cisaillement annulaire Une autre procédure de la mesure de cisaillement consiste à utiliser une cellule de cisaillement annulaire. L'échantillon de poudre est introduit dans un anneau creux. Une charge verticale est appliquée au niveau du couvercle annulaire. Pour cisainer l'échantillon, la cellule de cisaillement tourne par rapport au couvercle, et le couple nécessaire au cisaillement est mesuré. Les propriétés d'écoulement sont mesurées ensuite. L'avantage de l'essai annulaire par rapport à l'essai de cisaillement direct est que l'échantillon peut être cisainé continument, ce qui permet l'étude des propriétés résiduelles du matériau.

III.4.2.2 Expériences de cisaillement avec le rhéomètre

Un rhéomètre permet de connaître les grandeurs fondamentales comme le taux de cisaillement $\dot{\gamma}(t)$, la contrainte de cisaillement $\tau(t)$ et la viscosité. Les mesures qu'il donne peuvent être comparées avec celles obtenues par d'autres techniques. Il existe principalement trois types de géométries différentes : cylindres coaxiaux (Couette) ; plateaux parallèles (plan plan, PP) ; cône-plan (CP). A cause de la complexité de ces matériaux, on utilise le plus souvent, pour caractériser les matériaux granulaires, un rhéomètre avec une géométrie Couette. Dans la littérature, ces essais sont souvent réalisés avec un milieu composé de particules monodisperses.

Récemment Soller *et al.* ont étudié l'évolution rhéologique d'un milieu granulaire comportant des particules fines avec un ratio de taille $d_{\text{petit}}/d_{\text{grand}} < 0.5$. Des mesures du couple de torsion en fonction de la quantité de particules fines sont effectuées. Quand le ratio est très petit, $d_{\text{petit}}/d_{\text{grand}} < 0,05$, l'effet de particules fines n'est pas significatif. Cependant, ils ont observé une réduction du couple pouvant atteindre jusqu'à 70% par rapport à la valeur initiale du couple mesuré d'un tas monodisperse. L'origine de cette diminution du couple est que les particules fines déplacent les billes plus grandes hors la région de cisaillement et occupent de plus en plus de la zone cisainé.

Dans ce travail, nous avons choisi de mesurer la contrainte de cisaillement d'un tas granulaire dans une cellule d'échantillonnage circulaire. La configuration du rhéomètre utilisé est une géométrie plan-plan, souvent utilisée pour mesurer la viscosité des fluides complexes ou des suspensions granulaires (Figure III.22). Pour cette géométrie plan-plan, le plan inférieur est thermo-régulé et fixe (stator), le plan supérieur (rotor) oscille à une faible fréquence. L'échantillon est placé entre les deux plans. Le principal avantage de cette géométrie est que la mise en place requiert une faible quantité d'échantillon à mesurer et le nettoyage est aisé. De plus, on peut régler l'entrefer H (espace entre les deux disques) à l'épaisseur souhaitée. Cela permet donc de tester des matériaux contenant des particules de tailles diverses.

Quand l'écoulement est suffisamment lent, lorsque les effets inertiels sont négligeables, le taux de cisaillement s'écrit, quand $r = R$ et pour un fluide newtonien :

$$\tau = \frac{2M}{\pi R^3} \quad (\text{III.6})$$

et la contrainte de cisaillement :

$$\gamma = \frac{R\omega}{H} \quad (\text{III.7})$$

où M est le moment du couple mesuré par un transducteur placé sur l'axe, R le rayon du disque supérieur, ω la vitesse de rotation de l'axe et H la distance entre deux plans.

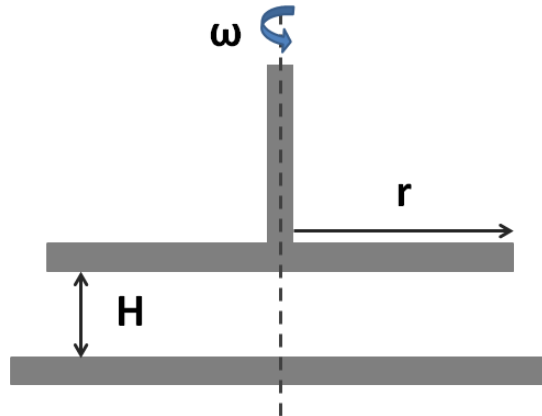


Fig. III.22: Configuration plan-plan.

Puisque l'échantillon à caractériser ici est un milieu granulaire sec, nous avons fabriqué un porte-échantillon au lieu de mettre les grains directement sur le plan inférieur. Le porte-échantillon est constitué de deux parties : un disque et un cylindre (diamètre intérieur 4 cm et hauteur 1 cm) collé au centre du disque. Souvent on utilise deux plans de taille identique pour faciliter le calcul des paramètres de cisaillement. Nous avons choisi un disque supérieur aussi de diamètre de 4 cm. Un jeu de quelques microns permet d'insérer le disque supérieur dans le porte-échantillons.

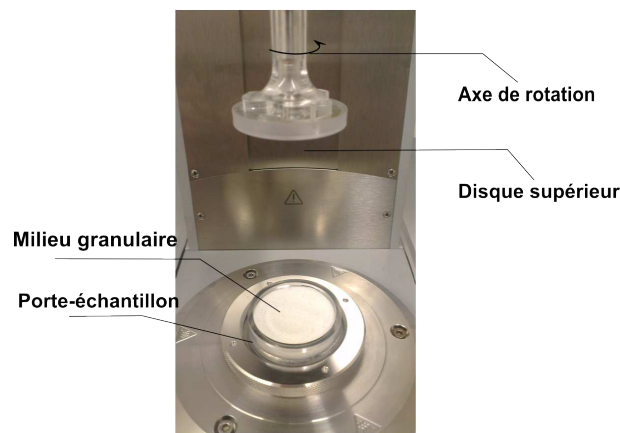


Fig. III.23: Photo du dispositif plan-plan utilisé.

Pour augmenter la rugosité de la surface de contact entre les grains et le plan et limiter le glissement au niveau des plans, un papier abrasif est collé sur chaque plan. Nous avons effectué deux séries d'essais afin de caractériser l'effet des particules fines BF10 sur la contrainte de cisaillement du tas : un tas granulaire de 100 g de billes de verre BV250 et un tas de mélange de particules contenant 1% en masse de particules fines.

Les deux courbes présentées sur la Figure III.24 sont les valeurs moyennes calculées à partir de dix mesures. D'après les mesures, on observe que les deux courbes sont superposées, ce qui montre que les particules fines n'ont pas l'influence sur la contrainte de cisaillement du tas

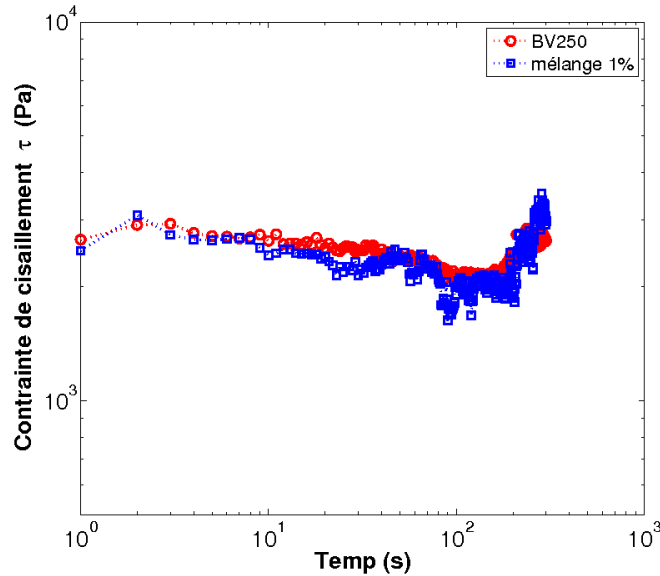


Fig. III.24: Mesure de la contrainte de cisaillement du tas granulaire, rouge-grosses particules seules BV250, bleu-mélange avec 1% en masse de fines BF10.

granulaire de grosses particules ou que l'effet des particules fines n'est pas mesurable avec la géométrie plan-plan.

III.4.2.3 Difficultés de mesure plan-plan sur un tas granulaire

Préparation échantillon La préparation d'échantillon est en effet délicate. Les particules sont de taille micrométrique et le porte-échantillon est en plexiglass. Le remplissage des particules dans le porte-échantillon crée donc une certaine force électrostatique, et des particules adhèrent sur la paroi du cylindre du porte-échantillon. Ces particules peuvent être coincées quand le plan supérieur est mis en rotation relativement vite, cela conduit à sur-estimer la contrainte de cisaillement de l'échantillon. Malheureusement ce phénomène est difficile à éliminer, même si on nettoie soigneusement la paroi interne, il y a toujours quelques particules qui se déplacent lorsqu'on exerce la pression sur le plan supérieur. Pour essayer de minimiser ce phénomène pendant les mesures de la contrainte de cisaillement, nous avons utilisé une fréquence de rotation lente inférieure à 0.1Hz. Un porte-échantillon en métallique peut probablement résoudre ce problème.

Fluctuation des particules à la surface Une deuxième difficulté est liée à la migration des particules des régions de fort cisaillement vers les régions de faible cisaillement. Cette migration de particules a été pour la première fois observée par Gadalamaria *et al.* [83] dans une cellule de Couette : avec une suspension de particules polystyrène de diamètre de 40 - 50 μm dans l'huile de silicone, la viscosité apparente de la suspension décroît continûment après de longues périodes de cisaillement, alors que, dans des conditions identiques de cisaillement, la viscosité du fluide interstitiel reste constante. Par la suite, de nombreuses situations expérimentales ont mis en évidence ce phénomène : dans un rhéomètre de Couette [84], dans un rhéomètre plan-

plan [85], dans une cellule de Hele-Shaw [86]... Or, dans un rhéomètre plan-plan, le cisaillement n'est pas homogène, on doit donc s'attendre à une migration de particules vers le centre. Krishnan *et al.* ont prouvé que la migration sous cisaillement est compensée par la migration depuis les régions où la courbure des lignes de courant est la plus forte vers là où elle est la plus faible, i.e. vers la périphérie [87].

Dans nos expériences de cisaillement, nous avons aussi observé l'existence d'une diffusion de particules sous cisaillement au sein du tas granulaire, vers la périphérie.

III.5 Conclusion

Afin de comprendre la dynamique d'écoulement des particules d'un tas granulaire mono/poly disperse, nous avons réalisé plusieurs séries de mesure de trois angles caractéristiques granulaires sous différentes conditions expérimentales. Pour un tas monodisperse de grosse particules de BV250 (diamètre moyen $250\mu\text{m}$, l'angle maximum de stabilité θ_m et l'angle du repos θ_r restent constants dans le régime d'avalanche, l'angle dynamique du repos augmente proportionnellement avec l'augmentation de la vitesse de rotation du tambour ω .

L'influence des particules fines est observée avec une variation quantitative de la concentration massique des billes fines BF10 (diamètre de $5\mu\text{m}$). L'ajout de particules fines modifie le comportement du tas granulaire de façon surprenant : à moins de 0,15% en masse, les fines induisent une fluidification à la surface du tas, l'angle maximum de stabilité du tas diminue progressivement quand la concentration des fines ϕ augmente. Au-delà de cette concentration critique, les particules remplissent petit à petit les espaces vides entre les grosses billes, ce qui réduit le nombre de contacts directs entre deux grosses particules et provoque la formation de ponts capillaires plus petits et plus nombreux. Le tas se présente sous forme d'un bloc solide et glisse sur la paroi interne du tambour lors de la rotation du tambour.

Comme le tas devient de plus en plus compact avec l'addition des particules fines BF10, la fraction d'empilement du tas tend vers 1 (Appollonian packing), donc la cohésion s'accroît fortement lorsque l'atmosphère est humide. L'effet de l'humidité relative est ensuite étudié dans ce travail. Quand l'humidité relative est élevée, la condensation capillaire au contact des particules (grosse-grosse, grosse-petite, petite-petite) est plus facile, cela entraîne une formation des ponts liquides plus nombreux avec des ménisques d'eau plus grands. Par conséquent, cela donne une cohésion plus élevée entre particules, l'angle maximum de stabilité du tas θ_{mg} décroît quand l'atmosphère devient de plus en plus sèche.

Des essais avec un plan d'obstacle dans le tambour tournant ont été réalisés pour comprendre le mécanisme du blocage apparent du tas en présence des fines. La présence de particules fines au niveau contact entre le tas et la paroi intérieure du tambour tournant diminue la friction provoquant le roulement à la paroi du cylindre avant que l'écoulement des particules à la surface du tas se produise.

Enfin, pour avoir des informations complémentaires sur la cohésion à l'intérieur du tas granulaire, nous avons étudié le comportement rhéologique du milieu granulaire. A cause de la géométrie d'échantillon choisie, les essais n'ont pas été concluants. Nous n'avons pas observé de différence significatives sur la mesure de la contrainte de cisaillement avec et sans fines. L'hypothèse que la présence de particules fines augmente la contrainte de cisaillement du milieu granulaire n'a donc pas pu être vérifiée.

Chapitre IV

Discussion

Dans le chapitre précédent, l'évolution des angles maximum et minimum de stabilité d'un tas granulaire de billes de verre ($d = 250 \mu\text{m}$) dans un tambour tournant est étudié dans différentes conditions expérimentales. Nous nous sommes intéressés à l'effet des particules très fines sur la stabilité du tas et à l'influence de l'humidité relative dans l'enceinte. Les résultats obtenus montrent que les particules fines ont un effet ambivalent sur la stabilité du tas granulaire : fluidification à la surface du tas à faible concentration et solidification à l'intérieur du tas quand la concentration ϕ dépasse une valeur critique de 0,15%. La Figure IV.1 présente les résultats obtenus de l'angle maximum de stabilité en fonction du pourcentage de particules fines à une vitesse de rotation constante de 0,05 tr/min dans 4 conditions d'humidité relative. On observe qu'à vitesse constante, en poursuivant l'addition des particules fines, l'angle maximum de stabilité du tas diminue rapidement dans le régime d'avalanche jusqu'à ϕ_c . Après avoir passé une transition entre avalanche et stick-slip, l'angle maximum de stabilité remonte proportionnellement avec le pourcentage de fines. Pour le cas 'humide' (43% HR et 58% HR), l'angle maximum de stabilité est plus élevé du fait de la forte cohésion créée entre les particules et la paroi du tambour. Alors que pour le cas "sec" de 6% HR et 23% HR, l'angle maximum est moins élevé.

Donc, à des vitesses de rotation lentes, l'augmentation de la concentration de particules fines a pour conséquence que : (i) l'avalanche à la surface du tas devient de plus en plus fluide ; (ii) l'écoulement à la surface est arrêté, et le tas glisse sur la paroi interne du tambour comme un solide quasi-rigide.

Après avoir présenté ces résultats expérimentaux dans le chapitre 3, nous allons essayer, dans ce chapitre, de comprendre l'origine de cette modification de stabilité du tas. Les particules fines et l'humidité relative sont les deux paramètres qui influencent la stabilité du tas granulaire, et engendrent un comportement du milieu granulaire. Afin d'essayer de comprendre ces résultats, dans un premier temps, nous allons établir une loi permettant d'interpréter l'effet des particules fines et de l'humidité relative sur l'angle d'avalanche θ_m dans le régime d'avalanche. Ensuite, pour le régime de stick-slip, un modèle d'angle maximum de stabilité sera proposé pour la prédiction de l'effet des fines et de l'humidité sur la cohésion entre particules dans le tas granulaire et entre les particules et le tambour.

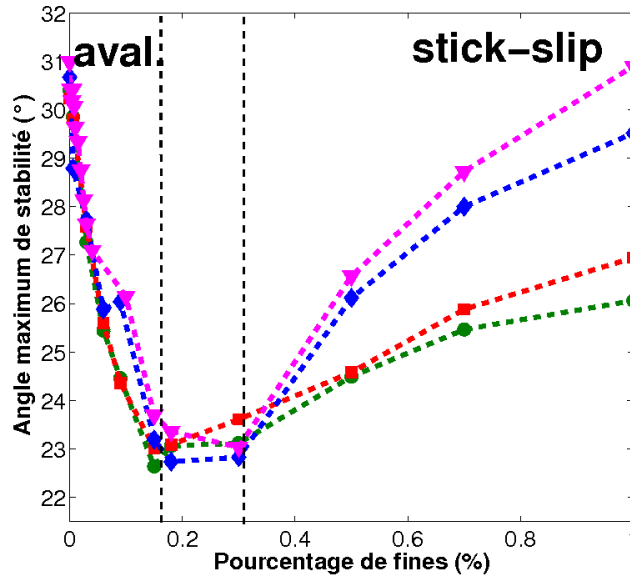


Fig. IV.1: Angle maximum de stabilité en fonction du pourcentage de fines ϕ pour 6% HR (rond vert), 23% HR (carré rouge) ; 43% HR (losange bleu) ; 58% HR (triangle inverse violet) à 0,05 tr/min.

IV.1 Répartition des particules fines

Avant de commencer l'étude de l'effet des particules, on se pose les questions suivantes "Où se trouvent les particules fines dans le tas granulaire ? Est-ce qu'il y a de la ségrégation due à la différence de taille ?". Une étude expérimentale sur la répartition des particules dans un tas mélangé a donc été effectuée.

L'empilement compact d'un milieu de particules sphériques mono/polydisperses a été largement étudié dans la littérature [88], [89]. La densité apparente de l'empilement se caractérise par la fraction d'empilement η ou la porosité $\xi = 1 - \eta$, celle-ci étant la fraction du volume inoccupé. Différents facteurs ont des effets sur la densité d'empilement. Cependant, la distribution de taille des particules est connue comme étant le facteur primordial. La valeur maximale de η pour un empilement aléatoire de particules sphériques de taille identique va jusqu'à 0,64 [88]. Un empilement plus dense peut être obtenu en utilisant des sphères de différentes tailles en remplissant les espaces interstitiels entre les grosses particules avec les plus petites. Dans ce cas, théoriquement, un maximum de densité d'empilement peut être atteint avec $\eta \simeq 1$. Dans ce cas-là, l'empilement atteint la plus grande densité possible, c'est l'empilement apollonien (Figure. IV.2) [90].

Les deux types de billes utilisés dans ce travail sont polydisperses, surtout les billes BF10 qui ont une distribution de taille assez large (voir Figure II.8 dans le chapitre 2). En plus, le ratio de diamètre des particules d_g/d_p est de l'ordre de 50 en moyenne, alors que dans la littérature le plus souvent, les mélanges granulaires bidisperses ont typiquement un ratio de 1 à 5 [39], [76]. Donc avec une dispersité et un ratio de taille élevé, on peut considérer que cela entraîne un remplissage des particules fines dans les espaces interstitiels entre les grosses particules plus efficace, résultant en un empilement plus compact du milieu qui est proche de l'empilement apollonien si le mélange contient suffisamment de fines.

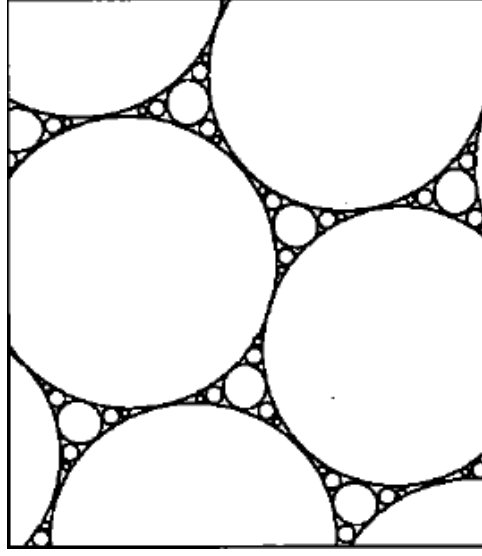


Fig. IV.2: Structure d'un empilement apollonien.

La répartition des particules dans un milieu granulaire polydisperse peut se présenter de différentes façons. L'empilement apollonien est une proposition théorique compte tenu de la polydispersité du milieu et du ratio de diamètre important. Nous détaillons ensuite quelques arguments de notre hypothèse.

Dans un premier temps, les particules fines ont un poids quasiment négligeable. Prenons une particule fine de taille moyenne ($d = 5\mu\text{m}$), son poids G est :

$$G = mg = \rho \frac{4}{3} \pi \left(\frac{d}{2}\right)^3 g = 1,62 \times 10^{-12} \text{N} \quad (\text{IV.1})$$

Alors que la force capillaire entre cette particule et une grosse bille de diamètre $250\mu\text{m}$ est, d'après Butt *et al.* [57] :

$$F = 2\pi R^* \left(2c - \frac{D}{r}\right) = 8,89 \times 10^{-7} \text{N} \quad (\text{IV.2})$$

avec $c = \frac{\cos(\theta_1 + \beta) + \cos(\theta_2)}{2}$, $R^* = \frac{R_a R_b}{R_a + R_b}$ et $r = -\frac{\lambda_K}{\ln(\frac{P}{P_0})}$, les notations sont présentées dans la partie I.3.3 dans le chapitre 1. Comme on travaille à une atmosphère de pression constante, si les deux particules sont en contact, on obtient une force d'adhésion de $1.13 \times 10^{-6} \text{N}$. Ces deux valeurs sont largement plus grandes que le poids de la petite bille, ce que privilégie l'adhésion à la surface d'une grosse bille au lieu de la percolation due à la gravité. Donc on peut considérer que la ségrégation ne se produit pas dans notre milieu granulaire.

Pour vérifier la répartition des particules dans le tas granulaire, nous avons effectué une observation d'échantillon au Microscope Électronique à Balayage (MEB), montrée sur les Figures IV.3 et IV.4 .

Sur la Figure IV.3 (a), on observe que des billes de BV250 ont une surface relativement lisse (image à gauche), et quand on observe le mélange (Figure IV.3 (b)), on voit des particules fines qui adhèrent à la surface des grosses billes. Dans l'espace interstitiel entre deux grosses billes de BV250 (Figure. IV.4), on observe un empilement typique qui ressemble localement à

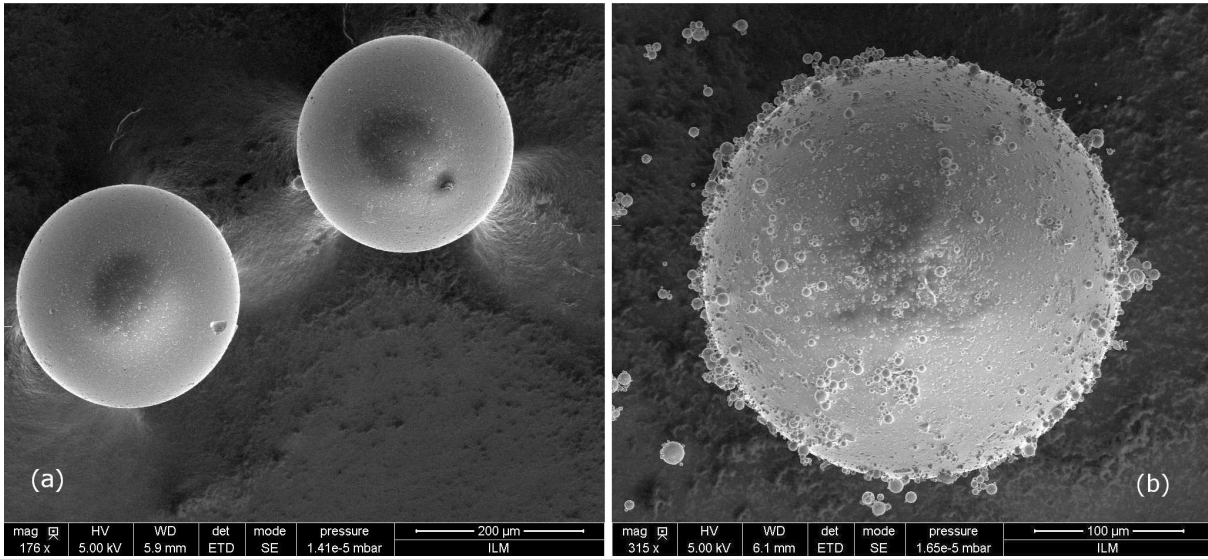


Fig. IV.3: Images MEB d'échantillon, (a) : billes de verre de BV250 ; (b) : billes prélevées dans un mélange à 1% de particules fines.

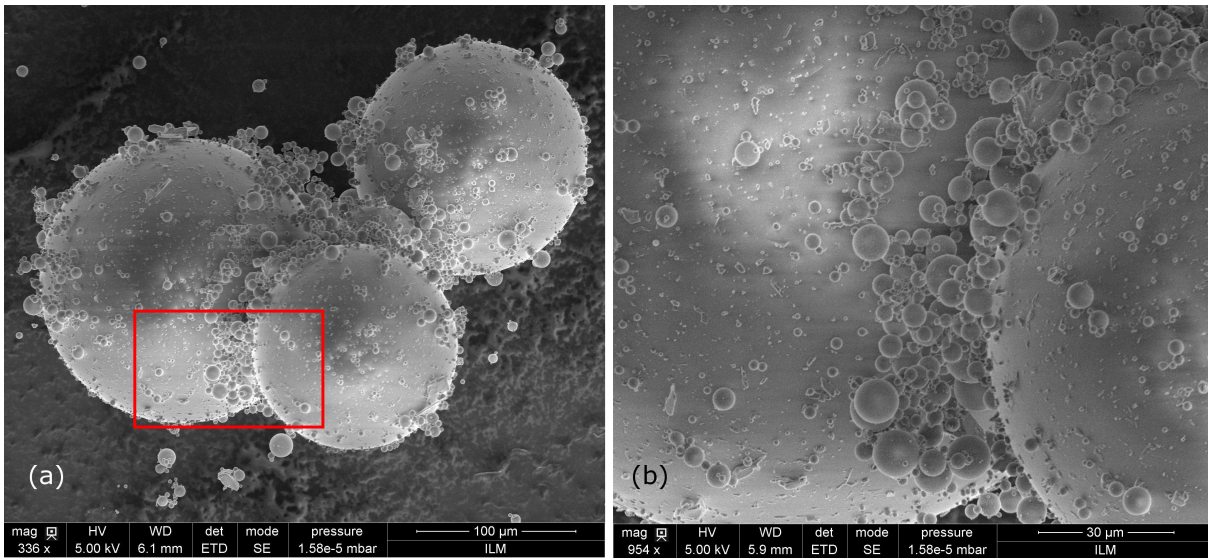


Fig. IV.4: (a) : Image d'un agglomérat de billes prélevé dans un mélange contenant 1% en masse de fines ; (b) : zoom de la zone rouge sur l'image (a).

l'empilement apollonien des particules, ce qui rend le milieu plus compact. Il faut bien noter qu'un empilement apollonien, c'est le remplissage de tous les espaces interstitiels entre les particules, alors il est intéressant de connaître à quel niveau les particules fines remplissent les espaces vides entre les grosses billes dans notre cas.

On considère que le volume vide entre les 4 sphères est occupé par une sphère de rayon r' qui s'écrit :

$$r' = \left(\frac{\sqrt{6}}{2} - 1 \right) R_{BV250} = 0,225 R_{BV250} \quad (IV.3)$$

On obtient un volume de $9.32 \times 10^4 \mu\text{m}^3$. Cela apporte un ordre de grandeur de $n_{\text{petit}} \sim 1500$ particules fines pour remplir ce volume, largement sous-estimé par rapport au volume interstitiel réel. Dans un empilement classique compact aléatoire ("random close packing"), chaque particule participe à 4 tétraèdres, donc notre calcul ci-dessus revient à dire qu'il faut ~ 1500 particules fines par grosse particule pour occuper ce volume sphérique. D'après le calcul de la fraction numérique de particules fines (Tableau III.2 dans le chapitre 3), il y a 1250 particules fines par grosse particule à $\phi = 1\%$. On est donc théoriquement loin d'un remplissage des interstices mais la polydispersité des billes permet d'avoir localement des zones proches de l'empilement apollonien (voir Figure IV.4). De plus, il faut noter que le tas contient toujours certains agglomérats de particules qui sont pas cassés dans l'étape de préparation d'échantillon.

IV.2 Régime d'avalanche

Dans le régime d'avalanche où l'écoulement des particules se produit à la surface du tas granulaire, l'ajout des particules fines de BF10 a pour conséquence une fluidification du tas et une diminution de l'angle d'avalanche θ_m . La décroissance de θ_m dépend de la fraction volumique des fines.

IV.2.1 Rôle de particules fines

Restagno *et al.* ont montré que dans un tas granulaire, le lieu de la déstabilisation, c'est-à-dire où l'avalanche se produit, dépend fortement de la cohésion particulaire à l'intérieur du tas. Quand le tas est plus cohésif, l'avalanche se produit à une plus grande profondeur dans le tas [79].

Pour les expériences à faibles concentrations de fines, la déstabilisation se produit à la surface. Aussi, pour comprendre l'origine de l'évolution de l'angle maximum de stabilité avec la quantité de fines, nous avons choisi d'utiliser une approche comparable à celle d'Albert *et al.* [62]. Dans celle-ci, la déstabilisation du tas est modélisée par la chute d'une sphère reposant sur trois sphères (voir Figure I.24 dans le chapitre 1). Lorsque l'empilement s'incline, l'ensemble du tétraèdre formé par les quatre sphères commence à se déstabiliser quand la particule du sommet est déséquilibrée par la gravité. Les particules très fines de BF10 ajoutées remplissent graduellement les espaces interstitiels entre les grosses billes de BV250, en conséquence la surface devient de plus en plus lisse et cela peut conduire à la diminution de la stabilité des billes du sommet comme présenté sur la Figure IV.5. Donc l'angle maximum de stabilité diminue avec la fraction volumique des fines. Quand les particules fines soulèvent la particule au sommet, la séparation de cette particule avec les particules du dessous a pour la conséquence la rupture des ponts capillaires entre le grain au sommet et les trois du dessous. Donc la particule du sommet s'écoule vers le bas.

Nous allons maintenant essayer de comprendre pourquoi le lieu de déstabilisation est la surface pour une faible quantité de fines. Entre deux grains d'un tas placé dans un environnement humide non saturé, la mouillabilité de l'eau sur le verre diminue le potentiel chimique de l'eau liquide par rapport au potentiel chimique de la vapeur d'eau. Par conséquent, en dessous de la distance critique d_c , de l'ordre de quelques nanomètres, la vapeur d'eau devient métastable et des ponts capillaires peuvent germer. Comme la surface des grains est rugueuse à l'échelle du

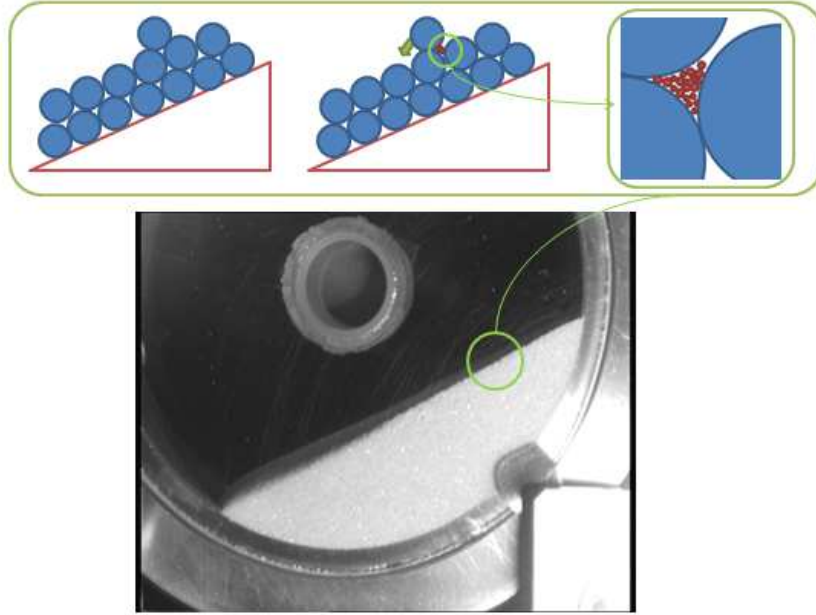


Fig. IV.5: Représentation schématique de l'influence des particules fines sur la stabilité d'un grain à la surface du tas en 2D.

nanomètre, le contact réel se réduit à des points situés à l'extrémité des aspérités. Sauf pour les atmosphères humides presque saturées, la nucléation du pont liquide est limitée à ces aspérités et des vides existent à l'intérieur du contact [64]. Ces ponts induisent une force d'adhérence entre les grains, en raison de la pression de Laplace I.3.3.

Dans l'analyse de Mohr-Coulomb, un tas granulaire perd sa stabilité dans un plan lorsque le rapport entre la contrainte de cisaillement (due au poids P des grains du dessus) et la contrainte normale (due au poids P des grains du dessus et à la force d'adhérence) est supérieure à un coefficient de frottement (voir partie I.4.1 dans le chapitre 1). À première vue, plus le milieu humide est cohésif, plus la rupture aura lieu profondément dans le tas. Mais, comme en témoignent les expériences de l'appareil à force de surface, la force d'adhérence dépend de la charge normale appliquée sur les grains [64]. En effet, la charge due aux grains du dessus induit une déformation élastique et plastique des aspérités en contact, conduisant à une diminution de l'écart entre les grains. Cela induit une augmentation du nombre de points de contact et des ponts liquides, donc de la force adhérence $F_{adh}(h)$. Cette force $F_{adh}(h)$ augmente avec la profondeur du tas h . Pour une grande quantité de liquide, lorsque tout l'espace interstitiel est envahi par le pont liquide du ménisque entre deux grains, cet effet de la diminution de l'écart entre les particules devient négligeable [91]. Mais pour une faible quantité de liquide ou lorsque le liquide provient d'une vapeur condensable, il est dominant et il a été démontré que $F_{adh} \sim h$ [79]. On a alors à la fois $P \sim h$ et $F_{adh} \sim h$, aussi les avalanches se produisent à la surface du tas, c'est ce qui a été observé expérimentalement dans [74], en d'accord avec la prédiction théorique [79].

Comme la déstabilisation se produit à la surface, la perte de stabilité ne peut pas être expliquée au moyen d'une analyse du frottement interne au tas, comme dans l'analyse de Mohr-Coulomb. Dans ce cas, l'angle maximum de stabilité peut être évalué à partir d'une simple évaluation géométrique comme celle introduite au début du paragraphe.

Lorsque les particules fines BF10 remplissent progressivement les espaces interstitiels entre grains à la surface, les grains au sommet se soulèvent et perdent progressivement leur stabilité gravitationnelle. Au premier ordre, l'angle d'avalanche θ_m devrait être inversement proportionnel à la lévitation du grain du dessus qui dépend du volume d'espace rempli par les fines. La figure IV.6 montre le schéma de remplissage d'interstice entre deux billes sphériques, le volume rempli par les fines est proportionnel au nombre de fines, donc $V \sim n_{\text{petit}} \sim \phi$. Ce volume est dimensionnellement de l'ordre de L^3 , L étant la profondeur remplie par les fines. On a donc $L^3 \sim \phi$ et alors $L \sim \phi^{\frac{1}{3}}$. Comme on l'a dit au premier ordre $\theta_m \sim L^{-1}$, l'angle d'avalanche devrait avoir une évolution comme $\theta_m \sim \phi^{-\frac{1}{3}}$.

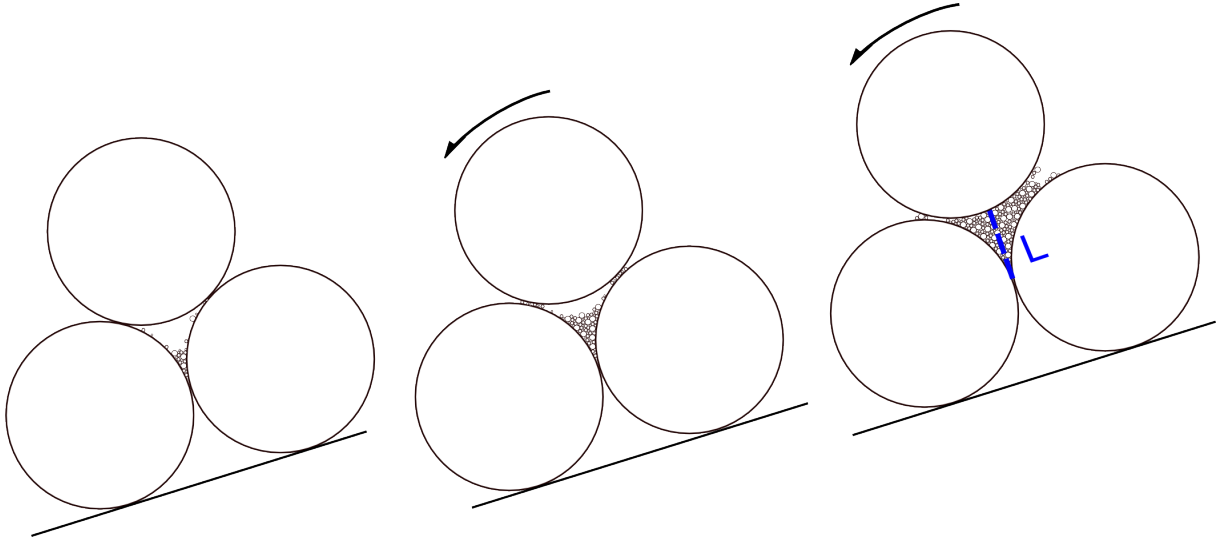


Fig. IV.6: Remplissage des sites interstitiels par des particules fines entre deux grosses billes.

L'évolution de l'angle d'avalanche θ_m a été mesuré à faible concentration de particules fines (ϕ varie entre 0 et 0,15%) avec 6%, 23%, 43% et 58% HR. On observe une décroissance de θ_m pour les quatre conditions d'humidité relative. La Figure IV.7 montre que la loi d'échelle $\theta_m \sim \phi^{-\frac{1}{3}}$ ajuste de façon satisfaisante l'évolution de l'angle maximum de stabilité avec la concentration en particules fines. Malheureusement, ce premier ajustement n'est pas tout à fait correct puisque l'évolution $\theta_m \sim \phi^{-\frac{1}{3}}$ diverge quand ϕ tend vers 0. Des corrections plus détaillées doivent être prises en compte dans les études à venir.

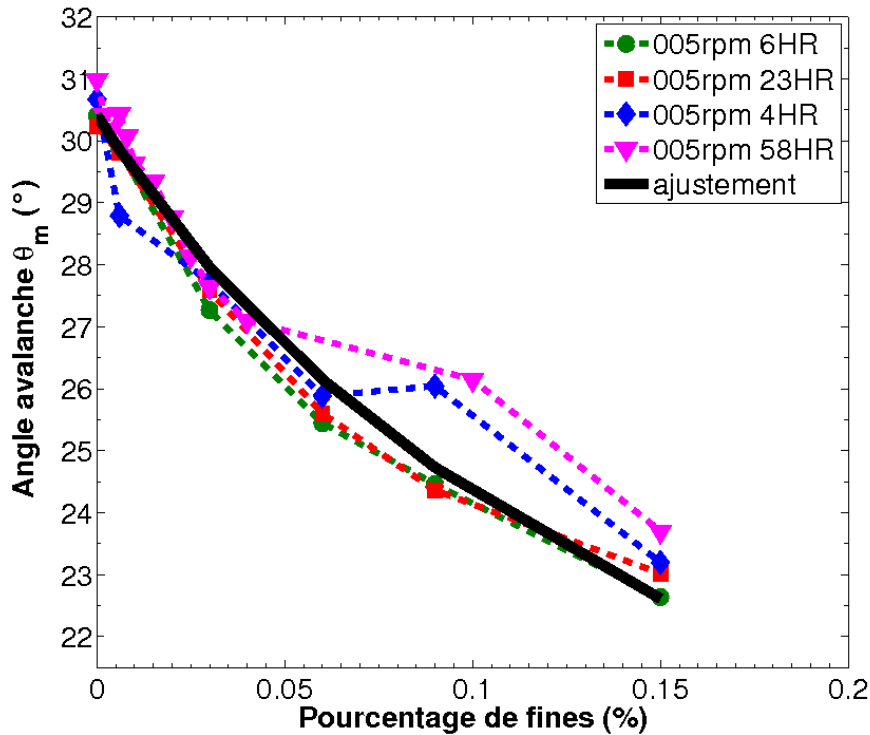


Fig. IV.7: Évolution de l'angle d'avalanche du tas en fonction du pourcentage de particules fines à différentes humidités relatives : rond vert-6%, carré rouge-23%, losange bleu-43%, triangle inversé violet-58%.

Influence de l'humidité relative On peut également observer sur la Figure IV.7 que le taux d'humidité relative n'a pas d'influence significative sur l'angle d'avalanche. Dans le régime d'avalanche, les quatre courbes se superposent. Cette indépendance provient probablement du fait que, lorsque les particules fines induisent une lévitation du grain au sommet, aucune force d'adhérence n'est présente lorsque le grain du sommet tombe (les ponts liquides avec les grains du dessous ne contribuent pas à la stabilité du grain du haut) et l'angle maximum de stabilité ne dépend pas de l'humidité.

IV.2.2 Transition avalanche/stick-slip

Sur le diagramme de stabilité présenté dans le chapitre 3, on note que pour les 4 conditions d'humidité relative, la transition avalanche/stick-slip a lieu toujours à la même concentration de particules fines qui est de 0,15%.

La valeur de ϕ_c est liée à la capacité des particules fines à augmenter la cohésion de l'ensemble du milieu granulaire. Cette perte de fluidité peut provenir de l'augmentation de la densité du milieu, ce qui induit un blocage progressif qui s'appelle le phénomène de jamming, ou de l'adhésion induite par les nouveaux ponts capillaires créés entre les sphères fines et les grosses particules. Afin de comprendre le mécanisme de l'augmentation de la cohésion dans le milieu granulaire, deux caractéristiques peuvent être invoquées. Premièrement, la concentration

critique ϕ_c a été mesurée comme complètement indépendante de l'humidité relative, étant de 0,15% pour HR entre 6 et 58%, cela montre que l'humidité relative n'influence pas le seuil de la transition avalanche/stick-slip. Deuxièmement, afin de fournir une augmentation notable de la cohésion, les particules fines devraient remplir les sites interstitiels entre les grosses particules pour former des liaisons entre les grosses billes. D'après l'estimation du nombre de particules fines nécessaires en faisant l'approximation d'un empilement aléatoire cubique à faces centrées présenté dans le paragraphe IV.2.1, il faut plus de 1500 particules fines par grosse particules pour remplir tous les espaces vides, alors que ϕ_c correspond à $n_{\text{petit}} \sim 200$. Nous pouvons donc déduire que la cohésion dans le tas granulaire trouve certainement son origine dans le phénomène de blocage dû au remplissage des espaces interstitiels entre les grosse particules par des fines ce qui favorise le phénomène de jamming. De plus, le jamming du tas se produit pour une valeur de n aussi basse que 200 probablement grâce à la très grande polydispersité des particules fines, ce qui permet un remplissage plus efficace des vides, comme dans les joints de sphère apolliniens [92].

Nous avons montré que dans le régime d'avalanche, le remplissage de particules fines dans les sites interstitiels est l'origine de la décroissance de l'angle d'avalanche θ_m et introduise le blocage macroscopique du tas granulaire.

Par ailleurs, une fois le régime de stick slip présent, le comportement du tas change une nouvelle fois. Nous allons essayer de rechercher une mécanisme qui puisse expliquer ce comportement stick-slip et la variation de l'angle maximum de stabilité avec l'augmentation de la concentration de particules fines.

IV.3 Régime de stick-slip

Dans le régime de stick-slip, l'écoulement des particules ne se produit plus à la surface, l'ensemble du tas présente un comportement de solide. Pendant la rotation du tambour (< 1 tr/min), on n'observe qu'un glissement du tas sur la paroi interne du tambour et un déplacement de quelques couches de grains au fond du tas vers le haut en sens inverse de la rotation. Ce glissement est dû à la friction entre les billes de verre et la surface d'acier de la paroi cylindrique.

IV.3.1 Effet des fines et de l'humidité relative

Lorsque la fraction volumique des particules fines a atteint la valeur critique $\phi_c = 0,15\%$, la cohésion est telle que la rupture se déplace du haut vers le bas du tas [79]. L'adhésion entre le tas et la paroi peut être due à la nucléation de ponts capillaires, au contact entre les grains et la paroi du tambour. L'influence des particules fines se traduit par l'augmentation de la liaison entre le tas granulaire et la paroi du tambour par la nucléation de nouveaux ponts liquides, comme montré sur le schéma Figure. IV.8. L'augmentation de la fraction de fines augmente leur nombre à la surface du tambour, et donc augmente le nombre total des ponts capillaires et donc l'adhésion particules/paroi. Comme la cinétique de la nucléation des ponts liquides dépend de l'humidité relative, l'adhésion et l'angle maximum de stabilité devraient aussi dépendre de HR.

Dans le régime de stick-slip, le nombre de particules fines par grosse bille est grand (> 200). A l'intérieur du tas, les particules fines remplissent partiellement les espace interstitiels entre les grosses, cela augmente forcément l'aire de contact entre particules. Les ponts capillaires

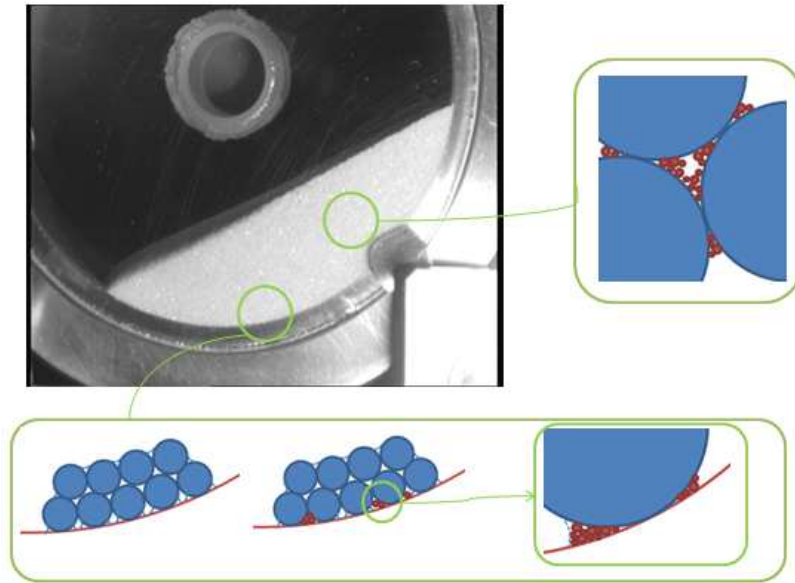


Fig. IV.8: Représentation schématique de l'arrangement des particules dans le régime du stick-slip.

formés par condensation capillaire renforcent la cohésion particulaire. Au contact avec la paroi interne du tambour, les particules fines adhèrent à la surface des grosses particules et comblent aussi les vides entre les grosses particules et la paroi.

IV.3.2 Modèle Mohr-Coulomb à l'interface tas-tambour

Considérons P comme le poids par unité de surface du tas granulaire à un certain point de la surface du tambour, et θ l'angle de la surface avec l'horizontale (Figure. IV.9)

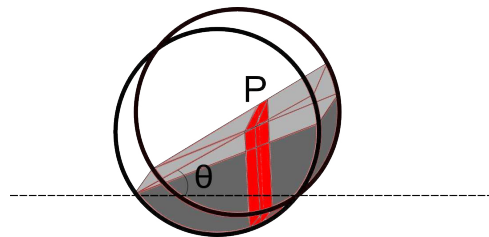


Fig. IV.9: Représentation schématique du modèle, P le poids total de l'élément par unité de surface, θ l'angle du tas.

Sur cet élément du poids P , la force tangentielle T s'écrit :

$$T = P \sin \theta \quad (\text{IV.4})$$

Et la force normale N est :

$$N = P \cos \theta + c \quad (\text{IV.5})$$

où c est la force d'adhésion par unité de surface entre le tas et la paroi du tambour.

Pour un tas granulaire à l'air sec, c'est à dire en absence de cohésion, c est égale 0 dans l'équation IV.5. Au moment de déstabilisation due à l'inclinaison du tas, l'angle maximum de stabilité du tas s'appelle $\theta_d = \arctan(\frac{T}{N})$. Le coefficient de friction est défini comme :

$$\mu = \tan(\theta_d) \quad (\text{IV.6})$$

Dans ce travail, les expériences sont réalisées dans une atmosphère en présence d'humidité, il faut tenir compte de la cohésion c . Le glissement se produit à l'angle maximum de stabilité θ_{mg} , quand T/N dépasse le coefficient de friction $\mu = \tan \theta_d$.

Le poids P peut être donné par $\rho g d_x$ avec ρ la densité du tas, g l'accélération de la gravité et d_x la hauteur au dessus de la paroi. Par conséquent, le critère de stabilité peut s'écrire de la manière suivante [93], [59] :

$$\tan \theta_{mg} = \tan \theta_d \left(1 + \frac{c}{\rho g d_x \cos \theta_{mg}}\right). \quad (\text{IV.7})$$

La cohésion c due à la nucléation de ponts capillaires entre les particules et la paroi au contact s'exprime comme la somme de la cohésion due aux grosses billes et de la cohésion due aux particules fines :

$$c = N_g F_g + N_f F_f \quad (\text{IV.8})$$

Ici N est le nombre de particules par unité de surface, F la force d'adhésion entre une particule et la paroi du tambour, et les indices g et f indiquent les particules grosses et fines.

Comme les particules fines ont une fraction volumique ϕ , on peut en déduire que $N_f = N_g (R_g/R_f)^3 \phi$.

Pour la force d'adhésion F , Bocquet *et al.* ont présenté une dérivation de F dans leur étude du phénomène de vieillissement d'un tas granulaire humide [63] :

$$F = \frac{2\pi\gamma R \ln(t_w/\tau_0)}{v\rho_1 \ln(1/H)}. \quad (\text{IV.9})$$

Dans cette équation, γ représente la tension superficielle de l'eau, R est le rayon de la particule, t_w le temps d'attente au repos avant le glissement, τ_0 est le temps caractéristique de la condensation microscopique, v le volume représentatif de la rugosité de la particule, ρ_1 la densité numérique de l'eau et H est l'humidité relative. On voit que pour une particule de taille fixée, le mouillage d'un liquide est proportionnel au temps de germination et à l'humidité relative. Sachant que le verre peut avoir une réaction chimique avec l'eau condensée sur les aspérités à la surface de la bille, la relation de Kelvin n'est pas tout à fait applicable. A cause de ce phénomène de dissolution locale, certains paramètres dans l'équation de Kelvin peuvent être modifiés. Bocquet *et al.*, dans leur étude de l'évolution de la stabilité d'un tas granulaire pendant le vieillissement, ont ainsi constaté que la pression de vapeur saturante permettant d'interpréter leur résultat n'était pas celle de l'eau pure, mais certainement celle d'une eau contenant des ions dissous [63]. En même temps, l'utilisation des solutions salines peut augmenter cet effet.

Avec ceci, on obtient le critère de stabilité du tas sous la forme suivante :

$$\tan \theta_{\text{mg}} = \tan \theta_{\text{d}} \left(1 + \frac{N_{\text{g}} \frac{2\pi\gamma R_{\text{g}} \ln(t_{\text{w}}/\tau_0)}{v_{\text{g}}\rho_1 \ln(1/H)} + N_{\text{g}} \left(\frac{R_{\text{g}}}{R_{\text{f}}}\right)^3 \phi \frac{2\pi\gamma R_{\text{f}} \ln(t_{\text{w}}/\tau_0)}{v_{\text{f}}\rho_1 \ln(1/H)}}{\rho g d_{\text{x}} \cos \theta_{\text{m}}} \right). \quad (\text{IV.10})$$

que l'on peut ré-écrire sous la forme suivante :

$$\rho \ln\left(\frac{1}{H}\right) \cos \theta_{\text{mg}} (\tan \theta_{\text{mg}} - \tan \theta_{\text{d}}) = a + b\phi \quad (\text{IV.11})$$

où a et b sont deux paramètres constants qui dépendent de plusieurs paramètres (le rayon moyen des particules R_{g} et R_{f} , le nombre de grosses particules N_{g} , le temps d'attente avant glissement t_{w} , la rugosité des grosses particule (via F_{g}) et la tension superficielle du liquide γ) :

$$a = \frac{\tan \theta_{\text{d}} N_{\text{g}} 2\pi\gamma \ln(t_{\text{w}}/\tau_0) R_{\text{g}}}{\rho_1 v_{\text{g}}} \quad (\text{IV.12})$$

$$b = \frac{\tan \theta_{\text{d}} N_{\text{g}} 2\pi\gamma \ln(t_{\text{w}}/\tau_0) R_{\text{f}}}{\rho_1 v_{\text{f}}} \cdot \left(\frac{R_{\text{g}}}{R_{\text{f}}}\right)^3 \quad (\text{IV.13})$$

Comme l'ajout des particules fines augmente légèrement la densité du tas à cause d'une croissance de la compacité d'empilement, ρ a été recalculée pour chaque concentration de fines ϕ .

Donc on obtient une prédiction de l'angle maximum de stabilité du tas granulaire en fonction de la fraction volumique des particules fines ϕ et l'humidité relative H .

Pour les hautes teneurs en fines ($\phi > 0,24\%$), l'ajustement de toutes les données avec l'équation IV.11 est tracé sur la Figure IV.10 et semble satisfaisant. Ainsi, on peut considérer que le renforcement de la friction entre l'empilement des particules et la paroi interne du tambour par la nucléation des ponts capillaires donne la loi d'échelle correcte pour l'influence de la fraction de fines et de l'humidité, validant ainsi l'hypothèse que l'ajout des particules fines dans le milieu granulaire induit une liaison plus forte due à la création d'autant plus de ponts capillaires que l'humidité relative est élevée.

Si on ne tient pas compte du changement de la densité du tas, on trouve que pour une concentration donnée de particules fines, les points pour les différentes humidités sont plus éloignés et l'ajustement est moins satisfaisant comme illustré sur Figure IV.11.

IV.4 Intérêt pour le broyage

Les expériences de mesure des angles caractéristiques d'écoulement d'un milieu granulaire en tambour tournant avec des particules fines montrent un aspect peu étudié dans la procédure du broyage, l'effet des poussières très fines créées lors du concassage des particules.

Les particules fines ont déjà été démontrées comme étant l'origine du phénomène d'agglomération dans la procédure du broyage des particules de silice [6]. D'après ce travail, on se rend compte que ces particules fines ont un effet significatif sur la stabilité du milieu granulaire. L'augmentation forte de la cohésion dans un tas granulaire en présence de moins de 1% en masse de particules fines confirme qu'avec des liaisons dues aux pont capillaires, les fines peuvent faciliter l'agglomération des particules et la formation d'agrégats.

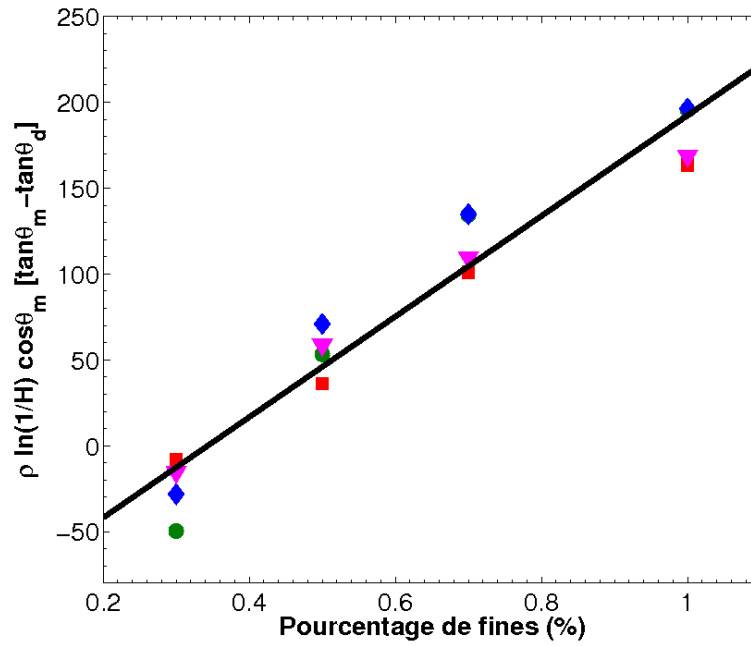


Fig. IV.10: L'analyse de Mohr-Coulomb de l'angle maximum de stabilité en fonction de la fraction volumique ϕ et l'humidité relative H dans le régime de stick-slip, cercle vert-6%, carré rouge-23%, losange bleu-43%, triangle inversé violet-58%, courbe noire : ajustement du modèle.

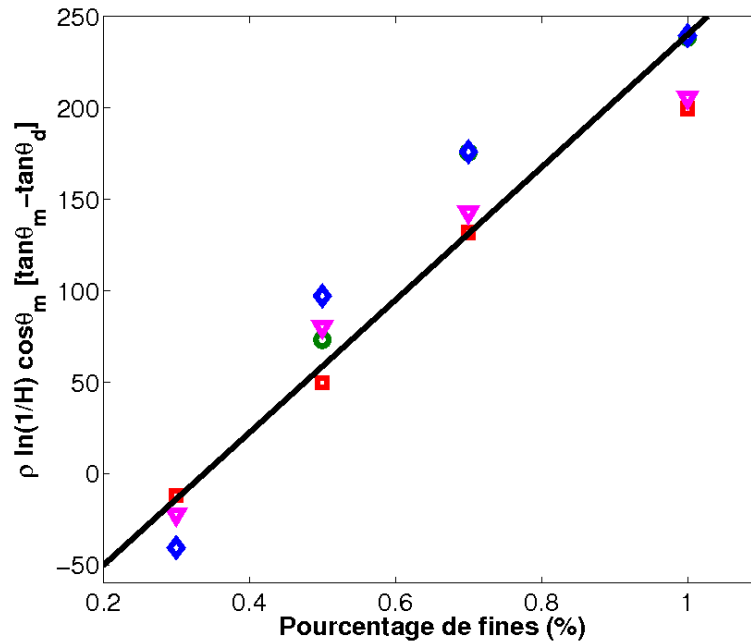


Fig. IV.11: L'analyse de Mohr-Coulomb de l'angle maximum de stabilité sans correction de ρ .

IV.5 Conclusion

L'ajout d'une faible concentration de billes très fines dans un tas de billes de verre induit une modification surprenante du comportement du milieu granulaire.

A faible fraction volumique de fines ($<0,15\%$), l'écoulement se produit toujours à la surface du tas granulaire sous forme d'avalanches intermittentes à faible vitesse de rotation ou d'écoulement continu quand la vitesse dépasse ~ 1 tr/min. La présence des particules très fines déstabilise les billes à la surface puisque les fines lissent la surface par remplissage des interstices entre les grosses particules. Cela a pour conséquence la diminution de l'angle d'avalanche et aussi de l'angle dynamique de repos dans le régime d'écoulement continu avec l'augmentation de la fraction massique de fines. L'humidité relative n'a pas d'influence sur la stabilité du tas dans ce régime, la déstabilisation étant purement d'origine géométrique.

Quand la concentration des particules fines est plus élevée, une cohésion plus forte est provoquée par l'adhésion des fines sur les grosses billes. Le milieu granulaire est dans un régime de stick-slip, le glissement se produisant sur la paroi interne du tambour tournant. Le coefficient de friction dans le régime de stick-slip est légèrement plus faible que celui dans le régime d'avalanche. En plus, il est fortement dépendant de l'humidité relative dans l'enceinte de l'expérience, car il est la conséquence de la germination de pont capillaires entre les billes et la paroi du tambour.

Conclusion générale et perspectives

Conclusion

Dans cette thèse, nous avons mené une étude expérimentale de l'effet des particules très fines sur la stabilité d'un milieu granulaire de billes de verre de diamètre de 200 à 300 μm en tambour tournant. L'idée initiale de cette étude était la compréhension du phénomène de ré-agglomération qui est favorisé par des particules fines créées dans le procédé de broyage en voie sèche. Différents thèmes ont été abordés : régime d'avalanche, régime d'écoulement continu, régime de stick-slip, régime de roulement, la transition entre deux régimes, la ségrégation, le "jamming", la condensation capillaire... Contrairement aux études sur les mélanges bidisperses qui utilisent souvent une fraction volumique relativement grande, nous avons travaillé avec une faible concentration de particules fines pour nous approcher plus des conditions réelles lors du procédé de broyage.

Dans un premier temps, l'écoulement d'un tas contenant uniquement des grosses billes (BV250) a été étudié en tambour tournant à différentes vitesses de rotation sous plusieurs humidités relatives. A faible vitesse de rotation (< 1 tr/min), un régime d'avalanche en intermittence est observé. L'angle d'avalanche θ_m et l'angle de repos θ_r mesurés dans le système restent quasi constant quand la vitesse de rotation augmente dans le régime d'avalanche. Cela signifie que la vitesse de rotation du tambour n'a pas d'influence sur l'angle maximum de stabilité du tas dans le régime d'avalanche. A la vitesse critique ω_c , une transition de régime apparaît et le régime d'avalanche et le régime d'écoulement continu co-existent pendant la rotation du tambour. Au delà de la vitesse critique, écoulement continu est observé pendant lequel la surface forme un angle stationnaire θ_{dyn} , l'angle dynamique de repos. Dans ce régime d'écoulement continu, l'angle dynamique de repos θ_{dyn} augmente proportionnellement avec la vitesse de rotation du tambour. Les expériences d'écoulement des particules BV250 sont réalisées respectivement dans quatre conditions d'humidité relative, 6%, 23%, 43% et 58%. Les résultats expérimentaux montrent que l'humidité relative de l'environnement a peu d'impact dans le régime d'écoulement intermittent ou continu.

Ensuite, les particules fines de BF10 ont été ajoutées avec différentes concentrations dans le milieu granulaire pour comprendre leur influence sur la stabilité du milieu. Nous avons construit un diagramme de stabilité dans lequel plusieurs régimes d'écoulement sont présents quand la concentration de particules fines ϕ et la vitesse de rotation ω varient.

A faible concentration de particules fines, le tas granulaire est toujours en écoulement à la

surface. Le tas est en avalanche ou en écoulement continu selon la vitesse de rotation du tambour comme en l'absence de fines. L'angle maximum de stabilité du tas est influencé par les particules fines. Dans le régime d'avalanche, l'angle d'avalanche θ_m et l'angle de repos θ_r décroissent progressivement quand ϕ augmente, comme l'angle dynamique de repos θ_{dyn} dans le régime d'écoulement continu. Cette diminution de l'angle de stabilité montre une fluidification à la surface du tas granulaire par les particules fines. Dans ces deux régimes, dans l'atmosphère relativement sèche de nos expériences, la déstabilisation a lieu à la surface du tas. Nous avons pu interpréter cette caractéristique comme le fait d'une faible cohésion du tas, ce qui nous a permis de proposer un modèle purement géométrique d'interprétation de l'évolution de l'angle d'avalanche avec le pourcentage de fines : lorsque les particules fines remplissent progressivement les espaces interstitiels entre les grosses billes, la surface du tas est de plus en plus lisse et les grains se déstabilisent de plus en plus facilement. L'angle maximum de stabilité évolue comme $\phi^{-\frac{1}{3}}$, ce qui peut s'expliquer à la géométrie ondulée de l'espace vide entre les billes, qui nécessite de plus en plus de fines pour son remplissage. L'humidité relative a été aussi prise en compte dans les expériences. Les résultats montrent que le changement d'humidité relative n'a pas d'influence sur les trois angles caractéristiques d'écoulement d'un mélange contenant moins de 0,15% de particules fines dans le régime d'avalanche et celui d'écoulement continu.

Quand la concentration de particules fines dépasse une valeur critique ϕ_c qui est de 0,15%, le milieu granulaire a un comportement différent, l'écoulement à la surface est arrêté et on observe un phénomène de glissement du tas sur la paroi interne du tambour. Ce phénomène de stick-slip à la paroi interne du tambour n'avait encore jamais été observé dans un milieu granulaire en tambour tournant. Les observations au microscope électronique à balayage (MEB) montrent que les particules fines adhèrent largement sur la surface des grosses billes et remplissent les interstices entre elles, à la manière d'un empilement apollonien. À vitesse de rotation lente, on observe le régime stick-slip, le tas reste comme un solide et on n'observe plus d'avalanche à la surface. Dans ce régime, l'angle maximum de stabilité θ_{mg} est mesuré pendant le glissement intermittent du tas. Nous avons observé une augmentation de θ_{mg} avec le pourcentage de particules fines ajoutées. Nous avons interprété cette évolution par l'augmentation de nombre de ponts capillaires créés par les particules fines à l'interstice entre les grosses avec la paroi du tambour. Ceci nous a permis, par une analyse de type Mohr-Coulomb, de comprendre l'augmentation de l'angle maximum de stabilité avec l'humidité et avec la concentration de fines. Le régime de roulement apparaît quand la vitesse de rotation s'élève à une certaine valeur critique qui dépend de l'humidité relative. Dans ce régime, l'angle du tas reste constant, du fait du glissement continu du tas à la paroi du tambour.

En conclusion, dans le but de comprendre de l'effet des particules très fines sur le phénomène de ré-agglomération dans le procédé de broyage, nous avons effectué une étude expérimentale en nous focalisant sur l'influence des particules fines sur la stabilité du milieu granulaire. Les expériences ont montré un effet dramatique d'une faible concentration de particules fines, qui s'avère avoir une influence forte sur la cohésion et donc la stabilité mécanique du milieu granulaire. Et cet effet est d'autant plus important qu'il est ambivalent, fluidisant le tas à faible concentration et le solidifiant à forte concentration. Dans les études de milieux granulaires monodisperses, l'influence des poussières (toujours présentes à cause de l'usure naturelle des grains) est négligée alors que celle-ci est à la fois forte et ambivalente. Ainsi, cette étude à visée industrielle a donc permis d'acquérir des connaissances fondamentales sur les milieux granulaires. Alors que la connaissance et la compréhension de ces phénomènes, faisant appel

à plusieurs domaines de la physique (capillarité, tribologie, mécanique...) a une portée large. Si ces comportements ont relativement une grande importance dans le broyage, ils ont aussi certainement un rôle en géologie (glissement des failles actives), pour le stockage des minéraux dans l'industrie...

Perspectives

Les expériences présentées dans cette thèse nous ont permis de découvrir un aspect peu étudié dans les écoulements granulaires- le rôle des "poussières", qui s'avère avoir un effet non négligeable sur la stabilité du milieu. Bien sûr il nous reste encore beaucoup de questions sans réponse :

- Est-ce que la transition avalanche/stick-slip existe et se trouve toujours au même pourcentage de fines pour d'autres matériaux ?
- Que se passe-t-il si on travaille dans une atmosphère encore plus humide (ou plus sèche) ?
- Est-ce cette transition de régime change si on modifie l'état de surface de la paroi intérieure du tambour ?
- Avec quelle méthode peut on re-débloquer le tas granulaire ? Est-ce que l'ajout des additifs peut jouer sur ces phénomènes ?

Ce travail apporte des informations nouvelles sur la diversité de comportement des milieux granulaire, mais les écoulements de particules sont encore loin d'être totalement compris !

Bibliographie

- [1] Alban J. Lynch and Chester A. Rowland. *The history of grinding*. SME, 2005.
- [2] Elodie Romilliat. *Etude des modes d'action d'agents de mouture sur le broyage du clinker*. PhD thesis, 2006.
- [3] Sergio Alvarado, Jorge Alguerno, Hein Auracher, and Aldo Casali. Energy and exergy optimization of comminution. *Energy*, 23 :153–158, 1998.
- [4] Y Wang. Enhancement of energy efficiency for mechanical production of fine and ultra-fine particles in comminution. *China Particuology*, 5 :193–201, 2007.
- [5] H. El-Shall and P. Somasundaran. Physico-Chemical Aspects of Grinding : a Review of Use of Additives. *Powder Technology*, 38 :275 – 293, 1984.
- [6] Ludmilla Opoczky. Fine Grinding and Agglomeration of Silicates. *Powder Technology*, 17 :1 – 7, 1977.
- [7] GDRMiDi. On dense granular flows. *The European Physical Journal. E, Soft matter*, 14 :341–65, 2004.
- [8] Thomas Ward and William Hourigan. Granular segregation in a tilted-rotating drum. *Powder Technology*, 215-216 :227–234, 2012.
- [9] Olivier Pouliquen. Écoulements granulaires sur plan incliné. <http://www.pmmh.espci.fr/~jbico/TP/images-science.pdf>.
- [10] Gwenaelle Felix. *Écoulements de milieux granulaires en tambour tournant*. PhD thesis, 2002.
- [11] H Henein, J K Brimacombe, and A P Watkinson. Experimental Study of Transverse Bed Motion in Rotary Kilns. *Metallurgical Transactions*, 14 :191–205, 1983.
- [12] A.a. Boateng and P.V. Barr. Modelling of particle mixing and segregation in the transverse plane of a rotary kiln. *Chemical Engineering Science*, 51 :4167–4181, 1996.
- [13] Saikat Chakraborty, Prabhu R Nott, and J Ravi Prakash. Analysis of radial segregation of granular mixtures in a rotating drum. *The European Physical Journal B*, 1 :265–273, 2000.
- [14] Jean Rajchenbach. From Discrete Avalanches to Continuous Regime. *Physical Review Letters*, 65 :2221–2225, 1990.
- [15] P Lemieux and D J Durian. From Avalanches to Fluid Flow : A Continuous Picture of Grain Dynamics Down a Heap. *Physical Review Letters*, 85 :4273–4276, 2000.

-
- [16] S Lim, J F Davidson, R N Forster, D J Parker, D M Scott, and J P K Seville. Avalanching of granular material in a horizontal slowly rotating cylinder : PEPT studies. *Powder Technology*, 138 :25 – 30, 2003.
- [17] J Mellmann. The transverse motion of solids in rotating cylinders : forms of motion and transition behavior. *Powder Technology*, 118 :251–270, 2001.
- [18] Xiaoyan Liu, Eckehard Specht, and Jochen Mellmann. Slumping- rolling transition of granular solids in rotary kilns. *Chemical Engineering Science*, 60 :3629 – 3636, 2005.
- [19] Y L Ding, R Forster, J P K Seville, and D J Parker. Granular motion in rotating drums : bed turnover time and slumping : rolling transition. *Powder Technology*, 124 :18 – 27, 2002.
- [20] L T Fan, S J Chen, and C A Watson. Solids Mixing. *Industrial and Engineering Chemistry*, 6 :53–69, 1970.
- [21] M H Cooke, D.J Stephens, and J Bridgwater. Powder Mixing-A Literature Survey. *Powder Technology*, 15 :1 – 20, 1976.
- [22] JC Williams. The Segregation of Particulate Materials. A Review. *Powder Technology*, 15 :245–251, 1976.
- [23] Jean-François Demeyre. Mécanismes et dynamique du mélange des poudres et caractérisation de l’homogénéité de mélanges de poudres. Technical report, 2004.
- [24] D Hirshfeld and D C Rapaport. Molecular dynamics studies of grain segregation in sheared flow. *Physical Review E*, 56 :2012–2018, 1997.
- [25] Anthony Rosato, Katherine J Stranburg, Friedrich Prinz, and Robert H Swendsen. Why the Brazil Nuts Are on Top : Size Segregation of Particulate Matter by Shaking. *Physical Review Letters*, 58 :1038–1040, 1987.
- [26] James B Knight, H M Jaeger, and Sidney R Nagel. Vibration-Induced Size Separation in Granular Media : The Convection Connection. *Physical Review E*, 70 :3728–3731, 1993.
- [27] J Duran, T Mazozi, E Clement, and J Rajchenbach. Size segregation in a two-dimeional sandpile : Convection and arching effects. *Physical Review Letters*, 50 :5138–5141, 1994.
- [28] Céline Goujon. *Ecoulements granulaires bidisperses sur plans inclinés rugueux*. PhD thesis, 2004.
- [29] Daniel C Hong, Paul V Quinn, and Stefan Luding. Reverse Brazil Nut Problem : Competition between Percolation and Condensation. *Physical Review Letters*, 86 :3423–3426, 2001.
- [30] S. B. Savage and C. K. K. Lun. Particle size segregation in inclined chute flow of dry cohesionless granular solids. *Journal of Fluid Mechanics*, 189 :311—335, 1988.
- [31] C Goujon and N Thomas. Bidisperse granular avalanches on inclined planes : A rich variety of behaviors. *The European Physical Journal E*, 23 :199–215, 2007.
- [32] F Moro, T Faug, H Bellot, and F Ousset. Large mobility of dry snow avalanches : Insights from small-scale laboratory tests on granular avalanches of bidisperse materials. *Cold Regions Science and Technology*, 62 :55–66, 2010.
- [33] Gaelle Berton, Renaud Delannay, Patrick Richard, Nicolas Taberlet, and Alexandre Valance. Two-dimensional inclined chute flows : Transverse motion and segregation. *Physical Review E*, 68 :051303, 2003.

-
- [34] A H Makse, Shlomo Havlin, Peter R King, and H Eugene Stanley. Spontaneous stratification in granular mixtures. *Nature*, 386 :379–382, 1997.
 - [35] A Makse, Robin C Ball, H Eugene Stanley, and Stephen Warr. Dynamics of granular stratification. *Physical Review E*, 58 :3357–3367, 1998.
 - [36] D V Khakhar, J McCarthy, J, and M Ottino, J. Radial segregation of granular mixtures in rotating cylinders. *Granular Matter*, 9 :3600–3614, 1997.
 - [37] A. G. Swartz, J. B. Kalmbach, J. Olson, and R. J. Zieve. Segregation and stability of a binary granular heap. *Granular Matter*, 11 :185–191, 2009.
 - [38] J.A Drahn and J Bridgwater. The Mechanisms of Free Surface Segregation. *Powder Technology*, 36 :39–53, 1993.
 - [39] Leonid Prigozhin and Haim Kalman. Radial mixing and segregation of a binary mixture in a rotating drum : Model and experiment. *Physical Review E*, 57(2) :2073–2080, 1998.
 - [40] D V Khakhar, Ashish V Orpe, and J M Ottino. Continuum model of mixing and size segregation in a rotating cylinder concentration-flow coupling and streak formation. *Powder Technology*, 116 :232–245, 2001.
 - [41] J J McCarthy, Troy Shinbrot, Guy Metcalfe, J Eduardo Wolf, and Julio M Ottino. Mixing of Granular Materials in Slowly Rotated Containers. *Aiche Journal*, 42 :3351–3363, 1996.
 - [42] I. Zuriguel, J. Peixinho, and T. Mullin. Segregation pattern competition in a thin rotating drum. *Physical Review E*, 79 :1–5, 2009.
 - [43] Nitin Jain, Julio M. Ottino, and Richard M. Lueptow. Regimes of segregation and mixing in combined size and density granular systems : an experimental study. *Granular Matter*, 7 :69–81, 2005.
 - [44] O Zik, Dov Levine, and S Lipson. Rotationally Induced Segregation of Granular Materials. *Physical Review Letters*, 73 :644–647, 1994.
 - [45] K M Hill and J Kakalios. Reversible axial segregation of binary mixtures of granular materials. *Physical Review*, 49 :3610–3614, 1994.
 - [46] Nicolas Taberlet, Michael Newey, Patrick Richard, and Wolfgang Losert. On axial segregation in a tumbler : an experimental and numerical study. *Journal of Statistical Mechanics*, 06, 2006.
 - [47] Pengfei Chen, Julio M Ottino, and Richard M Lueptow. Onset Mechanism for Granular Axial Band Formation in Rotating Tumblers. *Physical Review Letters*, 104 :188002, 2010.
 - [48] Troy Shinbrot, Albert Alexander, and Fernando J Muzzio. Spontaneous chaotic granular mixing. *Nature*, 397 :675–678, 1999.
 - [49] J Bridgwater. Fundamental Powder Mixing Mechanisms. *Powder Technology*, 15 :215–236, 1976.
 - [50] M Alonso and F J Alguacil. Dry mixing and coating of powders. *Revista de Metalurgia*, 35 :315–328, 1999.
 - [51] W Balachandran, B.J Briscoe, and M.J Adam. *Tribology in particulate technology*. Adam Hilgen, 1987.
 - [52] Jacob Israelachvili. The forces between particles and surfaces. In *Intermolecular and Surface Forces*, pages 189–238. Academic Press, 1992.

-
- [53] David Megias-alguacil and Ludwig J Gauckler. Capillary and van der Waals forces between uncharged colloidal particles linked by a liquid bridge. *Colloid & Polymer Science*, 288 :133–139, 2010.
- [54] Keirnan R. LaMarche, Fernando J. Muzzio, Troy Shinbrot, and Benjamin J. Glasser. Granular flow and dielectrophoresis : The effect of electrostatic forces on adhesion and flow of dielectric granular materials. *Powder Technology*, 199 :180–188, 2010.
- [55] Justin Wu and Hsiaotao T Bi. Addition of fines for the reduction of powder charging in particle mixers. *Advanced Powder Technology*, 22 :332–335, 2011.
- [56] Elisabeth Charlaix and Matteo Ciccotti. Capillary Condensation in Confined Media. *Handbook of Nanophysics*, CRC Press, 1 :1–28, 2010.
- [57] Hans-jürgen Butt and Michael Kappl. Normal capillary forces. *Advances in Colloid and Interface Science*, 146 :48–60, 2009.
- [58] Fuller King and D Tabor. Effect of surface-roughness on adhesion of elastic solids. *Proceedings of the Royal Society of London*, 345 :327–342, 1975.
- [59] Thomas Halsey and Alex Levine. How Sandcastles Fall. *Physical Review Letters*, 80 :3141–3144, 1998.
- [60] N. Olivi-Tran, N. Fraysse, P. Girard, M. Ramonda, and D. Chatain. Modeling and simulations of the behavior of glass particles in a rotating drum in heptane and water vapor atmospheres. *The European Physical Journal B*, 25 :217–222, 2002.
- [61] C.A Coulomb. Essai sur une application des regles de maximis et de minimis a quelques problemes de statique relatifs. *Mem. Acad. Roy*, 7 :343–387, 1773.
- [62] Réka Albert, Istvan Albert, Daniel Hornbaker, and Peter Schiffer. Maximum angle of stability in wet and dry spherical granular media. *Physical Review E*, 56 :6271–6274, 1997.
- [63] L. Bocquet, E. Charlaix, S. Ciliberto, and J. Crassous. Moisture-induced ageing in granular media and the kinetics of capillary condensation. *Nature*, 396 :735–737, 1998.
- [64] Frédéric Restagno, Cécile Ursini, Hervé Gayvallet, and Élisabeth Charlaix. Aging in humid granular media. *Physical Review E*, 66 :1–7, 2002.
- [65] F Restagno, L Bocquet, J Crassous, and E Charlaix. Slow kinetics of capillary condensation in confined geometry : experiment and theory. *Colloids and Surfaces A*, 206 :69–77, 2002.
- [66] H. Gayvallet and J.-C. Géminard. Ageing of the avalanche angle in immersed granular matter. *The European Physical Journal B - Condensed Matter*, 30 :369–375, 2002.
- [67] Frédéric Restagno. *Interactions entre contacts solides et cinétique de la condensation capillaire*. PhD thesis, 2000.
- [68] CMI. CMI Center of MicroNano Technology. http://cmi.epfl.ch/metrology/Wyko_NT1100.php.
- [69] Gisele Bareux. Méthodes de caractérisation de surface. http://gisele.bareux.free.fr/LP/Cours/Caract_surfaces.pdf.
- [70] N Fraysse and H Thom. Humidity effects on the stability of a sandpile. *The european physical journal B*, 619 :615–619, 1999.

-
- [71] Bernard Cretinon. Hygromètre Guide de choix Etalonnage Utilisation. *Techniques de l'Ingénieur*, R3048 :1–16, 1980.
- [72] Raphaël Fischer, Philippe Gondret, and Marc Rabaud. Transition by Intermittency in Granular Matter : From Discontinuous Avalanches to Continuous Flow. *Physical Review Letters*, 103 :2–5, 2009.
- [73] Christian M Dury, Gerald H Ristow, Jamie L Moss, and Masami Nakagawa. Boundary effects on the angle of repose in rotating cylinders. *Physical Review E*, 57 :4491–4497, 1998.
- [74] P Tegzes, T Vicsek, and P Schiffer. Avalanche Dynamics in Wet Granular Materials. *Physical Review Letters*, 89 :094301, 2002.
- [75] R Hogg. Mixing and Segregation in Powders : Evaluation , Mechanisms and Processes. *KONA Powder and Particle Journal*, 27 :3–17, 2009.
- [76] D V Khakhar, Ashish V Orpe, and S K Hajra. Segregation of granular materials in rotating cylinders. *Physica A*, 318 :129 – 136, 2003.
- [77] S. Nasuno, A. Kudrolli, A. Bak, and J. Gollub. Time-resolved studies of stick-slip friction in sheared granular layers. *Physical Review E*, 58 :2161–2171, 1998.
- [78] R Y Yang, R P Zou, and A B Yu. Microdynamic analysis of particle flow in a horizontal rotating drum. *Powder Technology*, 130 :138 – 146, 2003.
- [79] F Restagno, L Bocquet, and E Charlaix. Where does a cohesive granular heap break ? *The European Physical Journal. E, Soft matter*, 14 :177–83, 2004.
- [80] David Tabor and Frank Philip Bowden. *The Friction and Lubrication of Solids*. Oxford University Press, 1950.
- [81] Suman K. Hajra, Tathagata Bhattacharya, and J.J. McCarthy. Improvement of granular mixing of dissimilar materials in rotating cylinders. *Powder Technology*, 198 :175–182, 2010.
- [82] Nicolas Mejia Estrada. *Etude numérique du cisaillement des géomatériaux granulaires cohésifs : passage micro-macro, microstructure, et application à la modélisation de glissements de terrain*. PhD thesis, 2008.
- [83] F Gadalamaria and A Acrivos. Shear-induced structure in a concentrated suspension of solid spheres. *Journal of Rheology*, 24 :799–814, 1980.
- [84] J R Abbott, N Tetlow, A L Graham, S A Altobelli, E Fukushima, L A Mondy, and T S Stephens. Experimental-observations of particle migration in concentrated suspensions- Couette flow. *Journal of Rheology*, 35 :773–795, 1991.
- [85] A W Chow, S W Sinton, J H Iwamiya, and T S Stephens. Shear-induced particle migration in couette and parallel-plate viscometers- NMR imaging and stress measurements. *Physics of Fluids*, 6 :2561–2576, 1994.
- [86] M K Lyon and L G Leal. An experimental study of the motion of concentrated suspensions in two-dimensional channel flow. Part 1. Monodisperse systems. *Journal of Fluid Mechanics*, 363 :25–56, 1998.
- [87] G P Krishnan, S Beimfohr, and D T Leighton. Shear-induced radial segregation in bidisperse suspensions. *Journal of Fluid Mechanics*, 321 :371–393, 1996.

- [88] S.V Anischchik and M.N Medvedev. Three-Dimensional Appollonian Packing as a Model for Dense Granular Systems. *Physical Review Letters*, 75 :4314–4317, 1995.
- [89] H.J. Herrmann, R. Mahmoodi Baram, and M. Wackenhut. Searching for the perfect packing. *Physica A : Statistical Mechanics and its Applications*, 330 :77–82, 2003.
- [90] J.P Troadec and J.A Dodds. Global geometric description of homogeneous hard sphere packings. In *Disorder and granular media*, page 149. Eds D Bideau and A Hansen. North Holland, 1993.
- [91] Sarah Nowak, Azadeh Samadani, and Arshad Kudrolli. Maximum Angle of Stability of a Wet Granular Pile. *Nature Physics*, 1 :50–52, 2005.
- [92] S. D. S. Reis, M. Araújo, J. S. Andrade, and Hans J. Herrmann. How dense can one pack spheres of arbitrary size distribution ? *Europhysics Letters*, 97 :18004, 2012.
- [93] Lydéric Bocquet, Élisabeth Charlaix, and Frédéric Restagno. Physics of humid granular media. *Physics of Granular Media*, 3 :207–215, 2002.

AUTORISATION DE SOUTENANCE

Vu les dispositions de l'arrêté du 7 août 2006,

Vu la demande des Directeurs de Thèse

Madame S. BEC et Monsieur J. COLOMBANI

et les rapports de

Monsieur J. CRASSOUS

Professeur - Institut de Physique de Rennes - UMR CNRS 6251 - Université de Rennes 1
Campus de Beaulieu Bâtiment 11A - 35042 Rennes cedex

Monsieur E. BARTHEL

Directeur de Recherche CNRS - Surface du Verre et Interfaces - UMR 125 CNRS/Saint-Gobain
39 quai Lucien Lefranc - BP 135 - 93303 AUBERVILLIERS cedex

Mademoiselle HUANG Xixi

est autorisée à soutenir une thèse pour l'obtention du grade de **DOCTEUR**

Ecole doctorale MATERIAUX

Fait à Ecully, le 10 octobre 2013

P/Le directeur de l'E.C.L.

La Directrice des Etudes



Résumé : L'objectif de ce travail est de comprendre l'influence des particules très fines sur le phénomène de ré-agglomération lors du broyage. Des billes de verre de taille 0 à 20 μm avec un pourcentage massique variant entre 0 à 1% sont ajoutées dans un tas granulaire de billes de verre de 200 à 300 μm dans un tambour tournant cylindrique de diamètre et longueur 10 cm. La présence des particules fines montre un effet ambivalent sur la stabilité du tas granulaire. Nous avons établi un diagramme de stabilité du milieu granulaire en fonction de la concentration de particules fines et cherché à quantifier l'effet des fines combiné avec d'autres paramètres (humidité relative et vitesse de rotation du tambour).

La stabilité d'un tas granulaire dans un tambour tournant est déterminée par la mesure de son angle maximum de stabilité θ_m . Dans un premier temps, nous avons étudié l'évolution de cet angle à des vitesses de rotation différentes. Les expériences montrent qu'à faible concentration ($< 0,15\%$), le tas se déstabilise par avalanches lorsque le tambour tourne, θ_m diminue lorsqu'on augmente la quantité de fines. Quand la vitesse de rotation augmente, le mouvement du tas évolue du régime d'avalanche intermittent au régime d'écoulement continu. En revanche, lorsque la concentration des fines est supérieure à 0,15%, la déstabilisation du tas se traduit par un phénomène de stick-slip à la paroi du tambour, et la quantité de fines augmente la stabilité du tas. Ce comportement apparemment contradictoire est lié au fait que la localisation de la déstabilisation est modifiée. Dans le régime des faibles concentrations, les avalanches commencent à la surface du tas, et le remplissage de l'espace intermédiaire entre les grosses billes par les fines rend la surface de plus en plus lisse, ce qui déstabilise le tas. Par ailleurs, les fines induisent une augmentation de la cohésion du tas par la nucléation des ponts capillaires entre les grains. Ainsi, dans le régime des fortes concentrations, le tas granulaire se comporte comme un corps solide et la déstabilisation a lieu à l'interface tas-tambour. Nous avons également étudié l'influence de l'humidité relative sur la stabilité et montré que dans le régime de faible concentration de particules fines, la déstabilisation est indépendante de l'humidité. D'autre part dans le régime des hautes teneurs en fines, une humidité relative élevée induit une forte cohésion due à la condensation capillaire entre les grains et le tambour ce qui entraîne une augmentation de l'angle maximum de stabilité.

Mots clés : Broyage, angle d'avalanche, condensation capillaire, friction, Mohr-Coulomb

Abstract : The aim of this work is to understand the effect of very fine particles on the phenomenon of re-agglomeration in the grinding process. Various amount of fine glass beads of 0 to 20 μm (0 to 1% mass concentration) are added to a granular pile of glass beads of 200 to 300 μm rotated in a drum with inner diameter and length of 10 cm. The presence of fine particles shows an ambivalent effect on the stability of the granular heap. We established a stability diagram of the granular medium as a function of fine concentration and quantified the effect of fines combined with other parameters (relative humidity and rotation velocity).

The stability of a granular heap in a rotating drum is determined by the measurement of the maximum angle of stability θ_m . Firstly, we studied the evolution of this angle with different rotation velocities. The experiments indicate that at low fine concentration ($< 0.15\%$), the heap destabilizes through avalanches when the drum rotates, and increasing the fine quantity tends to decrease θ_m . When the rotation velocity increases, the granular medium transits from intermittent avalanche to continuous flow. In contrast, once the concentration is more than 0.15%, the destabilization of the heap proceeds through a stick-slip phenomenon at the drum wall, and the increase of the fraction of fines tends to increase the stability of the heap. This apparent contradictory behavior is linked to the modification of the destabilization location. In the small concentration regime, the avalanches start at the surface of the heap, and the filling of the interstitial space by the fine particles makes this surface smoother and smoother, thus destabilizing the heap. Besides, the fines induce, through the nucleation of capillary bridges between grains, an increase of the bulk cohesion of the heap. So in the large concentration regime, the heap behaves as a solid body and the destabilization occurs at its bottom. We also studied the influence of relative humidity on the granular stability in our experiment. We found out in the low fine concentration regime, the destabilization is independent of humidity. On the other hand, in the regime of high content of fines, high relative humidity induces a large cohesion due to the capillary condensation between the grains and the wall which induce the increase of the maximum stability angle.

Keywords : Grinding, avalanche angle, capillary condensation, friction, Mohr-Coulomb