

Chapitre II : Caractérisation des milieux poreux

II.1. Introduction

Les caractéristiques des matières premières influencent directement le procédé d'élaboration et les propriétés du produit final. La taille influe les propriétés telles : la surface spécifique, la masse volumique, le taux de rétention et de recouvrement des particules dans un fluide...etc. et par conséquent la taille des particules granulaire affecte la quantité des produits finis (obtenus) exemple : le produit cosmétique, la saveur du chocolat, le temps de durcissement du ciment...etc. dans d'autre cas il n'est pas nécessaire de déterminer avec précision la grosseur des particules, car il suffit de surveiller la distribution afin d'éviter d'éventuelle variation de taille.

L'étude de la taille des particules est l'objet de l'analyse **granulométrique**, l'étude des particules est l'objet de l'analyse **morphologique**.

II.2. Morphologie des grains et empilements

Les particules de diverses industries doivent répondre à des impératifs de qualité et des caractéristiques propres à chaque usage.

Parmi les propriétés qui ont une importance particulière dans la caractérisation et le calcul des milieux poreux.

- **Forme** (régulière ou irrégulière)
- **Taille**
- **Densité ou masse volumique**
- **Porosité**
- **Surface** (composition chimique, rugosité, ...).

II.3. Caractérisation d'un lit de grain

II.3.1. La masse volumique « densité »

La masse volumique est un paramètre spécifique surtout au milieu poreux. La masse volumique est l'une des caractéristiques physico-chimiques des particules surtout lorsqu'on parle des poudres.

$$d = \frac{\rho_s}{\rho_{eau}} \quad \rho_s = \frac{m}{V}$$

La masse volumique d'un corps est déterminée par le rapport de la masse volume (m) au volume de ce même corps.

Dans le cas d'un milieu poreux composé de particules poreuses. On définit la masse volumique apparente et la masse volumique absolue.

La masse volumique apparente : c'est la masse par unité de volume de la matière comprenant à la fois les vides perméables et imperméable de la particule ainsi que le vide entre les particules.

$$\rho_{app} = \frac{m}{V_{app}} = \frac{m}{V_T}$$

La masse volumique absolue : c'est la masse volumique par unité de la matière qui constitue le milieu poreux, sans tenir compte des vides pouvant exister dans ou entre les grains. Expérimentalement, elle peut être déterminée par la méthode de l'éprouvette graduée.

$$\rho_{abs} = \frac{m}{V_{abs}} = \frac{m}{V_T - V_{vides}}$$

II.3.2. La porosité ε :

La porosité est une propriété structurale, elle présente la fraction vide du milieu poreux.

Le milieu poreux contient des vides ou des pores qui peuvent être liés directement avec le milieu externe.

En général la porosité est le rapport du volume des vides entre les particules au volume total (V_T)

$$\varepsilon = \frac{V_{vides}}{V_T} \quad 0 < \varepsilon < 1$$

II.3.3. La surface spécifique :

La surface spécifique est une propriété structurale d'une grande importance, elle est définie par le rapport :

Surface/volume ou Surface/masse

Parmi les surfaces spécifiques, on cite

La surface spécifique du milieu poreux

$$a = \frac{\text{surface totale mouillée}}{\text{volume total du milieu}} = \frac{S_m}{V_T} = \frac{m^2}{m^3}$$

La surface spécifique statique (a_s)

$$a_s = \frac{\text{surface moyenne des particules}}{\text{volume total du milieu}} = \frac{S_m}{V_T} = \frac{m^2}{m^3}$$

La surface spécifique dynamique (a_d)

$$a_s = \frac{\text{surface totale mouillée}}{\text{volume total du solide}} = \frac{S_m}{V_s} = \frac{m^2}{m^3}$$

La surface spécifique massique (a_m)

$$a_s = \frac{\text{surface mouillée}}{\text{masse du solide sec}} = \frac{S_m}{m_s} = \frac{m^2}{g}$$

Les surfaces spécifiques (a , a_m , et a_d) sont reliées par l'équation suivante :

$$a_s = (1 - \varepsilon) a_d = (1 - \varepsilon) \rho_s a_m$$

II.4. Les propriétés de mouillage

Les propriétés de mouillage caractérisent l'aspect physicochimique de la surface. Les caractéristiques relatives à l'énergie de surface, la tension superficielle, l'angle de contact, nous renseignent sur la mouillabilité sur lit. Si les particules ne sont pas mouillables, la résistance augmente.

I.5. Les caractéristiques mécaniques des milieux poreux

I.5.1. La tortuosité

La texture des milieux poreux paraît désordonnée et aléatoire à l'échelle microscopique. À l'échelle macroscopique, il est possible de quantifier l'orientation préférentielle de cette texture à l'aide de la **tortuosité**. Cette propriété est définie par :

$$\tau = \frac{L_e}{L} = \frac{\text{Parcours réel du fluide}}{\text{Parcours géométrique du fluide}}$$

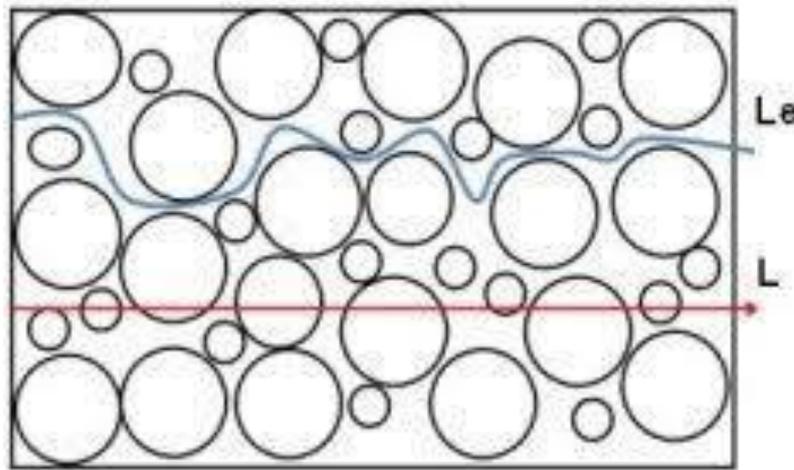


Figure II.1 : La tortuosité d'un milieu poreux.

I.5.2. La rugosité

La **rugosité** peut apparaître sous forme d'aspérité Spirit et moi géométriquement définie comme (cônes,...) qui peuvent être déterminée au hasard avec certaine **rugosité**.

Nikuradse a étudié expérimentalement et de façon systématique l'effet de la régularité de la paroi de la conduite sur l'écoulement (la rugosité a été réalisé artificiellement collage des grains de sable de taille calibré). La rugosité peut être défini par un paramètre et Nikuradse a choisi pour cela la pour cela la rugosité relative, c'est-à-dire le rapport diamètre ($2k$) des grains / diamètre(D).

$$\zeta = \frac{2k}{D}$$

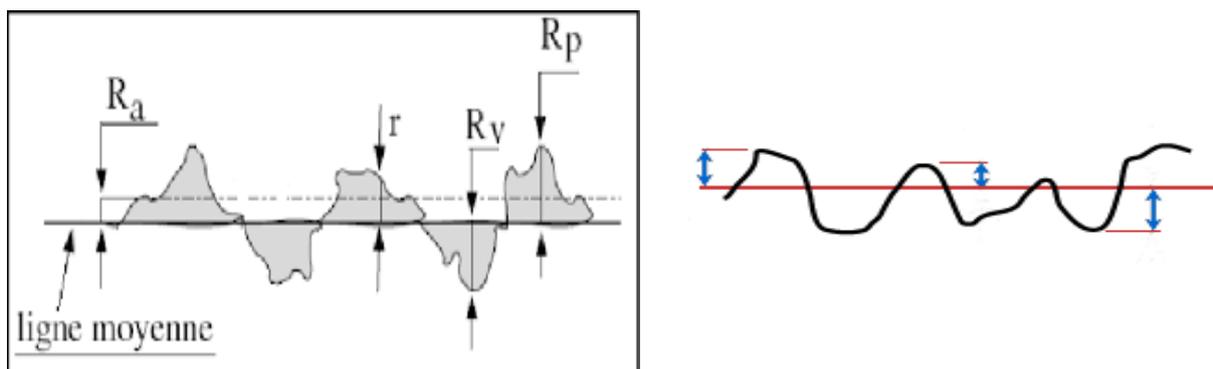


Figure II.2 : La rugosité d'un milieu poreux.

I.6. L'anisotropie et l'isotropie des milieux poreux

L'anisotropie des milieux poreux peut être caractérisée par le rapport de deux composantes (G_1, G_2) d'une grandeur physique caractéristique (G) liée à la structure interne du milieu

poreux. Cette grandeur (G) peut être la perméabilité, la tortuosité, la surface spécifique.....etc.

Dans le cas d'un milieu isotrope, la valeur de (G) est identique ($G1/G2=1$) dans le cas contraire le milieu est dit anisotrope ($G1/G2\neq 1$).

I.7. Morphologie et Granulométrie des milieux poreux et dispersés

I.7.1. Analyse des particules granulaires

Dans plusieurs applications industrielles et notamment pharmaceutiques, un nombre simple peut être demandé pour caractériser les particules granulaires en taille. En générale, une mono-distribution -taille permet d'estimer la valeur moyenne de ce nombre. Cette valeur permet l'indentification de cette population.

L'analyse granulométrique est l'opération qui consiste à étudier la répartition des différents grains d'un échantillon en fonction de leurs caractéristiques (poids, taille, volume...etc.). Les techniques d'analyse en granulométrie sont essentiellement fonction de la nature des grains (friabilité, floculation...etc.) et de leurs dimensions.

Il est parfois possible de mesurer directement la taille des grains à l'œil, lorsque les particules sont de grandes dimensions ou à l'aide d'une **loupe binoculaire** ou au **microscope optique**.

Plusieurs méthodes sont utilisées pour l'analyse granulométrique, ces méthodes différentes selon la taille des particules granulaires à étudier :

- Le tamisage : c'est une séparation mécanique.
- La diffraction de la lumière (diffraction laser) ; pour les poudres de taille comprise entre 100 nm et 1 mm.
- La sédimentation ; pour les poudres de taille comprise entre 10 nm et 30 nm.
- L'analyse d'image ; pour toutes les tailles, mais présentent un intérêt particulier pour les poudres ou particules non sphérique.
- Le compteur-Coulter, cette technique est basée sur la variation des résistances provoquée par les particules placées dans un champ électrique ; pour la poudre de taille comprise entre 1 μm et 360 μm .

a. Description de la taille des particules régulière

Les particules régulières peuvent être classées par leurs formes géométriques comme ou par les dimensions spécifiques. La taille d'une sphère homogène est définie par son diamètre dans

le cas des particules compactées de forme régulière tels que cube ou tétraèdre régulière, la taille est définie par une dimension unique. Les cônes sont définis par le diamètre de la base et la hauteur.

Forme	Sphère	Cubique	Cylindrique	Conique
Dimension	Rayon	Coté	Rayon, longueur	Rayon, hauteur

b. Description de la taille des particules irrégulière

En principe il y a 03 méthodes :

- Directes.
 - Empiriques.
 - Indirectes.
- Pour les grosses particules ; le pied à coulisse suffira à définir les 03 dimensions (H, L, L) qui donnerons les indications de la forme des grains.
 - Pour les particules plus fines : $100 \mu\text{m} < d < 2000 \mu\text{m}$, on utilise le microscope.
 - Pour les particules de dimensions comprissent entre $1 \mu\text{m}$ et $100 \mu\text{m}$, on utilise le microscope électronique ; pour cela il faut réaliser une couche mono-particulaire sur une plaque et mesurer les dimensions dans deux directions perpendiculaires, soit directement à l'aide d'un réticule avec système micrométrique ou indirectement sur une photographie agrandie ou projetée (technique utilisée : la microscopie couplée avec un analyseur d'image).

Chaque particule est définie par deux dimensions, mais comme on veut caractériser par une seule grandeur, celle-ci sera déterminée par comparaison de son image avec celle de cercles de diamètres connus sur une grille de projection.

Par la microscopie, on peut déterminer les diamètres statiques suivants :

Le diamètre de Fétet d_F :

C'est le diamètre ou la distance mesurée entre les deux tangentes parallèles à des cotes opposés de la particule.

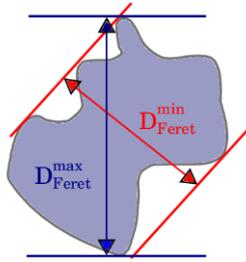


Figure II.3: le diamètre de F eret.

$d_{F \max}$: distance maximale entre deux tangentes parall es sur des cotes oppos es de la particule.

$d_{F \min}$: distance minimale entre deux tangentes parall es sur des cotes oppos es de la particule.

- **Le diam tre de Martin d_M ou (corde moyenne):**

C'est la longueur de la ligne bissectrice de l'image de la particule. Cette ligne divise l'image de la particule deux surfaces  gales (Surface A= surface B).



Diam tre de Martin

Figure II.4: Le diam tre de Martin.

- **Le diam tre de projet  d_A :**

C'est le diam tre du cercle poss dant la m me surface projet e que la particule.

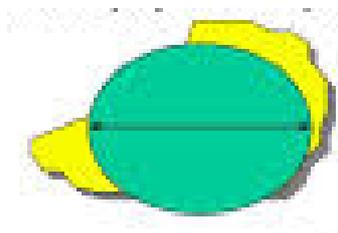


Figure II.5: Le diam tre de projet .

- **Le diam tre  quivalent de la particule :**

Lorsqu'on travaille sur les particules non sph riques, des facteurs de forme ou de sph ricit  ou encore des diam tres  quivalents peuvent  tre utilis s pour ramener le comportement

d'une particule de forme quelconque à celui d'une sphère équivalente ou d'un cylindre équivalent.

- **Le diamètre équivalent surface /volume par rapport à une sphère d_{sv}** : c'est le diamètre de la sphère qui a la même surface spécifique que la particule.

Surface spécifique de la sphère = surface spécifique de la particule (a_{sp}).

Surface spécifique de la sphère= Surface de la sphère/ volume de la sphère= $(\pi d_{sv}^2)/(\pi d_{sv}^3/6)$

Surface spécifique de la sphère= $6/d_{sv}$

$$6/d_{sv} = a_{sp} \rightarrow d_{sv} = 6/a_{sp} \quad (m^{-1})$$

- **Le diamètre équivalent surface /volume par rapport à un cylindre d_{sv}** : c'est le diamètre du cylindre qui a la même surface spécifique que la particule.

Surface spécifique du cylindre = surface spécifique de la particule (a_{sp}).

- **Le diamètre équivalent volume par rapport à une sphère d_v** : c'est le diamètre de la sphère ayant le même volume que la particule.

Volume de la sphère = volume de la particule (V_p).

Volume de la sphère= $\pi d_v^3/6$

$$\pi d_v^3 / 6 = V_p \rightarrow d_v = \sqrt[3]{\frac{6V_p}{\pi}}$$

- **Le diamètre équivalent surface par rapport à une sphère d_s** : c'est le diamètre de la sphère ayant la même surface que la particule.

Surface de la sphère = surface de la particule (S_p).

Surface de la sphère= πd_s^2

$$\pi d_s^2 / 6 = S_p \rightarrow d_s = \sqrt{\frac{S_p}{\pi}}$$

e/ Facteurs de sphéricité:

Pour des particules non sphériques, il est nécessaire d'introduire un paramètre pour exprimer dans quelle mesure la particule s'écarte de la forme sphérique. Selon la sphère équivalente que l'on considère on est amené à définir 03 facteurs à savoir :

$$\psi_v = \frac{\text{surface de la sphère ayant le même volume de la particule}}{\text{surface de la particule}}$$

$$\psi_v = \frac{\pi d_v^2}{\text{surface de la particule}}$$

$$\psi_s = \frac{\text{volume de la sphère ayant la même surface de la particule}}{\text{volume de la particule}}$$

$$\psi_s = \frac{\frac{\pi d_s^3}{6}}{\text{volume de la particule}}$$

$$\psi_{sv1} = \frac{\text{surface de la sphère ayant la même surface spécifique que la particule}}{\text{surface de la particule}}$$

$$\psi_{sv1} = \frac{\pi d_{sv}^2}{\text{surface de la particule}}$$

$$\psi_{sv2} = \frac{\text{volume de la sphère ayant la même surface spécifique que la particule}}{\text{volume de la particule}}$$

$$\psi_{sv2} = \frac{\frac{\pi d_s^3}{6}}{\text{volume de la particule}}$$

Pratiquement, on utilise le facteur de sphéricité ψ_v défini comme étant la sphéricité et dans le cas d'une sphère elle est égale à 1.

I.8. Expressions générales des distributions des tailles des particules solides

Plusieurs types de distributions granulométriques sont possibles, par le nombre de particules, la surface, la masse ou le volume.

Soit la fraction de la quantité de particule d'une taille ou de dimension x de particule représentée par $f(x)$ = fréquence de distribution.

Si la distribution granulométrique est représentée par le nombre de particules ou aurait

$$f(x) = \frac{\text{nombre de particules des dimensions } x}{\text{nombre total de particules}}$$

Puisque f est une fraction d'une certaine quantité, l'intégration pour toutes les dimensions nous donne :

$$F(x) = \int_0^{\infty} f(x) dx = 1$$

Si nous intégrons seulement de 0 à une certaine valeur de x , nous avons une fraction cumulée

$$F(x) = \int_0^x f(x) dx$$

$F(x)$: est représenté par l'air sous la courbe $f(x)$ de 0 à x .

$f(x)$: est la distribution différentielle en fréquence et $F(x)$: est la distribution cumulative.

La distribution différentielle est représentée sous forme de cloche de « Gauss ».

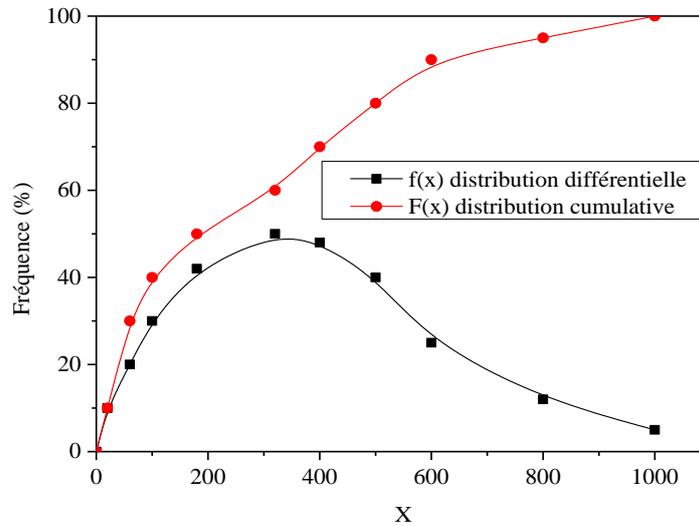


Figure II.6 : La distribution différentielle et cumulative.

$$f(x) = dF(x) / dx$$

Le mode de représentation cumulée exprime quelle proportion de particules granulaires se trouvent au-dessus ou en dessous d'une certaine valeur de taille.

Si le cumul des proportions se fait à partir de la classe la plus petite dimension (en dessous d'une valeur limite), la distribution est dite en passant cumulés, si non contraire le cumul s'effectue à partir de la classe la plus grande dimension (au-dessus d'une valeur limite), la distribution est dite en refus cumulés.

Les courbes en passant cumulé ou en refus cumulé sont systématiquement par rapport à l'axe des ordonnées et se comptent à la fréquence 50%.

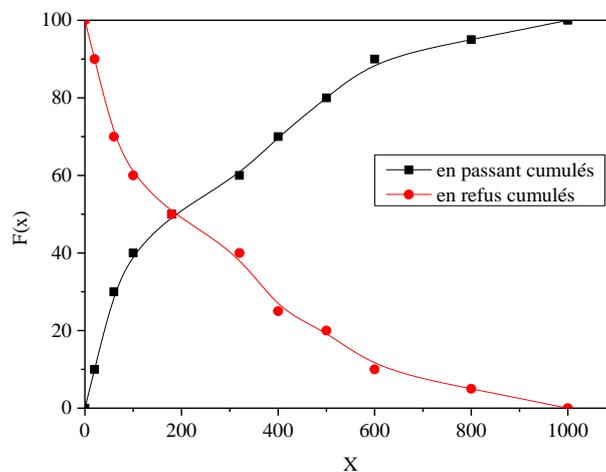


Figure II.7 : Les distributions cumulatives en passant cumulé et en refus cumulé.

II.9. Les paramètres de la distribution :

Les distributions sont difficiles à utiliser à l'état brut. On est amené à synthétiser l'information par des paramètres qui décrivent la tendance centrale et la dispersion des distributions, les notions de mode, médiane et moyenne sont également utilisées en granulométrie.

II.9.1. Le mode :

Le mode est la valeur la plus fréquente de la distribution. Il correspond au maximum de la courbe de fréquence. Une distribution peut avoir un seul mode ou plusieurs modes.

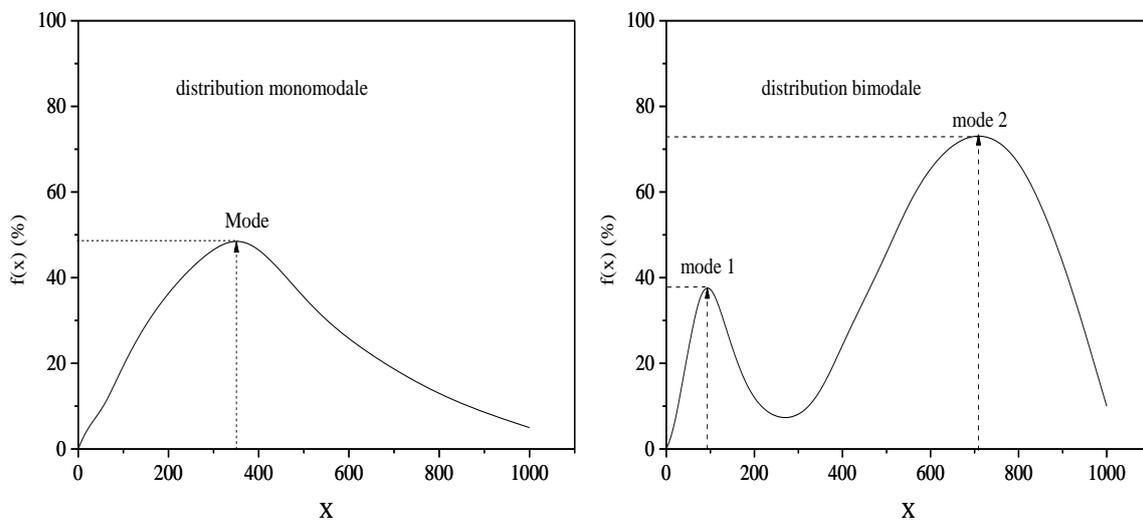


Figure II.8 : Détermination de mode (mono ou bimodale).

II.9.2. La médiane : correspond au diamètre équivalent pour lequel la valeur de la distribution cumulée est de 50%. Le diamètre médian est généralement noté d_{50} .

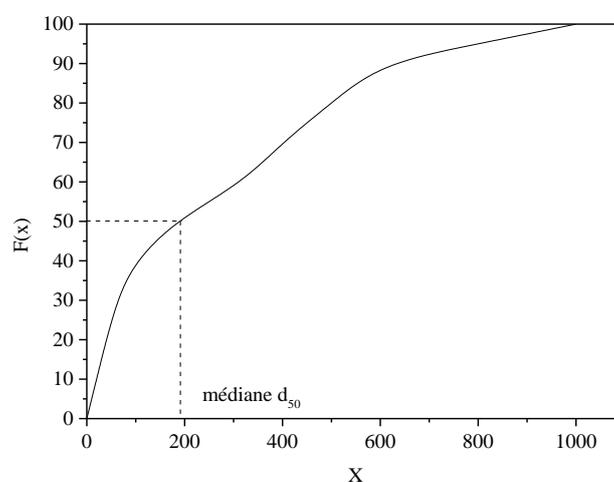


Figure II.9 : Détermination du diamètre médian d_{50} .

II.9.3. La moyenne : correspond d'une distribution indique la tendance centrale (nombre, masse et volume).

Le diamètre moyen arithmétique (également appelé diamètre moyen pondéré)

$$d_{moyenne} = \bar{x} = \frac{1}{m_T} \sum m_i x_i$$

Avec $m_T = \sum m_i$

II.9.4. L'écart type (σ) : il décrit la largeur de la dispersion ou l'étalement de la distribution autour de sa moyenne.

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{m_T} \sum m_i (x_i - \bar{x})^2}$$

Pour la formule pratique, on utilise $\sigma = \sqrt{\frac{\sum m_i * x_i^2}{m_T} - (\bar{x})^2}$

σ : Largeur de cette dispersion.

\bar{x} : Moyenne (le diamètre moyen en nombre).

II.9.5. Le coefficient de variation (Cv) C'est une valeur relative de la distribution.

Le coefficient de variation est le rapport de l'écart-type à la moyenne. Plus la valeur du coefficient de variation est élevée, plus la dispersion autour de la moyenne est grande. Il est généralement exprimé en pourcentage. Sans unité, il permet la comparaison de distributions

de valeurs dont les unités de mesure différente. $C_v (\%) = \frac{\sigma}{X} 100$