



Étude du comportement hydrodynamique de suspensions concentrées de particules d'hématite : sédimentation, comportement rhéologique et écoulement forcé dans une cellule inclinée

Sadjia Khelifi

► To cite this version:

Sadjia Khelifi. Étude du comportement hydrodynamique de suspensions concentrées de particules d'hématite : sédimentation, comportement rhéologique et écoulement forcé dans une cellule inclinée. Génie des procédés. Université de Lorraine, 2018. Français. NNT : 2018LORR0036 . tel-01920227

HAL Id: tel-01920227

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01920227>

Submitted on 22 Jun 2020

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

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



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

UNIVERSITÉ DE LORRAINE

École Doctorale RP2E

Laboratoire Réactions et Génie des Procédés

Thèse

Présentée le 12/04/2018

pour l'obtention du diplôme de

Docteur de l'Université de Lorraine

Spécialité : Génie des procédés et des produits

Par

Sadjia KHELIFI

**Étude du comportement hydrodynamique
de suspensions concentrées de particules
d'hématite : sédimentation, comportement
rhéologique et écoulement forcé dans une
cellule inclinée**

Membres du jury

Présidente

Mme. Laurence MUHR, Professeur (Université de Lorraine)

Rapporteurs

Mme. Caroline GENTRIC, Professeur (Université de Nantes)

Mr. Yannick HOARAU, Professeur (Université de Strasbourg)

Examineurs

Mr. Lokmane ABDELOUAHED, Maître de Conférences (Normandie Université)

Mr. François LAPICQUE, Directeur de recherche CNRS (Directeur de thèse, LRGP, Nancy)

Mr. Huai-Zhi LI, Professeur (Co-directeur de thèse, LRGP, Nancy)

Invités

Mr. Denis FÜNFSCILLING, Chargé de recherche CNRS (ICube, Strasbourg)

Mr. Rainier HREIZ, Maître de Conférences (Université de Lorraine)

Remerciements

Mes premiers remerciements vont à l'ensemble du jury. Mes sincères remerciements à Caroline GENTRIC et Yannick HOARAU pour avoir accepté d'être les rapporteurs de mon travail de thèse. Je remercie également Laurence MUHR pour avoir présidé ce jury ainsi que Lokmane ABDELOUAHED pour son évaluation de ce travail.

Je tiens à remercier chaleureusement mon directeur de thèse, François LAPICQUE, de m'avoir accueillie dans son équipe, pour sa confiance, pour sa patience, pour ses encouragements et surtout pour son soutien qu'il m'a apportée tout au long de ces années. Les échanges scientifiques et les réunions ont été bien fructueux. Je le remercie également d'avoir donné une dimension humaine à cette expérience. Je ne saurai exprimer toute ma gratitude et ma reconnaissance. Merci François.

Je remercie également mon co-directeur de thèse, le professeur Huai-Zhi LI, pour la qualité de ses conseils et son soutien.

Une grande partie de cette thèse est expérimentale et Denis FÜNFSCILLING a été le garant du bon déroulement de ces études. Je le remercie infiniment. Je le remercie aussi pour sa grande gentillesse, ses conseils, ses encouragements et pour tous les moments conviviaux partagés. J'ai beaucoup appris de lui durant ces années de thèse. Merci à Rainier HREIZ, je lui dois beaucoup, tant sur le plan personnel que sur le plan scientifique.

Certains résultats sont à partager avec des étudiants de l'école des Mines de Nancy que je remercie pour leur travail : Hanghang CAI, Baptiste DUFFAU, Abdelmoghith EL BELHADJI et Mohamed LAHJIBI.

Je remercie également les différents services pour l'aide apportée : le service administratif, le service électronique, le service informatique et aussi l'équipe de l'atelier pour la fabrication des différents dispositifs expérimentaux. J'adresse également toute ma reconnaissance à Stéphane DESOBRY, directeur de l'école doctorale et à Christine FIVET pour leur contribution à l'aboutissement de cette thèse.

Enfin, je remercie ma famille et tou(te)s mes ami(e)s pour leur soutien indéfectible durant toute cette thèse.

Table des matières

Nomenclature	ix
Liste des Figures	xxii
Liste des Tableaux	xxv
 Introduction générale	 3
 I Étude de la sédimentation et de la rhéologie de suspensions de particules d'hématite dans un milieu alcalin à haute température	 11
Introduction	13
I.1 Sédimentation de suspensions de particules d'hématite dans un milieu alcalin	15
I.1.1 Introduction	15
I.1.2 État de l'art	16
I.1.2.1 Généralités sur les suspensions	16
I.1.2.1.1 Taille, distribution de taille et forme des particules solides .	17
I.1.2.1.2 Concentration des particules solides	18
I.1.2.1.3 Densité ou taux d'empilement	18
I.1.2.1.4 Ségrégation	19
I.1.2.2 Généralités sur le procédé de sédimentation	19
I.1.2.2.1 Principe de la sédimentation	20
I.1.2.2.2 Rôle de la sédimentation et ses domaines d'application . . .	21
I.1.2.3 Sédimentation de suspensions de particules solides	22
I.1.2.3.1 Vitesse de sédimentation d'une particule solide isolée dans un fluide au repos	23

I.1.2.3.2	Vitesse de chute d'une particule dans un fluide non newtonien	34
I.1.2.3.3	Vitesse terminale d'une particule non sphérique	35
I.1.2.3.4	Régime de sédimentation entravé de suspensions de particules monodisperses	37
I.1.2.3.4.1	Introduction d'un facteur correctif à la vitesse de chute	38
I.1.2.3.4.2	Concept de pseudo-fluide	39
I.1.2.3.5	Sédimentation de suspensions de particules polydisperses . .	43
I.1.2.4	Théorie de la sédimentation de suspensions idéales	44
I.1.2.5	Comportement dynamique d'une suspension dans une colonne de sédi- mentation	47
I.1.2.6	Facteurs influençant la sédimentation des suspensions de particules .	48
I.1.2.7	Généralités sur l'hématite	49
I.1.2.7.1	Minerais et oxydes de fer	50
I.1.2.7.2	Quelques propriétés de l'hématite	51
I.1.3	Partie expérimentale	53
I.1.3.1	Suspensions	53
I.1.3.1.1	Phase dispersée	53
I.1.3.1.1.1	Granulométrie	54
I.1.3.1.1.2	Morphologie	54
I.1.3.1.2	Phase continue	55
I.1.3.2	Procédure expérimentale	55
I.1.3.2.1	Recherche d'une solution de soude ayant une viscosité dyna- mique de 2.7 mPa.s	57
I.1.3.2.2	Étude de l'effet de la fraction volumique de l'hématite sur la sédimentation des suspension	58
I.1.4	Résultats et discussions	58
I.1.4.1	Résultats de la caractérisation des particules	58
I.1.4.1.1	Estimation d'un diamètre moyen de la poudre d'hématite .	58
I.1.4.1.2	Résultats de l'analyse morphologique de la poudre d'hématite	61
I.1.4.2	Sédimentation de suspensions d'hématite dans différentes solutions de soude	62
I.1.4.2.1	Effet de la variation de la concentration de la soude sur le comportement de sédimentation des suspensions d'hématite	63

I.1.4.2.1.1	Effet de la variation de la composition des solutions de soude sur la sédimentation d'une suspension d'hématite à 12% en volume	63
I.1.4.2.1.2	Effet de la variation de la composition des solutions de soude sur la sédimentation de différentes suspensions d'hématite	64
I.1.4.2.1.3	Interprétation des résultats sur la recherche d'une solution de viscosité équivalente	66
I.1.4.3	Sédimentation des suspensions d'hématite dans la soude à 50% en masse à haute température	68
I.1.4.3.1	Courbes de sédimentation des différentes suspensions d'hématite	68
I.1.4.3.2	Modélisation de la vitesse de sédimentation des suspensions d'hématite	70
I.1.4.3.3	Discussion sur la composition du sédiment	72
I.1.4.3.4	Estimation de la viscosité des suspensions à partir des vitesses de sédimentation	74
I.1.4.3.5	Estimation de la perméabilité du sédiment et de sa fraction critique	75
I.1.4.3.5.1	Calcul de la perméabilité du sédiment	75
I.1.4.3.5.2	Estimation de la fraction critique du sédiment . . .	76
I.1.4.4	Récapitulation des principaux paramètres estimés pour la suspension d'hématite à 0.12	77
I.1.5	Conclusions	78
I.2	Rhéologie de suspensions de particules d'hématite dans un milieu alcalin	81
I.2.1	Introduction	81
I.2.2	État de l'art	82
I.2.2.1	Quelques concepts fondamentaux de rhéologie	82
I.2.2.1.1	Définition d'un fluide newtonien	82
I.2.2.1.2	Fluides non-newtoniens	84
I.2.2.2	Rhéologie des suspensions	85
I.2.2.2.1	Effet de la vitesse de cisaillement	86
I.2.2.2.2	Effet de la fraction volumique des particules	88

I.2.2.2.3	Effet de la taille et de la distribution de taille des particules	97
I.2.2.2.4	Effet de la forme des particules	98
I.2.2.3	Outils de caractérisation du comportement rhéologique des suspensions	100
I.2.2.3.1	Géométries conventionnelles modifiées	100
I.2.2.3.2	Géométries non conventionnelles	101
I.2.3	Dispositif Expérimental	102
I.2.3.1	Suspensions	102
I.2.3.2	Outils expérimentaux et méthodologie	103
I.2.3.2.1	Propriétés des géométries usinées utilisées	103
I.2.3.2.2	Calibration	104
I.2.3.3	Procédure de mesure	104
I.2.4	Comportement rhéologique des suspensions d'hématite à haute température	106
I.2.4.1	Comportement rhéologique des suspensions d'hématite à 100 °C avec la géométrie Couette	106
I.2.4.1.1	Évolution de la viscosité de la suspension d'hématite à 12 % en volume en fonction du temps	107
I.2.4.1.2	Courbes d'écoulement-Cycles d'hystérèse	111
I.2.4.1.2.1	Modélisation de la viscosité de la suspension d'hématite	113
I.2.4.1.2.2	Recherche d'un éventuel seuil d'écoulement	114
I.2.4.1.2.3	Instabilités de type Taylor Couette	116
I.2.4.2	Comportement rhéologique des suspensions d'hématite à 100 °C avec un ruban hélicoïdal	116
I.2.4.2.1	Analogie Couette-Détermination d'un diamètre équivalent .	117
I.2.4.2.2	Courbe d'écoulement	118
I.2.4.2.3	Discussion	118
I.2.4.3	Étude de l'effet de la fraction volumique sur la viscosité apparente des suspensions d'hématite	119
I.2.4.3.1	Courbes d'écoulement en fonction de la fraction volumique du solide	119
I.2.4.3.2	Modélisation de la viscosité apparente des suspensions d'hé- matite en fonction de la fraction volumique	120
I.2.5	Conclusions	125

I.3 Comparaison entre les différentes approches	127
I.3.1 Comparaison entre les 3 approches pour la suspension à 12% en volume . . .	127
I.3.2 Comparaison entre les résultats de la géométrie Couette et de la sédimentation pour différentes fractions volumiques d'hématite	129
Conclusions	131
 II Écoulement des suspensions de particules d'hématite	 133
Introduction	135
 II.1 Étude bibliographique	 137
II.1.1 Introduction	137
II.1.2 Transport de suspension dans les conduites	137
II.1.2.1 Régimes d'écoulement de suspensions dans une conduite	139
II.1.2.1.1 Écoulement totalement en suspension	140
II.1.2.1.2 Écoulement avec un lit mobile	141
II.1.2.1.3 Écoulement avec un lit stationnaire	142
II.1.2.2 Mécanismes de maintien des particules dans les suspensions en écoulement	142
II.1.2.3 Paramètres décrivant l'écoulement des suspensions	143
II.1.2.4 Vitesse de dépôt dans une conduite horizontale	143
II.1.2.5 Pertes de pression dans les conduites horizontales	145
II.1.2.6 Écoulement de suspensions dans les conduites inclinées	148
II.1.2.6.1 Effet sur la vitesse de dépôt	148
II.1.2.6.2 Effet sur les pertes de pression	149
II.1.2.7 Profil de vitesse dans les conduites horizontales	150
II.1.2.7.1 Écoulement de fluides indépendants du temps dans les conduites de section circulaire	150
II.1.2.7.1.1 Répartition de la contrainte de cisaillement	150
II.1.2.7.1.2 Profil de vitesse pour un écoulement laminaire	151
II.1.2.7.1.3 Nombre de Reynolds pour un fluide régi par une loi de puissance	153
II.1.2.7.1.4 Cas particulier du fluide newtonien	154
II.1.2.8 Profil de vitesse de fluides inélastiques dans les conduites non circulaires	154

II.1.2.8.1	Profil de vitesse dans les conduites de section rectangulaire .	155
II.1.2.8.1.1	Pour un fluide newtonien	155
II.1.2.8.1.2	Pour un fluide non-newtonien	156
II.1.2.9	Effets d'entrée pour un écoulement dans une conduite	156
II.1.2.9.1	Pour un fluide newtonien	158
II.1.2.9.2	Pour un fluide régi par une loi de puissance	158
II.1.2.10	Transition entre l'écoulement laminaire et l'écoulement turbulent . . .	158
II.1.2.11	Techniques de caractérisation de l'écoulement des suspensions	159
II.2	Matériels et dispositif expérimental	161
II.2.1	Matériels	162
II.2.1.1	Cellule d'écoulement	162
II.2.1.2	Particules	163
II.2.1.3	Fluides utilisés	164
II.2.1.4	Conditions d'écoulement	165
II.2.1.5	Montage expérimental-Méthodes de mesures et d'observation	166
II.2.1.6	Camera rapide-Analyse d'images	167
II.2.1.7	Vélocimétrie par images de particules	168
II.2.1.7.1	Principe	168
II.2.1.7.2	Détermination des champs de vitesse	168
II.2.1.7.3	Procédure expérimentale	169
II.2.1.8	Simulation : Fluent	170
II.3	Résultats et discussions	173
II.3.1	Écoulement monophasique dans la cellule inclinée	173
II.3.1.1	Détermination de l'hydrodynamique dans la cellule par la PIV	173
II.3.1.2	Comparaison des profils de vitesse expérimentaux avec les profils ana- lytiques	176
II.3.1.3	Simulation sous ANSYS	177
II.3.1.3.1	Modélisation de la maquette froide	177
II.3.1.3.2	Tracé du maillage	177
II.3.1.3.3	Conditions d'écoulement	178
II.3.1.3.4	Étude de l'écoulement-Approche numérique	179
II.3.1.4	Comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques	182

II.3.2 Comportement des particules dans un liquide en écoulement	183
II.3.2.1 Approche expérimentale-Visualisation de l'écoulement	183
II.3.2.1.1 Dans un fluide newtonien	183
II.3.2.1.2 Dans un fluide non newtonien	185
II.3.2.1.2.1 Concentration en particules en fonction de la hauteur	185
II.3.2.1.2.2 Trajectoire des particules	189
II.3.2.1.2.3 Champ de vitesse	190
II.3.2.1.2.4 Effet Boycott lors d'un changement de débit global	192
II.3.2.2 Approche numérique-Approche Lagrangienne	194
II.3.2.2.1 Dans un fluide newtonien	196
II.3.2.2.1.1 Géométrie avec embout et coude	196
II.3.2.2.1.2 Géométrie sans embout ni coude	198
II.3.2.2.2 Dans un fluide non-newtonien	199
 Conclusions générales	 209
 Annexes	 215
 Bibliographie	 229

Nomenclature

Nombres Adimensionnels

Symbole	Description	Définition
Ar	Nombre d'Archimède	$d_p^3 \left[\frac{g\rho_f(\rho_s - \rho_f)}{\mu^2} \right]$
C_D	Coefficient de traînée	$\frac{2F_D}{\rho_f A_p U_p^2}$
Pe	Nombre de Péclet	$\frac{6\pi r_p^3 \eta \dot{\gamma}}{k_b T}$
Re	Nombre de Reynolds de l'écoulement	$\frac{\rho_f U D}{\mu}$
Re_p	Nombre de Reynolds de la particule dans un fluide newtonien	$\frac{\rho_f U_t d_p}{\mu}$

Symboles Grecs

Symbole	Description	Unité
Φ_c	Fraction volumique critique du solide dans le sédiment	
Φ_m	Fraction massique de particules solides de la suspension	
Φ_s	Fraction volumique du solide dans le sédiment	
Φ_v	Fraction volumique de particules solides de la suspension	
Φ_{max}	Fraction volumique d'empilement maximal des particules	
Ψ	Sphéricité de la particule	
α	Angle d'inclinaison	

ϵ	Porosité ou fraction de vide de la suspension	
ϵ_s	Porosité du sédiment	
$[\eta]$	Viscosité intrinsèque de la suspension	
η	Viscosité apparente de la suspension	Pa.s
η_r	Viscosité apparente relative de la suspension	
γ	Déformation	
$\dot{\gamma}$	Vitesse ou taux de cisaillement	s ⁻¹
λ	Rapport des diamètres de particule et du tube	
μ	Viscosité dynamique du liquide	Pa.s
ρ_f	Masse volumique du liquide	kg/m ³
ρ_s	Masse volumique de la particule solide	kg/m ³
ρ_{sus}	Masse volumique de la suspension	kg/m ³
τ	Contrainte de cisaillement	Pa
φ	Rapport des hauteurs du sédiment et de suspension	

Symboles Latins

Symbole	Description	Unité
A_p	Surface de la particule solide projetée perpendiculairement à la direction de l'écoulement	m ²
D	Diamètre du tube de sédimentation ou de la conduite	m
D_h	Diamètre hydraulique	m
d_p	Diamètre de la particule	m
$\mathbf{F}_B$	Poussée d'Archimède	
$\mathbf{F}_D$	Force de traînée	

$\mathbf{F}_G$	Force de gravité	
$\mathbf{F}_H$	Force de Basset ou d'histoire	
$\mathbf{F}_I$	Force d'inertie	
$\mathbf{F}_L$	Force de portance	
$\mathbf{F}_{AM}$	Force de masse ajoutée	
f_w	Facteur d'effet de parois	
g	Accélération de la gravité	m/s ²
H	Hauteur de la suspension à un instant t	m
H_0	Hauteur initiale de la suspension	m
H_∞	Hauteur finale du sédiment	m
H_c	Hauteur critique du sédiment	m
K	Indice de consistance	
k_s	Perméabilité du sédiment	m ²
N	Paramètre empirique	
n	Indice d'écoulement	
p	Champ de pression	Pa
p_{ra}	Rapport d'aspect de la particule	
Q_m	Débit massique de la solution	g/s
Q_v	Débit volumique de la solution	ml/s
Q_c	Débit volumique de la phase continue	m ³ /s
Q_d	Débit volumique de la phase dispersée	m ³ /s
r	Rayon de la conduite	m

r_p	Rayon de la particule	m
T	Température	K
t	Temps	s
t_c	Temps critique correspondant au point de compression de la suspension	s
U	Vitesse moyenne de l'écoulement	m/s
$\mathbf{U}_f$	Vecteur vitesse locale du liquide	
$\mathbf{U}_p$	Vecteur vitesse du centre de masse de la particule	
U_R	Rapport entre la vitesse relative et la vitesse terminale	
U_c	Vitesse superficielle de la phase continue	m/s
U_D	Vitesse de dépôt de la suspension	m/s
U_d	Vitesse superficielle de la phase dispersée	m/s
U_{rel}	Vitesse relative entre la particule et le fluide	m/s
U_s	Vitesse de sédimentation de la suspension	m/s
U_{tS}	Vitesse terminale de la particule dans un fluide infini calculée par la relation de Stokes	m/s
U_t	Vitesse terminale de la particule dans un fluide infini	m/s
V_p	Volume de la particule solide	m ³

Liste des Figures

1	Production mondiale d'acier brut en millions de tonnes en 2013 (Wor (2013)).	3
2	Principe de réduction de l'hématite dans une cellule d'électrolyse (ULC (2012)).	5
3	Schéma général du pilote expérimental d'électro-réduction de l'hématite.	7
I.1.1	Épaississeur de Dorr (Dorr et Bosqui (1950)).	21
I.1.2	Domaines de la sédimentation libre et de la sédimentation entravée pour une fraction massique de suspension donnée (Darby (2001a)).	23
I.1.3	Effet combiné du degré de cohésion et de la concentration des particules sur le type de sédimentation (Dahlstrom <i>et al.</i> (1997)).	24
I.1.4	Forces agissant sur une particule sphérique en chute dans un fluide visqueux.	27
I.1.5	Courbe standard du coefficient de traînée pour une sphère (Lapple et Shepherd (1940)) (Modifiée).	32
I.1.6	Effet de λ sur la relation coefficient de traînée-nombre de Reynolds d'une particule sphérique dans un fluide ayant une viscosité constante (Uhlherr et Chhabra (1995)).	34
I.1.7	Coefficient de traînée en fonction du nombre de Reynolds de la particule pour différentes sphéricités (Yow <i>et al.</i> (2005)).	36
I.1.8	Comparaison de la prédiction de différents modèles avec les résultats expérimentaux pour une suspension uniforme de particules de verre, $Re_p=868$ (Abu-Ali (1997))(Modifiée).	43
I.1.9	Forme générale d'une courbe de sédimentation d'une suspension de particules.	47
I.1.10	Hauteur de l'interface suspension/liquide en fonction du temps, pour une suspension de particules monodisperses de verre, $d_p = 137 \mu m$, $\Phi_v = 0.10$, $H_0 = 40$ cm pour différents angles d'inclinaison α : A, $\alpha = 0^\circ$; B, $\alpha = 20^\circ$; C, $\alpha = 35^\circ$; D, $\alpha = 50^\circ$. Le liquide de suspension consiste en un mélange d'huile UCON TM et de terphényle hydrogéné, de masse volumique égale à 992 kg/m^3 et de viscosité égale à 0.667 Poise à 21.6°C (Acrivos et Herbolzheimer (1979)).	49

I.1.11	Rose de fer, en hématite, extraite près de Saint Gotthard, Suisse (À droite). Ces roses sont épaisses et peuvent atteindre 100 mm de diamètre (Korbel et Novák (1999); Asselborn <i>et al.</i> (2006)). À gauche : L'hématite peut être noire ou rouge, mais laisse toujours une strie rougeâtre lorsqu'elle est grattée le long d'une plaque en céramique (Basavaiah (2012)).	51
I.1.12	Structure cristalline de l'hématite.	52
I.1.13	Viscosité dynamique de la soude caustique à 50% massique en fonction de la température. Mesures expérimentales réalisées avec différents viscosimètres capillaires (Ubbelohde (AVS310 Schott Geräte)).	56
I.1.14	Masse volumique de la soude caustique à 50% massique en fonction de la température obtenue avec différents densimètres (LABOSI, Fischer Scientific).	56
I.1.15	Évolution du front de sédimentation en fonction du temps dans un tube à essai, pour une suspension composée de 12% de particules d'hématite et une solution de soude concentrée à 50% en masse à température ambiante.	57
I.1.16	Distribution de la taille des particules d'hématite obtenue par granulométrie laser.	59
I.1.17	Distribution de taille en volume et en nombre de la poudre d'hématite dans l'éthanol.	60
I.1.18	Images des particules d'hématite obtenues par microscopie électronique à balayage.	61
I.1.19	Effet de la concentration de la soude sur la vitesse de sédimentation de suspensions d'hématite, $\Phi_v=0.12$	64
I.1.20	Effet de la concentration de la soude sur la porosité du sédiment.	64
I.1.21	Effet de la concentration de la soude sur la vitesse de sédimentation de suspensions d'hématite à différentes fractions volumiques.	65
I.1.22	Effet de la concentration de la soude sur la porosité du sédiment des différentes suspensions d'hématite.	65
I.1.23	Effet de l'augmentation de la concentration massique de la soude sur la vitesse de sédimentation des suspensions d'hématite et sur la porosité du sédiment.	67
I.1.24	Courbes de sédimentation de suspensions d'hématite dans la solution de soude à 50% massique à 110 °C, pour différentes fractions volumiques de l'hématite, $\Phi_v= 0.029, 0.057, 0.086, 0.120$ et 0.144	69

I.1.25	Vitesses de sédimentation de particules d'hématite dans une solution aqueuse de soude à 50% massique à 110 °C en fonction de la fraction volumique solide.	71
I.1.26	Résultats des vitesses de sédimentation de particules d'hématite en fonction de la fraction volumique solide, ajustés par la relation I.1.56.	73
I.1.27	Résultats de l'estimation de la viscosité des suspensions d'hématite par la relation de Stokes, en fonction de la fraction volumique solide.	75
I.1.28	Résultats obtenus de la sédimentation tracées selon l'équation de Roberts (relation I.1.61) pour la suspension d'hématite de fraction volumique initiale de 0.12.	76
I.2.1	Représentation schématique d'un mouvement de cisaillement unidirectionnel linéaire.	83
I.2.2	Types de comportements rhéologiques de fluides indépendants du temps. .	85
I.2.3	Forme générale de la courbe d'écoulement d'une suspension concentrée (Barnes <i>et al.</i> (1989b)).	86
I.2.4	Illustration des microstructures de suspensions possibles à différentes fractions volumiques du solide en fonction de la vitesse de cisaillement (Wildemuth et Williams (1985)).	89
I.2.5	Comportement rhéologique de suspensions d'hématite dans l'eau à 25 °C pour différentes fractions volumiques du solide (Jennings Jr (1969)) (Modifiée).	89
I.2.6	Comportement rhéologique de suspensions d'hématite dans un liquide ionique (ECOENG TM 212) à 40 °C pour différentes fractions volumiques du solide (Altin <i>et al.</i> (2006)).	90
I.2.7	Ajustement des résultats de viscosité relative de suspensions saturées de cristaux en fonction de la fraction volumique solide par différents modèles (- · · -) Einstein (1911), (- - -) Frankel et Acrivos (1967), (- · -) Krieger et Dougherty (1959), (-)Mooney (1951).	96
I.2.8	Effet de la taille des particules sur la rhéologie des suspensions de particules de sable de silice, concentration volumique =0.20% (Mangesana <i>et al.</i> (2008)).	97

I.2.9	La viscosité relative en fonction de la fraction volumique solide de suspensions de particules de formes différentes, prédites par l'équation de Quemada (1977) (I.2.13). Pour des sphères ($\Phi_{\max}=0.63$), pour les cristaux bruts ($\Phi_{\max}=0.44$) et les fibres possèdent un rapport d'aspect p_{ra} égal à 23 ($\Phi_{\max}=0.26$) (Genovese (2012)).	99
I.2.10	Schéma du système expérimental comprenant un rhéomètre avec écoulement (Akroyd et Nguyen (2003b)).	101
I.2.11	Exemples de géométries utilisées pour la mesure de la viscosité de suspensions de particules solides (Guillemin <i>et al.</i> (2008); Toussaint <i>et al.</i> (2009); Jau et Yang (2010)).	102
I.2.12	Schéma de la cellule Couette utilisée pour les essais rhéologiques des suspensions d'hématite. Le gap représente la distance séparant le fond de la cuve de l'extrémité inférieure du rotor.	103
I.2.13	Schéma de la cellule rhéologique munie d'un ruban hélicoïdal utilisée pour les essais rhéologiques des suspensions d'hématite.	104
I.2.14	Application d'une contrainte constante à l'échantillon en fonction du temps pour déterminer sa réponse.	107
I.2.15	Viscosité apparente des suspensions d'hématite à 12% en volume à 100 °C en fonction du temps à un gap égal à 20 mm (distance entre le fond de la cuve et l'extrémité inférieure du cylindre tournant) à différentes contraintes de cisaillement appliquées.	108
I.2.16	Viscosité apparente des suspensions d'hématite à 12% en volume à 100 °C en fonction du temps pour le gap = 30 mm à différentes contraintes de cisaillement appliquées.	109
I.2.17	Viscosité apparente des suspensions d'hématite à 12% en volume à 100 °C en fonction du temps pour le gap = 10 mm à différentes contraintes de cisaillement appliquées.	110
I.2.18	Volume du sédiment à la fin des essais.	111
I.2.19	Application de contraintes de cisaillement successives à l'échantillon en fonction du temps pour déterminer sa réponse à l'état d'équilibre.	111
I.2.20	Courbe d'écoulement de la suspension d'hématite à 12% en volume à 100 °C obtenue avec une géométrie Couette à un gap égal à 20 mm. Absence d'hystérèse.	112

I.2.21	Modélisation de la viscosité de la suspension d'hématite à 12% en volume dans la soude concentrée à 100 °C.	114
I.2.22	Variation de la contrainte de cisaillement avec de la vitesse de cisaillement de la suspension d'hématite à 12% en volume à 100 °C.	115
I.2.23	Courbe d'écoulement de la suspension d'hématite à 12% en volume de particules à 100 °C obtenue avec un ruban hélicoïdal à un gap égal à 13.5 mm.	118
I.2.24	Modélisation de la viscosité de la suspension d'hématite à 12% en volume dans la soude concentrée à 100 °C. Résultats obtenus avec le ruban hélicoïdal.	119
I.2.25	Effet de la fraction volumique des particules sur la viscosité des suspensions d'hématite à 100 °C.	120
I.2.26	Viscosité apparente des suspensions d'hématite en fonction de la fraction volumique des particules à 100 °C à 10 s ⁻¹	121
I.2.27	Viscosité apparente des suspensions d'hématite en fonction de la fraction volumique des particules à 100 °C à 80 s ⁻¹	121
I.2.28	Viscosité apparente des suspensions d'hématite en fonction de la fraction volumique des particules à 100 °C à 10 s ⁻¹ ajustée par différents modèles. .	122
I.2.29	Viscosité apparente des suspensions d'hématite en fonction de la fraction volumique des particules à 100 °C à 80 s ⁻¹ ajustée par différents modèles. .	123
I.3.1	Courbe récapitulant les différentes approches entreprises pour caractériser la viscosité de la suspension d'hématite à 12% dans une solution alcaline à 100 °C.	128
I.3.2	Comparaison entre les viscosités déterminées avec les mesures rhéologiques et celles estimées à partir des essais de sédimentation.	129
II.1.1	Conduite de transport de suspensions de minerai de fer par une conduite de diamètre de 245 mm en Tasmanie. Le solide est transporté à une concentration de 60 % en masse avec une taille de particule moyenne inférieure à 149 µm sur une distance de 85 km (Abulnaga (2002a)).	138
II.1.2	Représentation schématique des modes d'écoulement et des distributions de concentration dans la direction normale à l'écoulement (a) écoulement totalement en suspension, (b) écoulement avec lit mobile, (c) écoulement avec un lit fixe (Peker et Helvaci (2008c)).	140

II.1.3	Variation de F_L en fonction de la fraction volumique des particules ($\Phi_v=0.02$, 0.05, 0.10 et 0.15) et de leur taille (Durand (1953)).	144
II.1.4	Illustration de la perte de pression dans les conduites en fonction des régimes d'écoulement et de la concentration des particules (Almedeij et Algharaib (2005)).	147
II.1.5	Effet de l'angle d'inclinaison de la conduite sur la vitesse de dépôt de suspensions de sable ($\rho_p=2650$ kg/m ³ , $d_p=0.36$ mm dans un conduite de 100 mm de diamètre) (Doron <i>et al.</i> (1997)).	148
II.1.6	Effet de l'angle d'inclinaison sur la chute de pression ; $\rho_p= 1240$ kg/m ³ , $d_p = 3$ mm, D= 50 mm pour 3 concentrations volumiques : 7, 10 et 13%. Symboles : données expérimentales, lignes continues : modèle (Doron <i>et al.</i> (1997)). . .	149
II.1.7	Écoulement d'un fluide à travers une conduite horizontale.	151
II.1.8	Distribution de la vitesse pour les fluides de puissance dans l'écoulement laminaire dans les conduites (Chhabra et Richardson (2008c)).	152
II.1.9	Représentation schématique de la contrainte de cisaillement et de la distribution de la vitesse pour un écoulement laminaire entièrement développé dans une conduite.	154
II.1.10	Schéma d'un canal rectangulaire avec les dimensions et le système de coordonnées.	155
II.1.11	Développement de la couche limite et du profil de vitesse pour l'écoulement laminaire dans la zone d'entrée d'une conduite (Chhabra et Richardson (2008c)).	157
II.2.1	Cellule d'écoulement de 45 cm de longueur.	162
II.2.2	Particules de verre utilisées, visualisées avec un microscope optique.	163
II.2.3	Comparaison entre les comportements rhéologiques des différents fluides utilisées dans cette étude. Viscosités - de la solution NaOH /Eau 50% - de la solution de glycérine à 70% en masse - de la solution Carbopol de 0.15% en masse- de la suspension d'hématite/NaOH/Eau à 100 °C mesurée avec la géométrie Couette et le ruban hélicoïdal.	165
II.2.4	Vue globale du montage expérimental.	167
II.2.5	Principe de mesure des champs de vitesses par la méthode PIV (Hinch <i>et al.</i> (2012)).	169

II.2.6 Montage PIV.	170
II.3.1 Coupe schématique de la cellule étudiée.	173
II.3.2 Images du divergent (section 1) pour différents débits massiques de la solution de glycérine à 70% en masse.	174
II.3.3 Champs de vitesses de la solution de glycérine dans la section 1 de la cellule pour différents débits massiques.	174
II.3.4 Champs de vitesses de la solution de glycérine dans les sections 1 et 9 pour un débit massique égal à 75 g/s.	175
II.3.5 Champs de vitesse de la solution de glycérine pour un débit massique égal à 4 g/s dans les sections 1, 5 et 9 de la cellule d'écoulement.	175
II.3.6 Comparaison entre les résultats de la PIV et des profils analytique de vitesse de fluide newtonien dans une section carrée, pour tous les débits.	176
II.3.7 Coupe schématique de la cellule étudiée avec coude et embout. Les dimensions sont données en centimètre.	177
II.3.8 Coupe schématique de la cellule étudiée sans coude et sans embout.	177
II.3.9 Modèle numérique de la géométrie de référence sans coude ni embout.	178
II.3.10 Modèle numérique de la géométrie avec coude et embout.	178
II.3.11 Sélection de la section observée.	179
II.3.12 Contour des vitesses (m/s) dans la section choisie dans la cellule sans embout et sans coude (débit=4 g/s).	180
II.3.13 Contour des vitesses (m/s) dans la section choisie pour la simulation de la cellule avec coude et embout (débit=4 g/s).	180
II.3.14 Contour des vitesses (m/s) dans la section choisie dans la cellule sans embout et sans coude (débit=36 g/s).	180
II.3.15 Contour des vitesses (m/s) dans la section choisie dans la cellule avec coude et embout (débit=36 g/s).	180
II.3.16 Contour des vitesses (m/s) pour la cellule sans embout et sans coude (débit=75 g/s).	181
II.3.17 Contour des vitesses (m/s) pour la cellule avec coude et embout (débit=75 g/s).	181
II.3.18 Profil de vitesses (m/s) dans la section choisi pour la simulation de la cellule sans embout ni coude (débit=75 g/s).	181

II.3.19 Profil de vitesses (m/s) dans la section choisi pour la simulation de la cellule avec coude et embout (débit=75 g/s).	182
II.3.20 Suivi de 14 particules de fluide sous Fluent, colorées par la vitesse du fluide(en m/s) pour un débit égal à 75 g/s.	182
II.3.21 Images du divergent (section 1) pour différents débits massiques de la suspension de particules de verre.	183
II.3.22 Images de la section 5 pour différents débits massiques de la suspension de particules de verre.	184
II.3.23 Images du convergent (section 9) pour différents débits massiques de la suspension de particules de verre.	184
II.3.24 Hauteur de la couche sédimentée (partie de suspension contenant des particules) au niveau de toutes les sections pour différents débits massiques de la suspension.	185
II.3.25 Débit correspondant à une vitesse moyenne de 15 cm/s, ce qui correspond à la vitesse moyenne sur le pilote d'ArcelorMittal. La solution de carbopol 0.15% contient 0.1% de particules.	186
II.3.26 Images illustrant les différentes étapes (a) Image brute, (b) Image divisée par l'image moyenne, (c) Image après application d'un seuil, (d) Image complémentaire où le noir et blanc sont inversés, (e) Image où le centre des billes est rempli en blanc, (f) Image où les petits éléments de moins de 2 pixels ont été éliminés.	187
II.3.27 Nombre de particules sur une section de la cellule en fin de cellule. Solution aqueuse de Carbopol 0.15% + 0.01% de particules.	188
II.3.28 Nombre de particules sur une section de la cellule en fin de cellule. Solution aqueuse de Carbopol 0.15% + 0.1% de particules de verre.	188
II.3.29 À gauche : Positions successives occupées par les particules au cours du temps dans 20 images successives séparées de 1.66 ms. Prise d'image 3000 Images/s. Vitesse moyenne 0.15 m/s, concentration en particules de 0.01%. À droite : Image d'origine. Le bord inférieur de la cellule est visible. L'image visualise une surface de 5.0 mmX3.2 mm au centre de la cellule. La profondeur de champ est faible, et de ce fait, on ne visualise que les particules présentes sur quelques millimètres de profondeur au center de la cellule.	189

II.3.30 À gauche : Positions successives occupées par les particules au cours du temps dans 20 images successives séparées de 1.66 ms. Conditions identiques à celle de la figure II.3.29, mais avec une concentration en particules de 0.1%. À droite : Image d'origine.	190
II.3.31 Solution de Carbopol 0.15% avec des billes de verre creuses argentées de vitesse moyenne égale à 0.15 m/s.	191
II.3.32 Solution de Carbopol 0.15% avec des billes de verre creuses argentées, ainsi qu'avec des billes de verre de 38 à 45 μs simulant les particules d'hématite de la cellule d'électrolyse, de vitesse moyenne égale à 0.15 m/s. La concentration en billes de verre est de 0.1%.	191
II.3.33 Effet Boycott pour une solution de Carbopol 0.15% contenant 1% de bille de verre de 38 à 45 μm pour une vitesse moyenne de 7.5 cm/s.	192
II.3.34 Effet Boycott pour une solution de Carbopol 0.15% contenant 1% de bille de verre à différents débits.	193
II.3.35 Effet Boycott pour une solution de Carbopol 0.15% contenant 1% de bille de verre, visualisation de l'écoulement à contre-courant induit par l'effet Boycott.	194
II.3.36 Sédimentation des particules d'hématite dans la géométrie coude et embout pour un fluide newtonien en fonction du débit.	196
II.3.37 Suivi de 14 particules d'hématite sous Fluent, colorées par le temps de résidence (en s), pour une taille de particule d'hématite de $d_p=30\text{ }\mu\text{m}$ et un débit de fluide de 20 g/s.	197
II.3.38 Suivi de 14 particules d'hématite sous Fluent, colorées par le temps de résidence (en s), pour une taille de particule d'hématite de $d_p=30\text{ }\mu\text{m}$ et un débit de fluide de 4 g/s.	197
II.3.39 Suivi de 686 particules d'hématite sous Fluent, colorées par le temps de résidence (en s), pour une taille de particule d'hématite de $d_p=30\text{ }\mu\text{m}$ et un débit de fluide de 36 g/s.	198
II.3.40 Suivi de 182 particules de fluide sous Fluent, colorées par la vitesse du fluide(en m/s) pour un débit de fluide de 36 g/s.	198
II.3.41 Sédimentation des particules d'hématite dans une géométrie sans coude ni embout pour un fluide newtonien en fonction du débit.	199

II.3.42	Suivi de 15 particules d'hématite sous Fluent, colorées par le temps de résidence (en s), pour une taille de particule d'hématite de $d_p=30\text{ }\mu\text{m}$ et un débit de fluide de 4 g/s.	199
II.3.43	Suivi de 718 particules d'hématite sous Fluent, colorées par le temps de résidence (en s), pour une taille de particule d'hématite de $d_p=30\text{ }\mu\text{m}$ et un débit de fluide de 36 g/s.	200
II.3.44	Sédimentation des particules d'hématite dans une géométrie avec coude et embout pour un fluide non-newtonien.	200
II.3.45	Suivi de 14 particules d'hématite sous Fluent, colorées par le temps de résidence (en s), pour une taille de particule d'hématite de $d_p=30\text{ }\mu\text{m}$ et un débit de fluide de 36 g/s.	200
II.3.46	Suivi de 686 particules d'hématite sous Fluent, colorées par le temps de résidence (en s), pour une taille de particule d'hématite de $d_p=5\text{ }\mu\text{m}$ et un débit de fluide de 36 g/s.	201
II.3.47	Suivi des particules de fluide sous Fluent, colorées par la vitesse du fluide (en m/s) pour un débit de fluide de 36 g/s.	201
A.1	Composantes des contraintes d'écoulement en trois dimensions.	215

Liste des Tableaux

1	Conditions de fonctionnement du pilote expérimental de réduction électrochimique.	7
I.1.1	Valeurs des densités d'empilement maximales des particules en l'absence d'effet de parois.	19
I.1.2	Corrélations empiriques exprimant le coefficient de traînée de particules sphériques en fonction de Re_p ou des propriétés de la particule et du fluide.	31
I.1.3	Corrélations pour calculer la vitesse terminale adimensionnelle en fonction du diamètre adimensionnel de la particule.	33
I.1.4	Expressions de f_w pour différents régimes.	34
I.1.5	Travaux menés pour déterminer le coefficient de traînée de particules sphériques et non-sphériques régulières dans des fluides complexes.	35
I.1.6	Quelques travaux sur le calcul du coefficient de traînée de particules non-sphériques régulières dans des fluides newtoniens.	37
I.1.7	Corrélations de vitesse de sédimentation de suspensions monodisperses en fonction de la fraction volumique solide des particules.	41
I.1.8	Expressions empiriques permettant de calculer le paramètre N.	45
I.1.9	Liste des principaux mienrais de fer (Kirk <i>et al.</i> (1995)).	50
I.1.10	Liste des oxydes de fer (Cornell et Schwertmann (2006a)).	51
I.1.11	Quelques propriétés de l'hématite.	52
I.1.12	Propriétés de la poudre d'hématite utilisée dans cette étude, fournie par VWR.	54
I.1.13	Propriétés de la solution aqueuse de soude à 50% en masse.	55
I.1.14	Propriétés des différentes solutions de soudes utilisées. Toutes ces solutions possèdent une viscosité dynamique égale à 2.7 mPa.s à la température correspondante.	58
I.1.15	Paramètres de distribution géométrique de la poudre d'hématite dispersée dans l'éthanol et dans l'eau obtenues avec le granulomètre laser.	59

I.1.16	Propriétés des suspensions employées pour les essais de sédimentation dans la soude à 50% en masse et à 110 °C.	68
I.1.17	Résultats des essais de sédimentation de suspensions d'hématite dans une solution de soude aqueuse à 50% massique à 110 °C. L'expression de Q_d est donnée par la relation I.1.46.	70
I.1.18	Comparaison entre les résultats donnés par le calcul de la vitesse terminale d'une particule d'hématite et ceux obtenus par la relation I.1.55.	71
I.1.19	Viscosités apparentes des suspensions d'hématite estimées à partir de la loi de Stokes, vitesses de cisaillement et nombres de Péclet dans la soude aqueuse à 50% massique à 110 °C.	74
I.1.20	Propriétés obtenues des essais de sédimentation de la suspension d'hématite de 12% en volume dans la soude aqueuse à 50% massique à 110 °C.	77
I.2.1	Relations analytiques, semi-empiriques et empiriques exprimant la dépendance de la viscosité de suspensions en fonction de la fraction volumique des particules solides.	95
I.2.2	Relations exprimant la viscosité des suspensions en fonction de la vitesse ou de la contrainte de cisaillement et de la fraction volumique des particules.	97
I.2.3	Expressions de viscosités intrinsèques en fonction du rapport d'aspect.	99
I.2.4	Propriétés rhéologiques des solutions de PAAm et de CMC à différentes concentrations massiques dans l'eau distillée à température ambiante.	105
I.2.5	Illustrations de la position du sédiment dans la cellule couette en fonction du gap à la fin des essais.	110
I.2.6	Exemples de suspensions d'oxydes de fer qui présentent un comportement rhéofluidifiant avec un seuil d'écoulement.	115
I.2.7	Paramètres rhéologiques des suspensions d'hématite obtenues à l'aide du modèle de loi de puissance à partir des mesures rhéologiques obtenues avec la géométrie de type Couette.	121
I.2.8	Rappel des relations viscosité-fraction volumique solide utilisées dans cette section pour modéliser la viscosité des suspensions d'hématite.	122
I.2.9	Paramètres des modèles de Mooney (1951), de Krieger et Dougherty (1959) et de Quemada (1977), appliqués sur les suspensions d'hématite.	123

I.2.10	Paramètres du modèle de Krieger et Dougherty (1959) pour deux études sur les suspensions d'hématite.	124
I.2.11	Paramètres du modèle de puissance appliqué à la suspension d'hématite à 12% en volume à 100 °C pour les deux géométries.	125
I.3.1	Viscosités apparentes des suspensions d'hématite estimées à partir de la loi de Stokes dans la soude aqueuse à 50% massique à 110 °C.	129
II.1.1	Facteurs importants dans le transport hydraulique (Chhabra et Richardson (2008c)).	139
II.1.2	Corrélations proposées pour estimer la vitesse de dépôt d'une suspension de particules. Les coefficients k , l et m correspondent à ceux de la corrélation II.1.4.	145
II.1.3	Valeurs de la vitesse de dépôt de la suspension d'hématite à 0.12, calculées à partir les différentes corrélations.	146
II.1.4	Valeurs des constantes A_i (relation II.1.36), pour $\alpha^* = 1$	157
II.1.5	Valeurs des constantes α_i et β_i (relation II.1.36).	157
II.1.6	Valeurs du nombre de Reynolds critique calculées pour différentes valeurs de l'indice d'écoulement.	159
II.2.1	Conditions de fonctionnement du pilote expérimental d'ArcelorMittal. . . .	162
II.2.2	Vitesses terminales d'une particule d'hématite et d'une particule de verre. .	164
II.2.3	Propriétés rhéologiques de la solution de Carbopol à 0.15%, obtenues avec une loi de puissance.	164
II.2.4	Débits massiques de la solution de glycérine à 70% en masse et le nombre de Reynolds de l'écoulement correspondant pour chaque section de la cellule. .	166
II.2.5	Différents débits massiques de la solution de Carbopol utilisés et le nombre de Reynolds de l'écoulement.	166
II.3.1	Longueur d'entrée hydrodynamique pour différents nombres de Reynolds. .	176
II.3.2	Hauteurs de la couche clarifiée moyennées sur toute la cellule.	185

Introduction générale

Matériau universel, recyclable et également peu coûteux, l'acier est apprécié pour ses performances en matière de durabilité, de ductilité et de sécurité incendie. Il s'adapte aux différentes nécessités pour combiner liberté de création avec efficacité constructive et offre de grandes possibilités de combinaison avec les autres matériaux. L'acier est considéré comme l'un des métaux les plus importants et les plus utiles, il est au cœur de l'activité économique et ses utilisations sont toujours de plus en plus nombreuses (Landowski et Lemoine (2012)).

En 2013, la production mondiale d'acier brut a dépassé 1.6 milliard de tonnes (Wor (2013)) (figure 1). Cette production devrait atteindre 2.6 milliards de tonnes en 2050 en raison notamment de l'émergence des pays asiatiques (Moreau (2005); Birat (2010)).

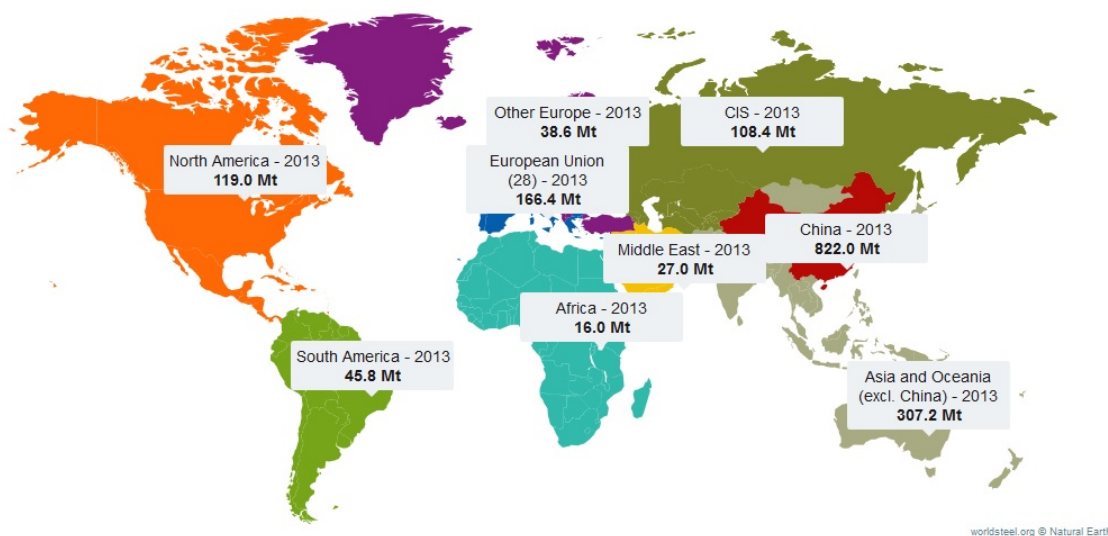
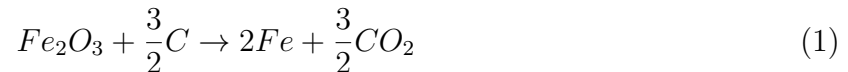


Figure 1 – Production mondiale d'acier brut en millions de tonnes en 2013 (Wor (2013)).

L'acier est produit par deux voies principales : le **haut fourneau** et le **four à arc électrique** qui utilise l'acier recyclé. En 2011, 69.4% de la quantité totale d'acier manufacturée dans le monde est produite par les hauts fourneaux et 29.4% par les fours à arc électrique (Birat (2010); Huitu *et al.* (2013)).

Enjeux économiques et environnementaux

La réaction de **réduction directe** de l'oxyde de fer dans un haut fourneau est la suivante :



La production d'une tonne d'acier consomme environ 18.68 GJ (5.2 MW.h) et produit 1.77 tonne de dioxyde de carbone (Janjua (2013)). Selon l'International Energy Agency (2007), l'industrie sidérurgique est la plus grande source industrielle d'émission de CO₂, environ 27%, en raison de l'intensité énergétique de la production d'acier, de la dépendance au charbon et des grandes quantités d'acier produites. En France, les émissions de dioxyde de carbone ont représenté 4.9% des émissions anthropiques de gaz à effet de serre en 2007 (ASCoPE (2009)).

Au cours des 40 dernières années, l'industrie sidérurgique européenne a réduit ses émissions de CO₂ d'environ 50 à 60%, qui l'ont conduit à optimiser ses procédés aussi près que possible des limites physiques. Par conséquent, il est difficile d'abaisser davantage la consommation d'énergie et les émissions de CO₂ des procédés de production d'acier existants pour améliorer leur efficacité (Birat (2009); Huitu *et al.* (2013)).

Il est largement admis que les émissions de gaz à effet de serre, notamment le CO₂, sont responsables du dérèglement climatique. Cette menace mondiale a mené les gouvernements à prendre des engagements depuis la signature du protocole de Kyoto, en 1997, ce qui a conduit à l'adoption de contraintes réglementaires pour réduire les émissions de gaz à effet de serre.

Face à ce défi, parvenir à proposer un procédé viable, capable à la fois d'améliorer l'efficacité énergétique et réduire les émissions de dioxyde de carbone suppose une remise en question radicale des procédés existants. De plus, il est stratégiquement important pour l'industrie sidérurgique de réduire considérablement ses émissions de CO₂ et sa consommation d'énergie, qualifiée de vorace, alors que la demande d'acier est à nouveau en plein essor. C'est la clé de sa longévité et de sa rentabilité (ASCoPE (2009); Halper (2011); Huitu *et al.* (2013)).

Présentation du projet ULCOS

Lancé en 2004, le projet ULCOS (Ultra-Low Carbon dioxide (CO₂) Steelmaking) a rassemblé un consortium de 48 entreprises et organisations issues de 15 pays européens, dont ArcelorMittal est le principal coordinateur. Destiné à identifier puis à développer jusqu'au niveau de l'application industrielle des procédés innovants de production d'acier, l'objectif

ambitieux de ce programme géant est de réduire les émissions de CO_2 d'au moins 50 % par rapport aux méthodes de production actuelles. Diverses alternatives à la voie traditionnelle ont été explorées : utilisation d'un haut fourneau à recyclage des gaz de gueulard (capture et séquestration de CO_2), réduction de minerais de fer en substituant le charbon par le gaz naturel ou l'hydrogène (H_2) ou la biomasse durable et enfin la réduction de minerai de fer par électrolyse (ASCoPE (2009); Birat (2010); ULC (2012)).

L'électrolyse du minerai de fer en milieu aqueux alcalin est la voie la plus innovante dans ULCOS. Baptisé ULCOWIN, ce projet permettrait de réduire radicalement les émissions de CO_2 si l'accès à l'électricité « propre » est possible à très grande échelle et à un prix compétitif (Birat et Hanrot (2006)).

Le travail pionnier d'Estelle (1918) a montré que du fer pouvait être formé à partir de suspensions concentrées de particules d'hématite dans un milieu à 50% en masse d'hydroxyde de sodium à environ 110 °C. La réduction directe de l'oxyde de fer en phase solide dans une cellule d'électrolyse, utilisant l'énergie électrique, produit du fer métal à la cathode et de l'oxygène gazeux à l'anode, comme représenté sur la figure 2.

L'électrolyse est cependant une technique bien établie développée à l'échelle industrielle dans la production métallique d'aluminium, de zinc ou de nickel (Birat et Hanrot (2006); ASCoPE (2009); Meijer *et al.* (2009)).

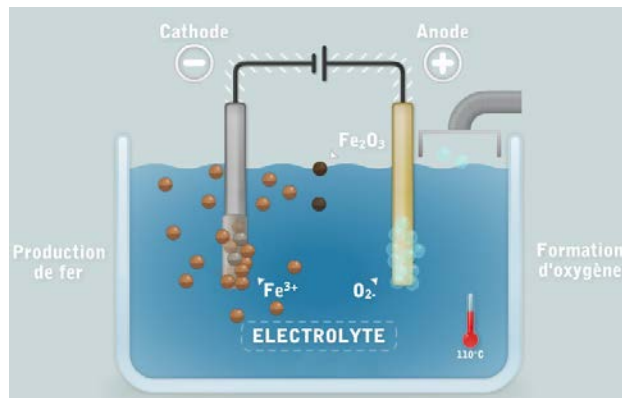


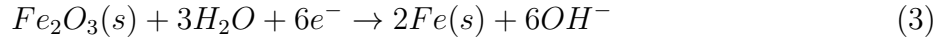
Figure 2 – Principe de réduction de l'hématite dans une cellule d'électrolyse (ULC (2012)).

Les réactions mises en œuvre dans ce processus sont :

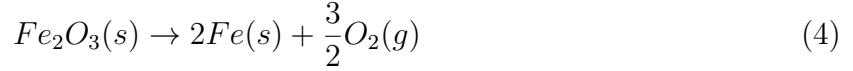
À l'anode :



À la cathode :



La réaction globale de décomposition de l'hématite par électrolyse est ainsi :



L'efficacité énergétique de ce procédé repose sur la mise en œuvre de la réaction d'oxydo-réduction dans des conditions proches de son équilibre thermodynamique. L'énergie des liaisons chimiques des atomes de fer avec les atomes d'oxygène peut s'échanger avec un circuit électrique (ASCoPE (2009)). Une étude comparative a montré que la phase hématite est la plus favorable en termes de rendement faradique et qu'elle est peu soluble dans une solution de soude à 50% en masse et à 110 °C (Valentin (2011)).

Description du fonctionnement du pilote expérimental de production de fer

Depuis le brevet déposé par l'IRSID en 1974, les recherches entreprises ont montré que le fer métal pouvait être produit par réduction de particules d'hématite en suspension dans une solution de NaOH à 50% en poids à 110 °C et à une densité de courant de l'ordre de 1000 A/m², avec un rendement de courant élevé (ASCoPE (2009)). Une thèse conduite à ArcelorMittal et au LSGC (Allanore (2007)), menée sur une cathode cylindrique tournante et dans une cellule en écoulement avec une efficacité faradique élevée, confirme l'intérêt énergétique de ce procédé.

Le réacteur d'électro-réduction de l'hématite, en phase pilote, conçu par ArcelorMittal, fonctionne dans ces conditions et sous pression atmosphérique. Il comporte (figure 3) :

- Une plaque rectangulaire en carbone graphite qui fait office de cathode : la longueur de la plaque est de 0.67 m et sa largeur est de 0.15 m pour une surface égale à 0.1 m².
- Une anode composée d'une série de lames parallèles perpendiculaires au plan de la cathode, séparée de cette dernière de 15 mm.

Une suspension concentrée de particules d'hématite composée d'eau, de soude concentrée à 50% en masse et de particules d'hématite à des fractions massiques égales à 1/3, alimente en continu l'espace inter-électrodes qui sépare la cathode de l'anode, avec une vitesse de

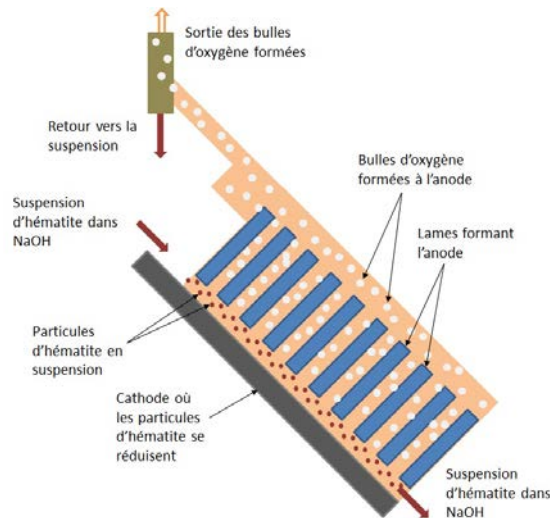


Figure 3 – Schéma général du pilote expérimental d'électro-réduction de l'hématite.

15 cm/s. La cellule est inclinée à 45° pour favoriser l'écoulement des particules solides avec un minimum d'accumulation sur la cathode et faciliter le désengagement des bulles d'oxygène produites aux niveau de l'anode et ainsi limiter les besoins en énergie (Lavelaine et Allanore (2008)). Les principaux paramètres de fonctionnement de la cellule d'électro-réduction sont présentés dans le tableau 1.

Cellule et électrolyte	Valeurs
Température	110 °C
Vitesse de l'écoulement	0.15 m/s
Concentration massique de la solution de soude	50 % en masse
Viscosité dynamique de la solution de soude	0.0027 Pa.s
Masse volumique de la solution de soude	1462 kg/m ³
Masse volumique de l'hématite	5260 kg/m ³
Fraction massique d'hématite	0.33
Fraction volumique d'hématite	0.12
Masse volumique de la suspension *	1918 kg/m ³

Tableau 1 – Conditions de fonctionnement du pilote expérimental de réduction électrochimique.

La sédimentation des particules d'hématite en raison de la différence importante de leur masse volumique avec celle de l'électrolyte est considérée comme la meilleure option

*. Calculée à partir de l'équation I.1.3

pour obtenir l'arrivée du réactif sur l'électrode et permettre un contact mécanique. Des travaux précédents ont montré que le contact entre les particules d'hématite et la cathode était nécessaire pour permettre une réduction efficace. Pour contribuer à maintenir une répartition uniforme du courant sur la cathode, le dépôt des particules doit être uniforme pour garder une épaisseur constante de dépôt avec le temps et elle doit être alimentée en particules au rythme de leur consommation. Si la cathode n'est pas recouverte de particules, la formation de l'hydrogène a lieu. À l'inverse, si la cathode est protégée localement par des particules qui s'accumulent, qui sont isolantes électriquement, le courant est dirigé vers des chemins de résistance inférieurs et la distribution de courant est modifiée. La stratification de l'écoulement et la création d'un lit en mouvement ou stationnaire où les particules se déplacent par roulement ou saltation sur la cathode peuvent aussi être très préjudiciables (Lavelaine et Allanore (2008)).

La réduction des particule d'hématite dans leur volume en fer métallique à la cathode a lieu avec la magnétite comme phase intermédiaire. Durant le processus de réduction, la forme de la particule reste inchangée mais la porosité interne augmente de 30-50%, due au changement de la masse volumique entre la phase d'oxyde initial (5260 kg/m^3) et le fer métallique (7200 kg/m^3) (Allanore *et al.* (2008)).

Origine du projet et plan de la thèse

Cette thèse s'inscrit dans le projet ASCoPE (Acier Sans CO_2 Par Électrolyse) (ANR-EESI-2009) qui vise à développer les connaissances scientifiques et technologiques nécessaires à la conception et à la réalisation d'un pilote de production d'acier par réduction électrochimique de particules d'hématite en suspension dans un milieu alcalin à 110°C , avec une consommation électrique globale de l'ordre de 3.7 MWh/tonne , en comparaison des 5.2 MWh/tonne des procédés actuels et proposer un procédé alternatif fiable à l'horizon 2020.

La recherche dans le projet ASCoPE vise à mieux comprendre les phénomènes physicochimiques mis en jeu dans le réacteur électrochimique par le biais de plusieurs études : phénomènes de transformation des oxydes de fer, en fer métallique, étude de leurs réactivités et caractérisation structurale, mécanisme réactionnel de la réduction globale et étude de l'adsorption de particules d'hématite à la surface de la cathode. En parallèle de ces études de chimie structurale et d'électrochimie, des aspects en relation avec l'optimisation du procédé sont également initiés. Ils concernent d'une part la recherche de la technologie optimale de la

cellule d'électrolyse permettant d'une part d'assurer le contact des particules de minerai à la surface de la cathode, l'étude de l'écoulement de la suspension concentrée d'hématite et d'autre part, de concevoir l'anode de la cellule, afin de réduire au mieux les chutes ohmiques dans la cellule en promouvant le mouvement ascendant des bulles d'oxygène électrogénérées vers la sortie de la cellule (Valentin (2011)).

Cette thèse a pour objectif l'étude du comportement hydrodynamique des particules d'hématite et de quantifier l'éventuel phénomène d'impact de ces particules sur la cathode.

Concrètement, cette thèse a eu pour objectifs :

- Étudier la sédimentation des suspensions de particules d'hématite pour estimer leur vitesse de sédimentation.
- Déterminer le comportement rhéologique des suspensions d'hématite.
- Déterminer le comportement des particules d'hématite au voisinage de la cathode en caractérisant l'écoulement des particules dans une cellule inclinée simulant le pilote expérimental d'ArcelorMittal.

La première partie de ce manuscrit est composée de trois chapitres. Le premier chapitre concerne l'étude de la sédimentation de suspensions concentrées d'hématite utilisées dans le réacteur d'électro-réduction dans un milieu alcalin à 110 °C. Une revue bibliographique abordant des généralités sur les suspensions et la sédimentation de suspensions de particules solides en tant que procédé et les différentes lois régissant ce mécanisme est présentée. La méthodologie suivie pour déterminer le comportement de sédimentation de suspensions d'hématite et les résultats de cette étude sont également reportés dans ce premier chapitre.

Le second chapitre concerne l'étude de la rhéologie des suspensions d'hématite dans la soude concentrée à 110 °C. Des généralités sur la rhéologie des suspensions et les outils permettant de caractériser leur comportement rhéologique sont d'abord présentés. Le dispositif et les outils expérimentaux utilisés dans cette étude sont aussi décrits. Les résultats du comportement rhéologique des suspensions d'hématite dans les conditions du procédé en utilisant deux géométries différentes sont également énoncés.

Le troisième chapitre est une étude comparative des différentes approches menées pour caractériser la viscosité apparente des suspensions concentrées d'hématite dans un milieu alcalin à 110 °C.

La seconde partie de cette thèse concerne l'étude du comportement hydrodynamique des particules transportées par une phase continue qui permet de quantifier la sédimentation et l'accumulation de particules sur la cathode. Un état de l'art sur le transport hydraulique des suspensions et les lois régissant l'écoulement de fluides dans les conduites est présenté. Par la suite, les résultats des expériences de visualisation de l'écoulement de fluides newtoniens et non newtoniens et des simulations numériques menées sont aussi présentés dans cette partie.

Enfin, les principaux résultats obtenus dans ce travail sont donnés dans la conclusion générale, ainsi que des perspectives qui permettent de mieux caractériser l'hydrodynamique et l'efficacité de la réduction des particules d'hématite sur la cathode.

Partie I

Étude de la sédimentation et de la rhéologie de suspensions de particules d'hématite dans un milieu alcalin à haute température

Introduction

Cette partie de thèse est consacrée à l'étude de la sédimentation et à la caractérisation rhéologique des suspensions d'hématite dans un milieu alcalin à haute température.

La réduction d'hématite se fait actuellement par voie sèche dans les hauts fourneaux. La réduction des hématites par voie électrochimique (voie humide) dans une solution concentrée de soude est un procédé entièrement nouveau, ce qui explique l'absence d'études de la sédimentation et de la rhéologie des suspensions d'hématite à haute température. La bibliographie sur ce sujet étant inexistante, nous avons pris le parti de présenter le comportement des suspensions de particules en général tout en soulignant bien le cas de suspensions concentrées.

La caractérisation du comportement des suspensions d'hématite permet de mieux comprendre son comportement lors de la réduction des particules d'hématite dans le réacteur électrochimique. Les particules d'hématite doivent sédimenter sur la cathode, où elles réagissent dans le milieu fortement alcalin à 110 °C pour former le fer.

Les vitesses de sédimentation des suspensions d'hématite sont mesurées par des essais expérimentaux. Une première estimation de la viscosité apparente de la suspension d'hématite a été obtenue à partir de ces essais dans des éprouvettes. Deux autres approches ont été menées avec un rhéomètre muni de deux mobiles d'agitation de nature différente : une cellule Couette et un ruban hélicoïdal, pour déterminer le comportement rhéologique de ces suspensions.

L'influence de la concentration de la soude et de la concentration des particules solides sur le comportement des suspensions d'hématite ont également été étudiées et modélisées.

CHAPITRE I.1

Sédimentation de suspensions de particules d'hématite dans un milieu alcalin

I.1.1 Introduction

Ce chapitre est consacré à la sédimentation de suspensions d'hématite dans un milieu alcalin à haute température. Nous avons commencé par présenter une brève revue de l'état des connaissances sur les suspensions et leurs principales propriétés, suivi par des généralités sur le procédé de sédimentation et ses nombreuses applications. Une description de la sédimentation des particules isolées et des suspensions de particules est également énoncée. Des généralités sur l'oxyde de fer considéré dans cette étude, i.e., l'hématite terminent cette revue bibliographique.

La seconde partie de ce chapitre est consacrée à la présentation du dispositif expérimental et de la procédure suivie pour mener notre étude expérimentale sur la sédimentation de suspensions d'hématite.

Le troisième et dernière partie du chapitre, présente les résultats obtenus sur les propriétés de sédimentation de suspensions d'hématite en milieu alcalin pour différentes compositions de soude et pour différentes fractions volumiques d'hématite. Un intérêt particulier est porté sur les résultats de sédimentation de la suspension d'hématite à 12% en volume dans les mêmes conditions que celles du réacteur pilote d'ArcelorMittal dans une solution de soude à 50% massique à 110 °C. Enfin, une conclusion rappelle les principaux résultats obtenus pour ce premier chapitre de notre travail sur la sédimentation des suspensions d'hématite (en particulier celle à 12% en volume) qui ont permis d'avoir une première estimation de la viscosité de ces suspensions.

I.1.2 État de l’art

Cette revue bibliographique est dédiée à la sédimentation de suspensions de particules solides. Des généralités sur les suspensions et les principales propriétés qui contrôlent leurs comportements sont décrites en premier. Le processus de sédimentation est ensuite énoncé ainsi que le rôle qu’il présente parmi les opérations industrielles de séparation solide-liquide. L’accent est mis ensuite sur les différents régimes de sédimentation des suspensions de particules solides et le comportement d’une particule isolée dans un fluide. Une description des lois qui régissent la sédimentation de suspensions idéales et le comportement dynamique d’une suspension sédimentant dans une colonne sont aussi détaillés. Enfin, quelques généralités sur l’hématite sont présentées.

I.1.2.1 Généralités sur les suspensions

Une suspension est un système hétérogène constitué de deux phases. La *phase continue* ou la *phase externe* est généralement un liquide (phase aqueuse ou huile, newtonien ou complexe) ou un semi-solide (gel). La *phase dispersée* également appelée *phase interne*, est constituée de matière particulaire totalement immergée, aléatoirement distribuée et pratiquement insoluble dans la phase continue.

Le mot suspension vient du latin *suspensio*, fait de *suspendere*, suspendre (Chesnel de la Charbouclais (1858)), car si l’on veut conserver l’homogénéité spatiale de la suspension, il faut *suspendre* les particules par agitation mécanique ou par blocage des mouvements dans le liquide en utilisant un milieu épaississant ou un gélifiant (Cabane (2003)). Comme pour les systèmes dispersés en général, et en particulier les suspensions, l’existence d’une interface entre la phase dispersée et la phase continue augmente l’énergie libre par rapport à celles des phases séparées, ce qui fait d’elles, des systèmes instables au sens thermodynamique et les deux phases ont ainsi tendance à se séparer (Zatz (1985)).

Selon la terminologie de l’IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry), une suspension est aussi une *dispersion* quand la taille des particules est supérieure à 1 μm . Toutefois, la différenciation entre ces deux termes est généralement vague et imprécise et n’est pas universellement acceptée (Kissa (1999)). Par conséquent, nous avons retenu l’appellation de suspension pour ce manuscrit.

Les suspensions ont depuis longtemps été d’un grand intérêt pratique en raison de leur

présence dans divers domaines. Elles interviennent dans plusieurs phénomènes naturels ainsi que dans différentes industries en proposant une grande variété de produits : en industrie chimique (encres, papiers, peintures), pétrolière (fluides de forage, suspensions de fracturation hydraulique), agroalimentaire (compotes, sauces, desserts) et cosmétique (produits de beauté et de soins corporels). Elles sont également présentes dans l'industrie pharmaceutique et le domaine médical. Par conséquent, la compréhension des propriétés des suspensions et la prédiction de leurs comportements constituent un défi important.

Les suspensions présentent des comportements différents selon la nature et les propriétés de la phase continue et celles des particules. Les propriétés intrinsèques des particules (taille, distribution de taille, forme, masse volumique et propriétés de surface), les propriétés du liquide (viscosité et masse volumique), la concentration, l'état de dispersion et la manière dont les particules interagissent entre elles et avec la phase continue régissent les autres propriétés des suspensions telles que leur vitesse de sédimentation ou leur viscosité.

I.1.2.1.1 Taille, distribution de taille et forme des particules solides

La taille des particules est sans doute le paramètre le plus recherché d'une poudre. La taille d'une particule sphérique homogène est définie de façon unique par son diamètre alors que pour d'autres formes régulières ou irrégulières, d'autres dimensions appropriées existent (Allen (2013)).

La caractérisation d'une population de particules de forme irrégulière, dont la plupart sont en pratique, de tailles et de formes différentes, est généralement effectuée par une analyses morphologique permettant de définir la taille et la forme des particules (diamètre équivalent *, facteur de forme, sphéricité, etc.) et une analyse statistique pour déterminer les caractéristiques moyennes de l'échantillon à partir de leur distribution. Ceci implique que l'identification d'un paramètre unique pour décrire adéquatement la taille des particules est loin d'être simple.

Définitions de quelques facteurs

Pour décrire l'écart de la forme sphérique de la particule, Wadell (1935) a donné la

*. Le diamètre équivalent correspond au diamètre qu'aurait une sphère hypothétique équivalente, ayant soit une même caractéristique (surface, volume, etc.), soit un même comportement (à la sédimentation par exemple) que la particule en question (Saleh et Guigon (2009)).

définition suivante pour la *sphéricité* (Ψ) :

$$\Psi = \frac{\text{Surface d'une sphère ayant le même volume que la particule}}{\text{Surface de la particule}} \quad (\text{I.1.1})$$

Le *rapport d'aspect* d'une particule, p_{ra} , désigne l'anisotropie de la particule, défini par le rapport du grand et du petit axe de la particule.

I.1.2.1.2 Concentration des particules solides

Les suspensions sont caractérisées principalement par la concentration de particules solides, qui peut être décrite en termes soit de la *porosité* ou la *fraction de vide* (**voidage**), ϵ , ou, plus communément, de la *fraction volumique solide* (**solid volume fraction**), Φ_v . C'est le rapport entre le volume occupé par les particules et le volume total de la suspension. La relation entre ϵ et Φ_v est :

$$\Phi_v = 1 - \epsilon \quad (\text{I.1.2})$$

À partir de la définition de la fraction volumique solide, la masse volumique de la suspension, ρ_{sus} , est calculée par la relation :

$$\rho_{sus} = \Phi_v \rho_s + (1 - \Phi_v) \rho_f \quad (\text{I.1.3})$$

où ρ_s et ρ_f sont les masses volumiques des particules solides et du liquide, respectivement.

Les propriétés des suspensions dépendent fortement de leur concentration. Les dissipations d'énergie de type hydrodynamique sont prédominantes au sein des suspensions diluées et les particules ont une plus grande liberté de mouvement. En outre, lorsque la concentration des particules solides augmente, les particules se gênent et leurs mouvements relatifs sont de plus en plus difficiles : au-delà d'une certaine concentration, il n'est plus possible de déplacer une particule sans également déplacer les autres autour (Coussot et Ancey (1999b,d)).

I.1.2.1.3 Densité ou taux d'empilement

L'empilement (ou l'entassement) des particules (**particle packing**) se réfère à la disposition des particules solides dans un volume de fluide donné lorsque tous les mouvements des particules cessent. L'empilement des particules peut être organisé régulièrement ou bien aléatoirement. Pour des sphères de taille uniforme, six arrangements réguliers sont possibles. En pratique, la distribution des particules est plutôt aléatoire, ce qui conduit à des valeurs d'empilement maximal plus faibles. Les densités d'empilement maximales, Φ_{max} , les plus

usuelles sont présentées dans le tableau I.1.1 (McGeary (1961); Barnes *et al.* (1989b); Shook et Roco (1991); Liu et Galvin (1999)).

Types d'organisation	Régulière		Aléatoire	
	Cubique	Rhomboédrique	Lâche (Loose)	Compact (Close)
Valeurs de Φ_{max}	0.5234	0.7406	0.59	0.64

Tableau I.1.1 – Valeurs des densités d'empilement maximales des particules en l'absence d'effet de parois.

En plus de la distribution de taille des particules et du rapport du diamètre des particules au diamètre du récipient, la forme des particules a une influence majeure sur la densité d'empilement qui ne peut être déterminée dans ces cas qu'empiriquement (McGeary (1961); Coussot et Ancey (1999a)).

I.1.2.1.4 Ségrégation

La ségrégation est un phénomène de déplacement de particules qui s'opère au cours d'un écoulement d'une suspension composée de particules de deux tailles (ou deux masses volumiques) ou plus. Elle dépend également de la forme des particules, de leur distribution de taille et de leur cohésion (Brown *et al.* (2013)).

I.1.2.2 Généralités sur le procédé de sédimentation

Les techniques de séparation solide-liquide qui induisent un mouvement relatif entre une phase solide et une phase liquide, jouent un rôle dominant dans presque toutes les industries manufacturières notamment dans les industries de transformations chimiques.

Il existe deux types généraux de fonctionnement pour la séparation de particules solides à partir d'une phase liquide sans intervention de réactions chimiques. Dans le premier type, la séparation est faite en déplaçant les particules dans la phase liquide, le mouvement des particules est induit par une force volumique. Pour le second type, illustré par le procédé de filtration, la séparation est réalisée par la mise en contact de la suspension avec un milieu poreux (Chiang (2004)).

I.1.2.2.1 Principe de la sédimentation

La sédimentation est l'opération qui nous intéresse dans cette partie de thèse. Du point de vue terminologie, la sédimentation est un terme général utilisé pour désigner une technique de séparation physique permettant de séparer les différentes phases contenues dans un mélange grâce à leur différence de masses volumiques. Cette séparation peut avoir lieu en exploitant le champ d'accélération terrestre, il s'agit de la *décantation*. Lorsque l'intensité de la pesanteur ne suffit pas, la sédimentation peut être accélérée par l'action de la force centrifuge, il s'agit alors de la *centrifugation*. D'autres champs peuvent être mis à profit pour achever la séparation des phases, notamment les champs électrostatique et magnétique (Rushton *et al.* (1996)). Par ailleurs, la sédimentation peut être *négative*, c'est à dire, la migration d'une des phases vers le haut, c'est la *flottaison* (**creaming**), qui concerne généralement les émulsions, composées de deux phases liquides.

Dans ce manuscrit, le terme sédimentation est employé pour désigner la sédimentation par gravité, i.e., la décantation, de manière induue.

Techniquement, la sédimentation est une opération unitaire qui consiste en le dépôt des particules solides en suspension dans un liquide sous l'effet du champ gravitaire afin d'obtenir un liquide surnageant clarifié et une suspension plus concentrée et dense, appelée *boue* ou *pulpe* ou *sédiment*. La force motrice est une différence de masses volumiques, ou en d'autres termes la diminution de l'énergie potentielle des particules qui se produit durant la sédimentation (Walstra (2002)). D'une manière générale, cette séparation doit intervenir car les deux phases, ainsi séparées, possèdent une valeur ajoutée supérieure ou parce qu'elles doivent être isolées avant d'être valorisées ou rejetées.

Lorsque le but principal est de produire des boues hautement concentrées à partir de suspensions initiales diluées, le processus est appelé *épaississement*. Et lorsque le but est de clarifier le liquide à partir d'une suspension peu concentrée, le processus est appelé *clarification*.

Le premier décanteur liquide-solide continu a été inventé par John Dorr en 1905 (figure I.1.1) et peut être considéré comme le point de départ de l'ère moderne de l'épaississement et de la recherche scientifique rigoureuse. Ce décanteur consiste en une grande cuve circulaire dans laquelle une décharge régulière d'une pâte épaissie a eu lieu simultanément avec la sur-verse de la solution clarifiée à la périphérie de la cuve. Des râteaux grattoirs, entraînés par un mécanisme approprié, tournant lentement au fond de la cuve, descendent vers la base

centrale du décanteur et déplacent le solide sédimenté vers l'orifice de décharge sans grande agitation pour ne pas gêner la sédimentation.

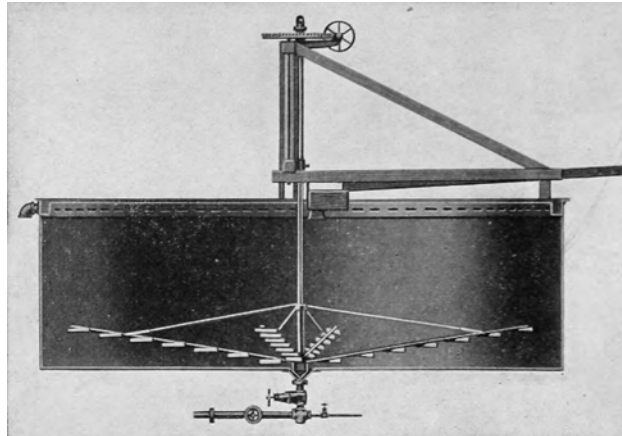


Figure I.1.1 – Épaisseur de Dorr (Dorr et Bosqui (1950)).

La sédimentation est un procédé, pratique, efficace et très peu consommateur d'énergie, qui s'effectue généralement à température ambiante. Les bassins de décantation sont à la fois simples dans leur conception et exercent très peu de cisaillement sur les particules. L'avantage évident de la sédimentation est son faible coût, le champ d'accélération est facilement fourni et ce qu'il faut c'est fournir un espace (un volume suffisant), un certain temps de séjour et une certaine puissance de pompage pour délivrer la suspension dans la cuve ou pour récupérer les produits de la séparation (dans le cas des décanteurs continus)(Svarovsky (2000)).

L'existence de la différence de masses volumiques positive entre les phases solide et liquide est donc une condition nécessaire à la sédimentation, cependant si cette différence est faible ou si la taille de particule est fine, l'efficacité de la sédimentation diminue fortement. Néanmoins, des étapes de pré-traitement pour augmenter artificiellement la taille des particules solides peuvent être utilisées, par exemple par coagulation ou floculation appropriée (Svarovsky (2000)). L'ajout de particules flottantes ou l'inclinaison des surfaces des décanteurs peuvent être aussi envisagés (Acrivos et Herbolzheimer (1979); Allen *et al.* (1990)).

I.1.2.2.2 Rôle de la sédimentation et ses domaines d'application

Le processus de sédimentation se retrouve dans différents phénomènes naturels et disciplines scientifiques. Le transport de sédiments dans les rivières et les canaux et la formation des roches sédimentaires sont des phénomènes régies par la sédimentation. Utilisée pour différentes applications en biologie et en médecine, la technologie de la sédimentation s'est

perfectionnée principalement dans deux domaines très différents : le traitement des eaux (naturelles, domestiques et industrielles), d'une part, et celui des pulpes en industrie chimique et minière, d'autre part (Blazy *et al.* (1999); Bustos *et al.* (1999b)).

I.1.2.3 Sédimentation de suspensions de particules solides

La sédimentation des particules en suspension dans un champ de gravité est principalement affectée par trois facteurs : la taille des particules, leur concentration et leurs interactions dans la suspension. En fonction de ces facteurs, quatre types de sédimentation peuvent se produire :

- **Sédimentation libre** ou **particulaire** (*free settling*) : la sédimentation n'est pas affectée par les parois ou la présence d'autres particules. La concentration des particules est insuffisante pour provoquer des déplacements importants de fluide quand les particules sédimentent ($\Phi_v < 0.5\%$) (Blazy *et al.* (1999)). La vitesse de sédimentation est fonction de la taille des particules et est calculée généralement à partir du mouvement d'une seule particule isolée.
- **Sédimentation floculante** (*flocculent settling*) : les particules qui ont tendance à floculer en suspension vont former des agrégats. La taille effective des particules et la vitesse de sédimentation augmentent généralement au fur et à mesure que les particules s'agrègent.
- **Sédimentation entravée** ou **gênée** (*hindered settling*) : la concentration en particules est telle qu'elles sont si rapprochées et qu'elles provoquent des perturbations des champs de vitesse, les forces inter-particules, devenues significatives sont capables de les maintenir dans des positions relatives fixes et sont contraintes de sédimenter sous forme de *masse*, avec une vitesse constante et une interface nette (Dahlstrom *et al.* (1997)). La sédimentation est davantage fonction de la concentration des particules que de leur taille (Chiang *et al.* (2003)).
- **Sédimentation en compression** (*compression settling*) : lorsque la concentration des particules solides est très élevée, la structure de la pulpe devient suffisamment compacte pour développer une force de compression, qui entraîne l'expulsion du liquide des couches inférieures et favorise ainsi l'augmentation de la concentration en solide (Blazy *et al.* (1999)). La vitesse de sédimentation dans ce régime dépend à la fois de la

concentration des particules solides et de la profondeur de la pulpe (Dahlstrom *et al.* (1997)). Il convient de noter que, lorsque le sédiment se consolide, le comportement de séparation est plus proche de la filtration que de la sédimentation dans certains cas (Chiang *et al.* (2003)).

Darby (2001a) ont proposé un graphe (figure I.1.2) qui permet de situer rapidement le régime de sédimentation, libre ou entravé, en fonction de la fraction massique des particules et du rapport $(\rho_s - \rho_f)/\rho_s$, fonction des masses volumiques des particules et du fluide.

Pour les suspensions d'hématite utilisées dans cette étude, pour des fractions massiques inférieures à 0.4, le régime de sédimentation est situé entre les deux régimes, libre et entravé.

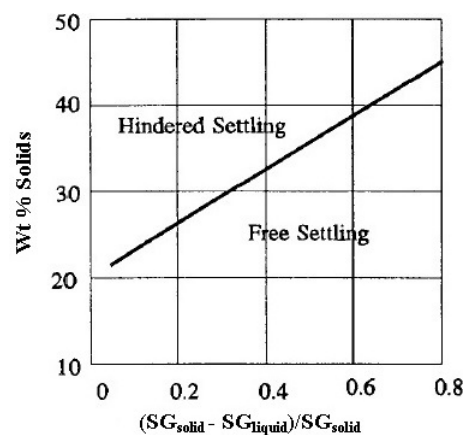


Figure I.1.2 – Domaines de la sédimentation libre et de la sédimentation entravée pour une fraction massique de suspension donnée (Darby (2001a)).

D'après la figure I.1.3 (Dahlstrom *et al.* (1997)), les particules macroscopiques se déposent de manière particulaire, en passant brièvement par un régime de sédimentation entravé et atteignent la concentration finale en solide sans aucun effet de compression important. Dans le cas de particules floculantes, elles sédimentent d'abord dans un régime entravé et progressivement la suspension s'épaissit et entre dans le régime de compression.

Dans ce qui suit, nous discutons de deux régimes : le régime particulaire qui nécessite la définition du mouvement d'une particule isolée à partir de laquelle l'expression de la vitesse terminale de chute libre est déterminée et le régime entravé.

I.1.2.3.1 Vitesse de sédimentation d'une particule solide isolée dans un fluide au repos

Considérons le déplacement d'une particule solide dans un fluide considéré comme un milieu continu, incompressible et ayant une viscosité constante. La particule est soumise à plusieurs forces de différentes origines.

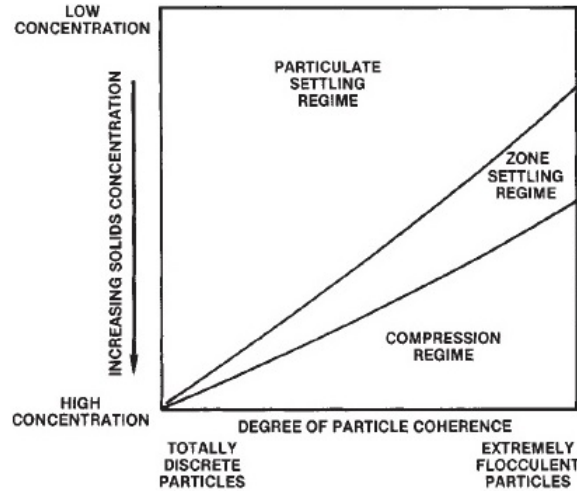


Figure I.1.3 – Effet combiné du degré de cohésion et de la concentration des particules sur le type de sédimentation (Dahlstrom *et al.* (1997)).

Poids de la particule

La force résultant de l'interaction entre le solide et le champ de gravitation terrestre est la force de gravité ou le poids, exprimée en termes de volume de la particule, V_p par :

$$\mathbf{F}_G = \rho_s V_p \mathbf{g} \quad (\text{I.1.4})$$

Avec g est l'accélération de la gravité.

Poussée d'Archimède

Par définition, la poussée d'Archimède est la résultante des forces de pression qui s'exercent autour d'un solide immergé dans un fluide. Elle agit dans un sens opposé à son poids et est égale au poids du même volume de fluide déplacé par la particule solide. Elle est définie par :

$$\mathbf{F}_B = \rho_f V_p \mathbf{g} \quad (\text{I.1.5})$$

Force de traînée

La particule solide, se déplaçant dans le fluide, subit une force de traînée qui entrave son mouvement. La résistance à la déformation du fluide est transmise à la particule par la traînée due à la viscosité du fluide s'exerçant à sa surface. Cette force est induite par la résistance au frottement sur la surface de la particule et l'augmentation de pression lors du déplacement de la particule à travers le fluide. Deux composantes sont ainsi distinguées : la traînée de frottement (ou traînée visqueuse) et la traînée de forme. Lorsque la vitesse relative entre la sphère et le fluide est très faible, la force de traînée est due exclusivement à la traînée

visqueuse (King (2002)). Son expression mathématique est :

$$\mathbf{F}_D = \frac{1}{2} C_D \rho_f A_p |\mathbf{U}_p - \mathbf{U}_f| (\mathbf{U}_p - \mathbf{U}_f) \quad (\text{I.1.6})$$

$\mathbf{U}_p$ est le vecteur vitesse du centre de masse de la particule, $\mathbf{U}_f$ la vitesse de l'écoulement non perturbé au même point, c'est à dire la vitesse qu'aurait le fluide en ce point en l'absence de la particule (Oesterlé (2006)). La différence $(U_p - U_f)$, est la *vitesse relative* de la particule par rapport au fluide (ou *vitesse de glissement* de la particule, **slip velocity**) notée U_{rel} . A_p est la surface de la particule projetée perpendiculairement à la direction de l'écoulement.

L'expression de la force de traînée fait apparaître le *coefficient de traînée* C_D , qui dépend du nombre de Reynolds mais aussi de la rugosité de surface des particules, de leur forme et du degré de turbulence dans le fluide (Shook et Roco (1991)).

La force de traînée joue un rôle prépondérant sur le mouvement de particules en suspension dans un fluide. C'est grâce à elle que des particules peuvent être entraînées par un écoulement (transport pneumatique de suspensions) (Oesterlé (2006)).

Force de portance

La force de portance est perpendiculaire à la direction de déplacement de la particule dans le fluide. Elle est définie par :

$$\mathbf{F}_L = C_L \rho_f V_p (\mathbf{U}_p - \mathbf{U}_f) \wedge (\nabla \wedge \mathbf{U}_f) \quad (\text{I.1.7})$$

C_L est le *coefficient de portance*.

Force de masse ajoutée

Également appelée *force de masse virtuelle*, elle représente la résistance du fluide à une particule qui subit une accélération ; puisque l'accélération de la particule nécessite l'accélération du fluide, il y a ainsi production d'énergie cinétique apportée au fluide par la particule (Nguyen et Schulze (2003)). Elle s'exprime par la relation :

$$\mathbf{F}_{AM} = \frac{1}{2} C_M \rho_f V_p \frac{d(\mathbf{U}_p - \mathbf{U}_f)}{dt} \quad (\text{I.1.8})$$

Avec $\frac{d\mathbf{U}_f}{dt} = \frac{\partial \mathbf{U}_f}{\partial t} + \mathbf{U}_p \cdot \nabla \mathbf{U}_f$, C_M est le *coefficient de masse ajoutée*.

Force de Basset

La force de Basset représente l'effet de l'accélération sur la traînée visqueuse et le développement de la couche limite. La force de Basset prend en compte l'effet de l'histoire

(effet moyenné dans le temps) sur les forces visqueuses (Kleinstreuer (2003)). Son expression est :

$$\mathbf{F}_H(t) = \frac{3}{2}d_p^2\sqrt{\pi\rho_f\mu} \int_{-\infty}^t \frac{d(\mathbf{U}_p - \mathbf{U}_f)}{d\xi} \frac{d\xi}{\sqrt{t - \xi}} \quad (\text{I.1.9})$$

où d_p est le diamètre de la particule solide, μ est la viscosité dynamique du fluide et $(t - \xi)$ est le temps écoulé pendant la période d'accélération.

Mouvement brownien

Le mouvement brownien caractérise l'ensemble des mouvements aléatoires qui tendent à éloigner les particules solides en suspension de leur position initiale et qui rendent leur orientation relative dans un fluide hasardeuse (Coussot et Ancy (1999a); Zhou *et al.* (2001)). Fortement dépendant de la taille, il a une grande influence pour les particules de taille en dessous de 1 μm . Cette force assure un mouvement permanent des particules et toute description de la distribution spatiale des particules est une moyenne dans le temps (Barnes *et al.* (1989b)).

L'impact du mouvement brownien est régi par le nombre de Péclet qui estime l'importance de l'alignement des particules dans le sens de l'écoulement (translation) et du désordre assuré par le mouvement brownien. En d'autres termes, il estime l'importance de l'énergie dissipée due aux dissipations visqueuses et de l'énergie dissipée par le mouvement brownien. Il est défini par (Guyon *et al.* (2001b)) :

$$Pe = \frac{6\pi r_p^3 \mu \dot{\gamma}}{k_b T} \quad (\text{I.1.10})$$

Avec :

- r_p est le rayon de la particule.
- $\dot{\gamma}$ est la vitesse de cisaillement.
- $k_b = 1.38 \times 10^{-23}$ J/K, est la constante de Boltzmann.
- T est la température absolue.

Le rayon intervient au cube et c'est lui qui régit le passage du comportement non brownien au comportement brownien de la suspension. Les expériences montrent que la viscosité devient indépendante de nombre de Péclet pour $Pe \geq 10^3$, car les interactions browniennes sont perturbées par les forces hydrodynamiques (Stickel et Powell (2005)).

Équilibre d'une particule sphérique immergée dans un fluide visqueux

Dans les premiers instants de sa chute, la particule accélère uniformément dans le fluide moins dense en raison de la différence entre le poids et la poussée d'Archimède qui est constante (figure I.1.4). La force de traînée génère des forces qui agissent pour résister au mouvement de la particule. La particule cesse d'accélérer et se déplace à une vitesse uniforme et constante lorsque la force de gravité est exactement compensée par la somme des deux forces résistantes. Les autres forces citées précédemment ne sont pas prises en compte.

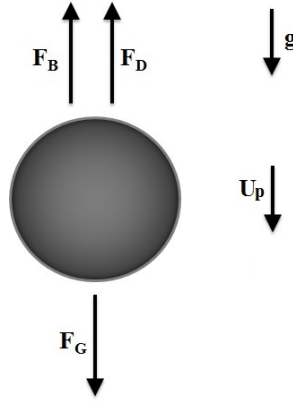


Figure I.1.4 – Forces agissant sur une particule sphérique en chute dans un fluide visqueux.

Le mouvement de la particule est régi par la seconde loi de Newton, selon laquelle la force d'inertie $\mathbf{F}_I$, agissant sur la particule est égale à :

$$\mathbf{F}_I = \rho_s V_p \frac{d\mathbf{U}_p}{dt} \quad (\text{I.1.11})$$

En prenant la direction de la force de gravité comme la direction positive, l'équation d'équilibre des forces peut être réécrite en :

$$\rho_s V_p \frac{dU_p}{dt} = \rho_s g V_p - \rho_f g V_p - \frac{1}{2} C_D \rho_f A_p U_{rel}^2 \quad (\text{I.1.12})$$

U_{rel} étant la vitesse relative ($=U_p - U_f$). L'équation différentielle I.1.12 n'a pas de solution générale car le coefficient de traînée C_D est une fonction complexe du nombre de Reynolds de la particule, qui dépend de U_{rel} , figurant déjà dans l'équation.

L'expression du coefficient de traînée est :

$$C_D = \frac{4gd_p(\rho_s - \rho_f)}{3\rho_f U_{rel}^2} \quad (\text{I.1.13})$$

Le nombre de Reynolds de la particule, Re_p dans un fluide au repos est défini par :

$$Re_p = \frac{\rho_f U_{rel} d_p}{\mu} \quad (\text{I.1.14})$$

Le nombre de Reynolds est un paramètre important qui caractérise le régime d'écoulement du système étudié. Il compare le flux de quantité de mouvement par convection (force d'inertie) au flux de quantité de mouvement par diffusion visqueuse (force visqueuse). Selon la valeur du nombre de Reynolds, trois régimes d'écoulement sont distingués pour lesquels les expressions du coefficient de traînée, donc de vitesse terminale, sont différentes.

Régime de Stokes ($Re_p < 0.2$)

L'écoulement est dominé par la force visqueuse par rapport à la force d'inertie. Stokes (1851) fut le premier à résoudre le problème du mouvement de translation d'une sphère dans un fluide visqueux en régime laminaire et quasi-stationnaire. Les équations de mouvement se réduisent à un système d'équations linéaires et la force exercée par le fluide sur la sphère est proportionnelle à la vitesse (Oesterlé (2006)) :

$$F_D = -3\pi\mu d_p U_{rel} \quad (I.1.15)$$

L'expression du coefficient de traînée est ainsi :

$$C_D = \frac{24}{Re_p} \quad (I.1.16)$$

La solution de l'équation différentielle I.1.12 est alors :

$$U_t(t) = \frac{1}{18} \frac{(\rho_s - \rho_f)gd_p^2}{\mu} \left(1 - \exp\left(-\frac{18\mu}{\rho_s d_p^2} t\right) \right) \quad (I.1.17)$$

Avec, $A_p = \pi d_p^2/4$ et $V_p = \pi d_p^3/6$ pour une particule sphérique de diamètre d_p .

L'équation I.1.17 suggère l'existence de deux étapes pendant le mouvement de la particule : l'étape de l'accélération et l'étape d'une vitesse constante, appelée *vitesse terminale* ou *vitesse limite de chute* (**terminal free velocity**).

La vitesse terminale de chute en régime établi dans un fluide infini est donnée par la *loi de Stokes* (**Stokes law**) :

$$U_{tS} = \frac{1}{18} \frac{(\rho_s - \rho_f)gd_p^2}{\mu} \quad (I.1.18)$$

L'effet du diamètre de la particule sur la vitesse de sédimentation est plus important que les autres variables puisqu'il intervient au carré. Ainsi, tandis qu'une particule de sable fin de 100 μm sédimentera à travers une colonne de 1 m d'eau en 2 minutes environ, une particule de 1 μm prendra environ huit jours et une particule colloïdale de 10 nm atteindra le fond de la colonne en 20 ans, en l'absence de turbulence et d'effet de paroi (Schramm (2006)).

L'équation de Stokes est valide seulement lorsque $Re_p < 0.2$, les particules doivent être de

parfaites sphères homogènes et dures, la surface de la particule doit être immobile et la phase continue doit être un fluide ayant une viscosité constante et en l'absence d'effets de paroi, ce qui n'est pas toujours le cas (Walstra (2002)). La valeur inférieure du domaine de validité de la loi de Stokes ($Re_p < 10^{-4}$) correspond à la distinction faite entre une « particule » et un « colloïde » (Blazy *et al.* (1999)).

La vitesse terminale d'une particule solide dans un fluide est l'un des principaux paramètres hydrodynamiques de l'écoulement des systèmes solide-liquide et joue un rôle déterminant dans la conception, la modélisation et l'optimisation des procédés industriels incluant des processus de sédimentation et de fluidisation. Elle intervient aussi dans la détermination du diamètre de particules et de leur classification.

Régime de Newton ($Re_p > 500$)

La force inertielle est prépondérante par rapport à la force visqueuse. Le coefficient de traînée C_D est approximativement constant et indépendant de la vitesse et du nombre de Reynolds de la particule :

$$C_D \cong 0.44 \quad (\text{I.1.19})$$

Et l'expression de la vitesse de chute est :

$$U_{tN} = \left[\frac{3gd_p(\rho_s - \rho_f)}{\rho_f} \right]^{1/2} \quad (\text{I.1.20})$$

Formes empiriques du coefficient de traînée dans le régime intermédiaire

Pour $0.2 < Re_p < 500$, les effets inertiels ne sont plus négligés et le coefficient de traînée, C_D , n'est pas constant et décroît avec le nombre de Reynolds. Pour ce régime intermédiaire, une solution unique n'existe pas mais plusieurs corrélations sont proposées dans la littérature qui permettent d'estimer le coefficient de traînée d'une sphère et de déduire la vitesse terminale d'une particule pour de grands intervalles de Re_p (voir tableau I.1.2).

Une des meilleures corrélations développées pour exprimer C_D dans les différentes gammes du nombre de Reynolds de la particule est proposée par Clift *et al.* (1978). Elle ne présente que de légères discontinuités aux points de transitions d'un régime d'écoulement à un autre (Peker et Helvacı (2008b)).

Lapple et Shepherd (1940) ont compilé les résultats expérimentaux de plusieurs auteurs et ont proposé la *courbe standard du coefficient de traînée* pour une particule sphérique en fonction du nombre de Reynolds de la particule (figure I.1.5).

Références	Domaines de Re_p	Corrélations
Allen (1900)	$2 < Re_p < 500$	$C_D = \frac{10}{Re_p^{0.5}}$
	$1 < Re_p < 1000$	$C_D = \frac{30}{Re_p^{0.625}}$
Rubey (1933)	$10^{-2} < Re_p < 10^3$	$C_D = \frac{24}{Re_p} + 2$
DallaValle (1948)	$10^{-4} < Re_p < 2$	$C_D = \frac{24}{Re_p}$
	$2 < Re_p < 500$	$C_D = \frac{24.4}{Re_p} + 0.4$
	$500 < Re_p < 10^5$	$C_D = 0.44$
Brauer et Mewes (1972)	$Re_p < 3 \times 10^5$	$C_D = \frac{24}{Re_p} + \frac{4}{Re_p^{0.5}} + 0.4$
Morsi et Alexander (1972)	$0 < Re_p < 0.1$	$C_D = \frac{24}{Re_p}$
	$0.1 < Re_p < 1$	$C_D = \frac{22.73}{Re_p} + \frac{0.0903}{Re_p^2} + 3.690$
	$1 < Re_p < 10$	$C_D = \frac{29.1667}{Re_p} - \frac{3.8889}{Re_p^2} + 1.222$
	$10 < Re_p < 100$	$C_D = \frac{46.50}{Re_p} - \frac{116.67}{Re_p^2} + 0.6167$
	$100 < Re_p < 1000$	$C_D = \frac{98.33}{Re_p} - \frac{2778}{Re_p^2} + 0.3644$
	$1000 < Re_p < 5000$	$C_D = \frac{148.62}{Re_p} - \frac{47500}{Re_p^2} + 0.357$
	$5000 < Re_p < 10000$	$C_D = -\frac{490.546}{Re_p} - \frac{578700}{Re_p^2} + 0.46$
	$10000 < Re_p < 50000$	$C_D = -\frac{1662.5}{Re_p} - \frac{5416700}{Re_p^2} + 0.5191$

Clift <i>et al.</i> (1978)	$Re_p < 0.01$	$C_D = \frac{24}{Re_p} + \frac{3}{16}$
	$0.01 < Re_p \leq 20$	$C_D = \frac{24}{Re_p} (1 + 0.1315 Re_p^{0.82-0.05w}), \quad w = \log_{10} Re_p$
	$20 \leq Re_p \leq 260$	$C_D = \frac{24}{Re_p} (1 + 0.1935 Re_p^{0.6305})$
	$260 \leq Re_p \leq 1500$	$\log_{10} C_D = 1.6435 - 1.1242w + 0.1558w^2$
	$1.5 \times 10^3 \leq Re_p \leq 1.2 \times 10^4$	$\log_{10} C_D = -2.4571 + 2.5558w - 0.9295w^2 + 0.1049w^3$
	$1.2 \times 10^4 < Re_p < 4.4 \times 10^4$	$\log_{10} C_D = -1.9181 + 0.6370w - 0.0636w^2$
	$4.4 \times 10^4 < Re_p \leq 3.38 \times 10^5$	$\log_{10} C_D = -4.3390 + 1.5809w - 0.1546w^2$
	$3.38 \times 10^5 < Re_p \leq 4 \times 10^5$	$C_D = 29.78 - 5.3w$
	$4 \times 10^5 < Re_p \leq 10^6$	$C_D = 0.1w - 0.49$
	$Re_p > 10^6$	$C_D = 0.19 - \frac{8 \times 10^4}{Re_p}$
Haider et Levenspiel (1989)	$Re_p < 2.6 \times 10^5$	$C_D = \frac{24}{Re_p} (1 + 0.1806 Re_p^{0.6459}) + \frac{0.4251}{1 + 6880.95 Re_p^{-1}}$
Brown et Lawler (2003)	$Re_p < 2 \times 10^5$	$C_D = \frac{24}{Re_p} (1 + 0.15 Re_p^{0.681}) + \frac{0.407}{1 + 8710 Re_p^{-1}}$
Ferguson et Church (2004)	$Re_p < 2 \times 10^5$	$C_D = \left(\frac{36\mu}{\sqrt{3(\rho_s - \rho_f)g\rho_f^2 d_p^3}} + \sqrt{0.4} \right)^2$
Cheng (2009)	$Re_p < 2 \times 10^5$	$C_D = \frac{24}{Re_p} (1 + 0.27 Re_p)^{0.681} + 0.407 [1 - \exp(-0.04 Re_p^{0.38})]$

Tableau I.1.2 – Corrélations empiriques exprimant le coefficient de traînée de particules sphériques en fonction de Re_p ou des propriétés de la particule et du fluide.

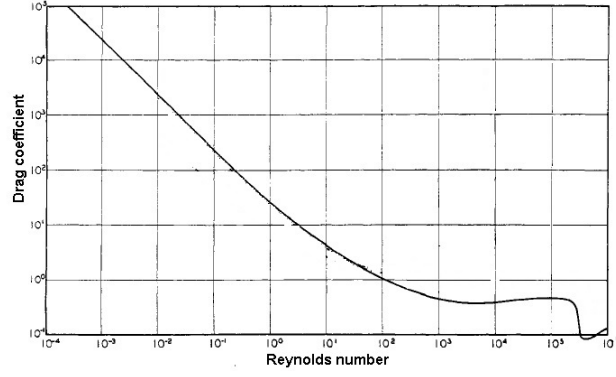


Figure I.1.5 – Courbe standard du coefficient de traînée pour une sphère (Lapple et Shepherd (1940)) (Modifiée).

Corrélations établies pour la détermination de la vitesse terminale

La détermination de la vitesse terminale à partir de l'une des équations proposées dans le tableau I.1.2, $C_D = f(Re_p)$, nécessite une procédure d'essai et erreur puisque U_t est présente dans les deux variables et la relation entre le coefficient de traînée et le nombre de Reynolds est fortement non linéaire (Peker et Helvaci (2008b)). Cette difficulté, cependant, peut être levée par l'introduction de la *vitesse terminale adimensionnelle*, U^* , fonction du diamètre adimensionnel de la particule, d^* (Brown et Lawler (2003)).

$$U^* = U_t \left[\frac{\rho_f^2}{g\mu(\rho_s - \rho_f)} \right]^{1/3} = \left(\frac{4}{3} \frac{Re_p}{C_D} \right)^{1/3} \quad (\text{I.1.21})$$

$$d^* = d_p \left[\frac{g\rho_f(\rho_s - \rho_f)}{\mu^2} \right]^{1/3} = \left(\frac{3}{4} C_D Re_p^2 \right)^{1/3} \quad (\text{I.1.22})$$

d^{*3} correspond au *nombre d'Archimède*, Ar , qui intervient dans l'étude des écoulements polyphasiques, défini par :

$$Ar = d_p^3 \left[\frac{g\rho_f(\rho_s - \rho_f)}{\mu^2} \right] \quad (\text{I.1.23})$$

Ces quantités prennent en compte toutes les variables qui affectent la vitesse de sédimentation et sont directement calculées à partir des propriétés des particules et du fluide. Quelques unes de ces corrélations sont présentées dans le tableau I.1.3 pour $Re_p < 3 \times 10^5$.

Effet des parois sur la vitesse terminale de la particule sphérique

Lorsque le diamètre de la particule se rapproche du diamètre du tube, l'effet de ralentissement des parois (**wall effect**) est quantifié par le *facteur d'effet de parois*, f_w , défini comme le rapport de la vitesse terminale d'une particule dans un milieu fluide fini (U_{tf}) à

Références	Domaines de Re_p	Corrélations
Concha et Almendra (1979a)	$10^{-1} < Re_p < 10^4$	$U^* = \frac{22.58}{d^*}((1 + 0.0798d^{*3/2})^{1/2} - 1)^2$
Zigrang et Sylvester (1981)	$Re_p < 3 \times 10^5$	$U^* = \frac{((14.51 + 1.83d^{*3/2})^{1/2} - 3.81)^2}{d^*}$
Khan et Richardson (1987)	$10^{-2} < Re_p < 3 \times 10^5$	$U^* = \frac{(2.33d^{*0.054} - 1.53d^{*-0.048})^{13.3}}{d^*}$
Turton et Clark (1987)	$Re_p < 2 \times 10^5$	$U^* = \left(\left(\frac{18}{d^{*2}} \right)^{0.824} + \left(\frac{0.321}{d^*} \right)^{0.412} \right)^{-1.214}$
Cheng (1997)	$Re_p < 2 \times 10^5$	$U^* = \frac{(\sqrt{25 + 1.2d^{*2}} - 5)^{1.5}}{d^*}$
Brown et Lawler (2003)	$Re_p < 2 \times 10^5$	$U^* = \frac{d^{*2}(22.5 + d^{*2.046})}{0.0258d^{*4.046} + 2.81d^{*3.046} + 18d^{*2.046} + 405}$

Tableau I.1.3 – Corrélations pour calculer la vitesse terminale adimensionnelle en fonction du diamètre adimensionnel de la particule.

celle dans un fluide infini (U_t).

$$f_w = \frac{U_{tf}}{U_t} \quad (\text{I.1.24})$$

Le facteur d'effet de paroi est une fonction du nombre de Reynolds de la particule et du rapport du diamètre des particules, d_p au diamètre du tube (ou de la conduite), D , défini comme suit :

$$\lambda = d_p/D \quad (\text{I.1.25})$$

Si le rapport λ est supérieur à 1/100, la chute de la particule n'est pas affectée par ce rapport (Richardson *et al.* (2002)). Pour corriger la vitesse de sédimentation de cet effet retardant, des relations existent pour tout type d'écoulement, dont quelques unes sont présentées dans le tableau I.1.4.

La figure I.1.6 présente la dépendance du coefficient de traînée du nombre de Reynolds de la particule pour différentes valeurs de λ . Quand ce dernier augmente, le régime visqueux semble persister jusqu'à des valeurs de plus en plus grandes de Re_p et cela s'accompagne également par une transition assez tardive aux conditions complètement turbulentes (Uhlherr et Chhabra (1995)).

Références	Gammes de Re_p	Gammes de λ	Expressions de f_w
Newton (1687)	$Re_p < 10^4$	$\lambda \leq 0.97$	$(1 - \lambda^2)(1 - 0.5\lambda^2)^{0.5}$
Francis (1933)	$Re_p < 0.2$	$\lambda < 0.9$	$\left[\frac{1 - \lambda}{1 - 0.475\lambda} \right]^4$
Selim <i>et al.</i> (1983)	$10^3 < Re_p < 3 \times 10^3$	$\lambda \leq 0.8$	$1 - \lambda^{1.5}$
Di Felice (1996)	$\forall Re_p$	$\lambda < 1$	$\left(\frac{1 - \lambda}{1 - 0.33\lambda} \right)^\beta$ $\frac{3.3 - \beta}{\beta - 0.85} = 0.1 Re_p$

Tableau I.1.4 – Expressions de f_w pour différents régimes.

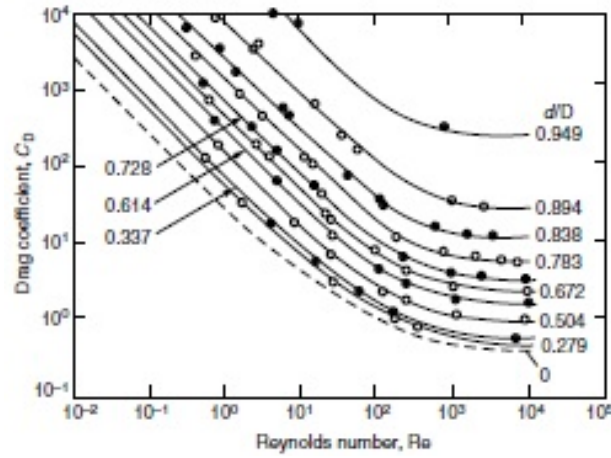


Figure I.1.6 – Effet de λ sur la relation coefficient de traînée-nombre de Reynolds d'une particule sphérique dans un fluide ayant une viscosité constante (Uhlherr et Chhabra (1995)).

I.1.2.3.2 Vitesse de chute d'une particule dans un fluide non newtonien

La nature du fluide influence fortement la vitesse de sédimentation d'une particule solide. Quand une particule de forme quelconque sédimente dans un fluide complexe, i.e, non newtonien (sa viscosité varie avec la vitesse de cisaillement), son coefficient de traînée est fortement influencé par le caractère complexe qu'induit la viscosité autour de la particule en mouvement. La complexité des équations de l'écoulement est considérablement augmentée (en raison de la viscosité de fluide non constante) et une attention plus grande est requise lors de l'interprétation des résultats expérimentaux (Lareo *et al.* (1997)).

Les modèles théoriques expriment généralement la traînée sur une sphère dans un fluide non newtonien en utilisant un facteur de correction de traînée, Y , appliqué à la relation de

Stokes (équation I.1.16) (Lareo *et al.* (1997)) :

$$Y = \frac{F_D}{3\pi\mu'd_p U_r} = \frac{C_D Re_p^g}{24} \quad (\text{I.1.26})$$

Où μ' est évaluée en supposant la vitesse de cisaillement caractéristique autour d'une sphère ($= U_{rel}/d_p$), et Re_p^g est le nombre de Reynolds généralisé de la particule, fonction des paramètres rhéologiques du fluide complexe.

Une importante étude sur le mouvement des particules dans les fluides non newtoniens a été faite par Chhabra (2006a). Le tableau I.1.5 présente quelques travaux menés pour la détermination du coefficient de traînée pour différentes formes régulières de particules dans des fluides non newtoniens présentant un caractère rhéofluidifiant (caractérisés par un *indice d'écoulement*, n).

Toutes ces notions de fluides non-newtoniens sont développées dans le chapitre suivant (chapitre I.2).

Références	Formes étudiées	Gammes de Re_p^g	Gamme de n
Machač <i>et al.</i> (1995)	Sphères	$0.001 < Re_p^g < 1000$	0.349-0.762
Shah <i>et al.</i> (2007)	Sphères	$0.001 < Re_p^g < 1000$	0.281-0.762
Madhav et Chhabra (1994)	Aiguilles, cylindres et prismes	$0.05 < Re_p^g < 150$	0.77-0.965
Nitin et Chhabra (2006)	Disques	$1 \leq Re_p^g \leq 100$	0.4-0.8
Rajitha <i>et al.</i> (2006)	Cylindres et disques	$10^{-5} < Re_p^g < 300$	0.31-0.86
Agarwal et Chhabra (2007)	Cubes	$0.0013 < Re_p^g < 860$	0.61-0.81

Tableau I.1.5 – Travaux menés pour déterminer le coefficient de traînée de particules sphériques et non-sphériques régulières dans des fluides complexes.

I.1.2.3.3 Vitesse terminale d'une particule non sphérique

Les relations du coefficient de traînée et de la vitesse terminale citées dans les sections précédentes sont valables pour des particules parfaitement sphériques et dures, mais très peu de procédés impliquent des particules de forme sphérique. En revanche, les corrélations établies pour des sphères servent de base pour développer des expressions et des corrélations adaptées pour les particules non sphériques. Les résultats expérimentaux montrent que l'écart de la forme sphérique provoque une diminution de la vitesse terminale de la particule dans le même fluide. Cela implique que C_D augmente pour les particules non sphériques.

Comme le montre la figure I.1.7, selon la valeur de la sphéricité des particules (définie précédemment par l'équation I.1.1 (Ψ = Surface d'une sphère ayant le même volume que la particule / Surface de la particule)), la transition du régime de Stokes au régime de Newton se produit à différentes valeurs de Re_p . Plus la particule s'écarte de la forme d'une sphère, plus la traînée agit sur elle, avec un effet plus évident dans le régime de Newton.

Bien que le développement d'une corrélation unique pour toutes les formes et l'orientation de particules non sphériques est très difficile, les corrélations peuvent être améliorées en utilisant différents facteurs de forme.

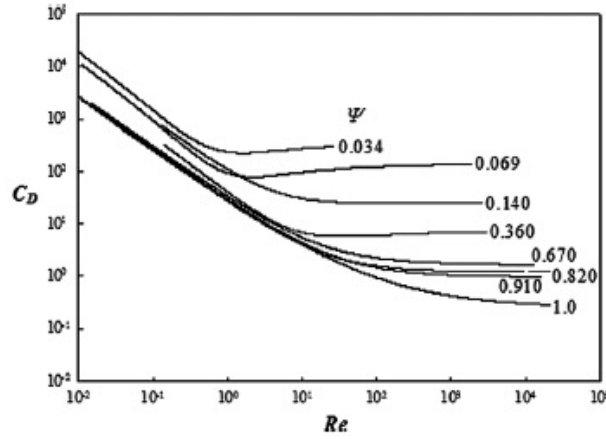


Figure I.1.7 – Coefficient de traînée en fonction du nombre de Reynolds de la particule pour différentes sphéricités (Yow *et al.* (2005)).

Haider et Levenspiel (1989) ont dérivé une relation exprimant la traînée des particules non-sphériques (C_{Dv}) en fonction de Ψ , la sphéricité de la particule et du nombre de Reynolds de la particule, Re_{pv} (basé sur le diamètre volumique équivalent ($= \rho_f U_t d_v / \mu$)). Ils ont mesuré la traînée sur 419 particules isométriques ($\Psi \geq 0.670$, $Re_{pv} < 25000$) et 87 particules en forme de disque ($0.023 \leq \Psi \leq 0.230$, $Re_{pv} < 500$) et ont proposé une relation qui permet de représenter de nombreux résultats expérimentaux :

$$C_{Dv} = \frac{24}{Re_{pv}} \left(1 + (8.1716 \exp(-4.0655\Psi)) Re_{pv}^{(0.0964+0.5565\Psi)} \right) + \frac{73.69 \exp(-5.0748\Psi)}{Re_{pv} + 5.378 \exp(6.2122\Psi)} \quad (I.1.27)$$

La vitesse de chute terminale d'une particule dépend de sa forme et de son orientation. Très peu d'équations explicites ont été rapportées pour prédire la vitesse terminale des particules non sphériques (Lareo *et al.* (1997)). Haider et Levenspiel (1989) ont proposé une corrélation générale pour calculer la vitesse terminale des particules isométriques dans des fluides de viscosité constante pour des sphéricités comprise entre 0.5 et 1 :

$$U^{*'} = \left[\frac{18}{d^{*'}^2} + \frac{(2.3348 - 1.7439\Psi)}{d^{*'}^{0.5}} \right]^{-1} \quad (I.1.28)$$

$$\text{Avec } U^{*'} = \left[\frac{4Re_{pv}}{3C_{Dv}} \right]^{1/3} \text{ et } d^{*'} = \left[\frac{3C_{Dv}Re_{pv}}{4} \right]^{1/3}$$

Le tableau I.1.6 donne quelques travaux sur le calcul du coefficient de traînée pour des formes non-sphériques régulières en fonction du nombre de Reynolds de la particule dans des fluides newtoniens et le tableau I.1.5 dans les fluides non newtoniens.

Références	Formes étudiées	Gammes de Re_{pv}
Yow <i>et al.</i> (2005)	Cubes, disques, cylindres et parallélépipèdes	$10^{-2} - 10^4$
Rajitha <i>et al.</i> (2006)	Cylindres et disques	$10^{-5} - 300$
Agarwal et Chhabra (2007)	Cubes	$1.3 \times 10^{-3} - 860$

Tableau I.1.6 – Quelques travaux sur le calcul du coefficient de traînée de particules non-sphériques régulières dans des fluides newtoniens.

I.1.2.3.4 Régime de sédimentation entravé de suspensions de particules monodisperses

La sédimentation des suspensions monodisperses en régime entravé (introduit dans la section I.1.2.3) et les équations pertinentes disponibles dans la littérature sont présentées dans cette section.

La vitesse de sédimentation d'une particule dans une suspension concentrée est inférieure à sa vitesse de chute terminale dans un fluide et dépend de la fraction volumique de particules, Φ_v , par l'intermédiaire de collisions entre les particules et leur interactions et des interactions hydrodynamiques fluide-particules présentes.

Quand plusieurs particules tombent simultanément, le fluide déplacé va créer un écoulement vers le haut avec une vitesse U_f qui exerce une résistance au mouvement descendant des particules solides et du fluide entraîné avec elles qui réduit considérablement la vitesse de sédimentation des particules, U_s .

Il existe essentiellement trois approches différentes pour décrire la sédimentation entravée (Darby (2001b)) :

- Une première approche consiste à définir un « *facteur de correction* » pour la vitesse de chute d'une particule isolée en fonction de la fraction volumique des particules solides.
- La seconde approche consiste à modifier les propriétés du liquide de suspension, principalement sa masse volumique et/ou sa viscosité pour tenir compte de la présence

des particules dans la suspension, c'est le concept du *pseudo fluide* (Steinour (1944); Richardson et Meikle (1961); Barnea et Mizrahi (1973); Di Felice (1998); Koo (2009)).

- La dernière approche consiste à considérer l'« *essaim* » de particules équivalent à un lit poreux en mouvement, la résistance à l'écoulement à travers le lit est déterminée par un équivalent de l'équation de Kozeny.

Pour de nombreux systèmes, ces approches peuvent toutes donner des résultats comparables, alors que pour d'autres, l'une de ces approches peut être meilleure que les autres. Nous discutons seulement des deux premières approches qui sont les plus utilisées.

I.1.2.3.4.1 Introduction d'un facteur correctif à la vitesse de chute

La sédimentation des suspensions monodisperses implique des sphères de taille à peu près uniforme et possédant les mêmes caractéristiques physiques. La vitesse de sédimentation des particules est définie en fonction de la fraction volumique et du régime d'écoulement, caractérisé par le nombre de Reynolds de la particule :

$$\frac{U_s}{U_t} = f(\Phi_v, Re_p) \quad (\text{I.1.29})$$

L'introduction d'un facteur de correction peut être défini comme une *fonction de sédimentation entravée*, fonction de la fraction volumique des particules, $h(\Phi_v)$. Cette fonction est le rapport entre deux vitesses, la vitesse de sédimentation de la suspension de particules, U_s et la vitesse terminale d'une particule isolée, U_t , de la même espèce.

Cas de suspensions diluées

Pour $\Phi_v < 0.01$, Batchelor (1972) donne analytiquement la vitesse de sédimentation de particules sphériques, basée sur une distribution aléatoire de particules autour d'une sphère de référence et qui tient compte des interactions hydrodynamiques entre paires de particules :

$$U_s = U_t(1 - N\Phi_v) \quad (\text{I.1.30})$$

Pour des suspensions de particules dures monodisperses et parfaitement sphériques, $N=6.55$, valeur appuyée par Al-Naafá et Selim (1992) pour une fraction volumique inférieure à 0.03.

Di Felice (1999) a proposé une relation empirique pour calculer N , pour $\Phi_v < 0.05$ et $0.01 < Re_p < 1000$:

$$\frac{6.5 - N}{N - 3} = 0.1 Re_p^{0.74} \quad (\text{I.1.31})$$

Cas de suspensions concentrées

Les premières expressions développées eurent la forme de l'équation de Lewis *et al.* (1949), développée pour des lits fluidisés :

$$\frac{d \log U_s}{d \log \epsilon} = N = \text{constante} \quad (\text{I.1.32})$$

ϵ est la porosité de la suspension ($=1-\Phi_v$). L'équation de Richardson et Zaki (1954) a été formulée pour prédire l'expansion d'un lit fluidisé liquide, elle a autant de succès dans la représentation des données de la sédimentation entravée :

$$\frac{U_s}{U_t} = \epsilon^N = (1 - \Phi_v)^N \quad (\text{I.1.33})$$

La relation de Richardson et Zaki (1954) possède une forme simple, l'influence complexe des caractéristiques physiques du fluide et de particules, des forces d'interaction fluide-particules est condensée en seulement deux paramètres.

Qualitativement, la vitesse de sédimentation est une fonction décroissante monotone de Φ_v et qui ne dépasse pas la vitesse terminale d'une seule particule, U_t , quelle que soit la fraction volumique du solide. L'exposant N est une fonction du nombre de Reynolds de la particule et du rapport λ (ce dernier est défini par la relation I.1.25).

Garside et Al-Dibouni (1977) ont utilisé une approche différente de celle de Richardson et Zaki (1954) pour développer leur relation. Ils ont remarqué que les données expérimentales de vitesses de sédimentation en fonction de la fraction volumique prennent une forme «logistique» et ont développé leur modèle empirique en se basant sur cette observation. Cette relation est donnée dans le tableau I.1.7.

Les corrélations de Richardson et Zaki (1954) et Garside et Al-Dibouni (1977) sont connues pour permettre une prédiction satisfaisante des données expérimentales de vitesse de sédimentation de suspensions monodisperses et sont largement utilisées.

I.1.2.3.4.2 Concept de pseudo-fluide

L'autre approche comptant l'effet multiparticulaire est de modifier l'équation de Stokes (équation I.1.18) pour calculer la vitesse de sédimentation des suspensions, $U_{s(PS)}$, en remplaçant la viscosité du liquide par la viscosité effective de la suspension, η , et/ou la masse volumique du liquide par la masse volumique de la suspension ρ_{sus} :

$$U_{s(PS)} = \frac{(\rho_s - \rho_{sus})gd_p^2}{18\eta} \quad (\text{I.1.34})$$

Références	Gammes de Re_p et Φ_v	Corrélations $(U_R = U_r/U_t)$ (U_r est définie par la relation I.1.45)
Steinour (1944)	$Re_p < 0.2, \Phi_v \geq 0.15$	$U_R = (1 - \Phi_v) \exp(-4.19\Phi_v)$
Lewis <i>et al.</i> (1949)	$1.1 < Re_p < 26$	$U_R = (1 - \Phi_v)^{3.65}$
Richardson et Zaki (1954)	$0.2 \leq Re_p < 500$	$U_R = (1 - \Phi)^{N-1}$ (voir tableau I.1.8 pour les valeurs de N)
Happel (1958)	$Re_p < 0.2$	$U_R = \frac{1}{1 - \Phi_v} \left(\frac{3 - \frac{9\Phi_v^{1/3}}{2} + \frac{9\Phi_v^{5/3}}{2} - 3\Phi_v^3}{3 + 2\Phi_v^{5/3}} \right)$
Thomas (1963)	$\Phi_v < 0.025$	$U_R = \frac{1}{(1 - \Phi_v)} \exp(-5.9\Phi_v)$
Barnea et Mizrahi (1973)	$10^{-3} < Re_p < 3 \times 10^4$	$C_{D\Phi} = \left(0.63 + \frac{4.8}{\sqrt{Re_p\Phi}} \right)^2$
Letan (1974)	$1.5 < Re_p < 2200$	$U_R = \frac{(1 + 0.1Re_p^{0.687})(1 - \phi)^{3.5}}{1 + 0.15(Re_p U_R)^{0.687}(1 - \phi)^{1.72}}$
Garside et Al-Dibouni (1977)	$10^{-3} \leq Re_p \leq 3 \times 10^4$ $0.05 \leq \Phi_v \leq 0.60$	$\frac{U_R - A}{B - U_R} = 0.06Re_p^{(1-\Phi_v)+0.2}$ $A = (1 - \Phi_v)^{4.14}$ $B = 0.8(1 - \Phi_v)^{1.28} \quad \text{pour } \Phi_v > 0.15$ $B = (1 - \Phi_v)^{2.65} \quad \text{pour } \Phi_v < 0.15$

	$10^{-3} < Re_p < 10^4$	$U_r = Q_c \frac{20.52}{d_p^*} f_1(\Phi_v) [(1 + 0.0921 d_p^{*3/2} f_2(\Phi_v))^{1/2} - 1]^2$
Concha et Almendra (1979b)	$0.01 < \Phi_v < 0.585$	$d_p^* = \frac{d_p}{P_c}$
	$P_c = \left(\frac{3}{4} \frac{\mu^2}{(\rho_s - \rho_f) \rho_f g} \right)^{1/3}$	$f_1(\Phi_v) = \frac{(1 - \Phi_v)^2 (1 + 0.75 \Phi_v^{1/3})}{(1 - \Phi_v + 1.2 \Phi_v^{2/3})^{3/2} (1 - 1.45 \Phi_v)^{1.83}}$
	$Q_c = \left(\frac{4}{3} \frac{(\rho_s - \rho_f) \mu g}{\rho_f^2} \right)^{1/3}$	$f_2(\Phi_v) = \frac{(1 - \Phi_v + 1.2 \Phi_v^{2/3})^{3/4} (1 - 1.45 \Phi_v)^{1.83}}{(1 - \Phi_v) (1 + 0.75 \Phi_v^{1/3})}$
Abu-Ali (1997)	$150 < Re_p < 2200$	$U_R = (1 - \Phi_v)^{N-1} (1 - \Phi_v)^{0.2}$
	$0.05 < \Phi_v < 0.5$	N est calculé à partir des expressions de Garside et Al-Dibouni (1977) [†]

Tableau I.1.7 – Corrélations de vitesse de sédimentation de suspensions monodisperses en fonction de la fraction volumique solide des particules.

[†]. Voir tableau I.1.8.

Les collisions fréquentes entre les particules dans les suspensions concentrées peuvent apparaître en effet comme une augmentation de la viscosité du milieu de mise en suspension. La viscosité de la suspension est une fonction de la fraction volumique de particules donnée par diverses corrélations (voir tableau I.2.1, chapitre suivant). Les expressions de Robinson (1926) et de Steinour (1944) ont supposé que la force de flottabilité agissant sur les particules est déterminée par la masse volumique de la suspension plutôt que celle du liquide.

Barnea et Mizrahi (1973) ont développé une relation semi-empirique unique basée sur l'extension des définitions du nombre de Reynolds et du coefficient de traînée pour tenir compte de la concentration des particules pour tous les régimes d'écoulement. La viscosité de la suspension et la vitesse relative ont été utilisées pour obtenir le nombre de Reynolds modifié (exprimé en termes de la viscosité de la suspension et de la vitesse relative) :

$$Re_{p\Phi} = \frac{\rho_f U_{rel} d_p}{\eta} = Re_p \left(\frac{U_{rel}/U_t}{\exp[5\Phi_v/3(1-\Phi_v)]} \right) \quad (\text{I.1.35})$$

Le coefficient de traînée modifié est défini comme :

$$C_{D\Phi} = \left(\frac{4d_p(\rho_s - \rho_f)g}{3\mu U_t^2} \right) \left(\frac{1 - \Phi_v}{1 + \Phi_v^{1/3}} \right) = C_D \left(\frac{U_{rel}}{U_t} \right)^2 \left(\frac{1 - \Phi_v}{1 + \Phi_v^{1/3}} \right) \quad (\text{I.1.36})$$

La relation entre $Re_{p\Phi}$ et $C_{D\Phi}$ est ainsi :

$$C_{D\Phi} = \left(0.63 + \frac{4.8}{\sqrt{Re_{p\Phi}}} \right)^2 \quad (\text{I.1.37})$$

Le calcul de la vitesse terminale U_t par la loi de Stokes permet de déterminer le coefficient de traînée modifié avec l'équation I.1.36. Le nombre de Reynolds modifié est calculé à partir de la relation I.1.37 et la vitesse relative est ainsi déduite de l'équation I.1.35.

Abu-Ali (1997) a comparé les résultats obtenus par son modèle et 4 autres modèles (Richardson et Zaki (1954); Letan (1974); Garside et Al-Dibouni (1977); Concha et Almendra (1979b)) donnés dans le tableau I.1.7 pour une suspension composée de particules de verre, de diamètre égal à 2505 μm et de masse volumique de 2515 kg/m^3 dans l'eau (voir figure I.1.8).

Les modèles de Richardson et Zaki (1954) et de Letan (1974) prédisent des valeurs élevées de vitesse réduite pour les suspensions monodisperses au nombre de Reynolds de particules intermédiaire. Cependant, les modèles de Garside et Al-Dibouni (1977) et de Abu-Ali (1997) donnent de bons résultats pour ce système diphasique et se complètent dans la gamme $0.2 < Re_p < 2200$.

L'ensemble des relations citées ci-dessus sont données dans le tableau I.1.7.

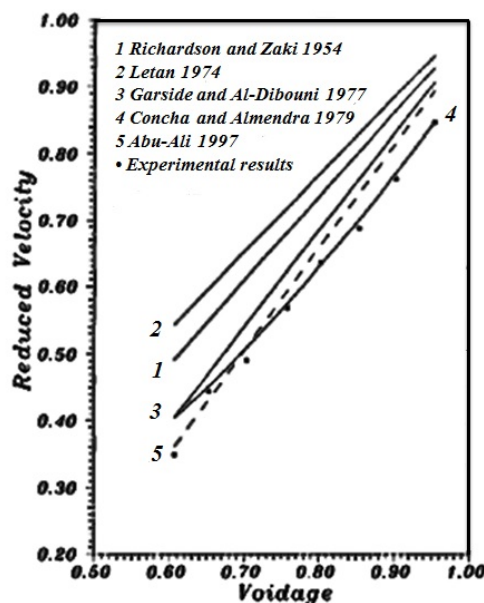


Figure I.1.8 – Comparaison de la prédiction de différents modèles avec les résultats expérimentaux pour une suspension uniforme de particules de verre, $Re_p=868$ (Abu-Ali (1997))(Modifiée).

I.1.2.3.5 Sédimentation de suspensions de particules polydisperses

La sédimentation de suspensions de particules polydisperses, soit de taille (ou de masse volumique) non uniforme, nécessite une définition distincte de la fraction volumique de chaque espèce composant la phase solide de la suspension. La sédimentation de ces particules peut être décrite en supposant K_s nombre d'espèces de particules sphériques.

Le comportement des suspensions concentrées pendant la sédimentation et les forces interparticulaires sont généralement analysées avec la théorie de Kynch, selon laquelle la vitesse sédimentation est évaluée en multipliant la vitesse de Stokes des particules, $U_{t,i}$ par les fonctions de sédimentation entravée, $h_i(\Phi_v)$. La vitesse de sédimentation des particules solides peut alors être écrite sous la forme (Peker et Helvacı (2008b)) :

$$U_{s,i} = U_{t,i} h_i(\Phi_v) \quad (\text{I.1.38})$$

Batchelor (1982) a étendu son travail sur les suspensions diluées pour couvrir des suspensions polydisperses homogènes contenant des particules de différentes tailles et masses volumiques. Cette théorie a été vérifiée pour la sédimentation de suspensions bidisperses de sphères submicroniques par Al-Naafá et Selim (1992) et pour des suspensions bidisperses et tridisperses non colloïdales par Davis et Birdsell (1988) pour une fraction volumique totale inférieure à 0.1.

Pour des suspensions polydisperses concentrées, les vitesses de sédimentation des grosses

particules sont plus faibles, comparées à leurs vitesses dans des suspensions monodisperses à la même fraction de particules solides et les interactions interparticulaires ne peuvent pas être négligées. Des modèles analytiques (Smith (1965, 1966)), semi-empiriques (Lockett et Al-Habbooby (1973, 1974), Mirza et Richardson (1979), Masliyah (1979), Selim *et al.* (1983), Patwardhan et Tien (1985)) et empiriques (Doheim *et al.* (1997)) ont été proposés pour prédire la vitesse de sédimentation des suspensions concentrées polydisperses en fonction de la fraction volumique des particules solides.

Une discussion complète et une comparaison d'une large sélection de modèles a été présentée par Zeidan *et al.* (2003) et a conclu que deux modèles offrent la meilleure prédiction, qui sont la corrélation de Richardson et Zaki (1954) couplée au modèle de Masliyah (1979) et la corrélation de Garside et Al-Dibouni (1977) couplée au modèle de Selim *et al.* (1983).

Estimation du paramètre N

La variation du paramètre N (relation I.1.32) a été dérivée par Richardson et Zaki (1954) à partir d'expériences pour tous les régimes d'écoulement et en fonction de λ ($\lambda = d_p/D$). D'autres auteurs ont proposé une seule équation reliant N soit à Re_p (Garside et Al-Dibouni (1977), Rowe (1987)) ou au nombre d'Archimède, Ar (Khan et Richardson (1989)). L'avantage de ce dernier est que, contrairement à Re_p , il peut être calculé directement si les propriétés des particules et du liquide sont connues. Ces deux nombres sont liés par la relation :

$$Ar = \frac{3}{4} C_D Re_p^2 \quad (\text{I.1.39})$$

La limite supérieure de N dans le régime de Stokes ($Re_p < 0.2$ et $Ar < 4$), se situe entre 4.6 et 5.1, tandis que la limite inférieure dans la région de Newton ($Re_p > 500$ et $Ar > 85.000$), se situe entre 2.3 et 2.7. Ces relations sont présentées dans le tableau I.1.8.

I.1.2.4 Théorie de la sédimentation de suspensions idéales

Considérons la sédimentation par gravité d'une suspension de particules solides dans un liquide contenu dans un récipient, la direction de la force de gravité prise comme la direction positive. Une suspension est dite *idéale* et peut être ainsi considérée comme une superposition de deux milieux continus si elle satisfait les conditions suivantes (Kothari (1981); Bustos *et al.* (1999a)) :

1. Toutes les particules solides sont de même taille, forme et masse volumique et sont

Références	Gammes de Re_p ou de Ar	Expressions
Richardson et Zaki (1954)	$Re_p \leq 0.2$	$N = 4.65 + 19.5\lambda$
	$0.2 < Re_p < 1$	$N = (4.35 + 17.5\lambda)Re_p^{-0.03}$
	$1 < Re_p < 200$	$N = (4.45 + 18\lambda)Re_p^{-0.1}$
	$200 < Re_p < 500$	$N = 4.45Re_p^{-0.1}$
	$Re_p < 500$	$N = 2.39$
Garside et Al-Dibouni (1977)	$10^{-3} \leq Re_p \leq 3 \times 10^4$	$\frac{5.1 - N}{N - 2.7} = 0.1Re_p^{0.9}$
Rowe (1987)	$0.001 < Re_p < 1000$	$\frac{4.70 - N}{N - 2.35} = 0.175Re_p^{0.75}$
Khan et Richardson (1989)	$10^{-2} < Ar < 10^{10}$	$\frac{4.8 - N}{N - 2.4} = 0.043Ar^{0.57} (1 - 1.24\lambda^{0.27})$

Tableau I.1.8 – Expressions empiriques permettant de calculer le paramètre N.

de petites tailles par rapport au récipient de section constante dans lequel elles sont contenues.

2. Le solide et le liquide sont incompressibles.
3. Il n'a pas de transfert de masse entre le solide et le liquide et absence de réaction ou de dissolution.
4. La vitesse relative solide-liquide dans le mélange est une fonction de la fraction volumique du solide uniquement.

Les deux milieux continus sont régis par les équations aux dérivées partielles de la mécanique des milieux continus. Les matériaux sont séparés par une interface, supposée une surface (Drew (1982)). La fraction volumique Φ_v de la suspension est en général une fonction des variables de l'espace et du temps.

L'équation de la conservation de la masse pour un écoulement diphasique de fluide et de particules solides en fonction de la hauteur z , est la suivante (Bürger (2000)) :

Pour la phase dispersée :

$$\frac{\partial \Phi_v}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial z}(\Phi_v U_s) = 0 \quad (\text{I.1.40})$$

Pour la phase continue :

$$\frac{\partial(1 - \Phi_v)}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial z}((1 - \Phi_v)U_f) = 0 \quad (\text{I.1.41})$$

U_s et U_f sont les vitesses de la phase solide et de la phase fluide dans la suspension, respectivement. La somme des équations I.1.40 et I.1.41 donne l'équation de continuité de la suspension :

$$\frac{\partial}{\partial z}(\Phi_v U_s + (1 - \Phi_v)U_f) = 0 \quad (\text{I.1.42})$$

Le terme $\Phi_v U_s + (1 - \Phi_v)U_f$ est la vitesse moyenne en volume de la suspension. Pour la sédimentation, il est égal à zéro, par conséquent l'équation I.1.42 donne :

$$\Phi_v U_s = (1 - \Phi_v)U_f \quad (\text{I.1.43})$$

Cette dernière relation traduit l'égalité des débits du solide et du fluide déplacés lors de la sédimentation à tout instant. L'expression de la vitesse de la phase fluide est donc :

$$U_f = \frac{\Phi_v}{1 - \Phi_v} U_s = \frac{\Phi_v}{\epsilon} U_s \quad (\text{I.1.44})$$

La vitesse relative entre les phases solide et liquide de la suspension, U_r est alors :

$$U_r = U_s + U_f = \frac{U_s}{\epsilon} \quad (\text{I.1.45})$$

Durant la sédimentation, la traînée des particules est régie par la vitesse relative de la particule par rapport au fluide et non par la vitesse de la particule (Kothari (1981)). Dans la littérature, les densités de flux des phases dispersée et continue, sont souvent désignées par les vitesses superficielles U_d et U_c , respectivement (soit le volume net de particules solides ou de fluide traversant un plan horizontal par unité de surface et par unité de temps), reliées aux vitesses moyennes des phases par (Zuber (1964); Barnea et Mizrahi (1973)) :

$$U_d = \frac{Q_d}{A_{ST}} = \Phi_v U_s \quad U_c = \frac{Q_c}{A_{ST}} = (1 - \Phi_v)U_f \quad (\text{I.1.46})$$

Q_d et Q_c , sont les débits volumiques des phases solide et fluide, respectivement et A_{ST} est l'aire de la section transversale du tube. La vitesse relative définie en fonction des vitesses superficielles est donc :

$$U_r = \frac{U_d}{\Phi_v} + \frac{U_c}{1 - \Phi_v} \quad (\text{I.1.47})$$

I.1.2.5 Comportement dynamique d'une suspension dans une colonne de sédimentation

La sédimentation d'une suspension est communément évaluée par un essai en colonne verticale placée sur un support stable. En général, une interface assez nette séparant le liquide clarifié de la suspension initiale apparaît au bout d'un certain temps et au fond de la colonne, un dépôt de particules s'accumule progressivement. La descente de l'interface suspension/liquide, ou la croissance du sédiment est relevée en fonction du temps.

L'opération de sédimentation met en œuvre un transfert de quantité de mouvement permettant la séparation des phases (Branger *et al.* (2007), Koller (2010)), induisant un gradient de concentration le long de la colonne. Sur la figure I.1.9, une courbe de sédimentation typique d'une suspension de fraction volumique et de taille uniforme à partir d'une hauteur initiale H_0 est représentée (Tiller et Khatib (1984), Font *et al.* (1994)).

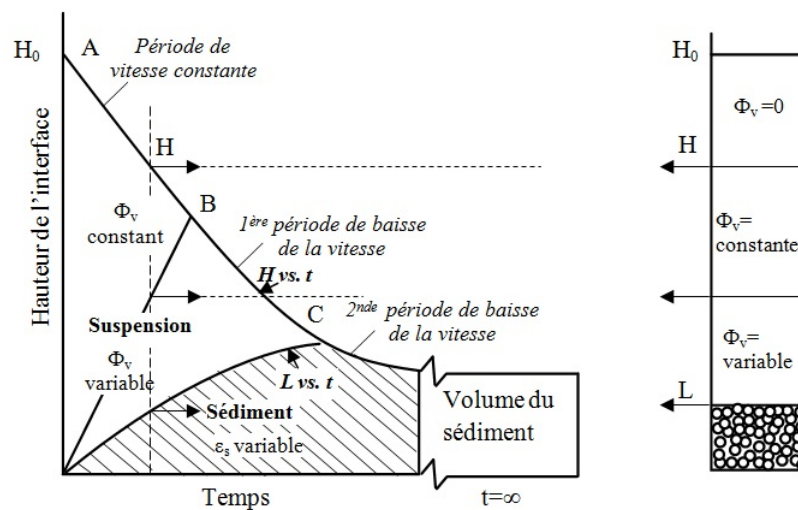


Figure I.1.9 – Forme générale d'une courbe de sédimentation d'une suspension de particules.

Au début de l'essai, la fraction volumique du solide est approximativement uniforme sur toute la hauteur de la colonne. Les particules solides se déposent avec une interface nette, représentée par la courbe hauteur versus temps (H versus t). Au cours de la progression de l'essai, des zones différentes apparaissent, de bas en haut :

- Le *sédiment*, riche en solide déposé qui s'accumule.
- Une *zone de composition variable*, dans laquelle la fraction volumique augmente progressivement et elle est intermédiaire entre celle du sédiment et celle de la suspension

initiale.

- Une troisième zone de même fraction volumique du solide que la suspension initiale, zone de *composition constante*.
- Le liquide clair.

L'épaisseur des zones extrêmes (sédiment et liquide clair) augmentent avec le temps. Trois régions de vitesses différentes sont identifiées dans la suspension qui sédimente (figure I.1.9) :

- *Zone de vitesse constante* (AB) : caractérisée par un tronçon rectiligne, où la suspension maintient sa fraction volumique initiale et les particules tombent à une vitesse pratiquement constante et sont déposées en continu au fond de la colonne.
- *Première période de baisse de la vitesse* (BC) : la suspension possède une fraction volumique variable (la concentration augmente lorsque la distance à partir de la couche du sédiment diminue) et la vitesse des particules diminue à l'approche du fond. Simultanément, l'épaisseur du sédiment augmente à partir du bas comme le montre la courbe L en fonction de t. L'interface suspension/liquide rencontre le sédiment croissant au point C.
- *Seconde période de baisse de la vitesse* (à partir du point C) : elle correspond à la disparition de couches de transition, elle se fait uniquement par l'écoulement et l'expulsion du liquide emprisonné dans le sédiment. Ce dernier se consolide progressivement en raison du poids des particules solides accumulées. Le point C est connu comme le *point de compression*. Après la compression, la sédimentation est terminée.

Estimation de la vitesse de sédimentation de la suspension

La vitesse de sédimentation est représentée à tout moment par la tangente à la courbe au point d'abscisse t :

$$U_s = \left(\frac{dH}{dt} \right) = \frac{H_0 - H}{\Delta t} \quad (\text{I.1.48})$$

I.1.2.6 Facteurs influençant la sédimentation des suspensions de particules

Prédire le comportement de sédimentation de suspensions dans les systèmes réels est assez compliqué parce que de nombreux facteurs sont impliqués dans le processus. Les facteurs qui

affectent la sédimentation d'une particule isolée discutés plus haut (forme, nature de fluide, effet de parois, la différence de masses volumiques entre les deux phases et la viscosité du fluide (généralement sensibles aux variations de la température)) affectent aussi la sédimentation des suspensions de particules solides. D'autres paramètres interviennent et impactent la vitesse de sédimentation et la structure du sédiment final, comme la fraction volumique des particules, leur orientation et les propriétés de surface des particules.

La vitesse de sédimentation peut aussi dépendre, dans une certaine mesure, de la taille et de la forme du récipient contenant la suspension (effet de paroi, section I.1.2.3.1) mais s'il est grand, l'influence peut être négligée. Cependant, si les parois de l'enceinte sont inclinées, l'effet sur le processus de sédimentation peuvent être considérables avec une vitesse de sédimentation accélérée comme représentée sur la figure I.1.10.

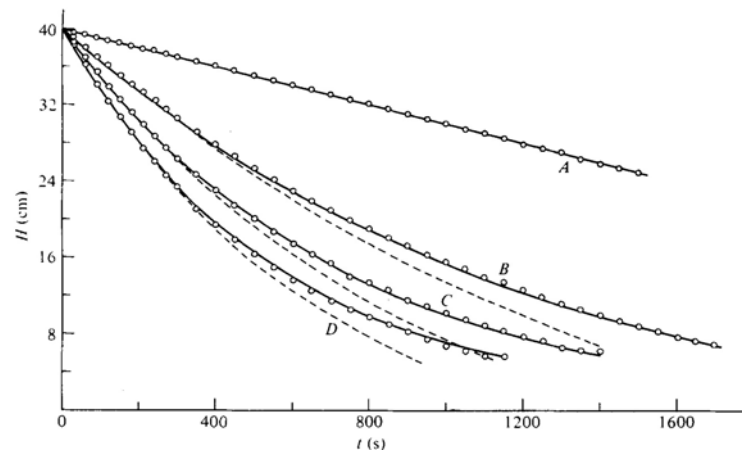


Figure I.1.10 – Hauteur de l'interface suspension/liquide en fonction du temps, pour une suspension de particules monodisperses de verre, $d_p = 137 \mu m$, $\Phi_v = 0.10$, $H_0 = 40$ cm pour différents angles d'inclinaison α : A, $\alpha = 0^\circ$; B, $\alpha = 20^\circ$; C, $\alpha = 35^\circ$; D, $\alpha = 50^\circ$. Le liquide de suspension consiste en un mélange d'huile UCONTM et de terphényle hydrogéné, de masse volumique égale à 992 kg/m^3 et de viscosité égale à 0.667 Poise à 21.6°C (Acrivos et Herbolzheimer (1979)).

En régime continu, les facteurs supplémentaires qui peuvent affecter la sédimentation des suspensions sont le temps de séjour dans le décanteur et ses caractéristiques.

I.1.2.7 Généralités sur l'hématite

Ce paragraphe présente quelques généralités sur l'hématite, l'oxyde de fer utilisé dans cette étude.

Le fer, Fe , du latin *ferrum*, numéro atomique 26, est le quatrième élément le plus abondant de la croûte terrestre, en termes de masse, dépassé par l'aluminium, le silicium et l'oxygène. C'est le métal le moins coûteux et le plus utile au monde (Kirk *et al.* (1995)).

Le fer ne se trouve pas à l'état pur, il est combiné avec d'autres éléments et intimement mêlé à une gangue (Landowski et Lemoine (2012)). Il présente généralement des valences de +2 et +3 et se combine facilement avec l'oxygène et le soufre (Kirk *et al.* (1995)). Le fer pur est très réactif chimiquement et se corrode rapidement, en particulier au contact de l'air humide ou à des températures élevées (Lide (2004)).

I.1.2.7.1 Minerais et oxydes de fer

Les minéraux qui renferment du fer sont nombreux (plus de 300 minéraux) et sont présents dans la plupart des sols et des roches. Cependant, seuls quelques minéraux sont des sources importantes de fer et donc appelés *minerais*. Les principaux minerais sources de fer sont répertoriés dans le tableau I.1.9. L'hématite est le minerai de fer le plus abondant, suivi de la magnétite, de la goethite, de la sidérite, de l'ilménite et de la pyrite (Kirk *et al.* (1995); Yellishetty *et al.* (2010)).

Paramètres	Minéraux					
	Hématite	Magnétite	Goethite	Sidérite	Ilménite	Pyrite
	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	Fe_3O_4	FeO_2H	FeCO_3	FeTiO_3	FeS_2
Numéro CAS	[1309-37-1]	[1309-38-2]	[1310-14-1]	[14476-16-5]	[12168-52-4]	[1309-36-0]
Couleur	Gris acier au rouge	Gris foncé au noir	Jaune ou marron à noir	Blanc à gris verdâtre à noir	Noir	Jaune
Densité	5.26	5.18	3.3 - 4.3	3.83 - 3.88	4.72	4.95 - 5.10
Dureté	6.5	6	5 - 5.5	3.5 - 4	5 - 6	6 - 6.5
% de fer	69.94	72.36	62.85	48.20	36.80	46.53

Tableau I.1.9 – Liste des principaux minerais de fer (Kirk *et al.* (1995)).

Les oxydes de fer sont des composés communs et répandus dans la nature et facilement synthétisés en laboratoire. Il y a 16 oxydes de fer (tableau I.1.10). Ces composés sont soit des oxydes, des hydroxydes ou des oxy-hydroxydes. Seuls le $\text{Fe}(\text{OH})_2$ et le Fe_3O_4 contiennent le fer divalent, Fe^{II} et dans les autres oxydes, le fer est trivalent, Fe^{III} (Cornell et Schwertmann (2006a)).

L'existence d'une phase amorphe de Fe_2O_3 et de quatre polymorphes (α , β , γ et ϵ) est bien établie. Le polymorphe le plus fréquent est le $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, l'hématite (Chirita *et al.* (2009)).

Oxydes		Oxy-hydroxydes		Hydroxydes	
$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	Hématite	$\alpha\text{-FeOOH}$	Goethite	$\text{Fe}(\text{OH})_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	Bernalite
$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	Maghémite	$\gamma\text{-FeOOH}$	Lépidocrocite	$\text{Fe}(\text{OH})_2$	
$\beta\text{-Fe}_2\text{O}_3$		$\beta\text{-FeOOH}$	Akaganéite		
$\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$		$\text{Fe}_{16}\text{O}_{16}(\text{OH})_y(\text{SO}_4)_z \cdot n\text{H}_2\text{O}$	Schwertmannite		
Fe_3O_4	Magnétite	$\delta\text{-FeOOH}$			
FeO	Wustite	$\delta'\text{-FeOOH}$	Feroxyhyte		
		$\text{Fe}_5\text{HO}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	Ferrihydrite		
		FeOOH à haute pression			
		$\text{Fe}_x^{\text{III}}\text{Fe}_y^{\text{II}}(\text{OH})_{3x+2y-z}(\text{A}^-)_z^{\ddagger}$	Fougerite		

Tableau I.1.10 – Liste des oxydes de fer (Cornell et Schwertmann (2006a)).

I.1.2.7.2 Quelques propriétés de l'hématite

Du grec *haïmatitês*, pierre de sang, l'hématite, $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ est le plus ancien oxyde de fer connu et est répandue dans les roches et les sols. Elle est rouge quand elle est finement divisée et noire ou grise à l'état de cristaux grossiers (figure I.1.11). Elle est extrêmement stable dans les conditions normales et est souvent le produit final de la transformation d'autres oxydes de fer (Cornell et Schwertmann (2006a); Teja et Koh (2009); Foucault et Raoult (2010); Foucault et Farges (2013)).

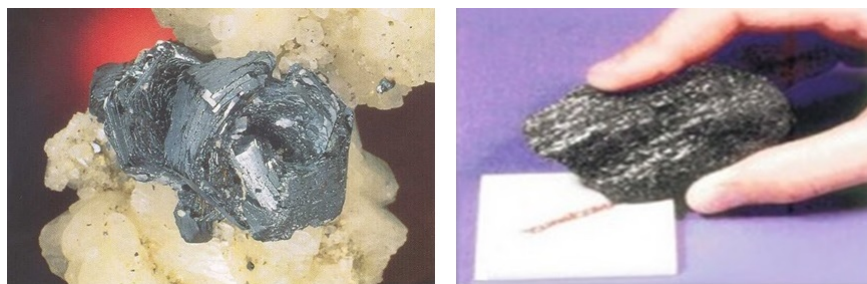


Figure I.1.11 – Rose de fer, en hématite, extraite près de Saint Gotthard, Suisse (À droite). Ces roses sont épaisses et peuvent atteindre 100 mm de diamètre (Korbel et Novák (1999); Asselborn *et al.* (2006)). À gauche : L'hématite peut être noire ou rouge, mais laisse toujours une strie rougeâtre lorsqu'elle est grattée le long d'une plaque en céramique (Basavaiah (2012)).

L'hématite possède une structure cristallographique de type corindon ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) (figure I.1.12), décrite dans le système hexagonal ou rhomboédrique.

$\ddagger$. $\text{A}^- = \text{Cl}^-$ ou 0.5SO_4^{-2}

Dans le système hexagonal, les anions (O^{2-}) sont arrangés selon un assemblage hexagonal compact et les cations (Fe^{3+}) occupent 2/3 des sites octaédriques (Cornell et Schwertmann (2006a,b); Siemes *et al.* (2008); Teja et Koh (2009)). Les paramètres de la maille dans les systèmes hexagonal et rhomboédrique sont présentés dans le tableau I.1.11.

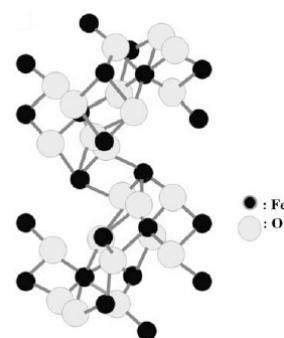


Figure I.1.12 – Structure cristalline de l'hématite.

Propriétés	Valeurs	Références
Couleur	Noir au rouge	Foucault et Farges (2013)
Masse volumique (kg/m^3)	5260	Teja et Koh (2009)
Point de fusion ($^{\circ}C$)	1350	Cornell et Schwertmann (2006a)
	1565	Goodenough <i>et al.</i> (1984)
Dureté	6.5	Kirk <i>et al.</i> (1995)
Enthalpie libre de formation à 298 K (kJ/mol)	-742.7	Cornell et Schwertmann (2006a)
Chaleur de décomposition (kJ/mol)	461.4	Cornell et Schwertmann (2006a)
Taille de la maille (Système hexagonal) (nm)	$a_{hex} = 0.5034$	Finger et Hazen (1980)
	$c_{hex} = 1.375$	Stucki <i>et al.</i> (2012)
Taille de la maille (Système rhomboédrique) (nm)	$a_{rh} = 0.5427$	Goodenough <i>et al.</i> (1984)
	$\alpha_{rh} = 55.3^{\circ}$	Stucki <i>et al.</i> (2012)
Température de Curie (K)	956	Teja et Koh (2009)
	948	Martinez <i>et al.</i> (2009)
Température de Morin (K)	260	Martinez <i>et al.</i> (2009)

Tableau I.1.11 – Quelques propriétés de l'hématite.

Bien que l'hématite renferme l'ion Fe^{3+} , elle n'est que très faiblement magnétique car l'arrangement des atomes dans la maille cristalline se traduit par une alternance de couches portant des moments magnétiques de sens à peu près opposés (Cordier et Leroux (2008)). L'hématite est paramagnétique à des températures supérieures à sa température de Curie, égale à 956 K et antiferromagnétique à 260 K, sa température de Morin. Entre ces deux

températures, elle est faiblement ferromagnétique (Chirita *et al.* (2009); Martinez *et al.* (2009); Teja et Koh (2009)). L'aimantation spontanée de l'hématite est d'environ 0.2 emu/g, soit moins de 1/200 de celle de la magnétite. Par conséquent, les particules d'hématite peuvent être dispersées dans une solution aqueuse sans être fortement agrégées (Ozaki (2004)). Les principales caractéristiques de l'hématite sont présentées dans le tableau I.1.11.

L'hématite est aussi un mauvais matériau conducteur et uniquement les impuretés métalliques (Cu, Mg, Ni) qu'elle peut contenir peut la rendre conductrice. Des résistivités électriques importantes allant de 1 à plus de 100 ohm.m, ont été reportées avec une certaine variation entre différents spécimens naturels (Basavaiah (2012); Shuey (2012)).

I.1.3 Partie expérimentale

Cette section présente le dispositif et la procédure expérimentale suivie pour l'étude de la sédimentation des suspensions d'hématite.

I.1.3.1 Suspensions

Les suspensions utilisées sont composées de particules d'hématite et de solutions aqueuses de soude. À partir d'une fraction volumique du solide souhaitée, la fraction massique est déduite par la relation :

$$\Phi_m = \frac{\rho_s \Phi_v}{\rho_s \Phi_v + \rho_f (1 - \Phi_v)} \quad (\text{I.1.49})$$

Les suspensions sont préparées à partir de masses connues de solide et de liquide. La fraction massique des particules est définie par :

$$\Phi_m = \frac{m_s}{m_s + m_f} \quad (\text{I.1.50})$$

m_s et m_f sont les masses des particules solides et du liquide, respectivement.

I.1.3.1.1 Phase dispersée

La poudre d'hématite $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (Fe(III) Oxide Anhydrous, Technical), fournie par VWR (*West Chester, PA, USA*) est obtenue par broyage du minerai d'oxyde de fer. Elle est utilisée telle quelle, sans traitement préalable. Quelques propriétés de la poudre d'hématite utilisée sont résumées dans le tableau I.1.12.

Numéro CAS	Couleur	Masse molaire	Masse volumique	Point de fusion
	(taille micronique)	(g/mol)	(kg/m ³)	(°C)
[1309-37-1]	Brun rougeâtre	159.69	5260	1538

Tableau I.1.12 – Propriétés de la poudre d’hématite utilisée dans cette étude, fournie par VWR.

En premier lieu, la poudre d’hématite a été caractérisée pour accéder à la taille, à la distribution de taille et à la forme des particules.

I.1.3.1.1.1 Granulométrie

La granulométrie a pour objectif la mesure de la taille et de la répartition statistique des particules constituant une population d’un échantillon d’une poudre (Chatelet (1996)). Le principe de la granulométrie laser repose sur le phénomène de diffraction de la lumière par les particules solides en suspension dans un fluide. Les particules en passant devant un faisceau laser, provoquent une diffraction de la lumière, qui est diffusée essentiellement selon un angle inversement proportionnel à la taille des particules (Andreotti *et al.* (2012)).

Les mesures ont été effectuées avec un granulomètre laser Mastersizer 2000 (*Malvern Instruments Ltd Worcestershire, United Kingdom*). Les particules d’hématite ont été préalablement mises en suspension dans l’eau et dans l’éthanol puis soumises à des ondes ultrasons pour disperser efficacement les particules et de détruire d’éventuels amas. La concentration des particules dans les suspensions était en moyenne de 0.005% en volume.

I.1.3.1.1.2 Morphologie

Depuis son apparition, le microscope électronique à balayage (MEB) s’est révélé être un puissant outil de caractérisation des matériaux (état de surface, topographie, taille de particules, observation des fractures, porosité, etc). Le principe du microscope électronique à balayage est de faire correspondre le déplacement d’un faisceau d’électrons focalisés sur un échantillon de façon synchrone avec le déplacement d’un faisceau d’électrons sur un écran cathodique (Maniguet *et al.* (2012)). Elle est fondée principalement sur la détection des électrons secondaires émergents de la surface sous l’impact d’un très fin pinceau d’électrons primaires qui balaye la surface observée et permet d’obtenir des images avec un pouvoir séparateur souvent inférieur à 5 nm et une grande profondeur de champ. Elle utilise, en complément, les autres interactions des électrons primaires avec l’échantillon : émergence des

électrons rétro-diffusés, absorption des électrons primaires, ainsi que l'émission de photons X et parfois celle de photons proches du visible (Paqueton et Ruste (2006)).

L'échantillon d'hématite analysé par microscopie électronique est préalablement mis dans un dispositif sous pression pour disperser la poudre sèche, sans endommager les particules, de sorte qu'elles soient facilement observées durant l'analyse.

I.1.3.1.2 Phase continue

La solution aqueuse de soude caustique (NaOH) à 50% massique utilisée, provient de Sigma Aldrich (*St. Louis, MO, USA*). Le tableau I.1.13 donne quelques unes de ses propriétés.

Les figures I.1.13 et I.1.14 expriment l'effet de la température sur la viscosité dynamique et sur la masse volumique de la solution de soude à 50% en masse.

Numéro CAS	Aspect	Masse molaire (g/mol)	Masse volumique (kg/m ³)	Viscosité dynamique (mPa.s)	Point d'ébullition (°C)
[1310-73-2]	Incolore	40	1525 à 20 °C	77 à 20 °C	144

Tableau I.1.13 – Propriétés de la solution aqueuse de soude à 50% en masse.

Le modèle ajusté qui décrit au mieux la relation entre la viscosité dynamique de la solution d'hydroxyde de sodium à 50% massique en fonction de la température est :

$$\mu = 4.488 \times 10^{-5} (Pa.s) \exp \left(\frac{4150}{T} \right) \quad (I.1.51)$$

À partir de cette solution concentrée de soude, différentes dilutions ont été effectuées pour obtenir des solutions à différentes concentrations, utilisées pour préparer différentes suspensions d'hématite.

Un titrage acido-basique a été effectué avec l'acide chlorhydrique pour vérifier la molarité de la solution de soude concentrée, en théorie de 19.1 mol/l à 20 °C, ce chiffre s'est avéré correct.

I.1.3.2 Procédure expérimentale

Les essais de sédimentation des suspensions d'hématite sont mis en œuvre dans des éprouvettes en verre de 100 cm³, de diamètre interne égal à 29 mm et une hauteur égale à 290 mm. Les éprouvettes sont maintenues à la température désirée à l'aide d'un bain

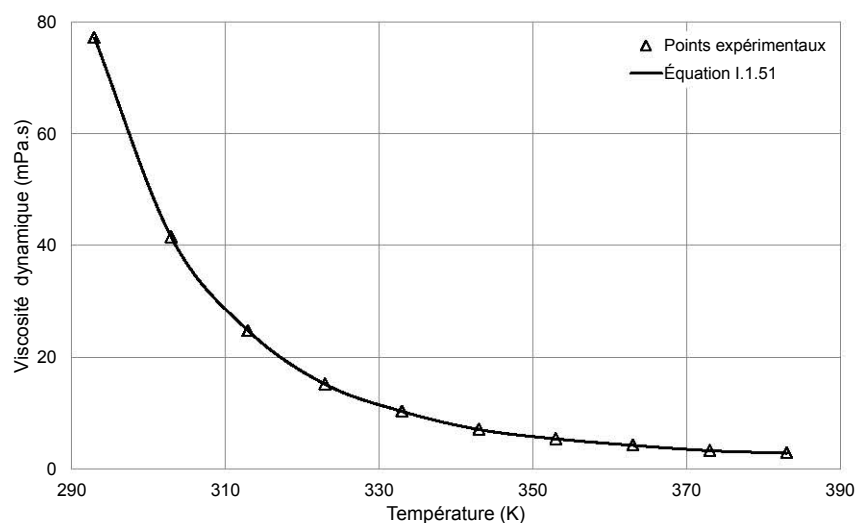


Figure I.1.13 – Viscosité dynamique de la soude caustique à 50% massique en fonction de la température. Mesures expérimentales réalisées avec différents viscosimètres capillaires (Ubbelohde (AVS310 Schott Geräte)).

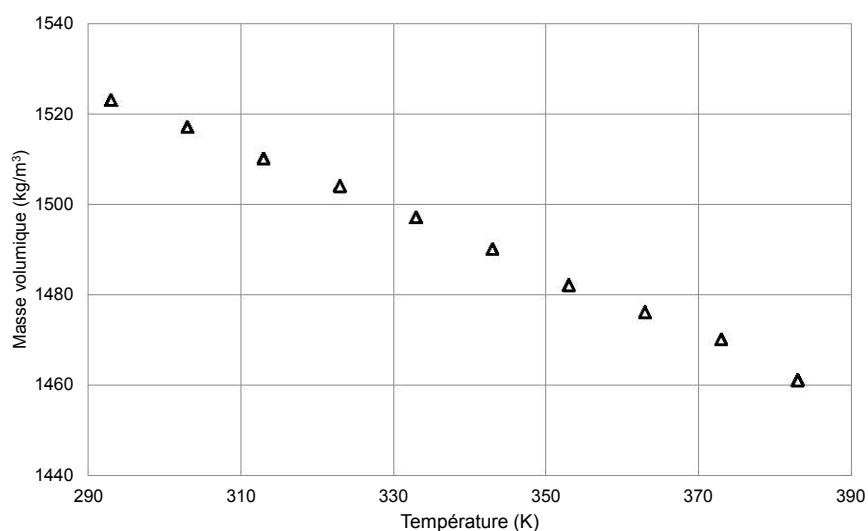


Figure I.1.14 – Masse volumique de la soude caustique à 50% massique en fonction de la température obtenue avec différents densimètres (LABOSI, Fischer Scientific).

thermostaté *RTE-7D* (*Thermo Fisher Scientific, USA*) dans un tube à double enveloppe. Une fois la température de travail atteinte, les suspensions sont agitées vigoureusement avant chaque essai de sédimentation pour assurer que la concentration de la suspension soit uniforme et homogène partout dans l'éprouvette. Le suivi de la hauteur du front des suspensions, l'interface qui sépare la suspension du liquide clair, en fonction du temps a permis d'estimer la vitesse initiale de sédimentation, U_s . Pour des suspensions diluées, l'interface était généralement indistincte, contrairement aux suspensions concentrées (figure I.1.15).

Les suspensions d'hématite sont opaques, durant les essais de sédimentation, les suspensions



Figure I.1.15 – Évolution du front de sédimentation en fonction du temps dans un tube à essai, pour une suspension composée de 12% de particules d'hématite et une solution de soude concentrée à 50% en masse à température ambiante.

sont illuminées grâce à une lumière blanche pour faciliter le suivi de l'interface. Les expériences ont été poursuivies jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de changement visible de la hauteur du sédiment.

Les essais ont été au moins dupliqués pour assurer la reproductibilité et la stabilité des résultats, avec des suspensions d'hématite fraîches à chaque essai.

I.1.3.2.1 Recherche d'une solution de soude ayant une viscosité dynamique de 2.7 mPa.s

Le réacteur électrochimique d'ArcelorMittal fonctionne avec une solution de soude concentrée, à 50% massique et à 110 °C, de viscosité dynamique égale à 2.7 mPa.s (voir tableau 1). Dans le but d'abaisser la concentration de la solution de soude caustique et de la température, pour pouvoir mener les expériences dans des conditions plus favorables, nous avons cherché à identifier une solution constituant une maquette froide pour remplacer la solution de soude concentrée, en gardant comme critère une même viscosité dynamique.

Trois solutions de soude de différentes concentrations massiques à différentes températures possédant la même viscosité dynamique que la solution de soude à 50% à 110 °C qui est de 2.7 mPa.s ont été sélectionnées, en plus de la solution de soude à 50% en masse. Des essais de sédimentation ont été réalisés avec ces solutions de soude. Les propriétés de ces solutions d'hydroxyde de sodium sont rassemblées dans le tableau I.1.14.

Concentration massique (m%)	Température (°C)	Masse volumique (kg/m ³)	Molarité (mol/l)
15	20	1150	4.3
27	60	1316	8.9
35	80	1373	12.0
50	110	1462	18.3

Tableau I.1.14 – Propriétés des différentes solutions de soudes utilisées. Toutes ces solutions possèdent une viscosité dynamique égale à 2.7 mPa.s à la température correspondante.

I.1.3.2.2 Étude de l’effet de la fraction volumique de l’hématite sur la sédimentation des suspension

En plus de l’étude de l’effet du changement de la concentration de la soude, l’effet de la variation de la fraction volumique des particules sur la sédimentation des suspensions de particules d’hématite a été examiné.

I.1.4 Résultats et discussions

I.1.4.1 Résultats de la caractérisation des particules

I.1.4.1.1 Estimation d’un diamètre moyen de la poudre d’hématite

Les résultats obtenus avec le granulomètre laser (figure I.1.16) en voie humide ont montré que l’échantillon ne possède pas une distribution de taille uniforme, mais une large distribution de taille.

La poudre dispersée dans l’alcool présente une courbe de distribution bimodale indiquant la présence d’une fraction appréciable formée de fines particules avec une taille inférieure à 1 μm qui est d’après ces résultats représente approximativement 4% en volume de l’échantillon.

La force ionique joue un rôle dans la dispersion des particules d’hématite en faisant croître les forces de répulsion entre les particules. En effet, pour la poudre dispersée dans l’eau, une courbe d’allure différente est observée (voir figure I.1.16). La proportion des particules fines semble être inférieure et la taille moyenne est aussi supérieure à la taille obtenue dans la phase organique. Ces différences de comportement dans les deux phases indiquent que les particules sont sensibles aux variations de la composition du liquide de suspension. Ce

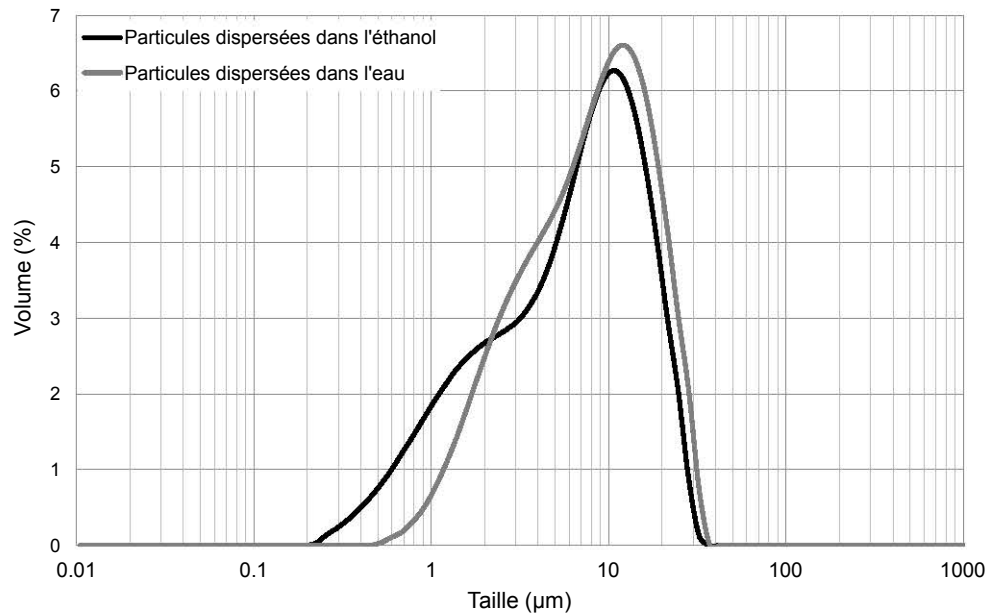


Figure I.1.16 – Distribution de la taille des particules d'hématite obtenue par granulométrie laser.

qui n'écarter pas l'existence de forces de surface d'origine colloïdale entre les particules fines qui peuvent être prépondérantes et qui favorisent l'agrégation des particules dans l'eau, *a priori*. Cette agrégation des particules d'hématite ne peut pas provenir de l'aimantation de l'hématite car, à température ambiante, elle est faiblement ferromagnétique (Teja et Koh (2009)).

Il en est de même pour les valeurs de la surface spécifique de la poudre présentées dans le tableau I.1.15 (qui ont été déterminées en partant de l'hypothèse que les particules sont sphériques). Elles permettent de confirmer qualitativement le fait que dans l'eau, les particules d'hématite ont tendance à s'agréger, ce qui engendre une surface spécifique plus faible et un diamètre de particules plus grand que ceux obtenus dans l'éthanol.

	Surface spécifique (m^2/g)	$d_p[4, 3](\mu\text{m})$
Dans l'éthanol	1.83	9.271
Dans l'eau	1.23	9.700

Tableau I.1.15 – Paramètres de distribution géométrique de la poudre d'hématite dispersée dans l'éthanol et dans l'eau obtenues avec le granulomètre laser.

Le diamètre équivalent moyen en volume (ou en masse) de l'échantillon se situe entre 3 et 20 μm . Nous avons pris la valeur du diamètre moyen en volume des particules d'hématite

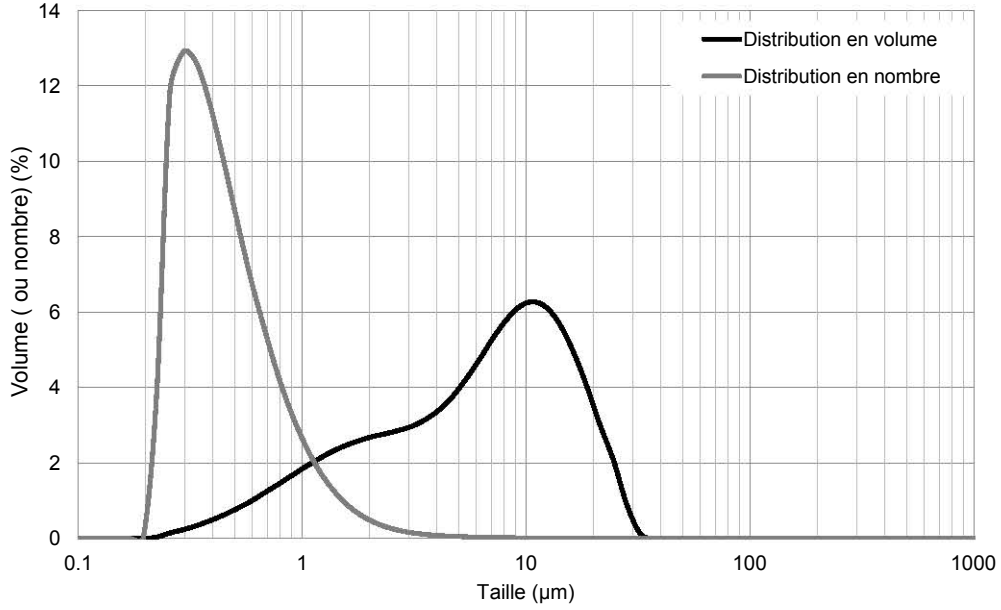


Figure I.1.17 – Distribution de taille en volume et en nombre de la poudre d'hématite dans l'éthanol.

($d_p[4, 3]$) de 10 μm comme référence. Globalement, la dimension des particules d'hématite dépasse la taille critique du mouvement brownien (taille inférieure à 1 μm) et par conséquent la suspension au repos a tendance à sédimenter.

À partir de la distribution de taille en volume des particules, l'accès à la distribution en nombre se fait par la relation :

$$f_{N,i} = \frac{\frac{f_{V_{p,i}}}{d_{p,i}^3}}{\sum \left[\frac{f_{V_{p,i}}}{d_{p,i}^3} \right]} \quad f_{V_{p,i}} = \frac{V_{p,i}}{\sum V_{p,i}} \quad (\text{I.1.52})$$

La figure I.1.17 illustre les deux distributions de taille, en volume et en nombre. La distribution en nombre de l'échantillon, confirme le fait que la proportion des particules fines dans la poudre est assez importante. Néanmoins, ce graphe permet uniquement d'avoir un aperçu qualitatif de l'état de la poudre, car la transformation des données de distribution de taille en volume à celle en nombre (relation I.1.52) exige que les particules soit de la même forme (Ortega-Rivas (2011)), ce qui n'est pas le cas (voir section suivante). Comme mentionné plus haut, la fraction des particules fines (diamètre inférieur à 1 μm) dans l'échantillon représente approximativement 4% en volume et plus de 90% en nombre.

I.1.4.1.2 Résultats de l'analyse morphologique de la poudre d'hématite

Les images obtenues avec le microscope électronique (figure I.1.18) permettent d'une part de confirmer qualitativement les résultats acquis par le granulomètre laser, en ce qui concerne la granulométrie large de la poudre d'hématite et d'autre part, elles montrent que les particules d'hématite sont de forme irrégulière. La poudre d'hématite est obtenue par un broyage du minerai ce qui explique cette forme irrégulière.

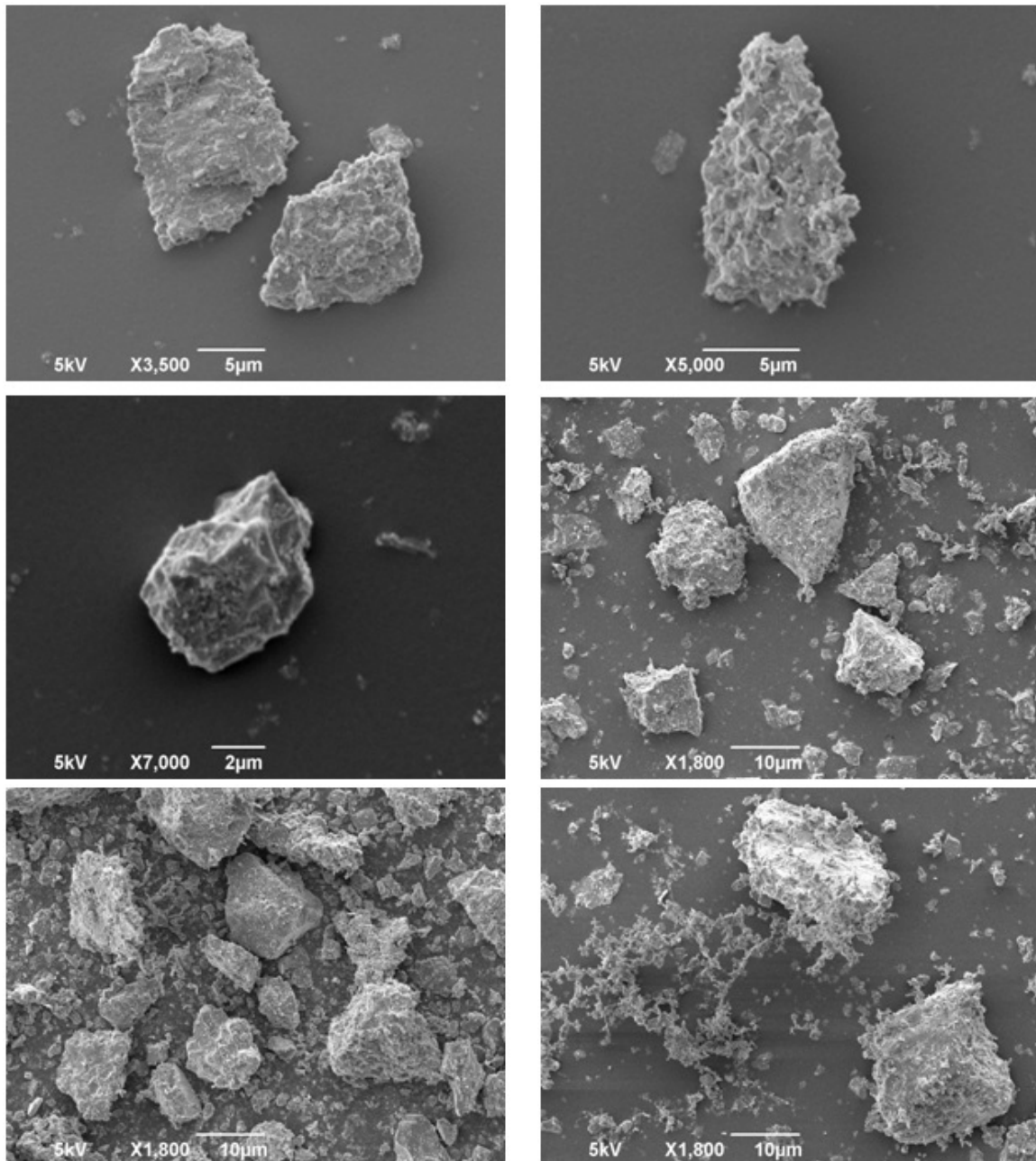


Figure I.1.18 – Images des particules d'hématite obtenues par microscopie électronique à balayage.

En effet, lorsque les minéraux sont broyés, des particules fines sont généralement produites. Ces particules sont souvent assez petites pour être affecté par la gravité et leurs interactions les unes avec les autres et d'autres particules plus grosses sont contrôlées par une gamme de forces inter-particulaires attractives et répulsives (Johnson *et al.* (2000)).

L'estimation d'un facteur de forme constant, représentatif et approprié de l'échantillon semble délicate. Néanmoins, le rapport d'aspect (défini dans la section I.1.2.1.1, comme étant le rapport du grand et du petit axe de la particule) est en général inférieur ou égal à 2 mais variable.

En dépit de la distribution de taille étendue et de la forme irrégulière, les particules d'hématite ont été considérées comme des sphères uniformes dans une première approximation afin de faciliter la suite des calculs, en particulier pour l'utilisation de la loi de Stokes (relation I.1.18).

I.1.4.2 Sédimentation de suspensions d'hématite dans différentes solutions de soude

Les résultats de la sédimentation des suspensions d'hématite à différentes concentrations de NaOH sont présentés ici et comparés à ceux d'une suspension d'hématite dans une solution de soude à 50% en masse à 110 °C.

L'effet des parois lors des tests de sédimentation est négligeable car le rapport entre le diamètre de la particule d'hématite et celui de l'éprouvette, λ , est très faible ($< 4.15 \times 10^{-4}$). Le milieu est ainsi considéré comme infini et le calcul de la vitesse terminale d'une particule par la loi de Stokes n'a pas nécessité de correction de l'effet des parois.

La fraction volumique solide dans le sédiment, calculée à la fin de la sédimentation pour chaque concentration solide, est définie par :

$$\Phi_s = \frac{\text{Volume du solide dans la suspension initiale}}{\text{Volume du sédiment}} = \frac{\Phi_v V_0}{V_f} = 1 - \epsilon_s \quad (\text{I.1.53})$$

ϵ_s est la porosité du sédiment.

Le rapport entre la hauteur finale du sédiment et la hauteur initiale de la suspension (φ) permet d'assurer la reproductibilité des expériences car il dépend fortement de l'état de dispersion des suspensions. Il est défini par :

$$\varphi = \frac{\text{Hauteur finale du sédiment}}{\text{Hauteur initiale de la suspension}} = \frac{H_\infty}{H_0} \quad (\text{I.1.54})$$

I.1.4.2.1 Effet de la variation de la concentration de la soude sur le comportement de sédimentation des suspensions d'hématite

Nous avons émis l'hypothèse qu'une solution de soude diluée ayant la même viscosité que la solution de soude concentrée à 50% massique à 110 °C peut simuler le comportement des suspensions d'hématite dans la soude concentrée à haute température. La question qui se pose est en effet est "passer d'une molarité de 18.3 N de la solution de soude à 50% (tableau I.1.14) à une molarité inférieure affecte-t-elle la sédimentation des suspensions d'hématite?"

Pour étudier l'effet de la variation de concentration massique de la soude sur la sédimentation des suspensions d'hématite, nous avons procédé à deux approches en réalisant deux types d'essais :

- Varier la concentration massique des solutions de soude, Cw , pour une suspension d'hématite possédant une fraction volumique fixe ($\Phi_v=0.12$).
- Varier la fraction volumique des suspensions d'hématite pour deux concentrations massiques de soude.

Nous avons évalué cette dépendance par le biais de l'estimation de deux paramètres : la vitesse de sédimentation des suspensions d'hématite, U_s et la porosité du sédiment final des suspensions correspondantes, Φ_s .

I.1.4.2.1.1 Effet de la variation de la composition des solutions de soude sur la sédimentation d'une suspension d'hématite à 12% en volume

Les solutions de soude utilisées ici sont : 15, 27, 35 et 50% en masse à 20, 60, 80 et 110 °C respectivement (voir tableau I.1.14).

Les résultats de la vitesse de sédimentation de la suspension d'hématite dans différentes solutions de soude sont représentés sur la figure I.1.19.

La vitesse de sédimentation de la suspension d'hématite augmente avec la concentration massique de la soude. La vitesse de sédimentation de la suspension d'hématite de l'ordre de 0.006 mm/s dans la soude à 15% en masse est inférieure à celle dans la soude à 50% en masse (0.0103 mm/s) de près de 40%, ce qui est considérable.

La fraction de l'hématite dans le sédiment, Φ_s défini par la relation I.1.53, qui est le rapport entre le volume du solide dans la suspension initiale à celui dans le sédiment, diminue avec la concentration massique de la soude dans la suspension, autrement dit la porosité du

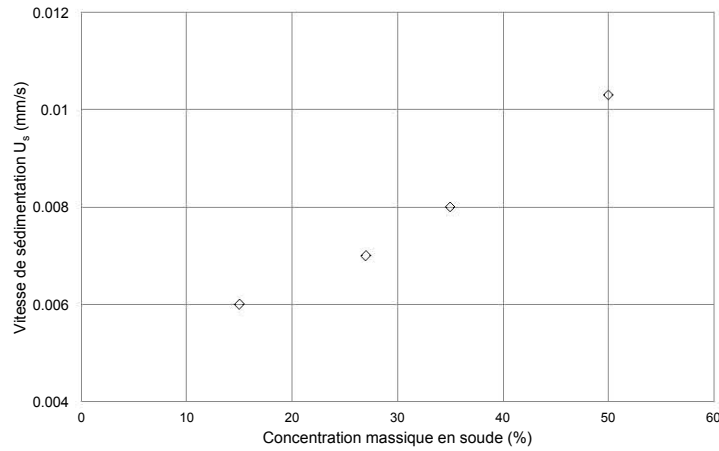


Figure I.1.19 – Effet de la concentration de la soude sur la vitesse de sédimentation de suspensions d’hématite, $\Phi_v=0.12$

sédiment augmente. L’augmentation de la porosité du sédiment en fonction de Cw n’est, néanmoins pas très importante entre les 4 solutions de soude (voir figure I.1.20).

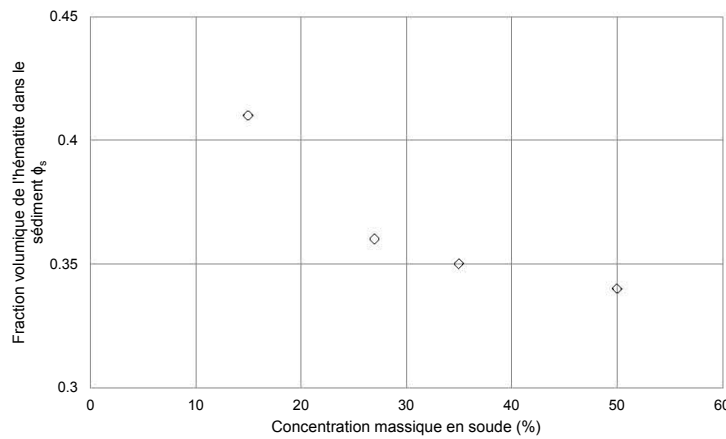


Figure I.1.20 – Effet de la concentration de la soude sur la porosité du sédiment.

I.1.4.2.1.2 Effet de la variation de la composition des solutions de soude sur la sédimentation de différentes suspensions d’hématite

Nous avons choisi de travailler avec deux concentrations massiques de soude, 15 et 50%. En effet, la concentration en soude de 15% à 20 °C, correspond à des conditions d’expérience plus commodes et la solution de soude à 50% à 110 °C correspond aux vraies conditions de fonctionnement du pilote d’ArcelorMittal. Les suspensions d’hématite que nous avons utilisées possèdent les compositions suivantes :

- $\Phi_v=0.037, 0.052, 0.068, 0.097$ et 0.120 pour $Cw=15\%$.

- $\Phi_v = 0.029, 0.057, 0.086, 0.120$ et 0.144 pour $Cw=50\%$.

Les vitesses de sédimentation obtenues pour ces expériences ont confirmé les résultats obtenus pour la suspension à 12%. En effet, les vitesses de sédimentation des suspensions d'hématite dans la solution de soude concentrée à 110 °C sont plus élevées que celles observées pour les suspensions d'hématite dans la solution alcaline diluée à 20 °C pour toute la gamme de fractions volumiques solides étudiée (figure I.1.21). Cet effet est plus visible aux porosités de suspensions élevées.

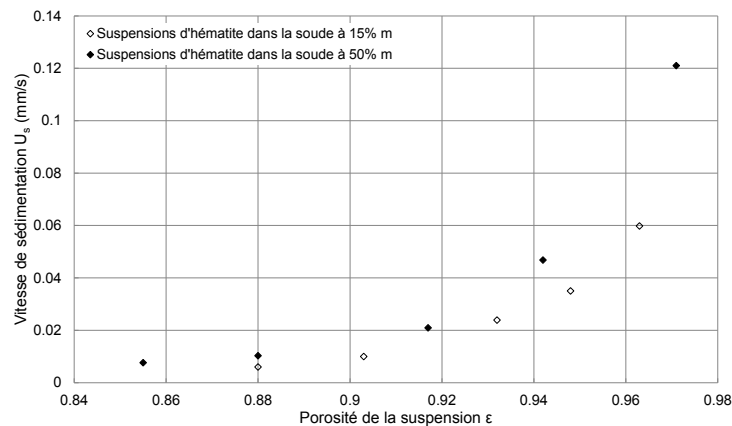


Figure I.1.21 – Effet de la concentration de la soude sur la vitesse de sédimentation de suspensions d'hématite à différentes fractions volumiques.

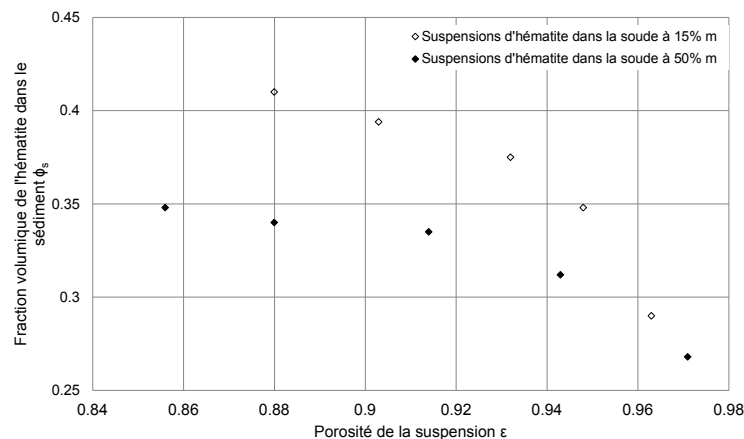


Figure I.1.22 – Effet de la concentration de la soude sur la porosité du sédiment des différentes suspensions d'hématite.

Les valeurs de Φ_s dans les suspensions préparées à partir de la solution de soude à 15%, sont plus élevées que celles obtenues pour les suspensions d'hématite dans la soude concentrée pour toutes les fractions volumiques solides, d'après la figure I.1.22. Le sédiment devient

moins poreux avec l'augmentation de la fraction volumique de l'hématite pour les deux concentrations massiques de soude. Ces résultats ont confirmé ceux obtenus pour une même suspension à 12% d'hématite dans différentes solutions de soude.

I.1.4.2.1.3 Interprétation des résultats sur la recherche d'une solution de viscosité équivalente

Les résultats ont indiqué que, plus la concentration des ions apportés par les solutions de soude augmente dans les suspensions d'hématite, plus leurs vitesses de sédimentation sont élevées pour toute la gamme de fractions volumiques d'hématite étudiée.

Les particules fines des suspensions aqueuses, tels que les oxydes ou les hydroxydes, développent une charge électrique sur leurs surfaces résultat de processus de transfert de charge responsables du maintien de l'équilibre électrochimique entre la surface solide et la solution (Jayaweera *et al.* (1994)). Quand la concentration d'ions augmente, la double couche électrique autour des particules fines d'hématite (qui sont nombreuses) est fortement comprimée, ce qui conduit à la diminution des forces répulsives entre les particules et favorise ainsi leur agglomération (Okubo (1994); Akther *et al.* (2008)) et les vitesses de sédimentation se trouvent ainsi augmentées. En effet, la vitesse de sédimentation des amas de particules est plus élevée que celle des particules non agrégées à cause de leur grande taille par rapport aux particules seules non-agrégées.

L'épaisseur de la double couche électrique de l'hématite dans la soude 50% massique à 100 °C est très faible, de l'ordre de 0.4 nm (Allanore (2007)) à cause de la très forte concentration en ions hydroxydes, ce qui privilégie la formation des amas de particules d'hématite qui possèdent une taille inférieure à 1 μm . Cette agglomération ne peut pas provenir de l'aimantation de l'hématite car, à 110 °C, l'hématite est faiblement ferromagnétique. De plus, le procédé de sédimentation est à faible taux de cisaillement, ce qui empêche d'une certaine manière la destruction de ces amas. Ces résultats sont résumés sur la figure I.1.23.

Pour l'effet de la variation de la concentration de la soude sur la porosité du sédiment formé à la fin du processus sédimentation, la compréhension de l'effet de C_w est aussi évident. En effet, pour un même volume d'hématite dans la suspension de départ, si la teneur de l'hématite dans le sédiment augmente, le volume de ce dernier diminue, ce qui veut dire qu'il est plus « compact » ou moins « lâche » ou moins poreux.

La diminution de la fraction du solide dans le sédiment avec l'augmentation de la concentration de la soude signifie que le sédiment est moins lâche dans la solution diluée de soude

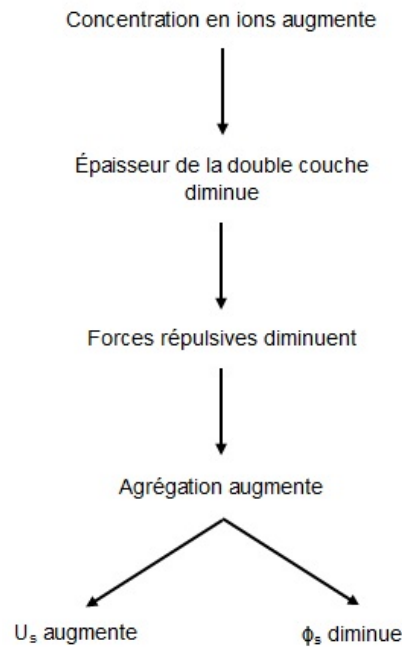


Figure I.1.23 – Effet de l’augmentation de la concentration massique de la soude sur la vitesse de sédimentation des suspensions d’hématite et sur la porosité du sédiment.

que dans la solution alcaline concentrée. Comme nous l’avons vu plus haut, l’augmentation de la concentration de la soude permet aux particules de s’agréger et de former des amas de particules qui contiennent sans doute une fraction de liquide. Par conséquent, le sédiment formé par ces amas sont bien plus poreux que celui dans une solution de soude diluée.

Conclusion

Ces résultats expérimentaux ont montré que la variation de la concentration massique des solutions de soude destinées à préparer les suspensions d’hématite affecte de manière très significative la vitesse de sédimentation et la nature du sédiment des suspensions d’hématite, dans la gamme des fractions volumiques d’hématite étudiée.

Notre recherche d’un fluide pouvant remplacer la solution de soude concentrée à haute température n’a pas abouti aux résultats espérés, ce qui nous a ramené à considérer la sédimentation des suspensions d’hématite dans la solution d’hydroxyde de sodium de 50% en masse à 110 °C. Rappelons que le choix de départ de la solution de soude concentrée à 50% en masse vient du fait qu’elle correspond à la concentration où la conductivité d’un mélange eau-soude atteint un palier (Allanore (2007)).

I.1.4.3 Sédimentation des suspensions d'hématite dans la soude à 50% en masse à haute température

Les résultats de la section précédente ont montré qu'un changement de la teneur de la soude dans les suspensions d'hématite modifie de manière incontestable la sédimentation des suspensions et peut donner ainsi une estimation erronée de la viscosité des suspensions d'hématite, même si la viscosité dynamique de la solution de soude est maintenue constante.

Cette section est consacrée à l'étude de la sédimentation de suspensions d'hématite dans les conditions réelles du procédé pilote, avec une solution aqueuse de soude concentrée, 50% massique à 110 °C. Le tableau I.1.16 présente les propriétés des différentes suspensions et des phases utilisées.

Paramètres	Symboles (unité)	Valeurs
Température	T (°C)	110
Concentration massique de la soude	C _w (m/m)	50
Viscosité dynamique de la solution de soude	μ (mPa.s)	2.7
Fraction massique d'hématite	Φ_m (m/m)	0.096-0.378
Fraction volumique d'hématite	Φ_v (v/v)	0.029-0.144

Tableau I.1.16 – Propriétés des suspensions employées pour les essais de sédimentation dans la soude à 50% en masse et à 110 °C.

I.1.4.3.1 Courbes de sédimentation des différentes suspensions d'hématite

Pour de faibles fractions volumiques d'hématite ($\Phi_v \leq 0.029$), l'interface est diffuse durant la période initiale ce qui a rendu difficile la distinction de l'interface suspension-soude.

La vitesse de sédimentation d'une suspension d'hématite à une fraction volumique donnée diminue progressivement, ce qui suggère que les particules solides décantées forment un sédiment de structure compressible qui se consolide sous l'effet du poids des couches supérieures du sédiment (régime de sédimentation en compression).

À la fin de la consolidation du sédiment, la présence de petites monticules a été remarquée sur sa surface. Ce sont les extrémités visibles des canaux par lesquels le liquide coulant vers le haut est passé et les monticules sont causées par les petites particules qui montent avec le

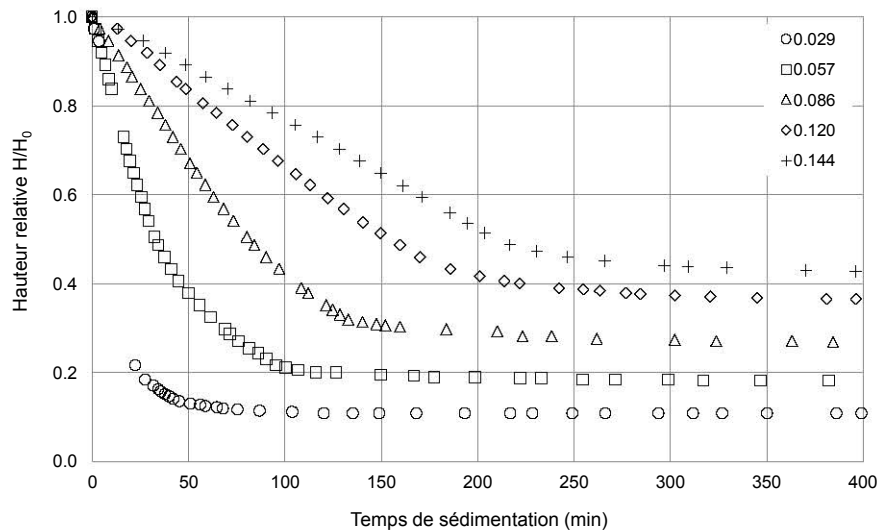


Figure I.1.24 – Courbes de sédimentation de suspensions d'hématite dans la solution de soude à 50% massique à 110 °C, pour différentes fractions volumiques de l'hématite, $\Phi_v = 0.029, 0.057, 0.086, 0.120$ et 0.144 .

liquide (Senis *et al.* (2001)).

La vitesse de sédimentation des suspensions d'hématite est une fonction décroissante de la fraction des particules, de 0.121 mm/s pour la fraction 0.029 à 0.00765 mm/s pour la fraction 0.144 (voir figure I.1.24 et tableau I.1.17). Lorsque la fraction des particules solides augmente, l'entrave provient essentiellement de l'interaction collective des particules avec la phase liquide et entre les particules elles-mêmes, comme le montrent les valeurs du débit volumique de la phase dispersée, la phase solide, Q_d , défini auparavant (relation I.1.46) :

$$Q_d = \Phi_v U_s A_{ST}$$

A_{ST} est l'aire de la section transversale de l'éprouvette. Les valeurs du débit diminuent lorsque la fraction volumique du solide augmente (tableau I.1.17). Les débits des phases solides et liquides (égaux en valeur) sont importants quand la fraction du solide est faible, car les deux phases ne se gênent pas mutuellement et lorsque la fraction du solide croît, le passage d'une phase à travers une autre est ralenti par la diminution de l'espace libre réservé à la sédimentation des particules solides causé par la présence d'éventuelles particules solides (Guyon *et al.* (2001b)).

Bien que la vitesse de sédimentation des particules ait tendance à diminuer généralement à mesure que la fraction du solide augmente, il a été rapporté par Smith (1998) ($\Phi_v < 0.01$) et Barfod (1972) ($\Phi_v = [0.001 - 0.002]$, $d_p = [15 - 30]\mu m$) que les particules de suspensions très diluées peuvent sédimenter à des vitesses allant jusqu'à 1.6 fois les vitesses terminales de

Φ_m (m/m)	Φ_v (v/v)	ϵ	Φ_s (v/v)	ϵ_s	φ	U_s (mm/s)	Q_d (mm ³ /s)
0.096	0.029	0.971	0.268	0.732	0.107	0.121	2.291
0.180	0.057	0.943	0.312	0.688	0.184	0.0468	1.778
0.245	0.086	0.917	0.335	0.665	0.247	0.0209	1.142
0.330	0.120	0.880	0.340	0.660	0.354	0.0103	0.819
0.378	0.144	0.856	0.348	0.652	0.415	0.00765	0.730

Tableau I.1.17 – Résultats des essais de sédimentation de suspensions d'hématite dans une solution de soude aqueuse à 50% massique à 110 °C. L'expression de Q_d est donnée par la relation I.1.46.

chute d'une particule isolée de la même espèce, en raison de la formation d'amas de particules qui sédimentent à une vitesse plus grande. Lorsque la sédimentation est utilisée pour estimer la taille des particules, cet effet peut en revanche, donner des résultats erronés.

I.1.4.3.2 Modélisation de la vitesse de sédimentation des suspensions d'hématite

Au fur et à mesure que la porosité de la suspension diminue ou la fraction volumique des particules augmente, les vitesses de sédimentation des suspensions d'hématite présentent des écarts de plus en plus importants par rapport aux vitesses de sédimentation des suspensions de particules sphériques uniformes, pour une porosité donnée (figure I.1.25).

Les résultats de la vitesse de sédimentation en fonction de la fraction volumique des particules d'hématite ont été représentés par une loi de puissance, de la même forme que la corrélation de Richardson et Zaki (1954), établie pour des suspensions de particules sphériques :

$$U_s = 0.290\epsilon^{29.785} \quad (\text{I.1.55})$$

La vitesse de chute d'une particule d'hématite, estimée à partir de cette relation est 0.290 mm/s, valeur supérieure à la valeur calculée par la loi de Stokes qui de 0.0765 mm/s pour une particule d'hématite, supposée sphérique de diamètre égal à 10 μm .

La valeur de la vitesse de chute élevée (0.290 mm/s) correspond à la chute d'une particule d'hématite de diamètre égal à 19 μm (tableau I.1.18). Cependant, le nombre de Reynolds de la particule, Re_p calculé à partir des deux valeurs de vitesse terminale sont très faibles (3×10^{-3} et 4.15×10^{-4}), les suspensions d'hématite sédimentent bien dans le régime de Stokes.

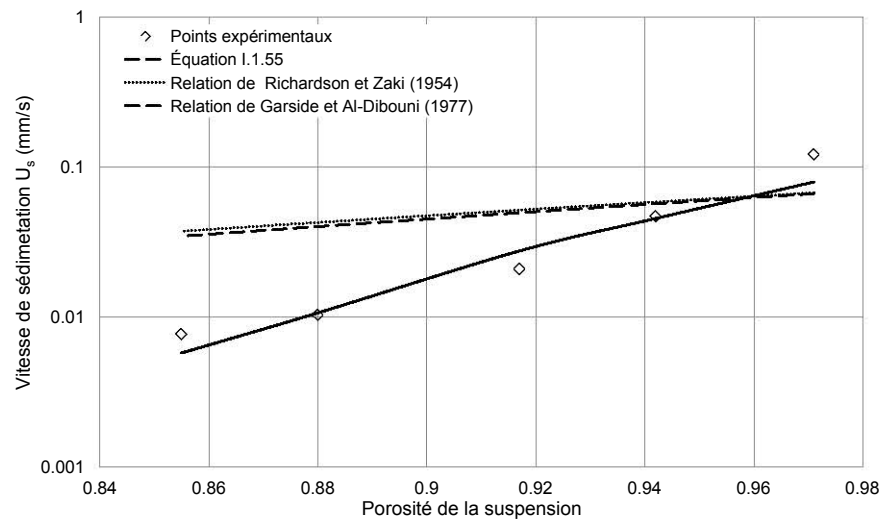


Figure I.1.25 – Vitesses de sédimentation de particules d'hématite dans une solution aqueuse de soude à 50% massique à 110 °C en fonction de la fraction volumique solide.

	ρ_f (kg/m ³)	ρ_s (kg/m ³)	U_{tS} (mm/s)	Re_p	d_p (μm)
Vitesse calculée pour une particule de $d_p=10$ μm	1462	5260	0.0765	4.15×10^{-4}	10
Vitesse estimée à partir de la relation I.1.55			0.290	3×10^{-3}	19

Tableau I.1.18 – Comparaison entre les résultats donnés par le calcul de la vitesse terminale d'une particule d'hématite et ceux obtenus par la relation I.1.55.

La valeur de 29.785 de l'exposant N obtenue a peu de sens physique de part sa valeur élevée, bien loin de la valeur de 4.65 prédite par la corrélation de Richardson et Zaki (1954) pour le régime de Stokes (relation I.1.33). Rappelons que cette valeur de N est applicable uniquement pour cet oxyde de fer pour la plage de porosités de 0.85-0.97, i. e, dans un domaine assez faible.

Ces différences de valeurs de U_t et N peuvent être expliquées par le fait que nos suspensions sont composées de particules d'hématite polydisperses et que les particules ne présentent pas une forme sphérique et régulière, ce qui peut engendrer des écarts importants avec les valeurs des résultats prédites.

Chong *et al.* (1979) ont trouvé des valeurs de N de particules non sphériques plus élevées que 4.65 pour des sphères, ils ont obtenu 5.4 pour des particules cubiques et 5.8 pour des particules de forme angulaire. Par ailleurs, Yang et Aldrich (2008) ont obtenu également une valeur élevée de l'exposant N (de l'ordre de 16) pour une suspension de magnétite de forme non sphérique, possédant une granulométrie large (classe granulométrique -38 μm).

L'effet de la fraction volumique du solide sur la vitesse de sédimentation est plus grand pour les particules non sphériques que pour les particules sphériques car l'interaction des particules augmente avec l'augmentation de la non-sphéricité des particules, ce qui entraîne un retard accru de la vitesse de sédimentation (Chong *et al.* (1979); Tilton (1997)). De plus, il est également possible que les particules puissent former des amas de particules, piégeant un peu de phase continue, ce qui aurait pu conduire à une fraction de solide effective plus faible dans la suspension (Yang et Aldrich (2008)). Par conséquent, la non-sphéricité et la polydispersité des particules d'hématite entraînent une diminution importante de la vitesse des suspensions par rapport aux particules sphériques uniformes, et donc les constantes déterminées à partir de la relation I.1.55 ne correspondent pas nécessairement à la vitesse terminale de chute et à l'indice N.

Nous avons essayé d'ajuster nos résultats de la vitesse de sédimentation en fonction de la fraction volumique avec le modèle de Garside et Al-Dibouni (1977), présenté précédemment dans le tableau I.1.7 :

$$\frac{U_R - A}{B - U_R} = 0.06 Re_p^{\epsilon+0.2} \begin{cases} U_R = \frac{U_s}{\epsilon U_t} \\ A = \epsilon^{4.14} \\ B = 0.8\epsilon^{1.28} \\ \epsilon = 1 - \Phi_v \end{cases}$$

En utilisant les valeurs de U_{ts} et Re_p correspondant à une particule d'hématite de diamètre égal à 10 μm , données dans le tableau précédent (I.1.18), la courbe correspondante est tracée sur la figure I.1.25. Les deux courbes représentant les modèles de Richardson et Zaki (1954) et Garside et Al-Dibouni (1977) sont pratiquement superposées et ne prédisent pas nos résultats expérimentaux de la vitesse de sédimentation à cause de la forme et de la polydispersité des particules d'hématite, comme expliqué précédemment.

I.1.4.3.3 Discussion sur la composition du sédiment

L'augmentation de la fraction solide dans le sédiment Φ_s ainsi que le rapport des hauteurs φ avec la fraction volumique initiale Φ_v (voir tableau I.1.17) résulte du fait que le sédiment compressible est fonction du poids du sédiment. Les valeurs de ces fractions sont inférieures à la fraction d'empilement maximal obtenue avec des sphères monodisperses dures, car comme mentionné dans la section précédente, les sédiments obtenus dans la solution de soude

concentrée sont formés de flocs lâches et la fraction volumique qu'occupent les particules solides dans le sédiment est faible.

D'après Wang *et al.* (1995), l'augmentation du pH de la suspension augmenterait l'électronégativité de l'oxyde de fer, les forces électrostatiques de répulsion entre les particules sont augmentées et empêchent leur contact, alors que, selon Nsib *et al.* (2006), les suspensions de particules d'hématite (ayant une distribution de taille très large entre 0.06 et 10 μm) s'agregent à un pH alcalin car les répulsions électrostatiques générées par les charges négatives naturelles d'hématite sont plus faibles que les forces attractives de van der Waals.

Nous avons observé (tableau I.1.17) que le gâteau formé par la sédimentation des particules occupe un volume plus grand que celui calculé à partir de la quantité initiale des particules d'hématite. Compte tenu de cela, φ le rapport entre la hauteur finale du sédiment et la hauteur initiale de la suspension a été introduit. Les données expérimentales ont été ajustées en conséquence par la relation empirique :

$$U_s = U_{fitted}(1 - \varphi)^{6.21} \quad (\text{I.1.56})$$

Où la vitesse ajustée U_{fitted} est de 0.16 mm/s.

Il faut mentionner que U_s a été calculé à l'aide de la relation I.1.56 et tracé en fonction de Φ_v . Comme le montre la figure I.1.26, la corrélation basée sur φ a semblé être mieux en accord avec nos données.

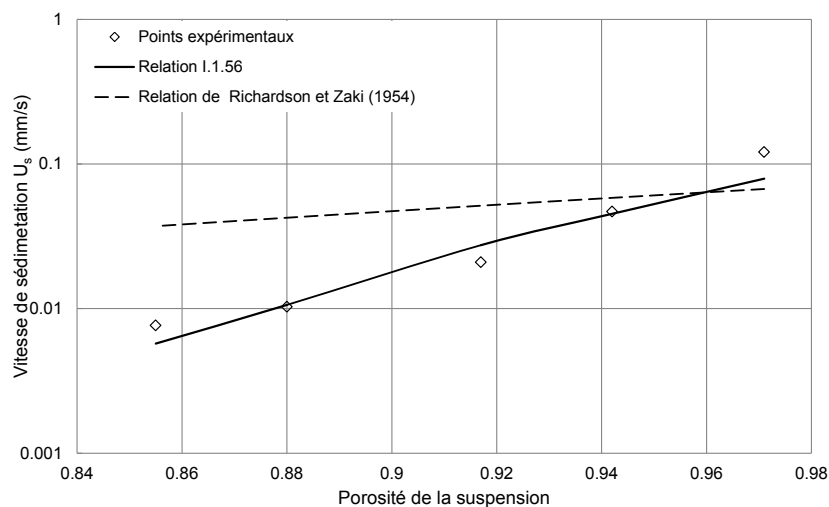


Figure I.1.26 – Résultats des vitesses de sédimentation de particules d'hématite en fonction de la fraction volumique solide, ajustés par la relation I.1.56.

I.1.4.3.4 Estimation de la viscosité des suspensions à partir des vitesses de sédimentation

L'équation de Stokes (relation I.1.18) est valable uniquement pour une particule isolée sédimentant dans un fluide infini et pour des suspensions extrêmement diluées (les particules sont suffisamment éloignées les unes des autres et se comportent comme des particules isolées) ayant un nombre de Reynolds de particule faible. En assimilant le front de sédimentation de la suspension d'hématite au déplacement d'une particule sphérique de diamètre moyen en volume de 10 μm , c'est à dire que, U_s vitesse de sédimentation de la suspension d'hématite est équivalente à la vitesse terminale d'une particule d'hématite isolée, U_{ts} , la viscosité de la suspension est estimée pour différentes fractions d'hématite à partir de la loi de Stokes. La viscosité apparente de la suspension est ainsi définie comme suit :

$$\eta_{St} = \frac{1}{18} \frac{(\rho_s - \rho_f)gd_p^2}{U_s} \quad (\text{I.1.57})$$

En supposant que la phase dispersée tend à cisailer la phase continue sur une épaisseur égale au diamètre de la particule, des ordres de grandeur des vitesses de cisaillement auxquelles la phase continue est soumise sont estimés par la relation suivante (Bortzmeyer *et al.* (2002)) :

$$\dot{\gamma} = \frac{U_s}{d_p(1 - \Phi_v)} \quad (\text{I.1.58})$$

Φ_v	0.029	0.057	0.086	0.120	0.144
U_s (mm/s)	0.121	0.0468	0.0209	0.0103	0.00765
$\dot{\gamma}$ (s^{-1})	12.5	5.0	2.3	1.2	0.9
η_{St} (mPa.s)	1.7	4.4	9.9	20.1	27.03
$Pe \times 10^{-3}$	15.4	6.14	2.82	1.45	1.11

Tableau I.1.19 – Viscosités apparentes des suspensions d'hématite estimées à partir de la loi de Stokes, vitesses de cisaillement et nombres de Péclet dans la soude aqueuse à 50% massique à 110 °C.

Le tableau I.1.19 présentent les valeurs de viscosité apparente de suspensions d'hématite obtenues à une vitesse de cisaillement unique. Ces valeurs ont été ajustées par un modèle du type :

$$\eta_{St} = 0.831\Phi_v^{1.778} \quad (\text{I.1.59})$$

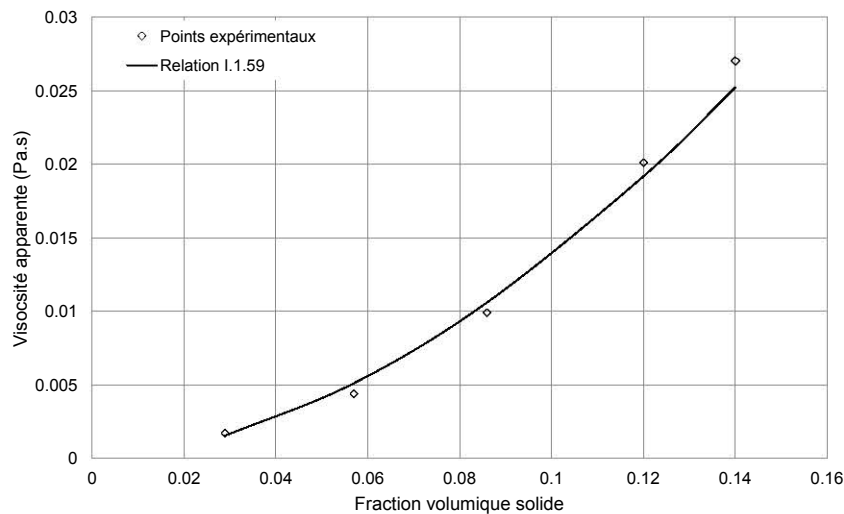


Figure I.1.27 – Résultats de l'estimation de la viscosité des suspensions d'hématite par la relation de Stokes, en fonction de la fraction volumique solide.

Les suspensions concentrées possèdent des viscosités apparentes élevées par rapport aux suspensions diluées, phénomène expliqué par le fait que les interactions entre les particules augmentent rapidement avec la fraction volumique du solide, comme le montre la figure I.1.27. Ces résultats seront comparés aux résultats de la viscosité des suspensions d'hématite obtenus dans le chapitre suivant.

Le nombre de Péclet pour une particule d'hématite de diamètre égale à 10 μm correspondant à chaque vitesse de cisaillement est calculé par la relation I.1.10, rappelé si-dessous :

$$Pe = \frac{6\pi r_p^3 \mu \dot{\gamma}}{k_b T}$$

Les valeurs du nombre de Péclet (tableau I.1.19) sont bien supérieures à l'unité, ce qui veut dire que les particules d'hématite dans ces conditions de cisaillement ne sont pas affectées par le mouvement brownien. En revanche, pour des particules de diamètre inférieur à 1 μm , l'effet du mouvement brownien commence à s'imposer, en particulier aux faibles vitesses de cisaillement.

I.1.4.3.5 Estimation de la perméabilité du sédiment et de sa fraction critique

D'autres grandeurs ont été obtenues à partir des résultats des essais de sédimentation de la suspension d'hématite de 12% en volume dans la solution de soude concentrée de 50% massique à 110 $^{\circ}\text{C}$, la perméabilité, la hauteur critique et la concentration critique du sédiment.

I.1.4.3.5.1 Calcul de la perméabilité du sédiment

Le tracé des vitesses de sédimentation en fonction de l'inverse de la hauteur initiale $1/H_0$, et l'extrapolation de la ligne droite tracée à l'axe des ordonnées conduit à la valeur maximale de la vitesse de sédimentation U'_s en l'absence de force de compression. À partir de cette vitesse de sédimentation, nous avons calculé la perméabilité du sédiment, k_s , par une relation proposée par Font *et al.* (1994) et inspirée des travaux de Michaels et Bolger (1962) :

$$k_s = \frac{\mu U'_s}{g(\rho_s - \rho_f)\epsilon_s} \quad (\text{I.1.60})$$

Ainsi pour la suspension d'hématite à 12% en volume, ayant une concentration de solide dans le sédiment de 0.340, $k_s = 2.430 \times 10^{-12} \text{m}^2$. Font *et al.* (1994) ont trouvé $k_s \approx 4.5 \times 10^{-12} \text{m}^2$, pour des suspensions aqueuses de carbonate de calcium de diamètre moyen en volume égal à $10.5 \mu\text{m}$ et $\Phi_s = 0.325$. Rappelons que la perméabilité du sédiment diminue lorsque la fraction volumique du solide augmente.

I.1.4.3.5.2 Estimation de la fraction critique du sédiment

La sédimentation et la consolidation sont généralement séparées par une interface ayant une fraction volumique caractéristique. La fraction volumique de cette interface est appelée *fraction critique*, définie comme la fraction à laquelle les particules se mettent en contact les unes des autres, formant un réseau capable de transmettre des forces de compression.

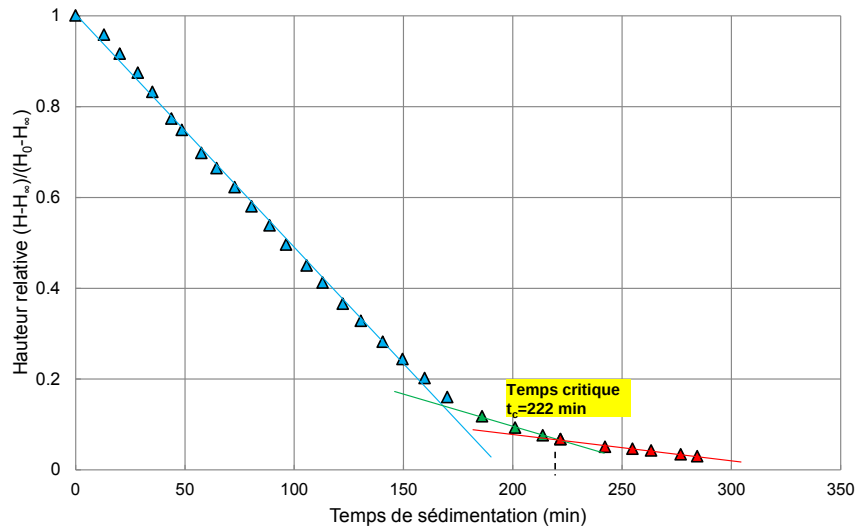


Figure I.1.28 – Résultats obtenus de la sédimentation tracés selon l'équation de Roberts (relation I.1.61) pour la suspension d'hématite de fraction volumique initiale de 0.12.

Pour estimer le temps critique qui correspond au point de compression (se référer à la

courbe de la figure I.1.9), Roberts 1949 (Concha (2014b)) a montré qu'en traçant l'équation I.1.61 pour l'ensemble de la gamme de sédimentation, trois lignes droites peuvent être établies, une pour la sédimentation entravée, une pour le régime intermédiaire et la dernière pour l'étape de consolidation (figure I.1.28).

$$\frac{H - H_\infty}{H_0 - H_\infty} = \exp(-\kappa t), \quad \text{pour } H_0 \leq H \leq H_\infty \quad (\text{I.1.61})$$

Le point critique est déterminé de ce graphe à partir de l'intersection de la deuxième et de la troisième ligne (intersection de la première zone de baisse de vitesse et de la zone de compression).

Le temps (= 222 min) et la hauteur critique (= 74 mm) ont été obtenus à partir de la courbe de sédimentation. Avec un bilan volumique, nous avons obtenu Φ_c , la fraction volumique critique :

$$H_0\Phi_v = H_c\Phi_c \quad (\text{I.1.62})$$

Ce qui donne $\Phi_c = 0.3$. La même procédure a été appliquée pour une autre hauteur initiale de suspension et a donné $\Phi_c = 0.29$. C'est à cette fraction volumique que les particules d'hématite dans la soude concentrée commencent à former un réseau.

Concha (2014b) ont obtenu un même ordre de grandeur ($\Phi_c = 0.268$) pour des suspensions aqueuses de carbonate de calcium de $\Phi_v = 0.103$.

I.1.4.4 Récapitulation des principaux paramètres estimés pour la suspension d'hématite à 0.12

Les essais de sédimentation ont permis de déterminer un certain nombre de paramètres. Ces principales propriétés de la suspension d'hématite à 12% en volume dans la soude à 50% massique à 110 °C sont regroupées dans le tableau I.1.20 .

U_s (mm/s)	η_{St} (mPa.s)	Φ_s	φ	Φ_c	Pe	k_s (m ²)
0.0103	20.1	0.340	0.354	0.300	1.45×10^3	2.430×10^{-12}

Tableau I.1.20 – Propriétés obtenues des essais de sédimentation de la suspension d'hématite de 12% en volume dans la soude aqueuse à 50% massique à 110 °C.

Ainsi, la vitesse de sédimentation d'une suspension de particules d'hématite à 12% en

volume dans la soude à 50% en masse à haute température est de 0.0103 mm/s qui correspond à une viscosité estimée à partir de la loi de Stokes de l'ordre de 20.1 mPa.s.

I.1.5 Conclusions

Les résultats de la caractérisation de la poudre d'hématite ont permis d'estimer le diamètre équivalent moyen des particules d'hématite, qui est de l'ordre de 10 μm et de constater la large distribution de taille de la poudre d'hématite ainsi que leur forme irrégulière.

Ce chapitre de thèse avait pour objectif d'étudier la sédimentation des suspensions d'hématite dans un milieu alcalin à haute température et d'en déduire ensuite la viscosité apparente correspondante et d'autres propriétés qui ont permis de mieux comprendre le comportement des suspensions d'hématite dans la soude.

L'hypothèse à partir de laquelle nous avons démarré l'étude est d'essayer de trouver une solution de soude modèle qui permet de reproduire les conditions de sédimentation des particules d'hématite dans la cellule d'électroréduction, en terme de viscosité dynamique de la phase continue.

Les résultats expérimentaux ont montré que la variation de la concentration massique des solutions de soude affecte de manière très significative la vitesse de sédimentation et la nature du sédiment des suspensions d'hématite par le biais de la compression de la double couche électrique qui favorise l'agrégation des particules fines d'hématite dans la soude concentrée. Les vitesses de sédimentation des suspensions d'hématite sont ainsi plus élevées dans les solutions de soude concentrées et le sédiment est moins compact que dans la solution de soude diluée.

Les expériences de sédimentation dans la solution de soude à 50% en masse ont suggéré que les effets de l'interaction entre les particules étaient assez forts pour toutes les suspensions. Comme nous l'attendions, la vitesse de sédimentation des suspensions est une fonction décroissante de la concentration initiale du solide. Nous avons obtenu une vitesse de sédimentation de la suspension d'hématite de 12% de particules dans la solution de soude concentrée 110 °C de l'ordre de 0.0103 mm/s qui nous a permis d'avoir une première estimation de la viscosité de la suspension qui est de 20.1 mPa.s correspondant à un gradient de vitesse autour des particules de l'ordre de 1.2 s⁻¹.

CHAPITRE I.2

Rhéologie de suspensions de particules d'hématite dans un milieu alcalin

I.2.1 Introduction

Ce second chapitre est consacré à l'étude de la rhéologie des suspensions d'hématite dans un milieu alcalin à haute température. La partie bibliographie a introduit les notions de base de la rhéologie en se limitant principalement à la réponse de fluides au mouvement de cisaillement qui conduit à la manifestation de différents comportements non newtoniens. Nous avons présenté ensuite la rhéologie des suspensions de particules et les principaux facteurs l'affectant. La viscosité d'une suspension de particules est une fonction complexe des propriétés des phases continue et dispersée, des interactions entre les particules, des interactions entre la phase continue et la phase dispersée et des conditions d'écoulement. Cette revue se termine en présentant les géométries non conventionnelles, utilisées pour les mesures rhéologiques des suspensions. S'ensuit la section consacrée à la présentation du dispositif expérimental et de la procédure suivie pour mener notre étude expérimentale sur la rhéologie de suspensions d'hématite en utilisant deux types de géométrie. La troisième et dernière section, présente les résultats obtenus dans ce travail sur la détermination du comportement rhéologique des suspensions d'hématite en milieu alcalin et à température élevée. Une étude de la dépendance de la fraction volumique des particules solides a été entreprise et modélisée. Enfin, une conclusion rappellera les principaux résultats obtenus pour ce second chapitre sur la nature du comportement rhéologique des suspensions d'hématite.

I.2.2 État de l’art

Bien établie comme la science de la déformation et de l’écoulement de la matière qui réagit à une déformation ou à une contrainte appliquée, la rhéologie est devenue une branche bien établie de la physique et des sciences pour l’ingénieur et une importante discipline scientifique. Son objectif est d’établir les équations rhéologiques qui décrivent le comportement adopté par la matière en réponse à des contraintes. Strictement parlant, la rhéologie couvre l’étude de tous les matériaux considérés comme des milieux continus, mais habituellement réservée à ceux qui présentent des comportements mal définis et intermédiaires entre celui du solide élastique de Hooke et celui du fluide newtonien (Concha (2014a)).

I.2.2.1 Quelques concepts fondamentaux de rhéologie

La viscosité est une mesure du frottement fluide ou de la résistance à l’écoulement d’un liquide ou d’un gaz, bien illustré par l’étude d’une expérience de cisaillement entre deux plans parallèles en mouvement relatif. Ceci permet de définir le comportement d’un fluide newtonien, à partir duquel le comportement non newtonien est présenté.

I.2.2.1.1 Définition d’un fluide newtonien

Considérons le mouvement d’un fluide entre deux plans parallèles horizontaux. Les deux plans sont proches et séparés d’une distance e , l’un fixe et l’autre de surface, A_{Plan} , est animé d’un déplacement parallèle à lui-même, comme représenté sur la figure I.2.1. Dans l’espace compris entre les deux plans, le fluide, un gaz ou un liquide, est initialement au repos. Dans des conditions de régime permanent et laminaire, le fluide est soumis à un cisaillement par l’application de la force F , qui provoquera un écoulement du fluide à une vitesse V_{Plan} . Cette force sera équilibrée par une force de frottement interne entre les couches du fluide :

$$\frac{F}{A_{Plan}} = \mu \frac{V_{Plan}}{e} \quad (I.2.1)$$

Sous l’effet du déplacement relatif des différentes couches du fluide, des forces de frottement apparaissent entre les couches, forces qui s’exercent tangentiellement à la surface d’une couche, appelées *forces de cisaillement*. Ces forces sont rapportées à l’unité de surface et définissent ainsi la *contrainte de cisaillement*, notée τ et s’exprime en pascals ou en newton/m². L’écoulement est animé d’une vitesse qui varie continûment dans l’espace ; la vitesse maximale

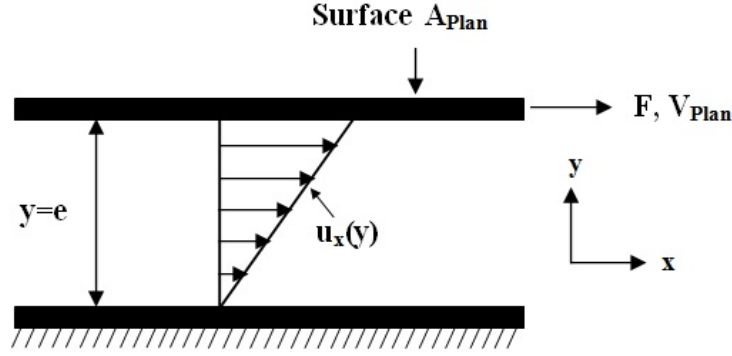


Figure I.2.1 – Représentation schématique d'un mouvement de cisaillement unidirectionnel linéaire.

de l'écoulement est à la limite supérieure et la vitesse diminue à travers l'épaisseur du fluide jusqu'à atteindre une valeur nulle au plan fixe, avec l'hypothèse de non-glissement à la paroi (Grossiord et Quemada (2002)).

Pour un *fluide newtonien* incompressible en écoulement laminaire, la contrainte de cisaillement tangentielle résultante est égale au produit de la *vitesse de cisaillement* ou du *taux de cisaillement*, notée $\dot{\gamma}$ (exprimée en s^{-1}) par la viscosité du fluide :

$$\tau_{yx} = \frac{F}{A_{Plan}} = \mu \left(-\frac{du_x}{dy} \right) = \mu \dot{\gamma}_{yx} \quad (I.2.2)$$

La constante de proportionnalité, μ qui est la *viscosité dynamique newtonienne* est, par définition, indépendante du taux de cisaillement ($\dot{\gamma}_{yx}$) ou de la contrainte de cisaillement (τ_{yx}) et ne dépend que de la nature du fluide, de la température et de la pression (Chhabra et Richardson (2008a)).

Cette équation, qui stipule que la force de cisaillement est proportionnelle au gradient de vitesse, est souvent appelée *loi de viscosité de Newton* (Bird *et al.* (2002)). Une généralisation de cette loi est donnée en annexe A.

La déformation, γ , qui est un *déplacement relatif* est définie par :

$$\gamma = \frac{dx}{dy} = \dot{\gamma} \Delta t \quad (I.2.3)$$

où dx est le déplacement induit par le cisaillement des deux plans séparés par une distance dy .

Tous les gaz, les liquides organiques simples, les solutions de sels inorganiques de faible poids moléculaire et tous les liquides purs et les solutions de faible poids moléculaire sont newtoniens et peuvent être décrits par l'équation I.2.2 (Chhabra et Richardson (2008a)). Dans ce qui suit, les indices sur $\dot{\gamma}_{yx}$ pour la vitesse de cisaillement et sur τ_{yx} pour la contrainte de cisaillement seront omis pour simplification.

I.2.2.1.2 Fluides non-newtoniens

Les suspensions, les émulsions, les polymères et d'autres fluides possédant des structures complexes ne peuvent pas être décrits par l'équation simple I.2.2 et montrent des déviations du comportement newtonien, ce sont des *fluides non-newtoniens*. Il s'agit de fluides dont la courbe d'écoulement est non linéaire ou ne passe pas par l'origine, c-à-d, à une température et une pression données, la *viscosité apparente* de ces fluides (définie par le quotient entre la contrainte et la vitesse de cisaillement) n'est pas constante mais dépend de la vitesse de cisaillement et/ou du temps et de l'histoire de l'écoulement de l'élément fluide (Chhabra et Richardson (2008a)). Ces fluides peuvent être divisés en trois classes générales :

1. Fluides aux comportements indépendants du temps (purement visqueux ou inélastiques) pour lesquels la contrainte de cisaillement en un point quelconque est fonction uniquement de la vitesse de cisaillement en ce point-là. Les courbes d'écoulement qualitatives de ces fluides sont représentées sur la figure I.2.2.
2. Fluides aux comportements dépendants du temps pour lesquels la relation entre la contrainte de cisaillement et la vitesse de cisaillement dépend, en outre, de la durée de cisaillement et du passé mécanique du fluide. Ils sont caractérisés par la manifestation d'effets d'hystérésis.
3. Fluides viscoélastiques qui présentent à la fois les caractéristiques des fluides et des solides élastiques et montrent une reprise élastique partielle après une déformation pour retrouver leur état initial.

Souvent, les matériaux présentent une combinaison de deux ou même des trois types de fluides non-newtoniens, toutefois, il est possible d'identifier la caractéristique non newtonienne dominante (Chhabra (2006b)).

Une description de ces différents comportements de fluides est au-delà de la portée de ce manuscrit et les lecteurs intéressés peuvent consulter d'excellents livres disponibles sur ce sujet (par exemple Coussot et Grossiord (2002); Chhabra (2006a) et Chhabra et Richardson (2008a)). Sont décrits ici uniquement les différents comportements purement visqueux, ils sont progressivement présentés dans la section qui suit, consacrée à une synthèse bibliographique sur la rhéologie des suspensions.

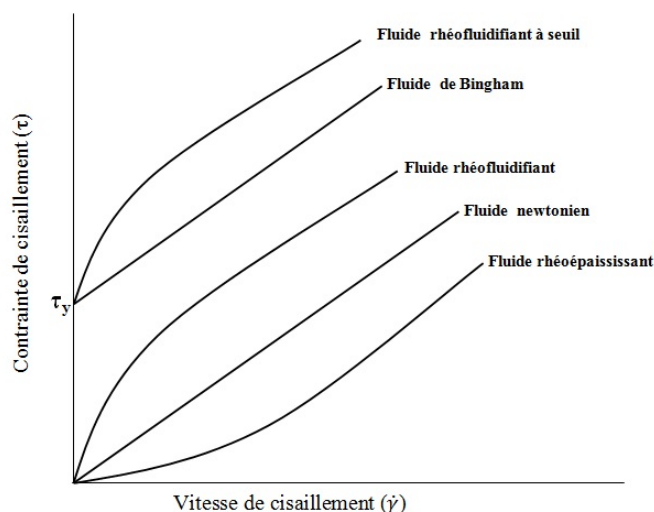


Figure I.2.2 – Types de comportements rhéologiques de fluides indépendants du temps.

I.2.2.2 Rhéologie des suspensions

Les particules en suspension dans les liquides provoquent une dissipation visqueuse supplémentaire et des viscosités plus élevées par rapport à celle du liquide pur sont observées, en particulier dans les systèmes concentrés. Les suspensions de particules diluées dans des liquides newtoniens se comportent généralement comme un fluide newtonien. Cependant, à des fractions volumiques intermédiaires ou élevées, la viscosité de la suspension devient une fonction de la vitesse ou de la contrainte de cisaillement appliquées.

La littérature sur la rhéologie des suspensions est abondante, clairement liée à l'importance du rôle que les suspensions jouent dans beaucoup de domaines. Un examen des principaux facteurs affectant la rhéologie des suspensions a été présenté ici. Pour de plus amples informations, le lecteur est invité à consulter d'excellentes critiques présentées par Jeffrey et Acrivos (1976); Barnes *et al.* (1989b) et Mewis (1996).

Les facteurs les plus importants qui affectent la viscosité des suspensions sont la fraction volumique des particules, Φ_v , la forme des particules, leur distribution de taille et les contraintes appliquées à l'écoulement. L'ajustement de ces facteurs peut considérablement optimiser le comportement rhéologique des suspensions visant à obtenir par exemple des viscosités plus faibles qui augmenterait l'efficacité énergétique d'un processus quelconque. Sont considérées ici uniquement, les particules à petit nombre de Reynolds, c'est-à-dire que les particules sont essentiellement portées par l'écoulement, sans avoir de mouvement relatif très important.

La viscosité apparente de la suspension, η_s est souvent exprimée par rapport à la viscosité

de la phase continue μ et est appelée *viscosité apparente relative* :

$$\eta_r = \eta_s / \mu \quad (\text{I.2.4})$$

I.2.2.2.1 Effet de la vitesse de cisaillement

Pour les faibles fractions volumiques de particules, la viscosité de suspensions est indépendante de la vitesse de cisaillement. À des fractions plus élevées, la viscosité présente une dépendance typique en trois étapes avec la vitesse de cisaillement. La forme générale des courbes d'écoulement des suspensions est représentée sur la figure I.2.3.

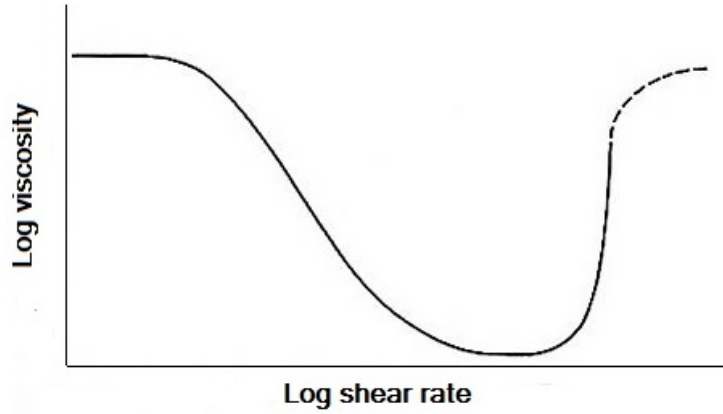


Figure I.2.3 – Forme générale de la courbe d'écoulement d'une suspension concentrée (Barnes *et al.* (1989b)).

Pour de faibles vitesses de cisaillement, un premier plateau newtonien (caractérisé par η_0 , équation I.2.5) est suivi par une région *rhéofluidifiante* (**shear thinning**) à des $\dot{\gamma}$ intermédiaires où la viscosité diminue, puis par un aplatissement vers un second plateau newtonien (caractérisé par η_∞ , équation I.2.6).

$$\lim_{\dot{\gamma} \rightarrow 0} \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = \eta_0 \quad (\text{I.2.5})$$

$$\lim_{\dot{\gamma} \rightarrow \infty} \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = \eta_\infty \quad (\text{I.2.6})$$

Quand la suspension est cisailée à de très faibles taux de cisaillement, alors il doit y avoir beaucoup de mouvement coopératif pour permettre à ces particules de se déplacer dans le sens d'écoulement, tout en maintenant la distribution aléatoire dans la suspension, donc la viscosité est élevée (Barnes (2000)). Lorsque la suspension est cisailée à une vitesse élevée, la diminution de la viscosité apparente peut être apparentée à la rupture progressive des amas de particules formés à faible cisaillement (Quemada (1998)) et/ou une orientation préférentielle des particules pour offrir une moindre résistance à l'écoulement (Le Neindre

(2004)). La rhéofluidification est le comportement indépendant du temps le plus fréquent, il est caractérisé par une viscosité apparente qui diminue lorsque la vitesse de cisaillement croît. Le plateau présent à cisaillement élevé (caractérisé par η_∞) est dû à l'alignement des particules dans la direction de l'écoulement (Zhou *et al.* (2001)).

De nombreuses suspensions présentent des viscosités η_0 et η_∞ à vitesses de cisaillement inférieures à 10^{-2} s^{-1} et au-dessus de 10^5 s^{-1} , respectivement (Chhabra et Richardson (2008a)).

Lorsque les vitesses de cisaillement sont très élevées (figure I.2.3), les suspensions présentent des viscosités apparentes très importantes, c'est le comportement *rhéoépaississant* (**shear thickening**). En effet, il est possible que l'acte même de la déformation provoque un réarrangement de la microstructure de la suspension telle que sa résistance à l'écoulement augmente avec la vitesse de cisaillement (Barnes *et al.* (1989a)). Cette augmentation remarquable de la résistance à l'écoulement des suspensions peut fournir un moyen de dissipation d'énergie très efficace (Brown et Jaeger (2014)).

Suspensions avec un seuil d'écoulement

Les suspension peuvent aussi être caractérisées par l'existence d'un *seuil d'écoulement* (τ_y) (**yield stress**) qui doit être dépassé avant qu'elles ne commencent à se déformer ou à s'écouler. Lorsque la contrainte appliquée est inférieure au seuil d'écoulement, la suspension se comporte comme un solide et sa viscosité est infinie à une vitesse de cisaillement nulle (à ne pas confondre avec η_0) et au delà, la viscosité apparente est constante ou diminue avec le taux de cisaillement. Ce comportement peut être interprété par la destruction des structures internes de la suspension qui se forment au repos (Guyon *et al.* (2001a)).

La suspension est dite *de Bingham* et est caractérisée par une *viscosité plastique* lorsque la viscosité (pour $\tau > \tau_y$) est constante. Lorsque la viscosité apparente diminue avec la vitesse de cisaillement, la suspension est *rhéofluidifiante à seuil* (figure I.2.2).

Modélisation mathématique

De nombreuses expressions ont été proposées dans la littérature pour modéliser le comportement rhéologique de fluides complexes indépendants du temps en fonction de la vitesse de cisaillement ; certaines de ces équations sont basées sur des considérations théoriques et d'autres ont été établies de manière empirique. Les modèles les plus usuels sont donnés dans l'annexe B.

Loi de puissance ou modèle d'Ostwald de Waele

La relation entre la contrainte de cisaillement et le taux de cisaillement (tracé sur des coordonnées logarithmiques doubles) pour un fluide rhéofluidifiant ou rhéoépaississant peut souvent être approchée par une ligne droite sur une plage limitée du taux de cisaillement (ou de contrainte). Pour cette partie de la courbe, une loi de puissance s'applique :

$$\tau(\dot{\gamma}) = K\dot{\gamma}^n \quad (\text{I.2.7})$$

n représente l'indice d'écoulement du fluide et K est l'indice de consistance. Par conséquent, la viscosité de la suspension est définie par :

$$\eta_s(\dot{\gamma}) = K\dot{\gamma}^{n-1} \quad (\text{I.2.8})$$

Pour $n < 1$, le fluide présente un comportement rhéofluidifiant.

Pour $n = 1$, le fluide est newtonien.

Pour $n > 1$, le fluide possède un comportement rhéoépaississant.

I.2.2.2 Effet de la fraction volumique des particules

La fraction volumique des particules solides possède l'effet le plus important sur la viscosité des suspensions. Lorsque des particules sont en suspension dans un liquide isotrope homogène, la viscosité du fluide résultant est augmentée. Qualitativement, le comportement rhéologique d'une suspension de viscosité indépendante du temps présente les caractéristiques suivantes.

Les suspensions diluées se comportent comme des fluides homogènes newtoniens de viscosité apparente supérieure à celle du fluide suspendant (Guyon *et al.* (2001b)). Quand la concentration augmente, le comportement de la suspension devient de plus en plus non-newtonien avec une viscosité en forte augmentation quand la vitesse de cisaillement diminue (ou une diminution de la viscosité pour certaines suspensions) cas des suspensions rhéoépaississantes). L'apparition éventuelle d'un seuil d'écoulement à de faibles vitesses de cisaillement est observée, notamment pour les suspensions de particules colloïdales.

Néanmoins, certains résultats expérimentaux ont montré un comportement newtonien pour des concentrations élevées pour certaines suspensions (jusqu'à 40%) (Kawatra *et al.* (1996); De Souza *et al.* (2010)) En revanche, une viscosité dépendante de la vitesse de cisaillement a été observée à des fractions volumiques faibles ($\Phi_v = 0.02$) (Ziegel (1970)).

La figure I.2.4 représente schématiquement les microstructures possibles que peuvent présenter les suspensions de particules solides à différentes fractions volumiques du solide

en fonction de la vitesse de cisaillement. À chaque fraction, plus d'une microstructure est possible ; cela dépend des interactions entre les particules et la phase continue.

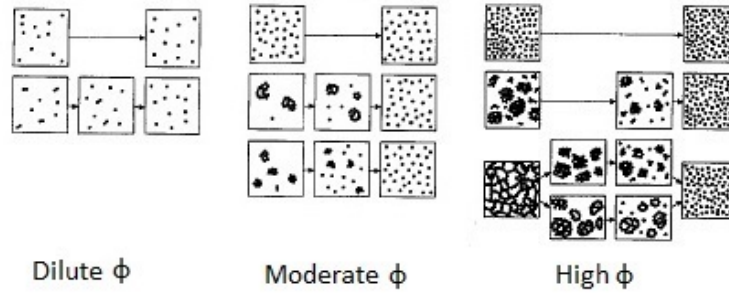


Figure I.2.4 – Illustration des microstructures de suspensions possibles à différentes fractions volumiques du solide en fonction de la vitesse de cisaillement (Wildemuth et Williams (1985)).

Les figures I.2.5 et I.2.6 présentent le comportement de suspensions de particules d'hématite en fonction de la concentration volumique des particules à des vitesses de cisaillement données. Altin *et al.* (2006) ont étudié le comportement rhéologique des suspensions d'hématite, de taille moyenne égale à 350 nm dans un liquide ionique (ECOENGTM212) à 40 °C et Jennings Jr (1969) a examiné l'effet de surfactants sur la rhéologie des suspensions d'hématite, de diamètre moyen de 44 μm, dispersées dans l'eau distillée à 25 °C. La caractéristique commune de ces résultats est le comportement rhéofluidifiant que présentent les différentes suspensions d'hématite et qui s'accroît avec l'augmentation de la fraction volumique du solide.

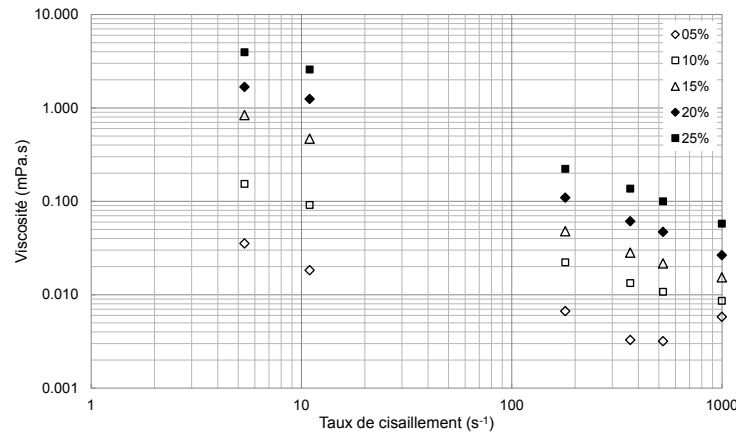


Figure I.2.5 – Comportement rhéologique de suspensions d'hématite dans l'eau à 25 °C pour différentes fractions volumiques du solide (Jennings Jr (1969)) (Modifiée).

Rutgers (1962) et Thomas (1965) ont défini trois régimes selon la valeur de la fraction volumique des particules, Φ_v :

- (i) Un régime dilué, limité à $\Phi_v \leq 0.01$ (pour Thomas (1965)) et $\Phi_v \leq 0.02$ (selon Rutgers

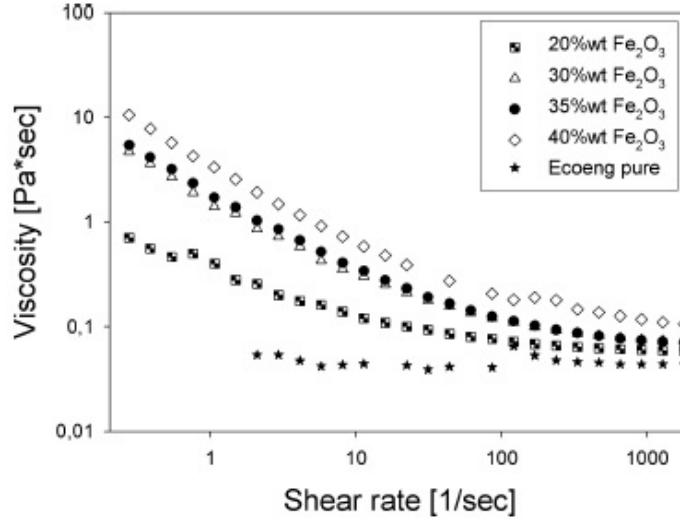


Figure I.2.6 – Comportement rhéologique de suspensions d’hématite dans un liquide ionique (ECOENG™212) à 40 °C pour différentes fractions volumiques du solide (Altin *et al.* (2006)).

(1962)), où la viscosité apparente relative, η_r est une fonction linéaire de Φ_v et le comportement rhéologique est par conséquent newtonien.

- (ii) Un régime semi-dilué, $\Phi_v \leq 0.25$, où η_r montre une dépendance d’ordre supérieur de Φ_v et la relation devient non-linéaire mais le comportement peut être encore newtonien.
- (iii) Un régime concentré, $\Phi_v > 0.25$, caractérisé par une croissance rapide de la viscosité apparente et un comportement de plus en plus non-newtonien avec Φ_v .

Suspensions diluées et semi-diluées

La viscosité des suspensions diluées est newtonienne et augmente avec la fraction volumique des particules. La présence des particules dans le liquide provoque une perturbation hydrodynamique du champ d’écoulement ce qui conduit à l’augmentation de la dissipation visqueuse (Zhou *et al.* (2001); Mader *et al.* (2013)).

Einstein (1906, 1911) fut le premier à dériver une expression théorique de la viscosité relative de suspensions très diluées de sphères dures dans un fluide newtonien et a montré que les particules augmentent la viscosité d’un liquide d’une façon linéaire :

$$\eta_r = 1 + [\eta]\Phi_v \quad (\text{I.2.9})$$

La constante $[\eta]$ est appelée *coefficient d’Einstein* ou *viscosité intrinsèque*. Selon la théorie d’Einstein, $[\eta] = 2.5$ pour des sphères solides (avec une interface rigide), cependant Jeffrey et Acrivos (1976) ont constaté que $[\eta]$ peut varier entre 1.5 et 5.

Le résultat est remarquablement simple et général; il ne dépend pas de la taille des particules (browniennes ou non), ni de la nature de l'écoulement dans lequel se trouve la particule, la seule hypothèse faite est l'absence d'interactions hydrodynamiques entre les particules (Guyon *et al.* (2001b)).

Thomas (1965) a constaté que la relation d'Einstein est uniquement valable pour $\Phi_v \leq 0.01$ et Rutgers (1962) pour $\Phi_v \leq 0.02$, ce qui limite sévèrement l'utilité pratique de cette relation. Plusieurs auteurs ont tenté d'étendre cette relation pour couvrir les suspensions de particules semi-diluées (Vand (1948); Manley et Mason (1955); Batchelor et Green (1972); Batchelor (1977); Mendoza et Santamaría-Holek (2009)) en considérant les coefficients d'ordre supérieur négligés par Einstein, proposant une relation de la forme :

$$\eta_r = 1 + [\eta]\Phi_v + k_1\Phi_v^2 + \dots \quad (\text{I.2.10})$$

avec $[\eta] = 2.5$ et $7.349 \leq k_1 \leq 12.6$.

Ces relations polynomiales décrites étendent la gamme des concentrations volumiques jusqu'à typiquement une dizaine de pourcents mais décrivent généralement mal les données expérimentales quand $\Phi_v > 0.1$. Elles ne décrivent pas la croissance rapide de la viscosité apparente prévue avec l'augmentation de Φ_v et prédisent une valeur finie de la viscosité quand Φ_v tend vers 1. Ce résultat est clairement aberrant car l'empilement le plus dense possible pour des particules sphériques monodisperses est $\Phi_{max} = 0.7406$, pour lequel la viscosité doit être infinie (Mueller *et al.* (2010)).

Suspensions concentrées

Aux fractions de particules élevées, $\Phi_v > 0.25$, la viscosité est dominée par les interactions entre les particules. La limite inférieure de ce régime est essentiellement définie par la fraction à laquelle les réseaux de particules commencent à se former et un seuil d'écoulement est éventuellement observé (Mader *et al.* (2013)). Compte tenu de ce qui précède, les relations $\eta_r = \eta_r(\Phi_v)$ qui modéliseront de manière plus efficace les données expérimentales dans le régime concentré doivent inclure la fraction d'empilement maximale, Φ_{max} en tant que paramètre pour définir une limite où la viscosité devient infinie (Mueller *et al.* (2010)).

En termes rhéologiques, Φ_{max} peut être définie comme la fraction volumique à laquelle les particules perdent leur mobilité, la suspension devient «figée» et la viscosité tend vers l'infini (Mader *et al.* (2013)).

De nombreuses expressions ont été proposées pour exprimer la viscosité apparente des

suspensions concentrées en fonction de la fraction de particules sphériques. Une des premières relations connues est celle de Roscoe (1952) :

$$\eta_r = (1 - b\Phi_v)^{-2.5} \quad (\text{I.2.11})$$

où b est un paramètre empirique ; $b = 1$ pour une suspension polydisperse et $b = 1/\Phi_{max} = 1.35$ pour une suspension monodisperse.

Une autre expression des plus connues est la relation semi-empirique de Krieger et Dougherty (1959) :

$$\eta_r = \left(1 - \frac{\Phi_v}{\Phi_{max}}\right)^{-[\eta]\Phi_{max}} \quad (\text{I.2.12})$$

Le terme $[\eta]$ est la viscosité intrinsèque ou le *facteur de surpeuplement* (**crowding factor**) initialement proposé par Mooney (1951), est généralement un paramètre d'ajustement de courbe. L'équation I.2.12 se réduit à l'équation d'Einstein dans le régime dilué. Cette relation a été largement vérifiée expérimentalement et est valable pour l'ensemble de la gamme des fractions volumiques.

Une approche théorique développée par Quemada (1977) a permis de proposer la relation :

$$\eta_r = \left(1 - \frac{\Phi_v}{\Phi_{max}}\right)^{-2} \quad (\text{I.2.13})$$

De nombreuses études théoriques et, plus récemment, numériques ont apporté une contribution essentielle à la modélisation de la rhéologie des suspensions concentrées. Essentiellement, la plupart de ces travaux introduisent des corrélations prenant en compte les interactions hydrodynamiques et fournissent un cadre qui explique comment la microstructure des systèmes modifie la viscosité en fonction de la fraction volumique des particules (Santamaría-Holek et Mendoza (2010)).

Quelques relations théoriques, semi-empiriques ou empiriques proposées pour décrire la variation de la viscosité relative de suspensions de particules sphériques monodisperses en fonction de la fraction volumique dans des fluides newtoniens sont présentées dans le tableau I.2.1.

La figure I.2.7 présente l'ajustement des résultats de viscosité relative de suspensions saturées de cristaux en fonction de la fraction volumique solide par différents modèles (De Souza *et al.* (2010)). Comme prévu, l'équation d'Einstein (1911) a pu décrire les données expérimentales aux faibles fractions volumiques (<0.1), à l'inverse du modèle théorique proposé par Frankel et Acrivos (1967) qui représente mieux les données pour des fractions volumiques plus élevées.

Auteurs	Expressions	Domaines de Φ_v et paramètres
Einstein (1911)	$\eta_r = 1 + 2.5\Phi_v$	$\Phi_v < 0.1$
Eilers (1941)	$\eta_r = \left[1 + \frac{1.25\Phi_v}{\left(1 - \frac{\Phi_v}{\Phi_{max}}\right)} \right]^2$	
Vand (1948)	$\eta_r = \exp\left(\frac{2.5\Phi_v + 2.7\Phi_v^2}{1 - 0.609\Phi_v}\right)$	$\Phi_v < 0.5$
Robinson (1949)	$\eta_r = 1 + \frac{k_R\Phi_v}{1 - S'\Phi_v}$	k_R et S' constantes ajustables, $\Phi_v < 0.5$
Mooney (1951)	$\eta_r = \exp\left(\frac{[\eta]\Phi_v}{1 - k_M\Phi_v}\right)$	$1.35 < k_M < 1.91$
Simha (1952)	$\eta_r = \left(1 + \frac{5}{2}\Phi_v\right) \left[1 + \frac{25}{4f^3}\Phi_v - \frac{21}{2f^5}\Phi_v^{5/3} + \frac{625}{16f^6}\Phi_v^2\right]$	$1 < f < 2$, diluée
	$\lim_{\Phi_v \rightarrow \Phi_{max}} \eta_r = \frac{54}{5f^3} \frac{\Phi_v^2}{\left(1 - \frac{\Phi_v}{\Phi_{max}}\right)^3}$	$1 < f < 2$, très concentrée
Roscoe (1952)	$\eta_r = (1 - b\Phi_v)^{-2.5}$	Particules monodisperses, $b = 1.35$, $\Phi_v > 0.05$
Manley et Mason (1955)	$\eta_r = 1 + 2.5\Phi_v + 10.01\Phi_v^2$	
Happel (1957)	$\eta_r = \exp(4.58\Phi_v)$	$\Phi_v \leq 0.3$
Krieger et Dougherty (1959)	$\eta_r = \left(1 - \frac{\Phi_v}{\Phi_{max}}\right)^{-[\eta]\Phi_{max}}$	
Thomas (1965)	$\eta_r = 1 + 2.5\Phi_v + 10.05\Phi_v^2 + 0.00273 \exp(16.60\Phi_v)$	$\Phi_v < 0.6$

Frankel et Acrivos (1967)	$\eta_r = \frac{9}{8} \left(\frac{\frac{\Phi_v}{\Phi_{max}}^{\frac{1}{3}}}{1 - \frac{\Phi_v}{\Phi_{max}}^{\frac{1}{3}}} \right)$	$\Phi_v < 0.6$
Chong <i>et al.</i> (1971)	$\eta_r = \left(1 + 0.75 \frac{\frac{\Phi_v}{\Phi_{max}}}{1 - \frac{\Phi_v}{\Phi_{max}}} \right)^2$	$\Phi_v < 0.6$
Batchelor et Green (1972)	$\eta_r = 1 + 2.5\Phi_v + 7.6\Phi_v^2$	Particules non browniennes
Barnea et Mizrahi (1973)	$\eta_r = \exp\left(\frac{\frac{8}{3}\Phi_v}{1 - \Phi_v}\right)$	
Batchelor (1977)	$\eta_r = 1 + 2.5\Phi_v + 6.2\Phi_v^2$	Particules browniennes
Quemada (1977)	$\eta_r = \left(1 - \frac{\Phi_v}{\Phi_{max}} \right)^{-2}$	$\Phi_v < 0.6$
Bedeaux (1983)	$\eta_r = 1 + \frac{5}{2} \frac{\Phi_v}{(1 - \Phi_v)}$	
Beenakker (1984)	$\eta_r = 1 + \frac{5}{2}\Phi_v \left(1 - \frac{5}{2}\Phi_v \right)^{-1}$	$\Phi_v < 0.4$
Mills (1985)	$\eta_r = \frac{1 - \Phi_v}{\left(1 - \frac{\Phi_v}{\Phi_{max}} \right)^2}$	
De Kruif (1990)	$\eta_r^0 = 1 + 2.5\Phi_v + (4 \pm 2)\Phi_v^2 + (42 \pm 10)\Phi_v^3 + \dots$	$\Phi_v < 0.35$
	$\eta_r^\infty = 1 + 2.5\Phi_v + (4 \pm 2)\Phi_v^2 + (25 \pm 7)\Phi_v^3 + \dots$	$\Phi_v < 0.35$
Clercx et Schram (1992)	$\eta_r^\infty = \left[1 + \frac{\frac{5}{2}\Phi_v + 1.42\Phi_v^2}{1 - 1.42\Phi_v} \right]$	
Tseng et Lin (2003)	$\eta_r = 13.47 \exp(35.98\Phi_v)$	$\Phi_v < 0.12$
Khodakov (2004)	$\eta_r = 5 \left(1 - (1.5(1 - \Phi_v)^{1.5} + 1 + \Delta_K)\Phi_v \right)^{-1}$	$\Phi_v \leq 0.1$, Δ_K : paramètre

Toda et Furuse (2006)	$\eta_r = \frac{1 + 0.5\kappa\Phi_v - \Phi_v}{(1 - \kappa\Phi_v)^2(1 - \Phi_v)}$	$\kappa = 1 + 0.6\Phi_v, \Phi_v < 0.4$
Chougnnet <i>et al.</i> (2008)	$\eta_r = \frac{(1 - \Phi_{\text{eff}})}{\left(1 - \frac{\Phi_{\text{eff}}}{\Phi_{\text{max}}}\right)^2}$	$\Phi_{\text{eff}} = \Phi_v K_C \left(\frac{1}{\tau}\right)^{x_C} \quad K_C \text{ et } x_C \text{ constantes}$
Mendoza et Santamaría-Holek (2009)	$\eta_r = (1 - \Phi_{\text{eff}})^{5/2}$	$\Phi_{\text{eff}} = \frac{\Phi_v}{1 - c_M\Phi_v}, c_M = \frac{1 - \Phi_{\text{max}}}{\Phi_{\text{max}}}$
Brouwers (2010)	$\eta_r = \left(\frac{1 - \Phi_v}{1 - \frac{\Phi_v}{\phi_1}}\right)^{C_1\phi_1/(1-\phi_1)}$	$\phi_1 = 0.64, C_1 = 2.5$
Santamaría-Holek et Mendoza (2010)	$\eta_r = \left(1 - \left(\frac{\Phi_v}{1 - c_S\Phi_v}\right)\right)^{-[\eta]}$	$c_S = \frac{1 - \Phi_{\text{max}}}{\Phi_{\text{max}}}$

Tableau I.2.1 – Relations analytiques, semi-empiriques et empiriques exprimant la dépendance de la viscosité de suspensions en fonction de la fraction volumique des particules solides.

L'équation de Mooney (1951) a donné lieu à un bon ajustement, avec $k_M = 1.35$ (k_M constante dans l'équation de Mooney (1951), voir tableau I.2.1). Enfin, le modèle de Krieger et Dougherty (1959) a donné le meilleur ajustement, avec une valeur de viscosité intrinsèque de 2.61, qui est légèrement supérieure à celle prédite par l'équation d'Einstein (1911) car les cristaux de saccharose sont de forme non-sphérique.

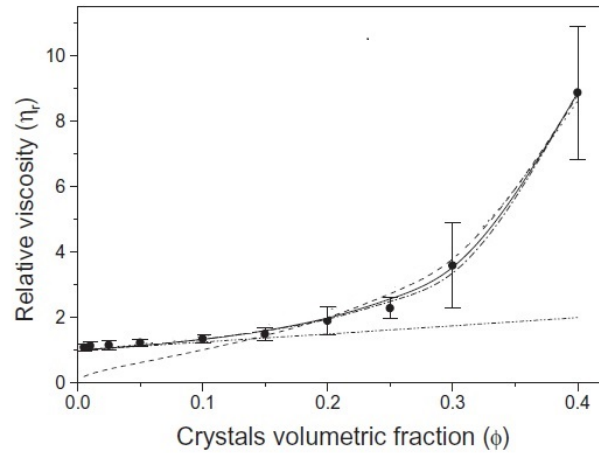


Figure I.2.7 – Ajustement des résultats de viscosité relative de suspensions saturées de cristaux en fonction de la fraction volumique solide par différents modèles (- · · -) Einstein (1911), (- - -) Frankel et Acrivos (1967), (- · · -) Krieger et Dougherty (1959), (-) Mooney (1951).

Tous ces modèles supposent un comportement newtonien. Comme nous l'avons vu, un comportement newtonien est seulement valable dans les régimes dilués et à la limite semi-diluée. Pour des fractions volumiques supérieures, une description complète de la rhéologie des suspensions doit inclure le comportement non-newtonien, c'est-à-dire, les modèles décrivant la dépendance de la viscosité avec la vitesse de cisaillement (présentés dans l'annexe B).

À la lumière de la précédente remarque, des modèles plus spécifiques aux suspensions (en fonction de $\dot{\gamma}$ ou de τ et de Φ_v) sont proposés. Krieger et Dougherty (1959) ont obtenu une équation pour les suspensions de sphères (pour $\Phi_v < 0.54$), sur la base de l'équilibre entre la cinétique de formation de doublets de particules par le mouvement brownien et leur rupture due à la contrainte appliquée. Ziegel (1970) a proposé une relation (pour $\Phi_v < 0.03$) pour les suspensions de fibres, à partir d'un modèle qui évalue le taux de dissipation d'énergie moyenne en fonction du taux de cisaillement appliqué. Quemada (1978) a étendu son équation I.2.13, proposée pour des suspensions newtoniennes, à la description du comportement non-newtonien. Ces relations sont présentées dans le tableau I.2.2.

Auteurs	Équations	Paramètres
Krieger et Dougherty (1959)	$\frac{\eta - \eta_\infty}{\eta_0 - \eta_\infty} = \left(1 + \frac{\tau}{\tau_c}\right)^{-1}$	τ_c : contrainte de cisaillement critique
Ziegel (1970)	$\frac{\eta - \mu}{\mu \Phi_v} = \left(\frac{3\alpha' z \beta}{\dot{\gamma}} + 1 - z\right) \frac{(p_{ra})^{5/8}}{9.668}$	z, α', β : paramètres, p_{ra} : rapport d'aspect
Quemada (1978)	$\eta_r = \left(1 - \frac{1}{2} \tilde{k} \Phi_v\right)^{-2}$ $\tilde{k} = \frac{k_0 + k_\infty \dot{\gamma}_R^{r'}}{1 + \dot{\gamma}_R^{r'}}$	$\dot{\gamma}_R = \frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c}, 0 \leq r' \leq 1, \dot{\gamma}_c$: taux de cisaillement critique, k_0 et k_∞
		viscosités intrinsèques à $\dot{\gamma}_R=0$
		et $\dot{\gamma}_R = \infty$

Tableau I.2.2 – Relations exprimant la viscosité des suspensions en fonction de la vitesse ou de la contrainte de cisaillement et de la fraction volumique des particules.

I.2.2.2.3 Effet de la taille et de la distribution de taille des particules

Selon Agarwala *et al.* (1992); Liddell et Boger (1994); Djalili-Moghaddam et Toll (2006); Mangesana *et al.* (2008), la viscosité des suspensions monodisperses augmente quand la taille des particules diminue. Cette dépendance peut s'expliquer, par le fait que, quand la taille des particules diminue, le nombre de particules dans la suspension augmente pour une fraction volumique donnée. Le résultat de cette augmentation du nombre de particules est une diminution de la distance moyenne entre les particules qui se traduit par une augmentation des interactions entre les particules et la viscosité de la suspension se trouve ainsi augmentée.

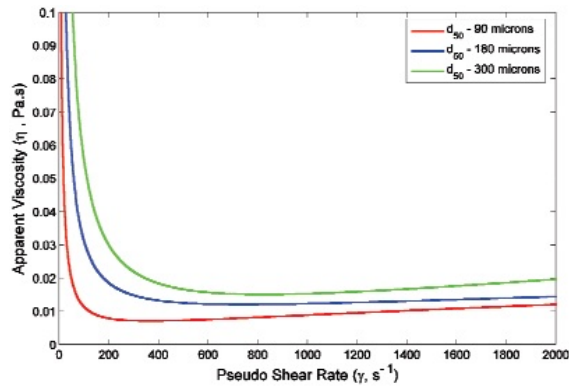


Figure I.2.8 – Effet de la taille des particules sur la rhéologie des suspensions de particules de sable de silice, concentration volumique = 0.20% (Mangesana *et al.* (2008)).

La viscosité dépend aussi de la distribution granulométrique des particules. Pour des suspensions de particules sphériques polydisperses, la fraction d'empilement maximale est

plus élevée car les petites particules peuvent occuper l'espace libre entre les grosses particules. Dans les conditions d'écoulement, les petites particules agissent comme un lubrifiant pour l'écoulement des particules plus grandes, réduisant ainsi la viscosité globale. Cet effet est observé surtout dans le cas de suspensions concentrées (Chong *et al.* (1971); Saraf et Khullar (1975); Boylu *et al.* (2004); Genovese (2012); Liu *et al.* (2012)).

I.2.2.2.4 Effet de la forme des particules

La non sphéricité des particules présente plusieurs effets supplémentaires. L'écoulement local autour d'une particule non sphérique est différent de celui autour d'une particule sphérique, la contribution de la particule à la viscosité de la suspension est également différente, il y a une dissipation d'énergie additionnelle et par conséquent une augmentation de la viscosité (Clarke (1967); Moreland (1963); Tsai *et al.* (1992); Yuan et Murray (1997); Mueller *et al.* (2010)). Les particules non sphériques sont orientables et peuvent donner lieu à un comportement anisotrope comme une orientation préférentielle des particules sous l'action du cisaillement (Turian *et al.* (1997)). Les interactions entre les particules sont fortement influencées par la forme des particules. En général, les particules non sphériques commencent à interagir à des fractions volumiques inférieures, comme dans le cas de la sédimentation des suspensions et peuvent s'empiler plus étroitement que des sphères, par conséquent, des viscosités plus élevées sont observées (Mewis et Macosko (1994); Mueller *et al.* (2010)).

La figure I.2.9 illustre comment la viscosité relative augmente avec l'augmentation du rapport d'aspect, p_{ra} (défini précédemment dans la section I.1.2.1.1) ou la non-sphéricité des particules. Ainsi, la viscosité d'une suspension de fibres est bien plus élevée que celle d'une suspension de sphères pour une fraction de volume de particules et une vitesse de cisaillement données.

Brodnyan (1959) a utilisé la méthode appliquée par Mooney (1951) pour une suspension de sphères, pour aboutir à une relation empirique pour exprimer la viscosité de suspensions de particules non sphériques en fonction de la fraction volumique, pour un rapport d'aspect, p_{ra} , donné :

$$\eta_r = \exp \left(\frac{2.5\Phi_v + 0.399(p_{ra} - 1)^{1.48}\Phi_v}{1 - \frac{\Phi_v}{\Phi_{max}}} \right) \quad (I.2.14)$$

La morphologie de la particule a un grand effet sur la viscosité intrinsèque, $[\eta]$ et la fraction d'empilement maximale, Φ_{max} (Smith et Bruce (1979); Mueller *et al.* (2011)). En général,

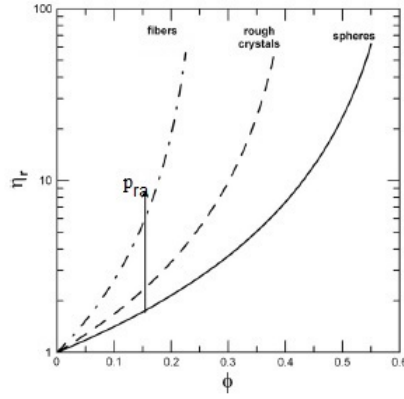


Figure I.2.9 – La viscosité relative en fonction de la fraction volumique solide de suspensions de particules de formes différentes, prédites par l'équation de Quemada (1977) (I.2.13). Pour des sphères ($\Phi_{\max}=0.63$), pour les cristaux bruts ($\Phi_{\max}=0.44$) et les fibres possèdent un rapport d'aspect p_{ra} égal à 23 ($\Phi_{\max}=0.26$) (Genovese (2012)).

la non sphéricité des particules produit une augmentation de la viscosité intrinsèque et une diminution de la fraction d'empilement maximale, mais leur produit reste approximativement égal à 2 (Barnes (2000); Genovese (2012)). Bien que son calcul soit difficile, il y a quelques cas où $[\eta]$ a été obtenue analytiquement comme dans le cas de sphères (Einstein (1906, 1911)) et des ellipsoïdes (prolates et oblates) (Jeffery (1922)) et numériquement pour différentes formes (Zhou (1995); Boek *et al.* (1997)).

Le tableau I.2.3 présente les expressions de la viscosité intrinsèque proposées par Scheraga (1955) et Blakeney (1966) en fonction du rapport d'aspect des particules, p_{ra} .

Auteurs	Expressions	Validité
Scheraga (1955)	$[\eta] = \frac{p_{ra}^2}{15(\ln 2p_{ra} - 3/2)} + \frac{p_{ra}^2}{5(\ln 2p_{ra} - 1/2)} + \frac{14}{15}$	
Blakeney (1966)	$[\eta] = \left[\frac{0.355p_{ra}^2}{\pi(\ln 2p_{ra} - 1.80)} \right] \cdot \left[\frac{1}{3.72 + 0.547p_{ra}} \right]$	$15 < p_{ra} < 140$ et $\Phi_v > 1.5/p_{ra}^2$

Tableau I.2.3 – Expressions de viscosités intrinsèques en fonction du rapport d'aspect.

Nous avons rapporté dans les sections ci-dessus les principaux paramètres qui influencent le comportement rhéologique des suspensions. Bien évidemment, il existe d'autres facteurs qui peuvent affecter la rhéologie des suspensions, par exemple : la masse volumique des particules (Tsai *et al.* (1992); Gustafsson *et al.* (2008)), la nature des particules (Pal (2003); van der Vaart *et al.* (2013)), leur rugosité (Wilson et Davis (2000)), l'application d'un champ électrique (Espín *et al.* (2004, 2006a); Ramos-Tejada *et al.* (2009)) et la gravité (Bakhtiyarov et Overfelt (1999)). Les propriétés rhéologiques de suspensions de particules colloïdales peuvent être aussi

contrôlées par la régulation du pH du milieu ou par l'ajout d'additifs.

I.2.2.3 Outils de caractérisation du comportement rhéologique des suspensions

Les méthodes de caractérisation rhéologique des suspensions comprennent la mesure directe de la relation rhéologique entre contrainte et gradient de vitesse avec un viscosimètre ou un rhéomètre et des caractérisations indirectes par des mesures du potentiel zêta, par exemple. Les principales géométries dédiées à la caractérisation rhéologique sont présentées dans l'annexe C. Cependant, mesurer la viscosité des suspensions est connue pour être compliquée. Souvent, les effets de bords sont impliqués, mais d'autres phénomènes interviennent aussi (glissement aux parois, sédimentation des particules) et affectent la validité des mesures.

Au vu des artefacts que présentent les géométries conventionnelles, plusieurs auteurs ont proposé, soit des modifications sur des géométries conventionnelles ou de nouvelles géométries, principalement des agitateurs rotatifs.

I.2.2.3.1 Géométries conventionnelles modifiées

Klein *et al.* (1995) ont suggéré une variante de la géométrie double Couette pour mesurer les propriétés rhéologiques des suspensions de magnétite qui sédimentent fortement. En augmentant la hauteur du cylindre fixe d'un double Couette, ils ont parvenu à faire des mesures dans une zone homogène, loin des zones supérieures et inférieures. Des rainures verticales ont été également réalisées sur les surfaces des cylindres tournant et fixe pour réduire les effets de glissement à la paroi.

De leur côté, Nguyen *et al.* (2000) ont développé un rhéomètre qui empêche la sédimentation de suspensions fonctionnant en régime continu, amélioré plus tard par Akroyd et Nguyen (2003a,b). Le rhéomètre est conçu sur la base des principes fondamentaux de l'écoulement hélicoïdal, qui est la combinaison de l'écoulement tangentiel de Couette et de l'écoulement axial (figure I.2.10). La composante de l'écoulement axial supplémentaire devrait garder les particules en suspension dans le système, à condition que le débit soit suffisamment élevé.

Des systèmes similaires composés d'un viscosimètre à cylindres concentriques et d'un viscosimètre capillaire ont été utilisés par Kawatra *et al.* (1996, 1999), qui consistent à imposer une circulation continue de la suspension à l'aide d'une pompe externe dans le viscosimètre.

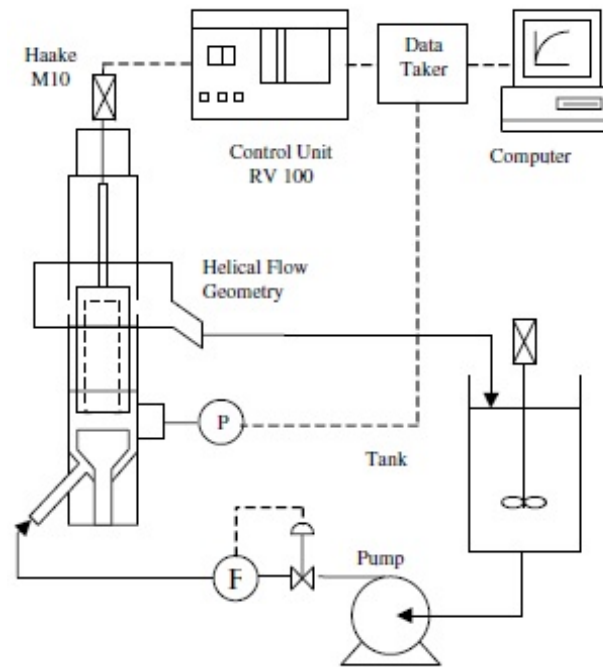


Figure I.2.10 – Schéma du système expérimental comprenant un rhéomètre avec écoulement (Akroyd et Nguyen (2003b)).

I.2.2.3.2 Géométries non conventionnelles

Les géométries classiques bien définies devraient idéalement être utilisées pour la caractérisation rhéologique. Cependant, des mesures fiables des propriétés rhéologiques des suspensions en utilisant ces instruments peuvent être limitées, difficiles, voire impossibles. Imaginer de nouveaux instruments spécifiques de mesure des paramètres rhéologiques des suspensions était nécessaire. Les conceptions les plus simples et les plus populaires emploient des mélangeurs-agitateurs tels que le ruban hélicoïdal, l'ancre et la géométrie vane (figure I.2.11). Le couple requis pour faire tourner ces mobiles à une certaine vitesse de rotation est mesuré à partir duquel une mesure de la viscosité de la suspension peut être faite.

Ces mobiles sont censés fournir une action de mélange suffisante pour maintenir une composition homogène de la suspension à travers l'entrefer, éviter les glissement à la paroi et réduire la tendance des particules à sédimenter en introduisant un écoulement secondaire (Vlachou et Piau (2000); Cullen *et al.* (2003)).

Les étalonnages sont toujours nécessaires avec ces viscosimètres-mélangeurs soit en utilisant des liquides newtoniens standard de viscosités connues ou en utilisant la relation développée par Metzner et Otto (1957) pour l'agitation de liquides non newtoniens. Une approximation considérant le système comme une géométrie cylindrique effective est utilisée pour obtenir

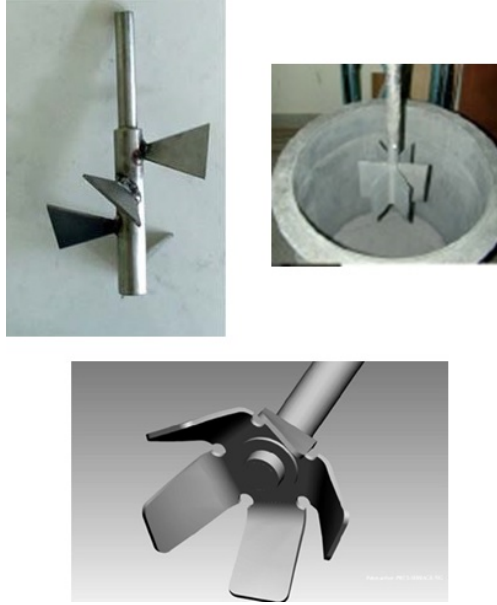


Figure I.2.11 – Exemples de géométries utilisées pour la mesure de la viscosité de suspensions de particules solides (Guillemin *et al.* (2008); Toussaint *et al.* (2009); Jau et Yang (2010)).

les facteurs géométriques a été proposée par Bousmina *et al.* (1999); Aït-Kadi *et al.* (2002) (appelée *analogie Couette*).

Quelques travaux réalisés sur la mesure de viscosité de fluides complexes avec des géométries non conventionnelles sont résumés en annexe D.

I.2.3 Dispositif Expérimental

La détermination du caractère rhéologique des suspensions d'hématite est réalisée à l'aide d'expériences rhéométriques. Cette section décrit le dispositif et la procédure expérimentale suivie.

I.2.3.1 Suspensions

Les propriétés de la poudre d'hématite et la phase continue, la préparation des suspensions et des échantillons sont décrites dans la section I.1.3.1. Les suspensions utilisées dans cette partie sont composées uniquement de particules d'hématite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) et de solutions aqueuses de soude concentrées à 50% en masse.

I.2.3.2 Outils expérimentaux et méthodologie

Les viscosités ont été mesurées à l'aide d'un rhéomètre ARG2 (TA Instruments). Le ARG2 est un rhéomètre à contrainte de cisaillement imposée de haute précision. Trois géométries ont été utilisées en fonction des mesures à effectuer : de type double Couette, un Couette et un ruban hélicoïdal. La première géométrie (en aluminium anodisé, donc inutilisable en milieu fortement basique) appartient à l'appareil ARG2 et est bien définie, elle est utilisée pour déterminer avec précision le comportement des fluides newtoniens et non newtoniens employées pour la calibration. Les deux dernières géométries ont été conçues et construites par l'atelier de mécanique de notre laboratoire en acier inoxydable 316L afin de résister au caractère corrosif de la solution de soude concentrée à haute température.

I.2.3.2.1 Propriétés des géométries usinées utilisées

La géométrie Couette utilisée est constituée de deux cylindres coaxiaux, dont le cylindre intérieur (ou rotor) tourne et le cylindre extérieur, qui est la cuve (ou stator) est fixe. L'extrémité inférieure du mobile rotor a été évidée (**recessed**) pour réduire les effets d'extrémité (voir figure I.2.12). Cette réalisation sert à piéger les bulles d'air au-dessous du cylindre intérieur de la géométrie, l'air est ainsi emprisonné sous le rotor et ne contribue pratiquement pas à générer un couple additionnel à la réponse globale (Gunasekaran et Ak (2002); Chhabra et Richardson (2008b)). Dans l'étude de Bhattacharya *et al.* (1998), la surface supérieure et inférieure du rotor est évidée pour réduire les effets d'extrémité.

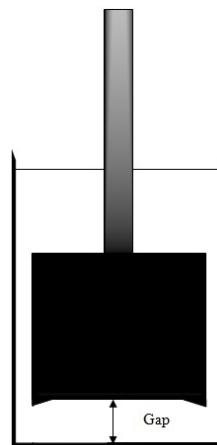


Figure I.2.12 – Schéma de la cellule Couette utilisée pour les essais rhéologiques des suspensions d'hématite. Le gap représente la distance séparant le fond de la cuve de l'extrémité inférieure du rotor.

Le ruban hélicoïdal est une géométrie non conventionnelle utilisée pour permettre de

maintenir la suspension d'hématite homogène lors de la mesure de la viscosité, représenté sur la figure I.2.13.

L'espace annulaire compris entre les surfaces des deux cylindres (également appelé *entrefer*) est de 2 mm pour les cylindres coaxiaux et de 2.75 mm pour le ruban hélicoïdal ce qui représente plus de cent fois la taille moyenne des particules utilisées dans cette étude : l'écoulement de particules peut donc être considéré comme non affecté par les parois. Un entrefer plus grand posera de grands problèmes d'uniformité de la distribution $\dot{\gamma}$ et de τ au sein du fluide, fonction de la taille de l'entrefer.

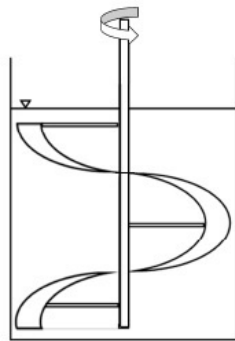


Figure I.2.13 – Schéma de la cellule rhéologique munie d'un ruban hélicoïdal utilisée pour les essais rhéologiques des suspensions d'hématite.

I.2.3.2.2 Calibration

Deux huiles newtoniennes et des solutions non newtoniennes ont été utilisées. Les deux huiles newtoniennes sont l'huile de silicone et l'huile de moteur de viscosité 10 et 33 mPa.s, respectivement. Les solutions non newtoniennes sont des solutions de deux types de polymères : le polyacrylamide (PAAm) et la carboxyméthylcellulose (CMC) de différentes concentrations massiques dans l'eau distillée. Ces solutions sont rhéofluidifiantes et peuvent être modélisées par une loi de puissance (relation I.2.8), leurs propriétés sont résumées dans le tableau I.2.4. L'ensemble de ces mesures a été réalisé avec un double Couette à température ambiante.

I.2.3.3 Procédure de mesure

Le dispositif n'étant pas fermé et afin de limiter l'ampleur de l'évaporation de la solution de soude concentrée, de la modification de la composition de la suspension et la production de vapeurs hautement corrosives, la température a été abaissée à 100 °C au lieu de 110 °C.

Solutions	n (-)	K (Pa.s ⁿ)
PAAm (0.5% m)	0.262	3.0439
PAAm (0.25% m)	0.289	1.5053
PAAm (0.05% m)	0.376	0.232
PAAm (0.02% m)	0.453	0.0837
CMC (1% m)	0.560	1.4732
CMC (0.5% m)	0.637	0.358

Tableau I.2.4 – Propriétés rhéologiques des solutions de PAAm et de CMC à différentes concentrations massiques dans l'eau distillée à température ambiante.

La température de 100 °C est atteinte et maintenue homogène dans le dispositif expérimental grâce à un système Peltier, un système standard de contrôle de la température pour les rhéomètres. Le chauffage se fait par des éléments Peltier et un fluide circulant est utilisé comme source froide.

Pour des raisons de mesures reproductibles, il est nécessaire de développer un protocole expérimental strict, décrit ci-dessous :

1. Ajouter les particules d'hématite à la concentration souhaitée à la solution de soude à 50 % en masse.
2. Agiter vigoureusement la suspension.
3. Chauffer la suspension à 80 °C (toujours sous agitation).
4. Remplir le rhéomètre préchauffé à 100 °C avec une seringue.
5. Avant le démarrage de l'essai, la suspension est pré-cisaillée pour la maintenir homogène et éviter l'agglomération des suspensions d'hématite.

Le pré-cisaillement sert à contrôler l'histoire mécanique des suspensions. À la fin de chaque essai, la suspension est renouvelée et remplacée par une autre suspension fraîche préparée suivant le même mode opératoire. Les essais sont reproduits plusieurs fois et la reproductibilité est assez bonne.

La viscosité de la solution de base, i.e. la solution concentrée de soude à 50% en masse mesurée à l'aide d'un viscosimètre capillaire de type Ubbelohde (AVS310 Schott Geräte) à 100 °C est égale à 3.22 mPa.s.

I.2.4 Comportement rhéologique des suspensions d'hématite à haute température

L'étude du comportement rhéologique des suspensions d'hématite dans la soude concentrée à 100 °C a été réalisée avec deux types de géométries présentées : la géométrie Couette et le ruban hélicoïdal. De plus, l'effet de la variation de la fraction volumique des particules sur le comportement rhéologique des suspensions d'hématite a été étudié.

Avec les résultats rhéologiques des suspensions à de différentes concentrations solides, plusieurs propriétés ont été estimées, ce qui a permis de mieux comprendre le comportement des suspensions d'hématite dans la soude concentrée.

I.2.4.1 Comportement rhéologique des suspensions d'hématite à 100 °C avec la géométrie Couette

La géométrie de type Couette ou à cylindres coaxiaux est couramment utilisée pour mesurer la viscosité de suspensions de particules solides. Son principe consiste à imposer une vitesse de rotation à l'un des cylindres tout en gardant l'autre cylindre fixe et de mesurer le couple résultant sur l'un des cylindres. Une autre façon de faire est d'imposer un couple et de mesurer le déplacement du cylindre mobile, le cas de notre rhéomètre ARG2 qui fonctionne à contrainte imposée.

L'utilisation d'une cellule Couette est justifiée par le fait qu'elle constitue une référence, une géométrie conventionnelle fréquemment utilisée en rhéologie, notamment pour des fluides de faibles viscosités. Elle a été beaucoup employée pour les mesures rhéologiques de suspensions d'oxydes (Megías-Alguacil *et al.* (2000); Blakey et James (2003); Binner et McDermott (2006); Espín *et al.* (2006a)) mais également de suspensions agroalimentaires (Nguyen *et al.* (1998); Nindo *et al.* (2007)).

En choisissant un entrefer faible, le cisaillement est uniforme et le couple est bien plus important que dans des géométries cône-plan ou plan-plan ce qui permet une meilleure précision dans les mesures de viscosité à faibles vitesses de cisaillement.

I.2.4.1.1 Évolution de la viscosité de la suspension d'hématite à 12 % en volume en fonction du temps

Le premier type d'expériences menées consiste à mesurer l'évolution de la viscosité des suspensions de particules d'hématite à 12% en volume soumises à une contrainte de cisaillement constante pendant un temps suffisamment grand, comme le montre la figure I.2.14.

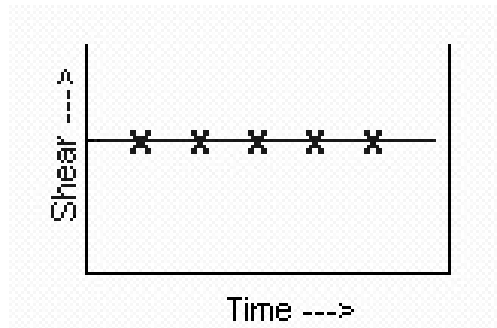


Figure I.2.14 – Application d'une contrainte constante à l'échantillon en fonction du temps pour déterminer sa réponse.

Différentes contraintes de cisaillement ont été appliquées : 0.05, 0.1, 0.2 et 1 Pa pour différentes hauteurs, appelées ici *gaps* et définies comme la distance séparant le fond de la cuve de l'extrémité inférieure du cylindre tournant (comme représenté sur la figure I.2.12). Ces expériences permettent de déterminer si la structure de la suspension évolue en fonction du temps et de déterminer l'effet du phénomène de sédimentation sur les mesures rhéologiques.

Pour un gap de 20 mm (figure I.2.15), juste après l'introduction de la suspension, la viscosité apparente commence à diminuer avec la contrainte de cisaillement appliquée. Lorsque la contrainte de cisaillement est élevée, les amas formés par les particules sont déstabilisés et potentiellement détruits et en résulte un état déstructuré, qui se traduit par une viscosité plus faible de la suspension.

Pendant les 3500 premières secondes, la viscosité diminue. En fait, deux comportements peuvent être distingués sur les profils de viscosité pour les contraintes 0.05, 0.1 et 0.2 Pa. Tout d'abord, entre 0 et 2000 s ou plus, la viscosité diminue lentement. Ensuite, de 2000 à 3500 s, la viscosité diminue à un rythme beaucoup plus rapide. Au cours de la première période ($t < 2000$), l'écart entre le cylindre intérieur et la cuve est constamment «alimenté» par des particules qui sédimentent à partir des 20 mm séparant la surface libre et l'extrémité supérieure du rotor. En raison de cet apport en continu de particules solides, la concentration de particules dans l'entrefer entre le rotor et la cuve reste relativement constante et la viscosité

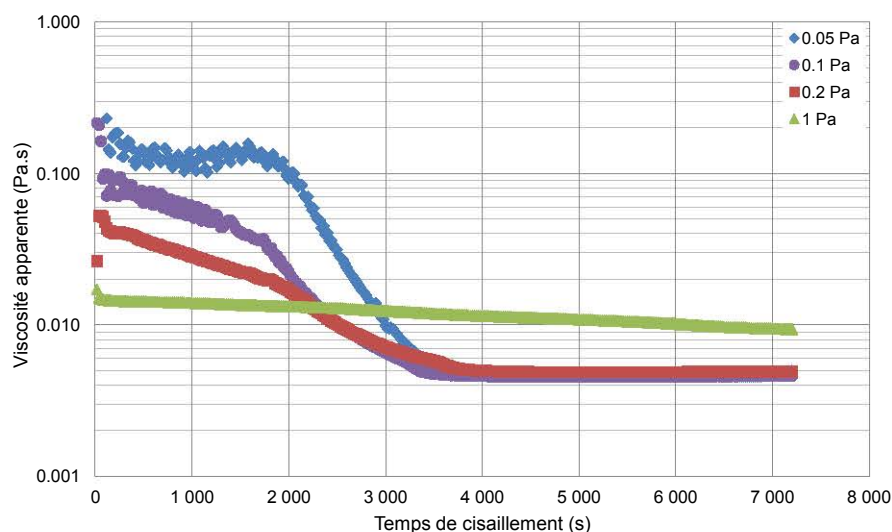


Figure I.2.15 – Viscosité apparente des suspensions d'hématite à 12% en volume à 100 °C en fonction du temps à un gap égal à 20 mm (distance entre le fond de la cuve et l'extrémité inférieure du cylindre tournant) à différentes contraintes de cisaillement appliquées.

diminue lentement. Le temps de transition voisin de 2000 s est en bon accord avec la distance parcourue par le front descendant dans ce laps de temps, déterminé à partir de la vitesse de sédimentation des particules d'hématite mesurée à 100 °C qui est de 0.0077 mm/s. Après ces 2000 s, la concentration de particules dans le gap diminue en fonction de la distance par rapport au fond de la cuve, ce qui conduit à une diminution de la viscosité mesurée.

Le comportement rhéologique de la suspension soumise à 1 Pa était sensiblement différent : la diminution continue de la viscosité apparente de 14 à 9 mPa.s en fonction du temps peut être attribuée à la grande variation de la vitesse de sédimentation des particules soumises à une telle vitesse de rotation et qui permet de maintenir plus de particules en suspension, ce qui explique cette valeur de viscosité apparente élevée en fin d'essai par rapport aux autres valeurs de contraintes.

Dans tous les cas pour le gap de 20 mm, après 3500 secondes, les viscosités ne sont plus dépendantes du temps mais atteignent un plateau. Pour les contraintes de cisaillement de 0.05, 0.1 et 0.2 Pa, la viscosité finale correspond à des vitesses de cisaillement de 9.3, 18.7, et 35 s⁻¹, respectivement. Les viscosités « finales » varient de 4 à 5 mPa.s, quelque peu supérieures à la viscosité de la solution de NaOH à 50 % en masse à 100 °C, qui est de 3.22 mPa.s, ce qui indique que la sédimentation n'est pas totale.

Pour la contrainte de cisaillement de 1 Pa, la viscosité finale est d'environ 9 mPa.s pour une vitesse de cisaillement correspondante de 98 s⁻¹. La viscosité de la suspension est supérieure

à celle de la solution de soude concentrée pure parce que les particules ont été maintenues en suspension grâce à de la forte agitation générée par le mobile en rotation, ce qui entraîne une viscosité globale plus élevée.

D'autres essais conduits pour des gaps de 30 et 10 mm, confirment les résultats obtenus à 20 mm.

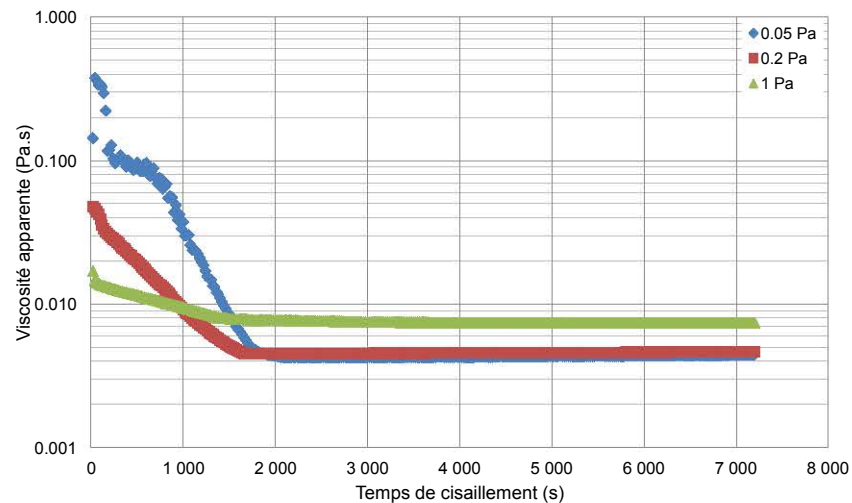


Figure I.2.16 – Viscosité apparente des suspensions d'hématite à 12% en volume à 100 °C en fonction du temps pour le gap = 30 mm à différentes contraintes de cisaillement appliquées.

Pour le gap = 30 mm (figure I.2.16), la viscosité commence à diminuer rapidement et un plateau est atteint vers 2000 s, et les viscosités finales atteintes sont équivalentes à celles pour un gap de 20 mm, ce qui laisse supposer que la composition de la suspension a changé sous l'effet de la sédimentation des particules d'hématite, notamment, aux faibles contraintes de cisaillement.

Lorsque le rotor est près du fond de la cuve (gap = 10 mm)(figure I.2.17), la viscosité est constante pendant un court moment avant de commencer à croître et à devenir importante, car le rotor se trouve partiellement immergé dans le sédiment, qui gêne son mouvement et conduit à des viscosités apparentes de la suspension très élevées, notamment quand la contrainte appliquée est faible. Pour conclure ici, les mesures pour un gap de 10 mm, n'ont pas trop de sens de par le fait que le rotor est partiellement immergé dans le sédiment en raison de l'accumulation des particules d'hématite.

D'après les essais de sédimentation en éprouvette décrites précédemment, une suspension d'hématite à 12% en volume à 100 °C présente une vitesse de sédimentation égale à 0.0077 mm/s et un sédiment ayant une concentration du solide égale à 0.348, et à partir de

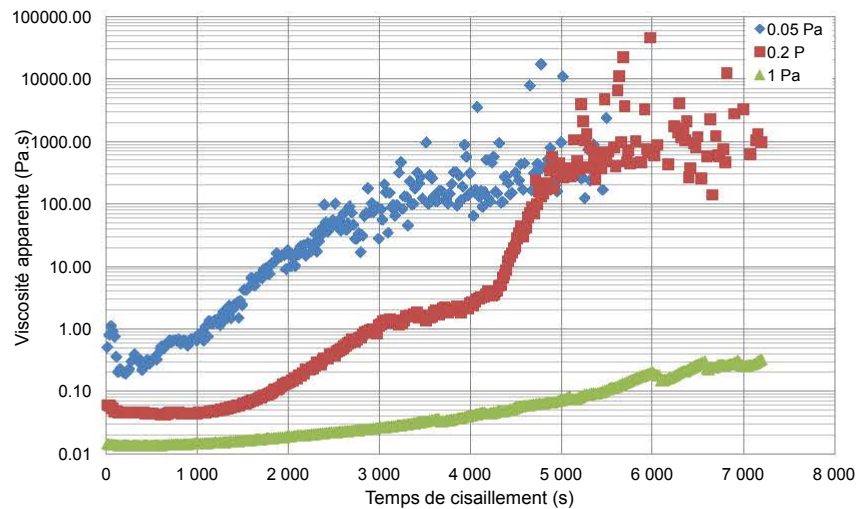


Figure I.2.17 – Viscosité apparente des suspensions d’hématite à 12% en volume à 100 °C en fonction du temps pour le gap = 10 mm à différentes contraintes de cisaillement appliquées.

la relation I.1.53, le volume final du sédiment est de 12.8 cm³ dans la cuve. Le tableau I.2.5 et la figure I.2.18 donnent une interprétation qualitative de l’état de la suspension et de la position du sédiment en fonction du gap à la fin des essais.

Il faut mentionner que la vitesse de cisaillement dans les deux cas (sédimentation dans une éprouvette et cisaillement de la suspension par le stator) ne sont pas comparables, donc ces estimations ne sont que qualitatives.

Gap (mm)	Représentation de la cuve
30	
20	
10	

Tableau I.2.5 – Illustrations de la position du sédiment dans la cellule couette en fonction du gap à la fin des essais.

Dans tous les cas, la viscosité apparente des suspensions d’hématite diminue lorsque la contrainte de cisaillement augmente, ce qui permet de donner une première indication sur le comportement rhéologique de ces suspensions d’hématite qui sont sans doute rhéofluidifiantes. D’autre part, la décroissance de la viscosité apparente au cours du temps est due a priori à

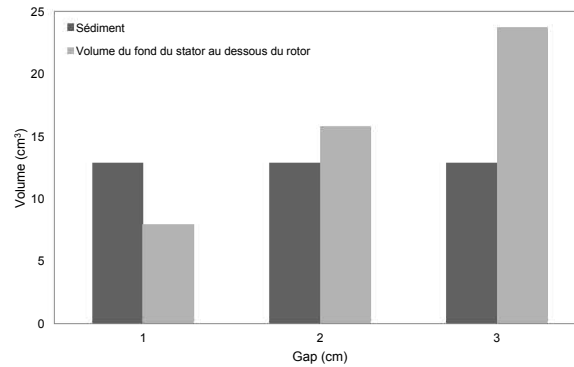


Figure I.2.18 – Volume du sédiment à la fin des essais.

la sédimentation et non à une évolution de la structure des suspensions d'hématite dans la cuve, par conséquent, les effets dépendants du temps sont absents.

Pour conclure, il apparaît clairement que la fraction des particules submicroniques a un petit effet sur la viscosité de la suspension : même à faible contrainte, la suspension est stable et sa viscosité globale est supérieure à celle de la solution de soude pure.

I.2.4.1.2 Courbes d'écoulement-Cycles d'hystérèse

Cette méthode est basée sur la mesure de la variation de la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}(t)$ ou de la contrainte de cisaillement $\tau(t)$, en réponse à un cycle croissant-décroissant de τ ou de $\dot{\gamma}$. Elle présente l'avantage de diminuer les effets de l'inertie de l'appareil, et cela d'autant plus que la croissance du cisaillement est moins brutale (Grossiord et Quemada (2002)) (figure I.2.19).

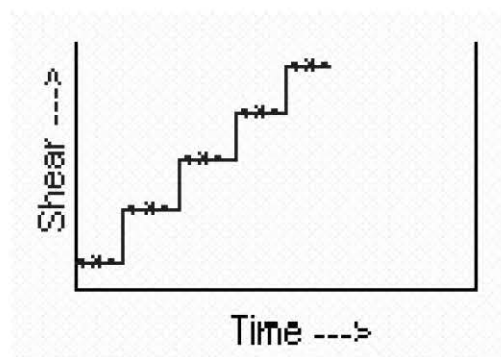


Figure I.2.19 – Application de contraintes de cisaillement successives à l'échantillon en fonction du temps pour déterminer sa réponse à l'état d'équilibre.

Une série de boucles d'hystérèse a été mise en œuvre sur les suspensions d'hématite à 12% en volume et à 100 °C dans la soude concentrée à 50% en masse. La reproductibilité des essais

est généralement bonne. La figure I.2.20 donne un exemple de ces courbes. À cause de la forte tendance de notre suspension à sédimenter, le temps d'expérience est réduit en diminuant le temps d'échelon à 60 secondes, nécessaire pour chaque mesure de viscosité en supposant que le régime permanent est atteint. Les mesures de la viscosité des suspensions d'hématite ont été obtenus en augmentant successivement puis en diminuant progressivement la vitesse de cisaillement à un rythme élevé afin de minimiser l'effet de la sédimentation pendant les mesures. La durée totale de l'expérience était d'environ 30 minutes. Les mesures sont effectuées loin des extrémités supérieure et inférieure du rotor (gap = 20 mm) pour minimiser les effets terminaux et ceux de la sédimentation et assurer une composition homogène de la suspension.

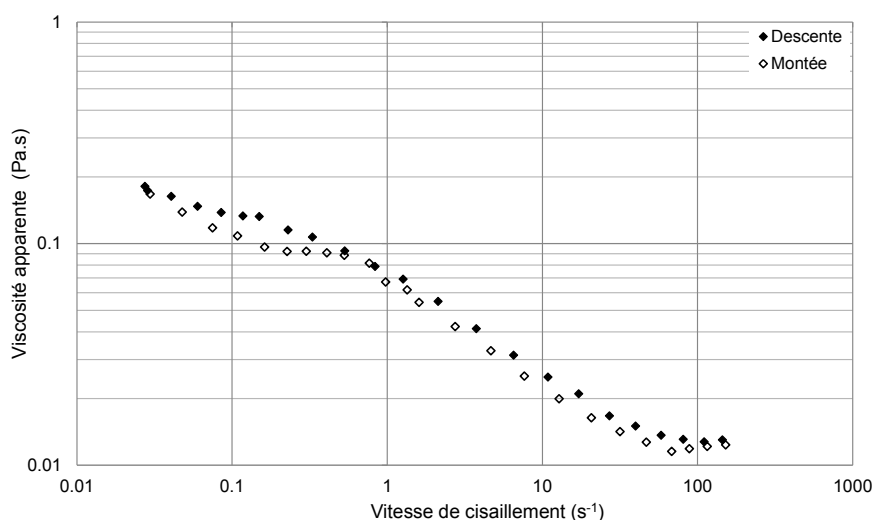


Figure I.2.20 – Courbe d'écoulement de la suspension d'hématite à 12% en volume à 100 °C obtenue avec une géométrie Couette à un gap égal à 20 mm. Absence d'hystérèse.

Les courbes descente et montée ne présentent pas une hystérèse significative, ce qui montre, d'une part que la durée de l'expérience était assez courte et la composition de la suspension ne change pas trop sous l'effet de la sédimentation. D'autre part, cela indique que la suspension étudiée est non thixotrope, c'est-à-dire, la viscosité apparente de la suspension d'hématite à 12% en volume est indépendante du temps, comme constaté dans la section précédente, lors des mesures de viscosité des suspensions d'hématite en fonction du temps.

D'autres suspensions d'oxyde de fer nanométriques possèdent un effet de mémoire associé à la thixotropie :

- Suspensions de particules d'hématite, de forme irrégulière, de taille moyenne égale à

105 ± 25 nm dans l'huile de silicone (vitesses de cisaillement inférieures à 3 s⁻¹) (Espín *et al.* (2006a)).

- Suspensions de particules de magnétite, de diamètre moyen en volume égal à 23 nm dans le polyéthylène glycol (vitesses de cisaillement inférieures à 20 s⁻¹) (Hong *et al.* (2007)).

Les courbes d'écoulement de la figure I.2.20 montrent un comportement non newtonien de la suspension concentrée d'hématite et une forte dépendance de la viscosité en fonction du cisaillement. La suspension est rhéofluidifiante dans la gamme de vitesse de cisaillement étudiée, i.e. la viscosité de la suspension diminue quand la vitesse de cisaillement augmente. Aux taux de cisaillement élevés, le comportement peut être expliqué par la formation de structures induites par le cisaillement ou la destruction des agrégats formés à de faibles vitesses de cisaillement, comme expliqué dans la section I.2.2.2.1. L'agrégation des particules est d'autant plus complexe que les particules présentent une distribution de taille large et que leur forme est irrégulière, ce qui est notre cas précisément.

Les travaux menés sur la rhéologie des suspensions d'oxydes de fer ne sont pas nombreux dans la littérature, notamment sur les suspensions d'hématite à température élevée. Le comportement rhéofluidifiant a été observé pour des suspensions de particules d'hématite sous forme de bâtonnets pour une fraction volumique de 0.074 à 0.127 (Solomon et Boger (1998)) et 0.01 à 0.094 (Navarrete *et al.* (1996)) et aussi avec les travaux de Jennings Jr (1969) et Altin *et al.* (2006) présentés dans la section (I.2.2.2.2) qui rapporte l'effet de la fraction volumique des particules sur la viscosité des suspensions d'hématite.

Cette rhéofluidification se trouve bien dans les mesures expérimentales d'Espín *et al.* (2004, 2005, 2006a,b), études réalisées pour la mise en œuvre de fluides spécifiques (fluides électro-rhéologiques) à partir de particules d'hématite de forme irrégulière ($\Phi_v < 0.25$). La rhéofluidification est également rapportée sur d'autres suspensions de dioxyde de fer : de magnétite (Klein *et al.* (1995); Gustafsson *et al.* (2008)) et de goethite (Blakey et James (2003); Ramos-Tejada *et al.* (2009, 2010)).

I.2.4.1.2.1 Modélisation de la viscosité de la suspension d'hématite

La viscosité de la suspension d'hématite à 12% en volume peut être exprimée par une loi de puissance entre les vitesses de cisaillement 0.15 et 60 s⁻¹ (figure I.2.21) :

$$\eta = 0.0681\dot{\gamma}^{-0.431} \quad (\text{I.2.15})$$

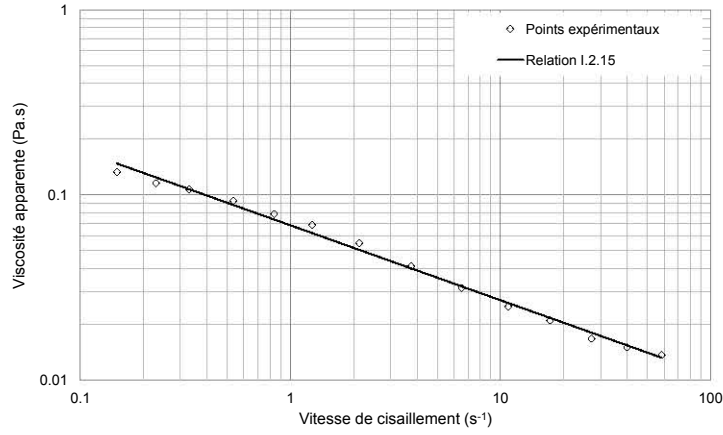


Figure I.2.21 – Modélisation de la viscosité de la suspension d’hématite à 12% en volume dans la soude concentrée à 100 °C.

La valeur de l’indice d’écoulement, $n=0.569$, indique que la suspension d’hématite à 12% en volume à 100 °C est rhéofluidifiante. Rappelons que l’indice d’écoulement donne une indication sur la microstructure de la suspension et que l’indice de consistance est une mesure de la résistance à la déformation déterminée par l’ampleur des interactions des particules sous le cisaillement appliqué (Peker et Helvaci (2008a)). Vraisemblablement, puisque les particules d’hématite ne sont pas des sphères, nous pouvons imaginer que :

- L’écart à l’état newtonien est visible à plus faible valeur de Φ_v .
- La viscosité est plus élevée que celle des sphères.

I.2.4.1.2.2 Recherche d’un éventuel seuil d’écoulement

Les suspensions de particules solides contenant des particules de taille inférieures à 1 μm présentent souvent un seuil d’écoulement à de faibles fractions volumiques. Notre poudre d’hématite comme observé lors de sa caractérisation (section I.1.4.1), contient une partie de particules fines, qui peut conduire à l’appréhension de l’existence d’un seuil d’écoulement.

Le tracé de la courbe $\tau = f(\dot{\gamma})$ (figure I.2.22) pour la suspension d’hématite à 12 % en volume à 100 °C ne montre pas l’existence d’un seuil d’écoulement. La contrainte de cisaillement de la suspension d’hématite à 12% en volume peut être exprimée par le modèle de loi de puissance entre les vitesses de cisaillement 0.15 et 60 s^{-1} :

$$\tau = 0.0681\dot{\gamma}^{0.569} \quad (\text{I.2.16})$$

Si aucun seuil d’écoulement n’a été observé dans notre étude, certaines suspensions d’oxyde de fer présentent un comportement rhéofluidifiant avec un seuil d’écoulement. Par exemple,

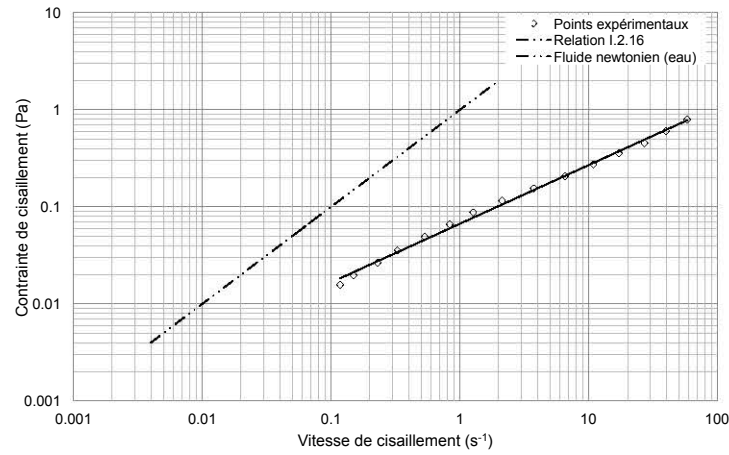


Figure I.2.22 – Variation de la contrainte de cisaillement avec de la vitesse de cisaillement de la suspension d'hématite à 12% en volume à 100 °C.

pour des suspensions d'hématite à 10 % en volume dont la taille des particules est de l'ordre de 10 μm , dispersées dans l'acide humique. La valeur du seuil d'écoulement est maximale au voisinage du point isoélectrique des particules d'hématite ($\text{pH}_{iep} \approx 8$) (Ramos-Tejada *et al.* (2003)). Le seuil d'écoulement a été observé essentiellement pour des tailles de particules nanométriques et même pour de faibles fractions volumiques de particules. Le tableau I.2.6 résume quelques travaux qui ont permis de mettre en évidence le comportement rhéofluidifiant avec un seuil d'écoulement pour des suspensions d'oxydes de fer.

Références	Oxydes de fer	Diamètres moyens (μm)	Fractions volumiques	Phases continues
Jennings Jr (1969)	Hématite	44	0.1-0.28	Eau distillée
Smith et Bruce (1979)	Hématite	0.6 *	0.12-0.24	Éthylène glycol
Ramos-Tejada <i>et al.</i> (2003)	Hématite	10	0.1	Acide humique
Altin <i>et al.</i> (2006)	Hématite	0.35	0.2-0.4 †	Liquide ionique ‡
Kwon <i>et al.</i> (1997)	Maghémite	0.46	0.01-0.05	Éthylène glycol
He et Laskowski (2000)	Magnétite	2.7-30	0.12-0.25	Eau distillée
Yang et Aldrich (2005)	Magnétite	<75	0.05-0.25	
Hong <i>et al.</i> (2007)	Magnétite	0.023	0.28-0.373	Eau distillée

Tableau I.2.6 – Exemples de suspensions d'oxydes de fer qui présentent un comportement rhéofluidifiant avec un seuil d'écoulement.

*. Longueur de la particule, rapport d'aspect=1.4

†. Fraction massique

‡. Ethyl-methylimidazolium-ethylsulfate

I.2.4.1.2.3 Instabilités de type Taylor Couette

Ces instabilités apparaissent pour les rhéomètres dont les géométries sont des cylindres concentriques, au delà d'une vitesse de cisaillement critique qui caractérise une transition au régime turbulent. Pour les quantifier, nous utilisons le nombre de Taylor :

$$Ta = \frac{\Omega^2 R_1 (R_2 - R_1)^3}{\nu^2} \quad (\text{I.2.17})$$

R_1 rayon du rotor, R_2 rayon du stator, ν viscosité cinématique du liquide et Ω vitesse angulaire définie par :

$$\Omega = \frac{\dot{\gamma}(R_2 - R_1)}{R_1} \quad (\text{I.2.18})$$

Dans ce cas, nous avons utilisé la viscosité cinématique apparente de la suspension d'hématite. À la valeur maximale atteinte en termes de vitesses de cisaillement (autour de 150 s^{-1}), la valeur du nombre de Taylor, calculé pour la suspension d'hématite à 100°C est de 1060, bien loin de la valeur critique ($Ta=1700$), ce qui conforte nos mesures.

I.2.4.2 Comportement rhéologique des suspensions d'hématite à 100°C avec un ruban hélicoïdal

La sédimentation des particules et la formation de gâteau au fond de la cuve peuvent limiter l'utilisation de dispositif pour ce type de fluide complexe. En effet, la viscosité mesurée dépend de la position du rotor dans la cellule Couette, selon que l'on place le cylindre mobile au-dessous ou en partie à l'intérieur du gâteau formé (tableau I.2.5). Pour outrepasser ces difficultés, nous avons choisi d'utiliser une cellule de mesure munie d'un ruban hélicoïdal et de comparer par la suite les résultats obtenus par les deux géométries utilisées.

Les rubans hélicoïdaux sont couramment utilisés pour les mesures de viscosité de fluides complexes comme les suspensions (Svihla *et al.* (1997); Pimenova et Hanley (2003); Vargas *et al.* (2008); Toussaint *et al.* (2009)). Ils ont l'avantage de permettre un bon mélange des fluides même pour des fluides hautement non-newtoniens, comme les fluides viscoélastiques. Ils permettent aussi de maintenir une composition homogène des systèmes diphasiques en diminuant par exemple l'effet de la sédimentation des particules solides par rapport à des géométries classiques.

Un autre avantage de cette géométrie est de permettre des mesures de viscosité à des taux de cisaillement beaucoup plus faibles que les géométries habituelles : cette géométrie peut être recommandée pour la mesure de la viscosité apparente des émulsions qui ne seront pas

détruites lors de l'expérience de mesure. Cependant, à une vitesse de rotation élevée, les effets d'inertie deviennent importants et augmentent par conséquent, les valeurs de la viscosité.

Comme le ruban hélicoïdal est une géométrie non-conventionnelle, la vitesse de cisaillement équivalente et la viscosité ont été calibrées par analogie Couette. Elle consiste à considérer la géométrie Couette équivalente au ruban et à déterminer un diamètre du rotor équivalent, tel que décrit dans (Bousmina *et al.* (1999); Aït-Kadi *et al.* (2002)). La calibration a été effectuée avec plusieurs fluides décrits dans la section I.2.3.2.2. La procédure utilisée et les équations impliquées sont présentées ci-après.

I.2.4.2.1 Analogie Couette-Détermination d'un diamètre équivalent

La procédure appliquée ici a été développée par Bousmina *et al.* (1999); Aït-Kadi *et al.* (2002). Considérons un fluide dont la viscosité apparente est exprimée par une expression de loi de puissance avec les paramètres n et K . Les mesures rhéologiques de ce fluide avec le ruban donnent la variation du couple Γ avec la vitesse de rotation N' . Le rayon de la géométrie Couette équivalente correspondant au ruban, R_i est calculé à partir de N' et de Γ :

$$R_i = \frac{R_e}{\left(1 + \frac{4\pi N'}{n} \left(\frac{2\pi K L R_e^2}{\Gamma}\right)^{1/n}\right)^{n/2}} \quad (\text{I.2.19})$$

Où R_e est le rayon de la cuve et L la longueur du ruban.

Ensuite, l'emplacement radial r^* dans la cuve pour laquelle la déformation du fluide est indépendante de l'indice d'écoulement du fluide, n , est calculé à partir de R_i , en considérant deux fluides non newtoniens, avec les indices d'écoulement n et $n_0 = 0.99$ comme suit :

$$r^* = \left[\frac{n}{n_0} \frac{(R_e/R_i)^{2/n} - 1}{(R_e/R_i)^{2/n_0} - 1} R_e^{(2/n_0 - 2/n)} \right]^{\left(\frac{1}{2/n_0 - 2/n}\right)} \quad (\text{I.2.20})$$

Pour une grande gamme de vitesses de rotation, R_i et r^* varient assez peu et une valeur moyenne de R_i est calculée. La contrainte de cisaillement à r^* est calculée à partir du couple :

$$\tau(r^*) = \frac{\Gamma}{2\pi L r^{*2}} \quad (\text{I.2.21})$$

Le taux de cisaillement est également calculé à r^* :

$$\dot{\gamma}(r^*) = \frac{4\pi N}{n} \frac{\left(\frac{R_e}{r^*}\right)^{2/n}}{\left(\frac{R_e}{R_i}\right)^{2/n} - 1} \quad (\text{I.2.22})$$

Et la viscosité apparente η est déduite directement de $\tau(r^*)$ et $\dot{\gamma}(r^*)$. En pratique, le rayon R_i et le rayon r^* dépendent légèrement du caractère rhéofluidifiant du fluide et une valeur moyenne de R_i a été estimée pour les différents fluides étudiés : pour $R_e=0.0240$ m, $R_i=0.0107$ m et $r^*=0.0144$ m, à partir duquel les valeurs de la vitesse et de la contrainte de cisaillement correspondantes sont calculées.

I.2.4.2.2 Courbe d'écoulement

La figure I.2.23 présente la courbe d'écoulement de la suspension d'hématite à 12% en volume, obtenue avec le ruban hélicoïdal. Le caractère rhéologique de la suspension est rhéofluidifiant, qui confirme le résultat obtenu avec la géométrie Couette. L'expression de la loi de puissance décrivant le comportement de la suspension concentrée est dans ce cas applicable entre 0.05 et 40 s^{-1} :

$$\eta = 0.077\dot{\gamma}^{-0.394} \quad (\text{I.2.23})$$

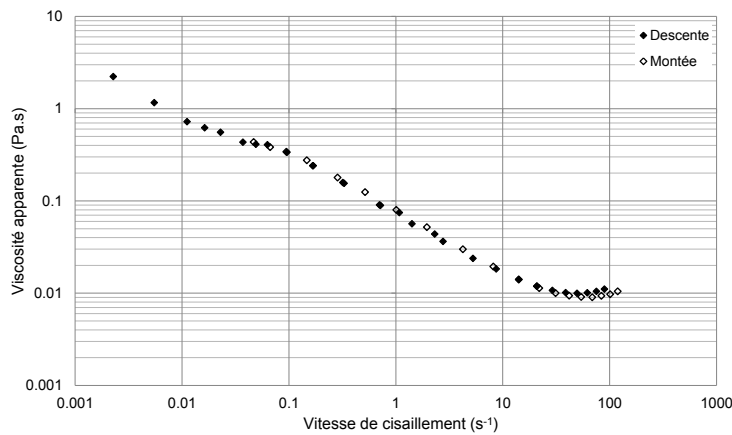


Figure I.2.23 – Courbe d'écoulement de la suspension d'hématite à 12% en volume de particules à 100°C obtenue avec un ruban hélicoïdal à un gap égal à 13.5 mm.

Avec $n= 0.606$ et $K = 0.077$.

I.2.4.2.3 Discussion

La principale limitation de ces géométries est que les vitesses de cisaillement sont mal définies à cause des configurations d'écoulement complexes et des difficultés à contrôler le cisaillement qui peut être inhomogène. De plus, les calibrations de l'appareillage peuvent être peu précises et les expressions reliant le couple et la vitesse de rotation à la contrainte et à la



Figure I.2.24 – Modélisation de la viscosité de la suspension d'hématite à 12% en volume dans la soude concentrée à 100 °C. Résultats obtenus avec le ruban hélicoïdal.

vitesse de cisaillement peuvent être complexes et non connues avec précision (Cullen *et al.* (2003)).

À des vitesses de cisaillement importantes, l'inertie du fluide intervient, ce qui modifie fortement son écoulement. Ainsi, il ne faudrait utiliser les géométries non conventionnelles uniquement qu'en régime laminaire, ce qui limite la plage de vitesses de cisaillement explorable.

I.2.4.3 Étude de l'effet de la fraction volumique sur la viscosité apparente des suspensions d'hématite

Pour cette étude, nous avons choisi d'utiliser la géométrie de type Couette. Les mesures de viscosité ont été réalisées en diminuant puis en augmentant les vitesses de cisaillement par étapes successives et aucune hystérèse n'a été observée.

I.2.4.3.1 Courbes d'écoulement en fonction de la fraction volumique du solide

La figure I.2.25 représente les courbes rhéologiques des suspensions d'hématite pour différentes fractions volumiques du solide. Pour de faibles fractions volumiques ($\Phi_v < 0.029$), la vitesse de sédimentation des suspensions est très élevée et les mesures de viscosité n'ont pas pu être effectuées.

L'augmentation de la fraction volumique des particules d'hématite résulte, comme prévu, en l'augmentation de la viscosité apparente des suspensions d'hématite. Les différentes suspensions présentent un caractère rhéofluidifiant pour $\Phi_v = 0.086$ ou plus dans la gamme des vitesses de cisaillement étudiée. En outre, les suspensions les plus diluées ($\Phi_v < 0.086$)

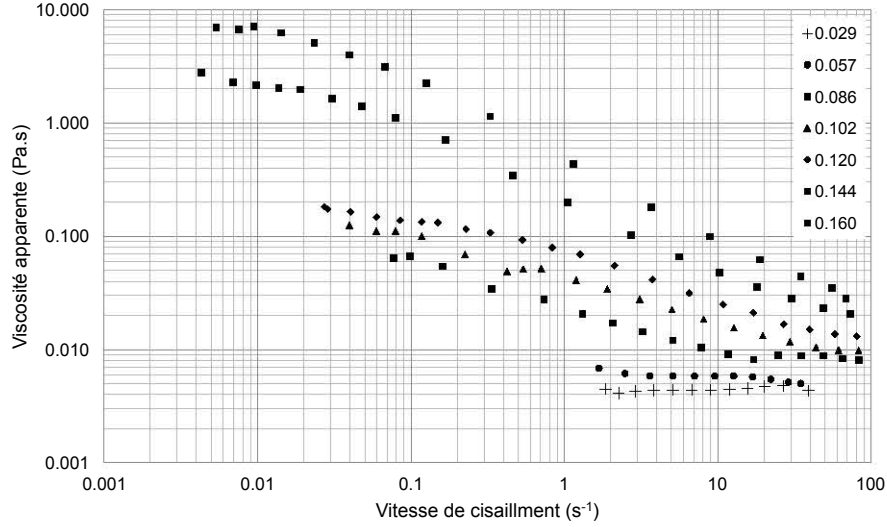


Figure I.2.25 – Effet de la fraction volumique des particules sur la viscosité des suspensions d'hématite à 100 °C.

présentent un comportement newtonien, comme la phase continue.

Un comportement semblable a été rapporté par Navarrete *et al.* (1996) sur des suspensions de particules d'hématite en forme d'aiguille, suspendues dans une huile minérale qui présentaient une diminution de la viscosité quand la contrainte de cisaillement comprises entre 0.01 et 10 Pa pour des fractions volumiques comprises entre 0.019 et 0.094. Des suspensions d'hématite rhéofluidifiantes sont également présentées dans le tableau I.2.6 et les figures I.2.5 et I.2.6 pour une gamme de vitesse de cisaillement.

Le tableau I.2.7 résume les paramètres rhéologiques calculés à partir du modèle de loi de puissance. L'augmentation de la fraction volumique solide conduit à des écarts de l'unité pour l'indice d'écoulement correspondant au fluide newtonien. En effet, la fraction volumique solide affecte l'indice de consistance et l'indice d'écoulement (Cantú-Lozano *et al.* (2000); Dufaud *et al.* (2002); Derakhshandeh *et al.* (2010)).

I.2.4.3.2 Modélisation de la viscosité apparente des suspensions d'hématite en fonction de la fraction volumique

À partir des résultats obtenus en fonction de la fraction volumiques des particules, la viscosité apparente mesurée à 10 et 80 s⁻¹ ont été prises en compte pour la discussion par rapport aux résultats publiés. Le choix de ces deux valeurs se justifie par le fait qu'à ces vitesses, les suspensions d'hématite s'approchent d'un comportement newtonien. Les figures I.2.26 et I.2.27 présentent les viscosités mesurées à ces vitesses de cisaillement en fonction

Φ_m	0.096	0.180	0.245	0.290	0.330	0.378	0.407
Φ_v	0.029	0.057	0.086	0.102	0.120	0.144	0.160
n	1	1	0.653	0.665	0.569	0.426	0.339
K (Pa.s ⁿ)	/	/	0.0218	0.0396	0.0681	0.2125	0.4649

Tableau I.2.7 – Paramètres rhéologiques des suspensions d'hématite obtenues à l'aide du modèle de loi de puissance à partir des mesures rhéologiques obtenues avec la géométrie de type Couette.

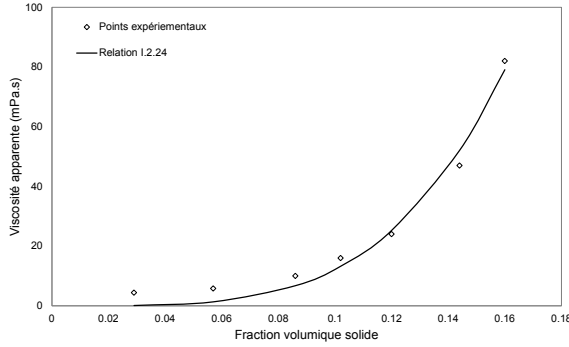


Figure I.2.26 – Viscosité apparente des suspensions d'hématite en fonction de la fraction volumique des particules à 100 °C à 10 s⁻¹.

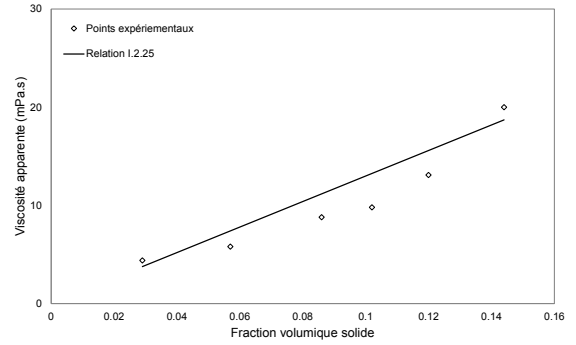


Figure I.2.27 – Viscosité apparente des suspensions d'hématite en fonction de la fraction volumique des particules à 100 °C à 80 s⁻¹.

de la fraction volumique des particules solides. Les modèles d'ajustement sont des lois de puissance :

Pour $\dot{\gamma}=10 \text{ s}^{-1}$:

$$\eta = 1.14 \cdot 10^5 \Phi_v^{3.97} \quad (\text{I.2.24})$$

Pour $\dot{\gamma}=80 \text{ s}^{-1}$:

$$\eta = 262 \Phi_v^{1.37} \quad (\text{I.2.25})$$

En plus de la relation de Krieger et Dougherty (1959), les relations de Mooney (1951), de Batchelor (1977) et de Quemada (1977) (données dans le tableau I.2.1) ont été testées pour modéliser les résultats de la viscosité apparente des suspensions d'hématite en fonction de la fraction volumique solide à une vitesse de cisaillement fixe. Nous avons reproduit les équations citées dans la section I.2.2.2.2 dans le tableau I.2.8.

Les figures I.2.28 et I.2.29 montrent la viscosité apparente déterminée à 10 et 80 s⁻¹. Un bon accord est observé pour les modèles de Mooney (1951), de Krieger et Dougherty (1959)

Auteurs	Relations
Mooney (1951)	$\eta_r = \exp \left(\frac{[\eta]\Phi_v}{1 - k_M\Phi_v} \right)$
Krieger et Dougherty (1959)	$\eta_r = \left(1 - \frac{\Phi_v}{\Phi_{max}} \right)^{-[\eta]\Phi_{max}}$
Batchelor (1977)	$\eta_r = 1 + 2.5\Phi_v + 6.2\Phi_v^2$
Quemada (1977)	$\eta_r = \left(1 - \frac{\Phi_v}{\Phi_{max}} \right)^{-2}$

Tableau I.2.8 – Rappel des relations viscosité-fraction volumique solide utilisées dans cette section pour modéliser la viscosité des suspensions d’hématite.

et de Quemada (1977), malgré la forme des particules d’hématite et leur large distribution de taille. Le modèle de Batchelor (1977) ne décrit pas la croissance rapide de la viscosité apparente avec l’augmentation de Φ_v , contrairement aux relations comprenant Φ_{max} comme paramètre.

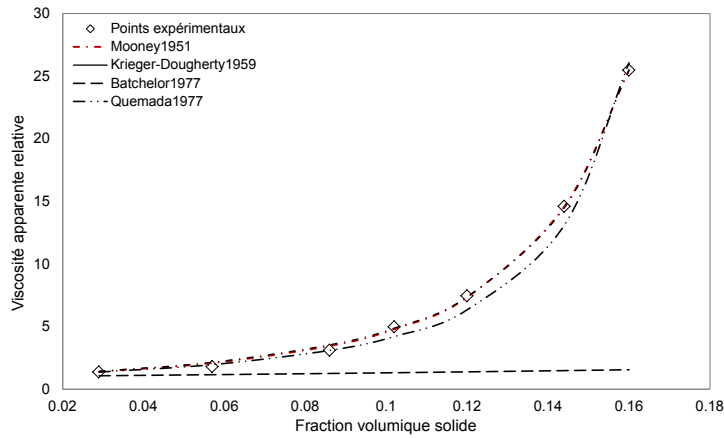


Figure I.2.28 – Viscosité apparente des suspensions d’hématite en fonction de la fraction volumique des particules à 100 °C à 10 s⁻¹ ajustée par différents modèles.

La relation de Krieger et Dougherty (1959) a été proposée pour des suspensions de sphères ; cependant, le modèle a été étendu à des particules non sphériques. Les valeurs de la fraction d’empilement maximale, Φ_{max} et de la viscosité intrinsèque, $[\eta]$ sont obtenues en ajustant les résultats d’un certain nombre d’études expérimentales sur des suspensions de particules non sphériques en utilisant cette relation (Barnes *et al.* (1989b)).

Le tableau I.2.9 présente les valeurs de Φ_{max} et $[\eta]$ calculés à partir des modèles utilisés pour les deux vitesses de cisaillement, 10 et 80 s⁻¹.

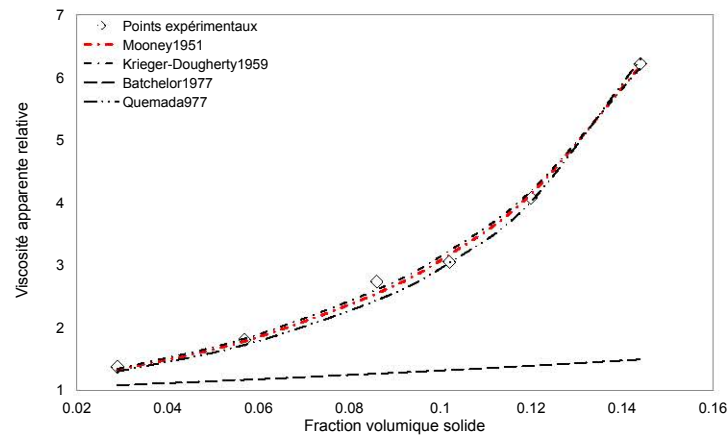


Figure I.2.29 – Viscosité apparente des suspensions d'hématite en fonction de la fraction volumique des particules à 100 °C à 80 s⁻¹ ajustée par différents modèles.

Modèles	Vitesses de cisaillement (s ⁻¹)	Φ_{max}	$[\eta]$	$\Phi_{max} \cdot [\eta]$
Mooney (1951)	10	0.343	10.81	
	80	0.493	8.96	
Krieger et Dougherty (1959)	10	0.228	11.73	2.67
	80	0.289	9.15	2.64
Quemada (1977)	10	0.199		
	80	0.240		

Tableau I.2.9 – Paramètres des modèles de Mooney (1951), de Krieger et Dougherty (1959) et de Quemada (1977), appliqués sur les suspensions d'hématite.

Les valeurs de Φ_{max} estimées à partir du modèle de Krieger et Dougherty (1959) et de Quemada (1977) sont du même ordre de grandeur que les fractions, Φ_s , déterminées à partir des expériences de sédimentation (tableau I.3.5). En revanche, les valeurs de la fraction d'empilement maximale estimées à partir du modèle de Mooney (1951) sont plus élevées que celles estimées par les deux autres modèles. En général, Φ_{max} est fonction de la contrainte ou de la vitesse de cisaillement appliquées (Wildemuth et Williams (1984); De Kruif *et al.* (1985)), comme le montre les résultats du tableau I.2.9.

Comme dans le cas des expériences de sédimentation, les valeurs de Φ_{max} sont inférieures à la fraction d'empilement maximal obtenue avec des sphères dures qui est de 0.7406. Ces

valeurs de Φ_{max} déterminées à partir d'expériences rhéologiques sont généralement plus faibles que les valeurs d'empilement géométrique (Hoover *et al.* (2001); Mueller *et al.* (2010, 2011)).

Nous pouvons expliquer ceci par l'agrégation des particules d'hématite et qui forment ainsi des floes lâches en milieu alcalin et la fraction qu'occupe les particules solides dans le sédiment est faible, comme nous l'avons constaté dans le section I.1.4.2.1.1. Cette effet est aussi trouvé lors de la recherche d'une maquette froide, nous n'avons pas pu travailler avec une solution de soude diluée à 15% à 20 °C car la force ionique affectait le comportement de sédimentation des suspensions d'hématite.

D'autres part, les valeurs des viscosités intrinsèques, $[\eta]$, sont nettement supérieures à celles estimées pour les suspensions de particules sphériques monodisperses, généralement de l'ordre de 2.5. Avec l'augmentation de l'asymétrie des particules, $[\eta]$ augmente et Φ_{max} diminue, mais le produit des deux termes change peu et est souvent autour de 2 pour les résultats obtenus avec la relation de Krieger et Dougherty (1959) (Barnes *et al.* (1989b); Barnes (2000)). Dans notre cas, ce produit est à peu près égal à 2.6 pour le modèle de Krieger et Dougherty (1959). Pour d'autres suspensions d'hématite, les valeurs du produit sont plus faibles (tableau I.2.10).

Références	Formes	Tailles moyennes (nm)	Φ_{max}	$[\eta]$	$\Phi_{max} \cdot [\eta]$
Solomon et Boger (1998)	Sphère	20	0.160	3.75	0.6
Ramos-Tejada <i>et al.</i> (2009)	Irrégulière	105	0.3	6.6	1.98

Tableau I.2.10 – Paramètres du modèle de Krieger et Dougherty (1959) pour deux études sur les suspensions d'hématite.

Comme dans le cas de Φ_{max} , la viscosité intrinsèque $[\eta]$ dépend de la vitesse ou de la contrainte de cisaillement et ne dépend pas de la taille des particules (Krieger (1972)).

L'analyse de $[\eta]$ en termes de la théorie de la viscosité de la suspension donne, en principe, des informations sur les microstructures dans la suspension (Kwon *et al.* (1997)). Les viscosités intrinsèques élevées observées étaient dues à l'existence de floes qui contiennent du liquide immobilisé et la fraction effective du volume des particules est augmentée (Kwon *et al.* (1997)).

Pour conclure, la comparaison des résultats de nos expériences avec les équations de la littérature a montré que le modèle de Krieger et Dougherty (1959) et de Quemada (1977)

sont en bon accord. Ces modèles initialement développés pour des suspensions de particule sphériques et monodisperses, ont bien ajusté nos résultats, malgré la forme irrégulière des particules d'hématite et leur distribution granulométrique large.

I.2.5 Conclusions

Le principal résultat de ce chapitre est que pour une suspension composée en proportions massiques de 1/3 d'eau, 1/3 d'hydroxyde de sodium et 1/3 de particules d'hématite, la viscosité est comprise entre 100 et 20 mPa.s à des vitesses de cisaillement comprises entre 0.5 et 10 s⁻¹ à 100 °C. La suspension d'hématite chargée avec 12% en volume de particules d'hématite présente un comportement rhéologique rhéofluidifiant, c'est-à-dire que, la viscosité de la suspension augmente lorsque la vitesse de cisaillement diminue. Ce résultat a été obtenu avec les deux types de géométries utilisées, la cellule Couette et le ruban hélicoïdal.

Les deux lois de puissance correspondant à chaque géométrie et les paramètres correspondant aux modèles sont données dans le tableau I.2.11.

Géométries	Lois de puissance	Gammes de $\dot{\gamma}$ (s ⁻¹)	n	K
Couette	$\eta = 0.0681\dot{\gamma}^{-0.431}$	0.15-60	0.569	0.0681
Ruban hélicoïdal	$\eta = 0.077\dot{\gamma}^{-0.394}$	0.05-40	0.606	0.077

Tableau I.2.11 – Paramètres du modèle de puissance appliqué à la suspension d'hématite à 12% en volume à 100 °C pour les deux géométries.

La viscosité des suspensions d'hématite est largement affectée par la variation de la fraction volumique des particules solides, en raison des interactions entre les particules et avec la phase continue très concentrée et le fait que les particules ne sont pas sphériques. L'existence de particules submicroniques provoquent une forte augmentation de la viscosité même à une faible fraction volumique. La dépendance de la viscosité de l'hématite en milieu alcalin en fonction de la fraction volumique des particules a été bien modélisée par la relation de Krieger et Dougherty (1959), pourtant proposée pour des particules sphériques de taille uniforme.

CHAPITRE I.3

Comparaison entre les différentes approches

Ce dernier chapitre de cette partie est dédié à la comparaison entre les mesures de viscosité estimées par les trois méthodes suivantes :

- Estimation de la viscosité à partir de la loi de Stokes depuis les essais de sédimentation des suspensions d'hématite.
- Mesure de la viscosité des suspensions d'hématite avec une cellule Couette.
- Mesure de la viscosité des suspensions d'hématite avec un ruban hélicoïdal.

Compte tenu de la vitesse de l'écoulement de la suspension dans la cellule d'électrolyse du pilote d'ArcelorMittal et son épaisseur, nous avons estimé une valeur approximative de la vitesse de cisaillement située entre $0.5 - 10 \text{ s}^{-1}$.

I.3.1 Comparaison entre les 3 approches pour la suspension à 12% en volume

La figure I.3.1 représente les résultats des viscosités obtenus avec différentes approches pour une suspension de particules d'hématite à 12% en volume.

Les viscosités apparentes mesurées avec le ruban hélicoïdal sont légèrement différentes de celles mesurées avec la géométrie Couette. À des taux de cisaillement faibles, la viscosité obtenue avec le ruban hélicoïdal est supérieure à celle obtenue avec la géométrie Couette alors qu'à des vitesses de cisaillement élevées, la tendance inverse a été observée. Ceci permet d'affirmer que le ruban a réussi à remplir sa tâche qui est de maintenir les particules en

suspension aux faibles taux de cisaillement. Le désaccord entre les viscosités mesurées par le Couette et le ruban hélicoïdal est supérieur à celui observé dans la littérature. Nous n'avons pas trouvé d'explications à cela.

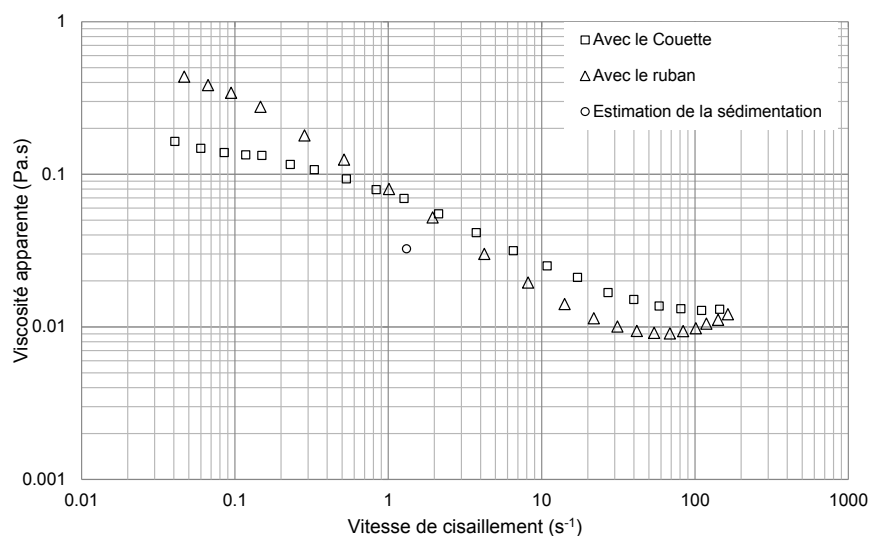


Figure I.3.1 – Courbe récapitulant les différentes approches entreprises pour caractériser la viscosité de la suspension d'hématite à 12% dans une solution alcaline à 100 °C.

Il convient de rappeler que les rubans hélicoïdaux sont très empiriques dans leur dimensionnement et produisent un champ d'écoulement compliqué pour lesquels les taux de cisaillement ne sont pas faciles à calculer. De plus la viscosité est fortement dépendante du gap, de manière plus prononcée qu'avec la géométrie Couette.

La vitesse de cisaillement estimée dans la cellule du pilote est comprise entre 0.5 et 10 s^{-1} , et la viscosité correspondante de la suspension pour cette plage de vitesse est comprise entre 20 et 100 mPa.s. L'accord est assez bon dans la gamme de taux de cisaillement se produisant dans le réacteur pilote.

La viscosité estimée à partir de la vitesse terminale de particules de 10 μm , estimée à une vitesse de cisaillement d'environ 1 s^{-1} , confirme qualitativement les valeurs mesurées sur le rhéomètre muni de la géométrie Couette classique et la géométrie non conventionnelle, le ruban hélicoïdal. La viscosité estimée par l'application de la loi de Stokes et le front de sédimentation est également donnée sur la figure I.3.1. Bien qu'étant dans le même ordre de grandeur, cette estimation ne peut pas être considérée comme exacte en raison des fortes hypothèses faites.

Les trois approches entreprises sont différentes mais convergent tout de même vers les mêmes ordres de grandeur de la viscosité apparente de la suspension d'hématite à 12% en

volume à 100 °C, avec un écart entre les valeurs de 20%.

I.3.2 Comparaison entre les résultats de la géométrie Couette et de la sédimentation pour différentes fractions volumiques d'hématite

La figure I.3.2 représente les résultats de la viscosité des suspensions d'hématite pour différentes fractions volumiques. La comparaison est faite pour des viscosités mesurées à deux vitesses de cisaillement, 10 et 80 s⁻¹ et des viscosités estimées à partir des essais de sédimentation et calculées à partir de la relation de Stokes. Les viscosités estimées à partir de la loi de Stokes sont rappelées dans le tableau I.3.1.

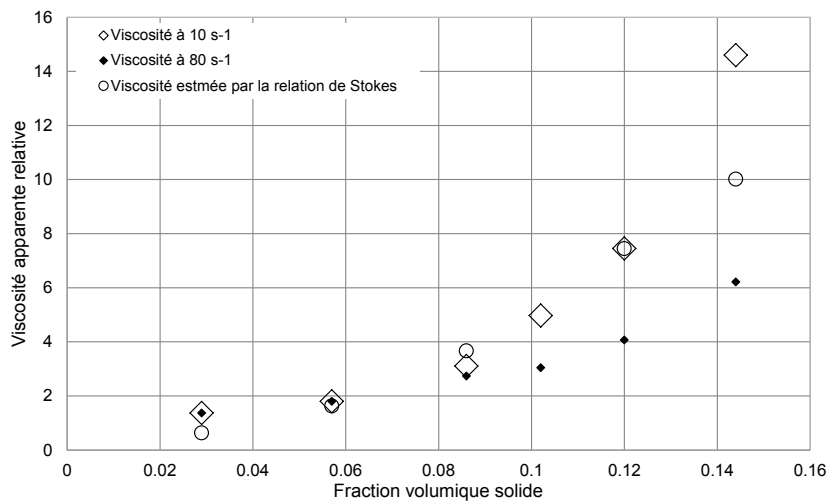


Figure I.3.2 – Comparaison entre les viscosités déterminées avec les mesures rhéologiques et celles estimées à partir des essais de sédimentation.

Φ_v	0.029	0.057	0.086	0.120	0.144
$\dot{\gamma} \text{ (s}^{-1}\text{)}$	12.5	5.0	2.3	1.2	0.9
$\eta_{St} \text{ (mPa.s)}$	1.7	4.4	9.9	20.1	27.03

Tableau I.3.1 – Viscosités apparentes des suspensions d'hématite estimées à partir de la loi de Stokes dans la soude aqueuse à 50% massique à 110 °C.

Les viscosités des suspensions diluées ($\Phi_v \leq 0.086$), semblent être en accord malgré les approches complètement différentes (mesures effectuées avec le rhéomètre et estimations à partir des expériences de sédimentation). Les suspensions d'hématite sont encore newtoniennes et ne dépendant pas de la vitesse de cisaillement.

Pour les fractions volumiques plus élevées ($\Phi_v > 0.086$), les viscosités sont bien différentes. Le caractère non newtonien des suspensions et l'effet des interactions entre les particules d'hématite n'est plus pris en compte.

Conclusions

Les différentes expériences menées pour cette première partie de thèse ont permis de mettre en exergue le comportement de sédimentation et rhéologique des suspensions de particules d'hématite.

Tout d'abord, nous avons accédé à la taille et la forme des particules d'hématite grâce à la caractérisation granulométrique et morphologique. Le diamètre équivalent moyen en volume des particules d'hématite est de l'ordre de 10 μm , leur forme est irrégulière et présentent une large distribution de taille.

Nous avons tenté de travailler dans des conditions faciles à reproduire plutôt que celles du réacteur électrochimique pilote, en cherchant une solution qui possède la même viscosité dynamique que la solution de soude concentrée à 110 °C, en maintenant la viscosité de la phase continue constante mais en changeant sa composition. La vitesse de sédimentation et la composition du sédiment des suspensions d'hématite étaient sensibles à la concentration massique de la soude, ce qui nous a conduit à reconsidérer les conditions opératoires sous lesquelles s'effectue l'électrolyse des particules d'hématite.

La vitesse de sédimentation de la suspension d'hématite de 12% de particules dans la solution de soude concentrée 110 °C de l'ordre de 0.0103 mm/s et la viscosité apparente de la suspension estimée à partir de la loi de Stokes est de 20.1 mPa.s.

Cette étude nous a aussi permis de déterminer le caractère rhéologique des suspensions d'hématite à différentes concentrations volumiques, particulièrement, la suspension à 12%.

Le caractère rhéofluidifiant de la suspension d'hématite à 12% en volume est mis en évidence en utilisant deux géométries différentes, la cellule Couette et le ruban hélicoïdal. La viscosité apparente de la ladite suspension est comprise entre 100 et 20 mPa.s à des vitesses de cisaillement comprises entre 0.5 et 10 s^{-1} à 100 °C.

Les résultats obtenus par les trois approches utilisées sur l'estimation de la viscosité apparente de la suspension d'hématite sont du même ordre de grandeur malgré la dissimilitude des approches.

Partie II

Écoulement des suspensions de particules d'hématite

Introduction

La seconde partie de cette thèse concerne l'étude du comportement hydrodynamique des particules d'oxyde de fer transportées par les suspensions concentrées, qui permettra de quantifier la sédimentation et l'accumulation de particules à la cathode et d'examiner dans quelles conditions la partie inférieure de la cellule peut être plus concentrée en particules.

Cette partie commence par une revue bibliographique sur l'écoulement et du profil de vitesse de suspensions dans les conduites. Les particules d'hématite sont d'un rouge foncée et par conséquent, ne sont pas adaptées à des mesures optiques, une recherche de systèmes liquide-particules modèles transparentes à ainsi été effectuée.

Des expériences de visualisation de la suspension dans une conduite rectangulaire inclinée transparente avec une caméra rapide, en fonction du régime d'écoulement, de la nature du fluide (newtonien ou non newtonien), des conditions d'entrée et de la concentration des particules solides sont effectuées. Par l'intermédiaire de la méthode PIV, les distributions des champs de vitesses et les trajectoires des particules solides dans la cellule sont déterminées. Des simulations numérique, au moyen de ANSYS Fluent sur des fluides newtoniens et non newtoniens sont aussi réalisées et sont comparées aux acquisitions optiques expérimentales.

Enfin, une conclusion rappelle les principaux résultats obtenus pour cette dernière partie de notre travail sur l'écoulement de suspensions dans une cellule rectangulaire inclinée.

CHAPITRE II.1

Étude bibliographique

II.1.1 Introduction

Divers aspects du transport de suspensions de particules dans les conduites horizontales et inclinées tels que les régimes d'écoulement, les vitesses de transition et les pertes de pression sont abordés en premier dans ce chapitre. Les profils de vitesse de fluides circulant dans les conduites de sections circulaire et non circulaire sont également présentés. Une brève description de quelques techniques de caractérisation de l'écoulement de suspensions de particules termine ce chapitre.

II.1.2 Transport de suspension dans les conduites

Le transport hydraulique est le transport de particules solides par des liquides. Dans l'industrie (chimique, agroalimentaire et notamment minière), le transport hydraulique est une technique importante utilisée dans un bon nombre de procédés. Il est également employé pour le dragage ou le remplissage des rivières et des ports, la collecte et l'élimination des déchets solides (Hsu *et al.* (1989); Wadke *et al.* (2005)). Le transport des suspensions peut se faire dans des conduites verticales, horizontales ou inclinées. Les conduites circulaires sont communément utilisées pour le transport sur de longues distances (figure II.1.1) et les conduites non circulaires sont surtout employées pour des applications industrielles (Seshadri *et al.* (2006)).

Ce mode de transport présente plusieurs avantages par rapport aux autres modes de transport. Il est respectueux de l'environnement, automatique, fiable et les coûts d'exploitation

et de maintenance sont faibles (Doron et Barnea (1995); Yan et Rinoshika (2011)).

La procédure de conception des conduites repose en grande partie sur les expériences et les tests à grande échelle pour déterminer les paramètres importants qui gouvernent le transport des suspensions (pertes de pression et la vitesse de transport optimale). Néanmoins, en pratique, il est plus important de s'assurer que le système fonctionne de manière fiable et sans risque de blocage et sans érosion excessive que d'obtenir des conditions de fonctionnement optimales (Chhabra et Richardson (2008c)).

La nature de l'écoulement et le gradient de pression (variable clé dans le transport hydraulique) sont influencés par les autres variables du système (listées dans le tableau II.1.1), comme les propriétés des particules solides à transporter, les propriétés du liquide et de la conduite et des conditions opératoires.

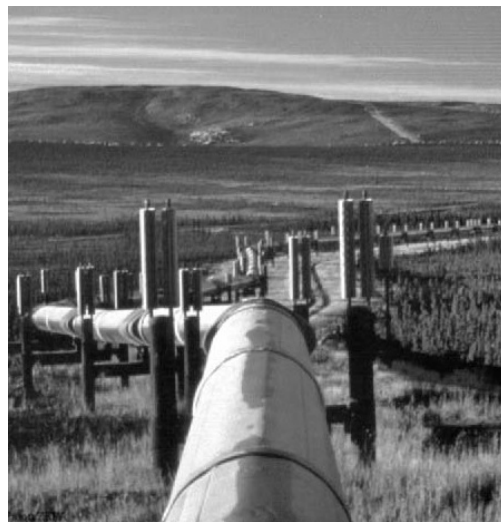


Figure II.1.1 – Conduite de transport de suspensions de minerai de fer par une conduite de diamètre de 245 mm en Tasmanie. Le solide est transporté à une concentration de 60 % en masse avec une taille de particule moyenne inférieure à 149 μm sur une distance de 85 km (Abulnaga (2002a)).

Les particules solides qui composent les suspensions à transporter consistent en des particules dont la taille peut varier sur trois plages d'ordres de grandeur (nanométriques, micrométriques et millimétriques).

Si la taille des particules solides est petite (jusqu'à quelques micromètres) ou si la différence entre les masses volumiques des particules et de la phase continue n'est pas très élevée, les particules solides ne sédimentent pas de manière significative pendant l'écoulement et forment par conséquent des suspensions assez homogènes.

Les suspensions composées de particules macroscopiques comme les suspensions de sable ou de gravier (de taille pouvant aller jusqu'à quelques millimètres) ou ayant une masse volumique

Composants	Paramètres
Solides	Forme, taille et distribution de taille, masse volumique, dureté, abrasivité, sensibilité au cisaillement
Liquide	Comportement rhéologique, nature corrosive, masse volumique, dépendance par rapport à la température
Conduite	Diamètre, longueur, orientation
Conditions opératoires	Débit de suspension, concentration solide, type de pompe, etc.

Tableau II.1.1 – Facteurs importants dans le transport hydraulique (Chhabra et Richardson (2008c)).

très élevée par rapport à la phase continue (comme les oxydes de fer), ont tendance à décanter. L'accumulation des particules en bas de la conduite entraîne l'apparition de différents modes d'écoulement en fonction de la vitesse d'écoulement et affecte les performances du transport hydraulique comme l'accroissement de la chute de pression et l'érosion des conduites (Doron et Barnea (1996); Chhabra et Richardson (2008c)).

Selon son état, la suspension peut présenter un comportement newtonien ou non newtonien. C'est souvent une bonne approximation de la considérer comme un système monophasique pseudo-homogène en lui attribuant une masse volumique et une viscosité effective. La viscosité effective ou apparente d'une suspension rhéofluidifiante est maximale au centre de la conduite, i.e. là où le gradient de vitesse est minimum et facilite par conséquent le maintien en suspension des particules (voir chapitre I.2) et est minimale à la paroi de la conduite, entraînant une baisse du gradient de pression (Chhabra et Richardson (2008c); Peker et Helvacı (2008c)).

II.1.2.1 Régimes d'écoulement de suspensions dans une conduite

Étant donné que l'écoulement des suspensions dans les conduites est très complexe, la définition des régimes d'écoulement repose principalement sur des observations visuelles. L'une des classifications les plus courantes se rapporte à quatre régimes d'écoulement en fonction du débit de la suspension (Parzonka *et al.* (1981)) : (1) écoulement totalement en suspension avec : écoulements pseudo-homogène ou hétérogène, (2) écoulement avec un lit mobile et (3) écoulement avec un lit fixe. Certains auteurs ont utilisé des distinctions moins précises. Par exemple, Durand (1953) et Condolios et Chapus (1963) ont fait référence aux

régimes d'écoulement sans dépôt et avec dépôt.

Ces différents régimes d'écoulement de suspensions sont définis par rapport à la phase dispersée. Les quatre modes d'écoulement mentionnés ci-dessus sont décrits ici.

II.1.2.1.1 Écoulement totalement en suspension

Ce type d'écoulement (**fully suspended flow**) est généralement observé à des débits de suspension élevés et peut inclure deux écoulements différents : pseudo-homogène et hétérogène.

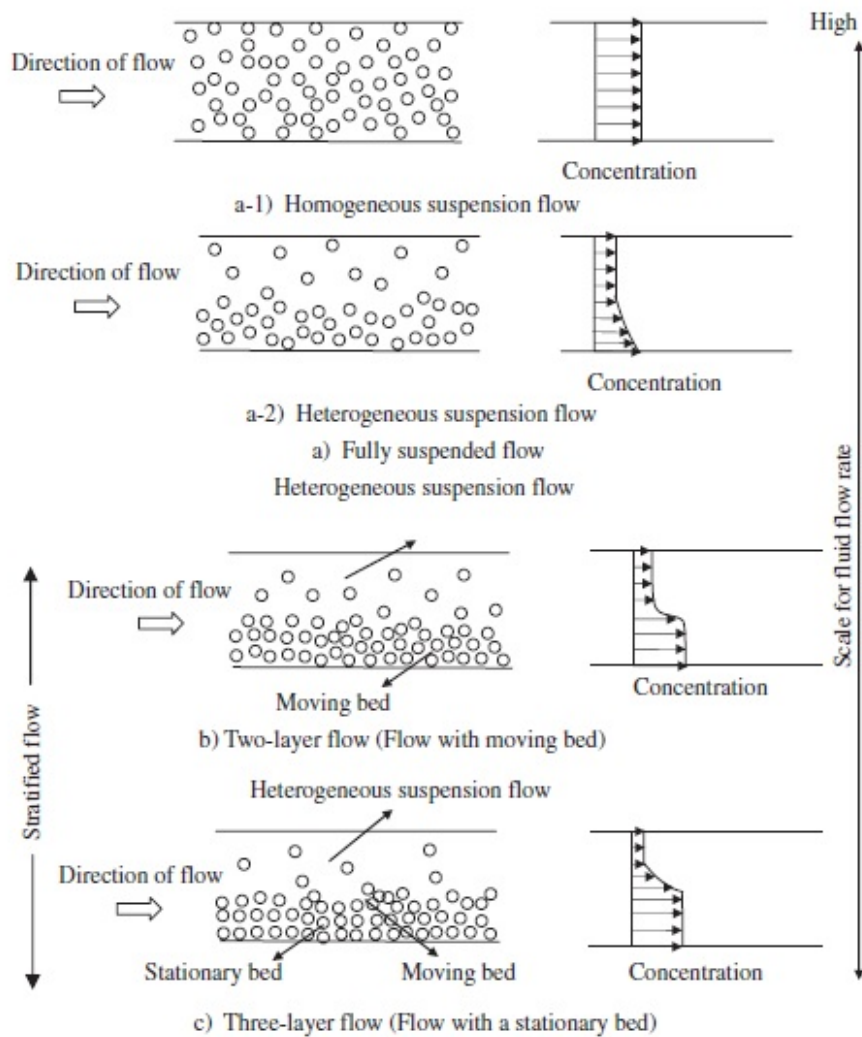


Figure II.1.2 – Représentation schématique des modes d'écoulement et des distributions de concentration dans la direction normale à l'écoulement (a) écoulement totalement en suspension, (b) écoulement avec lit mobile, (c) écoulement avec un lit fixe (Peker et Helvacı (2008c)).

Si toutes les particules solides sont uniformément distribuées à travers la section transversale de la conduite à n'importe quelle position tout au long de la conduite, l'écoulement

de la suspension est pseudo-homogène (figure II.1.2(a-1)). Un écoulement totalement en suspension se produit lorsque la taille des particules est faible ou lorsque la vitesse moyenne de l'écoulement est suffisamment élevée. La suspension homogène se comporte comme un fluide pur de la même masse volumique que la suspension et de viscosité qui dépend de la fraction volumique des particules (Doron et Barnea (1996); Peker et Helvaci (2008c)), pour laquelle beaucoup de modèles existent pour l'estimer (voir tableau I.2.1).

Lorsque la vitesse de l'écoulement ne permet plus le maintien en suspension de toutes les particules, un gradient de concentration est formé et provoque un écoulement de suspension hétérogène (figure II.1.2(a-2)) (Doron et Barnea (1996); Peker et Helvaci (2008c)). Ce régime d'écoulement est souvent employé en industrie et a fait l'objet de nombreuses études expérimentales et théoriques, car il est plus économique en termes de consommation d'énergie que l'écoulement homogène (Almedeij et Algharaib (2005)).

La vitesse qui représente le passage du régime d'écoulement homogène à l'écoulement hétérogène, U_H , peut être calculée à partir de la relation proposée par Newitt *et al.* (1955) :

$$U_H = \sqrt[3]{1800gDU_t} \quad (\text{II.1.1})$$

Où g est l'accélération due à la gravité, D est le diamètre de la conduite et U_t est la vitesse terminale d'une particule solide de la même espèce que les particules de la suspension.

Pour le cas de la suspension d'hématite à 12% en volume dans le pilote expérimental d'ArcelorMittal, U_H a pour valeur 0.33 m/s, bien supérieure à la valeur de la vitesse d'écoulement dans la cellule (0.15 m/s), qui confirme bien que les particules d'hématite se déposent sur la cathode.

II.1.2.1.2 Écoulement avec un lit mobile

À des débits de suspensions inférieurs, les particules solides s'accumulent au fond de la conduite, formant un lit de particules mobiles (glissantes ou roulantes). Le lit de particules se déplace le long de la paroi inférieure, tandis que la partie supérieure de la section transversale de la conduite est occupée par un mélange hétérogène en suspension. Ce type d'écoulement de suspension avec un lit de particules en mouvement (**flow with a moving bed**) peut être défini comme un écoulement stratifié à *deux couches* (figure II.1.2(b)) (Doron et Barnea (1996); Peker et Helvaci (2008c)).

II.1.2.1.3 Écoulement avec un lit stationnaire

Un lit stationnaire est observé en bas de la conduite (figure II.1.2(c)) lorsque le débit de la suspension est trop faible pour permettre le mouvement de toutes les particules (**flow with a stationary bed**). Dans de nombreux cas, le phénomène de saltation est observé ; c'est la formation de dunes et d'ondulations sur la surface du lit. Pour le reste de la suspension, l'écoulement est hétérogène et le profil de concentration solide est beaucoup plus raide que pour les autres modes d'écoulement. Ce type d'écoulement hétérogène avec des couches de lit stationnaire et mobile peut également être interprété comme un écoulement *à trois couches*. Ce régime n'est pas souhaité car il réduit la section de passage et accentue le risque de l'obstruction de la conduite (Doron et Barnea (1996); Peker et Helvaci (2008c)).

Les transitions entre les régimes d'écoulement sont généralement déterminées par des observations visuelles et, naturellement, leur définition dépend de la définition des régimes d'écoulement (Doron et Barnea (1996)). Il existe une vitesse de transition fondamentale, la *vitesse de dépôt*, qui sera décrite dans le paragraphe II.1.2.4.

II.1.2.2 Mécanismes de maintien des particules dans les suspensions en écoulement

Les particules solides dans les suspensions ont tendance à sédimenter sous l'action de la pesanteur en raison de la différence de masses volumiques avec la phase continue. Les particules sont supportées par plusieurs mécanismes selon les régimes d'écoulement pour surmonter la sédimentation.

Le poids des particules en suspension dans un écoulement homogène et hétérogène est supporté par l'action turbulente du fluide de transport. Cependant, la concentration des particules solides, le long du fond de la conduite augmente dans tous les types de régimes d'écoulement hétérogène illustré sur la figure II.1.2. Avec l'augmentation de la concentration solide, l'empilement des particules et les interactions entre les particules solides augmentent également, de sorte que le contact interparticulaire s'oppose à l'effet de la gravité et maintient les particules en suspension (Peker et Helvaci (2008c)).

Énoncé dans le paragraphe II.1.2, le caractère non newtonien des suspensions et particulièrement rhéofluidifiant permet de maintenir les particules en suspension par l'action de la contrainte minimale au centre de la conduite, qui permet d'assurer une viscosité maximale et

une tendance à sédimenter plus faible.

II.1.2.3 Paramètres décrivant l'écoulement des suspensions

La masse volumique et la viscosité apparente des suspensions sont des paramètres qui contrôlent l'écoulement des suspensions. La masses volumique des suspensions, ρ_{sus} est définie par l'équation I.1.3 ($\rho_{sus} = \Phi_v \rho_s + (1 - \Phi_v) \rho_f$). La viscosité effective des suspensions, η_s dépend de la viscosité de la phase continue, μ et de la fraction volumiques des particules solides, Φ_v . Dans le cas de suspensions diluées, il existe une relation linéaire entre la viscosité de la suspension et la fraction volumique de la phase dispersée (relation d'Einstein, I.2.9). Cependant, lorsque la fraction volumique des particules augmente, la relation viscosité-fraction volumique n'est plus linéaire et nécessitent l'introduction de termes d'ordres supérieurs pour décrire les interactions entre les particules dans la suspension. Pour des fractions volumiques plus élevées, il est nécessaire d'introduire la densité d'empilement maximal des particules pour tenir compte de la croissance de ces interactions. Une discussion détaillée a été donnée dans le paragraphe I.2.2.2 sur la rhéologie des suspensions.

II.1.2.4 Vitesse de dépôt dans une conduite horizontale

La vitesse de dépôt, U_D peut être définie comme la vitesse la plus basse requise pour un écoulement totalement en suspension (Peker et Helvacı (2008c)).

La vitesse de dépôt est un paramètre principal et important dans la conception des conduites destinées à transporter les suspensions et sa prévention est essentielle pour éviter le blocage partiel des conduites qui réduit l'efficacité du transport et augmente l'usure des conduites (Peker et Helvacı (2008c)). Pour éviter tout risque de blocage, la vitesse de fonctionnement minimale de la conduite est habituellement maintenue à 0.5 m/s de plus que la vitesse de dépôt (Kaushal *et al.* (2002)).

La vitesse de dépôt dépend fortement du diamètre des particules (d_p), des masses volumiques des particules et du liquide (ρ_s et ρ_f , respectivement), de la fraction volumique solide (Φ_v), de la viscosité de la phase continue (μ) et du diamètre de la conduite (D). De nombreuses corrélations pour prédire la vitesse de dépôt ont été proposées, il en existe près de 60 corrélations (Kaushal *et al.* (2002)). Différents auteurs ont utilisé différentes variables et groupes de variables dans leurs corrélations. Dans des conditions restreintes, qui comprennent des particules sphériques de taille uniforme et des parois de conduites lisses, la dépendance

de la vitesse critique peut être exprimée par (Turian *et al.* (1987)) :

$$U_D = f(d_p, \rho_s, \rho_f, \Phi_v, \mu, D) \quad (\text{II.1.2})$$

Une des premières corrélations est celle proposée par Durand (1953). Elle est exprimée comme suit :

$$U_D = F_L [2gD(s - 1)]^{1/2} \quad (\text{II.1.3})$$

$s = \rho_s/\rho_f$ et F_L est une constante pour un système donné et varie en fonction de la taille des particules et de la fraction volumique solide. La vitesse de dépôt varie peu avec la fraction volumique et la taille des particules (à travers la constante F_L) mais augmente avec leur masse volumique et le diamètre de la conduite.

Valeur de F_L

Durand (1953) a établi la manière dont F_L varie avec la fraction volumique et la taille des particules (figure II.1.3), et a conclu que :

- Pour des particules de taille allant jusqu'à 1 mm, la fraction volumique et la taille des particules ont un effet positif sur la valeur de F_L .
- Pour les particules de tailles supérieures à 1 mm, la dépendance devient plus faible.
- La taille et la fraction volumique des particules n'ont aucun effet sur la vitesse de dépôt quand la taille des particules est supérieure à 2 mm, F_L égal à 1.35 dans ce cas.

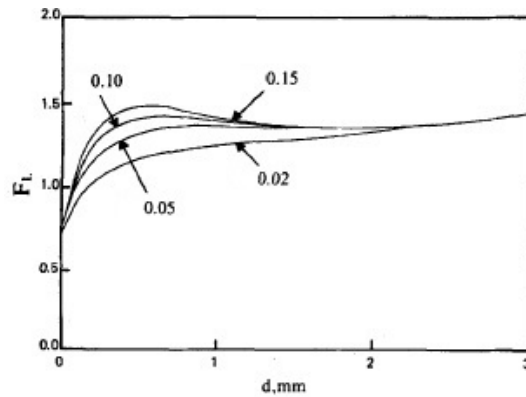


Figure II.1.3 – Variation de F_L en fonction de la fraction volumique des particules ($\Phi_v=0.02, 0.05, 0.10$ et 0.15) et de leur taille (Durand (1953)).

Le tableau II.1.2 regroupe des corrélations proposées dans la littérature pour estimer la vitesse de dépôt pour le transport des suspensions, avec :

$$\frac{U_D}{[2gD(s-1)]^{0.5}} = q(\Phi_v, s) C_D^k \left[\frac{D\rho_f [gD(s-1)]^{0.5}}{\mu} \right]^l \left(\frac{d_p}{D} \right)^m \quad (\text{II.1.4})$$

C_D est le coefficient de traînée défini par :

$$C_D = \frac{4}{3} \frac{gd_p(s-1)}{U_t^2} \quad (\text{II.1.5})$$

Références	$q(\Phi_v, s)$	k	l	m
Durand et Condolios (1952)	0.7-1.3	0	0	0
Newitt <i>et al.</i> (1955)	13.880	-0.5	0	0.5
Spells (1955)	$0.0349[\Phi_v(s-1) + 1]^{0.633}$	0	0.633	0.816
Zandi et Govatos (1967) *	$(20 \Phi_v)^{0.5}$	-0.25		
Rose et Duckworth (1969)	$9.654 \left[\frac{\Phi_v}{(1-\Phi_v)} \right]^{0.4} (s-1)^{0.5} s^{-1}$	-1	0	-0.2
Shook (1969)	$2.43\Phi_v^{1/3}$	-0.25	0	0
Oroskar et Turian (1980)	$2^{-0.5} [5\Phi_v(1-\Phi_v)^{2N^\dagger-1}]^{8/15}$	0	1/15	0

Tableau II.1.2 – Corrélations proposées pour estimer la vitesse de dépôt d'une suspension de particules. Les coefficients k , l et m correspondent à ceux de la corrélation II.1.4.

Les différentes corrélations du tableau II.1.2 ont été utilisées pour estimer la vitesse de dépôt de la suspension d'hématite dans les conditions de l'électroréduction, c'est à dire, dans une solution de soude à 50% en masse à 110 °C.

Au vu des valeurs très divergentes de la vitesse de dépôt pour la suspension d'hématite (tableau II.1.3), il semble assez difficile de la déterminer. Cependant, nous pouvons dire que les valeurs de la vitesse de dépôt estimées par les corrélations de Zandi et Govatos (1967) (Turian *et al.* (1987)) et de Shook (1969) semblent se situer entre 9 et 12 cm/s.

II.1.2.5 Pertes de pression dans les conduites horizontales

En fonction du débit de la suspension dans la conduite, différents modes d'écoulement peuvent apparaître dans la conduite, comme illustré sur la figure II.1.2. Ces régimes d'écou-

*. Turian *et al.* (1987)

†. N est le paramètre dans la relation de Richardson et Zaki (1954) sur la sédimentation entravée de suspensions concentrées de particules.

Références	U_D (cm/s)	Valeurs de N
Durand et Condolios (1952)	82-153	
Newitt <i>et al.</i> (1955)	0.13	
Spells (1955)	2.98	
Zandi et Govatos (1967)	11.80	
Rose et Duckworth (1969)	0.02	
Shook (1969)	9.11	
Oroskar et Turian (1980)	2.19	29.785 (relation I.1.55)
	67	4.65

Tableau II.1.3 – Valeurs de la vitesse de dépôt de la suspension d’hématite à 0.12, calculées à partir les différentes corrélations.

ment affectent les pertes de pression le long de la conduite.

La relation générale entre la perte de pression et la vitesse de suspension est donnée en fonction de la fraction volumique du solide (figure II.1.4). Dans le cas du liquide pur, la perte de pression varie linéairement avec la vitesse de l’écoulement. Aux débits élevés, la chute de pression pour la suspension est supérieure à celle du liquide pur et les courbes sont pratiquement parallèles. À mesure que la vitesse de l’écoulement diminue, la chute de pression diminue jusqu’à ce qu’elle atteigne éventuellement une valeur minimale, appelée *vitesse critique* (Doron et Barnea (1995)).

Une augmentation de la fraction de volume solide augmente les pertes de pression en raison de l’augmentation des interactions entre les particules (Peker et Helvaci (2008c)). Les pertes de pression augmentent avec la masse volumique et diminuent avec la taille des particules.

Modélisation des pertes de pression pour les suspensions

La perte de pression dans les suspensions, i_s , est la somme de la perte de pression due au liquide pur, i_l , et la perte due à la présence de particules solides dans la suspension et peut être exprimée sous une forme générale adimensionnelle :

$$\frac{i_s - i_l}{\Phi_v i_l} \quad (\text{II.1.6})$$

La relation proposée par Durand et Condolios (1952) est largement utilisée pour calculer

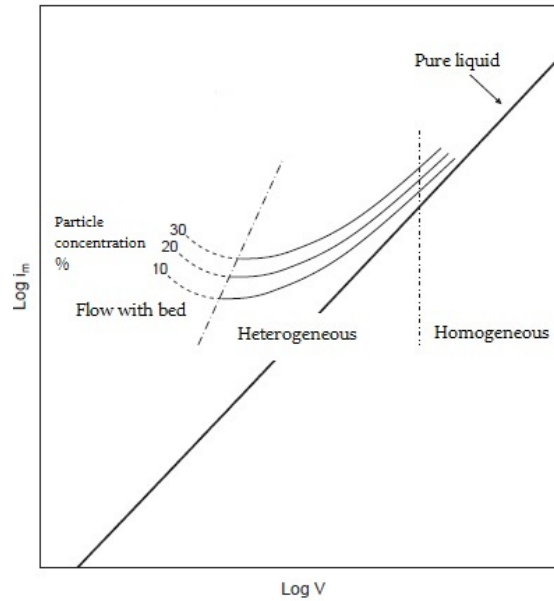


Figure II.1.4 – Illustration de la perte de pression dans les conduites en fonction des régimes d'écoulement et de la concentration des particules (Almedeij et Algharaib (2005)).

la perte de pression dans les suspensions :

$$\frac{i_s - i_l}{\Phi_v i_l} = 121 \left(\frac{gD(s-1)}{U^2} \frac{U_t}{\sqrt{gD(s-1)}} \right)^{1.5} \quad (\text{II.1.7})$$

Avec U , la vitesse moyenne de l'écoulement. Les pertes de pression sont fonction du diamètre de la conduite, des masses volumiques des particules et du liquide et de la taille des particules. La corrélation de Durand et Condolios (1952) est basée sur des données expérimentales de suspensions de sable et de gravier couvrant tous les régimes d'écoulement, avec une granulométrie allant de 0.2 à 25 mm, dans les conduites passant de 3.8 à 58 cm de diamètre et la fraction volumique de solides allant jusqu'à 0.60, donne de très bons résultats.

Une autre relation largement utilisée est proposée par Newitt *et al.* (1955) :

$$\frac{i_s - i_l}{\Phi_v i_l} = 1100 \frac{gD}{U^2} \frac{U_t}{U} (s-1) \quad (\text{II.1.8})$$

La perte de pression due au liquide pur est calculée par l'équation de Darcy-Weisbach :

$$i_l = f_D \frac{\rho_f U^2}{2D} \quad (\text{II.1.9})$$

Où f_D est le facteur de frottement de Darcy.

II.1.2.6 Écoulement de suspensions dans les conduites inclinées

La plupart des conduites sont horizontales ou verticales, avec des coudes et des raccords entre elles mais les conduites inclinées sont moins courantes. La construction d'installations expérimentales appropriées est très difficile, car de longues conduites sont nécessaires pour étudier l'écoulement entièrement développé. Pour cette raison, très peu de données expérimentales ont été publiées (Doron *et al.* (1997)). L'inclinaison des conduites affecte significativement la vitesse de dépôt et la perte de pression.

II.1.2.6.1 Effet sur la vitesse de dépôt

À des inclinaisons positives, la vitesse de dépôt augmente avec l'angle d'inclinaison et atteint un maximum pour des suspensions de sable, de diamètre égal à 0.36 mm (figure II.1.5). La vitesse de dépôt est environ 10% plus élevée que dans une conduite horizontale.

Lorsque la conduite est inclinée vers le bas, la vitesse de dépôt diminue drastiquement. En effet, le poids des particules constitue une force motrice et la formation d'un lit est difficile (Doron *et al.* (1997)).

Selon Spelay *et al.* (2016), la vitesse de dépôt de suspensions de particules de sable de taille inférieure à 300 μm n'est pas affectée par l'angle d'inclinaison de la conduite. Cependant, pour des suspensions de particules de gravier plus grandes ($d_p = 2$ et 8 mm), la vitesse de dépôt augmente significativement avec l'inclinaison de la conduite.

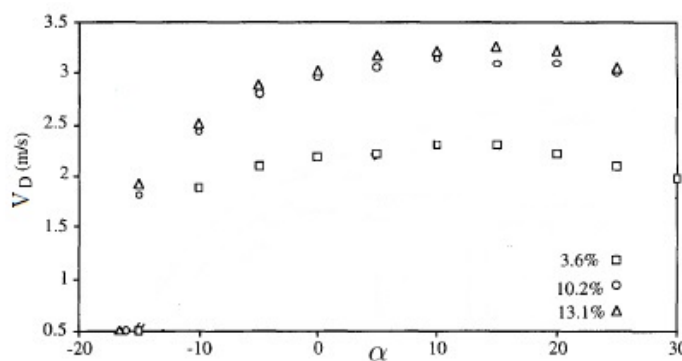


Figure II.1.5 – Effet de l'angle d'inclinaison de la conduite sur la vitesse de dépôt de suspensions de sable ($\rho_p=2650 \text{ kg/m}^3$, $d_p=0.36 \text{ mm}$ dans un conduite de 100 mm de diamètre) (Doron *et al.* (1997)).

II.1.2.6.2 Effet sur les pertes de pression

Worster et Denny (1955)(Abulnaga (2002b)) ont reporté que si la conduite est inclinée par rapport à l'horizontale, la perte de pression à un angle d'inclinaison α , i_α , s'exprime par :

$$i_\alpha = i_l + (i_s - i_l) \cos \alpha \quad (\text{II.1.10})$$

Cette équation suggère que la perte de pression est plus élevée dans une conduite inclinée que dans une conduite horizontale et que le gradient de pression est le même pour les inclinaisons positives et négatives (respectivement, inclinaisons vers le haut et vers le bas).

Doron *et al.* (1997) ont trouvé de leur côté que les pertes de pression augmentent avec l'augmentation de l'inclinaison par rapport à un écoulement horizontal pour les écoulements ascendants et descendants. L'effet supplémentaire de la force gravitationnelle entraîne un changement monotone de la chute de pression lorsque l'angle d'inclinaison augmente (figure II.1.6). L'inclinaison de la conduite affecte l'ampleur de la chute de pression, mais la forme caractéristique des courbes de variation de perte de pression avec la vitesse liquide n'est pas modifiée.

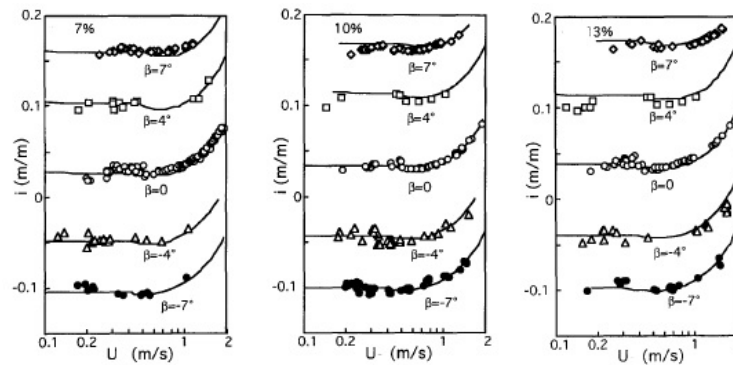


Figure II.1.6 – Effet de l'angle d'inclinaison sur la chute de pression ; $\rho_p = 1240 \text{ kg/m}^3$, $d_p = 3 \text{ mm}$, $D = 50 \text{ mm}$ pour 3 concentrations volumiques : 7, 10 et 13%. Symboles : données expérimentales, lignes continues : modèle (Doron *et al.* (1997)).

Lorsque la suspension s'écoule vers le haut, une augmentation de l'inclinaison provoque une augmentation de la perte de pression due à une augmentation de l'effet de la gravité dans la direction inverse. Pour l'écoulement descendant, la gravité agit comme une force d'entraînement, et pour une pente suffisamment raide, elle peut suffire pour induire un écoulement. Dans ce cas, la chute de pression appliquée par la pompe, disparaît. Cependant, si le débit imposé est inférieur à celui correspondant à l'état d'équilibre, alors la pompe induit effectivement une force opposée, indiquée par une valeur négative de la perte de

pression. L'ampleur du gradient de pression motrice négative augmente à mesure que la pente descendante augmente, puisque l'effet de la gravitation augmente.

Comme pour les conduites horizontales, des fractions de volume solide plus élevées entraînent également des pertes de pression plus élevées dans les conduites inclinées (figure II.1.6).

II.1.2.7 Profil de vitesse dans les conduites horizontales

L'écoulement de fluides dans les conduites peut être externe ou interne, selon que le fluide soit forcé à circuler sur une surface ou dans une conduite. Les écoulements internes et externes présentent des caractéristiques très différentes. Dans ce manuscrit, seul l'écoulement interne où la conduite est complètement remplie avec le fluide est considéré.

Le régime d'écoulement laminaire est lamellaire, caractérisé par des lignes de courant régulières et un mouvement très ordonné et le régime turbulent est caractérisé par des fluctuations de vitesse et un mouvement très désordonné. La transition de l'écoulement laminaire à l'écoulement turbulent se produit sur une région dans laquelle l'écoulement fluctue avant qu'il ne devienne complètement turbulent (Cengel et Cimbala (2006)).

II.1.2.7.1 Écoulement de fluides indépendants du temps dans les conduites de section circulaire

Cette section est limitée au cas de fluides au comportement rhéologique indépendant du temps (voir la section I.2.2.1.2), régis par une loi de puissance (relation I.2.8), c'est à dire, des fluides rhéofluidifiants ($n < 1$) ou des fluides rhéoépaississants ($n > 1$) y compris les fluides newtoniens ($n = 1$) s'écoulant dans une conduite de section circulaire.

II.1.2.7.1.1 Répartition de la contrainte de cisaillement

Pour un écoulement idéal, la pression change entre deux points s'il y a un changement de surface de l'écoulement ou d'élévation. Néanmoins, pour les fluides visqueux, la pression change en raison de l'existence de contraintes de cisaillement (Massoud (2005)).

Considérons l'écoulement laminaire, incompressible et entièrement développé d'un fluide ayant un comportement rhéologique régi par une loi de puissance dans une conduite cylindrique, de section circulaire, de rayon, R , induit par une différence de pression comme le montre la figure II.1.7.

Pour un volume de contrôle, la force de pression agissant sur une surface plane immergée est le produit de la pression au centre de la surface par la surface. Pour le fluide circulant dans la direction x , la pression agissant sur la zone gauche du volume de contrôle est équilibrée par la pression agissant sur la surface à droite et par la contrainte de cisaillement agissant sur la surface de l'élément de volume. L'équilibre de la force de pression dans la direction x sur un élément de volume fluide situé à une distance, r , peut être écrit (Chhabra et Richardson (2008c)) :

$$p(\pi r^2) - (p + \Delta p) \pi r^2 = \tau_{rx} 2\pi r \Delta x \quad (\text{II.1.11})$$

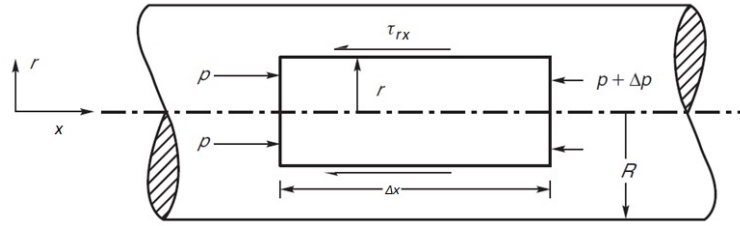


Figure II.1.7 – Écoulement d'un fluide à travers une conduite horizontale.

Qui se simplifie en :

$$\tau_{rx} = -\frac{r \Delta p}{2 \Delta x} \quad (\text{II.1.12})$$

C'est la distribution de contraintes de cisaillement à travers la section transversale de la conduite. La contrainte de cisaillement est nulle au niveau de l'axe de la conduite et maximale à la paroi ($r = R$) :

$$\tau_w = -\frac{R \Delta p}{2 \Delta x} \quad (\text{II.1.13})$$

Il faut noter que l'équation II.1.12 est applicable pour tout fluide car elle est basée sur un simple équilibre de forces.

Pour un fluide régi par une loi de puissance, la contrainte de cisaillement est liée à la vitesse de cisaillement par :

$$\tau_{rx} = K \left(-\frac{dU_x}{dr} \right)^n \quad (\text{II.1.14})$$

II.1.2.7.1.2 Profil de vitesse pour un écoulement laminaire

Le profil de vitesse d'un écoulement laminaire peut être dérivé analytiquement en utilisant les équations de conservation de quantité de mouvement. Lorsque le fluide circule le long de

l'axe des abscisses, en utilisant la symétrie, la vitesse à n'importe quelle section transversale ne change que dans la direction radiale (c'est-à-dire $U_x = U_x(r)$).

La combinaison des équations (II.1.12) et (II.1.14) et la séparation des variables donnent :

$$dU_x = - \left\{ \left(\frac{-\Delta p}{\Delta x} \right) \frac{1}{2K} \right\}^{1/n} r^{1/n} dr \quad (\text{II.1.15})$$

L'intégration de l'équation II.1.15 avec $U_x=0$, lorsque $r=R$ comme condition limite permet d'obtenir la distribution de la vitesse dans la conduite :

$$U_x(r) = \left(\frac{n}{n+1} \right) \left(\frac{-\Delta p}{\Delta x} \frac{R}{2K} \right)^{1/n} R \left\{ 1 - \left(\frac{r}{R} \right)^{(n+1)/n} \right\} \quad (\text{II.1.16})$$

La vitesse moyenne, U , est donnée par :

$$U = \frac{Q_v}{\pi R^2} = \frac{1}{\pi R^2} \int_0^R 2\pi r U_x(r) dr = \left(\frac{n}{3n+1} \right) \left(\frac{-\Delta p}{\Delta x} \frac{R}{2K} \right)^{1/n} R \quad (\text{II.1.17})$$

Avec Q_v est le débit volumétrique du fluide.

L'équation II.1.16 réécrite en termes de vitesse moyenne donne :

$$\frac{U_x(r)}{U} = \left(\frac{3n+1}{n+1} \right) \left\{ 1 - \left(\frac{r}{R} \right)^{(n+1)/n} \right\} \quad (\text{II.1.18})$$

Les profils de vitesse calculés à partir de l'équation II.1.18 sont présentés sur la figure II.1.8, pour différentes valeurs de n . Par rapport à la distribution parabolique d'un fluide newtonien ($n = 1$), le profil est plus plat pour un fluide rhéofuidifiant ($n < 1$) et plus pointu pour un fluide rhéoépaississant ($n > 1$).

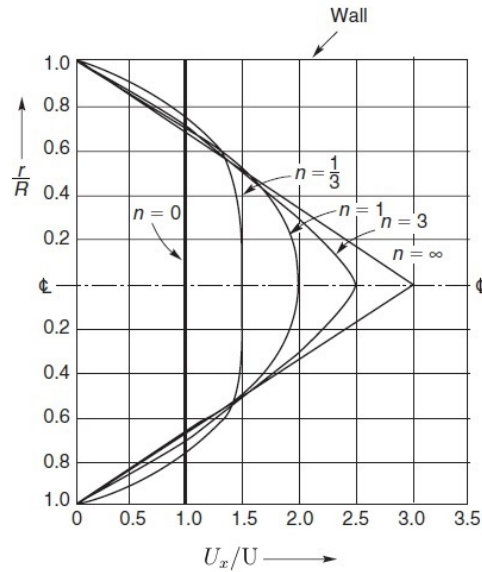


Figure II.1.8 – Distribution de la vitesse pour les fluides de puissance dans l'écoulement laminaire dans les conduites (Chhabra et Richardson (2008c)).

La vitesse maximale U_{max} , dans l'axe de la conduite est :

$$\frac{U_{max}}{U} = \left(\frac{3n+1}{n+1} \right) \quad (\text{II.1.19})$$

D'après la dernière équation, la valeur de la vitesse maximale diminue de 2.33 U à 1.18 U lorsque la valeur de l'indice d'écoulement n diminue de 2 à 0.1. Ce ratio est de 2 pour un fluide newtonien.

Le débit volumétrique est donné par :

$$Q_v = \pi R^2 U = \pi \left(\frac{n}{3n+1} \right) \left(\frac{-\Delta p}{\Delta x} \frac{R}{2K} \right)^{1/n} R^{(3n+1)/n} \quad (\text{II.1.20})$$

Pour un fluide caractérisé par une loi de puissance donnée et un rayon de conduite fixe, $-\Delta p \propto Q^n$, c'est-à-dire pour un fluide rhéofluidifiant ($n < 1$), le gradient de pression est moins sensible que pour un fluide newtonien aux changements de débits. Le débit, en revanche, montre une dépendance plus forte en fonction du rayon de la conduite. Par exemple, pour $n = 1$, $Q \propto R^4$ alors que pour $n = 0.5$, $Q \propto R^5$ (Chhabra et Richardson (2008c)).

II.1.2.7.1.3 Nombre de Reynolds pour un fluide régi par une loi de puissance

La réécriture de l'équation II.1.17 sous forme adimensionnelle en introduisant le *facteur de frottement de Fanning*, f_F , défini par :

$$f_F = \frac{2\tau_w}{\rho_f V^2} \quad \text{Avec} \quad \tau_w = \frac{-\Delta p}{\Delta x} \frac{D}{4} \quad (\text{II.1.21})$$

permet de définir un nombre approprié de Reynolds pour un fluide non newtonien qui produira la même relation que celle des fluides newtoniens, soit $f_F = (16/Re)$.

Le coefficient de friction de Fanning est exprimé en fonction du coefficient de friction de Darcy, f_D , par la relation :

$$f_D = 4f_F \quad (\text{II.1.22})$$

L'équation II.1.17 devient :

$$U = \left(\frac{n}{3n+1} \right) \left(\frac{D}{4K} \frac{2f_F \rho_f U^2}{D} \right)^{1/n} \left(\frac{D}{2} \right) \quad (\text{II.1.23})$$

ce qui donne :

$$f_F = \frac{16}{Re_{PL}} \quad (\text{II.1.24})$$

Le nombre de Reynolds pour un fluide régi par un loi de puissance, Re_{PL} est alors :

$$Re_{PL} = \frac{\rho_f U^{2-n} D^n}{8^{n-1} K \left(\frac{3n+1}{4n} \right)^n} \quad (\text{II.1.25})$$

II.1.2.7.1.4 Cas particulier du fluide newtonien

Pour un fluide newtonien, $n = 1$. Le profil de vitesse est une fonction parabolique dans la direction r (figure II.1.9). C'est l'*écoulement de Hagen-Poiseuille*. La vitesse du fluide passe de zéro à la surface de la conduite à cause du non glissement du fluide à la paroi au maximum au centre de la conduite.

$$U_x(r) = -\frac{R^2}{4\mu} \left(\frac{\Delta p}{\Delta x} \right) \left[1 - \left(\frac{r}{R} \right)^2 \right] \quad (\text{II.1.26})$$

La contrainte de cisaillement est nulle au niveau de l'axe de la conduite, comme le montre la figure II.1.9 et maximale à la paroi de la conduite ($r = R$), défini par τ_w (équation II.1.13).

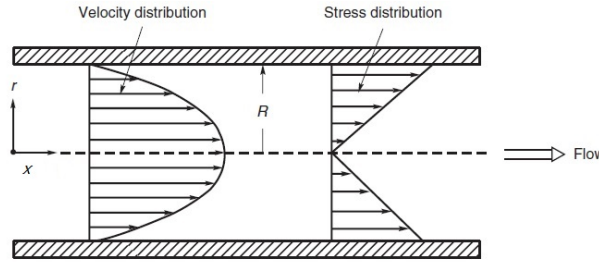


Figure II.1.9 – Représentation schématique de la contrainte de cisaillement et de la distribution de la vitesse pour un écoulement laminaire entièrement développé dans une conduite.

Le profil de vitesse en termes de vitesse maximale à n'importe quel emplacement axial est :

$$\frac{U_x(r)}{U_{max}} = \left(1 - \left(\frac{r}{R} \right)^2 \right) \quad (\text{II.1.27})$$

L'expression de la vitesse $U_x(r)$ en fonction de la vitesse moyenne est :

$$\frac{U_x(r)}{U} = 2 \left(1 - \left(\frac{r}{R} \right)^2 \right) \quad (\text{II.1.28})$$

La vitesse maximale dans la conduite en fonction de la vitesse moyenne est :

$$\frac{U_{max}}{U} = 2 \quad (\text{II.1.29})$$

II.1.2.8 Profil de vitesse de fluides inélastiques dans les conduites non circulaires

Les solutions analytiques pour un écoulement laminaire de fluides indépendants du temps dans des conduites non axisymétriques ne sont pas possibles. De nombreux auteurs ont obtenu des solutions analytiques approximatives et/ou complètes pour des géométries spécifiques, y compris des conduites de section carrée, rectangulaire et triangulaire (Schechter (1961);

Wheeler et Wissler (1965a,b); Holmes et Vermeulen (1968); Mitsuishi et Aoyagi (1969); Cook et Rahman (1986); Hartnett *et al.* (1986); Gao et Hartnett (1993)).

Pour un écoulement à travers des conduites non circulaires, le nombre de Reynolds est basé sur le diamètre hydraulique, D_h de la section de passage défini par :

$$D_h = \frac{4A_c}{P_m} \quad (\text{II.1.30})$$

Où A_c est la section transversale de la conduite et P_m est son périmètre mouillé. Le diamètre hydraulique est défini de telle sorte qu'il se réduit au diamètre, D , pour les conduites circulaires. Le nombre de Reynolds de l'écoulement est ainsi :

$$Re = \frac{\rho_f U D_h}{\mu} \quad (\text{II.1.31})$$

II.1.2.8.1 Profil de vitesse dans les conduites de section rectangulaire

Considérons un canal rectangulaire de demi-largeur w et une demi-hauteur h tel qu'illustré sur la figure II.1.10, où $w \geq h > 0$. L'origine du système de coordonnées est située dans le centre du canal, de sorte que $-w \leq x \leq w$ et $-h \leq y \leq h$.

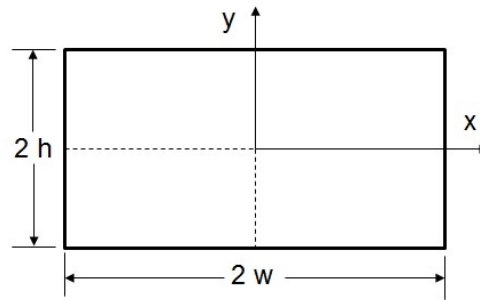


Figure II.1.10 – Schéma d'un canal rectangulaire avec les dimensions et le système de coordonnées.

Une conduite de section carrée est un cas particulier d'une conduite de section rectangulaire, défini par :

$$\alpha^* = \frac{2h}{2w} = 1 \quad (\text{II.1.32})$$

À partir de la résolution de l'équation de continuité et la conservation de quantité de mouvement (données dans l'annexe E), différentes expressions du profil de vitesse dans des sections de passage rectangulaires pour différente nature de fluides sont proposées.

II.1.2.8.1.1 Pour un fluide newtonien

Le profil de vitesse de l'écoulement laminaire d'un fluide newtonien donné par Holmes

et Vermeulen (1968) sous forme de rapport de la vitesse locale à la vitesse maximale a l'expression suivante :

$$\frac{U(x, y)}{U_{max}} = \frac{\sum_{k=1,3,\dots}^{\infty} \frac{(-1)^{(k-1)/2}}{k^3} \left[1 - \frac{\cosh(k\pi y/2w)}{\cosh(k\pi h/2w)} \right] \cos(k\pi x/2w)}{\sum_{k=1,3,\dots}^{\infty} \frac{(-1)^{(k-1)/2}}{k^3} \left[1 - \frac{1}{\cosh(k\pi h/2w)} \right]} \quad (\text{II.1.33})$$

Purday 1949 (dans Hartnett et Kostic (1989)) a proposé une relation beaucoup plus simple pour prédire le profil analytique de vitesse dans un canal de section rectangulaire :

$$\frac{U(x, y)}{U_{max}} = \left[1 - \left(\frac{x}{w} \right)^{s_{Pu}} \right] \left[1 - \left(\frac{y}{h} \right)^{r_{Pu}} \right] \quad (\text{II.1.34})$$

Les valeurs des exposants r_{Pu} et s_{Pu} sont données par :

$$r_{Pu} = 2 \quad s_{Pu} \cong \begin{cases} \frac{1.54}{\alpha^*} & \text{pour } 0 < \alpha^* \leq 2/3 \\ \frac{2.3}{\alpha^*} & \text{pour } 2/3 \leq \alpha^* \leq 1 \end{cases} \quad (\text{II.1.35})$$

II.1.2.8.1.2 Pour un fluide non-newtonien

Schechter (1961) a proposé une expression de profil de vitesse de fluide régi par une loi de puissance passant une conduite de section rectangulaire (ou carrée) en fonction de l'indice d'écoulement, n , du fluide.

$$\frac{U(x, y)}{U} = \sum_{i=1}^6 A_i \sin \left[\alpha_i \pi \frac{(x/w) + 1}{2} \right] \sin \left[\beta_i \pi \frac{(y/h) + 1}{2} \right] \quad (\text{II.1.36})$$

Les constantes A_i sont données en fonction de n dans le tableau II.1.4 pour uniquement $\alpha^*=1$ (pour une section carrée) et les valeurs des constantes α_i et β_i sont présentées dans le tableau II.1.5.

II.1.2.9 Effets d'entrée pour un écoulement dans une conduite

Les sections précédentes ont été limitées à l'écoulement entièrement développé où la vitesse à n'importe quelle position dans la section transversale est indépendante de la distance le long de la conduite.

Pour tous les fluides qui entrent dans une conduite à partir d'un réservoir, le profil de vitesse initial est le plus souvent droit, i.e., les vitesses d'entrée sont uniformes et est ensuite soumis à un changement progressif jusqu'à ce que l'écoulement soit entièrement développé et bien établi, comme le montre schématiquement la figure II.1.11 pour un fluide newtonien.

n	A_1	A_2	A_3	A_4	A_5	A_6
1	2.346	0.156	0.156	0.0289	0.0360	0.0360
0.75	2.313	0.205	0.205	0.0007	0.0434	0.0434
0.50	2.263	0.278	0.278	-0.0285	0.0555	0.0555

Tableau II.1.4 – Valeurs des constantes A_i (relation II.1.36), pour $\alpha^* = 1$.

i	α_i	β_i
1	1	1
2	3	1
3	1	3
4	3	3
5	5	1
6	1	1

Tableau II.1.5 – Valeurs des constantes α_i et β_i (relation II.1.36).

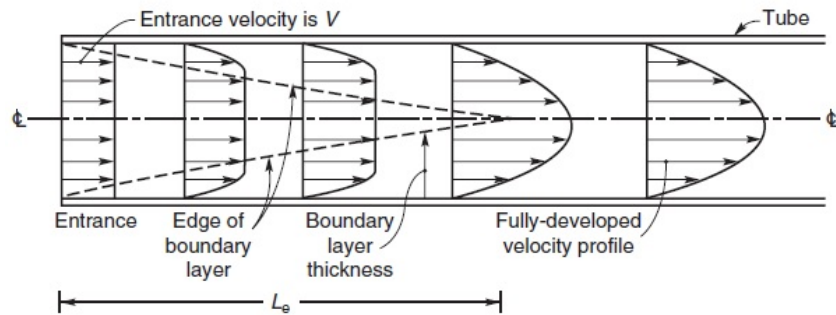


Figure II.1.11 – Développement de la couche limite et du profil de vitesse pour l'écoulement laminaire dans la zone d'entrée d'une conduite (Chhabra et Richardson (2008c)).

La région de l'écoulement dans laquelle les effets des forces de cisaillement visqueuses provoquées par la viscosité du fluide est ressentie est *la couche limite*. L'épaisseur de la couche limite est théoriquement nulle à l'entrée et augmente progressivement le long du tube. Le retard du fluide dans la région de la paroi doit s'accompagner d'une accélération concomitante dans la région centrale afin de satisfaire l'équation de continuité. Lorsque le profil de vitesse a atteint sa forme finale, l'écoulement est entièrement développé et les couches limites peuvent être considérées comme ayant convergé au centre, comme le montre la figure II.1.11. La région de l'entrée de la conduite où la couche limite fusionne à l'axe est appelée *région d'entrée hydrodynamique* et la longueur de cette région est *la longueur d'entrée hydrodynamique*, L_e (Cengel et Cimbala (2006)).

Le gradient de pression dans cette région d'entrée est différent de celui d'un écoulement entièrement développé et est fonction du profil de vitesse initial. Par conséquent, la chute de pression est plus élevée dans les régions d'entrée d'une conduite et le facteur de frottement

moyen est augmenté pour l'ensemble de la conduite (Cengel et Cimbala (2006)).

II.1.2.9.1 Pour un fluide newtonien

La longueur d'entrée hydrodynamique est donnée approximativement par (Cengel et Cimbala (2006)) :

$$L_e = 0.05 Re D_h \quad (\text{II.1.37})$$

Pour $Re = 20$, la longueur d'entrée hydrodynamique est de la taille du diamètre, mais augmente linéairement avec la vitesse.

II.1.2.9.2 Pour un fluide régi par une loi de puissance

Poole et Ridley (2007) ont proposé la relation suivante :

$$\frac{L_e}{D_h} = \left[(0.25n^2 - 0.675n + 1.03)^{1.6} + (0.0567 Re_{MR})^{1.06} \right]^{1/1.6} \quad (\text{II.1.38})$$

$0.4 < n < 1.5$
 $0 < Re_{MR} < 1000$

Où :

$$Re_{MR} = \frac{\rho_f U^{2-n} D_h^n}{K} 8 \left(\frac{n}{6n+2} \right)^n \quad (\text{II.1.39})$$

II.1.2.10 Transition entre l'écoulement laminaire et l'écoulement turbulent

Pour tous les fluides, la nature de l'écoulement est régie par l'importance relative des forces visqueuses et inertielles. Pour les fluides newtoniens, l'équilibre entre ces forces se caractérise par la valeur du nombre de Reynolds. La valeur généralement acceptée du nombre de Reynolds au-dessus de laquelle l'écoulement laminaire stable n'existe plus est de 2100. Pour les fluides indépendants du temps, la valeur critique du nombre de Reynolds dépend du type et du degré de comportement non newtonien (Chhabra et Richardson (2008c)).

Pour les fluides caractérisés par une loi de puissance, Ryan et Johnson (1959) ont proposé une relation pour estimer le nombre de Reynolds critique $Re_{PL,Critical}$ en fonction de l'indice d'écoulement, n :

$$Re_{PL,Critical} = \frac{6464n}{(3n+1)^2} (2+n)^{(2+n)/(1+n)} \quad (\text{II.1.40})$$

Mishra et Tripathi (1971) ont proposé une autre relation ayant la forme :

$$Re_{PL,Critical} = \frac{2100(4n + 2)(5n + 3)}{3(3n + 1)^2} \quad (II.1.41)$$

Le tableau II.1.6 présente les valeurs du nombre de Reynolds critique en fonction de l'indice d'écoulement, $n=0.1$, 0.4 et 0.569 (valeur de l'indice d'écoulement de la suspension d'hématite (voir relation I.2.15)).

Les valeurs de $Re_{PL,Critical}$ prédites par l'équation II.1.40 augmentent avec les valeurs décroissantes de l'indice d'écoulement, atteignant un maximum à $n = 0.4$. Cependant, la relation II.1.41 prédit des valeurs du nombre de Reynolds critique qui augmentent d'une façon monotone. Pour la suspension d'hématite à 0.12 ($n=0.569$), les deux relations donnent des valeurs du nombre de Reynolds critique avec une différence de 20%.

Valeurs de n	Relation II.1.40	Relation II.1.41
0.1	1600	653
0.4	2400	1400
0.569	2350	1940

Tableau II.1.6 – Valeurs du nombre de Reynolds critique calculées pour différentes valeurs de l'indice d'écoulement.

Pour les fluides newtoniens, ($n=1$) les deux équations II.1.40 et II.1.41 prédisent un nombre de Reynolds critique de 2100.

II.1.2.11 Techniques de caractérisation de l'écoulement des suspensions

La caractérisation des suspensions de particules solides peut être un réel défi à cause des nombreuses limitations imposées par les propriétés de celles-ci, notamment leur opacité qui survient à partir de quelques pourcents de particules solides.

Les techniques optiques, basées sur l'interaction des particules avec un faisceau de lumière, sont considérablement répandues. Elles sont considérées comme des techniques non-intrusives à cause du caractère immatériel de la lumière et de la faible interaction du faisceau pénétrant avec le milieu. Selon la nature du faisceau lumineux, deux techniques distinctes sont distinguées :

1. Association de la lumière visible à une caméra rapide CCD pour la capture des images.

Les propriétés de l'écoulement des suspensions sont déduites par traitement et analyse

des images enregistrées par la caméra (Realpe et Velázquez (2003); Merkak *et al.* (2007); Le Quiniou *et al.* (2009)). C'est une technique de visualisation limitée par la concentration des particules solides et l'épaisseur de la cellule observée, car la lumière visible est vite absorbée par les milieux opaques ce qui engendre une perte graduelle de l'intensité de la lumière émise.

2. Utilisation du laser, faisceau de lumière amplifié, comme dans les techniques de la vélocimétrie Laser Doppler (LDV) et la vélocimétrie par image de particules (PIV), basées sur les interactions particule-lumière. Elles permettent de mesurer la vitesse et/ou la distribution de la taille des particules locales du fluide. Néanmoins, cette technique est assujettie au choix des indices de réfraction du fluide et des particules solides et les mesures sont restreintes aux régions adjacentes des parois transparentes du système d'écoulement pour minimiser la dispersion de la lumière (Averbakh *et al.* (1997)). Aussi cette technique n'est pas adaptée aux suspensions opaques pour les mêmes raisons citées pour l'utilisation de la lumière visible.

Pour passer outre les limitations imposées par les techniques optiques, des techniques acoustiques sont employées et sont plus appropriées pour les suspensions opaques. Kotzé *et al.* (2008) décrivent dans leur papier l'application de cette technique avec succès aux suspensions minérales de bentonite à 7% en masse et de kaolin à 12% en volume pour déterminer le profil de vitesse de l'écoulement.

Le caractère intrusif de certains outils de mesure basés sur l'utilisation des ondes ultrasonores constitue un des désavantages de cette technique car l'introduction de capteurs dans une cellule de mesure (les sondes émettrices et les sondes réceptrices) risquent de perturber localement l'écoulement. Un autre désavantage de cette technique est que, dans certains cas, il est nécessaire de la coupler avec des mesures de perte de charge et de connaître le caractère rhéologique de la suspension au préalable pour accéder aux profils de vitesse de l'écoulement (Wiklund *et al.* (2006); Kotzé *et al.* (2008)).

CHAPITRE II.2

Matériels et dispositif expérimental

La production de fer, réalisée au niveau du pilote expérimental d'ArcelorMittal, s'effectue en phase humide, les particules d'hématite transportées par une solution de soude concentrée à 50% en masse à 110 °C se réduisent au contact de la cathode en graphite. Caractériser l'écoulement de ce système au laboratoire ne peut pas s'effectuer pour différentes raisons :

- Les particules d'hématite ne sont ni de taille ni de forme uniformes.
- Les suspensions d'hématite sont opaques mêmes à faible concentration volumique et les particules fines ont tendance à coller sur les parois de la cellule.
- Reproduire les conditions opératoires dans une cellule, en l'occurrence, la température et la concentration de soude élevées, nécessite la fabrication d'une cellule avec un matériau résistant.
- Le matériau doit être aussi transparent pour permettre d'utiliser une technique optique disponible dans notre laboratoire.

Devant toutes ces limitations, nous avons choisi de travailler avec un autre système diphasique.

Ce chapitre est dédié à la présentation des différents systèmes nécessaires à l'étude de l'écoulement de suspensions de particules dans une cellule rectangulaire inclinée.

II.2.1 Matériels

II.2.1.1 Cellule d'écoulement

La cellule est un parallélépipède en PMMA (Polyméthacrylate de méthyle) ayant une entrée et une sortie, inclinée à 45° , simulant ainsi un écoulement analogue à celui du pilote électrochimique. Elle mesure 45 cm de longueur, la section de passage est carrée, fait 20 X 20 mm (figure II.2.1) sur 40 cm. L'angle du divergent de la cellule (à l'entrée) et du convergent (à la sortie) est de 6° . La description du fonctionnement de la cellule est donnée dans le paragraphe II.2.1.5.

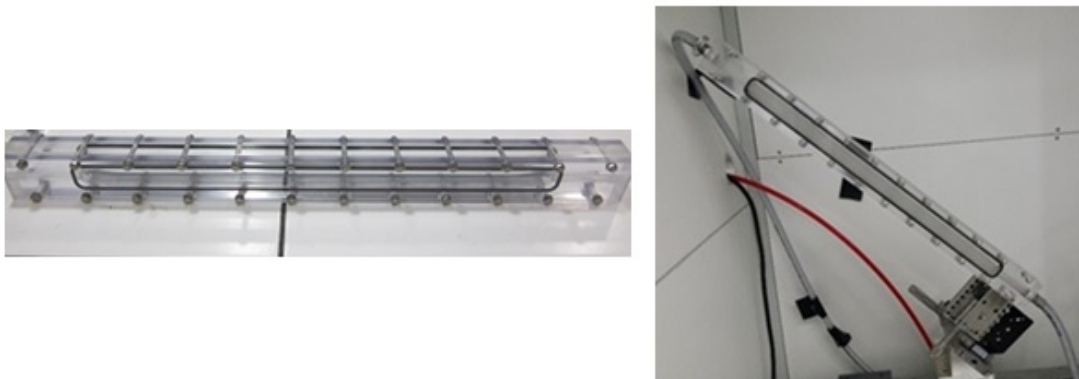


Figure II.2.1 – Cellule d'écoulement de 45 cm de longueur.

Dans le pilote expérimental d'ArcelorMittal, l'écoulement de la suspension concentrée d'hématite s'effectue sur 0.67 m. Les conditions opératoires du pilote sont rappelées dans le tableau II.2.1.

Conditions	Valeurs
Vitesse de l'écoulement	0.15 m/s
Diamètre hydraulique (calculé à partir de l'équation II.1.30)	0.0273 m
Fraction volumique d'hématite	0.12
Masse volumique de la solution de soude	1462 kg/m ³
Viscosité dynamique de la solution de soude	0.0027 Pa.s
Nombre de Reynolds de l'écoulement (calculé à partir de la relation II.1.31)	272
Nombre de Reynolds de l'écoulement (calculé à partir de la relation II.1.25)	400

Tableau II.2.1 – Conditions de fonctionnement du pilote expérimental d'ArcelorMittal.

II.2.1.2 Particules

Des particules de verre bien calibrées de diamètre compris entre 38 et 45 μm et de masse volumique égale à 2500 kg/m^3 ont été utilisées pour les expériences d'écoulement. Les concentrations massiques des suspensions étudiées étaient entre 0.01-1%. Des particules de verre argentées (recouvertes d'un miroir d'argent) (Dantec Dynamics) de 10 μm de diamètre et de masse volumique apparente de 1200 kg/m^3 ont été également utilisées comme traceurs.

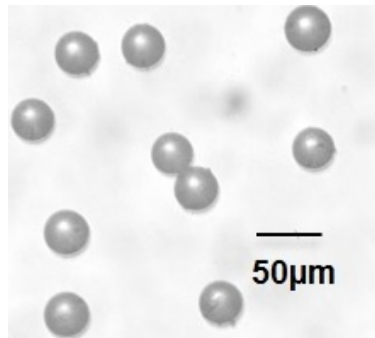


Figure II.2.2 – Particules de verre utilisées, visualisées avec un microscope optique.

Le choix des particules de verre dans ces expériences à la place des particules d'hématite repose sur le fait que ce sont des particules de forme et de taille bien définies, transparentes qui permet leur visualisation et leur suivi dans la cellule d'écoulement. Le diamètre moyen des particules de verre est plus grand que le diamètre équivalent moyen des particules d'hématite utilisées pour les expériences de sédimentation et de rhéologie (10 μm) mais elles sont aussi plus légères ($\rho_s=2500 \text{ kg}/\text{m}^3$ pour les particules de verre et $\rho_s=5260 \text{ kg}/\text{m}^3$ pour les particules d'hématite) de sorte que les vitesses de sédimentation sont du même ordre de grandeur. Les particules d'hématite sont de surcroît de couleur foncée et les suspensions qu'elles forment sont très sombres et turbides et l'intensité lumineuse décroît très rapidement.

Vitesse terminale de chute

La vitesse de chute libre d'une particule d'hématite dans les conditions du réacteur électrochimique (voir tableau 1) et celle d'une particule de verre utilisée dans cette étude, calculées à partir de la relation de Stokes (relation I.1.18) sont données dans le tableau II.2.2. Les valeurs de cette vitesse sont du même ordre de grandeur.

Particules	$d_p(\mu m)$	$\rho_s(\text{kg/m}^3)$	$U_{tS} \text{ (mm/s)}$
Hématite	10	5260	0.0765
Verre	40.1	2500	0.0565

Tableau II.2.2 – Vitesses terminales d’une particule d’hématite et d’une particule de verre.

II.2.1.3 Fluides utilisés

Deux types de fluides présentant deux caractères rhéologiques distincts ont été utilisés. Des solutions aqueuses de glycérine et de Carbopol ont été utilisées comme maquettes froides :

- Fluide newtonien : une solution de glycérine à 70% en masse, de masse volumique égale à 1176 kg/m^3 et de viscosité égale à 0.022 Pa.s à $T=20^\circ\text{C}$.
- Fluide non newtonien rhéofluidifiant : une solution de Carbopol à 0.15 en masse. Les propriétés de cette solution sont présentées dans le tableau II.2.3.

Fluide	Gamme de $\dot{\gamma}(\text{s}^{-1})$	$n \text{ (-)}$	$K \text{ (Pa.s}^n\text{)}$
Carbopol 0.15%	1.5-90	0.941	0.0079

Tableau II.2.3 – Propriétés rhéologiques de la solution de Carbopol à 0.15%, obtenues avec une loi de puissance.

Choix du fluide de substitution

La solution de glycérine à 70% en masse a été choisie car elle permet d’avoir des conditions d’écoulement proches de celle des suspensions d’hématite utilisées dans le procédé de réduction de fer par électrolyse , i. e., des solutions de 1/3 d’eau, 1/3 de soude et 1/3 d’hématite. En effet, la solution de glycérine est transparente et possède une viscosité de 0.022 Pa.s qui correspond à la viscosité apparente de la suspension d’hématite, estimée à un taux de cisaillement de 10 s^{-1} . Cette vitesse de cisaillement est calculée à partir de la vitesse de l’écoulement de la suspension (0.15 cm/s) et l’épaisseur de l’espace séparant la cathodes des anodes du pilote expérimental (15 mm) (voir paragraphe Introduction Générale).

Notre choix s'est porté sur une solution de Carbopol, car c'est une solutions aqueuse rhéofluidifiante et parfaitement transparente.

Ces solutions nous ont permis :

- De visualiser les trajectoires des billes de verre calibrées de densité égale à 2500 kg/m^3 et de taille allant de 38 à $45 \text{ }\mu\text{m}$. Comme mentionné dans le paragraphe II.2.1.2, ces particules ont des vitesses terminales de chutes du même ordre de grandeur que celles des particules d'hématite.
- De mesurer le champ de vitesse instantanée par PIV (Particle Image Velocimetry).

La figure II.2.3 présente une comparaison entre les comportements rhéologiques différents fluides utilisées dans cette étude.

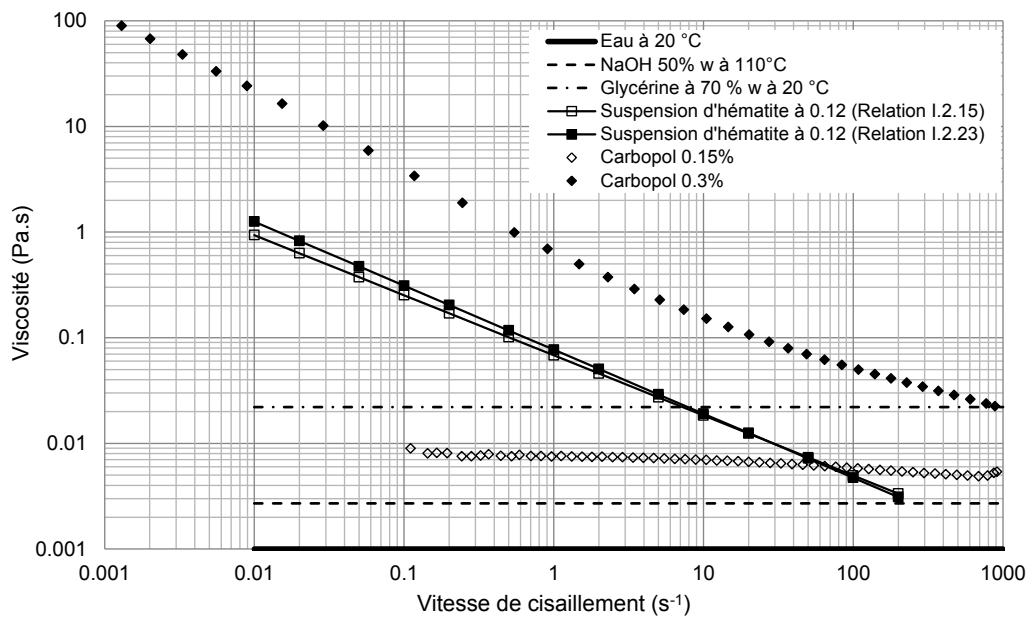


Figure II.2.3 – Comparaison entre les comportements rhéologiques des différents fluides utilisés dans cette étude. Viscosités - de la solution NaOH /Eau 50% - de la solution de glycérine à 70% en masse - de la solution Carbopol de 0.15% en masse- de la suspension d'hématite/NaOH/Eau à $100 \text{ }^{\circ}\text{C}$ mesurée avec la géométrie Couette et le ruban hélicoïdal.

II.2.1.4 Conditions d'écoulement

Les différents débits des solutions utilisées dans cette étude sont présentés dans les tableaux II.2.4 et II.2.5.

Débit massique (g/s)	Re (section 1)	Re (Sections 3, 5 et 7)
4	18	9
20	96	50
36	178	91
75	367	188

Tableau II.2.4 – Débits massiques de la solution de glycérine à 70% en masse et le nombre de Reynolds de l'écoulement correspondant pour chaque section de la cellule.

Débit massique (g/s)	Vitesse (m/s)	Re (Sections 3, 5 et 7)
16.79	0.04	119.9
27.64	0.07	197.4
38.49	0.10	274.9
60.00	0.15	428.6

Tableau II.2.5 – Différents débits massiques de la solution de Carbopol utilisés et le nombre de Reynolds de l'écoulement.

II.2.1.5 Montage expérimental-Méthodes de mesures et d'observation

Les expériences ont été mises en œuvre par visualisation de la suspension qui s'écoule dans le canal rectangulaire transparent incliné à 45°. L'alimentation de la cellule se fait avec un tuyau souple (voir figure II.2.1), relié à une cuve agitée de 3 l maintenant les particules en suspension avec une pompe centrifuge. L'homogénéité de la suspension dans la cuve est assurée par un mobile d'agitation à 4 pales inclinées, fixé sur un agitateur IKA WERK, série RW 20 DZM, tournant à 500 tr/min environ (figure II.2.4). Les liquides vecteurs ont été aussi choisis de manière à éliminer l'écoulement de bulles de gaz dans la cellule qui entrave le mouvement des particules solides.

Les images de l'écoulement sont prises avec une caméra rapide, une Phantom[®] v711, de résolution 1280X800 pixels et qui peut atteindre une vitesse maximale de 7530 images par seconde en pleine résolution (et jusqu'à 680 000 images par secondes en résolution réduite 128X8 pixels). La caméra a été équipée d'un zoom optique OPTEM ZOOM 125 et d'un Canon MP-E 65 mm qui permettent de magnifier les images et pouvoir ainsi voir les petites particules et de bien traiter les images. La source lumineuse blanche est une source de lumière froide KL 2500 LED SCHOTT, utilisée pour l'éclairage. La lumière est dirigée vers l'objet au moyen d'un guide de lumière flexible et autoportant. L'acquisition des images se fait à l'aide d'un ordinateur et d'un logiciel d'acquisition Phantom Software.

La cellule de mesure, la caméra et la source lumineuse sont fixées sur une table optique



Figure II.2.4 – Vue globale du montage expérimental.

massive (Thorlabs) dotée de pieds en caoutchouc souple qui offre une excellente isolation des vibrations. Le déplacement de ces trois parties du dispositif s'effectue à l'aide d'outils de translation linéaire manuelle de précision appartenant à Newport et Linos, qui garantissent une meilleure précision du pas de course.

Les expériences ont été menées pour différentes concentrations des particules solides et différentes vitesses d'écoulement.

II.2.1.6 Camera rapide-Analyse d'images

L'ensemble du système permet d'acquérir des images en deux dimensions, à partir desquelles le déplacement des particules est calculé et donne accès au champ de vitesses des particules dans la cellule. L'observation des trajectoires des particules solides permet aussi de déterminer si les particules suivent le champ d'écoulement ou bien migrent vers des positions préférentielles (en l'occurrence la sédimentation des particules).

II.2.1.7 Véllocimétrie par images de particules

II.2.1.7.1 Principe

La vélocimétrie par images de particules (PIV) est une technique d'imagerie qui permet de mesurer le champ de vitesse de l'écoulement à partir du traitement d'images de particules traçantes ajoutées à l'écoulement et entraînées par le fluide. Le caractère robuste de la PIV découle en partie de sa simplicité conceptuelle. Contrairement à d'autres méthodes de mesure de la vitesse, la PIV mesure directement les deux variables : déplacement et intervalle de temps entre les deux prises de vue successives, qui apparaissent dans la définition fondamentale de la vitesse, elle fournit en une seule étape le champ de vitesse instantané dans le champ d'observation et pas seulement la vitesse en un point. C'est une technique optique non-invasive et peut fournir des mesures de vitesse et de multiples points spatiaux dans des champs (2-D) (Ramírez-Gilly *et al.* (2007); Adrian et Westerweel (2011); Hinch *et al.* (2012)).

L'écoulement est illuminé par un plan lumineux et le fluide estensemencé par des particules fluorescentes ou simplement réfléchissantes (figure II.2.5). Pour les liquides, des particules très petites (diamètre de quelques microns) sont utilisées et ayant une masse volumique aussi proche que possible que celle de liquide pour éviter leur sédimentation. Pour obtenir une bonne résolution de mesure, une forte concentration de traceur est utilisée. De ce fait, l'épaisseur du volume de mesure est réduite à une nappe mince de lumière servant d'éclairage aux particules s'y déplaçant (Schon *et al.* (2007)).

La caméra digitale à haute résolution capture deux images successives de particules en mouvement séparées par un court intervalle de temps δt du plan d'une nappe laser. L'image est divisée en air d'interrogations de 16X16, 32X32 ou 64X64 pixels. Une corrélation est effectuée sur les aires d'interrogation correspondant des deux images et ceci détermine le déplacement δr des particules dans les différentes aires d'interrogation, d'où l'on déduit les vitesses locales $=\delta r/\delta t$ et ainsi le champs de vitesse de l'écoulement (Hinch *et al.* (2012)).

II.2.1.7.2 Détermination des champs de vitesse

Un laser pulsé est généralement utilisé pour générer le plan lumineux qui fournit deux impulsions courtes séparées de l'intervalle δt et permet d'obtenir ainsi des images plus lumineuses qu'avec un laser continu, et nettes grâce à la faible durée de l'éclairage. L'épaisseur du plan lumineux doit être suffisamment grande pour que les particules restent à

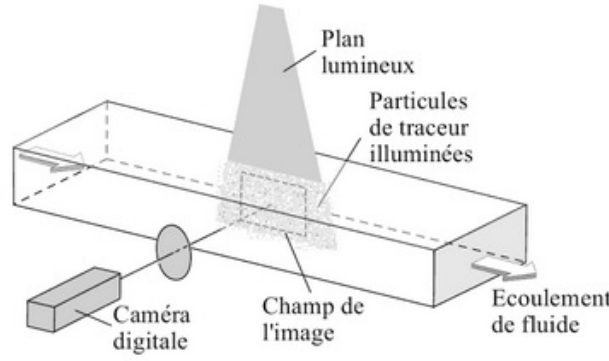


Figure II.2.5 – Principe de mesure des champs de vitesses par la méthode PIV (Hinch *et al.* (2012)).

l'intérieur pendant l'intervalle entre les deux impulsions lumineuses (Hinch *et al.* (2012)).

Les images digitales peuvent être considérées comme des matrices $I(x_i, y_i)$, où x_i et y_i sont les coordonnées des pixels et I l'intensité lumineuse correspondante ; elles sont divisées en fenêtres d'interrogations. Pour chaque fenêtre de la première image I_1 , la fonction de corrélation $C(\delta r) = \sum_{ij} I_1(x_i, y_j) I_2(x_i + \delta x, y_j + \delta y)$ est calculée avec la seconde image I_2 (δx et δy) sont les composantes du décalage δr . La valeur de δr , pour laquelle la fonction de corrélation C est maximum, correspond alors au déplacement du fluide dans la fenêtre considérée pendant l'intervalle de temps δt .

L'opération est ensuite répétée dans toutes les fenêtres pour avoir le champ complet. La concentration des particules et la taille des fenêtres d'interrogation doivent être choisies de manière à avoir un nombre suffisant de particules dans chaque fenêtre tout en évitant les recouvrements. Habituellement des tailles de fenêtres allant de 16X16 à 64X64 pixels sont utilisées, suivant que l'on souhaite privilégier le nombre de points de mesure ou leur précision. Il faut noter que, dans tous les cas, la résolution spatiale de la mesure est de l'ordre de la taille de la fenêtre (Hinch *et al.* (2012)).

II.2.1.7.3 Procédure expérimentale

La figure II.2.6 illustre le montage expérimental utilisé pour l'acquisition d'images en utilisant un laser. L'écoulement a étéensemencé par les billes de verre creuses traçantes. Les images sont prises à différentes vitesses d'acquisition selon besoin et sont par suite analysées et traitées avec le logiciel PIVlab (Thielicke et Stamhuis (2014)) pour reconstituer le champ de vitesses des particules au sein de la cellule, qui est le profil de vitesse du liquide circulant dans la cellule d'écoulement . Le profil de vitesse moyen des particules traçantes est obtenu

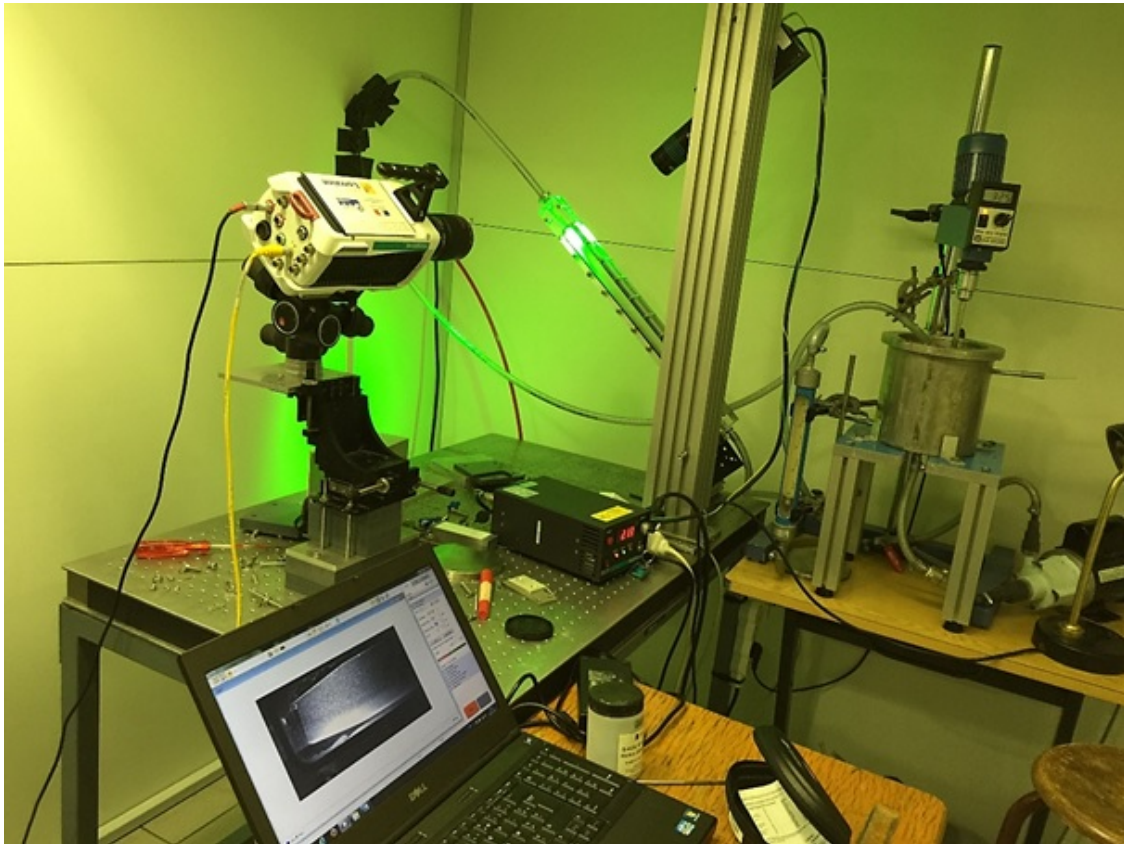


Figure II.2.6 – Montage PIV.

par la moyenne des champs de vitesses issus des différentes paires d'images.

II.2.1.8 Simulation : Fluent

La mécanique des fluides numérique (CFD : **C**omputational **F**luid **D**ynamics) est l'étude des écoulements de fluide par la simulation numérique à l'aide de codes disponibles sur le marché (ANSYS Workbench par exemple). C'est une discipline en plein essor et elle est devenue une discipline de l'ingénieur à part entière. Elle repose sur la recherche de solutions des équations qui décrivent la dynamique des fluides par des algorithmes appropriés (Sagaut (1998)).

La simulation d'un problème quelconque passe par des étapes, présentées brièvement ci-contre (Fletcher et Xuereb (2004)) :

- Représentation de la géométrie à étudier et délimitation le domaine de simulation.
- Découpage du volume étudié en petits volumes élémentaires (maillage). Généralement, il n'est pas régulier : les mailles doivent être plus petites dans les zones où les gradients

sont les plus importants.

- Faire appel aux modèles pour représenter l'écoulement du fluide et les phénomènes physiques différents (turbulence, caractère du fluide, coexistence de plusieurs phases et les interactions entre elles, réactions chimiques, etc).
- Définition des conditions aux limites du problème.
- Résolution proprement dit du système d'équations discrétisées couplées aux modèles choisis par le solveur.
- Traitement des résultats qui permet de visualiser et d'exploiter les champs de vecteurs, de température, de pression, etc.
- Validation expérimentale : c'est l'étape ultime et indispensable qui consiste à valider les résultats de simulation permettant de vérifier la pertinence des hypothèses faites.

CHAPITRE II.3

Résultats et discussions

II.3.1 Écoulement monophasique dans la cellule inclinée

II.3.1.1 Détermination de l'hydrodynamique dans la cellule par la PIV

La cellule d'écoulement a été découpée en sections différentes pour pouvoir étudier plusieurs sections (sections 1, 3, 5, 7 et 9) qui permettent de reconstituer l'écoulement du fluide à travers le suivi des particules traçantes, comme schématisé sur la figure II.3.1.

Pour chaque section, l'influence du débit a été étudié. Les différents débits de la solution de glycérine entrant sont présentés dans le tableau II.2.4.

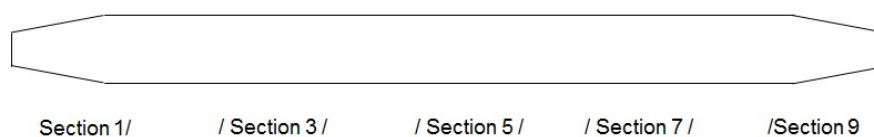


Figure II.3.1 – Coupe schématique de la cellule étudiée.

La figure II.3.2 montre un exemple d'images acquises par la méthode PIV pour les débits considérés à l'entrée de la cellule. Les images des 5 différentes sections de la cellule, avec une fréquence de 1000 images par seconde ont été prises pour différents débits de liquide.

D'après les images de la figure II.3.2, la visibilité s'affaiblit lorsque le débit de la solution de glycérine augmente. En effet, la plupart des particules sont mises en suspension quand la vitesse de l'écoulement augmente, par conséquent la turbidité de la solution augmente et la hauteur de la couche de particules traçantes sédimentée diminue.

Au niveau de l'entrée de la cellule (section 1), l'écoulement est globalement laminaire

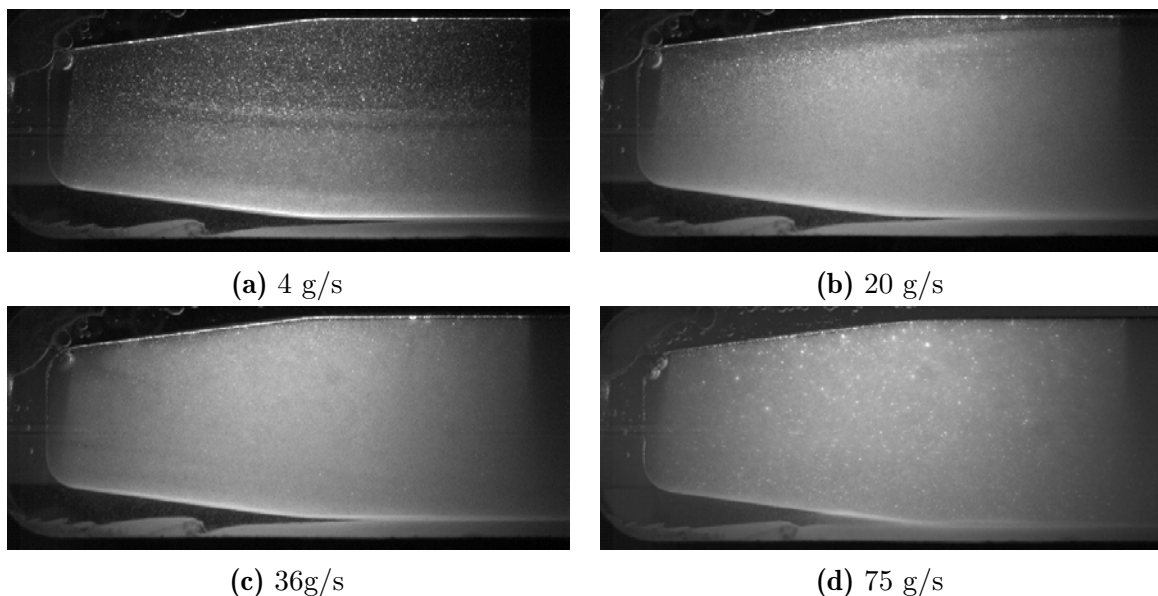


Figure II.3.2 – Images du divergent (section 1) pour différents débits massiques de la solution de glycérine à 70% en masse.

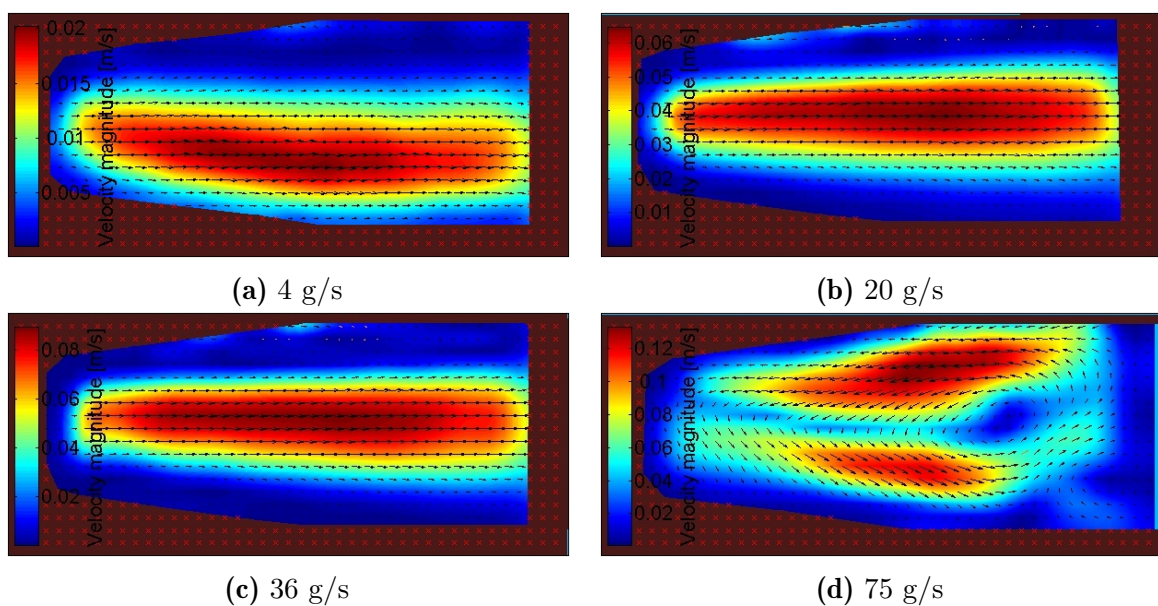


Figure II.3.3 – Champs de vitesses de la solution de glycérine dans la section 1 de la cellule pour différents débits massiques.

pour les débits massiques intermédiaires du liquide (20 et 36 g/s) (figures II.3.3b et II.3.3c).

En revanche, pour le débit important (75 g/s) (figure II.3.3d) qui correspond au nombre de Reynolds de 365 à l'entrée de la cellule, des singularités apparaissent en aval du divergent. Le profil de vitesse est affecté par le changement de section, conséquence directe des effets dus aux conditions d'entrée. De plus, lorsque le tuyau d'alimentation de la cellule est courbé (n'est pas ajusté dans la bonne direction), le jet oscille et l'écoulement perd sa symétrie.

Ainsi, en plus d'être la conséquence des conditions d'entrée, les instationnarités sont aussi dues à l'effet du jet engendré par le changement de section. Cela pose un problème car moins l'écoulement est stable dans la cellule, plus il sera difficile aux particules d'hématite de se déposer sur la cathode (partie inférieure de la cellule).

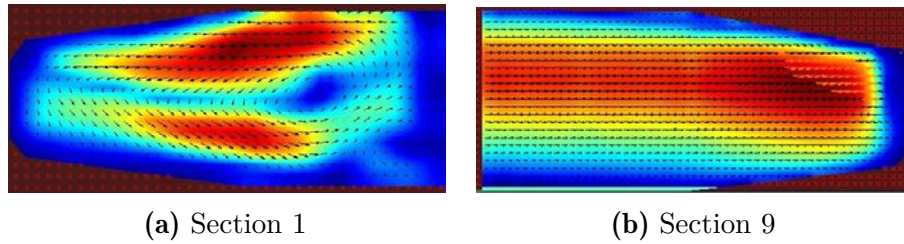


Figure II.3.4 – Champs de vitesses de la solution de glycérine dans les sections 1 et 9 pour un débit massique égal à 75 g/s.

La figure II.3.4 montre le champ de vitesse de la solution de glycérine correspondant au débit important (75 g/s) au niveau du divergeant et du convergeant et qui souligne que l'écoulement est principalement affecté par les effets d'entrée.

Cependant, au fur et à mesure du passage du liquide dans la cellule, l'écoulement devient plus stable et établi et reprend la trajectoire classique d'un liquide en écoulement unidirectionnel avec un champ plus intense au centre de la cellule et les effets d'instationnarité ou de détachements tourbillonnaires sont absents.

Pour le faible débit massique (4 g/s), le champ de vitesse n'est pas symétrique. Comme le montre la figure II.3.5 sur toute la longueur de la cellule, l'écoulement se situe sur la partie inférieure de la cellule. Cela est sans doute dû à la sédimentation des particules traçantes qui brise la symétrie du champ de vitesse du liquide conséquence de la faible vitesse à l'entrée de la cellule. Il peut s'agir d'un écoulement avec un lit mobile, décrit dans le paragraphe II.1.2.1.2.

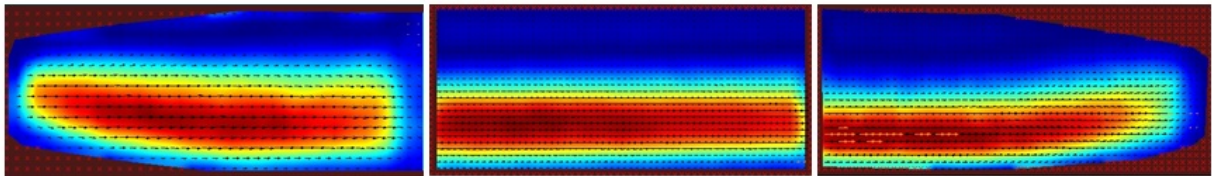


Figure II.3.5 – Champs de vitesse de la solution de glycérine pour un débit massique égal à 4 g/s dans les sections 1, 5 et 9 de la cellule d'écoulement.

Longueur d'entrée hydrodynamique

Le tableau II.3.1 présente les longueurs d'entrée nécessaires pour l'établissement de l'écoulement dans la cellule de section carrée pour différents nombres de Reynolds de l'écoulement pour la solution de glycérine. La longueur d'entrée est calculée à partir de la relation II.1.37 ($L_e = 0.05 Re D_h$). Les estimations de la longueur hydrodynamique confortent les résultats obtenus par PIV.

Re (sections 3, 5 et 7)	9	50	91	188
L_e (m)	0.009	0.05	0.091	0.188

Tableau II.3.1 – Longueur d'entrée hydrodynamique pour différents nombres de Reynolds.

II.3.1.2 Comparaison des profils de vitesse expérimentaux avec les profils analytiques

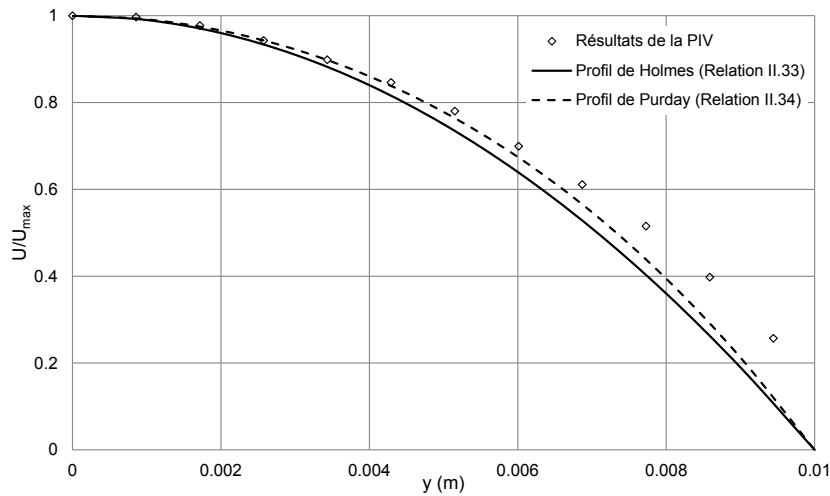


Figure II.3.6 – Comparaison entre les résultats de la PIV et des profils analytiques de vitesse de fluide newtonien dans une section carrée, pour tous les débits.

Les profils de vitesses de la solution de glycérine pour chaque débit massique sont déterminées à partir des résultats de la PIV et sont comparés aux profils analytiques de vitesse de fluides newtoniens dans une section carrée données par les relations II.1.33 et II.1.34 (Profils de Purday 1949 et de Holmes et Vermeulen (1968), section II.3.2.1.1).

La figure II.3.6 présente la comparaison entre les résultats expérimentaux, pour tous les débits étudiés et les profils analytiques. Les résultats sont concordants loin des parois, c'est à dire en allant vers le centre de la cellule. En s'approchant des parois, les résultats divergent un

peu : cette différence pourrait être causée par les réflexions du laser aux parois, un problème récurrent lors de l'utilisation de la PIV (Siacchitano et Scarano (2014)).

II.3.1.3 Simulation sous ANSYS

II.3.1.3.1 Modélisation de la maquette froide

L'écoulement dans la cellule a été simulé via ANSYS Fluent (ANSYS® 14.5) (qui utilise la méthode des volumes finis). La cellule d'écoulement est décomposée en 5 parties (figures II.3.7 et II.3.8) : le cylindre à l'entrée du divergent, le divergent, la partie droite de la cellule, le convergent et le cylindre à la sortie du convergent. Le cylindre à l'entrée du divergent et le coude sont liés par un embout (tuyau souple). La maquette numérique utilise les dimensions réelles de la cellule d'écoulement. Pour se rapprocher le plus possible du modèle réel et prendre en compte ses particularités, deux géométries ont été étudiées : une première de référence (figure II.3.9) et une deuxième intégrant les dispositions spéciales choisies sur la cellule (figure II.3.10).

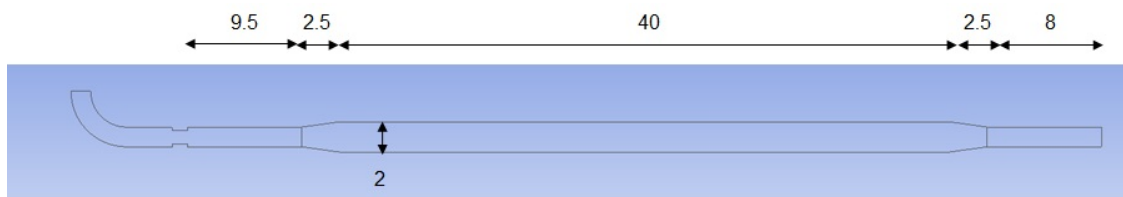


Figure II.3.7 – Coupe schématique de la cellule étudiée avec coude et embout. Les dimensions sont données en centimètre.



Figure II.3.8 – Coupe schématique de la cellule étudiée sans coude et sans embout.

II.3.1.3.2 Tracé du maillage

Un maillage approprié a été réalisé sur les deux configurations, c'est à dire, un nombre de mailles plus élevé au niveau des zones à forts gradients de vitesses (au niveau du convergent, du divergent et des parois). Près des petits gradients (le milieu de cellule), le nombre des mailles est diminué. La taille des mailles est adaptée par conséquent à chaque fois suivant les

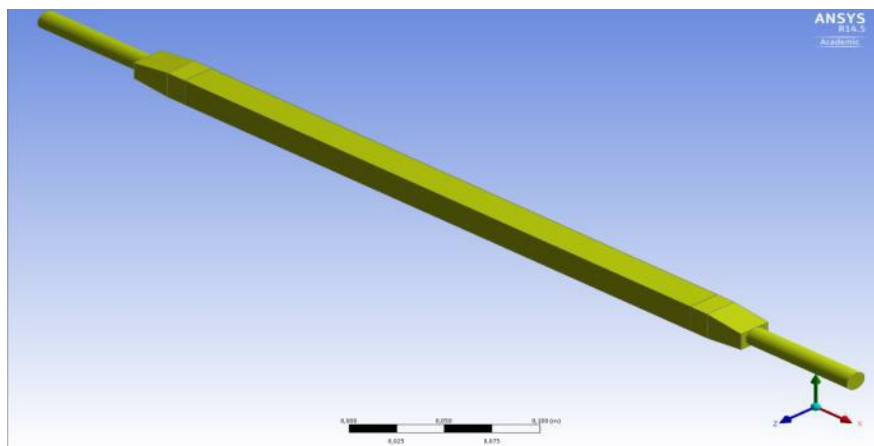


Figure II.3.9 – Modèle numérique de la géométrie de référence sans coude ni embout.

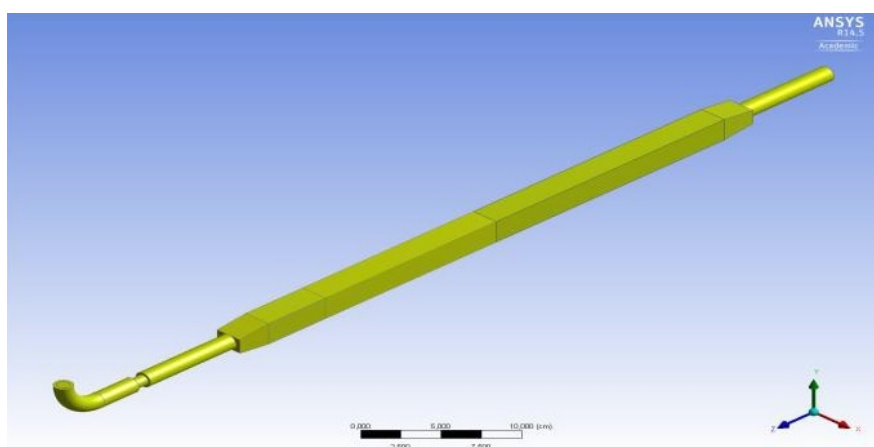


Figure II.3.10 – Modèle numérique de la géométrie avec coude et embout.

zones d'écoulement étudiées pour garantir une solution numérique précise pour un temps de calcul réduit.

Des maillages de taille différente ont été réalisés pour s'assurer que la discrétisation est suffisamment fine pour que la solution ne dépende pas du nombre de mailles utilisées.

II.3.1.3.3 Conditions d'écoulement

Une condition de vitesse uniforme a été utilisée au niveau de l'entrée, une condition de pression uniforme au niveau de la sortie et une condition de non glissement à la paroi.

Les débits de fluide étudiés sont présentés dans le tableau II.2.4.

II.3.1.3.4 Étude de l'écoulement-Approche numérique

L'écoulement, considéré incompressible et isotherme est régi par les équations de Navier-Stokes :

$$\operatorname{div}(\mathbf{U}_1) = 0 \quad (\text{II.3.1})$$

$$\rho_f[\operatorname{div}(\mathbf{U}_1 \otimes \mathbf{U}_1)] = -\nabla p + \rho_f \mathbf{g} + \mu \Delta \mathbf{U}_1 \quad (\text{II.3.2})$$

Avec $\mathbf{U}_1$ le vecteur vitesse de la phase liquide, ρ_f sa masse volumique et μ sa viscosité dynamique, p est la pression et $\mathbf{g}$ est le champ de gravité.

Ces équations sont résolues par le logiciel CFD en utilisant des simulations DNS (Direct Numerical Simulation). Le terme de pression a été discrétisé en utilisant un schéma de discrétisation du second ordre, les termes convectifs à l'aide du schéma QUICK, alors que le terme diffusionnel (viscosité) avec le schéma centré. Les simulations ont été résolues avec un solveur stationnaire.

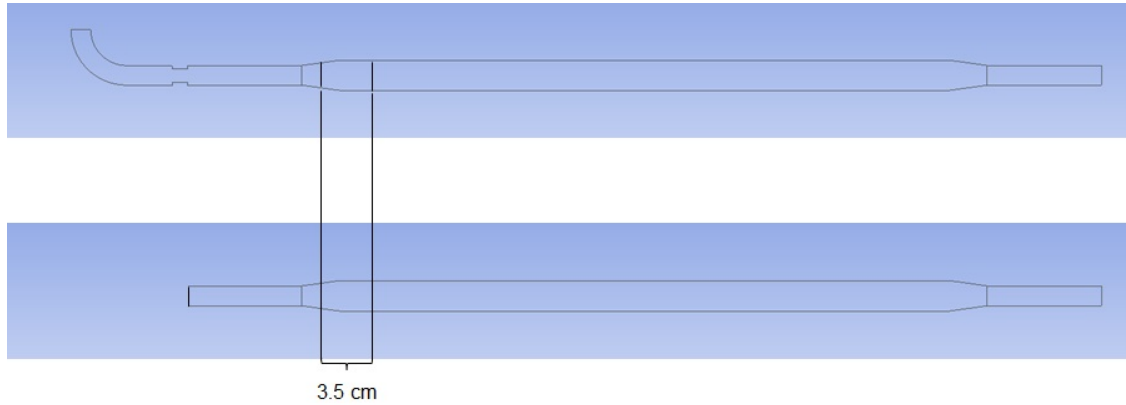


Figure II.3.11 – Sélection de la section observée.

Les champs de vitesse sont ainsi obtenus pour les deux configurations sous les conditions d'écoulement rapportées dans le tableau II.2.4, en s'intéressant d'abord à l'écoulement près du divergent (figure II.3.11).

Écoulement pour un débit de 4 g/s

Globalement, l'écoulement est laminaire à l'entrée du divergent avec une vitesse plus grande au centre (figures II.3.12 et II.3.13) et les champs de vitesse pour les deux configurations sont quasiment les mêmes (malgré une légère différence des vitesses maximales). Cela signifie que, pour ce faible débit, la longueur du cylindre d'entrée, 9.5 cm, est suffisamment grande pour que l'écoulement soit relativement établi à l'entrée du divergent.

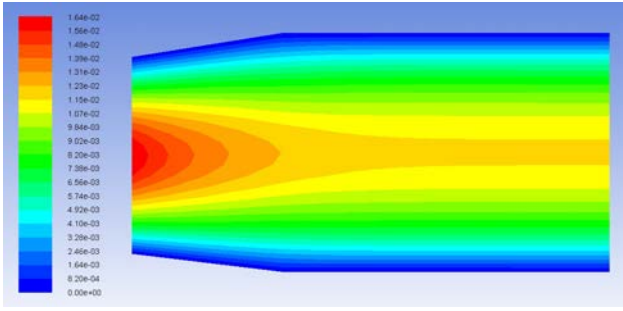


Figure II.3.12 – Contour des vitesses (m/s) dans la section choisie dans la cellule sans embout et sans coude (débit=4 g/s).

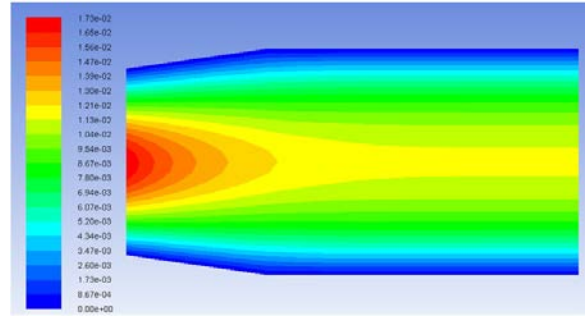


Figure II.3.13 – Contour des vitesses (m/s) dans la section choisie pour la simulation de la cellule avec coude et embout (débit=4 g/s).

Écoulement pour un débit de 36 g/s

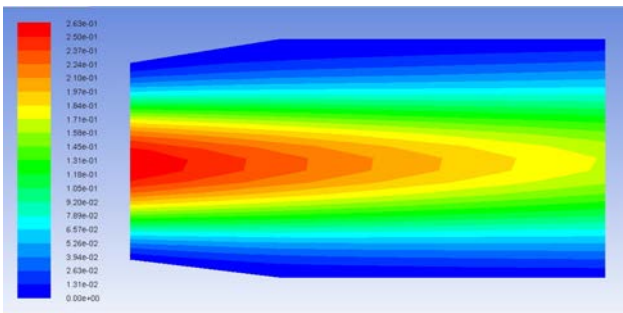


Figure II.3.14 – Contour des vitesses (m/s) dans la section choisie dans la cellule sans embout et sans coude (débit=36 g/s).

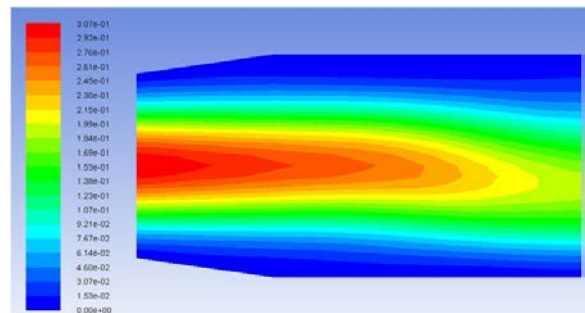


Figure II.3.15 – Contour des vitesses (m/s) dans la section choisie dans la cellule avec coude et embout (débit=36 g/s).

Comme pour le débit faible, l'écoulement est laminaire à l'entrée du divergent avec une vitesse plus grande au centre (figures II.3.14 et II.3.15). Pour la configuration avec coude et embout, le profil de vitesse est sensiblement déformé. Cette asymétrie peut être expliquée par le jet du liquide généré par le coude.

Écoulement pour un débit de 75 g/s

Pour la configuration sans coude ni embout, l'écoulement est laminaire et stationnaire (figure II.3.16), alors que pour la configuration avec coude et embout, l'écoulement est instationnaire (figure II.3.17), qui peut être attribué aux oscillations du jet au niveau de l'embout. Une zone de décollement est également observée pour la configuration coude et embout (figure II.3.19), contrairement à la géométrie standard (figure II.3.18). Les lignes de courants montrent aussi l'existence d'un grand nombre de cellules de recirculation et de tourbillons au niveau de l'embout et du divergeant (figure II.3.20).

Le coude et l'embout ne modifient pas significativement le champ de vitesse à faible débit. En revanche, à fort débit (75 g/s), la présence de l'embout et du coude entraînent la

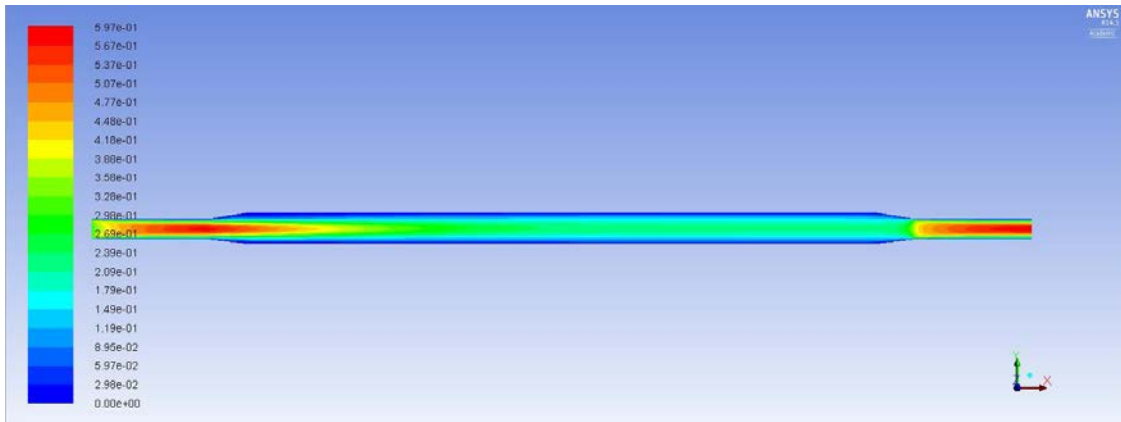


Figure II.3.16 – Contour des vitesses (m/s) pour la cellule sans embout et sans coude (débit=75 g/s).

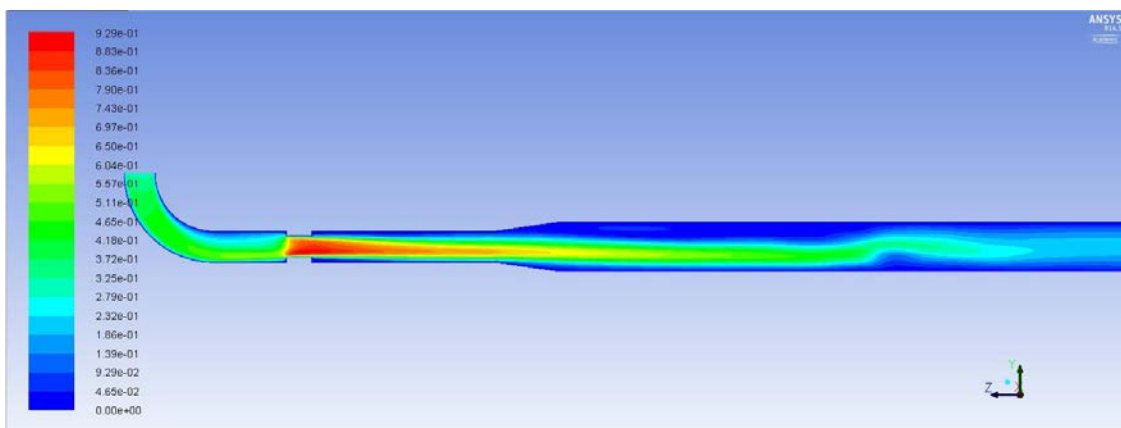


Figure II.3.17 – Contour des vitesses (m/s) pour la cellule avec coude et embout (débit=75 g/s).

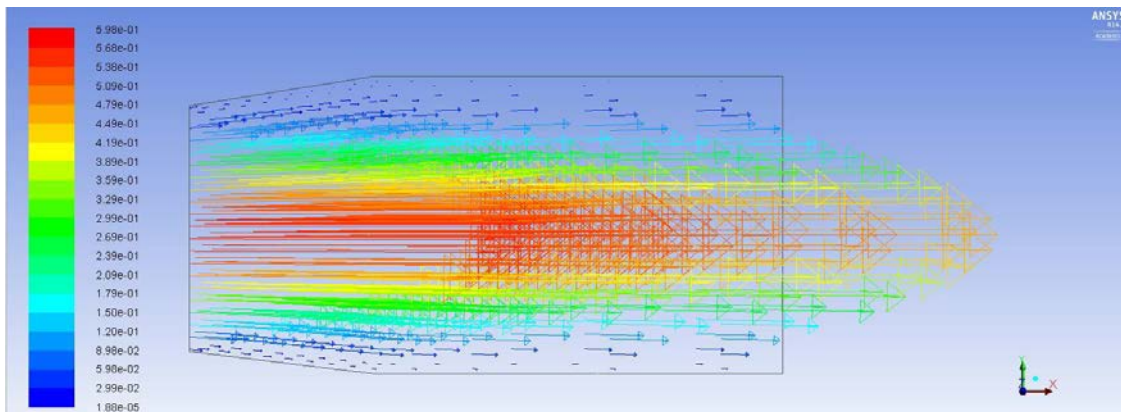


Figure II.3.18 – Profil de vitesses (m/s) dans la section choisi pour la simulation de la cellule sans embout ni coude (débit=75 g/s).

formation de cellules de recirculation et de tourbillons dans la cellule sur une longueur de cellule importante. L'injection idéale du liquide dans la cellule doit être dans l'axe longitudinal de la cellule.

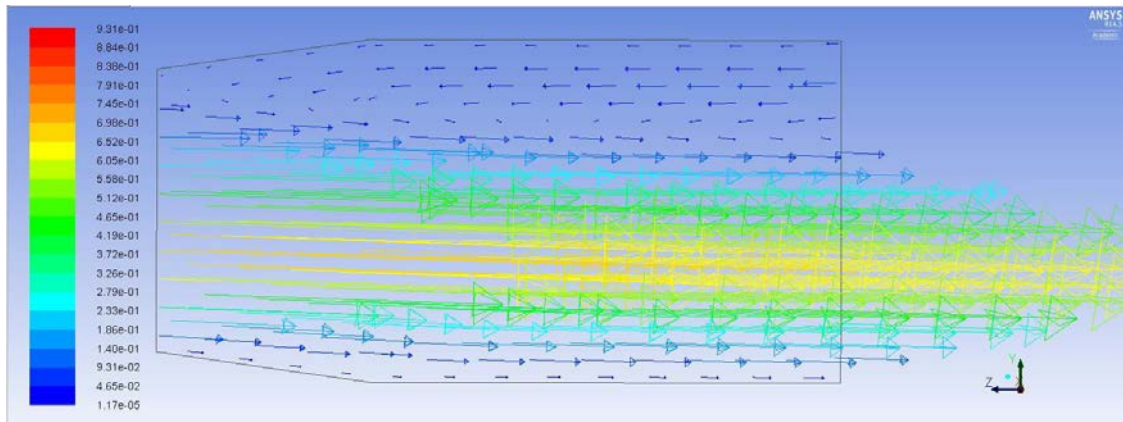


Figure II.3.19 – Profil de vitesses (m/s) dans la section choisi pour la simulation de la cellule avec coude et embout (débit=75 g/s).

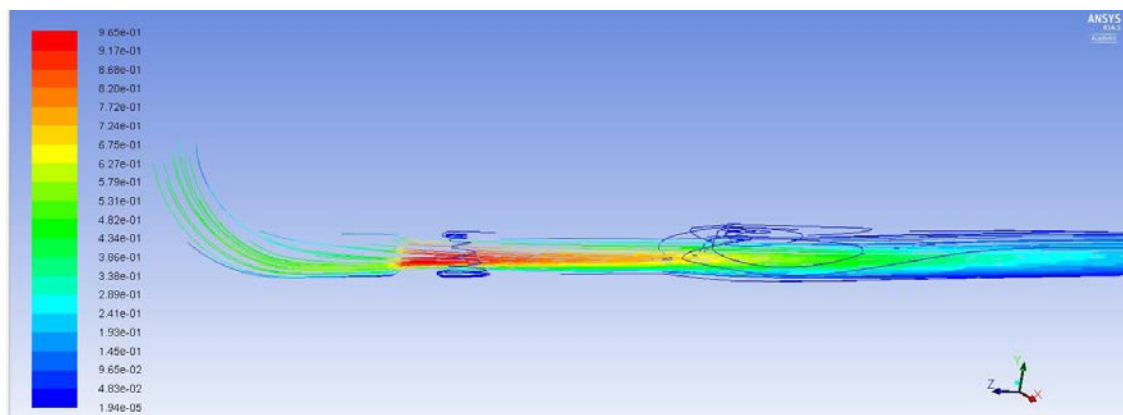


Figure II.3.20 – Suivi de 14 particules de fluide sous Fluent, colorées par la vitesse du fluide(en m/s) pour un débit égal à 75 g/s.

II.3.1.4 Comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques

Pour le faible débit massique (4 g/s), les résultats expérimentaux et numériques diffèrent. Les résultats de la PIV ont montré un profil de vitesse établi en bas de la cellule alors que par Fluent, le profil se situe au centre de la cellule. Comme mentionné plus haut, ceci peut s'expliquer par la sédimentation des particules traçantes dans les expériences de PIV. Mais les deux approches montrent que l'écoulement est déjà établi à l'entrée de la cellule.

Pour $Q_m=75$ g/s, les deux approches ont mis en évidence l'existence de phénomènes instationnaires et une zone de décollement au niveau du divergent et que le champ de vitesse s'établit plus loin dans la cellule. Cependant, les décollements sont moins prononcés sous simulation.

Par ailleurs, les vitesses dans la cellule d'écoulement obtenues expérimentalement et grâce à Fluent pour les différents débits sont du même ordre de grandeur.

II.3.2 Comportement des particules dans un liquide en écoulement

II.3.2.1 Approche expérimentale-Visualisation de l'écoulement

II.3.2.1.1 Dans un fluide newtonien

Des expériences de sédimentation de suspensions de particules de verre de diamètre moyen égal à $41.5 \mu\text{m}$ (figure II.2.2) ont été réalisées en utilisant la même installation que sur l'étude de la méthode PIV, mais en l'éclairant cette fois-ci par une lumière blanche. Les images prises par la caméra rapide ont permis de mesurer la hauteur de la couche clarifiée des suspensions de particules de verre.

Des images des différentes sections ont été prises pour 4 différents débits (figures II.3.21, II.3.22 et II.3.23) pour estimer la hauteur de la couche contenant des particules et la partie supérieure haut libre de toutes particules (partie clarifiée) et permettre de calculer le pourcentage de celle-ci sur la largeur de la cellule (qui fait 2 cm).

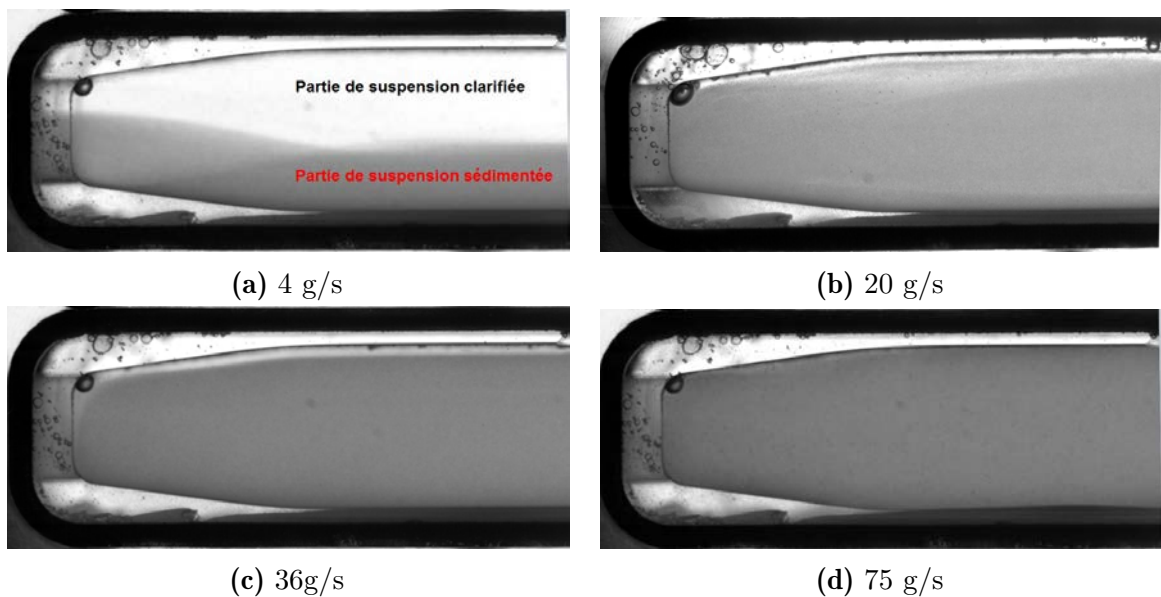


Figure II.3.21 – Images du divergent (section 1) pour différents débits massiques de la suspension de particules de verre.

La figure II.3.24 présente la hauteur de la couche clarifiée pour toutes les sections de la cellule pour les différents débits.

Globalement, la hauteur de la couche contenant des particules diminue lorsque l'on s'éloigne

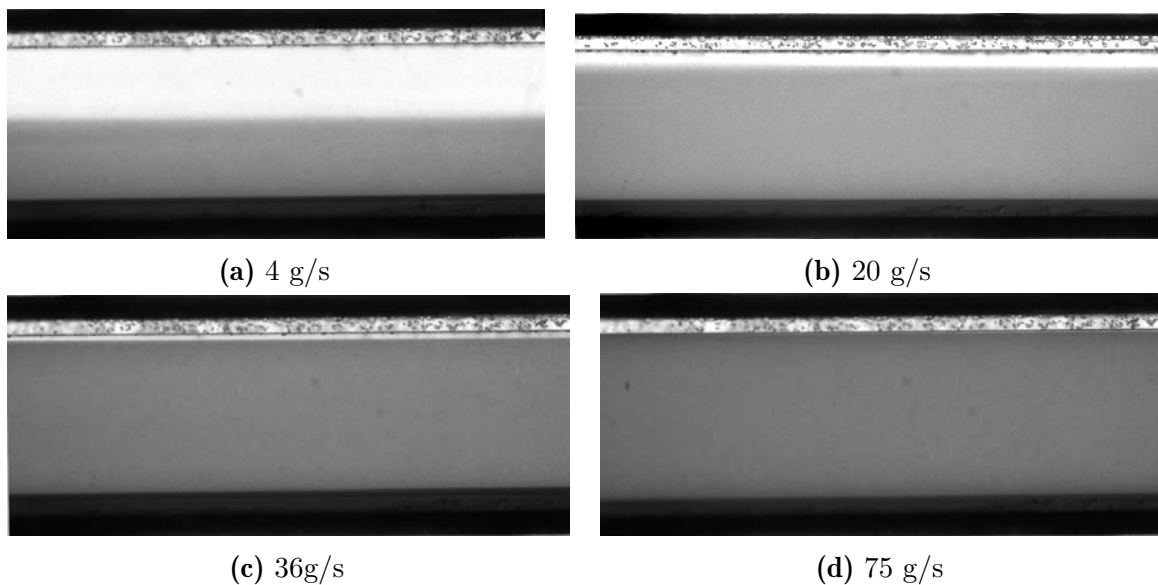


Figure II.3.22 – Images de la section 5 pour différents débits massiques de la suspension de particules de verre.

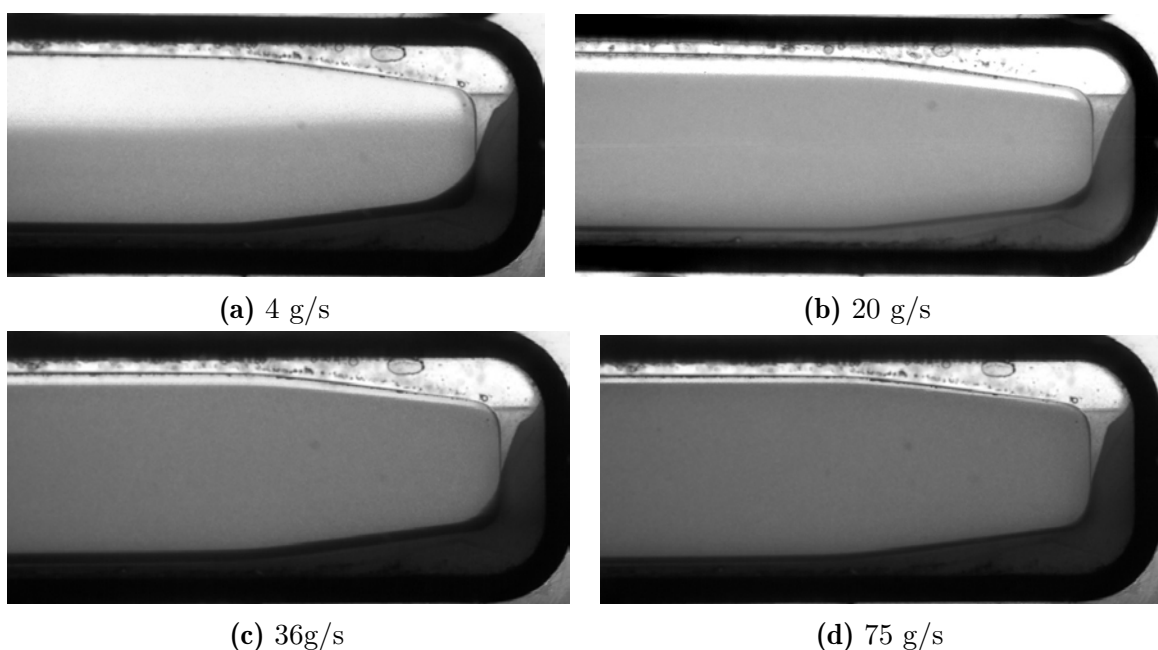


Figure II.3.23 – Images du convergent (section 9) pour différents débits massiques de la suspension de particules de verre.

de l'entrée de la cellule, mais cette hauteur augmente avec le débit de la suspension. Les résultats obtenus pour la section 1 (près du divergeant) et la section 9 (près du convergeant) sont biaisés par la géométrie de la cellule (ceci est plus visible pour un débit de 4 g/s). En effet, du fait de l'élargissement (respectivement du rétrécissement) de la cellule au niveau du divergeant (respectivement le convergent), la hauteur de la couche sédimentée mesurée n'est

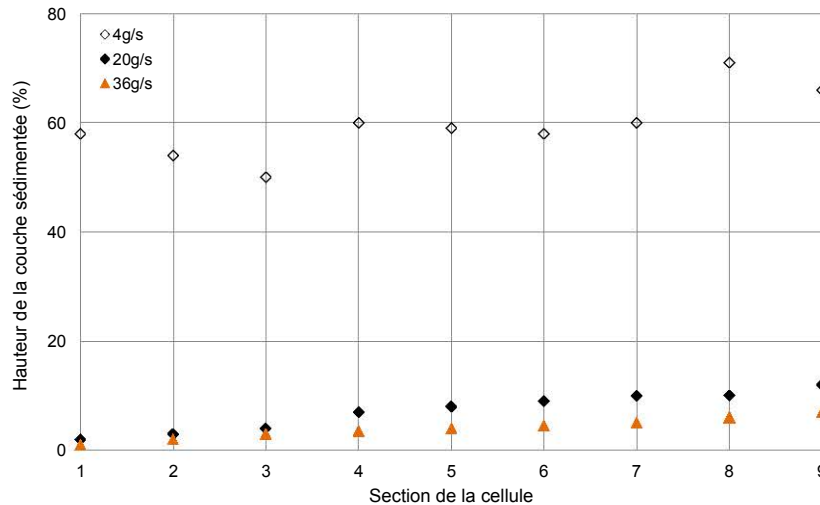


Figure II.3.24 – Hauteur de la couche sédimentée (partie de suspension contenant des particules) au niveau de toutes les sections pour différents débits massiques de la suspension.

pas précise.

Débit de la suspension (g/s)	4	20	36
Hauteur de la couche sédimentée (en%)	59.4	7	3.8

Tableau II.3.2 – Hauteurs de la couche clarifiée moyennées sur toute la cellule.

Le tableau II.3.2 présente les valeurs moyennes trouvées sur les 9 sections de la cellule.

Pour le débit élevé, 75 g/s, la couche clarifiée est très fine et la plupart des particules ne font que passer dans la cellule, sans se déposer et sont entraînées par le liquide porteur. Le régime d'écoulement de la suspension est celui d'un écoulement totalement en suspension défini dans le paragraphe II.1.2.1.1.

Plus la vitesse de l'écoulement est faible, plus les particules de la suspension ont tendance à se décanter au fond de la cellule et à se déplacer en lit, formant ainsi un gradient de concentration des particules le long de l'axe de la cellule d'écoulement comme énoncé dans le paragraphe II.1.2.1.2.

II.3.2.1.2 Dans un fluide non newtonien

II.3.2.1.2.1 Concentration en particules en fonction de la hauteur

Lors de ces expériences, des concentrations massiques en particules de verre calibrées de 0.01, 0.1, 0.3 et 1% ont été utilisées dans une solution rhéofluidifiante de Carbopol de 0.15. Les particules ont été visualisées par la caméra rapide munie de l'objectif Canon MP-E

65 mm capable de grossissements allant de X1 à X5 (concrètement, il est possible de visualiser en plein résolution des aires allant de $4 \times 4 \text{ mm}^2$ à $20 \times 20 \text{ mm}^2$). L'observation s'est faite par ombroscopie en éclairant la cellule par le fond par le panneau lumineux LED Phlox, de sorte que les particules apparaissent noires sur fond blanc. Pour plus de précisions, la cellule a été observée en divisant sa section en 4 et en déplaçant la cellule par un système de déplacement micrométrique pour avoir toujours la lampe LED vis-à-vis de la caméra. Chaque image voit donc un espace d'environ 5 mm de haut comme représenté sur la figure II.3.25. L'image faisant 1240×800 pixels, chaque pixel représente donc $4.1 \text{ }\mu\text{m}$. Les particules sont représentées sur l'image par des taches d'une dizaine de pixels, ce qui est en accord avec la taille qu'elles devraient avoir théoriquement.

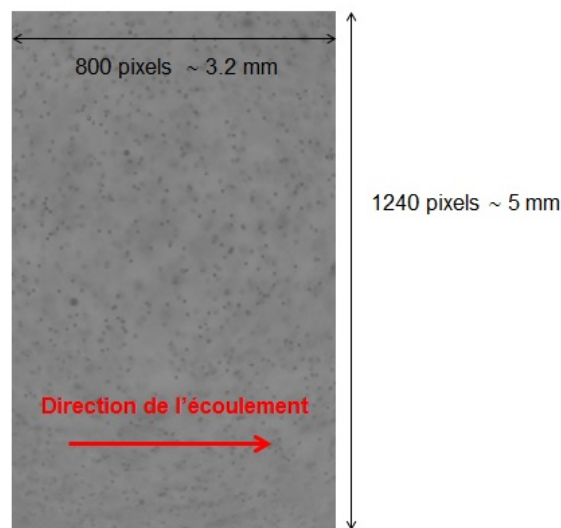


Figure II.3.25 – Débit correspondant à une vitesse moyenne de 15 cm/s , ce qui correspond à la vitesse moyenne sur le pilote d'ArcelorMittal. La solution de carbopol 0.15% contient 0.1% de particules.

Un traitement d'image a été effectué sous Matlab pour déterminer le nombre de particules sur un domaine choisi. Plus précisément, chaque image subit les opérations suivantes (voir la figure II.3.26, concentration en particules de 0.1%, visualisation de 500×500 pixels de l'image) :

- L'image d'origine (II.3.26 a), est divisée par une image moyenne obtenue en moyennant les 500 images de la série pour obtenir l'image (II.3.26 b). Ceci permet d'éliminer les poussières et éléments fixes de l'image et d'atténuer les différences d'illumination.
- On applique un seuil sur l'image (II.3.26 b) pour obtenir une image binaire (II.3.26 c) en noir et blanc (0 correspond au noir, 1 correspond au blanc).

- L'image binaire (II.3.26 c) est inversée (II.3.26 d) (le noir devient blanc et le blanc devient noir), pour pouvoir appliquer les traitements d'image de Matlab.
- L'image (II.3.26 d) est traitée pour pouvoir « remplir » l'intérieur de l'image des billes de verres qui n'est pas nécessairement blanc (II.3.26 e).
- Enfin, lors de cette dernière étape, tout objet inférieur à 2 pixels de l'image (II.3.26 e) est éliminé pour ne voir que les particules qui nous le rappelons ont un diamètre d'une dizaine de pixels (Voir l'image (II.3.26 f) finale).
- Un comptage du nombre d'objets présents sur l'image (II.3.26 f) est effectué toujours par le programme Matlab (donné en Annexe F).

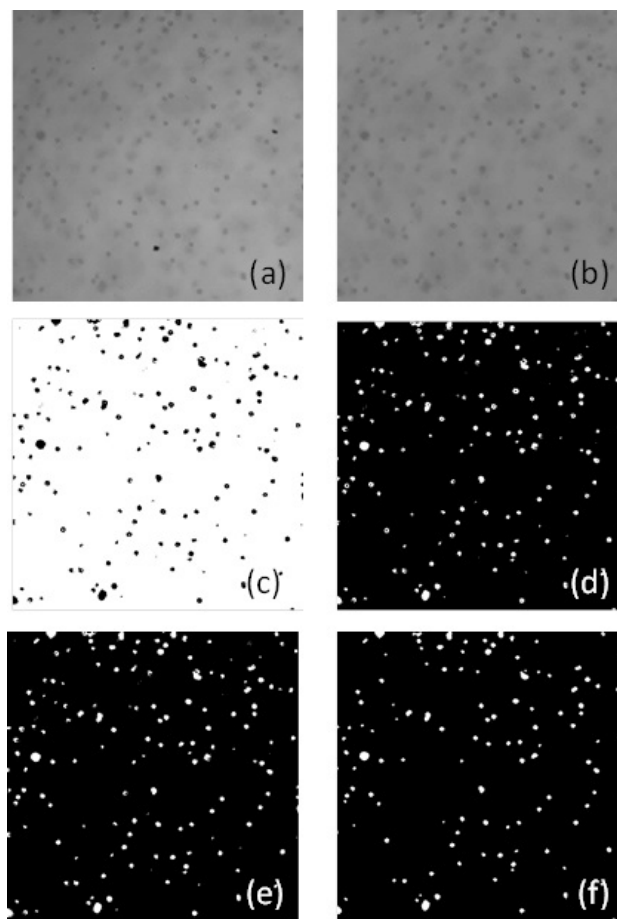


Figure II.3.26 – Images illustrant les différentes étapes (a) Image brute, (b) Image divisée par l'image moyenne, (c) Image après application d'un seuil, (d) Image complémentaire où le noir et blanc sont inversés, (e) Image où le centre des billes est rempli en blanc, (f) Image où les petits éléments de moins de 2 pixels ont été éliminés.

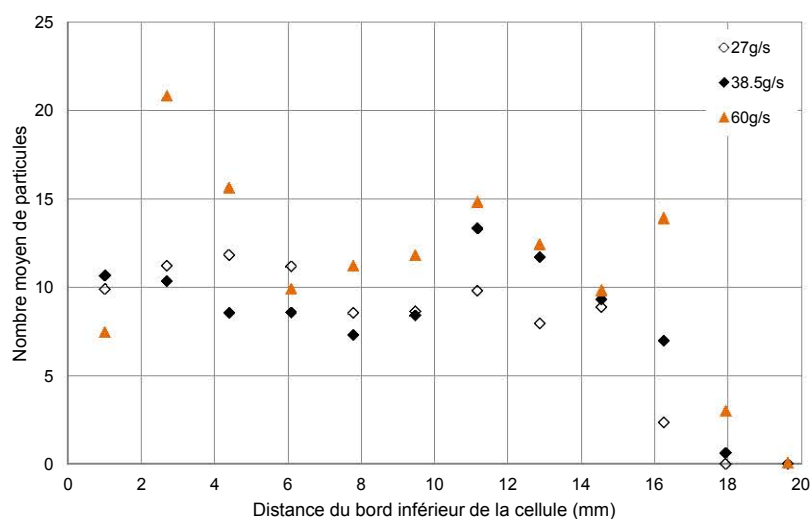


Figure II.3.27 – Nombre de particules sur une section de la cellule en fin de cellule. Solution aqueuse de Carbopol 0.15% + 0.01% de particules.

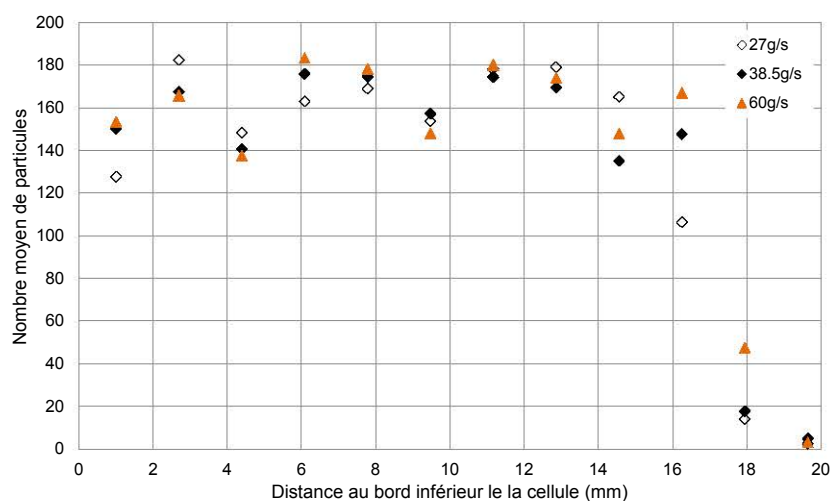


Figure II.3.28 – Nombre de particules sur une section de la cellule en fin de cellule. Solution aqueuse de Carbopol 0.15% + 0.1% de particules de verre.

Un comptage du nombre de particules présentes sur une section en fin de cellule a été effectué pour différents débits (voir tableau II.2.5) et pour différentes concentrations en particules (0.01%, 0.1%, 0.3% et 1% en masse). Les images des solutions dont les concentrations en particules étaient de 0.3% et 1% n'ont pas pu être exploitées car elles étaient trop sombres et n'avaient pas assez de contraste. La section de la cellule a été divisée en 4 images de 5 mm X 3.2 mm dans le sens de la hauteur. Chaque image est elle-même divisée en trois parties de sorte que l'on obtient 12 points sur la section. Le comptage des particules s'effectue sur des séries de 500 images. Une moyenne de ce comptage est représentée sur les figures II.3.27 et

II.3.28 pour des concentrations massiques en particules de 0.01 et 0.1%.

On constate que la concentration en particules est à peu près constante dans la cellule, sauf dans le quart supérieur où le nombre de particules baisse fortement. Pour les débits étudiés qui correspondent respectivement à des vitesses moyennes dans la section de 0.07, 0.10 et 0.15 m/s, nous n'observons pas de sédimentation significativement plus importante pour les faibles débits que pour les débits plus importants.

II.3.2.1.2.2 Trajectoire des particules

Les trajectoires des billes de verre ont été obtenues en mesurant les différentes positions occupées par les particules au cours du temps. Ces trajectoires ont été mesurées à différentes hauteurs pour différents nombres de Reynolds. Ces mesures ont été effectuées au bout de la cellule (nous rappelons que la cellule est de section 20X20 mm et de longueur 40 cm pour éviter les effets d'entrée qui sont présents en début de cellule (voir discussion paragraphe II.3.1.3)).

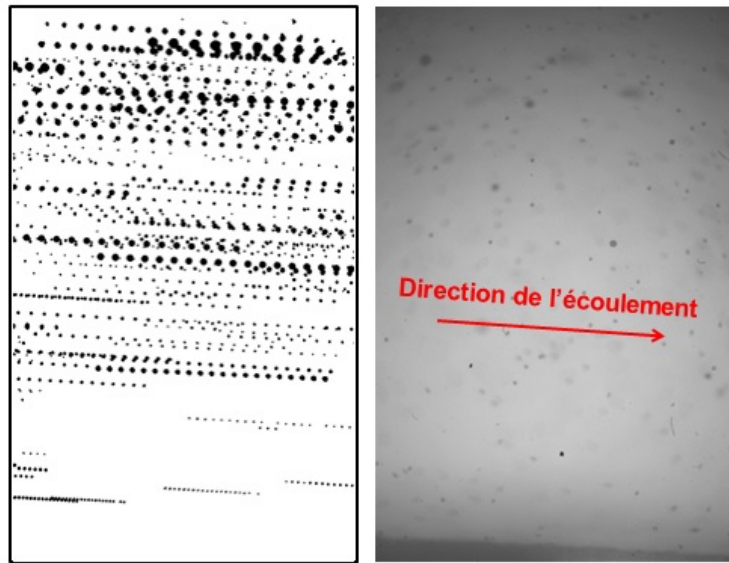


Figure II.3.29 – À gauche : Positions successives occupées par les particules au cours du temps dans 20 images successives séparées de 1.66 ms. Prise d'image 3000 Images/s. Vitesse moyenne 0.15 m/s, concentration en particules de 0.01%. À droite : Image d'origine. Le bord inférieur de la cellule est visible. L'image visualise une surface de 5.0 mmX3.2 mm au centre de la cellule. La profondeur de champ est faible, et de ce fait, on ne visualise que les particules présentes sur quelques millimètres de profondeur au center de la cellule.

Dans tous les cas de figures observées (figures II.3.29 et II.3.30), les trajectoires des particules sont rectilignes, parallèles entre elles et parallèles aux bords de la cellule. Dans les conditions de l'expérience (particules de verre de diamètre 38 à 45 μm , vitesse moyenne de 0.15 cm/s, de la solution de Carbopol de 0.15%, les trajectoires des particules sont rectilignes,

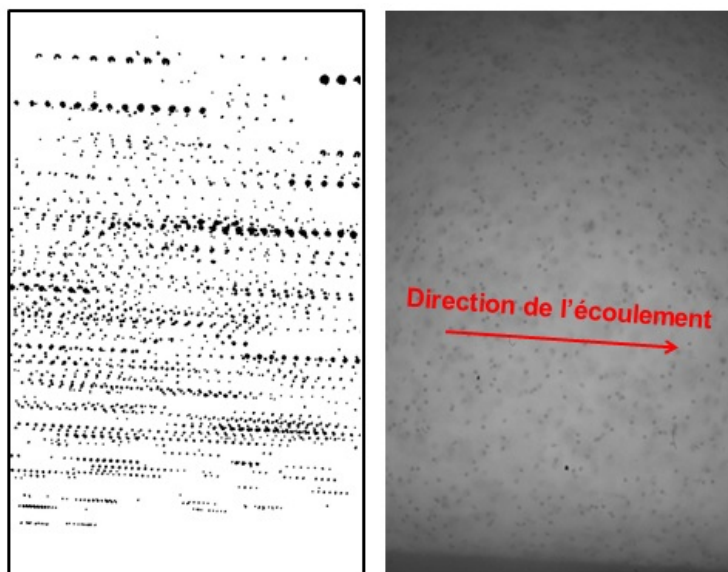


Figure II.3.30 – À gauche : Positions successives occupées par les particules au cours du temps dans 20 images successives séparées de 1.66 ms. Conditions identiques à celle de la figure II.3.29, mais avec une concentration en particules de 0.1%. À droite : Image d'origine.

parallèles entre elles et parallèles au bord de la cellule. La vitesse de sédimentation qui a lieu sur cette portion de cellule de 3.2 mm n'est pas observable et pas significative dans aucune des conditions expérimentales étudiées. Il est vrai que la vitesse moyenne de la solution sur une section est de 15 cm/s, ce qui donne un temps de séjour de 2.67 s dans notre cellule de 40 cm de long et de 5 secondes dans le pilote expérimental d'ArcelorMittal.

II.3.2.1.2.3 Champ de vitesse

Le champ de vitesses est mesuré par la technique PIV (Particle Image Velocimetry) présentée dans le paragraphe II.2.1.7. La nappe laser est produite par un laser vert continue de 532 nm de 2.0 Watts dont le faisceau traverse un système de lentilles comportant une lentille cylindrique. Cette nappe laser coupe la cellule suivant son plan de symétrie vertical. La caméra rapide est située perpendiculairement à la nappe laser. La caméra est inclinée à 45° tout comme la cellule.

Le fluide est tracé par des billes de verre creuses argentées de 10 μm de diamètre (Dantec Dynamics), dont la densité est proche de celle de l'eau. Elles sont bien visibles sur les images du fait de leurs surfaces miroir réfléchissantes. Les images sont prises à 7500 images/s ce qui correspond au maximum de capacité de la caméra. Le temps d'exposition des images est de 100 μs . Pour une vitesse moyenne de 15 cm/s, la double image est créée en ne prenant qu'une image sur cinq pour avoir un déplacement suffisant entre deux images successives.

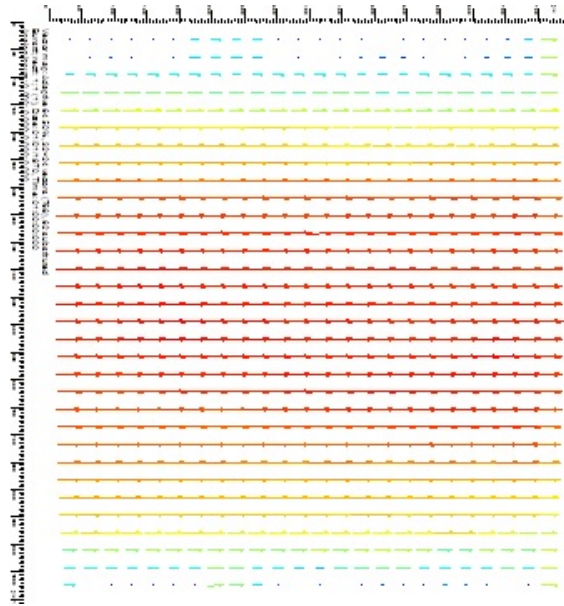


Figure II.3.31 – Solution de Carbopol 0.15% avec des billes de verre creuses argentées de vitesse moyenne égale à 0.15 m/s.

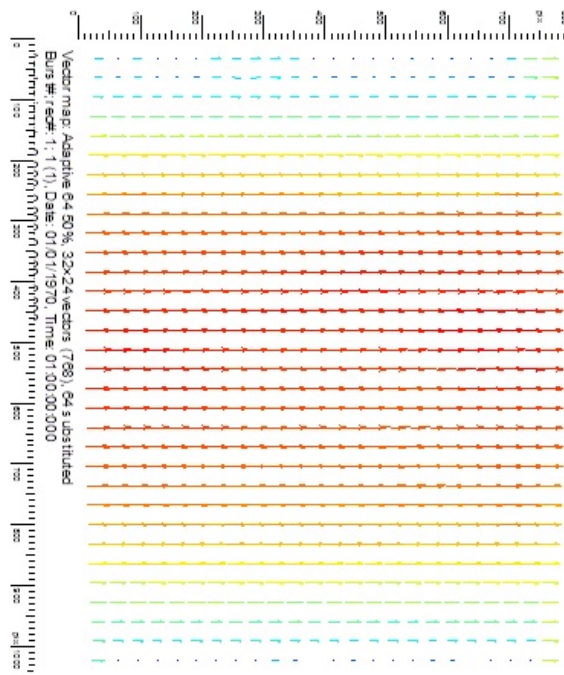


Figure II.3.32 – Solution de Carbopol 0.15% avec des billes de verre creuses argentées, ainsi qu'avec des billes de verre de 38 à 45 μm simulant les particules d'hématite de la cellule d'électrolyse, de vitesse moyenne égale à 0.15 m/s. La concentration en billes de verre est de 0.1%.

Le champ de vitesse est mesuré pour différents débits avec des particules traçantes et avec ou sans billes de verre de diamètre 38 à 45 μm .

Les champs de vitesses mesurés montrent que :

- L'écoulement est laminaire et bien établi. Les lignes de courant sont, à la précision de nos mesures, des droites parallèles.
- La présence de billes de verre de 38 à 45 μm simulant les particules d'hématite ne modifie pas l'écoulement qui apparaît tout autant laminaire (figures II.3.31 et II.3.32).
- Le nombre de Reynolds de l'écoulement est d'environ 428, donc bien en-dessous du seuil d'apparition du régime intermédiaire ou turbulent. Il n'est donc pas étonnant que l'écoulement soit bien laminaire.

II.3.2.1.2.4 Effet Boycott lors d'un changement de débit global

Dans le cas de concentration élevée en particules (1% de billes de verre dans du Carbopol), un effet Boycott a parfois été observé. En deux mots, l'effet Boycott est présent dans des tubes inclinés en sédimentation. Une sédimentation plus rapide que dans un tube droit est observée dans le cas de l'effet Boycott. Cette sédimentation plus importante est due à la formation de deux flux (i) l'un près de la paroi inférieure du tube. Ce flux descendant est dû à une densité plus importante du fluide chargé en particules, (ii) l'autre ascendant, situé près de la paroi supérieure du tube et consiste en un fluide de moindre densité comportant une raréfaction en particules.

Notre cas est légèrement différent, car notre cellule n'est pas fermée, mais est parcourue d'un flux constant, de sorte que l'effet Boycott quand il a lieu, se superpose à un écoulement de Poiseuille.

L'effet Boycott (voir figure II.3.33) a pu être observé de manière reproductible lors des changements de régimes, mais il ne nous a pas été possible de déterminer avec certitude si ce régime Boycott était présent en régime permanent. Nous ne présenterons ici que quelques résultats préliminaires, une étude plus complète sortant du cadre fixé par cette thèse.

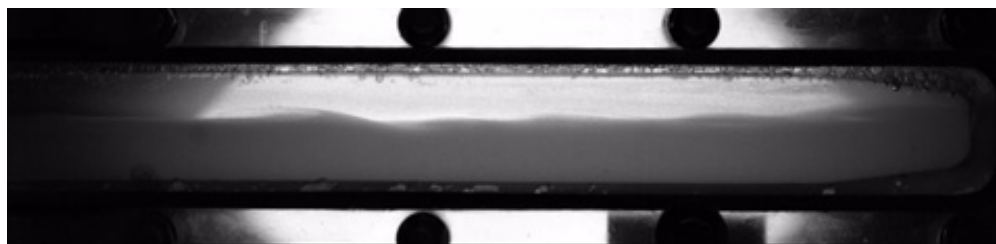


Figure II.3.33 – Effet Boycott pour une solution de Carbopol 0.15% contenant 1% de bille de verre de 38 à 45 μm pour une vitesse moyenne de 7.5 cm/s.

La figure II.3.33 montre l'effet Boycott dans le cas d'une vitesse moyenne de 7.5 cm/s.

Dans cet exemple, nous pouvons voir : (i) une couche de fluide ne contenant quasiment pas de particules dans la partie supérieure de la cellule. Cette couche de fluide est à contre-courant par rapport au débit global. (ii) Dans la couche inférieure, la concentration en particules est élevée par rapport au débit entrant, (iii) entre les deux couches, on peut observer des vagues dans cette couche de mélange qui correspond à l'écoulement avec un lit stationnaire décrit dans le paragraphe II.1.2.1.3.

Le profil de la couche de fluide de concentration raréfiée en particules ainsi que celui de la couche de fluide dont la concentration en particules a été renforcée, est donné pour différents débits sur la figure II.3.34. Ce profil est donné en juxtaposant 3 images représentant l'ensemble de la cellule.

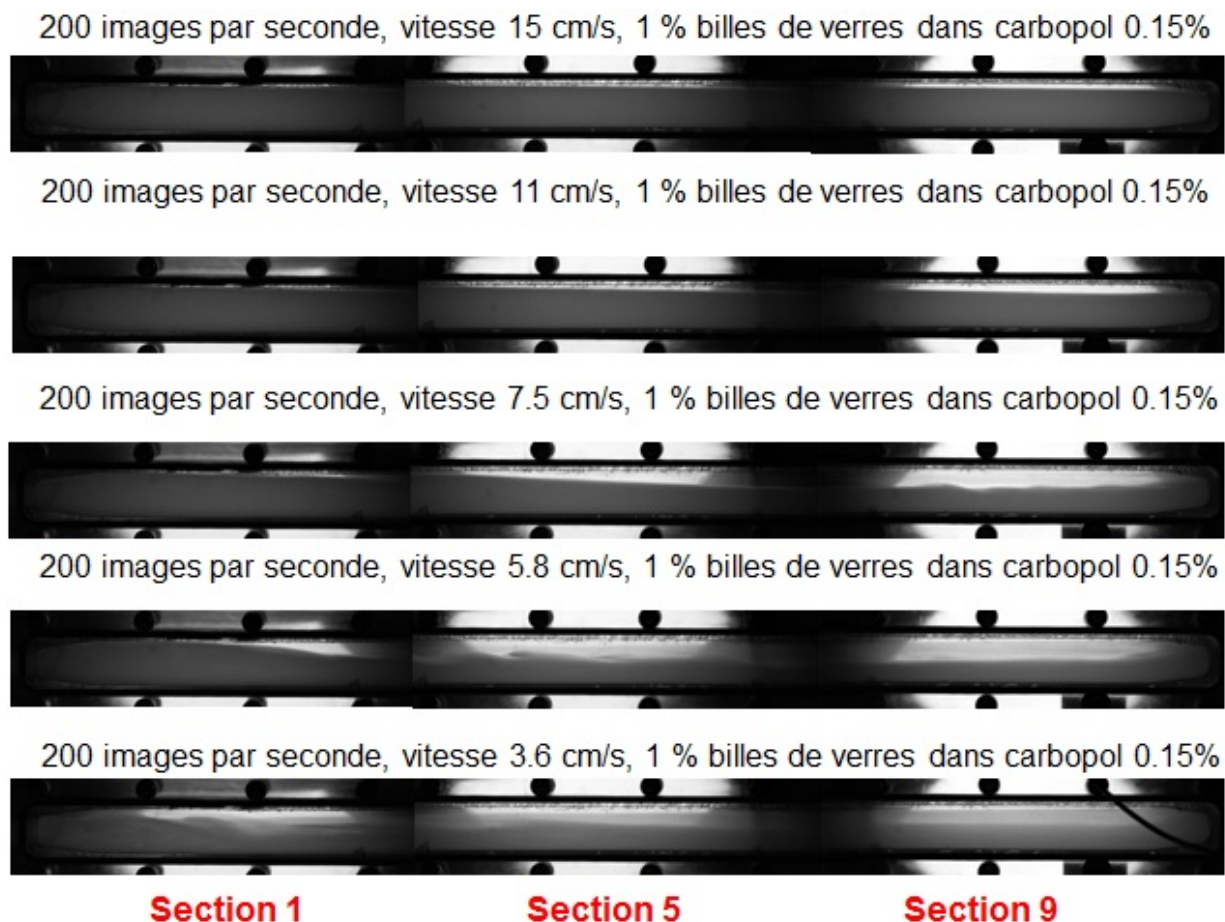


Figure II.3.34 – Effet Boycott pour une solution de Carbopol 0.15% contenant 1% de bille de verre à différents débits.

- À forts débits, la sédimentation n'a pas eu le temps de se faire, la couche de fluide raréfiée reste très petite même si elle augmente en aval. L'interface entre les deux couches de fluide est rectiligne.

- A des débits modérés, (vitesse moyenne de 7.5 ou 5.8 cm/s), l'effet Boycott est bien présent. L'interface présente les vagues typiques de l'instabilité de cisaillement de Kelvin-Helmoltz
- A faible débit, les vagues ne sont plus aussi présentes et la zone sédimentée n'est pas plus importante et plutôt moins nette que pour des débits modérés. Il est probable que l'effet Boycott n'apparaisse pas dans ce régime.

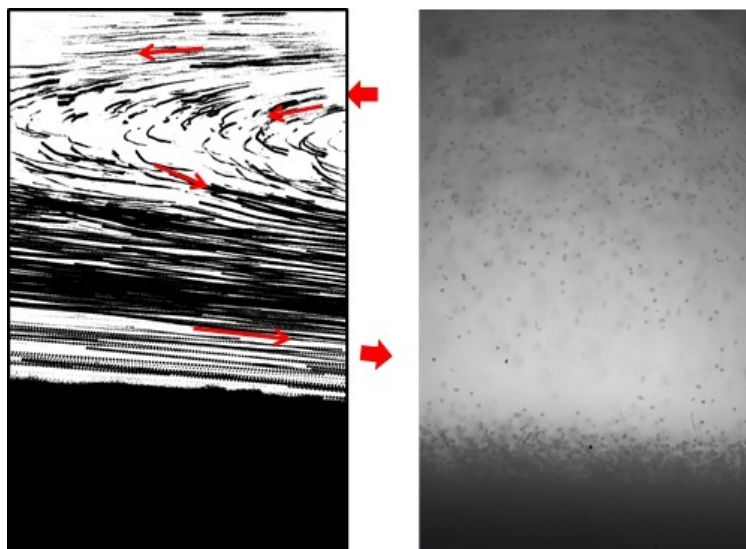


Figure II.3.35 – Effet Boycott pour une solution de Carbopol 0.15% contenant 1% de bille de verre, visualisation de l'écoulement à contre-courant induit par l'effet Boycott.

Par suivi de particules (représentation des positions successives des particules, figure II.3.35), il est possible de visualiser les lignes de courant par les trajectoires des particules. La zone à contre-courant dans la partie supérieure de la colonne est bien visible.

En conclusion de cette partie, il est probable que l'effet Boycott ne perturbera pas le fonctionnement du pilote dans les conditions opératoires fixées. Par contre, si ces conditions sont modifiées ou lorsque l'on est en régime transitoire comme lors de l'ajout de particules, il est tout à fait possible de tomber dans ce régime.

II.3.2.2 Approche numérique-Approche Lagrangienne

Pour évaluer et améliorer l'efficacité du réacteur électrochimique, il est nécessaire de connaître la trajectoire des particules d'oxyde de fer dans la cellule. Le logiciel Fluent permet à travers l'option « Particle Tracking » d'injecter des particules au sein du fluide et de suivre

leur trajectoire dans la cellule. Cette étude va permettre de mieux cerner à la fois, la taille des particules mais aussi le régime d'écoulement qui rendent maximale l'agrégation de minéral sur la partie cathodique de la cellule.

Les deux types de géométries utilisées lors de la simulation de l'écoulement de la phase liquide seule ont été aussi considérées dans cette partie : la géométrie de référence et la géométrie comportant un embout et un coude (figures II.3.9 et II.3.10). Les simulations ont été effectuées avec deux types de fluides :

- Un fluide newtonien d'une viscosité de 0.022 Pa.s.
- Un fluide non newtonien avec le même comportement rhéologique la suspension de particules d'hématite à 12 % en volume à 100 °C dont la loi de comportement est donnée par la relation I.2.15.

Les particules sont considérées indéformables et subissent les trois forces suivantes : la force de gravité, la force d'Archimède et la force de traînée. Les forces d'interactions particules-particules et les forces électrostatiques sont négligées devant la force de gravité. Les particules sont supposées ne pas influencer le mouvement du liquide et les particules touchant la cathode sont considérées comme étant réduites en fer, et sont par la suite omises du calcul.

En utilisant une description lagrangienne, la seconde loi de Newton est résolue pour calculer la vitesse de chaque particule d'hématite (traitée comme étant un point matériel), et en déduire ensuite sa position en s'appuyant sur les équations :

$$\frac{d\mathbf{U}_p}{dt} = \frac{(\rho_s - \rho_f)}{\rho_s} \mathbf{g} + \mathbf{F}_D \quad (\text{II.3.3})$$

$$\frac{d\mathbf{x}_p}{dt} = \mathbf{U}_p \quad (\text{II.3.4})$$

Avec $\mathbf{F}_D$ la force de traînée, ρ_s la masse volumique de la particule, $\mathbf{U}_p$ son champ de vitesse et $\mathbf{x}_p$ sa position.

La force de traînée est définie par :

$$\mathbf{F}_D = \frac{\pi d_p \mu}{8} C_D Re_{pr} (\mathbf{U}_p - \mathbf{U}_f) \quad (\text{II.3.5})$$

$$Re_{pr} = \frac{\rho_f d_p ||\mathbf{U}_p| - |\mathbf{U}_f||}{\mu} \quad (\text{II.3.6})$$

Les coefficients de traînée C_D sont calculés par la corrélation de Morsi et Alexander (1972) (exprimée dans le tableau I.1.2). Le résultat des simulations dépendra donc principalement

des tailles des particules, de la vitesse du fluide, de sa masse volumique et de sa viscosité.

Comme la taille des particules d'hématite n'est pas uniforme (figure I.1.17), pour les simulations numériques, quatre diamètres caractéristiques des particules : 5 , 10 , 20 et 30 μm ont été considérés dans les calculs.

II.3.2.2.1 Dans un fluide newtonien

II.3.2.2.1.1 Géométrie avec embout et coude

La figure II.3.36 présente les résultats numériques obtenus de la maquette numérique munie d'un embout et d'un coude pour un fluide newtonien avec 718 particules suivies.

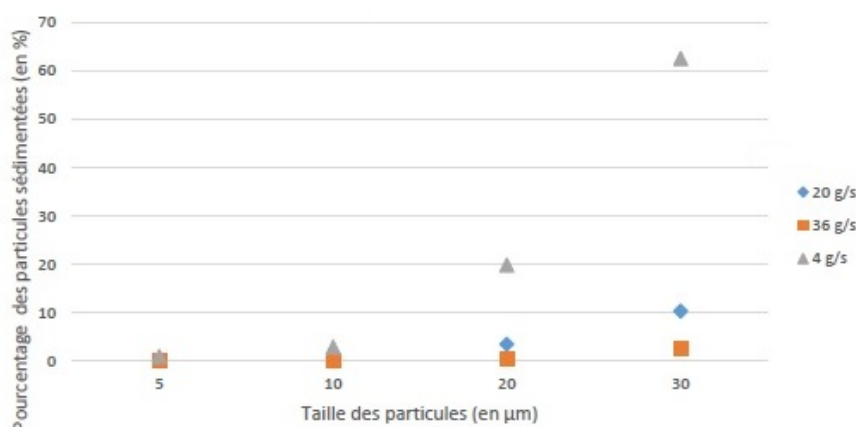


Figure II.3.36 – Sédimentation des particules d'hématite dans la géométrie coude et embout pour un fluide newtonien en fonction du débit.

Les résultats montrent que les particules fines sont moins sujettes à sédimenter par rapport aux particules plus grandes, ce qui conforme aux résultats attendus. De même, plus la vitesse du fluide est petite, plus la distance parcourue par les particules avant de sédimenter est petite. Ceci peut être expliqué par la concurrence entre la gravité et la force de traînée. Les résultats montrent aussi que la sédimentation est très influencée par le débit du fluide. Ainsi, même pour un débit intermédiaire de 36 g/s et en considérant une taille de particules de 30 μm , sur l'ensemble des 14 particules suivies, uniquement une seule particule s'est déposée. La figure II.3.37 représente graphiquement cette simulation.

À titre de comparaison, pour un débit de 4 g/s et en considérant une taille de particules de 30 μm , la figure II.3.38 montre que, sur les 14 particules suivies, sept d'entre elles atteignent la cathode et une dernière s'est coincée à l'entrée du divergent.

Un autre paramètre à prendre en compte dans ces simulations est l'apparition de tourbillons et de cellules de recirculations (figures II.3.39 et II.3.40) aux grands débits de fluide. Ces

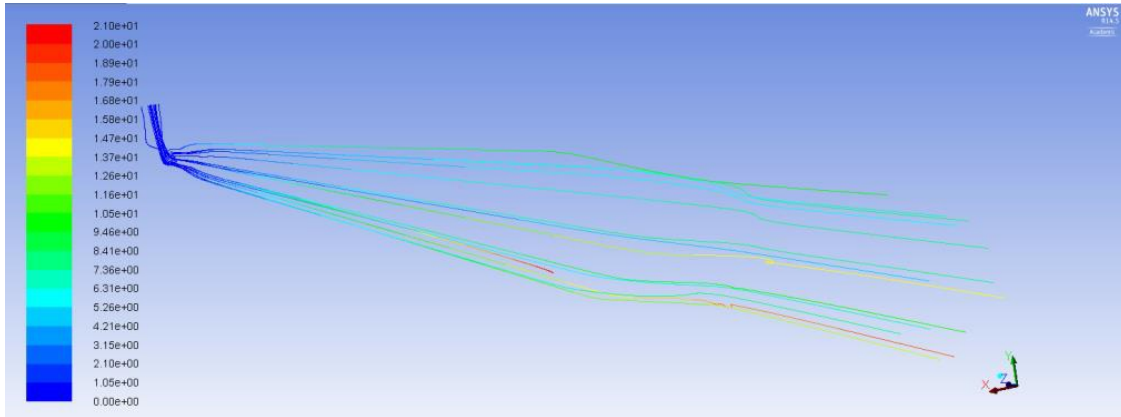


Figure II.3.37 – Suivi de 14 particules d'hématite sous Fluent, colorées par le temps de résidence (en s), pour une taille de particule d'hématite de $d_p=30\ \mu\text{m}$ et un débit de fluide de 20 g/s.

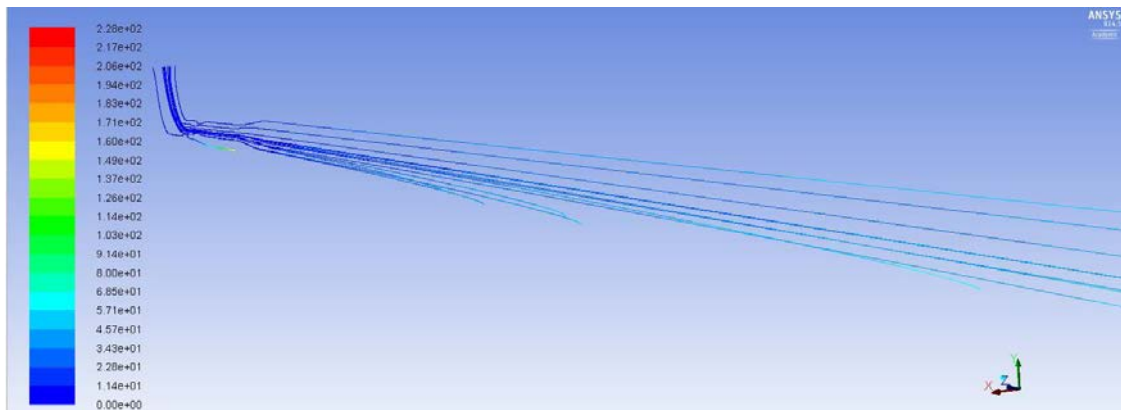


Figure II.3.38 – Suivi de 14 particules d'hématite sous Fluent, colorées par le temps de résidence (en s), pour une taille de particule d'hématite de $d_p=30\ \mu\text{m}$ et un débit de fluide de 4 g/s.

phénomènes réduisent encore plus la sédimentation des particules en réduisant la section effective de l'écoulement et donc en accélérant le fluide circulant en-dessous de ces boucles. Ce phénomène pouvait être anticipé en effectuant un suivi des particules de fluide et en observant les multiples boucles de recirculations présentes au niveau de la sortie de l'embout et du divergent, comme montré par la figure II.3.20.

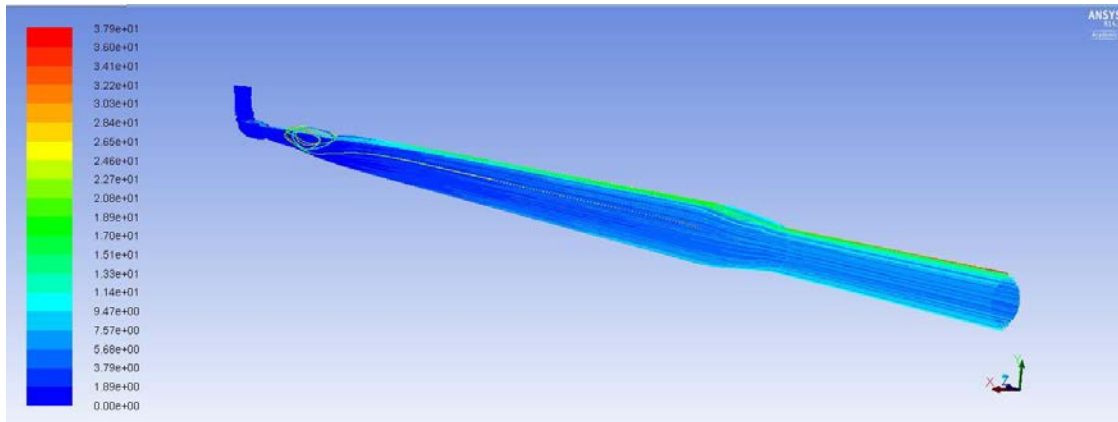


Figure II.3.39 – Suivi de 686 particules d'hématite sous Fluent, colorées par le temps de résidence (en s), pour une taille de particule d'hématite de $d_p=30\ \mu\text{m}$ et un débit de fluide de 36 g/s.

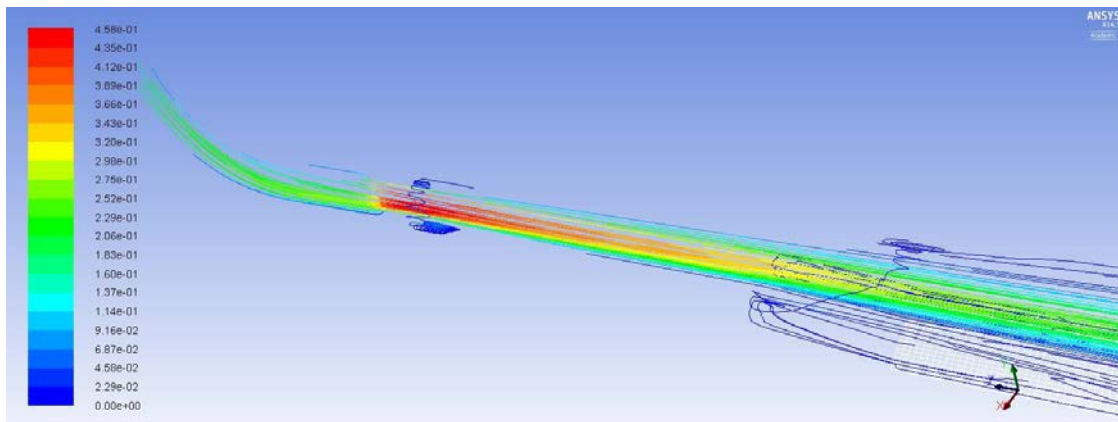


Figure II.3.40 – Suivi de 182 particules de fluide sous Fluent, colorées par la vitesse du fluide(en m/s) pour un débit de fluide de 36 g/s.

II.3.2.2.1.2 Géométrie sans embout ni coude

Sur 718 particules suivies, les résultats obtenus sont présentés sur la figure II.3.41. Ces résultats montrent bien que la sédimentation des particules est meilleure dans cette configuration.

À titre de comparaison, pour un débit de 4 g/s et en considérant une taille de particules de $30\ \mu\text{m}$, la figure II.3.42 montre que, sur les 15 particules suivies, sept d'entre elles atteignent

la cathode.

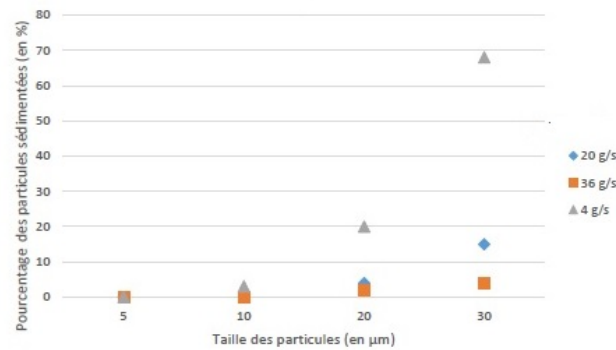


Figure II.3.41 – Sédimentation des particules d’hématite dans une géométrie sans coude ni embout pour un fluide newtonien en fonction du débit.

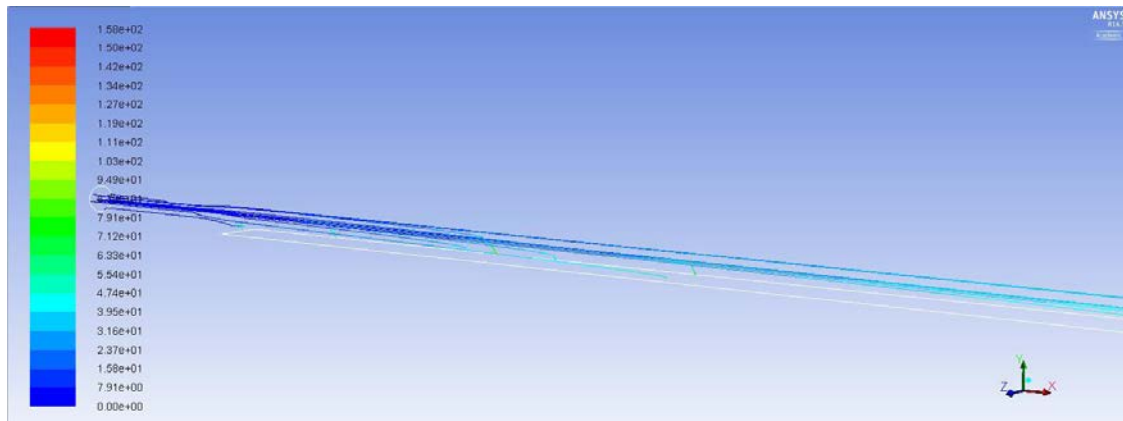


Figure II.3.42 – Suivi de 15 particules d’hématite sous Fluent, colorées par le temps de résidence (en s), pour une taille de particule d’hématite de $d_p=30\ \mu\text{m}$ et un débit de fluide de 4 g/s.

Par rapport à la géométrie « embout-coude » et dans les mêmes conditions de simulation ($d_p=30\ \mu\text{m}$ et $Q_m=36\ \text{g/s}$), la figure II.3.43 montre qu’aucune particule (sur les 718 suivies) n’est entraînée dans des cellules de recirculation, contrairement à la figure II.3.39.

II.3.2.2.2 Dans un fluide non-newtonien

Pour le fluide non newtonien, la définition des deux plateaux newtoniens est nécessaire pour la simulation sous Fluent. Les valeurs de η_0 et η_∞ , sont de 0.01 et 0.2 Pa.s, respectivement. L’indice d’écoulement étant celui de la suspension d’hématite, $n=0.569$.

Sur les 718 particules suivies, les résultats obtenus sont présentés sur la figure II.3.44.

Les résultats des simulations avec un fluide non-newtonien montrent les mêmes phénomènes physiques énoncées avec un fluide newtonien, à savoir : des particules bloquées dans des

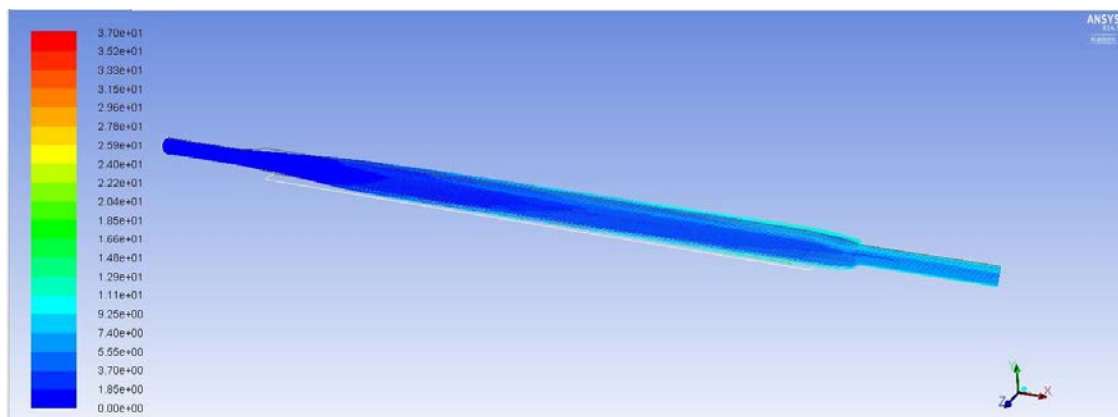


Figure II.3.43 – Suivi de 718 particules d’hématite sous Fluent, colorées par le temps de résidence (en s), pour une taille de particule d’hématite de $d_p=30\ \mu\text{m}$ et un débit de fluide de de 36 g/s.

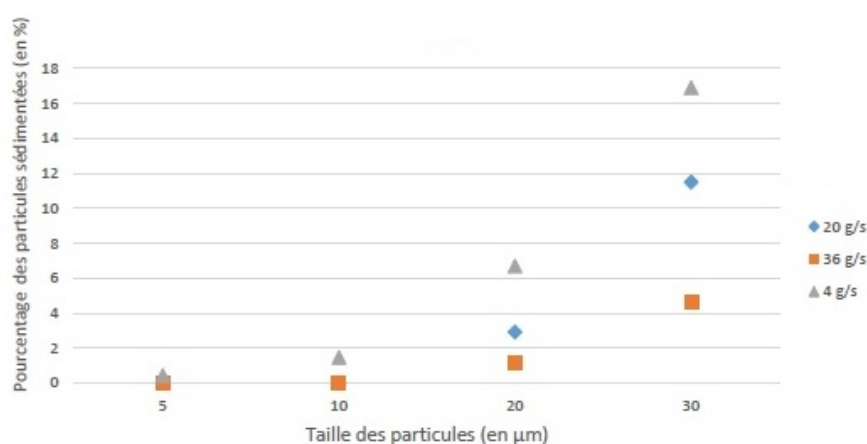


Figure II.3.44 – Sédimentation des particules d’hématite dans une géométrie avec coude et embout pour un fluide non-newtonien.

cellules de recirculation (figure II.3.45) ou des particules qui sédimentent avant d’atteindre le fond de la cellule (la cathode) (figure II.3.46).

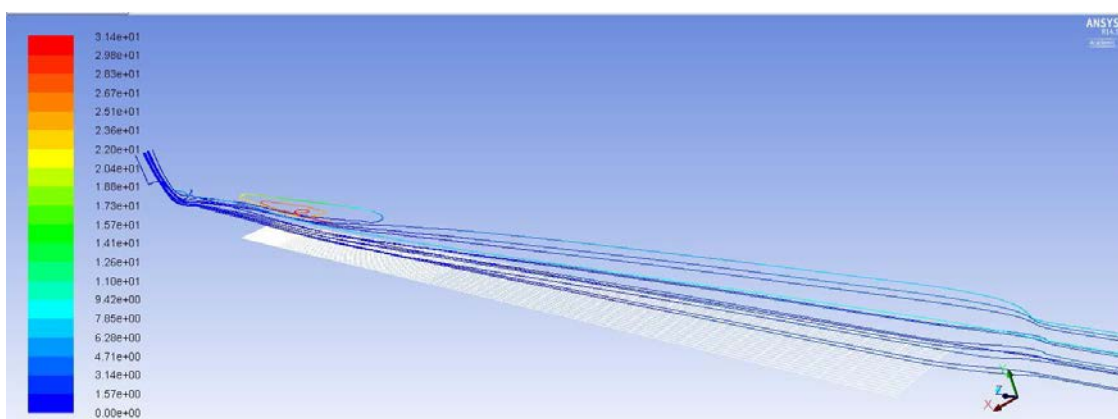


Figure II.3.45 – Suivi de 14 particules d’hématite sous Fluent, colorées par le temps de résidence (en s), pour une taille de particule d’hématite de $d_p=30\ \mu\text{m}$ et un débit de fluide de 36 g/s.

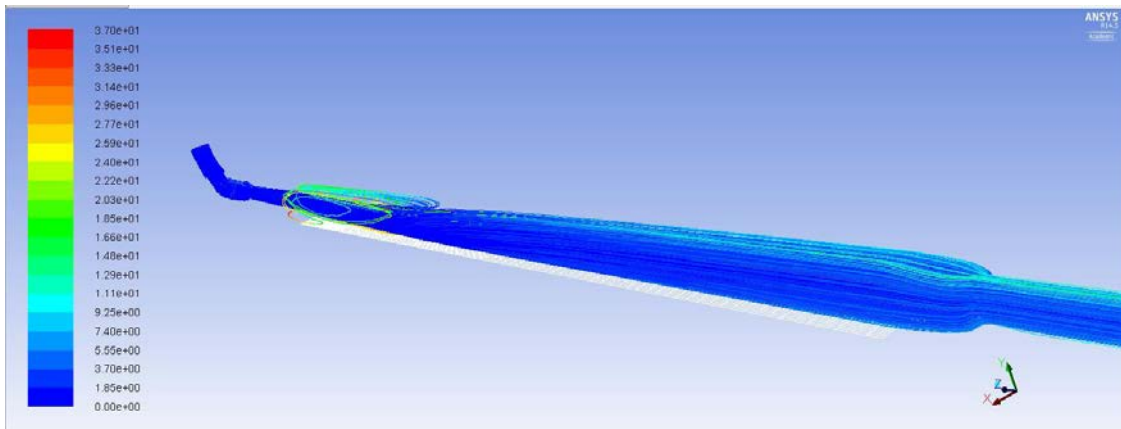


Figure II.3.46 – Suivi de 686 particules d’hématite sous Fluent, colorées par le temps de résidence (en s), pour une taille de particule d’hématite de $d_p=5\ \mu\text{m}$ et un débit de fluide de 36 g/s.

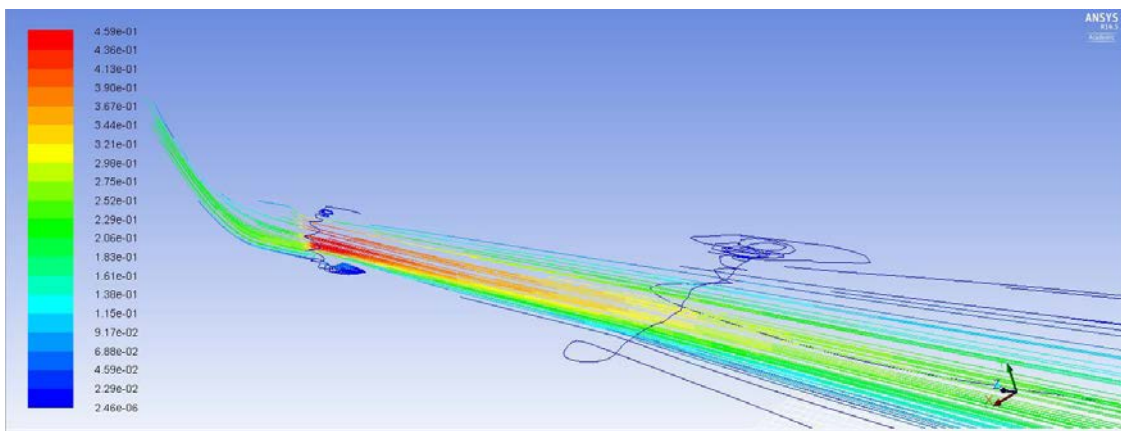


Figure II.3.47 – Suivi des particules de fluide sous Fluent, colorées par la vitesse du fluide (en m/s) pour un débit de fluide de 36 g/s.

Cependant, globalement, l’écoulement n’est pas fortement modifié. Les figures II.3.45, II.3.46 et II.3.47 montrent que la sédimentation des particules n’est pas fondamentalement affecté par le comportement rhéologique du fluide.

Discussion

Les simulations précédentes (section II.3.1.3), considérant un fluide newtonien homogène, ont confirmé les observations expérimentales quant à la grande influence des conditions d’entrée sur l’hydrodynamique dans la partie amont de la cellule. D’autre part, les tests de suivi Lagrangien (section II.3.2.2) ont démontré que l’efficacité de la sédimentation des particules est sensible au comportement rhéologique de la phase continue, et bien sûr, à la taille de la phase dispersée.

Cependant, ces modèles ne permettent pas de simuler finement l’écoulement diphasique dans la cellule. En effet, la sédimentation prononcée des particules conduit à une forte

inhomogénéité de la suspension. Ainsi, d'importants gradients de concentration de particules sont engendrés dans les directions verticale et axiale (et dans une moindre mesure, dans la direction latérale). De ce fait, les propriétés rhéologiques de la suspension qui présente un comportement rhéofluidifiant (consistance et indice d'écoulement) qui dépendent des concentrations locales en hématite ne sont plus uniformes dans l'espace, et par conséquent, il n'est pas approprié de considérer le milieu comme un fluide rhéofluidifiant homogène, ce qui rend le problème bien complexe.

Le suivi Lagrangien utilisé dans la section II.3.2.2 n'est évidemment pas suffisant pour décrire les écoulements diphasiques concentrés rencontrés dans la cellule électrochimique. Cette méthode est également appelée approche Euler-Lagrange avec couplage « one-way », c'est-à-dire, dans un seul sens. En effet, elle ne tient compte que de l'influence de la phase continue sur la phase dispersée. La version plus complète de cette approche, dit avec couplage « four-way », considère également l'influence de la phase dispersée sur la phase continue ainsi que l'interaction entre les particules. Elle est donc bien adaptée pour simuler les écoulements fortement chargés (d'un point de vue massique). De plus, elle présente l'avantage de pouvoir facilement tenir compte de la polydispersité des particules. Cependant, vus les temps de calcul requis par l'approche Euler-Lagrange, on préfère souvent simuler le mouvement d'« amas de particules » plutôt que d'effectuer un suivi individuel, bien que cela puisse affecter la précision des résultats. Un dernier grand inconvénient de cette méthode est qu'elle traite les particules comme des points matériels. Ainsi, le modèle suppose que les mailles du domaine sont entièrement remplies de liquide, en dépit de la présence de la phase dispersée, ce qui peut conduire à des résultats aberrants lorsque la fraction volumique des particules est importante (ce qui est le cas dans le procédé électrochimique étudié, notamment dans la partie cathodique de la cellule).

Une méthode alternative est l'approche Euler-Euler qui traite le fluide porteur et la phase dispersée comme deux milieux continus qui s'interpénètrent. Cette méthode est très générale et en théorie, peut être appliquée quelles que soient les fractions (volumique ou massique) des particules solides. Elle est beaucoup moins coûteuse en temps de calcul que l'approche Euler-Lagrange ce qui permet son utilisation pour simuler l'écoulement dans le pilote ou même dans le prototype industriel. Cependant, la méthode Euler-Euler fait intervenir de nombreux termes d'échange de quantité de mouvement entre les phases dont la modélisation est délicate. Également, elle ne permet pas de tenir compte de la polydispersité des particules qu'au prix d'un effort de calcul très considérable.

Une dernière approche, sans doute la plus précise, consiste à utiliser les caractéristiques rhéologiques du fluide dans le modèle. Cependant, elle nécessite que ces propriétés soient connues ou mesurées expérimentalement. Elle traite la suspension comme une seule phase non-newtonienne, dont la masse volumique et le comportement rhéologique ne sont pas uniformes, mais dépendent de la concentration locale en particules. Outre les équations de conservation de la masse et de la quantité de mouvement de la suspension, le modèle doit intégrer une équation décrivant le champ de concentration des particules dans le domaine. Évidemment, toutes ces équations sont fortement couplées : le champ d'écoulement du fluide influe sur la distribution des particules, alors que la concentration de la phase dispersée impose les propriétés locales de la suspension. Un champ de vitesse du liquide autour d'une particule solide induit aussi des rotations de celle-ci, delà à générer des forces supplémentaires telle que la force de Saffman à considérer.

Conclusions

Les résultats expérimentaux et numériques obtenus pour de la solution de glycérine newtonienne ont mis en évidence que l'écoulement dans la cellule inclinée est laminaire et plutôt établi loin du divergent.

Les conditions d'entrée (principalement l'orientation du tuyau souple et le divergent de la cellule qui permet l'admission du liquide newtonien) et les débits de liquide élevés (75g/s) sont susceptibles d'engendrer des instationnarités et donc de perturber grandement les observations de l'écoulement.

Les résultats des vitesses de l'écoulement de la glycérine dans la cellule inclinée issus de la PIV, des simulations numériques et des profils analytiques sont concordants pour les différentes vitesses de l'écoulement.

Les résultats de l'écoulement des particules de verre dans la cellule inclinée portées par la solution newtonienne de glycérine ont mis en évidence que les particules de verre sédimentent et entrent en contact avec le bas de la cellule pour des débits de solution faibles (4 g/s). Cependant, à des vitesses plus élevées, les particules de verre suivent le liquide et ne font que passer à travers la cellule.

Les mêmes conclusions sont faites pour la solution rhéofluidifiante de Carbopol à 0.15%. En effet, les résultats ont montré que la présence des particules de verre dans la solution non newtonienne ne modifie pas l'écoulement, principalement à des vitesses d'écoulement élevées.

Les conditions d'écoulement élevées considérées dans cette étude correspondent aux mêmes conditions du réacteur électrochimique d'ArcelorMittal. Mais nous n'avons pas pu comme mentionné plus haut observer la déposition des particules de verre sur la partie inférieure de la cellule. La faible concentration des particules de verre ou leur faible masse volumique peuvent expliquer cet absence de contact des particules avec la cathode.

Conclusions générales

Ce travail a été conduit dans le but d'étudier le comportement hydrodynamique de suspensions concentrées d'hématite. Dans la première partie, le comportement rhéologique de ces suspensions d'oxyde de fer et l'estimation de leur vitesse de sédimentation dans les mêmes conditions opératoires que le pilote expérimental d'ArcelorMittal ont été déterminés, c'est à dire dans un milieu très alcalin et à 110 °C. Ces données sont essentielles pour la conception et la mise à l'échelle de cellules d'électrolyse de production de fer, puisque la production du métal est contrôlée par l'intensité du contact du minerai, en particulier sur la surface de la cathode.

Avant de procéder à ces deux études mentionnées, une caractérisation de la poudre d'hématite avec laquelle nous avons travaillé s'imposait. Les résultats de la caractérisation de la poudre d'hématite utilisée dans cette étude ont montré que la distribution de taille de l'échantillon est assez large et que les particules ne sont pas sphériques et ne possèdent pas une forme régulière. Le diamètre équivalent moyen estimé est de 10 μm . La présence d'une fraction non négligeable de particules fines a été aussi observée.

La vitesse de sédimentation de la suspension d'hématite à 12% en volume dans la soude à 50% en masse à 110 °C est de 0.010 mm/s. Cette vitesse est bien inférieure à la vitesse de chute libre d'une particule d'hématite isolée (supposée sphérique) qui est de 0.0765 mm/s, résultat des interactions qui règnent dans les suspensions concentrées.

Trois approches ont été utilisées pour estimer la viscosité de la suspension d'hématite dans la solution concentrée de soude. Une première estimation de la viscosité apparente de la suspension d'hématite a été obtenue à partir des résultats des essais de sédimentation dans des éprouvettes : la valeur de la viscosité obtenue correspond à un cisaillement donné (mesure unique de la viscosité). Les deux autres mesures ont été menées avec un rhéomètre muni de deux mobiles d'agitation de nature différente : la cellule Couette et un ruban hélicoïdal, ce dernier permet de mieux maintenir la suspension homogène.

Les courbes d'écoulement montrent un comportement non-newtonien de la suspension concentrée d'hématite et une dépendance de la viscosité en fonction du cisaillement appliqué. Le caractère rhéologique de la suspension est rhéofluidifiant, c'est-à-dire, la viscosité de la suspension diminue quand la vitesse de cisaillement augmente, résultant d'un réarrangement de la suspension avec le sens du cisaillement de la suspension.

Les trois approches entreprises sont différentes mais convergent tout de même vers les mêmes ordres de grandeur de la viscosité apparente de la suspension d'hématite, avec un écart entre les valeurs de 20%.

La seconde partie de ce travail consiste en l'étude de l'écoulement de suspensions de particules dans une cellule rectangulaire inclinée pour simuler les mêmes conditions d'écoulement que le pilote expérimental de production de fer. De part la morphologie et la grande distribution de taille que l'hématite présente ainsi que sa couleur sombre, des particules de verre parfaitement sphériques ont été choisies à la place des particules d'hématite. De même, la phase continue a été également remplacée par des fluides modèles newtonien et non newtonien.

Les résultats issus de la caractérisation par méthode PIV et des simulations numériques ont permis de mettre en évidence l'influence de la géométrie de l'entrée de la cellule sur l'hydrodynamique dans la cellule (dans la zone où l'écoulement n'est pas établi).

La confrontation des résultats expérimentaux avec ceux issus de la simulation numérique a permis de remarquer une concordance qualitative et quantitative entre les deux résultats de l'écoulement monophasique.

Pour le comportement de suspensions de particules de verre dans la cellule d'écoulement, après l'établissement du régime hydrodynamique, les trajectoires sont celles d'un régime laminaire avec une perturbation négligeable apportée par les particules de verre (i.e. les lignes de courant sont de lignes perpendiculaires aux bords de la cellule). Par conséquent, nous n'avons pas mis en évidence dans cette étude le phénomène de déposition de particules sur la cathode dans les conditions d'électrolyse.

En effet, les outils de mesure (la PIV) ainsi que les simulations numériques ne pouvaient pas prendre en compte une grande concentration de particules dans la cellule inclinée et l'étude de l'impact des particules sur la cathode n'a pas pu être réalisée comme souhaité.

Pour mettre en évidence le phénomène d'impact des particules solides sur la cathode, nous proposons de travailler avec des suspensions bien plus concentrées, dans lesquelles les vitesses de sédimentation sont plus faibles. En revanche, l'étude et la quantification du phénomène se feront en utilisant des observations visuelles et aider par des images prises par la caméra rapide. Pour étudier l'impact de la nature du fluide sur l'écoulement dans la cellule rectangulaire, utiliser un fluide rhéofluidifiant ayant les mêmes caractéristiques que la suspension d'hématite serait envisageable. La détermination de temps de contact ou de séjour sur la cathode peuvent aussi être envisagée dans le but d'optimiser le design de la cellule afin d'améliorer substantiellement son rendement, en vue d'une extrapolation à plus grande échelle.

Annexes

ANNEXE A

Généralisation de la loi de la viscosité de Newton (Bird *et al.* (2002); Chhabra et Richardson (2008a))

La figure I.2.1 et l'équation I.2.2 représentent le cas le plus simple dans lequel le vecteur vitesse possède une seule composante dans la direction x et ne varie que dans la direction y , les autres composantes de la vitesse, v_y et v_z étant nulles.

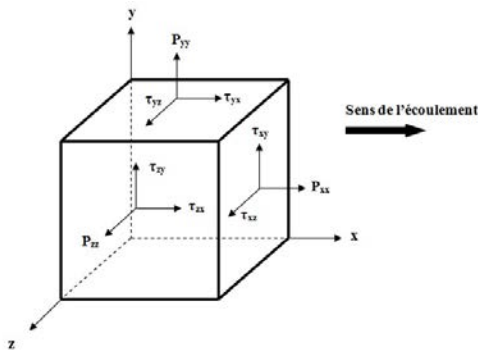


Figure A.1 – Composantes des contraintes d'écoulement en trois dimensions.

Habituellement, nous sommes intéressés par des écoulements plus complexes dans lequel les trois composantes de la vitesse peuvent dépendre des trois coordonnées et éventuellement du temps. Nous devons donc avoir une expression plus générale mais qui se simplifie en l'équation I.2.2 pour l'écoulement de cisaillement simple. Nous ne donnerons pas tous les détails de ce développement car ils peuvent être trouvés dans de nombreux livres de dynamique des fluides.

Nous expliquons brièvement les principales idées qui ont conduit à la généralisation de la loi de viscosité de Newton.

Sur la figure A.1 est représenté un petit élément de volume en forme de cube à l'intérieur du champ d'écoulement. Pour le cas le plus complexe de l'écoulement en trois dimensions, il est nécessaire de mettre en place les équations aux dérivées partielles appropriées.

Pour ce faire, nous considérons un modèle d'écoulement très général, dans lequel la vitesse du fluide peut se présenter sous différentes directions à différents endroits et peut dépendre du temps. Les composantes de vitesse sont alors données par :

$$u_x = u_x(x, y, z, t) \quad u_y = u_y(x, y, z, t) \quad u_z = u_z(x, y, z, t) \quad (\text{A.1})$$

La force appliquée sur l'élément de volume est une contribution de deux forces, celle associée à la *pression* et celle associée aux *forces visqueuses*.

La force de pression est toujours perpendiculaire à la surface exposée. Elles sont exprimées par un vecteur $p\delta_x$, la pression (un scalaire) multipliée par un vecteur unitaire δ_x dans la direction x (idem pour les directions y et z). Les forces de pression sont exercées lorsque le fluide est au repos et lorsqu'il est en mouvement.

Les forces visqueuses entrent en jeu seulement quand il y a des gradients de vitesse dans le fluide. Chacune de ces forces (qui sont des vecteurs de composantes scalaires) ; par exemple, τ_x a des composantes τ_{xx} , τ_{xy} , et τ_{xz} . Ainsi les forces par unité de surface exercées au sein d'un fluide, à la fois par la pression thermodynamique et les contraintes de viscosité, exprimées par un symbole qui comprend les deux types de contraintes et définit les *contraintes moléculaires* est :

$$\pi_{ij} = p\delta_{ij} + \tau_{ij} \quad \text{où } i \text{ et } j \text{ peut être } x, y \text{ ou } z \quad (\text{A.2})$$

π_{ij} = force dans la direction j par unité de surface perpendiculaire à la direction i, δ_{ij} est le *symbole de Kronecker*.*

Les contraintes $\pi_{xx} = p + \tau_{xx}$, $\pi_{yy} = p + \tau_{yy}$ et $\pi_{zz} = p + \tau_{zz}$ sont appelés *contraintes normales*, alors que les quantités restantes, $\pi_{xy} = \tau_{xy}$, $\pi_{yz} = \tau_{yz}$, ... sont appelés *contraintes de cisaillement*. Ces quantités, qui ont deux indices associés aux directions, sont appelées *tenseurs*, donc nous nous référons à τ comme le tenseur de contraintes visqueuses (avec des composantes τ_{ij}) et π comme le tenseur de contraintes moléculaires (avec des composantes π_{ij}).

La question maintenant est comment ces contraintes τ_{ij} sont liées aux gradients de vitesse dans le fluide ? En généralisant l'équation I.2.2, plusieurs hypothèses sur les contraintes sont mises :

- Les contraintes visqueuses peuvent être des combinaisons linéaires de tous les gradients de vitesse :

$$\tau_{ij} = - \sum_k \sum_l \mu_{ijkl} \frac{\partial u_k}{\partial x_l} \quad \text{où } i, j, k \text{ et } l \text{ peut être } 1, 2 \text{ et } 3 \quad (\text{A.3})$$

*. Le symbole de Kronecker δ_{ij} est défini par :

$$\delta_{ij} = \begin{cases} 1 & \text{si } i = j \\ 0 & \text{si } i \neq j \end{cases}$$

Ici, les 81 quantités μ_{ijkl} , sont des *coefficients de viscosité*. Les quantités x_1, x_2, x_3 dans les dérivées désignent les coordonnées cartésiennes x, y, z , et u_1, u_2 et u_3 sont les mêmes que u_x, u_y et u_z .

- Les dérivées de temps ou intégrales de temps ne doivent pas apparaître dans l'expression.
- Si le fluide est dans un état de rotation pure, les forces visqueuses sont absentes. Cette exigence conduit à la nécessité que τ_{ij} soit une combinaison symétrique des gradients de vitesse. Nous entendons par là que si i et j sont échangés, la combinaison de gradients de vitesse reste inchangée. On peut montrer que les seules combinaisons linéaires symétriques des gradients de vitesse sont :

$$\left(\frac{\partial u_j}{\partial x_i} + \frac{\partial u_i}{\partial x_j} \right) \quad \text{et} \quad \left(\frac{\partial u_x}{\partial x} + \frac{\partial u_y}{\partial y} + \frac{\partial u_z}{\partial z} \right) \delta_{ij} \quad (\text{A.4})$$

- Si le fluide est isotrope, les coefficients devant les deux expressions dans l'équation A.4 doivent être des scalaires de sorte que :

$$\tau_{ij} = A \left(\frac{\partial u_j}{\partial x_i} + \frac{\partial u_i}{\partial x_j} \right) + B \left(\frac{\partial u_x}{\partial x} + \frac{\partial u_y}{\partial y} + \frac{\partial u_z}{\partial z} \right) \delta_{ij} \quad (\text{A.5})$$

Nous avons donc réduit le nombre des coefficients de viscosité de 81 à 2 !

- L'équation A.5 doit se simplifier en l'équation I.2.2 dans le cas d'un cisaillement simple (écoulement élémentaire). L'équation A.5 peut se simplifier à $\tau_{yx} = A du_x/du_y$ et la constante scalaire A doit être le même que la viscosité ($-\mu$).
- Enfin, d'un commun accord entre les dynamiciens des fluides, la constante scalaire B est égale à $\frac{2}{3}\mu - \kappa$, où κ est appelée *viscosité de dilatation*.

Ainsi la généralisation requise pour la loi de Newton de la viscosité dans l'équation I.2.2 est alors l'ensemble des neuf relations :

$$\tau_{ij} = -\mu \left(\frac{\partial u_j}{\partial x_i} + \frac{\partial u_i}{\partial x_j} \right) + \left(\frac{2}{3}\mu - \kappa \right) \left(\frac{\partial u_x}{\partial x} + \frac{\partial u_y}{\partial y} + \frac{\partial u_z}{\partial z} \right) \delta_{ij} \quad (\text{A.6})$$

Ici, $\tau_{ij} = \tau_{ji}$, i et j peuvent prendre les valeurs 1, 2 et 3.

Cet ensemble de relations peut être écrit de façon plus concise dans la notation vecteur-tenseur par :

$$\boldsymbol{\tau} = -\mu(\nabla \mathbf{v} + (\nabla \mathbf{v})^\top) + \left(\frac{2}{3}\mu - \kappa \right) (\nabla \cdot \mathbf{u}) \boldsymbol{\delta} \quad (\text{A.7})$$

Dans lequel $\boldsymbol{\delta}$ est le tenseur unité avec ses composantes δ_{ij} , $\nabla \cdot \mathbf{u}$ est le tenseur du gradient de vitesse avec ses composantes $(\partial/\partial x_i)u_j$, $(\nabla \mathbf{u})^\top$ est la transposition du tenseur de gradient de vitesse avec ses composantes $(\partial/\partial x_j)u_i$, $(\nabla \mathbf{u})$ est la divergence du vecteur vitesse.

Dans une telle situation, il y aura neuf composantes de la contrainte τ_{ij} (où i et j peuvent prendre les désignations x , y et z), au lieu du composant τ_{yx} qui apparaît dans l'équation I.2.2. La figure A.1 montre les neuf composantes de contrainte de façon schématique dans un élément de fluide.

La conclusion importante est que nous avons une généralisation de l'équation I.2.2 et cette généralisation implique non pas un mais deux coefficients caractérisant le fluide : la viscosité μ et la viscosité de dilatation κ . Habituellement, dans la résolution de problèmes de dynamique des fluides, il est pas nécessaire de connaître κ . Si le fluide est un gaz, nous supposons souvent qu'il agit comme un gaz monoatomique idéal, pour lequel κ est identiquement nul. Si le fluide est un liquide, souvent il est supposé incompressible et $\nabla \mathbf{u} = 0$ et donc le terme contenant κ est éliminé de toute façon.

La figure A.1 montre les neuf composantes de contrainte de façon schématique dans un élément de fluide. En considérant l'équilibre d'un élément fluide, il peut être démontré que $\tau_{yx} = \tau_{xy}$; $\tau_{xz} = \tau_{zx}$ et $\tau_{yz} = \tau_{zy}$.

Les contraintes τ_{xx} , τ_{yy} et τ_{zz} , sont les *contraintes normales déviatoriques* pour les fluides newtoniens et des *contraintes supplémentaires* pour que les fluides non-newtoniens. Pour un fluide newtonien en mouvement de cisaillement simple, les composantes des contraintes normales déviatoriques sont nulles :

$$\tau_{xx} = \tau_{yy} = \tau_{zz} = 0 \quad (\text{A.8})$$

Ainsi, la définition complète d'un fluide newtonien est que non seulement il possède une viscosité constante, mais il satisfait également à la condition de l'équation A.8.

ANNEXE B

Modèles rhéologiques usuels

Comportement rhéologique		Modèle	Expression	Paramètres
Rhéofluidifiant		Loi de puissance	$\eta(\dot{\gamma}) = K(\dot{\gamma})^{n-1}$	n : indice d'écoulement du fluide, n<1 K : indice de consistance
		Cross (1965)	$\frac{\eta(\dot{\gamma}) - \eta_{\infty}}{\eta_0 - \eta_{\infty}} = \frac{1}{1 + k(\dot{\gamma})^n}$	n (<1) et k : paramètres d'ajustement
		Carreau (1972) *	$\frac{\eta(\dot{\gamma}) - \eta_{\infty}}{\eta_0 - \eta_{\infty}} = [1 + (\lambda' \dot{\gamma})^2]^{(n-1)/2}$	n (< 1) et λ' : paramètres d'ajustement
		Ellis (1927) *	$\eta(\dot{\gamma}) = \frac{\eta_0}{1 + (\tau/\tau_{1/2})^{\alpha'-1}}$	α' : mesure du degré de rhéofluidification $\tau_{1/2} = \tau(\eta_0/2)$
		Sisko (1958) †	$\eta(\dot{\gamma}) = \eta_{\infty} + K\dot{\gamma}^{n-1}$	
Rhéopaisissant		Loi de puissance	$\eta(\dot{\gamma}) = K(\dot{\gamma})^{n-1}$	n>1
Avec un seuil d'écoulement		Bingham (1922)	$\tau = \tau_y^B + \eta_B \dot{\gamma}$ pour $ \tau > \tau_y^B $ $\dot{\gamma} = 0$ pour $ \tau < \tau_y^B $	τ_0^B : seuil d'écoulement, η_B : viscosité plastique
		Herschel et Bulkley (1962) *	$\tau = \tau_y^{HB} + K\dot{\gamma}^n$ pour $ \tau > \tau_y^{HB} $ $\dot{\gamma} = 0$ pour $ \tau < \tau_y^{HB} $	τ_y^{HB} : seuil d'écoulement

*, Chhabra et Richardson (2008a)
†. Peker et Helvaci (2008a)

Casson (1959)	$\tau^{1/2} = (\tau_y^C)^{1/2} + (\eta_C \dot{\gamma})^{1/2}$ pour $ \tau > \tau_y^C $ $\dot{\gamma} = 0$ pour $ \tau < \tau_y^C $	τ_y^C : seuil d'écoulement η_C : viscosité plastique
Robertson et Stiff (1976)	$\tau = K(\dot{\gamma} + \dot{\gamma}_0)^n$ pour $ \tau > \tau_y $ avec $\tau_y = K(\dot{\gamma}_0)^n$ $\dot{\gamma} = 0$ pour $ \tau < \tau_y $	

ANNEXE C

Géométries standards de mesures rhéologiques (Coussot et Ancey (1999c); Grossiord et Quemada (2002))

Dans cette section, nous décrivons les principales géométries standards utilisées en rhéométrie et les avantages et inconvénients qu'elles peuvent présenter dans le cas des suspensions concentrées. Le lecteur intéressé est renvoyé à des ouvrages plus détaillés (Tanner (2000)). Les principales géométries peuvent être classées en deux catégories : les géométries rotatives (cylindres coaxiaux, cône-plan, plan-plan) et les conduites (capillaire, canal à surface libre) (Coussot et Ancey (1999c)).

Dans un rhéomètre rotatif, l'échantillon est cisailé entre deux surfaces solides, l'une immobile (c'est le stator), l'autre en rotation sur son axe (c'est le rotor). Il s'agit donc d'un mouvement dont le principe est identique à celui du mouvement de cisaillement. Mais à la différence du mouvement de translation, le mouvement se referme sur lui-même. Les trois grandeurs expérimentales de base sont le couple M (appliqué ou mesuré), l'angle de rotation du rotor mesuré à partir de la position de repos α et la vitesse de rotation du rotor ω (respectivement mesurés ou imposés) (Grossiord et Quemada (2002)) .

La géométrie capillaire est un tube dans lequel le matériau s'écoule. Il s'agit encore d'une géométrie relativement pratique mais qui ne permet malheureusement pas d'obtenir un cisaillement homogène et la contrainte tangentielle au sein du fluide varie en fonction de la distance à la paroi. Il faut imposer à la suspension une différence de pression entre les deux extrémités du tube pour la faire s'écouler. Cette différence de pression permet de vaincre les frottements aux parois liés à la viscosité du matériau.

Toutes ces géométries présentent plus ou moins les problèmes responsables d'artefacts expérimentaux, quelques uns sont cités dans le tableau suivant.

Rhéomètre	Relations	Avantages	Inconvénients
Cylindres coaxiaux	$\dot{\gamma} = \frac{\Omega R_1}{(R_2 - R_1)C}$ $\tau = \frac{2\pi R_1^2 L}{C}$	Tester des suspensions grossières Possibilité d'avoir τ_y Pas de creusement	$\dot{\gamma}$ varie en fonction de la distance de l'axe central Introduction progressive du matériau entre les cylindres
Cône-plan	$\dot{\gamma} = \frac{\Omega}{\tan \alpha}$ $\tau(\dot{\gamma} = \frac{3C}{2\pi R^3})$	$\dot{\gamma}$ et τ sont constants en tout point Relations de $\dot{\gamma}$ et τ valides $\forall$ la nature du fluide	Effets de bord à la périphérie de l'échantillon Pas de test sur les suspensions de grosses particules
Plan-plan	$\dot{\gamma}_R = \frac{\Omega R}{H}$ $\tau(\dot{\gamma}_R) = \frac{3C}{2\pi R^3} \left[1 + \dot{\gamma}_R \frac{dC}{d\dot{\gamma}_R} \right]$ $\tau(\dot{\gamma}_R) = \frac{2C}{\pi R^3} \text{ (Fluide newtonien)}$	Mise en place du matériau facile et rapide	Inhomogénéité de $\dot{\gamma}$ au sein du fluide
Capillaire	$\dot{\gamma} = f\left(-R \frac{\Delta p_g}{2L}\right)$ $\tau_p = -R \frac{\Delta p_g}{2L}$	Géométrie relativement pratique et précise	Ne permet pas d'obtenir un cisaillement homogène Ségrégation des suspensions à l'entrée du tube

ANNEXE D

Quelques travaux réalisés avec des agitateurs sur des suspensions

Géométrie d'agitateur	Systèmes	Méthode de calibration	Paramètres à déterminer	Auteurs
223 Ruban hélicoïdal	Solutions de CMC	Détermination de d_e^*	η	Kemblowski <i>et al.</i> (1988)
	Suspensions de fibres de cellulose	$k^\dagger = \frac{\dot{\gamma}}{N}^\ddagger, C^\dagger = f\left(\frac{\Gamma}{N}\right)$	η_s	Svihla <i>et al.</i> (1997)
	Suspensions de molasses	Détermination de d_e^*	η_s	Valverde <i>et al.</i> (1997)
	Suspensions de géopolymères	Analogie Couette	G', G''	Poulesquen <i>et al.</i> (2011)
Ruban hélicoïdal double	Suspensions de compotes	$k = \frac{\dot{\gamma}}{N}, C = f\left(\frac{\Gamma}{N}\right)$	η_s, τ_y	Cantú-Lozano <i>et al.</i> (2000)
	Suspensions de tiges de maïs	$k = \frac{\dot{\gamma}}{N}, C = f\left(\frac{\Gamma}{N}\right)$	η_s	Pimenova et Hanley (2003)
	Suspensions de résidus de maïs	$k = \frac{\dot{\gamma}}{N}, C = f\left(\frac{\Gamma}{N}\right)$	η_s	Houchin et Hanley (2004)
	Suspensions de résidu minéral	Analogie Couette	η_s	Nzihou <i>et al.</i> (2004)
	Suspensions d'asphalte	Analogie Couette	η_s	Vargas <i>et al.</i> (2008)
	Suspensions de béton	Analogie Couette	η_s	Toussaint <i>et al.</i> (2009)
	Suspensions de culture d'aspergille noir	$k = \frac{\dot{\gamma}}{N}^\ddagger, C = f\left(\frac{\Gamma}{N}\right)$	η_s	Svihla <i>et al.</i> (1995)
Turbine Rushton	Suspensions de fibres de cellulose	$k = \frac{\dot{\gamma}}{N}^\ddagger, C = f\left(\frac{\Gamma}{N}\right)$	η_s	Svihla <i>et al.</i> (1997)

*. Diamètre équivalent

†. Facteurs géométriques

‡. Expression de Metzner et Otto (1957)

Agitateur à vis	Suspensions d'argile	Analogie Couette	η_s	Furling <i>et al.</i> (2001)
Interrupted helical screw impeller	Suspensions de phosphate de magnésium	Facteur de calibration	η_s	Frantzis et Baggott (1996, 1997)
	Suspensions agroalimentaires	$k = \frac{\dot{\gamma}}{N}, C = f\left(\frac{F}{N}\right)$	η_s	Omura et Steffe (2003)
Agitateur à aubes	Suspensions d'explosifs	Analogie Couette	η_s	Guillemin <i>et al.</i> (2008)
Ancre	Suspensions saturées de sucre	$k = \frac{\dot{\gamma}}{N}, C = f\left(\frac{F}{N}\right)$	η_s	De Souza <i>et al.</i> (2010)
Vane	Suspensions de latérites	$K^{\dagger}=f(D, H)$	τ_y	Avramidis et Turian (1991)
	Suspensions de dioxyde de zirconium	$K=f(D, H)$	τ_y	Liddell et Boger (1996)
	Suspensions de gypse	$K=f(D, H)$	τ_y	Turian <i>et al.</i> (1997)
	Suspensions de compotes	$K=f(D, H)$	τ_y	Cantú-Lozano <i>et al.</i> (2000)
	Suspensions agroalimentaires	Analogie Couette	G', G''	Junus et Briggs (2001)
	Gel de carraghénane	$K=f(D, H)$	τ_y	Baravian <i>et al.</i> (2002)
	Suspensions de béton	$K=f(D, H)$	τ_y	Jau et Yang (2010)
	Suspensions de mortier	Analogie Couette	τ_y	Kaci <i>et al.</i> (2011)

ANNEXE E

Équations de continuité et de quantité de mouvement

E.1 Équation de continuité

$$\left[\frac{\partial \rho_f}{\partial t} + (\nabla \cdot \rho_f \mathbf{V}) = 0 \right]$$

Quand le fluide a une masse volumique incompressible, l'équation de continuité se simplifie en :

$$(\nabla \cdot \rho_f \mathbf{V}) = 0.$$

En coordonnées cartésiennes (x, y, z) :

$$\frac{\partial \rho_f}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial x}(\rho_f V_x) + \frac{\partial}{\partial y}(\rho_f V_y) + \frac{\partial}{\partial z}(\rho_f V_z) = 0$$

En coordonnées cylindriques (r, θ , z) :

$$\frac{\partial \rho_f}{\partial t} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r}(\rho_f r V_r) + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial \theta}(\rho_f V_\theta) + \frac{\partial}{\partial z}(\rho_f V_z) = 0$$

En coordonnées sphériques (r, θ , ϕ) :

$$\frac{\partial \rho_f}{\partial t} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial r}(\rho_f r^2 V_r) + \frac{1}{r \sin \theta} \frac{\partial}{\partial \theta}(\rho_f V_\theta \sin \theta) + \frac{1}{r \sin \theta} \frac{\partial}{\partial \phi}(\rho_f V_\phi) = 0$$

E.2 Équation de quantité de mouvement en termes de τ

$$\left[\rho_f \frac{D\mathbf{V}}{Dt} = -\nabla p - [\nabla \cdot \tau] + \rho_f \mathbf{g} \right]$$

En coordonnées cartésiennes (x, y, z) :

$$\rho_f \left(\frac{\partial V_x}{\partial t} + V_x \frac{\partial V_x}{\partial x} + V_y \frac{\partial V_x}{\partial y} + V_z \frac{\partial V_x}{\partial z} \right) = -\frac{\partial p}{\partial x} - \left[\frac{\partial}{\partial x} \tau_{xx} + \frac{\partial}{\partial y} \tau_{yx} + \frac{\partial}{\partial z} \tau_{zx} \right] + \rho_f g_x$$

$$\rho_f \left(\frac{\partial V_y}{\partial t} + V_x \frac{\partial V_y}{\partial x} + V_y \frac{\partial V_y}{\partial y} + V_z \frac{\partial V_y}{\partial z} \right) = -\frac{\partial p}{\partial y} - \left[\frac{\partial}{\partial x} \tau_{xy} + \frac{\partial}{\partial y} \tau_{yy} + \frac{\partial}{\partial z} \tau_{zy} \right] + \rho_f g_y$$

$$\rho_f \left(\frac{\partial V_z}{\partial t} + V_x \frac{\partial V_z}{\partial x} + V_y \frac{\partial V_z}{\partial y} + V_z \frac{\partial V_z}{\partial z} \right) = -\frac{\partial p}{\partial z} - \left[\frac{\partial}{\partial x} \tau_{xz} + \frac{\partial}{\partial y} \tau_{yz} + \frac{\partial}{\partial z} \tau_{zz} \right] + \rho_f g_z$$

En coordonnées cylindriques (r, θ , z) :

$$\begin{aligned} \rho_f \left(\frac{\partial V_r}{\partial t} + V_r \frac{\partial V_r}{\partial r} + \frac{V_\theta}{r} \frac{\partial V_r}{\partial \theta} + V_z \frac{\partial V_r}{\partial z} + \frac{V_\theta^2}{r} \right) &= - \frac{\partial p}{\partial r} - \\ \left[\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} (r \tau_{rr}) + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial \theta} \tau_{\theta r} + \frac{\partial}{\partial z} \tau_{zr} - \frac{\tau_{\theta\theta}}{r} \right] + \rho_f g_r \\ \rho_f \left(\frac{\partial V_\theta}{\partial t} + V_r \frac{\partial V_\theta}{\partial r} + \frac{V_\theta}{r} \frac{\partial V_\theta}{\partial \theta} + V_z \frac{\partial V_\theta}{\partial z} + \frac{V_r V_\theta}{r} \right) &= - \frac{1}{r} \frac{\partial p}{\partial \theta} - \\ \left[\frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial r} (r^2 \tau_{r\theta}) + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial \theta} \tau_{\theta\theta} + \frac{\partial}{\partial z} \tau_{z\theta} + \frac{\tau_{\theta r} - \tau_{r\theta}}{r} \right] + \rho_f g_\theta \\ \rho_f \left(\frac{\partial V_z}{\partial t} + V_r \frac{\partial V_z}{\partial r} + \frac{V_\theta}{r} \frac{\partial V_z}{\partial \theta} + V_z \frac{\partial V_z}{\partial z} \right) &= - \frac{\partial p}{\partial z} - \left[\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} (r \tau_{rz}) + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial \theta} \tau_{\theta z} + \frac{\partial}{\partial z} \tau_{zz} \right] + \rho_f g_z \end{aligned}$$

En coordonnées sphériques (x, y, z) : (r, θ , ϕ) :

Composante r

$$\begin{aligned} \rho_f \left(\frac{\partial V_r}{\partial t} + V_r \frac{\partial V_r}{\partial r} + \frac{V_\theta}{r} \frac{\partial V_r}{\partial \theta} + \frac{V_\phi}{r \sin \theta} \frac{\partial V_r}{\partial \phi} - \frac{V_\theta^2 + V_\phi^2}{r} \right) &= \\ - \frac{\partial p}{\partial r} - \left[\frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial r} (r^2 \tau_{rr}) + \frac{1}{r \sin \theta} \frac{\partial}{\partial \theta} (\tau_{\theta r} \sin \theta) + \frac{1}{r \sin \theta} \frac{\partial}{\partial \phi} \tau_{\phi r} - \frac{\tau_{\theta\theta} + \tau_{\phi\phi}}{r} \right] + \rho_f g_r \end{aligned}$$

Composante θ

$$\begin{aligned} \rho_f \left(\frac{\partial V_\theta}{\partial t} + V_r \frac{\partial V_\theta}{\partial r} + \frac{V_\theta}{r} \frac{\partial V_\theta}{\partial \theta} + \frac{V_\phi}{r \sin \theta} \frac{\partial V_\theta}{\partial \phi} + \frac{V_r V_\theta + V_\phi^2 \cos \phi}{r} \right) &= - \frac{1}{r} \frac{\partial p}{\partial \theta} \\ - \left[\frac{1}{r^3} \frac{\partial}{\partial r} (r^3 \tau_{r\theta}) + \frac{1}{r \sin \theta} \frac{\partial}{\partial \theta} (\tau_{\theta\theta} \sin \theta) + \frac{1}{r \sin \theta} \frac{\partial}{\partial \phi} \tau_{\phi\theta} + \frac{(\tau_{\theta r} - \tau_{r\theta}) - \tau_{\phi\phi} \cos \theta}{r} \right] + \rho_f g_\theta \end{aligned}$$

Composante ϕ

$$\begin{aligned} \rho_f \left(\frac{\partial V_\phi}{\partial t} + V_r \frac{\partial V_\phi}{\partial r} + \frac{V_\phi}{r} \frac{\partial V_\phi}{\partial \theta} + \frac{V_\phi}{r \sin \theta} \frac{\partial V_\phi}{\partial \phi} + \frac{V_\phi V_r + V_\theta V_\phi \cos \theta}{r} \right) &= - \frac{1}{r \sin \theta} \frac{\partial p}{\partial \phi} \\ - \left[\frac{1}{r^3} \frac{\partial}{\partial r} (r^3 \tau_{r\phi}) + \frac{1}{r \sin \theta} \frac{\partial}{\partial \theta} (\tau_{\theta\phi} \sin \theta) + \frac{1}{r \sin \theta} \frac{\partial}{\partial \phi} \tau_{\phi\phi} + \frac{(\tau_{\phi r} - \tau_{r\phi}) - \tau_{\phi\theta} \cos \theta}{r} \right] + \rho_f g_\phi \end{aligned}$$

ANNEXE F

Programme Matlab utilisé pour la méthode PIV

```
[PIVOK]=xlsread('1db3_mat.xls','A7 :D20000');
%rangeY=floor(min(PIVOK(:,1))) :.2 :ceil(max(PIVOK(:,1)));
%rangeX=floor(min(PIVOK(:,2))) :.2 :ceil(max(PIVOK(:,2)));
%[Y,X]=meshgrid(rangeY,rangeX);
%Z=griddata(PIVOK(:,2),PIVOK(:,1),PIVOK(:,3),X,Y,'linear');
%rangeZ=floor(min(PIVOK(:,3))) :0.1 :ceil(max(PIVOK(:,3)));
%[C,h]=contourf(Y,X,Z,rangeZ);
%PIVOK = PIVOK(1 :500, :)
index = randsample(1 :length(PIVOK), 800);
PIVOK = PIVOK(index, :);
hold on;
[lenght,wide]=size(PIVOK);
b=blue2red;
maxa=max((PIVOK(:,3).^2+PIVOK(:,4).^2).^0.5);
mina=min((PIVOK(:,3).^2+PIVOK(:,4).^2).^0.5);
for j=1 :lenght;
h=quiver(PIVOK(j,1),PIVOK(j,2),PIVOK(j,3),PIVOK(j,4),'LineWidth',1.2, 'MaxHead-
Size',1,'AutoScaleFactor', 0.05);
couleur=256*((PIVOK(j,3)^2+PIVOK(j,4)^2)^0.5-mina)/(maxa-mina);
if (couleur < 1)
couleur=1;
elseif (couleur >256)
```

```
couleur=256;
end
colorvector=uint16(couleur);
%set(h,'color',b(colorvector, :),'linewidth',1);
set(h,'color',b(colorvector, :));
end
hold off
%h=quiver(PIVOK(:,1),PIVOK(:,2),PIVOK(:,3),PIVOK(:,4),1,'LineWidth',1);
%set(h,'color',m);
%axis equal
xlabel('x (mm)','FontSize',20);
ylabel('y (mm)','FontSize',20);
caxis([mina,maxa]);
c=colorbar;
axes(c);
set(c,'fontsize',14);
title('Mean y-velocity (mm/s)','FontSize',20)
```

Bibliographie

(Crée le 03-07-2003, consulté le 30-09-2012). [http ://www.ulcos.org/fr/](http://www.ulcos.org/fr/).

(Crée le 13-12-1996, consulté le 12-12-2013). [https ://www.worldsteel.org/steel-by-topic/statistics/global-map.html](https://www.worldsteel.org/steel-by-topic/statistics/global-map.html).

ABU-ALI, M. H. (1997). Sedimentation of homogeneous suspensions at intermediate particle Reynolds numbers. *International Journal of Mineral Processing*, 50(3):161–175.

ABULNAGA, B. (2002a). Part 1 - Hydraulics of slurry flows, Chapter 1 - General concepts of slurry flows. *In Slurry Systems Handbook*, Handbook Series, pages 1–3–1–38. McGraw-Hill Education.

ABULNAGA, B. (2002b). Part 1 - Hydraulics of slurry flows, Chapter 4 - Heterogeneous flows of settling slurries. *In Slurry Systems Handbook*, Handbook Series, pages 4–1–4–66. McGraw-Hill Education.

ACRIVOS, A. et HERBOLZHEIMER, E. (1979). Enhanced sedimentation in settling tanks with inclined walls. *Journal of Fluid Mechanics*, 92:435–457.

ADRIAN, R. J. et WESTERWEEL, J. (2011). Chapter 1 - Introduction. *In Particle Image Velocimetry*, Cambridge Aerospace Series, pages 1–39. Cambridge University Press.

AGARWAL, N. et CHHABRA, R. P. (2007). Settling velocity of cubes in Newtonian and power law liquids. *Powder Technology*, 178(1):17–21.

AGARWALA, M. K., PATTERSON, B. R. et CLARK, P. E. (1992). Rheological behavior of powder injection molding model slurries. *Journal of Rheology*, 36(2):319–334.

AKROYD, T. J. et NGUYEN, Q. D. (2003a). Continuous on-line rheological measurements for rapid settling slurries. *Minerals Engineering*, 16(8):731–738.

-
- AKROYD, T. J. et NGUYEN, Q. D. (2003b). Continuous rheometry for industrial slurries. *Experimental Thermal and Fluid Science*, 27(5):507–514. 14th Australasian Fluid Mechanics Conference.
- AKTHER, S., HWANG, J. et LEE, H. (2008). Sedimentation characteristics of two commercial bentonites in aqueous suspensions. *Clay Minerals*, 43(3):449–457.
- AL-NAAFA, M. A. et SELIM, M. S. (1992). Sedimentation of monodisperse and bidisperse hard-sphere colloidal suspensions. *AIChE Journal*, 38(10):1618–1630.
- ALLANORE, A. (2007). *Experimental study of the iron metal production by electrolysis : Iron oxide reduction mechanism and electrochemical cell development*. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine - INPL.
- ALLANORE, A., LAVELAINE, H., VALENTIN, G., BIRAT, J. P. et LAPICQUE, F. (2008). Iron metal production by bulk electrolysis of iron ore particles in aqueous media. *Journal of The Electrochemical Society*, 155(9):E125–E129.
- ALLEN, H. S. (1900). The motion of a sphere in a viscous fluid. *Philosophical Magazine Series 5*, 50(304):323–338, 519–534.
- ALLEN, T. (2013). Chapter 4 - Particle size, shape and distribution. *In Particle size measurement*, Powder Technology Series, pages 103–164. Springer US.
- ALLEN, W. F., RAMARAO, B. V. et WEILAND, R. H. (1990). Continuous sedimentation of model suspensions promoted by rigid buoyant particles. *Separations Technology*, 1(1):55–62.
- ALMEDEIJ, J. H. et ALGHARAIB, M. K. (2005). Influence of sand production on pressure drawdown in horizontal wells : Theoretical evidence. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 47(3):137–145.
- ALTIN, E., GRADL, J. et PEUKERT, W. (2006). First studies on the rheological behavior of suspensions in ionic liquids. *Chemical Engineering & Technology*, 29(11):1347–1354.
- ANDREOTTI, B., FORTERRE, Y. et POULIQUEN, O. (2012). Introduction. *In Les milieux granulaires : Entre fluide et solide*, Savoirs Actuels, pages 1–16. EDP Sciences.
- ASCOPE, P. (2009). Acier Sans CO₂ Par Electrolyse. Rapport technique, Efficacité Energétique et réduction des émissions de CO₂ dans les Systèmes Industriels, édition 2009.

- ASSELBORN, É., CHIAPPERO, P. J., GALVIER, J. et CHAUMETON, H. (2006). *Minéraux*. Poche nature. Artémis.
- AÏT-KADI, A., MARCHAL, P., CHOPLIN, L., CHRISSEMAN, A.-S. et BOUSMINA, M. (2002). Quantitative analysis of mixer-type rheometers using the Couette analogy. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 80(6):1166–1174.
- AVERBAKH, A., SHAULY, A., NIR, A. et SEMIAT, R. (1997). Slow viscous flows of highly concentrated suspensions - Part I : Laser-Doppler velocimetry in rectangular ducts. *International Journal of Multiphase Flow*, 23(3):409–424.
- AVRAMIDIS, K. S. et TURIAN, R. M. (1991). Yield stress of laterite suspensions. *Journal of Colloid and Interface Science*, 143(1):54–68.
- BAKHTIYAROV, S. I. et OVERFELT, R. A. (1999). Rheology of solid-liquid suspensions in reduced gravity. *Powder Technology*, 104(2):151–156.
- BARAVIAN, C., LALANTE, A. et PARKER, A. (2002). Vane rheometry with a large, finite gap. *Applied Rheology*, 12(2):81–87.
- BARFOD, N. (1972). Concentration dependence of sedimentation rate of particles in dilute suspensions. *Powder Technology*, 6(1):39–43.
- BARNEA, E. et MIZRAHI, J. (1973). A generalized approach to the fluid dynamics of particulate systems : Part 1. General correlation for fluidization and sedimentation in solid multiparticle systems. *The Chemical Engineering Journal*, 5(2):171–189.
- BARNES, H. A. (2000). Chapter 15 - The flow of suspensions. *In A Handbook of Elementary Rheology*, pages 119–140. University of Wales, Institute of Non-Newtonian Fluid Mechanics.
- BARNES, H. A., HUTTON, J. F. et WALTERS, K. (1989a). Chapter 2 - Viscosity. *In An Introduction to Rheology*, Annals of Discrete Mathematics, pages 11–35. Elsevier.
- BARNES, H. A., HUTTON, J. F. et WALTERS, K. (1989b). Chapter 7 - Rheology of suspensions. *In An Introduction to Rheology*, Annals of Discrete Mathematics, pages 115–139. Elsevier.
- BASAVIAH, N. (2012). Chapter 2 - Internal magnetic field. *In Geomagnetism : Solid Earth and Upper Atmosphere Perspectives*, pages 24–86. Springer Netherlands.

-
- BATCHELOR, G. K. (1972). Sedimentation in a dilute dispersion of spheres. *Journal of Fluid Mechanics*, 52:245–268.
- BATCHELOR, G. K. (1977). The effect of Brownian motion on the bulk stress in a suspension of spherical particles. *Journal of Fluid Mechanics*, 83:97–117.
- BATCHELOR, G. K. (1982). Sedimentation in a dilute polydisperse system of interacting spheres. Part 1. General theory. *Journal of Fluid Mechanics*, 119:379–408.
- BATCHELOR, G. K. et GREEN, J. T. (1972). The determination of the bulk stress in a suspension of spherical particles to order c^2 . *Journal of Fluid Mechanics*, 56:401–427.
- BEDEAUX, D. (1983). The effective shear viscosity for two-phase flow. *Physica A : Statistical Mechanics and its Applications*, 121(1):345–361.
- BEENAKKER, C. W. J. (1984). The effective viscosity of a concentrated suspension of spheres (and its relation to diffusion). *Physica A : Statistical Mechanics and its Applications*, 128(1-2):48–81.
- BHATTACHARYA, I. N., PANDA, D. et BANDOPADHYAY, P. (1998). Rheological behaviour of nickel laterite suspensions. *International Journal of Mineral Processing*, 53(4):251–263.
- BINGHAM, E. C. (1922). *Fluidity and Plasticity*. Read Books.
- BINNER, J. G. P. et MCDERMOTT, A. M. (2006). Rheological characterisation of ammonium polyacrylate dispersed, concentrated alumina suspensions. *Ceramics International*, 32(7): 803–810.
- BIRAT, J. P. (2009). Steel and CO₂ - the ULCOS program, CCS and mineral carbonation using steelmaking slag. In *1st International Slag Valorisation Symposium, Leuven, Belgium*, pages 6–7.
- BIRAT, J. P. (2010). Steel sectoral report : Contribution to the UNIDO roadmap on CCS1 - fifth draft, arcelorMittal Global R and D, Maizières-lès-Metz, France.
- BIRAT, J. P. et HANROT, F. (2006). Ulcoss : The european steel industry's effort to find breakthrough technologies to cut its CO₂ emissions significantly. In *EU/Asia Workshop on Clean production and Nanotechnologies, Seoul, South Korea*.

- BIRD, R. B., STEWART, W. E. et LIGHTFOOT, E. N. (2002). Part I Momentum Transport, Chapter 1 - Viscosity and the mechanisms of momentum transport. *In Transport Phenomena (Second Edition)*, Wiley International edition, pages 11–39. Wiley.
- BLAKENEY, W. R. (1966). The viscosity of suspensions of straight, rigid rods. *Journal of Colloid and Interface Science*, 22(4):324–330.
- BLAKEY, B. C. et JAMES, D. F. (2003). The viscous behaviour and structure of aqueous suspensions of goethite. *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, 231(1-3):19–30.
- BLAZY, P., JDID, E.-A. et BERSILLON, J.-L. (1999). Décantation Aspects théoriques. *Techniques de l'Ingénieur*, Fascicule J3450.
- BOEK, E. S., COVENEY, P., LEKKERKERKER, H. N. W. et van der SCHOOT, P. (1997). Simulating the rheology of dense colloidal suspensions using dissipative particle dynamics. *Physical Review E*, 55:3124–3133.
- BORTZMEYER, D., DUCERF, S., ISAMBOURG, P. et LESUEUR, D. (2002). Chapitre 6 - Des peintures au ciment. *In COUSSOT, P. et GROSSIORD, J. L., éditeurs : Comprendre la rhéologie : de la circulation du sang à la prise du béton*, pages 159–190. EDP Sciences.
- BOUSMINA, M., AÏT-KADI, A. et FAISANT, J. B. (1999). Determination of shear rate and viscosity from batch mixer data. *Journal of Rheology*, 43(2):415–433.
- BOYLU, F., DİNÇER, H. et ATEŞOK, G. (2004). Effect of coal particle size distribution, volume fraction and rank on the rheology of coal-water slurries. *Fuel Processing Technology*, 85(4):241–250.
- BRANGER, A., RICHER, M. M. et ROUSTEL, S. (2007). Partie 2 - Les produits, diversité et diversité d'effets, Chapitre 5 - L'industrie alimentaire et les bio-industries de transformation. *In Alimentation et Processus Technologiques*, pages 117–130. Educagri.
- BRAUER, H. et MEWES, D. (1972). Strömungswiderstand sowie stationärer und instationärer Stoff- und Wärmeübergang an Kugeln. *Chemie Ingenieur Technik*, 44(13):865–868.
- BÜRGER, R. (2000). Phenomenological foundation and mathematical theory of sedimentation-consolidation processes. *Chemical Engineering Journal*, 80(1-3):177–188.

-
- BRODNYAN, J. G. (1959). The concentration dependence of the Newtonian viscosity of prolate ellipsoids. *Transactions of The Society of Rheology*, 3(1):61–68.
- BROUWERS, H. J. H. (2010). Viscosity of a concentrated suspension of rigid monosized particles. *Phys. Rev. E*, 81:051402.
- BROWN, E. et JAEGER, H. M. (2014). Shear thickening in concentrated suspensions : Phenomenology, mechanisms and relations to jamming. *Reports on Progress in Physics*, 77(4):046602.
- BROWN, P. et LAWLER, D. (2003). Sphere drag and settling velocity revisited. *Journal of Environmental Engineering*, 129(3):222–231.
- BROWN, R. L., RICHARDS, J. C. et DANCKWERTS, P. V. (2013). Chapter 5 - Flow patterns and segregation. In *Principles of Powder Mechanics : Essays on the Packing and Flow of Powders and Bulk Solids*, International series of monographs on chemical engineering, pages 116–134. Elsevier Science.
- BUSTOS, M. C., CONCHA, F., BÜRGER, R. et TORY, E. M. (1999a). Chapter 2 - Theory of sedimentation of ideal suspensions. In *Sedimentation and Thickening*, volume 8 de *Mathematical Modelling*, pages 27–34. Springer Netherlands.
- BUSTOS, M. C., CONCHA, F., BÜRGER, R. et TORY, E. M. (1999b). Introduction. In *Sedimentation and Thickening*, volume 8 de *Mathematical Modelling*, pages 1–6. Springer Netherlands.
- CABANE, B. (2003). Formulation des dispersions. *Techniques de l'ingénieur Mise en forme des médicaments*, Fascicule J 2 185.
- CANTÚ-LOZANO, D., RAO, M. A. et GASPARETTO, C. A. (2000). Rheological properties of noncohesive apple dispersion with helical and vane impellers : Effects of concentration and particle size. *Journal of Food Process Engineering*, 23(5):373–385.
- CASSON, N. (1959). Chapter 5 - A flow equation for pigment-oil suspensions of the printing ink type. In MILL, C. C., éditeur : *Rheology of Disperse Systems*, pages 84–104. Symposium Publications Division, Pergamon Press, New York.

- CENGEL, Y. A. et CIMBALA, J. M. (2006). Chapter 8 - Flow in pipes. In *Fluid Mechanics : Fundamentals and Applications*, numéro vol. 1 de Fluid Mechanics : Fundamentals and Applications, pages 321–398. McGraw-Hill Education (India) Pvt Limited.
- CHATELET, J. (1996). Systèmes optroniques semi-actifs - Application du laser à la granulométrie. *Techniques de l'Ingénieur*, Fascicule E4410.
- CHENG, N.-S. (1997). Simplified settling velocity formula for sediment particle. *Journal of Hydraulic Engineering*, 123(2):149–152.
- CHENG, N.-S. (2009). Comparison of formulas for drag coefficient and settling velocity of spherical particles. *Powder Technology*, 189(3):395–398.
- Chesnel de la CHARBOUCLAIS, L. P. F. A. (1858). *Dictionnaire de Technologie Etymologie et Définition des Termes Employés dans les Arts et Métiers,...*, pages 981–982. J.-P. Migne, Petit-Montrouge.
- CHHABRA, R. P. (2006a). *Bubbles, Drops, and Particles in Non-Newtonian Fluids, Second Edition*. Chemical Industries. CRC Press.
- CHHABRA, R. P. (2006b). Chapter 2 - Non Newtonian fluid behavior. In *Bubbles, Drops, and Particles in Non-Newtonian Fluids, Second Edition*, Chemical Industries, pages 9–48. CRC Press.
- CHHABRA, R. P. et RICHARDSON, J. F. (2008a). Chapter 1 - Non-Newtonian fluid behaviour. In RICHARDSON, R. P. et CHHABRA, J. F., éditeurs : *Non-Newtonian Flow and Applied Rheology (Second Edition)*, pages 1–55. Butterworth-Heinemann, Oxford.
- CHHABRA, R. P. et RICHARDSON, J. F. (2008b). Chapter 2 - Rheometry for non-Newtonian fluids. In RICHARDSON, R. P. et CHHABRA, J. F., éditeurs : *Non-Newtonian Flow and Applied Rheology (Second Edition)*, pages 56–109. Butterworth-Heinemann, Oxford.
- CHHABRA, R. P. et RICHARDSON, J. F. (2008c). Chapter 3 - Flow in pipes and in conduits of non-circular cross-sections. In RICHARDSON, R. P. et CHHABRA, J. F., éditeurs : *Non-Newtonian Flow and Applied Rheology (Second Edition)*, pages 110–205. Butterworth-Heinemann, Oxford.

-
- CHIANG, S.-H. (2004). Chapter 64 - Solid-liquid separation. In DORF, R. C., éditeur : *The Engineering Handbook, Second Edition*, Electrical Engineering Handbook, pages 64–1–64–12. CRC Press.
- CHIANG, S.-H., HE, D. et FENG, Y. (2003). Chapter 28 - Liquid-solids separation. In YANG, W. C., éditeur : *Handbook of Fluidization and Fluid-Particle Systems*, Chemical Industries, pages 811–850. Taylor & Francis.
- CHIRITA, M., GROZESCU, I., TAUBERT, L., RADULESCU, H., PRINCZ, E., STEFANOVITS-BÁNYAI, É., CARAMALAU, C., BULGARIU, L., MACOVEANU, M. et MUNTEAN, C. (2009). Fe₂O₃-nanoparticles, physical properties and their photochemical and photoelectrochemical applications. *Chem. Bull*, 54(68):1–8.
- CHONG, J. S., CHRISTIANSEN, E. B. et BAER, A. D. (1971). Rheology of concentrated suspensions. *Journal of Applied Polymer Science*, 15(8):2007–2021.
- CHONG, Y. S., RATKOWSKY, D. A. et EPSTEIN, N. (1979). Effect of particle shape on hindered settling in creeping flow. *Powder Technology*, 23(1):55–66.
- CHOUGNET, A., PALERMO, T., AUDIBERT, A. et MOAN, M. (2008). Rheological behaviour of cement and silica suspensions : Particle aggregation modelling. *Cement and Concrete Research*, 38(11):1297–1301.
- CLARKE, B. (1967). Rheology of coarse settling suspensions. *Transactions of the Institution of Chemical Engineers*, 45:T251–T256.
- CLERCX, H. J. H. et SCHRAM, P. P. J. M. (1992). High-frequency effective viscosity of hard-sphere suspensions. *Physical Review A*, 45:860–872.
- CLIFT, R., GRACE, J. R. et WEBER, M. E. (1978). Chapter 5 - Spheres at higher Reynolds numbers. In *Bubbles, Drops, and Particles*. Academic Press. New York, London.
- CONCHA, F. (2014a). Chapter 10 - Suspension rheology. In *Solid-Liquid Separation in the Mining Industry*, volume 105 de *Fluid Mechanics and Its Applications*, pages 341–371. Springer International Publishing.
- CONCHA, F. (2014b). Chapter 8 - Thickening. In *Solid-Liquid Separation in the Mining Industry*, volume 105 de *Fluid Mechanics and Its Applications*, pages 173–280. Springer International Publishing.

- CONCHA, F. et ALMENDRA, E. R. (1979a). Settling velocities of particulate systems, 1. Settling velocities of individual spherical particles. *International Journal of Mineral Processing*, 5(4):349–367.
- CONCHA, F. et ALMENDRA, E. R. (1979b). Settling velocities of particulate systems, 2. Settling velocities of suspensions of spherical particles. *International Journal of Mineral Processing*, 6(1):31–41.
- CONDOLIOS, E. et CHAPUS, E. E. (1963). Designing solids handling pipelines. *Chemical Engineering*, 70:131–138.
- COOK, A. E. et RAHMAN, M. (1986). Temperature and velocity distributions in a square duct. *Applied Mathematical Modelling*, 10(3):221–223.
- CORDIER, P. et LEROUX, H. (2008). Chapitre 1 - Voyage au cœur des minéraux. In *Ce que disent les minéraux*, Bibliothèque Scientifique, pages 8–53. Éditions Belin.
- CORNELL, R. M. et SCHWERTMANN, U. (2006a). Chapter 1 - Introduction to the iron oxides. In *The Iron Oxides : Structure, Properties, Reactions, Occurrences and Uses*, pages 1–8. Wiley.
- CORNELL, R. M. et SCHWERTMANN, U. (2006b). Chapter 2 - Crystal structure. In *The Iron Oxides : Structure, Properties, Reactions, Occurrences and Uses*, pages 9–38. Wiley.
- COUSSOT, P. et ANCEY, C. (1999a). Chapitre 2 - Les suspensions molles. In *Rhéophysique des pâtes et des suspensions*, pages 43–100. EDP Sciences.
- COUSSOT, P. et ANCEY, C. (1999b). Chapitre 3 - Les suspensions dures. In *Rhéophysique des pâtes et des suspensions*, pages 101–157. EDP Sciences.
- COUSSOT, P. et ANCEY, C. (1999c). Chapitre 4 - Rhéométrie. In *Rhéophysique des pâtes et des suspensions*, pages 159–208. EDP Sciences.
- COUSSOT, P. et ANCEY, C. (1999d). *Rhéophysique des pâtes et des suspensions*. EDP Sciences.
- COUSSOT, P. et GROSSIORD, J. L. (2002). *Comprendre la rhéologie : de la circulation du sang à la prise du béton*. EDP Sciences.

-
- CROSS, M. M. (1965). Rheology of non-Newtonian fluids : A new flow equation for pseudo-plastic systems. *Journal of Colloid Science*, 20(5):417–437.
- CULLEN, P. J., O'DONNELL, C. P. et HOUŠKA, M. (2003). Rotational rheometry using complex geometries - A review. *Journal of Texture Studies*, 34(1):1–20.
- DAHLSTROM, D. A., BENNETT, R. C., EMMETT, R. C., HARRIOTT, P., LAROS, T., LEUNG, W., MCCLEARY, C., MILLER, S. A., MOREY, B., OLDSHUE, J. Y., PRIDAY, G., SILVERBLATT, C. E., SLOTTREE, J. S., SMITH, J. C. et TODD, D. B. (1997). Section 18 - Liquid-solid operations and equipment. In PERRY, R. H., GREEN, D. O. N. W. A. et MALONEY, J. O. H., éditeurs : *Perry's Chemical Engineers' Handbook*, Chemical Engineering Series, pages 18–1–18–133. McGraw-Hill Professional Publishing.
- DALLAVALLE, J. M. (1948). Chapter 2 - Dynamics of small particles. In *Micromeritics : The technology of the particles*, pages 10–30. Pitman Publishing Corporation. New York.
- DARBY, R. (2001a). Chapter 12 - Fluid-solid separations by free settling. In *Chemical Engineering Fluid Mechanics, Revised and Expanded*, pages 365–390. Taylor & Francis.
- DARBY, R. (2001b). Chapter 14 - Fluidization and sedimentation. In *Chemical Engineering Fluid Mechanics, Revised and Expanded*, pages 419–442. Taylor & Francis.
- DAVIS, R. H. et BIRDSELL, K. H. (1988). Hindered settling of semidilute monodisperse and polydisperse suspensions. *AIChE Journal*, 34(1):123–129.
- DE KRUIF, C. G. (1990). The rheology of colloidal dispersions in relation to their microstructure. *Hydrodynamics of dispersed media*. Hulin JP et al (eds) Elsevier Science Publishers, BV (North Holland) pp, pages 79–101.
- DE KRUIF, C. G., van IERSEL, E. M. F., VRIJ, A. et RUSSEL, W. B. (1985). Hard sphere colloidal dispersions : Viscosity as a function of shear rate and volume fraction. *The Journal of Chemical Physics*, 83(9):4717–4725.
- DE SOUZA, A. C., TELIS-ROMERO, J. et TELIS, V. N. (2010). Rheological characterization of suspensions of sucrose crystals in saturated sucrose solutions. *Journal of Food Process Engineering*, 33(6):992–1009.

- DERAKHSHANDEH, B., HATZIKIRIAKOS, S. G. et BENNINGTON, C. P. J. (2010). Rheology of pulp suspensions using ultrasonic Doppler velocimetry. *Rheologica Acta*, 49(11-12):1127–1140.
- DI FELICE, R. (1996). A relationship for the wall effect on the settling velocity of a sphere at any flow regime. *International Journal of Multiphase Flow*, 22(3):527–533.
- DI FELICE, R. (1998). The applicability of the pseudo-fluid model to the settling velocity of a foreign particle in a suspension. *Chemical Engineering Science*, 53(2):371–375.
- DI FELICE, R. (1999). The sedimentation velocity of dilute suspensions of nearly monosized spheres. *International Journal of Multiphase Flow*, 25(4):559–574.
- DJALILI-MOGHADDAM, M. et TOLL, S. (2006). Fibre suspension rheology : Effect of concentration, aspect ratio and fibre size. *Rheologica Acta*, 45(3):315–320.
- DOHEIM, M. A., ABU-ALI, M. H. et MABROUK, S. A. (1997). Investigation and modelling of sedimentation of mixed particles. *Powder Technology*, 91(1):43–47.
- DORON, P. et BARNEA, D. (1995). Pressure drop and limit deposit velocity for solid-liquid flow in pipes. *Chemical Engineering Science*, 50(10):1595–1604.
- DORON, P. et BARNEA, D. (1996). Flow pattern maps for solid-liquid flow in pipes. *International Journal of Multiphase Flow*, 22(2):273–283.
- DORON, P., SIMKHIS, M. et BARNEA, D. (1997). Flow of solid-liquid mixtures in inclined pipes. *International Journal of Multiphase Flow*, 23(2):313–323.
- DORR, J. V. N. et BOSQUI, F. L. (1950). Chapter 8 - Slime treatment. *In Cyanidation and Concentration of Gold and Silver Ores, Second Edition*, pages 96–127. McGraw-Hill.
- DREW, D. A. (1982). Mathematical modeling of two-phase flow. Rapport technique 2343, Mathematics Research Center University of Wisconsin-Madison.
- DUFAUD, O., MARCHAL, P. et CORBEL, S. (2002). Rheological properties of PZT suspensions for stereolithography. *Journal of the European Ceramic Society*, 22(13):2081–2092.
- DURAND, R. (1953). Basic relationships on the transportation of solids in pipes-Experimental research. *In Proceedings of the Fifth Minnesota International Hydraulics Conference*, pages 1–4.

-
- DURAND, R. et CONDOLIOS, E. (1952). Transport hydraulique et décantation des matériaux solides, Compte Rendu des Deuxièmes Journées de L’Hydraulique. *Société Hydrotechnique de France, Paris*, pages 29–55.
- EILERS, H. (1941). Die viskosität von emulsionen hochviskoser stoffe als funktion der konzentration. *Kolloid-Zeitschrift*, 97(3):313–321.
- EINSTEIN, A. (1906). Eine neue bestimmung der moleküldimensionen. *Annalen der Physik*, 324(2):289–306.
- EINSTEIN, A. (1911). Berichtigung zu meiner arbeit : « Eine neue bestimmung der moleküldimensionen ». *Annalen der Physik*, 339(3):591–592.
- ESPÍN, M. J., DELGADO, A. et GONZÁLEZ-CABALLERO, F. (2006a). Structural explanation of the rheology of a colloidal suspension under high dc electric fields. *Physical Review E*, 73:041503.
- ESPÍN, M. J., DELGADO, A. V. et MARTIN, J. E. (2004). Effects of electric fields and volume fraction on the rheology of hematite/silicone oil suspensions. *Rheologica Acta*, 44(1):71–79.
- ESPÍN, M. J., DELGADO, A. V. et PŁOCHARSKI, J. Z. (2005). Quasi-static electrorheological properties of hematite/silicone oil suspensions under DC electric fields. *Langmuir*, 21(11):4896–4903.
- ESPÍN, M. J., DELGADO, A. V. et PŁOCHARSKI, J. Z. (2006b). Effect of additives and measurement procedure on the electrorheology of hematite/silicone oil suspensions. *Rheologica Acta*, 45(6):865–876.
- ESTELLE, A. T. C. (1918). Process or electrolytically producing iron. US Patent 1,275,161.
- FERGUSON, R. I. et CHURCH, M. (2004). A simple universal equation for grain settling velocity. *Journal of Sedimentary Research*, 74(6):933–937.
- FINGER, L. W. et HAZEN, R. M. (1980). Crystal structure and isothermal compression of Fe_2O_3 , Cr_2O_3 , and V_2O_3 to 50 kbars. *Journal of Applied Physics*, 51(10):5362–5367.
- FLETCHER, D. F. et XUERE, C. (2004). Mécanique des fluides numérique. *Techniques de l’ingénieur Transfert de matière en génie des procédés*, base documentaire : TIB326DUO.(J1050).

- FONT, R., PEREZ, M. et PASTOR, C. (1994). Permeability values from batch tests of sedimentation. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 33(11):2859–2867.
- FOUCAULT, A. et FARGES, F. (2013). *À la découverte des minéraux et des pierres précieuses*. L’amateur de nature. Dunod.
- FOUCAULT, A. et RAOULT, J. F. (2010). *Dictionnaire de Géologie - 7e édition*. Sciences de la Terre. Dunod.
- FRANCIS, A. W. (1933). Wall effect in falling ball method for viscosity. *Journal of Applied Physics*, 4(11):403–406.
- FRANKEL, N. et ACRIVOS, A. (1967). On the viscosity of a concentrated suspension of solid spheres. *Chemical Engineering Science*, 22(6):847–853.
- FRANTZIS, P. et BAGGOTT, R. (1996). Effect of vibration on the rheological characteristics of magnesia phosphate and ordinary Portland cement slurries. *Cement and Concrete Research*, 26(3):387–395.
- FRANTZIS, P. et BAGGOTT, R. (1997). Rheological characteristics of retarded magnesia phosphate cement. *Cement and Concrete Research*, 27(8):1155–1166.
- FURLING, O., CHOPLIN, L. et TANGUY, P. A. (2001). On-line (in situ) viscosity follow-up of concentrated slurries during makedown. *Chemical Engineering Research and Design*, 79(8):915–920. 4th International Symposium on Mixing in Industrial Processes.
- GAO, S. X. et HARTNETT, J. P. (1993). Steady flow of non-Newtonian fluids through rectangular ducts. *International Communications in Heat and Mass Transfer*, 20(2):197–210.
- GARSIDE, J. et AL-DIBOUNI, M. R. (1977). Velocity-voidage relationships for fluidization and sedimentation in solid-liquid systems. *Industrial & Engineering Chemistry Process Design and Development*, 16(2):206–214.
- GENOVESE, D. B. (2012). Shear rheology of hard-sphere, dispersed, and aggregated suspensions, and filler-matrix composites. *Advances in Colloid and Interface Science*, 171-172:1–16.

-
- GOODENOUGH, J. B., MADELUNG, O., HAMNETT, A., HUBER, G., HULLINGER, F., LEISS, M., RAMASESHA, S. K. et WERHEIT, H. (1984). *Physics of Non-Tetrahedrally Bonded Binary Compounds III*. Condensed Matter. Springer.
- GROSSIORD, J.-L. et QUEMADA, D. (2002). Chapitre 1 -Des concepts aux outils. In COUSSOT, P. et GROSSIORD, J. L., éditeurs : *Comprendre la rhéologie : de la circulation du sang à la prise du béton*, pages 9–34. EDP Sciences.
- GUILLEMIN, J. P., MENARD, Y., BRUNET, L., BONNEFOY, O. et THOMAS, G. (2008). Development of a new mixing rheometer for studying rheological behaviour of concentrated energetic suspensions. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 151(1-3):136–144.
- GUNASEKARAN, S. et AK, M. M. (2002). Chapter 2 - Fundamental rheological methods. In *Cheese Rheology and Texture*, pages 31–112. CRC Press.
- GUSTAFSSON, J., TOIVAKKA, M., KARHU, J. et KOSKINEN, K. K. (2008). 3.2. Rheology of settling suspensions. In KATAJA, M., JÄSBERG, A., HAAVISTO, S., KOPONEN, A., KUNNARI, V., PARVIAINEN, H., PONKKALA, T., RAISKINMÄKI, P., RETULAINEN, E. et SALMINEN, K., éditeurs : *Rheological Materials in Process Industry in ReoMaT Final Report*, volume 2428, pages 21–33. VTT Tiedotteita.
- GUYON, É., HULIN, J. P. et PETIT, L. (2001a). Chapitre 4 - Dynamique des fluides visqueux... In *Hydrodynamique physique*, Savoirs Actuels, pages 159–256. EDP Sciences.
- GUYON, É., HULIN, J. P. et PETIT, L. (2001b). Chapitre 8 - Écoulement à petit nombre de Reynolds. In *Hydrodynamique physique*, Savoirs Actuels, pages 440–508. EDP Sciences.
- HAIDER, A. et LEVENSPIEL, O. (1989). Drag coefficient and terminal velocity of spherical and nonspherical particles. *Powder Technology*, 58(1):63–70.
- HALPER, M. (07/02/2011). Stainless Steel? The industry searches for new technology to radically reduce greenhouse gases. *Time*.
- HAPPEL, J. (1957). Viscosity of suspensions of uniform spheres. *Journal of Applied Physics*, 28(11):1288–1292.
- HAPPEL, J. (1958). Viscous flow in multiparticle systems : Slow motion of fluids relative to beds of spherical particles. *AIChE Journal*, 4(2):197–201.

- HARTNETT, J. P. et KOSTIC, M. (1989). Heat transfer to Newtonian and non-Newtonian fluids in rectangular ducts. In HARTNETT, J. P. et IRVINE, T. F., éditeurs : *Advances in Heat Transfer*, volume 19 de *Advances in Heat Transfer*, pages 247–356. Elsevier.
- HARTNETT, J. P., KWACK, E. Y. et RAO, B. K. (1986). Hydrodynamic behavior of non-Newtonian fluids in a square duct. *Journal of Rheology*, 30(4):S45–S59.
- HE, Y. B. et LASKOWSKI, J. S. (2000). Rheological properties of magnetite suspensions. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review*, 20(1):167–182.
- HINCH, J., PETIT, L., HULIN, J. P. et GUYON, É. (2012). Chapitre 3 - Cinématique des fluides. In *Hydrodynamique physique 3e édition (2012)*, Savoirs Actuels, pages 85–124. EDP Sciences.
- HOLMES, D. B. et VERMEULEN, J. R. (1968). Velocity profiles in ducts with rectangular cross sections. *Chemical Engineering Science*, 23(7):717–722.
- HONG, R. Y., REN, Z. Q., HAN, Y. P., LI, H. Z., ZHENG, Y. et DING, J. (2007). Rheological properties of water-based Fe_3O_4 ferrofluids. *Chemical Engineering Science*, 62(21):5912–5924.
- HOOVER, S. R., CASHMAN, K. et MANGA, M. (2001). The yield strength of subliquidus basalts - experimental results. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 107(1-3):1–18.
- HOUCHIN, T. L. et HANLEY, T. R. (2004). Measurement of rheology of distiller's grain slurries using a helical impeller viscometer. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, pages 723–732.
- HSU, F.-L., TURIAN, R. M. et MA, T.-W. (1989). Flow of noncolloidal slurries in pipelines. *AIChE Journal*, 35(3):429–442.
- HUITU, K., HELLE, H., HELLE, M., KEKKONEN, M. et SAXÉN, H. (2013). Optimization of steelmaking using fastmet direct reduced iron in the blast furnace. *ISIJ International*, 53(12):2038–2046.
- INTERNATIONAL ENERGY AGENCY, Paris, F. (2007). Tracking industrial energy efficiency and CO_2 emissions. Rapport technique.

-
- JANJUA, R. (2013). Energy use in the steel industry. Rapport technique, World Steel Association.
- JAU, W.-C. et YANG, C.-T. (2010). Development of a modified concrete rheometer to measure the rheological behavior of conventional and self-consolidating concretes. *Cement and Concrete Composites*, 32(6):450–460.
- JAYAWEERA, P., HETTIARACHCHI, S. et OCKEN, H. (1994). Determination of the high temperature zeta potential and pH of zero charge of some transition metal oxides. *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, 85(1):19–27.
- JEFFERY, G. B. (1922). The motion of ellipsoidal particles immersed in a viscous fluid. *Proceedings of the Royal Society of London A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 102(715):161–179.
- JEFFREY, D. J. et ACRIVOS, A. (1976). The rheological properties of suspensions of rigid particles. *AIChE Journal*, 22(3):417–432.
- JENNINGS JR, H. Y. (1969). Effect of surfactants on the rheology of hematite slurries. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 46(12):642–644.
- JOHNSON, S. B., FRANKS, G. V., SCALES, P. J., BOGER, D. V. et HEALY, T. W. (2000). Surface chemistry-rheology relationships in concentrated mineral suspensions. *International Journal of Mineral Processing*, 58(1-4):267–304.
- JUNUS, S. et BRIGGS, J. L. (2001). Vane sensor system in small strain oscillatory testing. *Applied Rheology*, 11:264–270.
- KACI, A., CHAOUCHE, M. et ANDRÉANI, P.-A. (2011). Influence of bentonite clay on the rheological behaviour of fresh mortars. *Cement and Concrete Research*, 41(4):373–379.
- KAUSHAL, D. R., TOMITA, Y. et DIGHADE, R. R. (2002). Concentration at the pipe bottom at deposition velocity for transportation of commercial slurries through pipeline. *Powder Technology*, 125(1):89–101.
- KAWATRA, S. K., BAKSHI, A. K. et EISELE, T. C. (1999). An on-line pressure vessel rheometer for slurries. *Powder Technology*, 105(1-3):418–423.

- KAWATRA, S. K., BAKSHI, A. K. et MILLER JR, T. E. (1996). Rheological characterization of mineral suspensions using a vibrating sphere and a rotational viscometer. *International Journal of Mineral Processing*, 44-45:155–165. Comminution.
- KEMBŁOWSKI, Z., SĘK, J. et BUDZYŃSKI, P. (1988). The concept of a rotational rheometer with helical screw impeller. *Rheologica Acta*, 27(1):82–91.
- KHAN, A. R. et RICHARDSON, J. F. (1987). The resistance to motion of a solid sphere in a fluid. *Chemical Engineering Communications*, 62(1-6):135–150.
- KHAN, A. R. et RICHARDSON, J. F. (1989). Fluid-particle interactions and flow characteristics of fluidized beds and settling suspensions of spherical particles. *Chemical Engineering Communications*, 78(1):111–130.
- KHODAKOV, G. S. (2004). On suspension rheology. *Theoretical Foundations of Chemical Engineering*, 38(4):430–439.
- KING, R. P. (2002). Chapter 3- interaction between fluids and particles. In *Introduction to Practical Fluid Flow*, pages 55–79. Elsevier Science.
- KIRK, R. E., OTHMER, D. F., KROSCWITZ, J. I. et HOWE-GRANT, M. (1995). *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, Imaging Technology to Lanthanides*. Numéro vol 14 de Encyclopedia of Chemical Technology. Wiley.
- KISSA, E. (1999). Chapter 1 - Dispersions : The system. In *Dispersions : Characterization, Testing, and Measurement*, Surfactant Science. Taylor & Francis.
- KLEIN, B., LASKOWSKI, J. S. et PARTRIDGE, S. J. (1995). A new viscometer for rheological measurements on settling suspensions. *Journal of Rheology*, 39(5):827–840.
- KLEINSTREUER, C. (2003). Chapter 3 - Derivations of two-phase flow modeling equations. In *Two-Phase Flow : Theory and Applications*, pages 133–226. Taylor & Francis.
- KOLLER, E. (2010). Chapitre 5 - Sédimentation et décantation. In *Aide-Mémoire de Génie Chimique - 3ème édition*, Sciences et Techniques, pages 71–98. Dunod.
- KOO, S. (2009). Estimation of hindered settling velocity of suspensions. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 15(1):45–49.

-
- KORBEL, P. et NOVÁK, M. (1999). *The Complete Encyclopedia of Minerals : Description of Over 600 Minerals from Around the World*. Rebo.
- KOTHARI, A. C. (1981). *Sedimentation of multisized particles*. Thèse de doctorat, Texas Tech University, United States of America.
- KOTZÉ, R., HALDEWANG, R. et SLATTER, P. (2008). Rheological characterization of highly concentrated mineral suspensions using an ultrasonic velocity profiler. *In 6th International Symposium on Ultrasonic Doppler Methods for Fluid Mechanics and Fluid Engineering*.
- KRIEGER, I. M. (1972). Rheology of monodisperse latices. *Advances in Colloid and Interface Science*, 3(2):111–136.
- KRIEGER, I. M. et DOUGHERTY, T. J. (1959). A mechanism for non-Newtonian flow in suspensions rigid spheres. *Transactions of The Society of Rheology*, 3(1):137–152.
- KWON, T. M., JOHN, M. S. et CHOI, H. J. (1997). Rheological study of magnetic particle suspensions. *Materials Chemistry and Physics*, 49(3):225–228.
- LANDOWSKI, M. et LEMOINE, B. (2012). Chapitre 1 - Le matériau acier. *In Concevoir et construire en acier*, Les essentiels acier, pages 6–11. Eyrolles.
- LAPPLE, C. E. et SHEPHERD, C. B. (1940). Calculation of particle trajectories. *Industrial & Engineering Chemistry*, 32(5):605–617.
- LAREO, C., FRYER, P. J. et BARIGOU, M. (1997). The fluid mechanics of two-phase solid-liquid food flows : A review. *Food and Bioproducts Processing*, 75(2):73–105.
- LAVELAINE, H. et ALLANORE, A. (2008). Optimized design of an iron electrowinning cell. *In Proceedings of the 4th Ucos seminar, SP13 - New Electricity-Based Steel Production/n°5-5*.
- LE NEINDRE, B. (2004). Viscosité Définitions et dispositifs de mesure. *Techniques de l'Ingénieur Constantes mécaniques et viscosité*, Fascicule K 478.
- LE QUINIOU, A., HÉRITIER, P. et RIOUAL, F. (2009). Modélisation d'un flux de particules sous entraînement centrifuge. *In 19ème Congrès Français de Mécanique*. AFM, Maison de la Mécanique.

- LETAN, R. (1974). On vertical dispersed two-phase flow. *Chemical Engineering Science*, 29(2):621–624.
- LEWIS, W. K., GILLILAND, E. R. et BAUER, W. C. (1949). Characteristics of fluidized particles. *Industrial & Engineering Chemistry*, 41(6):1104–1117.
- LIDDELL, P. V. et BOGER, D. V. (1994). Influence of processing on the rheology of titanium dioxide pigment suspensions. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 33(10):2437–2442.
- LIDDELL, P. V. et BOGER, D. V. (1996). Yield stress measurements with the vane. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 63(2-3):235–261.
- LIDE, D. (2004). *CRC Handbook of Chemistry and Physics, 85th Edition*, volume 85 de *CRC Handbook of Chemistry and Physics, 85th Ed.* Taylor & Francis.
- LIU, J. et GALVIN, K. P. (1999). Mechanics of a concentrated slurry feed system. *Powder Technology*, 102(3):227–234.
- LIU, J.-Z., WANG, R.-K., GAO, F.-Y., ZHOU, J.-H. et CEN, K.-F. (2012). Rheology and thixotropic properties of slurry fuel prepared using municipal wastewater sludge and coal. *Chemical Engineering Science*, 76:1–8.
- LOCKETT, M. J. et AL-HABBOOBY, H. M. (1973). Differential settling by size of two particle species in a liquid. *Transactions of the Institution of Chemical Engineers*, 51(2):281–292.
- LOCKETT, M. J. et AL-HABBOOBY, H. M. (1974). Relative particle velocities in two-species settling. *Powder Technology*, 10(1-2):67–71.
- MACHAČ, I., ULBRICHOVÁ, I., ELSON, T. P. et CHEESMAN, D. J. (1995). Fall of spherical particles through non-Newtonian suspensions. *Chemical Engineering Science*, 50(20):3323–3327.
- MADER, H. M., LLEWELLIN, E. W. et MUELLER, S. P. (2013). The rheology of two-phase magmas : A review and analysis. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 257:135–158.
- MADHAV, G. V. et CHHABRA, R. P. (1994). Settling velocities of non-spherical particles in non-Newtonian polymer solutions. *Powder Technology*, 78(1):77–83.

-
- MANGESANA, N., CHIKUKU, R. S., MAINZA, A. N., GOVENDER, I., van der WESTHUIZEN, A. P. et NARASHIMA, M. (2008). The effect of particle sizes and solids concentration on the rheology of silica sand based suspensions. *Journal of the Southern African Institute of Mining and Metallurgy*, 108:237–243.
- MANIGUET, L., REPOUX, M., RUSTE, J. et ROUSSEL-DHERBEY, F. (2012). Introduction. In BRISSET, F., éditeur : *Microscopie électronique à balayage et Microanalyses*, GN-MEBA, pages 1–12. EDP Sciences.
- MANLEY, R. S. J. et MASON, S. G. (1955). Particle motions in sheared suspensions III. Further observations on collisions of spheres. *Canadian Journal of Chemistry*, 33(5):763–773.
- MARTINEZ, A. I., GARCIA-LOBATO, M. A. et PERRY, D. L. (2009). Study of the properties of iron oxide nanostructures. *Research in Nanotechnology Developments*, 19:184–193.
- MASLIYAH, J. H. (1979). Hindered settling in a multi-species particle system. *Chemical Engineering Science*, 34(9):1166–1168.
- MASSOUD, M. (2005). Chapter 3 - Fluid mechanics. In *Engineering Thermofluids : Thermodynamics, Fluid Mechanics, and Heat Transfer*, pages 223–430. Springer Berlin Heidelberg.
- MCGEARY, R. K. (1961). Mechanical packing of spherical particles. *Journal of the American Ceramic Society*, 44(10):513–522.
- MEGÍAS-ALGUACIL, D., DURÁN, J. D. G. et DELGADO, A. V. (2000). Yield stress of concentrated zirconia suspensions : Correlation with particle interactions. *Journal of Colloid and Interface Science*, 231(1):74–83.
- MEIJER, K., DENYS, M., LASAR, J., BIRAT, J. P., STILL, G. et OVERMAAT, B. (2009). Ulcos : ultra-low CO₂ steelmaking. *Ironmaking & Steelmaking*, 36(4):249–251.
- MENDOZA, C. I. et SANTAMARÍA-HOLEK, I. (2009). The rheology of hard sphere suspensions at arbitrary volume fractions : An improved differential viscosity model. *The Journal of Chemical Physics*, 130(4):044904–044927.
- MERKAK, O., JOSSIE, L. et MAGNIN, A. (2007). Dynamique d’une particule en suspension dans un fluide à seuil en écoulement dans un capillaire. In *18ème Congrès Français de Mécanique*. AFM, Maison de la Mécanique.

- METZNER, A. B. et OTTO, R. E. (1957). Agitation of non-Newtonian fluids. *AIChE Journal*, 3(1):3–10.
- MEWIS, J. (1996). Flow behaviour of concentrated suspensions : Predictions and measurements. *International Journal of Mineral Processing*, 44-45(0):17–27. Comminution.
- MEWIS, J. et MACOSKO, C. W. (1994,). Part III. Applications, Chapter 10 - Suspension rheology. In MACOSKO, C. W., éditeur : *Rheology : principles, measurements, and applications*, Advances in interfacial engineering series, pages 425–474. VCH.
- MICHAELS, A. S. et BOLGER, J. C. (1962). The plastic flow behavior of flocculated kaolin suspensions. *Industrial & Engineering Chemistry Fundamentals*, 1(3):153–162.
- MILLS, P. (1985). Non-Newtonian behaviour of flocculated suspensions. *Journal de Physique Lettres*, 46(7):301–309.
- MIRZA, S. et RICHARDSON, J. F. (1979). Sedimentation of suspensions of particles of two or more sizes. *Chemical Engineering Science*, 34(4):447–454.
- MISHRA, P. et TRIPATHI, G. (1971). Transition from laminar to turbulent flow of purely viscous non-Newtonian fluids in tubes. *Chemical Engineering Science*, 26(6):915–921.
- MITSUISHI, N. et AOYAGI, Y. (1969). Non-Newtonian flow in non-circular ducts. *Chemical Engineering Science*, 24(2):309–319.
- MOONEY, M. (1951). The viscosity of a concentrated suspension of spherical particles. *Journal of Colloid Science*, 6(2):162–170.
- MOREAU, A. (2005). *L'acier en mouvement : Transformation des marchés mondiaux, 1874-2004 : ses composantes, ses déterminants*. École des mines de Paris, Les Presses.
- MORELAND, C. (1963). Viscosity of suspensions of coal in mineral oil. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 41(1):24–28.
- MORSI, S. A. et ALEXANDER, A. J. (1972). An investigation of particle trajectories in two-phase flow systems. *Journal of Fluid Mechanics*, 55(2):193–208.
- MUELLER, S., LLEWELLIN, E. W. et MADER, H. M. (2010). The rheology of suspensions of solid particles. *Proceedings of the Royal Society of London A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 466(2116):1201–1228.

-
- MUELLER, S., LLEWELLIN, E. W. et MADER, H. M. (2011). The effect of particle shape on suspension viscosity and implications for magmatic flows. *Geophysical Research Letters*, 38(13). L13316.
- NAVARRETE, R. C., SCRIVEN, L. E. et MACOSKO, C. W. (1996). Rheology and structure of flocculated iron oxide suspensions. *Journal of Colloid and Interface Science*, 180(1):200–211.
- NEWITT, D. M., RICHARDSON, J. F., ABBOTT, M. et TURTLE, R. B. (1955). Hydraulic conveying of solids in horizontal pipes. *Transactions of the Institution of Chemical Engineers*, 33:93–110.
- NEWTON, I. (1687). Proposition XXXIX, Theorem XXXI. In *The Newtonian Principia : Mathematical Principles of Natural Philosophy Book II*, Traduit du latin par A. Motte en 1848, pages 344–345. University of California Press.
- NGUYEN, A. et SCHULZE, H. J. (2003). Part 2 - Dynamics of particles and bubbles in flotation, Chapter 7- Motion of particles in flotation. In *Colloidal Science of Flotation*, Surfactant Science, pages 155–172. Taylor & Francis.
- NGUYEN, Q. D., DEVASAGAYAM, C. et BOWN, D. J. (2000). Development of an on-line flow rheometer for mineral slurries. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review*, 20(1):75–91.
- NGUYEN, Q. D., JENSEN, C. T. B. et KRISTENSEN, P. G. (1998). Experimental and modelling studies of the flow properties of maize and waxy maize starch pastes. *Chemical Engineering Journal*, 70(2):165–171.
- NINDO, C. I., TANG, J., POWERS, J. R. et TAKHAR, P. S. (2007). Rheological properties of blueberry puree for processing applications. *Food Science and Technology*, 40(2):292–299.
- NITIN, S. et CHHABRA, R. P. (2006). Sedimentation of a circular disk in power law fluids. *Journal of Colloid and Interface Science*, 295(2):520–527.
- NSIB, F., AYED, N. et CHEVALIER, Y. (2006). Dispersion of hematite suspensions with sodium polymethacrylate dispersants in alkaline medium. *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, 286(1-3):17–26.

- NZIHOU, A., BOURNONVILLE, B., MARCHAL, P. et CHOPLIN, L. (2004). Rheology and heat transfer during mineral residue phosphatation in a rheo-reactor. *Chemical Engineering Research and Design*, 82(5):637–641.
- OESTERLÉ, B. (2006). *Écoulements multiphasiques : des fondements aux méthodes d'ingénierie*. Hermes Science Publications.
- OKUBO, T. (1994). Sedimentation velocity of colloidal spheres in deionized suspension. *The Journal of Physical Chemistry*, 98(5):1472–1474.
- OMURA, A. P. et STEFFE, J. F. (2003). Mixer viscometry to characterize fluid foods with large particulates. *Journal of Food Process Engineering*, 26(5):435–445.
- OROSKAR, A. R. et TURIAN, R. M. (1980). The critical velocity in pipeline flow of slurries. *AIChE Journal*, 26(4):550–558.
- ORTEGA-RIVAS, E. (2011). Chapter 2 - Bulk solids : Properties and characterization. In *Unit Operations of Particulate Solids : Theory and Practice*, pages 31–99. Taylor & Francis.
- OZAKI, M. (2004). Magnetic particles :Preparation, properties and applications. In MATIJEVIC, E. et BORKOVEC, M., éditeurs : *Surface and Colloid Science*, volume 17, pages 1–112. Springer US.
- PAL, R. (2003). Rheology of concentrated suspensions of deformable elastic particles such as human erythrocytes. *Journal of Biomechanics*, 36(7):981–989.
- PAQUETON, H. et RUSTE, J. (2006). Microscopie électronique à balayage : Principe et équipement. *Techniques de l'ingénieur Techniques d'analyse par imagerie*, Fascicule P 865V2.
- PARZONKA, W., KENCHINGTON, J. M. et CHARLES, M. E. (1981). Hydrotransport of solids in horizontal pipes : Effects of solids concentration and particle size on the deposit velocity. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 59(3).
- PATWARDHAN, V. S. et TIEN, C. (1985). Sedimentation and liquid fluidization of solid particles of different sizes and densities. *Chemical Engineering Science*, 40(7):1051–1060.

-
- PEKER, S. M. et HELVACI, S. S. (2008a). Chapter 2 - Non-Newtonian behavior of solid-liquid suspensions. *In* PEKER, S. M., HELVACI, S. S., YENER, H. B., IKIZLER, B. et ALPARSLAN, A., éditeurs : *Solid-Liquid Two Phase Flow*, pages 71–166. Elsevier, Amsterdam.
- PEKER, S. M. et HELVACI, S. S. (2008b). Chapter 4 - Motion of particles in fluids. *In* PEKER, S. M., HELVACI, S. S., YENER, H. B., IKIZLER, B. et ALPARSLAN, A., éditeurs : *Solid-Liquid Two Phase Flow*, pages 245–289. Elsevier, Amsterdam.
- PEKER, S. M. et HELVACI, S. S. (2008c). Chapter 6 - Flow of settling slurries. *In* PEKER, S. M., HELVACI, S. S., YENER, H. B., IKIZLER, B. et ALPARSLAN, A., éditeurs : *Solid-Liquid Two Phase Flow*, pages 329–383. Elsevier, Amsterdam.
- PIMENOVA, N. V. et HANLEY, T. R. (2003). Measurement of rheological properties of corn stover suspensions. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, 106(1-3):383–392.
- POOLE, R. J. et RIDLEY, B. S. (2007). Development-length requirements for fully developed laminar pipe flow of inelastic non-Newtonian liquids. *Journal of Fluids Engineering*, 129(10):1281–1287.
- POULESQUEN, A., FRIZON, F. et LAMBERTIN, D. (2011). Rheological behavior of alkali-activated metakaolin during geopolymerization. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 357(21):3565–3571.
- QUEMADA, D. (1977). Rheology of concentrated disperse systems and minimum energy dissipation principle I. Viscosity-concentration relationship. *Rheologica Acta*, 16(1):82–94.
- QUEMADA, D. (1978). Rheology of concentrated disperse systems II. A model for non-Newtonian shear viscosity in steady flows. *Rheologica Acta*, 17(6):632–642.
- QUEMADA, D. (1998). Rheological modelling of complex fluids. I. The concept of effective volume fraction revisited. *The European Physical Journal Applied Physics*, 1:119–127.
- RAJITHA, P., CHHABRA, R. P., SABIRI, N. E. et COMITI, J. (2006). Drag on non-spherical particles in power law non-Newtonian media. *International Journal of Mineral Processing*, 78(2):110–121.
- RAMOS-TEJADA, M. M., ARROYO, F. J. et DELGADO, A. V. (2010). Negative electrorheological behavior in suspensions of inorganic particles. *Langmuir*, 26(22):16833–16840.

- RAMOS-TEJADA, M. M., ESPÍN, M. J., PEREA, R. et DELGADO, A. V. (2009). Electrorheology of suspensions of elongated goethite particles. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 159(1-3):34–40.
- RAMOS-TEJADA, M. M., ONTIVEROS, A., VIOTA, J. et DURÁN, J. (2003). Interfacial and rheological properties of humic acid/hematite suspensions. *Journal of Colloid and Interface Science*, 268(1):85–95.
- RAMÍREZ-GILLY, M., MARTÍNEZ-PADILLA, L. P. et MANERO, O. (2007). Particle image velocimetry applied to suspensions of millimetric-size particles using a vane-in-a-large-baffled-cup rheometer. *Journal of Food Engineering*, 78(4):1117–1126.
- REALPE, A. et VELÁZQUEZ, C. (2003). Image processing and analysis for determination of concentrations of powder mixtures. *Powder Technology*, 134(3):193–200.
- RICHARDSON, J. F., HARKER, J. H. et BACKHURST, J. R. (2002). Chapter 5 - Sedimentation. In BACKHURST, J. R., RICHARDSON, J. H. et HARKER, J. R., éditeurs : *Chemical Engineering, Fifth Edition*, Chemical Engineering Series, pages 237–290. Butterworth-Heinemann, Oxford.
- RICHARDSON, J. F. et MEIKLE, R. A. (1961). Sedimentation and fluidisation : Part III. The sedimentation of uniform fine particles and of two component mixtures of solids. *Transactions of the Institution of Chemical Engineers*, 39:348–356.
- RICHARDSON, J. F. et ZAKI, W. N. (1954). Sedimentation and fluidisation. Part I. *Transactions of the Institution of Chemical Engineers*, 32:35–53.
- ROBERTSON, R. E. et STIFF, H. A. (1976). An improved mathematical model for relating shear stress to shear rate in drilling fluids and cement slurries. *Society of Petroleum Engineers*, 16(1):31–36.
- ROBINSON, C. S. (1926). Some factors influencing sedimentation. *Industrial & Engineering Chemistry*, 18(8):869–871.
- ROBINSON, J. V. (1949). The viscosity of suspensions of spheres. *The Journal of Physical and Colloid Chemistry*, 53(7):1042–1056.
- ROSCOE, R. (1952). The viscosity of suspensions of rigid spheres. *British Journal of Applied Physics*, 3(8):267–269.

-
- ROSE, H. E. et DUCKWORTH, R. A. (1969). Transport of solid particles in liquid and gases. *The Engineer*, 227(5905):392–396, 430–433, 478–483.
- ROWE, P. N. (1987). A convenient empirical equation for estimation of the Richardson-Zaki exponent. *Chemical Engineering Science*, 42:2795–2796.
- RUBEY, W. W. (1933). Settling velocities of gravel, sand and silt particles. *American Journal Science*, 25(148):325–338.
- RUSHTON, A., WARD, A. S. et HOLDICH, R. G. (1996). Chapter 1 - Solid liquid separation technology. In *Solid-Liquid Filtration and Separation Technology*, pages 1–31. Wiley-VCH Verlag GmbH.
- RUTGERS, I. R. (1962). Relative viscosity and concentration. *Rheologica Acta*, 2(4):305–348.
- RYAN, N. W. et JOHNSON, M. M. (1959). Transistion from laminar to turbulent flow in pipes. *AIChE Journal*, 5(4):433–435.
- SAGAUT, P. (1998). *Introduction a la simulation des grandes échelles pour les écoulements de fluide incompressible*. Mathématiques et Applications. Springer Berlin Heidelberg.
- SALEH, K. et GUIGON, P. (2009). Caractérisation et analyse des poudres Propriétés physiques des solides divisés. *Techniques de l'ingénieur Principes de formulation*, Fascicule J2251.
- SANTAMARÍA-HOLEK, I. et MENDOZA, C. I. (2010). The rheology of concentrated suspensions of arbitrarily-shaped particles. *Journal of Colloid and Interface Science*, 346(1):118–126.
- SARAF, D. N. et KHULLAR, S. D. (1975). Some studies on the viscosity of settling suspensions. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 53(4):449–452.
- SCHECHTER, R. S. (1961). On the steady flow of a non-Newtonian fluid in cylinder ducts. *AIChE Journal*, 7(3):445–448.
- SCHERAGA, H. A. (1955). Non Newtonian viscosity of solutions of ellipsoidal particles. *The Journal of Chemical Physics*, 23(8):1526–1532.
- SCHON, J.-P., FOURNEL, T. et FOURNIER, C. (2007). Mesures de caractéristiques d'écoulement par imagerie numérique. *Techniques de l'ingénieur Caractérisation des fluides*, base documentaire : TIB540DUO.(R2162).

- SCHRAMM, L. L. (2006). Chapter 2 - Dispersion and dispersed species characterization. In *Emulsions, Foams, and Suspensions : Fundamentals and Applications*, pages 13–51. Wiley.
- SCIACCHITANO, A. et SCARANO, F. (2014). Elimination of PIV light reflections via a temporal high pass filter. *Measurement Science and Technology*, 25(8):084009.
- SELIM, M. S., KOTHARI, A. C. et TURIAN, R. M. (1983). Sedimentation of multisized particles in concentrated suspensions. *AIChE Journal*, 29(6):1029–1038.
- SENIS, D., GORRE-TALINI, L. et ALLAIN, C. (2001). Systematic study of the settling kinetics in an aggregating colloidal suspension. *The European Physical Journal E*, 4(1):59–68.
- SESHADRI, V., SINGH, S. N. et KAUSHAL, D. R. (2006). A model for the prediction of concentration and particle size distribution for the flow of multisized particulate suspensions through closed ducts and open channels. *Particulate Science and Technology*, 24(2):239–258.
- SHAH, S. N., FADILI, Y. E. et CHHABRA, R. P. (2007). New model for single spherical particle settling velocity in power law (visco-inelastic) fluids. *International Journal of Multiphase Flow*, 33(1):51–66.
- SHOOK, C. A. (1969). Pipelining solids : The design of short-distance pipelines. In *Symposium on Pipeline transport of solids, The Canadian Society of Chemical Engineering, Toronto*.
- SHOOK, C. A. et ROCO, C. (1991). Chapter 1 - Basic concepts for single-phase fluids and particles. In *Slurry Flow : Principles and Practice*, pages 1–25. Butterworth-Heinemann.
- SHUEY, R. (2012). Chapter 21 - Hematite, $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. In *Semiconducting Ore Minerals, Developments in Economic Geology*, pages 357–370. Elsevier Science.
- SIEMES, H., KLINGENBERG, B., RYBACKI, E., NAUMANN, M., SCHÄFER, W., JANSEN, E. et KUNZE, K. (2008). Glide systems of hematite single crystals in deformation experiments. *Ore Geology Reviews*, 33(3):255–279.
- SIMHA, R. (1952). A treatment of the viscosity of concentrated suspensions. *Journal of Applied Physics*, 23(9):1020–1024.
- SMITH, T. L. et BRUCE, C. A. (1979). Intrinsic viscosities and other rheological properties of flocculated suspensions of nonmagnetic and magnetic ferric oxides. *Journal of Colloid and Interface Science*, 72(1):13–26.

-
- SMITH, T. N. (1965). The differential sedimentation of particles of two different species. *Transactions of the Institution of Chemical Engineers*, 43:T69–T73.
- SMITH, T. N. (1966). The sedimentation of particles having a dispersion of sizes. *Transactions of the Institution of Chemical Engineers*, 44:T153–T157.
- SMITH, T. N. (1998). A model of settling velocity. *Chemical Engineering Science*, 53(2):315–323.
- SOLOMON, M. J. et BOGER, D. V. (1998). The rheology of aqueous dispersions of spindle-type colloidal hematite rods. *Journal of Rheology*, 42(4):929–949.
- SPELAY, R. B., GILLIES, R. G., HASHEMI, S. A. et SANDERS, R. S. (2016). Effect of pipe inclination on the deposition velocity of settling slurries. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 94(6):1032–1039.
- SPELLS, K. E. (1955). Correlations for use in transport of aqueous suspension of fine solids through pipes. *Transactions of the Institution of Chemical Engineers*, 33:79–84.
- STEINOUR, H. H. (1944). Rate of sedimentation. Nonflocculated suspensions of uniform spheres. *Industrial & Engineering Chemistry*, 36(7):618–624.
- STICKEL, J. J. et POWELL, R. L. (2005). Fluid mechanics and rheology of dense suspensions. *Annual Review of Fluid Mechanics*, 37(1):129–149.
- STOKES, G. G. (1851). On the effect of the internal friction of fluids on the motion of pendulums. *Transactions of the Cambridge Philosophical Society*, 9(2):8–106.
- STUCKI, J. W., GOODMAN, B. A. et SCHWERTMANN, U. (2012). Chapter 7 - Introduction to crystal structures of iron-containing minerals. In *Iron in Soils and Clay Minerals*, Nato Science Series C :, pages 141–164. Springer Netherlands.
- SVAROVSKY, L. (2000). Chapter 5 - Gravity clarification and thickening. In SVAROVSKY, L., éditeur : *Solid-Liquid Separation, Fourth Edition*, pages 166–190. Butterworth-Heinemann, Oxford.
- SVIHLA, C. K., DRONAWAT, S. N., DONNELLY, J. A., RIETH, T. C. et HANLEY, T. R. (1997). Measurement of the steady-state shear characteristics of filamentous suspensions using

- turbine, vane, and helical impellers. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, 63-65(1):375–385.
- SVIHLA, C. K., DRONAWAT, S. N. et HANLEY, T. R. (1995). Steady-state shear characteristics of *Aspergillus niger* broths. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, 51-52(1):355–366.
- TANNER, R. I. (2000). *Engineering Rheology*. OUP Oxford.
- TEJA, A. S. et KOH, P.-Y. (2009). Synthesis, properties, and applications of magnetic iron oxide nanoparticles. *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, 55(1):22–45.
- THIELICKE, W. et STAMHUIS, E. (2014). PIVlab-towards user-friendly, affordable and accurate digital particle image velocimetry in MATLAB. *Journal of Open Research Software*, 2(1).
- THOMAS, D. G. (1963). Transport characteristics of suspensions VII. Relation of hindered-settling floc characteristics to rheological parameters. *AIChE Journal*, 9(3):310–316.
- THOMAS, D. G. (1965). Transport characteristics of suspension : VIII. A note on the viscosity of Newtonian suspensions of uniform spherical particles. *Journal of Colloid Science*, 20(3):267–277.
- TILLER, F. M. et KHATIB, Z. (1984). The theory of sediment volumes of compressible, particulate structures. *Journal of Colloid and Interface Science*, 100(1):55–67.
- TILTON, J. N. (1997). Section 6 - Fluid and particle dynamics. In PERRY, R. H., GREEN, D. O. N. W. A. et MALONEY, J. O. H., éditeurs : *Perry's Chemical Engineers' Handbook*, Chemical Engineering Series, pages 6–1–6–51. McGraw-Hill Professional Publishing.
- TODA, K. et FURUSE, H. (2006). Extension of Einstein's viscosity equation to that for concentrated dispersions of solutes and particles. *Journal of Bioscience and Bioengineering*, 102(6):524–528.
- TOUSSAINT, F., ROY, C. et JÉZÉQUEL, P.-H. (2009). Reducing shear thickening of cement-based suspensions. *Rheologica Acta*, 48(8):883–895.
- TSAI, S. C., BOTTS, D. et PLOUFF, J. (1992). Effects of particle properties on the rheology of concentrated noncolloidal suspensions. *Journal of Rheology*, 36(7):1291–1305.

-
- TSENG, W. J. et LIN, K.-C. (2003). Rheology and colloidal structure of aqueous TiO₂ nanoparticle suspensions. *Materials Science and Engineering : A*, 355(1-2):186–192.
- TURIAN, R. M., HSU, F. L. et MA, T. W. (1987). Estimation of the critical velocity in pipeline flow of slurries. *Powder Technology*, 51(1):35–47.
- TURIAN, R. M., MA, T. W., HSU, F. L. G. et SUNG, D.-J. (1997). Characterization, settling, and rheology of concentrated fine particulate mineral slurries. *Powder Technology*, 93(3):219–233.
- TURTON, R. et CLARK, N. N. (1987). An explicit relationship to predict spherical particle terminal velocity. *Powder Technology*, 53(2):127–129.
- UHLHERR, P. H. T. et CHHABRA, R. P. (1995). Wall effect for the fall of spheres in cylindrical tubes at high reynolds number. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 73(6):918–923.
- VALENTIN, G. (2011). Séminaire d’avancement des projets ANR. Rapport technique, Programme Efficacité Energétique et réduction des émissions de CO₂ dans les Systèmes Industriels, édition 2009, Lyon.
- VALVERDE, J. L., ZUMALACÁRREGUI, L., de LUCAS, A. et SURIS, G. (1997). An improved method for determining rheological parameters of suspension : Statistical approach. *Chemical Engineering Research and Design*, 75(8):784–791.
- van der VAART, K., RAHMANI, Y., ZARGAR, R., HU, Z., BONN, D. et SCHALL, P. (2013). Rheology of concentrated soft and hard-sphere suspensions. *Journal of Rheology*, 57(4):1195–1209.
- VAND, V. (1948). Viscosity of solutions and suspensions. I. Theory. *The Journal of Physical and Colloid Chemistry*, 52(2):277–299.
- VARGAS, X. A., AFANASJEVA, N., ÁLVAREZ, M., MARCHAL, P. H. et CHOPLIN, L. (2008). Asphalt rheology evolution through thermo-oxidation (aging) in a rheo-reactor. *Fuel*, 87(13-14):3018–3023.
- VLACHOU, V. et PIAU, J.-M. (2000). A new tool for the rheometric study of oil well cement slurries and other settling suspensions. *Cement and Concrete Research*, 30(10):1551–1557.

- WADELL, H. (1935). Volume, shape, and roundness of quartz particles. *The Journal of Geology*, 43(3):250–280.
- WADKE, P., PITT, M., KHARAZ, A., HOUNSLOW, M. et SALMAN, A. (2005). Particle trajectory in a pipe bend. *Advanced Powder Technology*, 16(6):659–675.
- WALSTRA, P. (2002). Chapter 13 - Changes in dispersity. In *Physical Chemistry of Foods*, Food Science and Technology, pages 425–486. Taylor & Francis.
- WANG, Y., FORSSBERG, E., PUGH, R. J. et ELMING, S. A. (1995). Magnetic aggregation in dispersions of mineral ultrafines. *Journal of Dispersion Science and Technology*, 16(2):137–154.
- WHEELER, J. A. et WISSLER, E. H. (1965a). The friction factor-Reynolds number relation for the steady flow of pseudoplastic fluids through rectangular ducts. Part I. Theory. *AIChE Journal*, 11(2):207–212.
- WHEELER, J. A. et WISSLER, E. H. (1965b). The friction factor-Reynolds number relation for the steady flow of pseudoplastic fluids through rectangular ducts. Part II. Experimental results. *AIChE Journal*, 11(2):212–216.
- WIKLUND, J. A., STADING, M., PETTERSSON, A. J. et RASMUSON, A. (2006). A comparative study of UVP and LDA techniques for pulp suspensions in pipe flow. *The AIChE Journal*, 52(2):484–495.
- WILDEMUTH, C. R. et WILLIAMS, M. C. (1984). Viscosity of suspensions modeled with a shear-dependent maximum packing fraction. *Rheologica Acta*, 23(6):627–635.
- WILDEMUTH, C. R. et WILLIAMS, M. C. (1985). A new interpretation of viscosity and yield stress in dense slurries : Coal and other irregular particles. *Rheologica Acta*, 24(1):75–91.
- WILSON, H. J. et DAVIS, R. H. (2000). The viscosity of a dilute suspension of rough spheres. *Journal of Fluid Mechanics*, 421:339–367.
- YAN, F. et RINOSHIKA, A. (2011). Application of high-speed PIV and image processing to measuring particle velocity and concentration in a horizontal pneumatic conveying with dune model. *Powder Technology*, 208(1):158–165.

-
- YANG, X. et ALDRICH, C. (2005). Rheology of aqueous magnetite suspensions in uniform magnetic fields. *International Journal of Mineral Processing*, 77(2):95–103.
- YANG, X. et ALDRICH, C. (2008). Sedimentation of magnetic suspensions of magnetite. *The Open Mineral Processing Journal*, 1(1):18–25.
- YELLISHETTY, M., RANJITH, P. G. et THARUMARAJAH, A. (2010). Iron ore and steel production trends and material flows in the world : Is this really sustainable? *Resources, Conservation and Recycling*, 54(12):1084–1094.
- YOW, H. N., PITT, M. J. et SALMAN, A. D. (2005). Drag correlations for particles of regular shape. *Advanced Powder Technology*, 16(4):363–372.
- YUAN, J. et MURRAY, H. H. (1997). The importance of crystal morphology on the viscosity of concentrated suspensions of kaolins. *Applied Clay Science*, 12(3):209–219.
- ZATZ, J. L. (1985). Physical stability of suspensions. *Journal of the Society of Cosmetic Chemists*, 36(6):393–411.
- ZEIDAN, A., ROHANI, S. et BASSI, A. (2003). Review and comparison of solids settling velocity models. *Reviews in Chemical Engineering*, 19(5):473–530.
- ZHOU, H.-X. (1995). Calculation of translational friction and intrinsic viscosity. I. General formulation for arbitrarily shaped particles. *Biophysical journal*, 69(6):2286–2297.
- ZHOU, Z., SCALES, P. J. et BOGER, D. V. (2001). Chemical and physical control of the rheology of concentrated metal oxide suspensions. *Chemical Engineering Science*, 56(9):2901–2920.
- ZIEGEL, K. D. (1970). The viscosity of suspensions of large, nonspherical particles in polymer fluids. *Journal of Colloid and Interface Science*, 34(2):185–196.
- ZIGRANG, D. J. et SYLVESTER, N. D. (1981). An explicit equation for particle settling velocities in solid-liquid systems. *AIChE Journal*, 27(6):1043–1044.
- ZUBER, N. (1964). On the dispersed two-phase flow in the laminar flow regime. *Chemical Engineering Science*, 19(11):897–917.

Étude du comportement hydrodynamique de suspensions concentrées de particules d'hématite : sédimentation, comportement rhéologique et écoulement forcé dans une cellule inclinée

Résumé

Cette thèse s'inscrit dans le projet ASCoPE qui vise à développer les connaissances scientifiques et technologiques nécessaires à la conception et à la réalisation d'un pilote de production d'acier par réduction électrochimique de particules d'hématite en suspension dans un milieu alcalin à 110 °C, en vue de proposer un procédé industriel fiable et écologique, comme alternative au procédé classique reposant sur le charbon. Le mélange considéré contient une suspension d'hématite à 12% en volume dans une solution aqueuse de soude à 50% en masse. Cette thèse a pour objectif l'étude de la sédimentation et de la rhéologie des suspensions d'hématite et le comportement hydrodynamique des particules d'hématite dans une cellule inclinée et de quantifier l'éventuel phénomène d'impact sur la cathode.

Mots-clés : Hématite, sédimentation, rhéologie, écoulement, cellule inclinée.

Study of the hydrodynamic behavior of concentrated suspensions of hematite particles : sedimentation, rheological behavior and forced flow in an inclined cell

Abstract

This thesis aims to develop scientific and technological knowledge needed to design a pilot production of steel by electrochemical reduction of hematite particles suspended in an alkaline medium at 110 °C in order to provide a reliable and environmentally friendly industrial process, as an alternative to the conventional process based on coal. The mixture considered contains a suspension of hematite of 12% by volume in an aqueous sodium hydroxide solution of 50% by weight. This thesis seeks to study the sedimentation and rheology of hematite suspensions and the hydrodynamic behavior of hematite particles in inclined cell and to quantify the possible phenomeno impact on the cathode.

Keywords : Hematite, sedimentation, rheology, flow, inclined cell.