



HAL
open science

Etude physique de l'épandage de produits viscoélastiques: cas des boues de STEP

Hervé Tabuteau

► **To cite this version:**

Hervé Tabuteau. Etude physique de l'épandage de produits viscoélastiques: cas des boues de STEP. Sciences of the Universe [physics]. ENGREF (AgroParisTech), 2005. English. NNT: . pastel-00001033

HAL Id: pastel-00001033

<https://pastel.hal.science/pastel-00001033>

Submitted on 16 May 2006

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.

INTRODUCTION	5
CHAPITRE 1 : THIXOTROPIE DES BOUES	12
1 INTRODUCTION	12
1.1 RHEOLOGIE DES BOUES PATEUSES : RESULTATS ANTERIEURS.	12
1.2 THIXOTROPIE DES MATERIAUX PATEUX	13
2 MATERIEL ET METHODES	14
2.1 CARACTERISTIQUES DES MATERIAUX	14
2.2 LE RHEOMETRE	15
2.3 GEOMETRIE D'ETUDES	15
2.3.1 <i>Plans parallèles</i>	15
2.3.2 <i>Cylindres coaxiaux à large entrefer</i>	17
2.4 PROCEDURES EXPERIMENTALES	19
2.4.1 <i>Reproductibilité des mesures</i>	19
2.4.2 <i>Régime permanent</i>	19
2.4.3 <i>Utilisation de la géométrie à cylindre coaxiaux</i>	20
3 COMPORTEMENT GENERAL DES BOUES PATEUSES	20
3.1 BIFURCATION DE VISCOSITE	20
3.1.1 <i>Validation par l'Imagerie par Résonance Magnétique Nucléaire</i>	21
3.2 COMPORTEMENT POUR DES CONTRAINTES INFERIEURES AU SEUIL D'ECOULEMENT τ_c	23
3.2.1 <i>Dynamique lente pendant de la période de repos</i>	23
3.2.2 <i>Evolution au cours du fluage</i>	25
3.2.3 <i>Analogie avec le vieillissement dans les systèmes colloïdaux</i>	27
3.2.4 <i>Evolution de la réponse en fonction du rapport t / t_c^*</i>	28
3.2.4.1.1 <i>Réponse mécanique lorsque $\tau \geq \tau_c$</i>	29
3.2.5 <i>Vieillessement des produits pâteux</i>	31
3.3 DISCUSSION	34
3.4 LA COURBE D'ECOULEMENT	35
4 CONCLUSION	37

CHAPITRE 2 : ETUDE DU GLISSEMENT	38
1 GLISSEMENT LORS DU CISAILLEMENT DES FLUIDES A SEUIL	38
2 ETUDE DU GLISSEMENT DES BOUES RESIDUAIRES PATEUSES	41
2.1 MISE EN EVIDENCE DU GLISSEMENT	41
2.2 PROPRIETES DU GLISSEMENT AUX FAIBLES CONTRAINTES	44
2.2.1 <i>Evolution du glissement avec la contrainte</i>	49
2.3 BIFURCATION DE VISCOSITE ET LOCALISATION DU CISAILLEMENT	51
2.3.1 <i>Comparaison des courbes</i>	53
2.3.2 <i>Cisaillement à vitesse imposée</i>	54
2.4 DOMAINE DE VALIDITE DES RESULTATS : INFLUENCE DES PROTOCOLES DE MESURES	56
2.4.1 <i>La vitesse de précisaillement</i>	56
2.4.2 <i>La période de repos</i>	58
2.4.2.1 Réponse mécanique pour $0 \leq \tau < \tau_l$	59
2.4.2.2 Réponse mécanique pour $\tau \geq \tau_c$	62
2.5 INFLUENCE DE LA NATURE DE LA SURFACE	65
2.6 CONCLUSION	67
CHAPITRE 3 : ETALEMENT SUR LE DISQUE	68
1 DYNAMIQUE D'ETALEMENT D'UN LIQUIDE SUR UN DISQUE EN ROTATION	68
2 ETALEMENT DES FLUIDES A SEUIL	70
3 MATERIELS ET METHODES	73
3.1 DISPOSITIF EXPERIMENTAL	73
3.2 PRISES DE VUE ET OBTENTION DES POINTS	77
3.2.1 <i>Prise de vue verticale</i>	78
3.2.2 <i>Prise de vue horizontale</i>	79
4 CARACTERISTIQUES GENERALES DE L'ETALEMENT SUR LE DISQUE EN ROTATION	80
4.1 EVOLUTION DU RAYON D'ETALEMENT FINAL AVEC LA VITESSE DE ROTATION	80

4.2	EVOLUTION DE L'ETALEMENT AU COURS DU TEMPS	83
4.2.1	<i>Premier régime de vitesse : $\omega \leq \omega_c$</i>	84
4.2.2	<i>Deuxième régime de vitesse : $\omega > \omega_c$</i>	85
4.3	INFLUENCE DE LA NATURE DE LA SURFACE	86
4.4	ETUDE DE LA DEFORMATION LORS DE L'ETALEMENT CIRCULAIRE	88
4.5	INFLUENCE DE L'ACCELERATION ANGULAIRE	89
4.6	INFLUENCE DES DIMENSIONS DE L'ECHANTILLON	92
4.7	INFLUENCE DU SEUIL DE CONTRAINTE SUR LES PROPRIETES DE L'ETALEMENT	94
4.8	EVOLUTION DES DEPLACEMENTS A LA SURFACE DE L'ECHANTILLON	96
4.9	DETERMINATION DU PROFIL DE L'ECHANTILLON $h(r)$	97
4.10	ETUDE DU DEPLACEMENT DES TRACEURS	99
5	ANALYSE DE L'ETALEMENT	104
5.1	COMPORTEMENT POUR $\omega < \omega_c$	104
5.1.1	<i>Elongation simple</i>	104
5.1.2	<i>Comparaison avec les résultats expérimentaux</i>	108
5.2	COMPORTEMENT POUR $\omega = \omega_c$	111
5.2.1	<i>Contrainte critique associée à l'étalement rapide</i>	112
5.2.2	<i>Variation de la contrainte seuil avec les dimensions du cylindre</i>	114
5.3	EVOLUTION DE L'ETALEMENT POUR $\omega > \omega_c$	114
5.3.1	<i>Formation du dôme central et du bourrelet</i>	114
5.3.2	<i>Etalement du bourrelet</i>	115
5.4	EVOLUTION DE L'ETALEMENT POUR $\omega > \omega_c$	117
5.4.1	<i>Variation du rayon d'étalement après l'étalement circulaire</i>	117
5.4.2	<i>Formation des digitations</i>	120
6	CONCLUSION	121
	CHAPITRE 4 : ETALEMENT DES BOUES PATEUSES	123
1	MATERIAUX	123
2	ETALEMENT PENDANT LA RAMPE DE VITESSE	123

2.1	BOUE PATEUSE MOYENNE	124
2.1.1	<i>Boue pâteuse plastique</i>	125
2.2	DISCUSSION	126
3	COMPORTEMENT DES BOUES PATEUSES SUR LA TABLE D'EPANDAGE	127
3.1	EVOLUTION DE L'ETALEMENT A LA SURFACE DU DISQUE	128
3.2	INFLUENCE DE LA PALE	129
3.2.1	<i>Echantillon centré</i>	129
3.2.2	<i>Echantillon excentré</i>	130
3.3	DISCUSSION	133
4	CONCLUSION	134
	CONCLUSION ET PERSPECTIVES	136
	BIBLIOGRAPHIE	139
	ANNEXE : CARACTERISTIQUES RHEOLOGIQUES DES FLUIDES	143
1.	LE GEL DE COIFFURE	143
5	LE GEL DE COIFFURE « VIVELLE » ET LES SOLUTIONS DE CARBOPOL	145

Introduction

La valorisation des boues résiduaires, issues du traitement des eaux usées, est essentiellement orientée vers deux voies : l'utilisation en agriculture ou l'incinération. Malgré son évolution croissante l'incinération des boues, qui représente 15 à 20 % des boues traitées reste minoritaire car elle nécessite l'utilisation d'installations dont le coût ne peut être supporté par les agglomérations de taille moyenne. Par conséquent, la filière agricole demeure le principal débouché pour ce résidu du traitement des eaux usées en France avec plus de 60% des boues urbaines épandues.

Cette filière est d'autant plus intéressante qu'elle permet de bien valoriser les boues résiduaires dans le domaine agricole : l'épandage de boues de bonne qualité, dans le strict respect des normes, apparaît comme un excellent amendement naturel pour les agriculteurs, surtout dans les régions de culture intensive où le sol est souvent carencé [1]. En effet, les boues possèdent une valeur agronomique intéressante car elles sont en général riches en éléments fertilisants (azote, phosphore, potassium, calcium et magnésium).

Par ailleurs, la controverse sociale sur la sécurité des boues tend à s'estomper [1]. L'état des connaissances sur les effets de l'utilisation des boues sur l'environnement montre que les modifications induites n'ont que peu ou pas d'impacts sur la productivité des sols (à moyen terme) et que l'accumulation des métaux lourds est comparable à celle imputable à d'autres sources (engrais minéraux, retombées atmosphériques) [1]. De plus, l'épandage ne concerne actuellement qu'une petite partie de la surface agricole du pays, ce qui limite d'autant plus son impact sur l'environnement. En ce qui concerne les effets sanitaires, une évaluation des risques a été menée. Il en ressort dans l'état actuel des connaissances que [1]:

- les excès de risques, pour la population, aux éléments traces métalliques et composés traces organiques sont inférieures aux seuils d'acceptabilité généralement admis pour les risques environnementaux.
- les excès de risques imputables aux micro organismes sont quasiment impossibles à quantifier.

Par conséquent, d'un point de vue sanitaire et agronomique, les problèmes d'aptitude à l'épandage des boues semblent réglés. Toutefois pour que le recyclage agricole soit viable

l'ensemble de la filière doit être parfaitement maîtrisé, notamment au cours de la mise en œuvre pratique de l'épandage, lorsque les boues sont répandues sur la parcelle agricole. Ceci permet d'assurer que les besoins de fertilisations des cultures et les critères sanitaires préalablement établis sont bien respectés tout au long du processus d'épandage. En particulier, deux conditions indispensables, qui dépendent fortement du choix du matériel d'épandage et de ses réglages, doivent être réunies pour que l'épandage soit effectivement considéré comme acceptable :

- un apport d'une dose connue, soit d'une quantité de produit sur une unité de surface (un enregistrement des quantités réellement épandues doit être effectué en continu au cours de l'épandage pour vérifier l'efficacité du réglage).
- une répartition homogène du produit : les quantités de boues apportés doivent être les mêmes en tout point de la parcelle (choix du matériel d'épandage en adéquation avec la consistance du produit à épandre).

Or, actuellement, aucune de ces conditions n'est réellement respectée lors de l'épandage de boues pâteuses. De manière générale les doses épandues sur la totalité de la parcelle sont plus fortes que les doses souhaitées, la fragmentation du produit n'étant pas suffisante [3]. D'autre part, à la fin du chantier d'épandage, on constate que la répartition du produit sur la parcelle est hétérogène : des monticules côtoient des zones qui ne sont pas recouvertes par la boue. Au niveau agronomique, la présence de tels paquets sur le sol entraîne au labour soit une asphyxie, soit un excès de matière organique inutile dans le meilleur des cas.

Les principales raisons invoquées pour expliquer cette qualité médiocre de la répartition au sol sont l'inadéquation des matériels d'épandage avec les produits à épandre ou l'utilisation de réglages qui ne tiennent pas compte des caractéristiques du matériau. Ce problème de mauvaise répartition au sol concerne d'ailleurs tous les effluents d'élevage non pompables épandus par des systèmes de projection différents (tables d'épandage, hérissons, tonne à lisier) [3].

Dans le cas des boues pâteuses, les épandeurs caractéristiques sont constitués d'un caisson étanche, dont la vidange est assurée par une vis d'Archimède qui 'extrude' le matériau vers la sortie de la caisse dont l'ouverture est réglée par une trappe. A cet endroit la boue tombe sur la table d'épandage, constituée de deux disques en rotation. Ces derniers projettent le matériau sous l'action de la force centrifuge, formant ainsi une nappe qui recouvre le sol à l'arrière de l'épandeur, (cf. fig. 0.1). Ce processus de vidange n'est pas statique, mais il s'effectue alors que le tracteur, auquel est attelé la remorque épandeuse, progresse sur le

champ. Dès lors, la répartition au sol observée à la fin du chantier résulte de la superposition des différentes nappes obtenues au cours de l'avancement du tracteur.

A la fin du chantier d'épandage, l'étude des courbes de répartition longitudinale et transversale de produit pâteux au champ met en évidence des dysfonctionnements associés aux écoulements dans chaque partie de l'épandeur, (cf. figures 0.2 et 0.3).

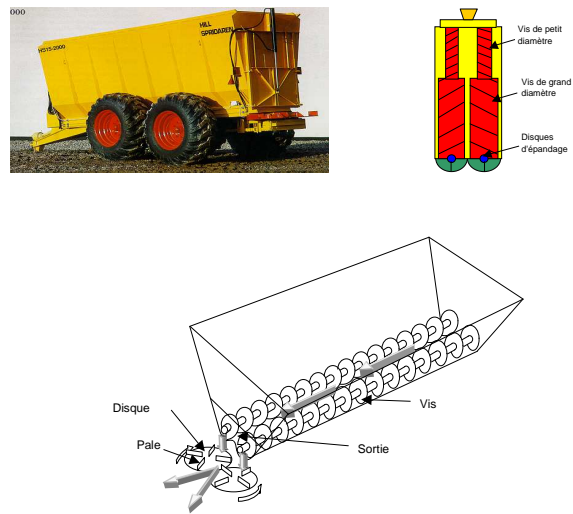


Figure 0.1 : **haut (gauche)** Photo d'un épandeur spécifique de boues pâteuses **haut (droite)** Vue de dessus du dispositif de vis extrudeuse. **bas** Principe de fonctionnement des épandeurs à boues pâteuses, les flèches symbolisent le trajet de la boue.

A partir de la courbe de répartition longitudinale, qui est contrôlée par le travail des vis et l'ouverture de la trappe arrière, on constate que le débit n'est pas constant à la sortie de l'épandeur, au cours de la vidange, (cf. fig. 0.2). L'efficacité de ce dispositif est directement liée à la consistance du produit, [3]: plus la boue devient pâteuse voire solide, plus le débit est

discontinu, le produit s'écoulant par à-coups. Ce phénomène s'explique par la formation de voûtes au-dessus des vis, leur effondrement entraînant de fortes augmentations de débit.

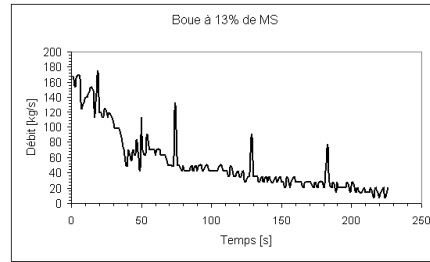


Figure 0.2 : Evolution du débit en fonction du temps, avec un épandeur Hill, pour une boue à 13 % de matière sèche [2].

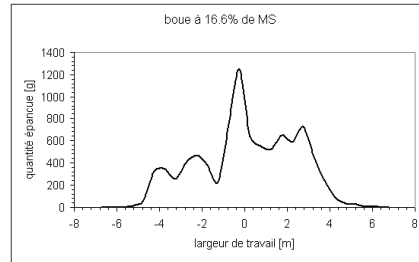


Figure 0.3 : Répartition transversale avec un épandeur Hill, avec des réglages identiques à l'essai précédent (cf. fig. 0.2).

La courbe de la répartition transversale, liée quant à elle au travail des disques ainsi qu'à leur alimentation, renseigne sur la quantité de produit apportée dans le sens transversal à l'avancement de l'épandeur. Pour que cette répartition soit satisfaisante, il faut donc au départ un débit régulier. Cependant, même si cette dernière condition est vérifiée, le réglage de la

vitesse de rotation des disque étant optimisé, on obtient une mauvaise répartition, (cf. fig. 0.3). On constate que la répartition transversale dépend aussi de la consistance de la boue pâteuse : si elle est plutôt fluide, elle engendre un épandage dense dans l'axe d'avancement de l'épandeur ; alors qu'avec une boue plus épaisse, les zones les plus recouvertes se trouvent sur les côtés de la trajectoire de l'épandeur.

L'analyse de ces deux courbes caractéristiques de l'épandage de boue pâteuse permet d'expliquer l'hétérogénéité de la taille des mottes projetées sur le sol. De plus, elle nous indique que l'adaptation des réglages des systèmes mécaniques (vis et disques) à la consistance du produit à épandre est une condition obligatoire pour obtenir une répartition en taille de motte plus homogène. Cependant, même si ces réglages sont optimisés de telle sorte que le débit soit constant, ce qui est loin d'être le cas en pratique pour les différentes consistances de boue, la répartition au sol dépend alors entièrement de l'écoulement sur le disque.

Dans la suite de ce document nous supposons que le problème de la variation du débit associée au convoyage de la boue dans la caisse de l'épandeur est secondaire et nous nous attacherons plutôt à décrire et à déterminer les caractéristiques de l'écoulement sur les disques. En effet, si l'optimisation des conditions d'utilisation de la table d'épandage, au regard des propriétés mécaniques des boues, et en s'assurant que le débit est maîtrisé, ne permet pas d'obtenir une répartition spatiale acceptable d'un point de vue agronomique, le dispositif d'épandage devra être alors modifié, voire complètement changé.

Toutefois, l'étude de l'écoulement sur le disque dans les conditions d'épandage ne semble pas réaliste. En effet, dans cette configuration on doit considérer successivement trois écoulements qui résultent de phénomènes physiques complexes :

1. la boue tombe de manière discontinue, par paquets, sur le disque qui tourne à vitesse élevée (800 tours/min.). L'étalement du produit va dépendre d'une part de l'impact sur le disque, lié à la hauteur de chute et à la masse des paquets, d'autre part des forces inertielles qui résulte de l'accélération instantanée que subit la boue lorsqu'elle arrive au contact du disque.
2. La boue s'écoule alors sur le disque, la force centrifuge étant le principal moteur de l'étalement, l'influence de la pale devant être mise en évidence.
3. Finalement, en sortie de disque, la boue se fragmente et est éjectée sous forme de paquets.

Nous avons donc décidé de nous limiter à l'établissement des propriétés de l'écoulement sur le disque en s'affranchissant des problèmes liées à la chute sur le disque. Dans ces conditions, notre problème se réduit à l'établissement des propriétés d'écoulement de la boue sur une surface, ce qui nécessite simplement la connaissance de la loi de comportement du matériau. En effet, cette loi permet de relier de manière univoque les contraintes imposées au matériau, qui résulte ici de la force centrifuge, à la déformation que subit le matériau.

Or, l'établissement des propriétés de l'écoulement à partir de la loi de comportement du matériau n'est possible que si aucun phénomène perturbateur, imputable aux conditions expérimentales, n'est présent. En effet, la présence de ces phénomènes entraîne généralement une localisation de la contrainte, le matériau n'est alors que partiellement cisailé et ne se comporte plus comme un milieu continu et homogène. Dès lors, l'écoulement du matériau ne se produit plus selon les hypothèses nécessaires pour établir une loi de comportement.

Dans notre cas, seule l'interface entre le fluide et la surface du disque pouvant induire de tels phénomènes perturbateurs (glissement, fracturation), une étude au préalable des propriétés de l'écoulement dans cette zone est nécessaire. D'un point de vue pratique, la présence de glissement à l'interface entre la boue et la surface du disque peut permettre aux paquets de boue d'arriver au bord du disque sans avoir subi de déformation.

Cependant, il semble difficile de déterminer directement, à partir de l'étude sur le disque, la présence ou non de ces phénomènes, leur influence possible sur les propriétés de l'écoulement. Néanmoins, leur caractérisation au cours d'écoulement peut être obtenue à partir d'expériences de rhéométrie. Dans ce cas, l'écoulement du matériau se déroule dans des géométries simples ou le cisaillement est bien maîtrisé, ce qui permet de mieux comprendre le changement de comportement du matériau lorsque les conditions expérimentales varient. En particulier, on peut établir plus clairement l'incidence qu'à la nature de la surface (rugosité, mouillabilité) qui induit le cisaillement, sur l'écoulement à sa périphérie.

Dans un premier chapitre, nous étudierons les propriétés rhéologiques des boues pâteuses, à la lumière des développements récents dans le domaine de la rhéologie des produits pâteux.

Nous déterminerons ensuite les caractéristiques du glissement des boues sur une paroi lors d'un cisaillement. L'établissement des caractéristiques de l'écoulement, avec et sans glissement, sera établi à partir de mesures de rhéométrie, en utilisant plusieurs états de

surface. Nous déterminerons en particulier les conditions d'apparition du glissement ainsi que son évolution avec la contrainte.

Par la suite, au cours d'un troisième chapitre, nous nous attacherons à déterminer les caractéristiques de l'écoulement de fluides à seuil modèles sur un disque tournant. A cette occasion, nous mettrons en évidence le mécanisme qui régit l'écoulement, en tenant compte en particulier des propriétés de l'interface entre le matériau et la surface du disque.

Finalement, avant de conclure, nous nous intéresserons à l'évolution des propriétés de l'écoulement des boues pâteuses sur le disque en nous appuyant sur l'analyse faite avec les fluides à seuil modèles. Nous étudierons ensuite l'écoulement de la boue sur le disque muni d'une pale, dispositif étant plus proche de la table d'épandage.

CHAPITRE 1 : Thixotropie des boues

La compréhension de l'écoulement des boues sur la table d'épandage nécessite la connaissance préalable de la loi de comportement du matériau, qui relie de manière univoque la contrainte à l'histoire de la déformation.

L'objectif de ce chapitre est de déterminer la loi de comportement des boues pâteuses lors d'un cisaillement simple à partir d'expériences de rhéométrie. On établit une relation entre la contrainte de cisaillement imposée par l'appareil et le taux de déformation du matériau résultant.

1 Introduction

1.1 Rhéologie des boues pâteuses : résultats antérieurs.

Le comportement rhéologique des boues résiduelles pâteuses a été étudié principalement par Baudez, [4] et par Chaari [6]. Lors de ses travaux, Baudez a montré que la boue possède trois régimes d'écoulement séparés par deux contraintes critiques, τ_1 et τ_2 , (cf. fig. 1.1):

- $\tau < \tau_1$, le matériau est viscoélastique linéaire. Un modèle de Burgers à quatre paramètres décrit bien le comportement observé.
- $\tau > \tau_1$, le matériau est viscoélastique non-linéaire. La loi de comportement obéit à un modèle de Herschel-Bulkley, $\tau = \tau_1 + K\dot{\gamma}^n$, où la contrainte τ_1 est définie comme la transition entre le régime linéaire et le régime non-linéaire, (cf. fig. 1.2).
- $\tau > \tau_2$, $\tau = K\dot{\gamma}^n$, la composante visqueuse est prépondérante.

D'autres études portant sur la rhéologie des boues pâteuses ont été publiées, mais elles proviennent de tests empiriques tels que le pénétromètre [7] ou le « Kasumeter » [8] et ne permettent pas d'obtenir la loi de comportement du matériau.

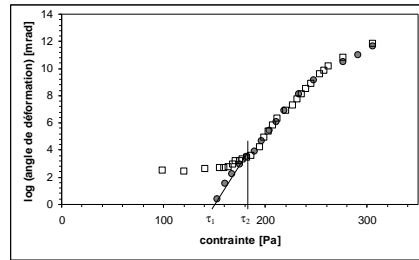


Figure 1.1 : Angle de déformation en fonction de la contrainte pour des paliers croissants, entrecoupés de périodes de repos et pour des paliers décroissants, sans repos. τ_1 et τ_2 sont les deux seuils de contrainte définis par Baudé [4], pour une boue pâteuse.

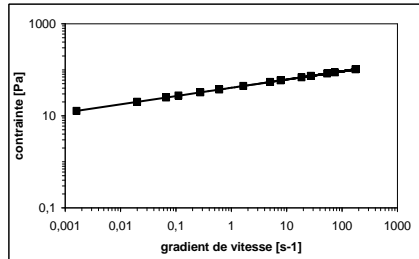


Figure 1.2: courbe d'écoulement typique d'une boue résiduaire pâteuse. Les paramètres du modèle de Herschel-Bulkley (ligne continue) interpolé sur les points expérimentaux, sont : $\tau_1 = 11$ Pa, $K = 40$ Pa.sⁿ, $n=0,18$, $R^2 = 1$.

1.2 Thixotropie des matériaux pâteux

La dualité de comportement des boues résiduaire (linéaires aux faibles contraintes, non-linéaire aux fortes contraintes obéissant à un modèle de Herschel-Bulkley) a été observée pour un grand nombre de produits pâteux (mousses, émulsions, gel, suspensions concentrées). On considère habituellement que ces matériaux sont des fluides à seuil simples, c'est-à-dire

capables de s'écouler en régime permanent à des vitesses d'autant plus faibles que la contrainte appliquée s'approche de la contrainte seuil. Cependant des travaux récents ont montré que les écoulements de ces fluides à faible vitesse sont instables [8-10]. A contrainte imposée, il se produit ainsi une bifurcation de viscosité autour d'une contrainte critique : le fluide évolue soit vers un arrêt complet, soit vers un écoulement rapide. De plus, la valeur de la contrainte critique augmente avec le temps de repos précédant le cisaillement, ce qui signifie que le seuil de contrainte n'est pas une donnée unique du fluide mais qu'il dépend de l'histoire mécanique du matériau.

Il ressort de ces études que le comportement des produits pâteux résulte de la compétition entre d'une part le rajeunissement induit par l'écoulement et, d'autre part, le vieillissement du matériau pendant la période de repos. Lorsque la contrainte est inférieure à la contrainte critique, le vieillissement domine et la viscosité ne cesse d'augmenter au cours du fluage. Pour des contraintes supérieures à la valeur critique, le rajeunissement dû au cisaillement prend le pas sur le vieillissement, la viscosité diminue, l'écoulement s'accélère et engendre encore plus de rajeunissement : un effet d'avalanche en résulte. On obtient alors un écoulement en régime permanent.

Dans ce chapitre nous allons étudier en utilisant un protocole adapté à l'étude des produits thixotropes, dans quelle mesure le comportement des boues résiduaire à contrainte imposée résulte aussi de la compétition entre vieillissement et rajeunissement.

2 matériel et méthodes

2.1 Caractéristiques des matériaux

Nous utilisons des boues résiduaire pâteuses issues du traitement des eaux usées. A la fin de ce traitement la boue étant extrêmement liquide, pour réduire les volumes à traiter, on élimine l'eau libre. Pour cela on procède à un épaissement des boues. Ces dernières sont floculées avec un polyélectrolyte, ce qui permet de casser la stabilité colloïdale et d'augmenter artificiellement la taille des particules. Les boues sont ensuite acheminées vers un filtre presse pour être déshydratées, i.e., pour enlever l'eau libre. Les boues utilisées dans cette étude sont récupérées après l'étape de déshydratation. Le produit final est principalement constitué d'eau, de particules minérales, de polymères organiques (polysaccharides, protéines, acides gras) et de polyélectrolytes (composition exacte inconnue). On procède à leur

déflocculation avant leur utilisation. Des boues issues de différentes stations d'épuration ont été utilisées mais les résultats présentés dans ce chapitre ne concernent qu'une seule boue, car ils représentatifs du comportement des boues pâteuses sous cisaillement.

Nous avons aussi utilisé dans cette étude des fluides à seuil modèles, de la mayonnaise (Amora), un gel de coiffure (Vivelle fixation Extra Fort), qui ont un comportement rhéologique proche de celui des boues résiduaires pâteuses [4], et une suspension de bentonite (18 % en masse). Cette suspension est préparée de la manière suivante : la bentonite en poudre est dispersée dans de l'eau non-distillée puis brasée à l'aide d'un agitateur magnétique puis avec un mixer pendant 1 heure. La suspension est laissée au repos pendant 24 heures avant son utilisation.

2.2 Le rhéomètre

L'appareil utilisé est un rhéomètre rotationnel *Physica MCI+* (Paar-Physica), équipé soit d'une géométrie à cylindres coaxiaux soit d'une géométrie à plans parallèles, qui travaille à contrainte imposée, le moteur étant calibré pour appliquer des couples compris entre 5 et 50 mN.m. Le système de mesure de déplacements est capable de détecter des déplacements supérieurs à 8.10^{-4} rad. La vitesse angulaire peut être mesurée dans la gamme ($3. 10^{-2}$; 125 rad/s). Par ailleurs, il est possible d'effectuer des mesures des tests à vitesse imposée grâce à une régulation électronique.

2.3 Géométrie d'études

2.3.1 Plans parallèles

La géométrie plan-plan est composée de deux disques coaxiaux en rotation relative. Le gradient de vitesse de cisaillement à la périphérie, $\dot{\gamma}_R$, se calcule à partir de la vitesse de rotation, Ω , imposée au disque supérieur :

$$\dot{\gamma}_R = \frac{\Omega R}{H} \quad (1)$$

où R [mm] est le rayon des disques, H [mm] l'entrefer et Ω [rad/s] la vitesse de rotation relative des deux disques.

Le couple appliqué au disque mobile s'écrit :

$$C = \int_0^R 2\pi r \tau(r) dr = -\frac{2\pi}{(\Omega/H)^3} \int_0^{R\Omega/H} \dot{\gamma}^2 \tau(\dot{\gamma}) d\dot{\gamma} \quad (2)$$

En différenciant cette intégrale par rapport à $\dot{\gamma}_R$, on obtient l'expression de la contrainte de cisaillement :

$$\tau = \frac{3C}{2\pi R^3} + \frac{\dot{\gamma}_R}{2\pi R^3} \frac{dC}{d\dot{\gamma}_R} \quad (3)$$

La contrainte maximale appliquée n'excédera jamais trois fois le seuil de contrainte, si bien que le second terme de l'expression ci-dessus restera toujours négligeable, [11].

On mesurera donc les couples de points définis par :

$$\dot{\gamma}_R = \frac{\Omega R}{H} \quad (4)$$

$$\tau = \frac{3C}{2\pi R^3} \quad (5)$$

Dans le cas des fluides à seuil, ces expressions doivent être modifiées pour tenir compte du creusement : la périphérie de l'échantillon initialement verticale se déforme au cours du cisaillement vers l'intérieur du matériau, (cf. fig. 1.3). La profondeur du creux formé par rapport à la surface initiale est désignée par e . On peut montrer que le fluide est cisailé partout dans l'entrefer sauf dans les deux bourrelets en contact avec les outils, situés de part et d'autre du creux, à la périphérie de l'échantillon ; le volume réellement cisailé est alors plus petit que le volume initial. En première approximation on tient compte du creusement, en effectuant une correction sur le rayon R dans les expressions précédentes :

$$\dot{\gamma}_R = \frac{\Omega(R-e)}{H} \quad (6)$$

$$\tau = \frac{3C}{2\pi(R-e)^3} \quad (7)$$

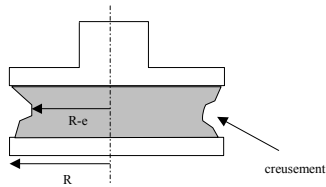


Figure 1.3: Représentation schématique du creusement au cours d'un test de rhéométrie dans la géométrie plan-plan. Le volume de fluide cisailé est compris dans un cylindre de rayon effectif $R-e$.

Par la suite lorsque l'on voudra déterminer la courbe d'écoulement à vitesse imposée nous utiliserons la géométrie plan-plan, mieux adaptée dans ce cas. Le protocole de mesure utilisé nous permet de tenir compte du creusement pour chaque palier de vitesse [4] : on précisaille la boue pendant deux minutes à 300 s^{-1} puis on applique par paliers de 15 secondes, 15 gradients théoriques entre 1 s^{-1} et 200 s^{-1} , entrecoupés de palier de 15 secondes à 300 s^{-1} , puis on mesure les contraintes théoriques associées. On ne tient compte des résultats obtenus que si le creusement est faible ($R-e \sim R$).

2.3.2 Cylindres coaxiaux à large entrefer

Cette géométrie est composée de deux cylindres coaxiaux en rotation relative, (cf. fig. 1.4). Dans le modèle utilisé, le cylindre extérieur est fixe et le cylindre intérieur est mobile. Un des inconvénients majeurs de cette géométrie réside dans l'hétérogénéité de la contrainte et celle du gradient de cisaillement entre les deux cylindres. En effet, le couple appliqué étant transmis à travers tout l'échantillon, la contrainte résultante varie comme l'inverse de la distance à l'axe central au carré. La loi de comportement entre la contrainte et le gradient de cisaillement est une relation de la forme :

$$\tau = f(\dot{\gamma}) \Leftrightarrow \dot{\gamma} = \zeta(\tau) = \left(\frac{C}{2\pi R^2 L} \right) \quad (8)$$

Où R est la distance entre les deux cylindres.

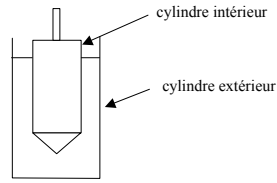


Figure 1.4 : schéma de la géométrie à cylindres coaxiaux.

Dans notre cas où l'entrefer est large, la détermination de cette loi de comportement en cisaillement simple nécessite une procédure particulière [12].

Le gradient de vitesse s'écrit :

$$\dot{\gamma}_s = r \frac{d\omega}{dr}$$

et la vitesse relative :

$$\Omega = \int_{R_1}^{R_2} \frac{d\omega}{dr} dr = \int_{R_1}^{R_2} \frac{1}{r} \xi \left(\frac{C}{2\pi^2 L} \right) dr = -\frac{1}{2} \int_{\tau(R_1)}^{\tau(R_2)} \frac{\xi(\tau)}{\tau} d\tau$$

en opérant le changement de variable $\tau = \frac{C}{2\pi^2 L}$, et en utilisant ξ la fonction inverse de la loi de comportement ($\dot{\gamma} = \xi(\tau)$). En dérivant cette expression par rapport au couple, on obtient :

$$\frac{\partial \Omega}{\partial C} = \frac{1}{2C} [\xi(\tau(R_1)) - \xi(\tau(R_2))]$$

Posons $\beta = (R_1/R_2)^2$ et $Y(\tau(R_1)) = 2C \partial \Omega / \partial C = \xi(\tau(R_1)) - \xi(\tau(\beta R_1))$

On en déduit l'expression de la fonction inverse de la loi de comportement, sous la forme d'une série :

$$\xi(\tau(R_1)) = \sum_{n=0}^{\infty} \gamma(\beta^n \tau(R_1)) \quad (9)$$

D'un point de vue pratique on détermine la fonction ξ en traçant tout d'abord la courbe du couple C en fonction de la vitesse de rotation ω , obtenue expérimentalement, sur laquelle

on calcule une loi. A partir des paramètres de cette loi on détermine chaque terme de la série pour plusieurs valeurs successives de n jusqu'à ce que la série converge.

Les doublets (ω, τ) servent à déterminer la courbe d'écoulement, qui associe une contrainte à une vitesse de déformation unique, selon la méthode qui vient d'être définie. On détermine la vitesse de déformation à partir du calcul de la vitesse moyenne de rotation sur les dix dernières secondes du palier de contrainte.

Par la suite, pour établir les courbes d'écoulement, nous utiliserons un protocole déjà validé sur les boues pâteuses par Baudez [4] : après un précisaillement de deux minutes à trois tours/seconde, on impose successivement des paliers de contrainte croissants entrecoupés de paliers à contrainte nulle durant une minute.

2.4 Procédures expérimentales

2.4.1 Reproductibilité des mesures

L'obtention de résultats reproductibles n'est possible que si la mise en place de l'échantillon dans la cellule de mesure et l'histoire mécanique subie par le matériau avant le fluage sont parfaitement contrôlées. Une méthode couramment utilisée consiste à précisaillement le matériau à vitesse élevée (plus de 300 tours/min.) pour atteindre le régime permanent. Ceci permet d'amener le fluide dans un état de cisaillement de référence identique pour tous les tests de fluage. Après cette première étape, le matériau est laissé au repos pendant un temps connu. Par la suite, ce protocole sera utilisé systématiquement avant chaque palier de contrainte.

2.4.2 Régime permanent

Lors de l'étude de Baudez [4] la durée des paliers de contrainte est fixée à une minute et la vitesse de déformation en régime permanent est déterminée sur les dix dernières secondes des paliers. Dans notre cas, nous avons choisi de suivre l'évolution de la déformation sur des temps plus longs, pour s'assurer que le matériau a atteint un régime permanent à la fin du fluage, et/ou pour observer d'éventuels effets du vieillissement.

2.4.3 Utilisation de la géométrie à cylindre coaxiaux

Tous les tests de fluage sont réalisés en utilisant la géométrie à cylindres coaxiaux, ce qui permet de minimiser l'influence des effets de bords et de s'affranchir des problèmes de séchage de l'échantillon lors de cisaillement prolongé. Cependant, l'utilisation de larges entrefers rendant délicat le calcul de la déformation, et pour éviter toute complication de traitement des données dans cette géométrie, nous reportons simplement l'évolution dans le temps de l'angle de rotation. Cette approche a été validée lors d'études antérieures sur le comportement rhéologique des boues pâteuses, avec des entrefers larges [4].

L'ensemble des résultats expérimentaux a été obtenu avec des boues d'origines diverses et de consistance variable (liquide, pâteuse), mais ceux présentés à titre d'illustration concernent seulement une boue résiduaire pâteuse.

3 Comportement général des boues pâteuses

3.1 Bifurcation de viscosité

Dans la suite, nous allons étendre notre étude aux contraintes supérieures au premier seuil de contrainte, τ_1 . On rappelle que cette contrainte correspond à la transition entre le régime viscoélastique linéaire et le régime non-linéaire défini par Baudez [4], (cf. §1.1).

Le protocole utilisé ici sera toujours composé d'une période de repos consécutive à un précisaillement, suivie d'un palier de contrainte, dont la durée est dorénavant portée à vingt minutes. Cette augmentation de la durée du palier de fluage nous permet principalement de repérer d'éventuelles évolutions temporelles de la vitesse de déformation. L'influence du précisaillement et de la période de repos seront ensuite examinées. Une étude comparative entre nos résultats et ceux de Baudez sera réalisée pour montrer l'importance du choix du protocole.

Les vitesses de rotation obtenues pour les différents niveaux de contrainte supérieurs à τ_1 , sont représentées sur la figure 1.5. Le matériau possède deux régimes d'écoulement délimités par une contrainte critique τ_c .

- Pour des contraintes inférieures à la valeur critique τ_c , la vitesse de rotation ne cesse de décroître et tend vers zéro, indiquant que le matériau ne s'écoule pratiquement

plus dans l'entrefer du rhéomètre. Toutefois, l'arrêt complet de l'écoulement n'est pas observé. Aucun écoulement en régime stationnaire n'est atteint aux temps longs dans cette gamme de contrainte.

- Pour les contraintes supérieures à τ_c , la vitesse de rotation augmente de manière continue puis elle devient rapidement constante. Un écoulement en régime permanent est alors atteint.

A partir de ces résultats, on définit la contrainte critique τ_c , qui sépare les deux régimes, comme étant le seuil de contrainte du matériau, dans le sens usuel du terme, i.e., la contrainte minimale pour initier l'écoulement homogène du matériau, [5]. Sous la contrainte critique τ_c , aucun écoulement en régime permanent ne peut être atteint sur la durée de nos paliers de fluage. Cependant, ce seuil de contrainte n'est pas associé, comme c'est le cas habituellement, à un gradient de cisaillement nul. Ceci a pour conséquence directe qu'une gamme de gradient de cisaillement est inaccessible en régime permanent.

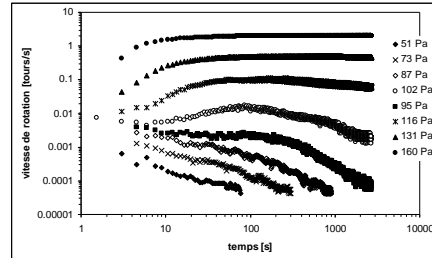


Figure 1.5 : Evolution temporelle de la vitesse de rotation pour différents niveaux de contraintes avec le mobile rugueux. Le seuil de contrainte, à partir duquel on obtient un écoulement homogène en régime permanent est ici de 120 Pa.

3.1.1 Validation par l'Imagerie par Résonance Magnétique Nucléaire

L'instabilité d'écoulement en dessous d'un gradient de vitesse critique n'est pas propre aux boues résiduaireuses pâteuses. Elle a été observée directement, en utilisant un dispositif d'imagerie par résonance magnétique (IRM), pour un grand nombre de fluides pâteux (mousses, émulsions concentrées, suspensions minérales), qui présentent aussi une

bifurcation de viscosité autour d'une contrainte critique [8-10] : il existe une rupture de pente du profil de vitesse à l'interface entre la zone cisailée et la zone non-cisailée, ce qui signifie que ces matériaux ne peuvent s'écouler de manière stable ou homogène pour des gradients de cisaillement inférieurs à une valeur critique.

Pour confirmer l'existence de cette instabilité lors du cisaillement des boues résiduelles pâteuses nous avons effectué des expériences avec l'IRM. Comme le dispositif et les procédures utilisés sont décrits en détails dans les études mentionnées plus haut [8], nous ne rappellerons que certains aspects. Nous avons utilisé un rhéomètre rotatif à vitesse imposée avec une géométrie à cylindres coaxiaux rugueux (cylindre intérieur mobile : $r_1 = 4$ cm, cylindre extérieur fixe $r_2 = 6$ cm, longueur $h = 11.4$ cm). Pour éviter les phénomènes de glissement aux parois, les cylindres sont recouverts de papier de verre P120 (rugosité moyenne de $150 \mu\text{m}$). Le rhéomètre est inséré dans un Imageur par Résonance Magnétique (Bruker). Ce dernier est équipé d'un aimant vertical fournissant un champ magnétique de 0.5 T (21 MHz) avec un tunnel de 40 cm de diamètre.

Les profils de vitesse présentés ici correspondent à la moyenne de profils élémentaires successifs obtenus toutes les 16 s. On n'observe aucune évolution apparente de ces profils au cours du temps ce qui nous indique qu'aucune hétérogénéité de densité ne se développe au cours du cisaillement. Le profil de vitesse obtenu montre que la limite entre la région cisailée et la région non-cisailée est obtenue pour une distance critique R_c , qui est associé au seuil d'écoulement du matériau [14]. Comme cela est prédit par une analyse simple [8], les profils de vitesses obtenus pour différentes vitesses de rotation se superposent sur une seule et même courbe, dans une représentation $(V/R_c; R/R_c)$, confirmant que le matériau possède un comportement unique lorsqu'il s'écoule de manière homogène en régime permanent, (cf. fig. 1.6).

Par ailleurs, les profils présentent tous une pente constante lorsqu'on s'approche de l'axe des abscisses, à proximité de la zone non-cisailée dans l'entrefer : l'intersection de la courbe avec l'axe des abscisses lorsque $R = R_c$ s'effectue pour un gradient de cisaillement fini. Ceci signifie en particulier, que l'arrêt de l'écoulement s'effectue alors que le gradient de cisaillement est non-nul, au voisinage de l'interface entre la zone cisailée et la zone non-cisailée. Le fluide ne peut pas donc s'écouler en régime permanent pour des gradients de cisaillement inférieur à cette valeur. Ces résultats viennent confirmer les observations réalisées à partir de la figure 1.5, (cf. § précédent).

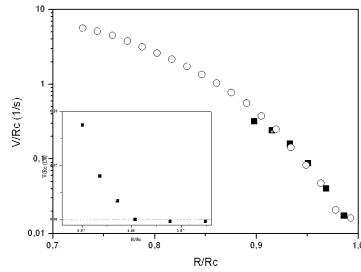


Figure 1.6 : Profils de vitesses tangentielles déterminés par IRM dans une géométrie couette pour deux vitesses de rotation imposées dans une représentation (V/R_c ; R/R_c). L'insert montre le profil de vitesse, pour la plus faible des vitesses de rotation, lorsqu'on se rapproche de la zone non-cisaillée.

3.2 Comportement pour des contraintes inférieures au seuil d'écoulement τ_c

Nous avons évoqué dans la partie précédente que la vitesse de déformation diminue lentement au début du fluage lorsque la contrainte imposée est inférieure au seuil d'écoulement. Toutefois, nous ne pouvons pas conclure que cette évolution est une réponse caractéristique des boues pâteuses lorsqu'elles sont soumises à une contrainte, tant que l'influence du protocole sur ces résultats n'est pas déterminée.

Dans ce qui suit, nous allons étudier dans quelle mesure les résultats qui viennent d'être décrits, sont modifiés lors de changement des paramètres du protocole qui précède le fluage, principalement la durée de la période de repos. Nous déterminerons ensuite quels sont les phénomènes physiques responsables de la diminution de la vitesse de déformation.

3.2.1 Dynamique lente pendant de la période de repos

Dans cette partie, nous avons suivi la variation de la déformation pendant la période de repos pour différentes vitesses de précisaillement. Ces dernières sont toutes supérieures à 0.05 tours/s, car c'est à partir de cette vitesse que nous avons observé un écoulement en régime permanent, (cf. § 2.4).

Pendant la période de repos, seule la déformation élastique (instantanée et retardée) accumulée au cours du précisaillage est recouvrée lentement [14], on parle alors de déformation de recouvrance. Son évolution au cours du temps s'effectue en deux étapes, (cf. fig. 1.7).

- Avant un temps de repos t' , la variation de l'angle de déformation en fonction du temps est bien décrite par une loi logarithmique.
- Après le temps t' , on observe une décroissance plus lente de la déformation de recouvrance, mais qui suit toujours une loi logarithmique

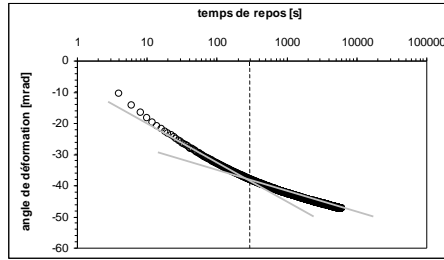


Figure 1. 7: Evolution de la déformation de recouvrance au cours de la période de repos qui suit le précisaillage (5 tours/s). Dès l'arrêt du cisaillement on observe une décroissance logarithmique de la déformation au cours du temps (première ligne continue) : $\varphi_1 = a \cdot \ln(t) + a_0$ avec $a = -6,08$ et $a_0 = -5,43$ et $R^2 = 0,993$. A partir de $t' = 300s$ on obtient une second évolution logarithmique de la déformation avec le temps, cette étant plus lente (deuxième ligne continue) : $\varphi_2 = b \cdot \ln(t) + b_0$ avec $b = -2,6$ et $b_0 = -26,04$ et $R^2 = 0,983$.

vitesse (tours/s)	a	R^2	b	R^2
0.03	-8.62	0.992	-4.1	0.983
0.05	-8.4	0.993	-3.76	0.984
0.1	-8.32	0.994	-3.32	0.982
0.5	-6.81	0.993	-3.08	0.986
1	-7	0.996	-3.1	0.985
2.5	-5.82	0.99	-2.6	0.983
5	-5.25	0.993	-2.86	0.983

Tableau 1.1 : Valeurs des coefficient a et b des deux lois logarithmiques en fonction de la vitesse de précisaillage, ainsi que les coefficients de détermination R^2 obtenus pour chaque fit logarithmique.

Quelle que soit l'intensité du précisaillage, nous obtenons toujours une évolution en deux temps de la déformation de recouvrance, (cf. tab. 1.1 et fig. 1.8). De plus, la durée de la première décroissance logarithmique de la recouvrance est toujours approximativement égale à t' pour chaque test. Par ailleurs, nous avons constaté que l'ensemble du phénomène de recouvrement dure aussi longtemps que l'expérience est poursuivie. On en déduit que l'équilibre mécanique n'est pas atteint à la fin de la période de repos. Cela signifie en particulier, que nous testons au cours du palier de contrainte qui suit la période de repos, un système qui n'a pas atteint l'équilibre.

Nous concluons aussi que l'évolution en deux temps au cours de la période de repos est indépendante de l'intensité du précisaillage. Nous allons maintenant regarder plus en détail l'influence de la période de repos sur le palier de contrainte qui suit.

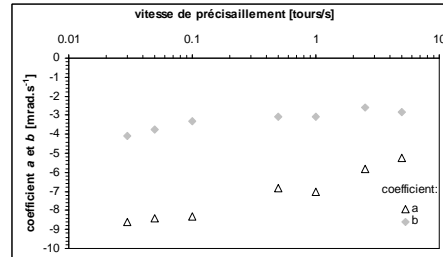


Figure 1.8 : Variation des coefficient a et b des deux loi logarithmiques (cf. fig. précédente) avec la vitesse de précisaillage.

3.2.2 Evolution au cours du fluage

L'influence de la période de repos sur la réponse du matériau au cours du fluage est étudiée à partir de l'évolution du rapport de l'angle de déformation mesuré sur la contrainte imposée $\varphi(t)/\tau$. Dans la suite, ce rapport sera appelé la « complaisance », $J(t)$, par analogie au nom attribué habituellement au rapport de la déformation sur la contrainte. La figure 1.9 présente la réponse typique de la boue lorsque la contrainte imposée, inférieure au seuil d'écoulement τ_c , est précédée de différents temps de repos.

La réponse aux temps courts correspond à l'élasticité instantanée du matériau. Nous avons constaté que la valeur initiale de la complaisance diminue avec le temps de repos. Ce qui signifie que le module élastique instantané du milieu augmente avec le temps de repos, le matériau se restructurant pendant cette période.

Aux temps longs, l'évolution de la complaisance avec le temps est décrite par une loi logarithmique, (cf. tab. 1.2). Ceci correspond à une décroissance de la vitesse de déformation comme l'inverse du temps ($1/t$), et conduit aux temps longs à un arrêt de l'écoulement, (cf. § 2.4, fig. 1.5).

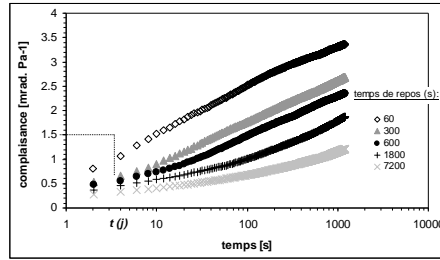


Figure 1.9: Evolution de la complaisance au cours du temps pour une contrainte imposée de 75 Pa, précédée de palier de repos de durée variable. Le temps nécessaire pour obtenir une même valeur de la complaisance (1 mrad.Pa^{-1}) augmente avec le temps de repos qui précède le fluage (ligne en pointillés) et est reporté sur la fig. 10.

temps de repos	a	b	R ²
1	0.365	0.812	0.998
5	0.364	0.095	0.999
10	0.348	-0.119	0.996
30	0.303	-0.349	0.97
120	0.186	-159	0.964

Tableau 1.2 : paramètres de la loi logarithmique, $J(t)=a.\ln(t)+b$ interpolée sur les points expérimentaux de la figure 1.9.

Par ailleurs, la réponse est d'autant plus lente que la période de repos est grande. Comme le montre la figure 1.10, nous trouvons que le temps nécessaire pour obtenir une

même valeur de la complaisance pour chaque test, varie suivant une loi de puissance avec le temps de repos t_r .

De l'ensemble de ces résultats, nous concluons que le comportement rhéologique des boues pâteuses lorsque $\tau < \tau_c$ dépend de l'histoire du matériau. La structure du matériau, obtenue à la fin du précisaillement, évolue au cours de la période de repos. La restructuration (vieillessement) du fluide qui en résulte modifie l'évolution de la déformation au cours du palier de contrainte.

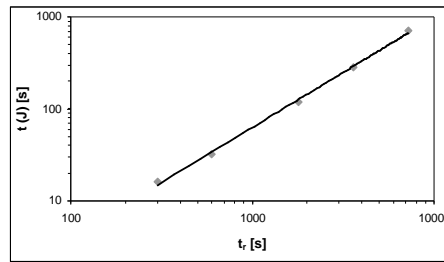


Figure 1.10: Variation du temps nécessaire $t(J)$ pour obtenir une même valeur de la complaisance (1 mrad.Pa^1) avec le temps de repos qui précède le fluage, t_r , lorsque ce dernier excède 300s et pour une contrainte supérieure (75 Pa) au premier seuil de contrainte τ_1 . Une loi de puissance (ligne continue) $t_1 = a.t_r^n$ relie ces deux variables avec $a=0.016$, $n=1.197$ et $R^2=0.998$.

3.2.3 Analogie avec le vieillissement dans les systèmes colloïdaux

De nombreux produits pâteux, possédant un seuil de contrainte, comme les suspensions concentrées de silice [15], de polystyrène [16], de microgels de polyélectrolytes [17] ou bien encore les suspensions argileuses [13,18], possèdent des propriétés hors d'équilibre, similaires à celles observées avec les boues résiduaires pâteuses, lorsqu'ils sont soumis à un faible cisaillement.

La propriété fondamentale de ces différents systèmes est que leur comportement physique à un instant donné, est directement relié à toute leur histoire. Ainsi les valeurs des grandeurs rhéologiques (modules G' et G'' , viscosité) dépendent non seulement du temps écoulé depuis le début de la mesure, mais aussi de toute la séquence temporelle qui précède la

mesure ; de la même manière que la déformation de notre matériau dépend de la période de repos qui précède le fluage, ainsi que de l'intensité de la contrainte.

L'histoire mécanique la plus couramment choisie, dans les études citées plus-haut, est inspirée de la procédure de trempe thermique utilisée pour l'étude des verres structuraux et des polymères amorphes ou semi-cristallins [19], la variation brutale de la température étant remplacée par une variation importante du cisaillement du matériau. Cette procédure est en tout point similaire à celle que nous avons utilisée jusqu'à présent : le matériau est tout d'abord fluidifié par un cisaillement intense, on tire ainsi parti de ces propriétés rhéofluidifiantes. Cette étape est ensuite totalement interrompue, laissant le matériau évoluer spontanément, il suit alors une dynamique hors d'équilibre. Après un certains temps de repos, t_r , on applique une déformation (contrainte) et on mesure la relaxation de la contrainte (déformation) nécessaire au maintien de cette déformation (contrainte).

L'utilisation de ce type de protocole a permis de quantifier l'influence de la période d'attente sur le cisaillement qui se déroule consécutivement à cette période. De ces différentes études [20,21,16], il ressort notamment que la réponse des matériaux hors d'équilibre à différents âges (temps de repos) est une fonction universelle du rapport t/t_r^n . L'ensemble des courbes de réponse obtenues pour différents temps de repos se superposent sur une même courbes lorsque la variable temporelle est remplacée par le rapport t/t_r^n , avec n l'exposant de vieillissement.

Nous allons étudier dans ce qui suit dans quelle mesure ce changement de variable peut s'appliquer à nos données concernant l'évolution de la complaisance en fonction du temps lorsque le temps de repos varie, pour des contraintes inférieures au seuil d'écoulement τ_c .

3.2.4 Evolution de la réponse en fonction du rapport t/t_r^n

Par analogie avec les systèmes colloïdaux, nous allons tenter de représenter l'évolution de la complaisance, reportée sur la fig. 1.9, en fonction du rapport t/t_r^n . Nous avons montré qu'une loi de puissance relie le temps nécessaire pour obtenir une même valeur de la complaisance pour les différentes expériences et le temps de repos t_r correspondant, (cf. fig. 1.10) :

$$t_1 = a.t_r^m \quad (10)$$

Nous avons choisi naturellement comme valeur de l'exposant de vieillissement celle obtenue dans cette dernière relation, soit $n=m$. La variation de la complaisance en fonction du rapport

t/t_r^n est représentée sur la fig.1.11. De manière claire, nous obtenons une courbe unique qui réunit l'ensemble des expériences réalisées avec les différents temps de repos.

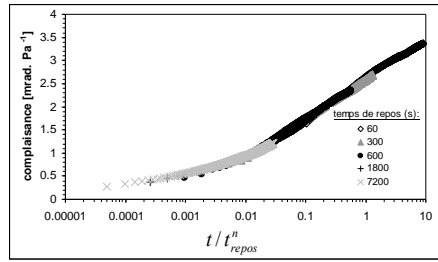


Figure 1.11 : Evolution de la complaisance en fonction du rapport t/t_{repos}^n lorsque la contrainte imposée est de 75 Pa. Les courbes obtenues après différents temps de repos se superposent sur une courbe maîtresse. Voir la fig. 1.9 pour observer l'évolution de la complaisance au cours du temps expérimental, pour chaque période de repos. L'exposant de vieillissement n est égal à 1,197.

3.2.4.1.1 Réponse mécanique lorsque $\tau \geq \tau_c$

La figure 1.12 présente l'évolution de la complaisance lorsque la contrainte imposée est légèrement supérieure au seuil d'écoulement τ_c . Le temps à partir duquel on obtient l'écoulement homogène du matériau varie aussi avec le temps de repos : plus la période de repos est grande plus le début de l'écoulement est retardé.

Au cours du régime transitoire qui précède l'écoulement homogène la complaisance varie suivant une loi logarithmique du temps, ce qui correspond à une décroissance de la vitesse de déformation en $1/t$. Comme c'était le cas pour les contraintes inférieures au seuil d'écoulement, le temps nécessaire pour obtenir une valeur particulière de la complaisance pendant le régime transitoire, est relié au temps de repos par une loi de puissance, (cf. fig.1.13). Dans ce dernier cas, l'exposant de la loi de puissance est légèrement plus petit que celui obtenu aux plus faibles contraintes (1.09 au lieu de 1.19). Si on suppose, comme précédemment que ce dernier indice est égal à l'indice de vieillissement n , on obtient une superposition de la partie des courbes qui concerne le régime transitoire, (cf. fig.1.14).

Lorsque le cisaillement se prolonge, la déformation varie de manière linéaire au cours du temps pour l'ensemble des tests, ce qui correspond à l'écoulement homogène du matériau. Des résultats similaires, notamment la loi de puissance, sont obtenus lorsque la contrainte devient bien supérieure à τ_c , la durée du régime transitoire est alors plus réduite.

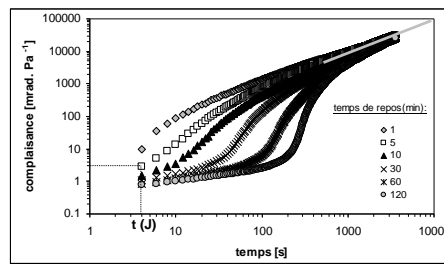


Figure 1.12 : Evolution de la complaisance au cours du temps pour une contrainte imposée de 122 Pa, pour différents temps de repos. Le temps nécessaire pour obtenir une même valeur de la complaisance $t(J)$ ($J=3 \text{ mrad.Pa}^{-1}$) pour chaque temps de repos (ligne en pointillé pour 1 min, de repos) est reporté sur la fig. 13. Au temps longs on obtient toujours un écoulement en régime permanent (ligne continue grise) avec une vitesse de rotation de l'ordre de 0,16 tours/s.

Il ressort des résultats obtenus pour les différents régimes de contraintes, que l'évolution de la déformation au cours du fluage dépend de l'histoire mécanique du matériau. Toutefois, la valeur du seuil d'écoulement n'est pas modifiée par cette évolution pendant la période de repos. L'écoulement homogène apparaît toujours à partir de τ_c , seul le temps nécessaire pour l'obtenir varie avec le temps de repos. Le vieillissement est prédominant au début du fluage. Ensuite, la structure du matériau ainsi obtenue est progressivement déformée. Cette période de déstructuration dure d'autant plus longtemps que le vieillissement est avancé, et elle aboutie finalement au régime permanent d'écoulement, (cf. fig. 1.12).

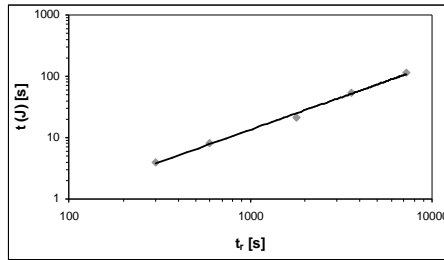


Figure 1.13 : Variation du temps nécessaire $t(J)$ pour obtenir une même valeur de la complaisance ($J = 3 \text{ mrad.Pa}^{-1}$) avec le temps de repos qui précède le fluage, t_r , lorsque ce dernier excède 300s et pour une contrainte supérieure (122 Pa) au premier seuil d'écoulement τ_c . Une loi de puissance (ligne continue) $t_1 = a.t_r^n$ relie ces deux variables avec $a=0.009$, $n=1.06$ et $R^2=0.995$.

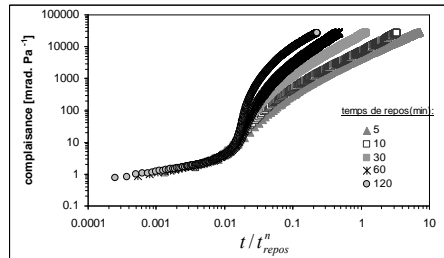


Figure 1.14 : Evolution de la complaisance en fonction du rapport t/t_{repos}^n lorsque la contrainte imposée est légèrement supérieure, (122 Pa), au seuil d'écoulement. La partie des courbes correspondant au régime transitoire pour les différents temps de repos se superposent sur une courbes maîtresse. Voir la fig. 1.12 pour observer l'évolution de la complaisance au cours du temps expérimental, pour chaque période de repos. L'exposant de vieillissement n est égal à 1,09.

3.2.5 Vieillessement des produits pâteux

Dans la suite, nous allons étudier dans quelle mesure l'évolution de la réponse des matériaux pâteux en fonction de leur histoire n'est pas une propriété générale de ce type de

système. Si une telle généralisation existe nous pourrions alors étendre la portée de nos résultats à l'ensemble des boues pâteuses.

A cette fin, nous avons choisi d'étudier l'effet du temps de repos sur des matériaux pâteux de structures très différentes, soit un gel de coiffure (« Vivelle Extra Fort »), une émulsion dense (mayonnaise Amora) et une suspension argileuse de bentonite (18 % en masse). Nous allons étudier pour tous ces matériaux l'évolution pendant la période de repos et l'évolution de la complaisance au cours du fluage.

L'évolution de la déformation de recouvrance au cours de la période de repos consécutive au précisaillement est identique à celle mise en évidence avec les boues pâteuses. On constate que la déformation ne cesse de décroître au cours du temps, et ce pour des périodes de repos supérieures à deux heures. L'évolution de la recouvrance aux temps longs est aussi bien décrite par une loi logarithmique, (cf. tab. 1.3).

Nous avons ensuite étudié l'évolution de la complaisance au cours du fluage pour différents temps de repos. Les figures 1.15 et 1.16 représentent cette évolution pour le gel de coiffure et pour la suspension de bentonite. Comme dans le cas des boues résiduaire, l'évolution de la complaisance est d'autant plus lente que la période de repos est grande. La variation de la complaisance en fonction du temps est aussi bien décrite par une loi logarithmique pour chaque temps de repos. Des résultats analogues ont été obtenus avec l'émulsion dense.

	bentonite	mayonnaise	gel
a (mrad.s⁻¹)	-0.66	-0.33	-1.03
b (mrad)	-1.53	1.03	-5.88
R²	0.941	0.983	0.985

Tableau 1.3: paramètres de la loi logarithmique de la recouvrance en fonction du temps de repos, $\varphi(t_{\text{repos}}) = a \cdot \ln(t) + b$.

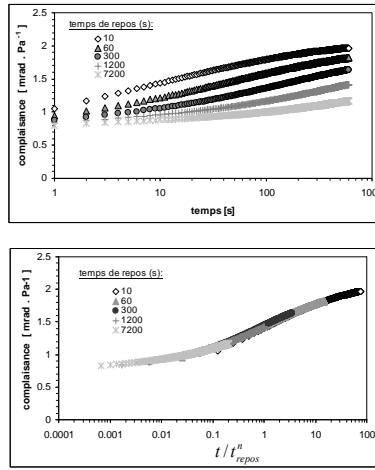


Figure 1.15. : Gel de coiffure. (a) Evolution de la complaisance au cours du temps pour une contrainte imposée de 40 Pa, précédée de palier de repos de durée variable (en haut). (b) Evolution de la complaisance représentées sur la figure du haut, en fonction du rapport t/t_{repos}^n (en bas). L'exposant de vieillissement n est égal à 0,91 .

Par analogie avec la boue pâteuse, nous avons déterminé l'évolution du temps nécessaire $t(J)$ pour obtenir une même complaisance pour les différents temps de repos. Pour chaque matériau, $t(J)$ varie avec le temps de repos suivant une loi de puissance, (cf. tab. 1.4). A partir de la valeur de l'indice de puissance de cette loi, nous avons obtenu une courbe maîtresse pour chaque matériau, ou est reporté l'évolution de la complaisance en fonction du rapport t/t_{repos}^n pour les différents temps de repos, (cf. figures 1.15 et 1.16).

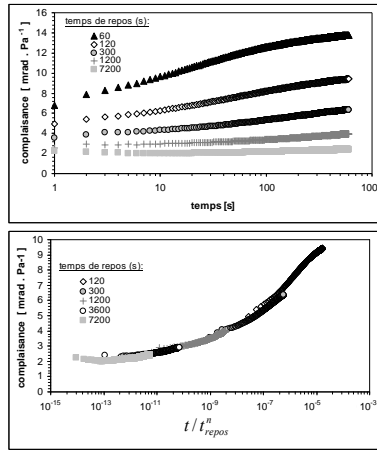


Figure 1.16 : Bentonite. (a) Evolution de la complaisance au cours du temps pour une contrainte imposée de 4.4 Pa, précédée de palier de repos de durée variable (en haut). (b) Evolution de la complaisance représentées sur la figure du haut, en fonction du rapport t/t_{repos}^n (en bas). L'exposant de vieillissement n est égal à 3,64 .

3.3 Discussion

Lors du précisaillage des boues on obtient un écoulement en régime permanent, la contrainte imposée est supérieure au seuil d'écoulement τ_c . Lorsque cette contrainte est supprimée l'écoulement macroscopique s'arrête, les constituants de la boue sont piégés dans une configuration métastable [4]. L'évolution de la déformation de la boue pendant la période de repos qui suit le précisaillage est sûrement due à des réarrangements locaux, comme c'est le cas pour une grande partie des produits pâteux [20,22-25]. Ce phénomène doit être responsable de la variation logarithmique avec le temps de la déformation de recouvrance observée pour les boues pâteuses et les autres matériaux utilisés dans cette étude (gel de coiffure, mayonnaise et bentonite).

Pendant le vieillissement de ces matériaux coexistent différentes configurations spatiales de leur principaux constituants (gouttelettes, microgels, floes) avec une large distribution des temps de relaxation [20,26]. Pour un tel système dont l'âge est t_{repos} seules les configurations possédant un temps de relaxation inférieurs à t_{repos} ont pu relaxer. Si on applique alors au matériau une contrainte inférieure au seuil d'écoulement, il ne se produit aux temps courts que de faibles déformations qui viennent s'ajouter à celles qui n'avaient pas eu le temps de relaxer pendant la période de repos. La réponse du matériau est alors une combinaison de vieillissement et de rajeunissement. Par contre, lorsque le fluage se prolonge, la variation logarithmique de la déformation avec le temps indique qu'il est de plus en plus difficile de déformer la structure du matériau qui se rigidifie progressivement, à cause du vieillissement.

3.4 La courbe d'écoulement

L'ensemble de ces résultats vient confirmer et compléter la majeure partie de l'analyse du comportement rhéologique réalisée par Baudez [4]. Lors de ces travaux, la durée des paliers de contrainte (1 minute) ne permettait pas d'observer l'instabilité de l'écoulement en dessous du gradient critique.

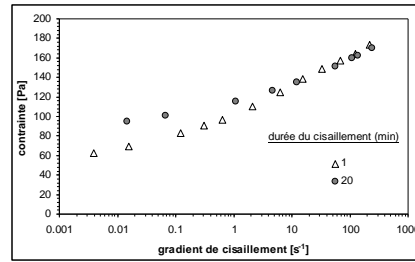


Figure 1.17: Courbes d'écoulement obtenues en considérant la vitesse de rotation soit après une minute (triangle) ou après 20 min de cisaillement (cercle gris).

Ce traitement des données entraîne notamment une sous-estimation du seuil de contrainte lors de l'établissement de la courbe d'écoulement. En effet, si on applique cette

méthode sur nos courbes de fluage, en se restreignant donc à la vitesse moyenne de rotation obtenue après une minute pour le calcul du gradient de cisaillement, on obtient un seuil de contrainte de l'ordre de 55 Pa, ce qui correspond à la moitié du seuil obtenu aux temps longs, (cf. fig. 1.17).

Malgré cela, l'analyse réalisée par Baudez reste valable, seule la définition du seuil d'écoulement du matériau est à définir plus clairement. En effet, les « courbes d'écoulement » obtenues aux temps longs (20 min.) et aux temps courts (1 min.) se superposent lorsque la contrainte est supérieure au seuil d'écoulement τ_c , pour un gradient de cisaillement non-nul, car dans cette gamme de contrainte on obtient rapidement un écoulement en régime permanent, soit en moins d'une minute. En outre, le seuil d'écoulement τ_c correspond exactement à la deuxième contrainte seuil de seuil τ_2 que Baudez (2001) définit comme la contrainte à partir de laquelle l'écoulement est purement visqueux.

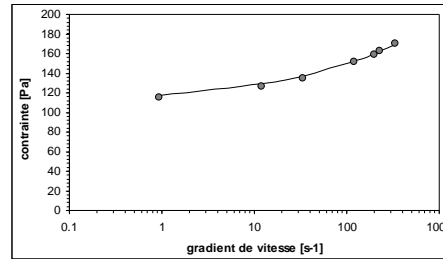


Figure 1.18 : Courbe d'écoulement établie à partir des vitesses de rotations obtenues après 20 minutes de cisaillement. Les paramètres du modèle de Herschel-Bulkley (ligne continue) interpolés sur les points expérimentaux sont : $\tau_c=108$ Pa, $K=9.5$ Pa.sⁿ, $n=0.32$ et $R^2=0.99$.

Par ailleurs, Baudez a montré que les courbes d'écoulement des boues pâteuses sont le mieux interpolées par un modèle de Herschel-Bulkley, $\tau = \tau_1 + K\dot{\gamma}^n$, où τ_1 est le premier seuil de contrainte. A la vue des résultats expérimentaux exposés plus haut ce modèle est toujours adapté, si on le remplace τ_1 par τ_c (τ_2 , d'après la définition de Baudez). Dès lors, Il faut aussi tenir compte du gradient de vitesse critique non-nul associé au seuil de contrainte τ_c .

Le modèle utilisé s'écrit alors :

$$\tau = K \dot{\gamma}^n \text{ pour } \dot{\gamma} \geq \dot{\gamma}_c \text{ (} \tau > \tau_c \text{)} \quad (11)$$

La figure 1.18 représente les données obtenues précédemment, aux temps longs interpolées par le modèle de Herschel-Bulkley modifié.

Finalement, il ressort un point important de la comparaison des courbes d'écoulement: l'initiation de l'écoulement ne dépend pas de la durée des paliers de contrainte. Même pour des paliers dont la durée est faible, on obtient une valeur précise du seuil d'écoulement du matériau, si ce dernier est défini comme la contrainte pour laquelle le gradient de cisaillement résultant devient rapidement constant au cours du fluage (quelques dizaines de secondes).

4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons montré que les caractéristiques d'écoulement des boues résiduelles sont similaires à celles obtenues lors du cisaillement de nombreux matériaux pâteux. Nous avons mis en évidence tout d'abord que les boues ne peuvent s'écouler de manière stable en dessous d'un gradient de cisaillement critique. Ce gradient critique est associé à une contrainte critique qui évolue avec le temps de repos qui précède le palier de contrainte. Ce phénomène résulte du vieillissement (restructuration) du fluide pendant la période de repos qui précède le fluage.

Pour un temps de repos fixé, on observe toujours une bifurcation de viscosité du fluide autour de la contrainte critique. Pour des contraintes supérieures à la valeur critique le cisaillement rajeunit le fluide qui subit alors un écoulement en régime permanent. Lorsque la contrainte est inférieure à la contrainte critique, l'intensité du cisaillement ne permet pas de mettre en écoulement le matériau dont la structure continue de se rigidifier au cours du temps malgré qu'elle soit cisailée. Nous avons montré finalement qu'en prenant en compte ces différentes propriétés on peut établir une courbe d'écoulement qui relie de manière univoque la contrainte imposée à la déformation résultante pour une histoire mécanique donnée.

CHAPITRE 2 : Etude du glissement

La connaissance de la loi de comportement des boues résiduaires est nécessaire pour expliquer l'écoulement du fluide sur la table d'épandage. Cependant l'utilisation directe de cette loi n'est possible que dans la mesure où l'on montre qu'aucun phénomène perturbateur, tel que le glissement ou la fracturation du matériau, n'est présent lors de l'écoulement sur le disque. En effet, en présence de tels phénomènes, le cisaillement se produit préférentiellement dans une zone d'épaisseur restreinte, et ne s'étend pas à l'ensemble de l'échantillon. Globalement, l'hypothèse de milieu continu n'est alors plus respectée et par conséquent on ne peut plus utiliser la loi de comportement du matériau pour décrire l'écoulement.

L'objectif de ce chapitre est de déterminer des propriétés de glissement et d'adhérence des boues pâteuses sur une surface, lors de leur cisaillement simple. A cette fin, on compare les courbes de fluage, définies comme l'évolution de la déformation au cours du temps pour un niveau de contrainte, obtenues avec différents types de surface (lisse ou rugueuse) et pour une large gamme de contrainte.

1 Glissement lors du cisaillement des fluides à seuil

Le glissement est un phénomène perturbateur qui apparaît souvent lors du cisaillement simple des matériaux biphases (mousse, suspension minérale, émulsion, gel à base de polymères). Pour cette classe de matériau, le glissement est généralement associé à une décroissance de la concentration en particules (bulles, gouttelettes, particules en suspension) près de la surface lisse, et ceci en l'absence d'interactions particulières entre les particules et la surface. Il se forme alors une fine couche de fluide, située à proximité de la surface, dont la viscosité est plus faible que dans le reste du matériau [27]. Cette couche de glissement peut se former soit de manière statique, dès que le fluide est mis en place dans la cellule de mesure, soit de manière dynamique, les particules du fluide migrant de la surface du mobile vers les zones possédant un plus faible gradient de cisaillement [28].

Dans la majorité des cas, la présence de glissement est suspectée lorsqu'on obtient une décroissance de la contrainte aux faibles gradients de cisaillement plus importante que prévue au cours d'expériences de rhéométrie [27]. De plus, lorsque le fluide possède un seuil

d'écoulement, ce qui est le cas de notre matériau, l'abaissement de la contrainte est encore plus significatif et peut conduire à sous estimer de manière importante, la valeur de ce seuil [10,27]. Le glissement est aussi mis en évidence lorsque l'allure des courbes d'écoulement dépend de la taille de l'entrefer choisi [29-31].

Dans le cas où l'on suspecte un glissement à la paroi, il existe des méthodes qui permettent à partir des courbes d'écoulement de dissocier le glissement du cisaillement homogène du matériau. Elles reposent toutes sur l'hypothèse qu'il y a coexistence d'un glissement localisé dans une fine couche, qui dépend essentiellement de la contrainte de cisaillement imposée par la paroi, et d'un écoulement homogène d'une partie du matériau dans le reste de l'entrefer. Cependant, aucune de ces approches n'est capable d'expliquer comment apparaît le glissement (au repos ou au cours du cisaillement). Dans ce contexte, il serait intéressant de pouvoir définir dans quelle mesure l'apparition du glissement dépend des propriétés du fluide et de la rugosité de la surface.

Sauf dans quelques cas [32, 33], l'observation directe du glissement s'effectue dans des conditions spécifiques. En particulier, lors d'écoulement en géométrie plan-plan ou cône-plan, on détecte le glissement à partir de la visualisation de la déformation d'une ligne préalablement tracée à la périphérie de l'échantillon : on met en évidence une localisation du cisaillement dans une fine couche près de la surface du mobile, le reste du matériau dans l'entrefer restant faiblement déformé [34-37]. Cependant, il est difficile d'extrapoler à l'écoulement en régime permanent ces observations, car elles ne concernent que le régime transitoire qui précède la mise en écoulement du fluide. En particulier, la déformation modérée observée à proximité de la couche de glissement, ne correspond pas obligatoirement à un écoulement homogène du matériau dans cette zone, mais pourrait plutôt correspondre à la déformation élasto-plastique que subissent les fluides à seuil au début des expériences de fluage, pour des contraintes inférieures au seuil de d'écoulement, comme l'ont montré récemment Gevgilili et Kaylon[38]. La déformation dans l'ensemble de l'entrefer n'augmente pas au cours du temps, mais elle sature lorsque le cisaillement se prolonge et elle ne suit pas celle observée dans la couche de glissement, qui est toujours fortement déformée. Cet arrêt progressif de la déformation du matériau adjacent à la couche de glissement est aussi confirmé par des observations directes du glissement dans les mousses aqueuses [39-40]: le glissement est localisé dans une fine couche alors que le reste du matériau reste non-déformé et subit un écoulement bouchon. De plus, excepté dans le cas des solutions de xanthane [41], l'ensemble des observations directes du champ d'écoulement en régime permanent par résonance magnétique nucléaire (RMN), avec de la sauce tomate et des blancs d'œufs [42] ou

lors d'expérience de diffusion de lumière avec une émulsion concentrée [33], montrent qu'il existe un régime d'écoulement qui résulte seulement du glissement, i.e., le reste du matériau est non déformé.

Il ressort de l'ensemble de ces études que le glissement possède des caractéristiques plus complexes que celle qu'on considère habituellement lors de l'interprétation des courbes d'écoulement des fluides à seuil. En particulier, la coexistence du glissement et d'un écoulement homogène du matériau dans le reste de l'entrefer, hypothèse généralement acceptée, n'est pas mise en évidence lors de l'observation directe du glissement. L'écoulement obtenu aux faibles gradients de cisaillement, correspond seulement au cisaillement de la couche de glissement. Par contre, aux forts gradients de cisaillement, le matériau est en écoulement homogène, le glissement ayant alors disparu [10]. La transition entre ces deux régimes d'écoulement n'a pas été étudiée car il est difficile de distinguer les effets du glissement de ceux associés à la mise en écoulement du matériau. En effet, il a été montré récemment que beaucoup de matériaux (ciments, boues argileuses, mayonnaise, mousse), supposés être des fluides à seuil simple, sont incapables de s'écouler de manière stable lorsque le gradient de cisaillement est inférieur à une valeur critique [8-10]. Au dessous de ce gradient critique, on obtient une localisation du cisaillement, qui peut être interprétée comme un glissement à la paroi.

En ce qui concerne l'influence des propriétés de thixotropie des fluides sur le glissement, à notre connaissance, aucune étude a été réalisée. Or, comme les boues pâteuses sont thixotropes, i.e., ses propriétés rhéologiques évoluent au cours du temps, et la valeur du seuil de contrainte ainsi que la forme des courbes d'écoulement dépendent de l'histoire mécanique du matériau [5,15,17]. En pratique, l'allure de la courbe d'écoulement va dépendre des protocoles utilisés, (cf. chap. I).

Dans la suite nous allons étudier les propriétés du glissement des boues pâteuses, à la lumière des différentes considérations citées plus haut, en essayant de définir son origine, ou du moins la manière dont il apparaît au cours du cisaillement, lors d'expériences de fluage. Dans un premier temps, nous allons mettre en évidence clairement la présence de glissement pour des contraintes inférieures au seuil d'écoulement. Dans cette gamme de contrainte, nous déterminerons comment évoluent les propriétés du glissement avec le vieillissement du matériau, fixée par la durée de la période de repos. Pour finir, nous montrerons qu'aux fortes contraintes un écoulement homogène en régime permanent, sans glissement, est obtenu quelle que soit la nature de la surface, i.e., lisse ou rugueuse. Quelle que soit le niveau de contrainte

imposée nous déterminerons dans quelle mesure les résultats obtenus dépendent du protocole expérimental.

2 Etude du glissement des boues résiduaireuses pâteuses

Nous ne détaillerons pas ici le matériel ainsi que les protocoles expérimentaux utilisés, ces derniers étant décrits au chapitre précédent (cf. § 1.2.4). L'étude du glissement lors du cisaillement simple des boues est réalisée avec des tests de fluage. Lors de ces expériences l'échantillon est soumis à une contrainte constante et on enregistre la déformation résultante au cours du temps. Tous les tests de fluage utilisés par la suite, hormis ceux qui sont spécifiques à l'obtention des courbes d'écoulement, sont composés de trois étapes. Le matériau subit d'abord un pré-cisaillement à vitesse élevée (trois tours par seconde pendant deux minutes). Le matériau est ensuite laissé au repos pendant plusieurs minutes avant qu'on applique à nouveau une contrainte.

Ces tests de fluage sont réalisés en utilisant la géométrie à cylindres coaxiaux pour s'affranchir des effets de bords et des problèmes de séchage de l'échantillon lors de cisaillement prolongé. Nous reportons l'évolution dans le temps de l'angle de déformation plutôt que celle de la déformation (cf. § 1.2.4). Cette approche a été validée lors d'études antérieures sur le comportement rhéologique des boues pâteuses, avec des entrefers larges [4]

L'ensemble des résultats expérimentaux ont été obtenus avec des boues d'origines diverses et de consistance variable (liquide, pâteuse), mais ceux présentés dans la suite, pour illustrer le propos, concernent seulement une boue résiduaire pâteuse, et ceci pour un souci de clarté.

2.1 Mise en évidence du glissement

La nature de la surface qui induit le cisaillement ne modifie pas les propriétés rhéologiques du matériau, ces dernières lui étant intrinsèques. Dès lors, si la réponse du matériau à une sollicitation mécanique est différente lorsqu'on change les propriétés de la surface, on peut suspecter la présence de glissement au sein du matériau. Dans ce cas, l'écoulement obtenu ne correspond pas au cisaillement homogène du matériau.

Pour déterminer la présence ou non de glissement lors du cisaillement des boues pâteuses, nous avons comparé les courbes d'écoulement obtenues avec la géométrie à cylindres coaxiaux avec des surfaces lisses et rugueuses, (cf. fig. 2.1). Aux forts gradients de cisaillement, les courbes se superposent, indiquant que le cisaillement du matériau est identique avec les différentes surfaces. Par contre, cela n'est plus vérifié aux faibles gradients de vitesse de cisaillement, les deux courbes sont décalées dans cette zone. Le matériau s'écoule apparemment plus rapidement avec la surface lisse qu'avec la surface rugueuse. Cette différence est généralement attribuée à la présence de glissement à la surface du mobile.

Pour confirmer que ce phénomène est bien à l'origine du décalage des courbes, et que ce n'est pas simplement un artefact de mesure lié à l'utilisation de la géométrie à cylindres coaxiaux, nous effectuons des tests avec la géométrie à plans parallèles, en utilisant des surfaces lisses et rugueuses avec différentes valeurs de l'entrefer. Conformément à la méthode de Yoshimura et Prud'homme [30], on considère qu'aucun glissement n'est présent quand les courbes d'écoulement obtenues pour différentes valeurs de l'entrefer se superposent.

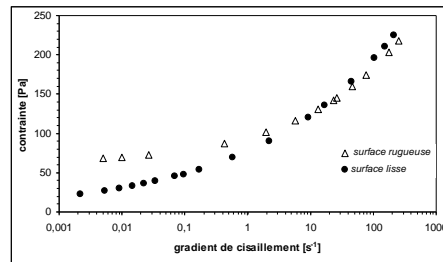


Figure 2.1 : Courbes d'écoulement d'une boue résiduaire pâteuse déterminées à partir de palier de contrainte imposée (en géométrie à cylindres coaxiaux) soit avec une surface rugueuse (triangles) ou une surface lisse (cercles).

Dans notre cas, les données obtenues aux forts gradients de vitesse de cisaillement, avec les deux types de surfaces et avec les différents entrefers, sont toutes identiques. De la même manière qu'avec la géométrie à cylindres coaxiaux, on en conclut qu'aucun glissement ne se produit dans cette gamme de gradient de cisaillement.

Aux faibles gradients de cisaillement, les données obtenues pour les différents entrefers avec les surfaces rugueuses sont toujours superposées, ce qui n'est plus le cas avec les surfaces lisses, (cf. fig. 2.2). Nous en concluons qu'un glissement apparaît aux faibles gradients de vitesse, à proximité de la surface lisse, en même temps qu'un écoulement homogène du matériau dans le reste de l'entrefer [30].

La comparaison de l'allure des courbes d'écoulement nous a permis de mettre en évidence la présence de glissement aux faibles gradients de cisaillement, mais cela ne nous permet pas de conclure quant aux conditions de son apparition et de son évolution au cours du temps: découle-t-il de phénomènes liés à la mise sous fluage, comme la migration des plus grosses particules due au gradient de cisaillement? Résulte-t-il plutôt de la déformation subie par le matériau au début du palier de contrainte, dans le régime transitoire qui précède l'écoulement en régime permanent? On notera que si ce dernier scénario se révélait être le bon, le glissement pourrait apparaître pour des contraintes imposées inférieures au seuil d'écoulement du matériau.

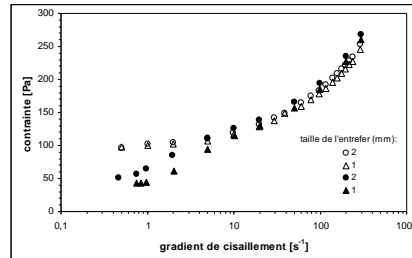


Figure 2.2 : Courbes d'écoulement d'une boue résiduaire pâteuse déterminées à partir de palier de vitesse imposée (en géométrie à plans parallèles) soit avec une surface rugueuse (blanc) ou une surface lisse (noir).

Pour répondre à ces questions, nous effectuons dorénavant une étude systématique pour différents niveaux de contrainte, en étudiant pour chacun d'eux l'évolution au cours du temps de la déformation, et ceci dès les premiers instants suivant la mise sous fluage. On distinguera deux régimes de contraintes par rapport à la première contrainte seuil, définie par Baudez, [4] :

- Un premier régime dit de faibles contraintes, pour lequel toutes les contraintes sont inférieures à la première contrainte seuil τ_1 .

- Un deuxième régime de fortes contraintes, ces dernières étant supérieures à τ_f .

2.2 Propriétés du glissement aux faibles contraintes

Dans un premier temps, on étudie conjointement l'évolution de l'angle de déformation au cours du temps pour les deux types de surface, lisse et rugueuse pour chaque niveau de contrainte. On rappelle que chaque palier de contrainte est précédé par une période de repos consécutive à un précisaillement.

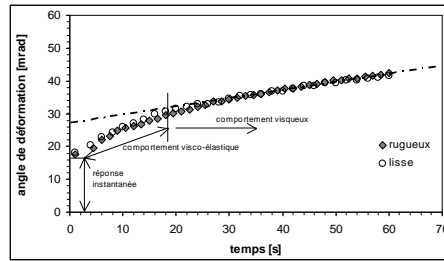


Figure 2.3 : Angle de déformation d'une boue pâteuse soumise à un échelon de contrainte de 27 Pa pendant une minute avec les mobiles lisse et rugueux. On a successivement une déformation instantanée, un comportement visco-élastique et un comportement visqueux, matérialisé par la droite en pointillés.

Quelle que soit la rugosité de la surface, la réponse à la contrainte se déroule en trois temps: une déformation instantanée aux temps très courts est suivie successivement des comportements viscoélastique et visqueux, (cf. fig. 2.3). Le modèle de Burgers à quatre paramètres, retenu pour décrire le comportement précédent [4], consiste à placer en série un modèle de Maxwell et un modèle de Kelvin-Voigt, (cf. fig. 2.4). La réponse à la contrainte, d'après la loi d'association en série, est la somme des déformations engendrées par le ressort de raideur G_0 , de l'amortisseur de coefficient de viscosité μ_0 et celle qui découle de l'association en parallèle du ressort de la raideur G_1 et de l'amortisseur de coefficient de viscosité μ_1 . La déformation totale s'exprime donc sous la forme :

$$\gamma = \left[\frac{1}{G_0} + \frac{1}{G_1} \left(1 - \exp\left(-\frac{G_1}{\mu_1} t\right) \right) \right] \tau + \frac{t}{\mu_0} \tau \quad (1)$$

En utilisant plutôt l'angle de déformation (cf. § 2.1), cette équation devient :

$$\frac{\varphi}{\tau} = a + b(1 - \exp(-c.t)) + d.t \quad (2)$$

Dans la suite, le rapport $\frac{\varphi}{\tau}$ sera appelé la « complaisance » par analogie au nom attribué

habituellement au rapport de la déformation sur contrainte $\frac{\gamma}{\tau}$.

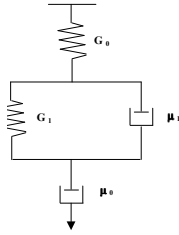


Figure 2.4 : Modèle de Burgers à quatre paramètres associant en série un ressort de raideur G_0 , un système composé d'un amortisseur de coefficient de viscosité μ_1 , monté en parallèle avec un ressort de raideur G_1 et un amortisseur de coefficient de viscosité μ_0 .

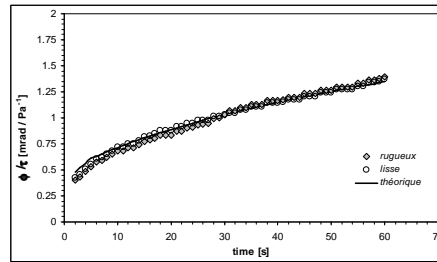


Figure 2.5 : Evolution dans le temps du rapport déformation sur contrainte, mesuré avec les surfaces lisse et rugueuse, et calculé pour une contrainte de 27 Pa. Les valeurs des paramètres du modèle sont les suivantes : $a = 1.78 \text{ mrad.Pa}^{-1}$; $b = 2.3 \text{ mrad.Pa}^{-1}$, $c = 0.02 \text{ s}^{-1}$ et $d = 0.001 \text{ mrad.Pa}^{-1}.\text{s}^{-1}$.

Expérimentalement, on obtient une bonne corrélation entre la complaisance obtenue avec chaque mobile et celle calculée par l'équation 2, (cf. fig. 2.5). On en conclut que le cisaillement du matériau est identique avec les deux types de surfaces, tant que l'on considère des faibles contraintes. Par conséquent, aucun glissement n'est décelé dans ce régime.

Dans le cadre de la viscoélasticité linéaire, les paramètres de l'équation 2 ne dépendent pas de la contrainte, c'est à dire que les différentes courbes de complaisance ($\frac{\rho}{\tau}$) en fonction du temps doivent toutes se superposer. Dans le cas de la surface rugueuse, cela reste vrai tant que la contrainte imposée ne dépasse pas la première contrainte seuil τ_1 , conformément aux prédictions de Bauduz [4]. Par contre, avec la surface lisse, pour une contrainte imposée bien inférieure à τ_1 , les courbes de complaisance ne se superposent plus avec celles obtenues avec le mobile rugueux, (cf. fig. 2.6). Dans un premier temps, l'évolution de la complaisance en fonction du temps, est bien décrite par l'équation 2, mais on observe une augmentation rapide de la pente de la courbe au cours du fluage, (cf. fig. 2.6). On définit l'angle critique de déformation, φ_c , comme étant l'angle à partir duquel se produit cette évolution brutale de la déformation avec le mobile lisse. Quelques instants après cette variation importante, on constate que l'angle de déformation augmente de manière linéaire au cours du temps, (cf. fig. 2.7).

Nous avons ensuite réalisé le même test avec les deux mobiles, en imposant la même contrainte mais sur une période beaucoup plus importante, pour observer si l'angle de déformation ne subissait pas de nouvelles évolutions aux temps longs, (cf. fig. 2.8).

Dans le cas du mobile rugueux, l'angle de déformation continue d'augmenter très lentement au cours du temps malgré le fait que l'on ait dépassé l'angle critique φ_c : même aux temps longs, aucune augmentation brutale de la déformation, similaire à celle obtenue avec la surface lisse, n'est observée. Par ailleurs, on constate qu'avec le mobile lisse, l'augmentation de l'angle de déformation est toujours constante lorsque le cisaillement se prolonge. On obtient donc une vitesse de déformation (vitesse de rotation du mobile lisse) indépendante du temps, (cf. fig. 2.9).

A partir de ces résultats, on conclut que l'augmentation importante de l'angle de déformation à partir de la valeur critique φ_c n'est possible qu'avec une surface dont la rugosité est réduite ; elle résulte par conséquent de phénomènes de surface. De plus, l'évolution rapide de la déformation qui suit l'obtention de l'angle critique correspond à l'apparition d'un écoulement en régime permanent avec la surface lisse.

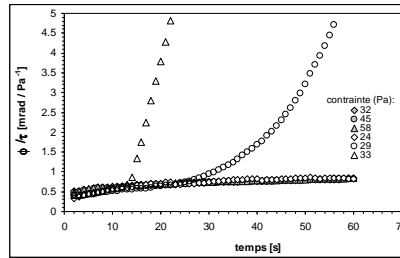


Figure 2.6 : Evolution de la complaisance en fonction du temps pour les surfaces lisse (symboles creux) et rugueuse (symboles pleins). Les courbes issues du cisaillement avec la surface rugueuse se superposent tant que la contrainte est inférieure à τ_1 (60 Pa). A partir de 29Pa avec la surface lisse, la complaisance résultante se superposent tout d'abord aux autres courbes puis sa pente augmente rapidement. Le même comportement est observé pour des niveaux de contrainte supérieurs (33 Pa).

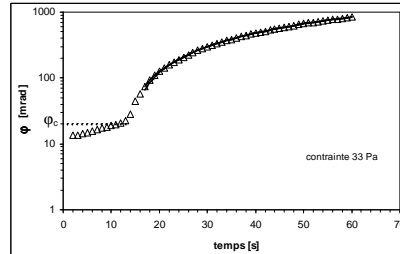


Figure 2.7 : Evolution de l'angle de déformation en fonction du temps avec le mobile lisse. A partir d'un angle critique φ_c la déformation augmente rapidement. Une relation linéaire entre l'angle de déformation et le temps (ligne continue) est interpolée sur les points expérimentaux (ligne continue) : $\varphi = a \cdot t$ avec $a = 17.98 \text{ rad.s}^{-1}$ et $R^2 = 0.999$.

En effet, on obtient assez rapidement une vitesse de déformation constante, ce qui permet de définir un gradient de cisaillement indépendant du temps, et donc un écoulement en régime stationnaire. Toutefois, cet écoulement ne correspond pas à un cisaillement homogène du matériau, car on devrait aussi l'obtenir dans les mêmes conditions avec la surface rugueuse, i.e., lorsqu'on dépasse la valeur critique de l'angle de déformation φ_c . Or ceci n'est pas le cas avec la surface rugueuse. De plus, la contrainte imposée ici est bien inférieure au

seuil de contrainte nécessaire pour obtenir l'écoulement homogène du matériau. Par conséquent, l'écoulement en régime permanent observé avec la surface lisse correspond à un glissement à la paroi. La valeur constante de la vitesse de déformation, obtenue après que l'on est dépassé l'angle critique φ_c , est définie comme la vitesse de glissement, ω_s .

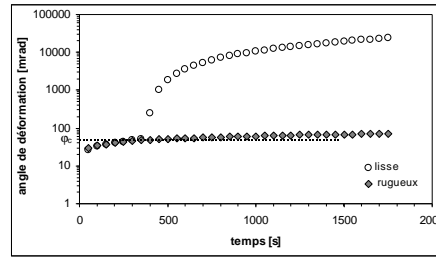


Figure 2.8: Evolution de l'angle de déformation sur des temps longs (30 minutes) pour une même contrainte imposée de 31 Pa avec le mobile lisse (symboles noirs) et le mobile rugueux (symboles creux). L'angle critique φ_c vaut 55mrad.

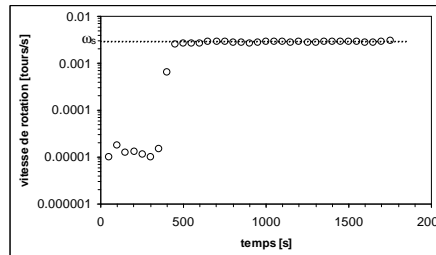


Figure 2.9 : Vitesse de glissement définie à partir de l'évolution l'angle de déformation au cours du temps obtenue sur la figure 10 avec le mobile lisse. L'angle de déformation critique étant atteint au bout 350 secondes la vitesse augmente d'un facteur proche de 80 en l'espace de 50 secondes.

Nous allons maintenant étudier l'évolution des propriétés du glissement lorsque la contrainte augmente, mais reste inférieure à la première contrainte seuil. Cette partie ne

comportera que le fluage obtenu avec le mobile lisse, l'évolution de la déformation étant clairement définie avec le mobile rugueux dans ce régime.

2.2.1 Evolution du glissement avec la contrainte

Lorsque l'intensité de la contrainte augmente, les caractéristiques du glissement restent identiques : il apparaît toujours après que l'angle de déformation excède une valeur critique. Cette valeur ne varie pas avec la contrainte appliquée, (cf. fig. 2.10). Ceci nous montre que l'apparition du glissement est plutôt associée à une déformation critique qu'à une contrainte critique : le fluide subit initialement la même déformation, pour chaque niveau de contrainte, avant que le glissement puisse être obtenu.

D'autre part, la variation linéaire de la déformation avec le temps, qui suit l'apparition du glissement, est observée pour chaque palier de contrainte. Nous avons vérifié que la vitesse de glissement est constante lorsque le cisaillement se prolonge. Néanmoins, la valeur de la vitesse de glissement ne reste pas constante lorsque la contrainte augmente. On obtient une relation linéaire entre la contrainte et la vitesse de glissement résultante, (cf. fig. 2.11).

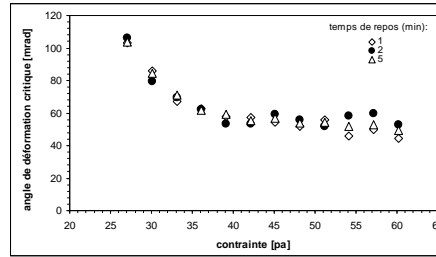


Figure 2.10 : Test de fluage avec la surface lisse. Evolution de l'angle de déformation critique avec la contrainte appliquée.

Ce dernier résultat tend à montrer que le glissement observé correspond au cisaillement d'une fine couche de fluide Newtonien, probablement localisée à proximité de la surface. En effet, la contrainte transmise à la couche fluide adjacente à la surface du mobile,

de viscosité η et d'épaisseur e très petite devant la taille de l'entrefer et supposée constante, s'écrit :

$$\tau = \eta \frac{V}{e} \quad (3)$$

où V est la vitesse de glissement résultante de la contrainte imposée τ .

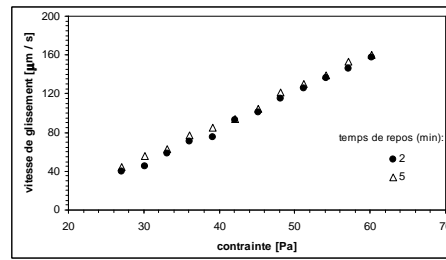


Figure 2.11 : Evolution de la vitesse de glissement (vitesse de rotation constante obtenue après que la déformation critique soit dépassée) avec la contrainte imposée, pour différents temps de repos.

La relation linéaire entre la contrainte et la vitesse obtenue expérimentalement, nous permet d'écrire la relation 3 sous la forme :

$$\frac{\tau}{V} = \frac{\eta}{e} = \alpha \quad (4)$$

avec e et α constant.

La viscosité étant constante, i.e., elle ne dépend pas de la contrainte de cisaillement, nous montrons ainsi que la couche de liquide est Newtonienne.

En résumé, le comportement viscoélastique du matériau est identique avec les deux types de mobiles pour les contraintes inférieures à la première contrainte seuil, τ_1 . Ce comportement correspond bien à une propriété intrinsèque du matériau qui n'est que faiblement cisailé. Lorsque la contrainte augmente, tout en restant inférieure à τ_1 , un glissement apparaît à partir d'une déformation critique, avec le mobile lisse. Dès lors il se forme une couche de liquide Newtonien entre le matériau et la surface lisse du mobile, qui perdure même lorsque que le cisaillement se prolonge. Les conditions d'apparition du glissement ne changent pas avec la contrainte imposée, elles sont plutôt liées à l'obtention d'une déformation critique de la structure du fluide.

2.3 Bifurcation de viscosité et localisation du cisaillement

Dans la suite, nous allons étendre notre étude aux contraintes supérieures au premier seuil de contrainte, τ_1 . On rappelle que cette contrainte correspond au seuil d'écoulement à la transition entre le régime viscoélastique linéaire et le régime non-linéaire, (cf. II.1.1). Le premier objectif de cette partie est d'identifier clairement à quoi correspond le cisaillement mesuré lors des tests de fluage avec la surface lisse lorsqu'on dépasse τ_1 : est-ce que l'écoulement observé correspond uniquement au cisaillement de la couche de glissement ? Résulte-t-il d'un couplage entre un glissement et un cisaillement partiel du matériau ? Pour répondre à ces questions, nous continuerons à comparer les résultats obtenus avec les deux mobiles.

Nous essayerons ensuite de définir comment évolue le glissement pour des contraintes supérieures à la contrainte critique τ_c , au dessus duquel on observe un écoulement purement visqueux du matériau avec le mobile rugueux, (cf. I.3.1). Nous chercherons à déterminer s'il existe effectivement une contrainte à partir de laquelle on obtient un écoulement homogène du matériau avec le mobile lisse.

Le protocole utilisé dans ce qui suit sera toujours composé d'une période de repos consécutive à un précisaillement, suivie d'un palier de contrainte, dont la durée est dorénavant portée à vingt minutes. Cette augmentation de la durée du palier de fluage nous permet principalement de repérer d'éventuelles évolutions temporelles du glissement lors du cisaillement avec la surface lisse. L'influence de l'intensité du précisaillement et de la variation de la durée de la période de repos seront ensuite examinées.

Contrairement aux résultats obtenus avec le mobile rugueux, (cf. I.3.1), quelle que soit la contrainte imposée la vitesse de rotation devient très rapidement constante, lors du cisaillement avec le mobile lisse, (cf. fig. 2.12). Ceci permet d'obtenir pour chaque contrainte un écoulement stationnaire, le gradient de cisaillement résultant étant indépendant du temps. On distingue tout de même trois régimes d'écoulement, séparés par deux contraintes critiques τ_{c1} et τ_{c2} .

Tant que les contraintes imposées sont inférieures à τ_{c1} , on obtient une relation linéaire entre les contraintes et les vitesses de rotation obtenues au temps longs, (cf. fig. 2.13). Cette relation est identique à celle obtenue pour les contraintes inférieures à τ_1 : l'ensemble des vitesses de rotation obtenues soit pour $\tau < \tau_1$, soit pour $\tau_1 \leq \tau < \tau_{c1}$, s'alignent sur une même droite, (cf. fig. 14). On en conclut que ce premier régime d'écoulement stationnaire, lorsque $\tau < \tau_{c1}$, correspond uniquement au cisaillement de la couche de glissement.

Le deuxième régime d'écoulement stationnaire concerne les contraintes comprises entre les deux contraintes critiques τ_{c1} et τ_{c2} . Dans ce régime, la vitesse de rotation n'augmente pas avec la contrainte. Cet écoulement ne résulte pas seulement du cisaillement de la couche fluide de glissement car la relation linéaire entre la contrainte et la vitesse de rotation, établie aux plus faibles contraintes, n'est pas vérifiée (cf. fig. 2.13). En outre, l'écoulement ne peut pas non plus correspondre à un cisaillement homogène du matériau, la contrainte étant inférieure au seuil de contrainte τ_c , défini avec le mobile rugueux.

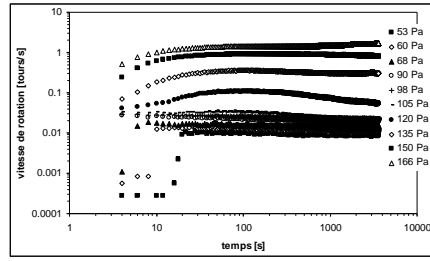


Figure 2.12: Evolution temporelle de la vitesse de rotation pour différents niveaux de contraintes avec le mobile à surface lisse.

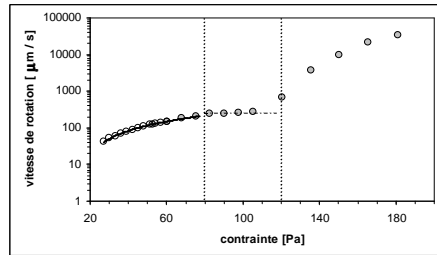


Figure 2.13 : Vitesse de rotation en fonction de la contrainte imposée obtenue avec le mobile lisse. Tant que la contrainte est inférieure à 80 Pa, la vitesse augmente de manière linéaire avec la contrainte (ligne continue), ce qui correspond au régime de glissement pur. Les cercles creux correspondent aux vitesses obtenues pour des contraintes inférieures à τ_c , (cf. § 2.2). Pour des contraintes comprises entre 80 et 120 Pa, la vitesse est constante (entre les deux lignes en pointillé). En fin, au-delà de 120 Pa, la vitesse de rotation augmente à nouveau avec la contrainte.

Il ressort de ces résultats qu'il existe un régime intermédiaire intercalé entre un glissement pur et le cisaillement homogène du matériau. En effet, lorsque la contrainte est supérieure à la deuxième contrainte critique τ_{c2} , on obtient un troisième écoulement où la vitesse de rotation augmente à nouveau avec la contrainte. La vitesse de rotation augmente rapidement avec la contrainte, suivant une loi de puissance, indiquant que l'écoulement ne correspond pas non plus au régime de glissement.

De plus, la deuxième contrainte critique τ_{c2} est identique au seuil de contrainte τ_c , obtenu lors de l'utilisation de la surface rugueuse (cf. I.3.1), ce qui nous laisse penser que l'écoulement observé correspond au cisaillement homogène du matériau. Ceci est en accord avec les résultats obtenus lors de l'étude des courbes d'écoulements, où l'on a montré qu'aux fortes contraintes l'écoulement avec les deux surfaces était identique, (cf. § 2.1).

2.3.1 Comparaison des courbes

Dans la suite, nous allons comparer l'évolution de la vitesse de rotation au cours du temps avec les deux surfaces, pour définir clairement à quoi correspondent les différents régimes d'écoulement obtenus avec la surface lisse. A cette fin, nous avons reporté sur un même graphique l'évolution de la vitesse de rotation, obtenue aux temps longs, en fonction de la contrainte imposée, supérieures à τ_i , avec les deux mobiles, (cf. fig. 2.14).

Nous avons identifié, comme au paragraphe précédent, trois régimes de glissement en fonction de la contrainte imposée. Le premier d'entre eux (régime I) est obtenu pour les plus faibles contraintes appliquées ($\tau \leq 80$ Pa). Dans cette gamme de contrainte, l'écoulement stationnaire obtenu avec la surface lisse est dû uniquement au glissement, (cf. § précédent). D'autre part, aucun écoulement n'est décelé avec le mobile rugueux dans ce régime.

Un autre régime (régime III) est obtenu pour des contraintes supérieures au seuil d'écoulement du matériau τ_c . Dans cette gamme de contrainte, l'écoulement du matériau est homogène : les données obtenues avec les deux mobiles se superposent parfaitement. On en conclut que le glissement est devenu négligeable, voire nul, lors du cisaillement avec la surface lisse.

Enfin, nous avons défini un régime intermédiaire entre le glissement pur et le cisaillement homogène (régime II). Dans cette gamme de contrainte, ($80 \leq \tau \leq 120$ Pa), la séparation des courbes nous indique que l'évolution de la vitesse avec les deux types de surface ne résulte plus du même phénomène, l'écoulement dépend alors de la rugosité de la surface du mobile. L'écoulement observé avec le mobile rugueux ne correspond pas à un

écoulement en régime permanent : les valeurs de la vitesse de rotation reportées sur le graphique sont inférieures à la valeur critique permettant d'obtenir un écoulement homogène, (cf. I.3.2).

D'autre part, avec le mobile lisse, la vitesse de rotation est constante dans cette gamme de contrainte, sa valeur reste égale à la vitesse de glissement atteint à la fin du régime de glissement pur, (cf. fig. 2.15). Cependant, l'écoulement stationnaire ne correspond pas uniquement au cisaillement de la couche de glissement, (cf. § précédent). Il n'est pas non plus similaire au cisaillement hétérogène observé avec le mobile rugueux, le niveau de vitesse atteint avec le mobile lisse étant nettement plus élevé.

A partir de ces résultats on en déduit que dans le régime II, le cisaillement avec le mobile lisse, permet d'obtenir un écoulement stationnaire, qui résulte probablement de l'action combinée du glissement et d'un cisaillement partiel du matériau qui se trouve à proximité de la surface ou de la couche fluide. Les caractéristiques de cet écoulement ne peuvent être obtenues à partir des tests réalisés.

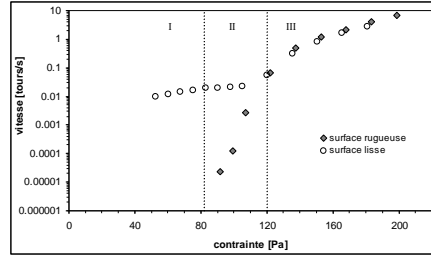


Figure 2.14: « Courbes d'écoulement » avec la surface lisse (cercles) et la surface rugueuse (losanges), déterminées en utilisant la vitesse de rotation obtenue après vingt minutes pour chaque contrainte. On distingue trois régime d'écoulement de glissement (I,II,III).

2.3.2 Cisaillement à vitesse imposée

Pour confirmer notre analyse sur les différents régimes d'écoulement, nous avons effectué des tests à vitesse imposée, en utilisant le même protocole (précisaillement, repos, palier de vitesse), les caractéristiques de l'écoulement homogène du matériau, pour des

contraintes supérieures à τ_c , devant être identiques que l'on travaille à contrainte ou à vitesse imposée.

On obtient rapidement, de manière évidente, un écoulement stationnaire avec les deux types de surface, pour l'ensemble des vitesses testées. Nous avons donc représenté uniquement les niveaux de contrainte atteints aux temps longs (vingt minutes) en fonction de la vitesse de rotation, avec les deux surfaces, (cf. fig. 2.15), comme lors de l'étude à contrainte imposée.

A nouveau, les données obtenues avec chacune des surfaces coïncident parfaitement pour les contraintes supérieures à τ_c , confirmant qu'une relation univoque relie la contrainte à la vitesse de déformation. De plus, on retrouve bien le fait que le seuil de contrainte τ_c est associé à une vitesse critique dont la valeur est proche de celle déterminée précédemment ($\omega = 0.05$ tours/sec).

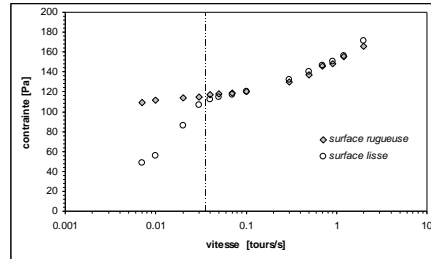


Figure 2.15: Evolution de la contrainte aux temps longs (20 minutes) avec les mobiles lisse et rugueux. La ligne en pointillé matérialise la limite entre la localisation du cisaillement, dont la nature diffère suivant la rugosité de la surface, et le cisaillement homogène du matériau.

Par ailleurs, avec la surface rugueuse, tant que la vitesse imposée (le gradient de vitesse de cisaillement) ne dépasse pas la valeur critique associée à la mise en écoulement homogène, la contrainte résultante reste quasiment constante, égale au seuil de contrainte τ_c . Ceci tend à prouver que l'écoulement, qui ne peut être homogène, est localisé à proximité du mobile, dans une bande dont l'épaisseur ne varie que faiblement malgré l'augmentation de la vitesse [13]. En effet, si l'écoulement était homogène, nous aurions une augmentation de la contrainte avec la vitesse et par conséquent une augmentation de la largeur de la zone

cisaillée. D'autre part, avec le mobile lisse, le régime de glissement est clairement identifié aux très faibles vitesses : dans la gamme de contrainte concernée les courbes obtenues avec chacun des mobiles ne se superposent pas, on obtient des niveaux de contrainte bien moins élevés. Par conséquent, pour des vitesses inférieures à la vitesse critique, il est plus aisé pour le matériau de glisser sur la surface lisse que d'être faiblement cisaillé.

2.4 Domaine de validité des résultats : influence des protocoles de mesures

Nous abordons dans cette partie la description détaillée de l'évolution des propriétés du glissement et de la mise en écoulement avec les conditions d'expérimentations. Dans le paragraphe précédent nous avons déterminé comment apparaissait le glissement, quelle était son évolution avec la contrainte imposée, à partir de la comparaison des résultats obtenus lors du fluage avec des surfaces lisse et rugueuse. Nous avons donc choisi un protocole de mesure identique pour chaque surface utilisée : chaque palier de contrainte est précédé d'une période de repos, consécutive à un précisaillement.

Dans ce cadre, nous avons montré que le seuil d'écoulement τ_c est identique pour les deux types de surfaces. Dans le cas du cisaillement avec la surface rugueuse, nous avons mis en évidence un comportement très particulier lorsque la contrainte appliquée est inférieure à τ_c , en rallongeant les temps de mesure (cf. I.3.2).

Toutefois, nous ne pouvons pas conclure que l'ensemble des résultats obtenus sont caractéristiques de la réponse sous contrainte des boues pâteuses. Jusqu'à présent, la majorité des conclusions de ce chapitre se basent sur la comparaison des résultats obtenus pour chacune des surfaces, avec le même protocole expérimental. Dans ces conditions, rien ne permet de statuer quant à l'influence du protocole sur les résultats, ce qui restreint leur portée.

Dans ce qui suit, nous étudions dans quelle mesure des résultats qui viennent d'être décrits, sont modifiés lors changement des paramètres du protocole qui précède le fluage (l'intensité du précisaillement, durée de la période de repos).

2.4.1 La vitesse de précisaillement

Dans le cas du cisaillement avec la surface lisse, le changement de vitesse de précisaillement ne modifie pas les conditions d'apparition du glissement, (cf. fig. 2.16). L'évolution de la déformation au cours du temps est identique pour chaque test : l'angle de

déformation critique marquant le début du glissement, est obtenu après une lente augmentation de la déformation. La valeur de cet angle critique ainsi que le temps nécessaire pour l'obtenir, restent les mêmes lorsque l'intensité du précisaillage varie. Nous avons vérifié que les conditions d'apparition du glissement restent inchangées pour d'autres durées de la période de repos qui précède le précisaillage : on obtient toujours la même valeur de l'angle critique de déformation, (cf. fig. 2.17).

D'autre part, nous avons étudié l'évolution de la vitesse de glissement avec la vitesse de précisaillage, une fois que l'écoulement localisé dans la couche de glissement a atteint son régime permanent, (cf. fig. 2.18). On constate que la variation de l'intensité du précisaillage n'a pas d'incidence sur l'écoulement du fluide Newtonien dans la couche de glissement.

Il ressort de ces résultats que les propriétés du glissement, son apparition (angle de déformation critique), son évolution (vitesse de glissement constante), ne dépendent pas de l'intensité du précisaillage, du moins dans les conditions fixées par le protocole, soit pour une période de repos fixée. Le paragraphe suivant sera consacré à la détermination de l'influence de cette période de repos sur l'évolution de la déformation avec les deux mobiles, au cours du fluage.

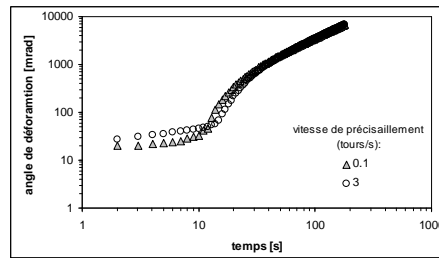


Figure 2.16: Evolution de l'angle de déformation en fonction du temps avec le mobile lisse pour une contrainte de 38 Pa, lorsque la vitesse de précisaillage varie. La période de repos qui précède le précisaillage est fixée à 5 min. L'évolution de la déformation est identique lorsque la vitesse de précisaillage change. En particulier, les caractéristiques d'apparition du glissement sont identiques dans chacun des cas : même temps d'apparition et même angle critique.

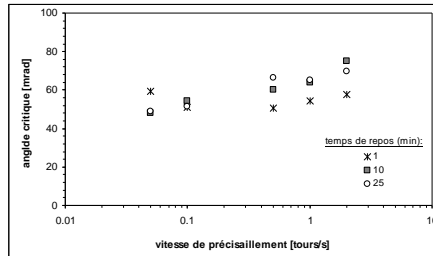


Figure 2.17 : Evolution de la valeur de l'angle critique de déformation pour différentes vitesses de précisaillage, avec une période de repos variable, la contrainte du palier de fluage étant fixée à 38 Pa. L'angle critique de déformation ne change pas lors de l'évolution des différents paramètres.

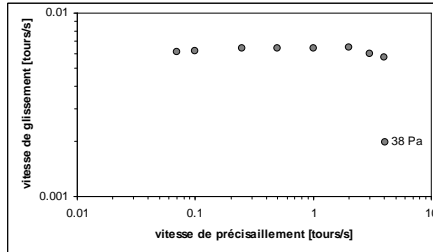


Figure 2.18 : Evolution de la vitesse de glissement obtenue en régime permanent pour différentes vitesses de précisaillage. La contrainte est fixée à 38 Pa.

2.4.2 La période de repos

Nous avons montré au chapitre précédent que le comportement rhéologique des boues pâteuses lorsque $\tau < \tau_c$ dépend du temps passé dans la période de repos. L'évolution de la réponse du matériau sous contrainte résulte de la compétition entre le vieillissement et le rajeunissement dû au cisaillement. Nous allons maintenant déterminer l'influence de la période de repos sur les données obtenues avec le mobile lisse.

2.4.2.1 Réponse mécanique pour $0 \leq \tau < \tau_c$

Dans cette gamme de contrainte, nous avons montré qu'avant l'apparition du glissement, associée à l'obtention d'une déformation critique, l'évolution de l'angle de déformation au cours du temps était identique avec les deux mobiles, pour une période de repos fixée, (cf. § 2.1). Ceci reste vrai lorsque le temps de repos varie, et ceci, tant que le glissement n'apparaît pas (cf. fig. 2.19) : plus le temps de repos est grand et plus l'angle de déformation augmente lentement au cours du temps. De plus, le temps nécessaire pour obtenir une déformation donnée augmente de manière linéaire avec le temps de repos, ce qui est le cas notamment pour le temps correspondant à l'apparition du glissement, i.e., l'obtention de l'angle de déformation critique, (cf. fig. 2.20).

De manière identique au cisaillement avec la surface rugueuse (cf. I.3.1), nous allons représenter l'évolution de la déformation en fonction du rapport t/t_{repos}^n , t_{repos} étant le temps de repos qui précède le fluage, pour tenir compte de la dépendance particulière de la réponse mécanique avec le temps. On obtient aussi une superposition des réponses obtenues pour les différents temps de repos, (cf. fig. 2.21). La valeur de l'exposant de vieillissement n est proche de l'unité, ce qui est conforme aux résultats obtenus lors des études précédentes : lorsque le cisaillement du matériau s'effectue avec des contraintes bien plus faibles que le seuil d'écoulement, les effets du vieillissement au cours du fluage sont importants.

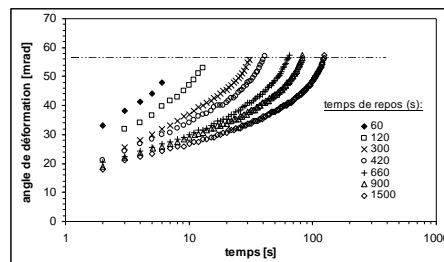


Figure 2.19 : Evolution de l'angle de déformation en fonction du temps lorsqu'on impose une contrainte de 38 Pa, précédée par différents temps de repos. La ligne en pointillé correspond à la valeur de l'angle critique, marquant le début du glissement, trouvée pour chaque essai.

Néanmoins, on constate que la valeur de l'angle critique reste pratiquement la même pour les différents temps de repos, (cf. fig. 2.22). Nous avons vérifié que cette évolution est bien indépendante de l'intensité du précisaillage initial. En effet, le temps à partir duquel apparaît le glissement ainsi que l'angle de déformation critique sont identiques, pour une période de repos fixée et pour l'ensemble des vitesses de précisaillage testées, (cf. fig. 2.23). Par contre, on retrouve bien le fait que le temps d'apparition du glissement augmente avec le temps de repos qui suit le précisaillage. Par ailleurs, le cisaillement de la couche de glissement ayant atteint un régime stationnaire, les valeurs de la vitesse de glissement résultantes ne dépendent pas de la durée du palier de repos, (cf. fig. 2.24).

Il ressort de l'ensemble de ces résultats que les caractéristiques du glissement ne découlent pas du protocole utilisé mais bien de l'utilisation d'une surface lisse pour cisailier le matériau. Seule l'augmentation de la durée de repos peut retarder l'obtention d'une déformation suffisante correspondant à l'apparition du glissement. Globalement, le glissement peut être évité, si la durée des paliers de contrainte est suffisamment courte par rapport à la durée de la période de repos. Dans ce cas on obtiendra pour des contraintes plus élevées mais toujours pour la même déformation critique.

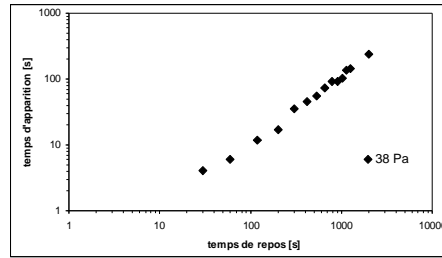


Figure 2.20 : Evolution du temps nécessaire pour voir apparaître le glissement avec la période de repos précédant le fluage à une contrainte de 38 Pa.

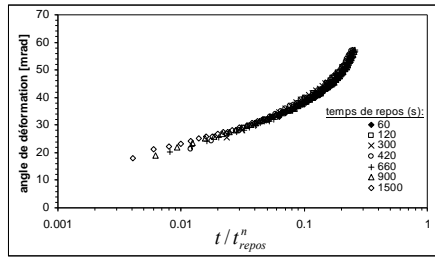


Figure 2.21: Evolution de l'angle de déformation en fonction du rapport t/t_{repos}^n lorsque la contrainte imposée est de 38 Pa. L'ensemble des courbes obtenues après différents temps de repos se superposent sur une courbe maîtresse. Voir la figure 19 pour observer l'évolution de la complaisance au cours du temps correspondante, correspondante pour chaque période de repos. L'exposant de vieillissement n est égale à 0,95.

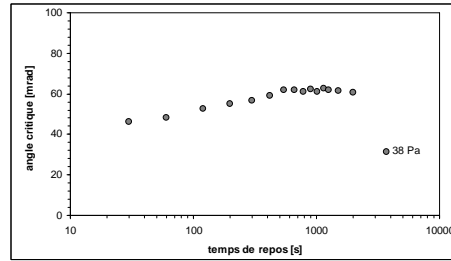


Figure 2.22 : Variation de l'angle de déformation critique avec la durée de la période de repos qui précède un palier de fluage à 38 Pa.

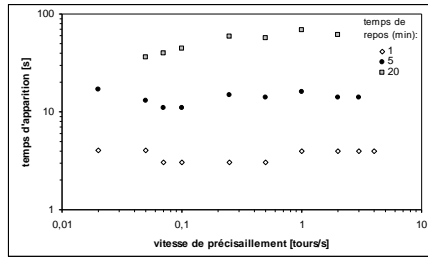


Figure 2.23: Evolution du temps nécessaire pour voir apparaître le glissement avec la vitesse de cisaillement, pour différents temps de repos (1,5 et 20 min.) précédant le fluage à contrainte imposée (38 Pa).

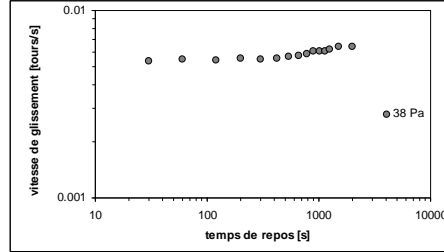


Figure 2.24 : Vitesse de glissement en fonction de la durée de la période de repos qui précède un palier de fluage à 38 Pa.

2.4.2.2 Réponse mécanique pour $\tau \geq \tau_c$

Nous avons étudié finalement l'influence du temps de repos sur les résultats obtenus pour des contraintes imposées supérieures à τ_c , avec les surfaces lisse et rugueuse, (cf. figures 2.25 et 2.26). Lorsque la période de repos n'excède pas cinq minutes, l'écoulement en régime permanent est obtenu très rapidement avec les deux surfaces. Dans le cas contraire, pour des temps de repos plus importants, l'obtention de l'écoulement en régime permanent est d'autant plus tardive que la période de repos est importante. La vitesse décroît comme l'inverse du temps d'expérimentation, ce qui correspond à une évolution logarithmique de l'angle de

déformation avec le temps. Ceci montre bien que l'action du vieillissement est significative aux premiers instants du cisaillement (cf. § précédent).

Néanmoins il subsiste des différences quantitatives entre les courbes obtenues avec les différentes surfaces lors du régime transitoire qui précède l'écoulement homogène. Dans le cas de la surface rugueuse, on constate une décroissance de la vitesse de rotation avec le temps de repos, une loi de puissance reliant ces deux grandeurs, (cf. fig.2.27). Par opposition à ce qui arrive avec la surface rugueuse, le niveau initial de vitesse de rotation diminue faiblement avec le temps de repos, et tend vers une valeur constante avec la surface lisse, (cf. fig. 2.27). Cette valeur de la vitesse de rotation est proche de celle obtenue dans le régime de glissement, soit de l'ordre de 0.02 tours/s.

Cela signifie que le glissement à la paroi apparaît aussi aux fortes contraintes dans le régime transitoire, avec le mobile lisse, dès que le matériau a été laissé au repos suffisamment longtemps, i.e., lorsque le vieillissement est responsable de l'évolution de l'angle de déformation au début du fluage. En effet, comme nous l'avons montré précédemment (cf. § 2.2), l'obtention du glissement est toujours associée à une même déformation critique de la structure du matériau adjacent au mobile lisse, quelle que soit le niveau de restructuration, i.e., la durée de la période de repos. Or, lors des tests à contrainte imposée supérieure au seuil d'écoulement, la déformation nécessaire à l'apparition du glissement est atteinte rapidement, même lorsque le temps de repos est très important. Dès que la couche de glissement s'est formée, la valeur de la vitesse de glissement ne varie pas avec le temps de repos (cf. § 2.4).

Finalement on peut noter qu'il y a une transition entre le glissement et l'écoulement du matériau au bout d'un certain temps, ce qui diffère des résultats obtenus aux faibles contraintes. Il est difficile de trouver une explication satisfaisante pour expliquer ce phénomène, sauf si on considère la compétition entre le vieillissement et le cisaillement.

Dans le cas de la surface rugueuse sous contrainte, le vieillissement est encore prédominant au début du fluage. Ensuite, la structure du matériau ainsi obtenue est progressivement déformée. Cette période de déstructuration dure d'autant plus longtemps que le vieillissement est avancé, et elle aboutit finalement au régime permanent d'écoulement, (cf. fig. 2.26). La structure du matériau se rigidifiant au cours de la période de repos, la contrainte imposée après un temps de repos important n'est pas suffisante pour permettre une mise en écoulement aussi rapide que celle observée lorsque le temps de repos est faible.

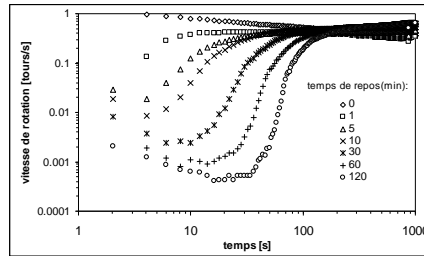


Figure 2.25: Evolution de la vitesse de rotation en fonction du temps pour une contrainte de 203 Pa et pour des durées du palier de repos variables, avec le mobile rugueux.

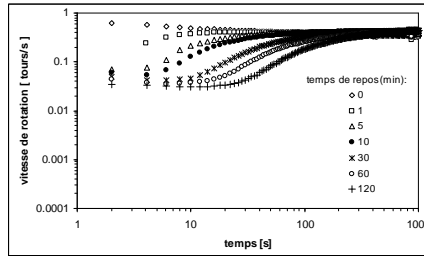


Figure 2.26 : Variation de la vitesse de rotation au cours du temps avec le mobile lisse pour une contrainte de 203 Pa et pour des temps de repos variables.

Avec la surface lisse, le glissement apparaît à proximité de la surface alors que le vieillissement est encore responsable de l'évolution de la déformation au cours du temps. Le reste du matériau dans l'entrefer continue de suivre la dynamique imposée par le vieillissement. Cependant le glissement ne peut perdurer car la contrainte de cisaillement est transmise au reste du matériau par l'intermédiaire de la couche fluide, ce qui revient simplement à considérer que le mobile qui induit le cisaillement possède un rayon légèrement plus important. Dès lors, le matériau adjacent à la couche de glissement subit la déstructuration progressive observée avec le mobile rugueux, le niveau de contrainte imposée étant quasiment le même. On obtient aussi un écoulement homogène du matériaux au

bout d'un certains temps. Ce scénario permet en particulier d'expliquer pourquoi la transition vers l'écoulement homogène du matériau n'est pas possible aux faibles contraintes, même si la structure du matériau s'est moins rigidifiée pendant la période de repos.

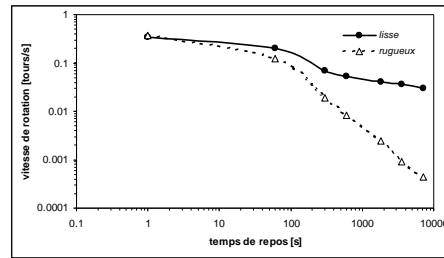


Figure 2.27 : Vitesse de rotation minimum atteinte dans le régime transitoire, avec la surface lisse (cercle) et la surface rugueuse (triangle), en fonction du temps de repos suivant le précisaillement.

2.5 Influence de la nature de la surface

Des tests comparatifs ont été menés avec le mobile en acier inoxydable, utilisé jusqu'à présent, et un mobile dont la surface est recouverte d'un film de Téflon, (surface hydrophobe) de faible rugosité (de l'ordre du micromètre), pour observer d'éventuels effets dus aux propriétés de surface.

Il ressort de ces tests que les conditions d'apparition du glissement ne dépendent pas de la nature de la surface, la valeur de l'angle critique restant identique avec les deux types de surface, ainsi que la valeur de la vitesse de glissement initiale (cf. figures 2.28 et 2.29). Cependant la vitesse mesurée avec la surface de Téflon décroît au cours du temps en oscillant. La rugosité de la surface ne peut pas être à l'origine de cette évolution car elle aurait dû aussi modifier les conditions d'apparition du glissement (angle critique et valeur initiale de la vitesse de glissement ω_0), ce qui n'est pas le cas ici.

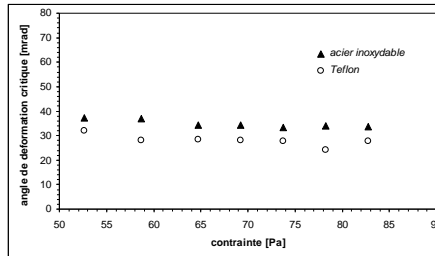


Figure 2.28 :Evolution de l'angle de déformation critique avec la contrainte appliquée obtenue soit avec une surface lisse en acier inoxydable(triangle) ou une surface lisse recouverte de Téflon(cercle).

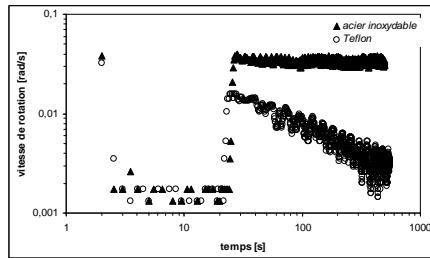


Figure 2.29 :Evolution de la vitesse au cours du fluage pour une même contrainte avec la surface lisse en acier inoxydable(triangle) ou la surface lisse recouverte de Téflon(cercle).

Cette différence de comportement doit plutôt correspondre à des variations d'épaisseur de la couche fluide dues au caractère hydrophobe de la surface de Téflon ; le fluide dans la couche cisailée retourne alors progressivement dans le reste du matériau non cisailé. Aucune explication claire n'a été trouvée pour expliquer les oscillations observées au cours de la décroissance de la vitesse de glissement.

2.6 Conclusion

Nous avons montré que l'évolution de la déformation au cours du temps pour une contrainte constante inférieure au seuil d'écoulement est indépendante de la rugosité de la surface, cette évolution correspondant en fait au vieillissement du matériau. Par contre, à partir d'une déformation critique, un glissement apparaissait lors du cisaillement avec une surface lisse (d'une rugosité de l'ordre du micron). Nous avons montré que cette déformation critique est indépendante du niveau de contrainte

L'apparition du glissement correspond à la formation d'une fine couche de liquide Newtonien entre la surface et le reste du matériau qui ne subit que de faibles déformations. Ce dernier se rigidifiant au cours du temps à cause du vieillissement, on obtient un écoulement en régime permanent au sein de la couche fluide lorsque le cisaillement se prolonge. Le liquide Newtonien ne peut réintégrer le reste du matériau.

Par ailleurs, il ressort de l'ensemble des résultats que les caractéristiques du glissement son apparition (angle de déformation critique), son évolution au cours du temps (vitesse de glissement constante) ne dépendent pas du protocole utilisé mais bien de l'utilisation d'une surface lisse pour cisailier le matériau. Seule l'augmentation de la durée de repos peut retarder l'obtention d'une déformation suffisante correspondant à l'apparition du glissement.

Lorsque la contrainte imposée est supérieure au seuil d'écoulement τ_c , nous avons montré que la déformation résultante est indépendante de la rugosité et de la nature de la surface (mouillante ou non). On obtient un écoulement homogène des boues, le glissement était négligeable voire inexistant. A partir de ces différents résultats nous avons mis au point une méthode simple pour distinguer le régime de glissement pur de celui du cisaillement homogène du matériau qui consiste à comparer les courbes d'écoulement déterminées à partir du cisaillement avec une surface lisse et une surface rugueuse. La partie des courbes qui sont confondues correspond à l'écoulement des boues, alors que les parties des courbes qui ne superposent pas correspondent à une localisation du cisaillement. Une couche de fluide Newtonien dans le cas la surface lisse et une bande de cisaillement dans le cas de la surface rugueuse.

CHAPITRE 3 : Etalement sur le disque

Le but de l'expérience présentée dans ce chapitre est d'étudier l'évolution de l'écoulement à surface libre d'un fluide à seuil sur un disque en rotation, afin de mieux comprendre le comportement des boues de station d'épuration sur une table d'épandage, avant sa projection sur le sol.

Nous commencerons par rappeler le comportement des liquides et des fluides à seuil sur un substrat en rotation rapide. Nous décrirons ensuite le dispositif expérimental et les méthodes utilisées au cours de nos expériences, pour définir les propriétés d'écoulement des fluides à seuil sur le disque. Les caractéristiques générales de cet écoulement seront alors exposées et nous étudierons dans quelle mesure ces dernières sont modifiées lorsque les conditions expérimentales varient (vitesse du disque, taille de l'échantillon). On déterminera en particulier l'influence de la nature de la surface du disque. Par la suite, nous ferons une description précise de l'écoulement, à partir de l'étude du profil de l'échantillon déposé sur le disque. Finalement, les différentes étapes rencontrées au cours de l'écoulement seront expliquées en tenant compte des propriétés rhéologiques du matériau (viscoélasticité, seuil d'écoulement).

3 Dynamique d'étalement d'un liquide sur un disque en rotation

La dynamique d'étalement d'un film de liquide sur un substrat solide joue un rôle important dans beaucoup de procédés technologiques utilisés notamment dans l'industrie de la peinture (dépôt d'une couche de protection) ou des semi-conducteurs (stockage d'information dans la couche). En l'absence de forces extérieures, l'étalement du produit sur la surface est assez lent, car il est uniquement gouverné par les forces capillaires. L'addition d'une force supplémentaire permet de réduire le temps nécessaire pour réaliser l'étalement et d'augmenter la surface recouverte par le fluide. Le spin-coating fait partie des différents procédés s'appuyant sur ce principe : le fluide placé au centre d'un substrat tournant s'étale sous l'action de la force centrifuge. En pratique, la mise en oeuvre du procédé est simple et l'étalement résultant est assez bien compris.

Une des premières études du spin-coating a été réalisée par Emslie [43], qui considéra l'évolution d'un film mince axisymétrique de liquide Newtonien sur un substrat en rotation à

vitesse constante. Lors de son analyse, il a considéré que la force centrifuge et la force visqueuse, due au cisaillement, sont responsables de l'étalement. En outre, il suppose que la vitesse d'écoulement perpendiculaire au substrat est négligeable devant la vitesse radiale, l'action de la force centrifuge induisant un écoulement radial. Il utilise en outre l'hypothèse de lubrification (ou de l'approximation aux grandes longueurs d'ondes) : l'épaisseur H de l'échantillon est négligeable devant le rayon d'étalement R (longueur caractéristique du problème), ce qui lui permet d'obtenir la solution exacte de l'évolution du profil de la surface libre.

Il ressort de ces résultats que le processus d'écoulement se déroule de la manière suivante : à la mise en rotation du substrat, la force centrifuge pousse le fluide vers le bord du disque, tandis que les forces de cisaillement s'opposent à ce déplacement. On observe alors un déplacement radial de la ligne de contact (ligne d'avancée du liquide) sur le substrat, la goutte initialement déposée au centre du disque prenant progressivement la forme d'un film liquide plat partout sauf à proximité de la ligne de contact, où il se forme une arête capillaire, (cf. fig. 3.1).

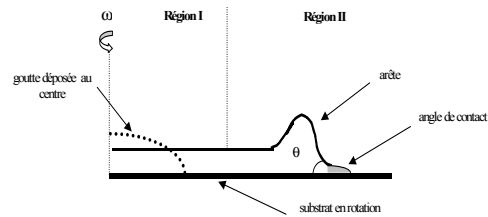


Figure 3.1 : Profil de la goutte sur le substrat en rotation à la vitesse ω . La ligne de contact est de forme circulaire si on considère l'ensemble du disque. θ est l'angle de contact entre les trois phases (solide, liquide et vapeur).

Cette analyse a été reprise de nombreuses fois, et notamment lors de l'étude du spin-coating des fluides non-Newtoniens [44,45]. Par ailleurs, d'autres études, [46-48], basées sur des travaux expérimentaux où des gouttes de différentes natures furent utilisées (liquides non-Newtoniens et Newtoniens), ont montré que cette première analyse du spin-coating reste valable seulement si on décrit l'évolution de la hauteur du profil loin du bord de la goutte (région I de la fig. 3.2). A proximité de la ligne de contact, on doit prendre en compte la

tension de surface. A cet endroit (région II de la fig.3.2), il se crée un équilibre entre la tension de surface et la force centrifuge qui est responsable de la formation de l'arête capillaire. A partir d'un rayon critique, cette arête capillaire devient instable, la ligne de contact se trouvant à proximité de l'arête développe alors des perturbations ondulatoires qui donnent naissance à des digitations pouvant éventuellement atteindre le bord du disque. Plusieurs travaux théoriques sont venus confirmer cette évolution de la ligne de contact [49,50].

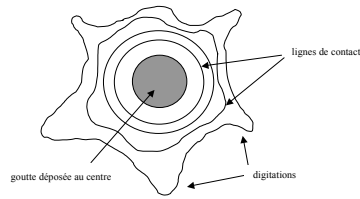


Figure 3.2 : Variation du rayon moyen d'étalement. A partir d'un rayon critique, on observe l'ondulation de la ligne de contact et la formation de digitations.

4 Etalement des fluides à seuil

Les fluides à seuil sont souvent utilisés lors du procédé de spin-coating. Pour de tels fluides, tant que la contrainte de cisaillement est inférieure à leur seuil d'écoulement, ils se comportent comme des solides élastiques, et lorsqu'elle dépasse ce seuil, les matériaux s'écoulent généralement comme les liquides non-Newtoniens [51]. Par conséquent, le déroulement du procédé de spin-coating des fluides à seuil devrait être identique à celui présenté au paragraphe précédent, (cf. § 1.1), lorsque le seuil d'écoulement du matériau est dépassé. Cependant, au cours de la rotation du substrat, la répartition la contrainte de cisaillement au sein de l'échantillon étant hétérogène, l'ensemble du matériau ne peut s'écouler.

Les différentes études réalisées sur le sujet, [52-54], montrent qu'il existe trois zones dans l'échantillon où le matériau possède un comportement particulier au cours de la rotation du disque à **vitesse constante**. Durant la totalité de l'écoulement la partie centrale de

l'échantillon (région 1 de la fig. 3.3) ne participe pas à l'écoulement, car la contrainte imposée est constante et inférieure au seuil d'écoulement. A proximité de cette zone rigide, dans la partie inférieure de l'échantillon en contact avec le disque, le matériau s'écoule car la contrainte de cisaillement est supérieure au seuil d'écoulement (région 2). Or, comme la contrainte diminue lorsque la hauteur augmente, pour devenir nulle au sommet de l'échantillon, il existe à une distance au centre donnée r , une hauteur $h(r)$ à partir de laquelle la contrainte imposée au matériau est inférieure à son seuil d'écoulement. Dès lors, la partie de l'échantillon située au-dessus de cette hauteur se déforme comme un solide élastique (région 3), et la partie en écoulement (région 2) est comprise entre la surface du disque et cette partie supérieure de l'échantillon.

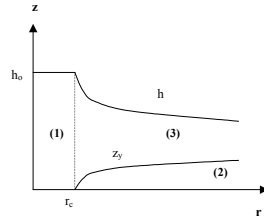


Figure 3.3: Profil de l'échantillon où sont reportées les trois différentes zones d'écoulement (1, 2 et 3) au cours de la rotation du disque. h_0 , r_c correspondent respectivement à la hauteur initiale de l'échantillon et au rayon en deçà duquel aucun écoulement n'est possible. z_y représente la surface où la contrainte est en tout point égale au seuil d'écoulement. Cette dernière est la limite entre la partie inférieure en écoulement et la partie supérieure qui est entraînée.

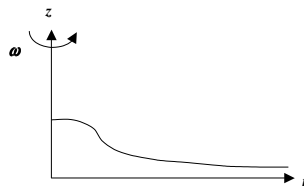


Figure 3.4 : Profil d'un échantillon de fluide à seuil au cours de la rotation du disque à la vitesse ω .

En résumé, au cours de l'étalement du matériau, la partie inférieure de l'échantillon (région 2) en écoulement devient plus importante, au détriment de la partie supérieure (région 3), car la contrainte de cisaillement augmente dans l'ensemble de l'échantillon et par conséquent la hauteur $h(r)$ se rapproche de la hauteur de l'échantillon. Durant la totalité de l'écoulement la partie centrale (région 1) ne participe pas à l'écoulement, car la plus forte contrainte qui lui est imposée est inférieure au seuil d'écoulement.

Cette première analyse de l'écoulement a permis d'obtenir l'évolution dans le temps du profil de l'échantillon, en supposant que le comportement des fluides à seuil était bien décrit soit par le modèle de Bingham ou soit par celui de Herschel-Bulkley, [52], et en utilisant l'approximation de lubrification. Cette étude montre en particulier que le profil de l'échantillon est fortement non-uniforme et ressemble à un cône tronqué à proximité de l'axe de rotation, (cf. fig. 4). Plus on se dirige vers le bord de l'échantillon et plus la variation de la hauteur est faible.

Cependant, malgré des résultats satisfaisants, cette analyse n'est pas valable car les lois de comportement utilisées ne permettent pas d'obtenir le déplacement radial du matériau observé expérimentalement lors de l'écoulement. En effet, conformément au modèle de Bingham ou à celui de Herschel-Bulkley, le matériau situé au-dessus de la partie en écoulement, (région 3 de la fig.3) est rigide. Au sein de l'échantillon, il y a donc une surface où coexiste une zone animée d'un mouvement rapide (région 2) avec une zone complètement rigide (région 3), ce qui n'est pas possible d'un point de vue mécanique : on devrait observer une fracturation de l'échantillon.

Burgess et Wilson [53] ont contourné le problème de la présence de cette surface en considérant que les deux zones de part et d'autre de cette surface étaient en écoulement, mais que la viscosité de la partie supérieure était largement plus importante que celle de la partie en contact avec le disque (le modèle dit de bi-viscosité). Dans le même ordre d'idée, Tsamopoulos et al. [54] ont implémenté un modèle continu de viscosité lors de simulation numérique, ce qui leur a permis d'éliminer la présence de la surface séparant la partie fluide de la partie rigide.

Dans la suite nous allons étudier l'écoulement de fluides à seuil avec une quantité de matériau nettement plus importante (de l'ordre du ml.) que celle utilisée habituellement lors des expériences de spin-coating. Nous déterminerons les propriétés de l'écoulement au cours d'une rampe linéaire de vitesse de rotation puis lorsque le disque tourne à vitesse constante, en tenant compte des propriétés rhéologiques des fluides utilisés (viscoélasticité, seuil de

contrainte). Nous proposerons ensuite une modélisation des différents régimes de l'écoulement. Les résultats issus des modèles seront confrontés à ceux obtenus expérimentalement.

5 Matériels et méthodes

5.1 Dispositif expérimental

Le montage expérimental utilisé est constitué d'un disque plat en acier inoxydable de 40 cm de diamètre et d'épaisseur 1 cm, qui est entraîné par un moteur à vitesse variable. Le disque est recouvert d'un film adhésif autocollant sur une face (Venilia), (cf. fig.3.5). Les vibrations produites par le moteur sont atténuées par un système de roulement à billes intercalé entre le disque et le moteur. Ce montage permet de réduire les fluctuations des déplacements verticaux du disque.

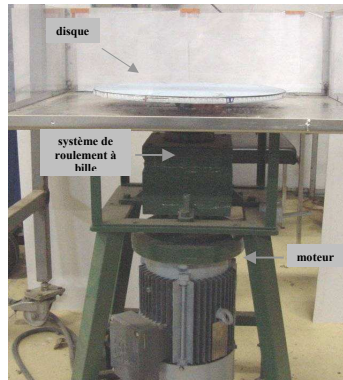


Figure 5.5 : Dispositif expérimental. Le disque de 40 cm de diamètre est recouvert d'un adhésif Venilia (la surface du disque est légèrement bleutée). Le disque est entraîné par un moteur permettant d'atteindre 1500 tours/min. Un système de roulement à bille est intercalé entre le moteur et le disque.

La vitesse de rotation du disque est fixée par un variateur de vitesse couplé au moteur. Un temporisateur numérique assure la synchronisation entre le variateur de vitesse et le système mécanique. La gamme de fréquence est 0.1-50 Hz, ce qui correspond à des vitesses de rotation du disque comprises entre 3 et 1500 tours/min, avec des fluctuations de l'ordre de 0.1 Hz (+/- 1.5 tours/min.). Le variateur de vitesse permet en outre de contrôler la phase d'accélération qui précède le régime de rotation à vitesse constante, liée à la mise en rotation du disque. On obtient une augmentation linéaire de la vitesse de rotation du disque ω avec le temps, $\omega = k \cdot t$, k étant l'accélération angulaire.

Avant toute expérience, on définit la vitesse constante de rotation du disque ainsi que la valeur de l'accélération angulaire. Ceci permet de fixer la durée de la phase d'accélération, qui peut être ajustée théoriquement entre 0.1 seconde et 30 minutes. En pratique, si on considère l'entraînement de l'ensemble du système mécanique, la rampe d'accélération est linéaire si sa durée est supérieure à une seconde, et ceci quelle que soit la valeur de la vitesse de rotation obtenue à la fin de la rampe, (cf. fig. 3.6). La vitesse du disque est déterminée à partir des images vidéo, grâce à un système de marquage ; la précision est de l'ordre de 1tr/min.

Dans toutes les expériences, nous avons utilisé comme fluide à seuil modèle des gels de coiffure (May fixation forte et Vivelle fixation extra forte) dont la structure est due principalement à la présence de Carbopol, un polymère épaississant. Nous avons aussi utilisé des suspensions concentrées composées uniquement de Carbopol® 940 (Acros). Ces fluides modèles ont un comportement rhéologique très proche de celui des boues résiduaires [4], lesquelles seront utilisées pour les expériences sur le disque dans le prochain chapitre. Les caractéristiques du gel et des solutions de Carbopol sont décrites en détail dans les annexes, (cf. annexe). Les gels sont systématiquement changés après trois expériences consécutives sur le disque, pour éviter les problèmes d'évaporation.

Le gel est déposé dans un cylindre en PVC placé au centre du disque. Cette disposition de l'échantillon permet d'assurer qu'aucune direction d'écoulement n'est privilégiée, les forces subies par les parties de l'échantillon situées à une même distance du centre du disque étant identiques. Les dimensions du cylindre (hauteur et diamètre) sont choisies de telle manière que l'échantillon, une fois démoulé, garde une forme cylindrique, soit une hauteur constante sur toute la surface de l'échantillon et une périphérie droite. Cette exigence limite surtout la hauteur du cylindre. En effet, la contrainte maximum imposée à une couche de

l'échantillon située à une hauteur z , est proportionnelle la pression hydrostatique :

$$\tau_c = \frac{1}{\sqrt{3}} \rho g h_0, [60].$$

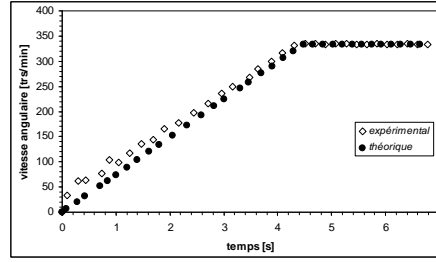


Figure 5.6: Vérification des caractéristiques de la phase d'accélération (linéarité) et de la constance de la vitesse de rotation (fluctuations autour de la vitesse de consigne). L'accélération angulaire est fixée à 1500 tours/min en vingt secondes, ce qui correspond à une phase d'accélération de 4.4s. La vitesse de rotation constante est fixée à ici 333 tours/min. La vitesse de consigne est obtenue de manière précise ainsi que le temps nécessaire pour l'atteindre. On remarque que pour des temps inférieurs à une seconde la linéarité de la rampe n'est pas respectée.

Si cette contrainte est supérieure au seuil d'écoulement du matériau, l'échantillon de gel s'effondre sous son propre poids, lorsqu'on retire le cylindre. Il en résulte une elongation simple de la partie inférieure de l'échantillon [60], (cf. fig. 3.7).

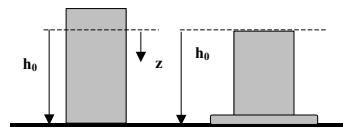


Figure 5.7: Forme de l'échantillon avant et après le démoulage. Si la hauteur du moule cylindrique est supérieure à h_0 , hauteur associée au seuil d'écoulement du matériau τ_c , ($\tau_c = \frac{1}{\sqrt{3}} \rho g h_0$) l'échantillon s'effondre sous son propre poids. Le produit à la base du cylindre subit une elongation alors que le reste de l'échantillon ne se déforme pas ; il garde une forme cylindrique.

On définit la hauteur initiale h_0 du cylindre de telle manière que la contrainte à la base de l'échantillon n'excède pas le seuil de contrainte du produit utilisé. Dès lors pour tout cylindre de hauteur initiale inférieure à h_0 la pression hydrostatique étant insuffisante, l'échantillon ne se déforme pas et il garde des dimensions proches du gabarit cylindrique. Pour le gel le plus utilisé (May fixation forte) dont le seuil de contrainte est de 70 Pa (+/- 10 %) on obtient une hauteur maximale $h_0=12.3$ mm. Nous avons utilisé dans la suite des gabarits dont la hauteur maximum n'excède pas 20 mm. L'effondrement du matériau est rapide, durant les premiers instants suivant le démoulage, puis ensuite il évolue plus lentement, la hauteur de l'échantillon tend progressivement vers h_0 .

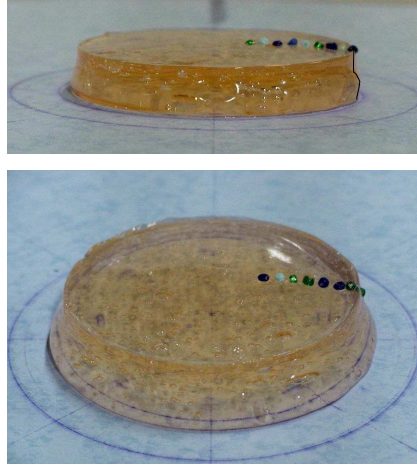


Figure 5.8 : Echantillon de gel de coiffure de forme cylindrique déposé au centre du disque. haut La hauteur de l'échantillon est $h_0=13$ mm et le diamètre initial est égal à 70 mm. La partie inférieure de l'échantillon a subi une légère élongation. Dans la partie supérieure la périphérie de l'échantillon reste droite. bas La hauteur de l'échantillon est $h_0=20$ mm. (diamètre toujours égale à 70mm). L'élongation de la partie inférieure est plus importante que dans le cas précédent ($h_0=13$ mm).

Dès lors, lorsque la hauteur du gabarit choisi dépasse h_0 , il est nécessaire de laisser le matériau s'étaler pendant un certain temps après le démoulage avant de commencer les expériences. Pour le gabarit dont la hauteur est égale à 20 mm, nous avons fixé la durée minimum de cette période à trois minutes, les variations de hauteur étant très faibles pour des temps d'attente plus longs. Dans ce cas, l'échantillon s'étale faiblement et la périphérie n'est que légèrement bombée (cf. fig. 3.8)

5.2 Prises de vue et obtention des points

Dès la mise en rotation du disque les expériences sont filmées par une caméra vidéo rapide (250 images/s) dont la résolution des images est de 350x262 pixels, (cf. fig. 3.9). La partie centrale du disque est éclairée directement par une lumière stroboscopique (200W) qui permet d'obtenir des images parfaitement « figées », quelle que soit la vitesse de déplacement des objets étudiés. Pour chaque image le stroboscope éclaire le sujet pendant 20 microsecondes (temps de pose). Les séquences sont ensuite enregistrées sur un magnétoscope SVHS branché à la camera.

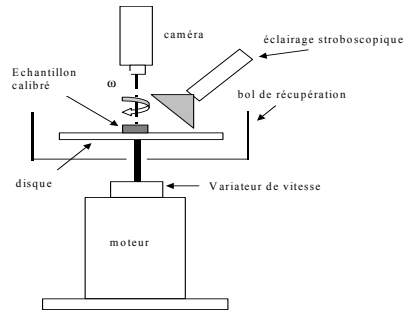


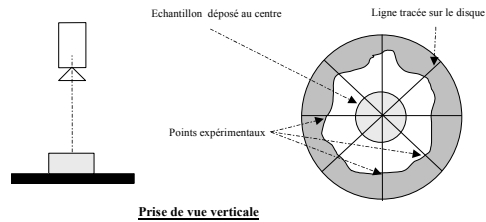
Figure 5.9: Dispositif expérimental pour l'étude de l'écoulement de fluide sur un disque en rotation à la vitesse ω .

Le dépeillement des images enregistrées s'effectue à l'aide d'un coordinateur XY. Cet appareil fait apparaître un curseur sur l'écran du moniteur et les coordonnées du point où il se trouve. Le mouvement du curseur correspond aux déplacements d'un stylet sur une tablette. Le repère correspondant n'est pas orthonormé et les pixels qui forment cette matrice

sont rectangulaires. Préalablement à toute mesure, on détermine le grossissement de l'image à partir de deux points de l'image dont la distance réelle est connue; il mesure donc le nombre de pixels correspondant à la longueur mesurée. En général cette correspondance pixel/mm est déterminée à partir des dimensions de l'échantillon utilisé après démoulage. Pour chaque image étudiée les coordonnées des points retenus ainsi que l'index temporel sont envoyés vers l'ordinateur. L'analyse des déplacements s'effectue ensuite, à partir de ces données en utilisant un tableur (Excel).

5.2.1 Prise de vue verticale

La caméra est montée sur une structure tubulaire au-dessus du disque, avec son axe optique perpendiculaire au disque. Dans cette configuration on détermine l'évolution temporelle du rayon moyen d'étalement de la base de l'échantillon cylindrique. Pour chaque image, les coordonnées des points situés aux intersections du bord de l'échantillon avec des lignes préalablement tracées sur le disque sont enregistrées, (cf. fig. 3.10). A partir de ces coordonnées, on calcule le rayon moyen d'étalement au cours du temps $R(t)$. (cf. fig. 3.11).



Prise de vue verticale

Figure 3.10 : Prise de vue verticale. Elle permet de suivre l'évolution du rayon d'étalement à partir de la détermination des coordonnées des points expérimentaux qui correspondent à l'intersection de l'échantillon et des lignes tracées sur le disque.

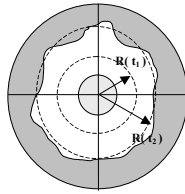


Figure 5.11 : Détermination du rayon moyen d'étalement $R(t)$ au cours du temps. ($t_1 > t_2$).

5.2.2 Prise de vue horizontale

Une deuxième prise de vue consiste à placer la caméra sur le côté du disque, (cf. fig. 3.12). L'axe de la caméra est très légèrement incliné par rapport à l'horizontale. Dans cette configuration, des perles sont disposées (diamètre moyen 1.5 mm) au sommet circulaire de l'échantillon suivant un diamètre, (cf. fig. 3.8). Lorsque la ligne de perles est perpendiculaire à l'axe de la caméra, cette condition étant assurée par un système de marquage sur le disque, on obtient un profil de l'échantillon.

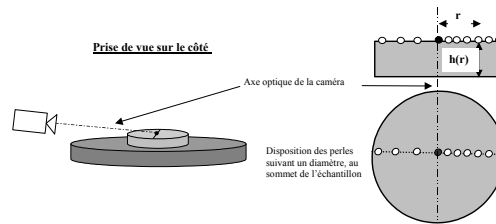


Figure 5.12 : Prise de vue sur le côté. A chaque fois que la ligne de perles est perpendiculaire à l'axe de la caméra on détermine les coordonnées des perles ($r, h(r)$). A partir de l'ensemble de ces coordonnées on peut représenter le profil de l'échantillon.

A la fin de l'expérience, on vérifie que les perles sont toujours alignées au sommet de l'échantillon. Lorsqu'on utilise cette prise de vue on suppose que les perles se déplacent uniquement de manière radiale. Au cours de la rotation du disque, on détermine à la fois le

profil formé par la ligne de perles, l'évolution de la distance au centre de chacune d'entre elles ainsi que leur hauteur. La précision de la localisation des perles et de leurs déplacements est fonction du grossissement choisi.

6 Caractéristiques générales de l'étalement sur le disque en rotation

Nous allons étudier les caractéristiques de l'étalement de notre fluide à seuil modèle, par l'intermédiaire de l'évolution du rayon moyen R de l'échantillon pour différentes vitesses de rotation constante ω , toutes précédées par une rampe linéaire de vitesse d'accélération angulaire constante. Nous étudierons ensuite plus en détail l'évolution du rayon d'étalement sur la totalité de l'expérience, soit pendant la phase d'accélération du disque puis lors de la rotation à vitesse constante. L'ensemble des figures présentées dans le reste de ce document, sauf mention explicite, concerneront uniquement le gel de coiffure May dont les propriétés rhéologiques sont décrites en annexe (cf. Annexe).

6.1 Evolution du rayon d'étalement final avec la vitesse de rotation

La valeur du rayon moyen obtenue à la fin de l'expérience pour différents niveaux de vitesse de rotation est reportée sur la figure 3.13. On constate que tant que la vitesse est inférieure à une vitesse dite critique, que l'on nomme ω_c , il n'y a pas d'évolution de la valeur du rayon moyen de l'échantillon. Ce dernier reste égal à R_0 , la valeur du rayon du cylindre déposé sur le disque avant toute rotation.

Lorsque la vitesse de rotation est égale à ω_c , on observe une augmentation significative du rayon moyen R . On nomme R_{max} la valeur du rayon moyen obtenu pour cette vitesse. On notera que la forme de l'étalement est circulaire. De plus, un dôme s'est formé au centre de l'échantillon ainsi qu'un bourrelet au bord, (cf. fig. 3.14). Pour une large gamme de vitesses de rotation, supérieures à ω_c , on constate que la valeur du rayon moyen est toujours égale à R_{max} et des protubérances apparaissent sur le bord circulaire, (cf. fig. 3.15). Par contre, pour des niveaux de vitesses encore plus élevées, le rayon moyen est supérieure à R_{max} et augmente avec la vitesse de rotation. On constate qu'il se forme des digitations à proximité du bourrelet. Ces dernières ont une largeur un peu près constante et elles se dirigent vers le bord

de manière radiale, (cf. figures 3.16 et 3.17). De plus, leur nombre augmente avec la vitesse de rotation, (cf. figure 3.18).

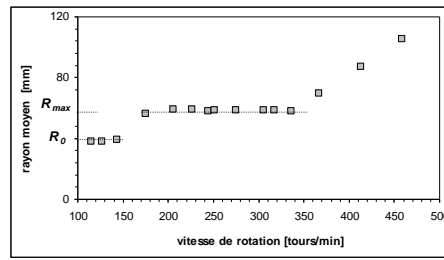


Figure 3.13 : Variation du rayon moyen d'étalement R , avec la vitesse de rotation atteinte à la fin de la rampe linéaire. Les valeurs du rayon ont été obtenues après 5 minutes de rotation à vitesse constante. Le rayon d'étalement est égal à $R_{\max}=56$ mm tant que la vitesse de rotation est inférieure à 336 tours/min.

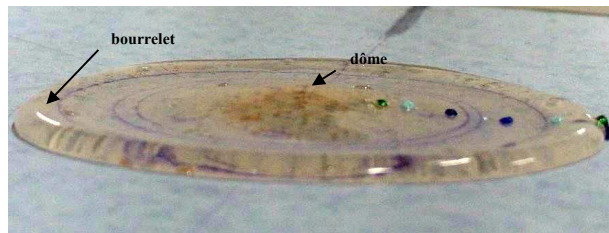
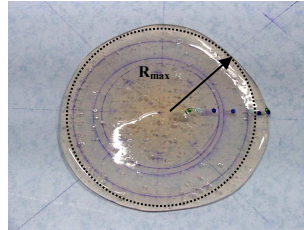


Figure 314 : haut Forme de l'étalement lorsque la vitesse est égale à 206 tours/min. Le rayon d'étalement maximum R_{\max} est égale à 56mm. bas Un dôme est présent au centre de l'échantillon ainsi qu'un bourrelet au bord.

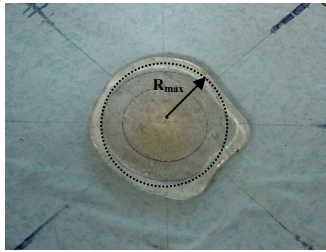


Figure 3.15 : Forme de l'étalement lorsque la vitesse est égale à 248 tours/min. Le rayon d'étalement maximum R_{max} est égale à 56mm.

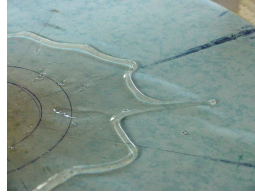
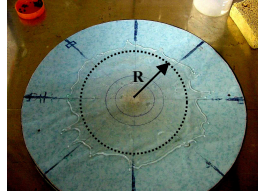


Figure 3.16 : droite Forme de l'étalement lorsque la vitesse obtenue à la fin de la rampe est égale à 412 tours/min . gauche digitations vers le bourrelet. Le fluide est contenu dans une sorte de gouttelette à l'avant de la digitation. L'étalement circulaire est matérialisé par le cercle

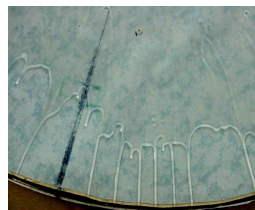
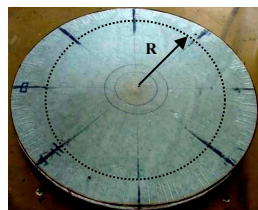


Figure 3.17 : droite Forme de l'étalement lorsque la vitesse obtenue à la fin de la rampe est égale à 458 tours/min . gauche Forme des digitations.

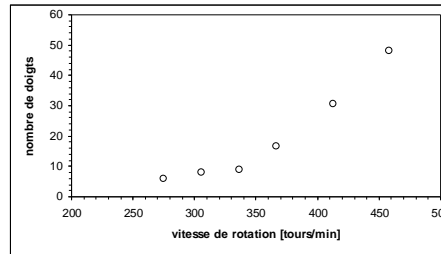


Figure 3.18 : Nombres de doigts obtenues après 5 minutes de rotation à vitesse constante pour différents niveaux de vitesse.

6.2 Evolution de l'étalement au cours du temps

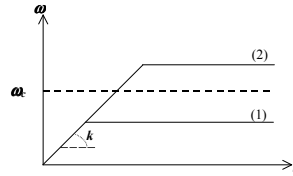


Figure 3.19: Deux régimes de rotation (1 et 2) à vitesse constante situés de part et d'autre de ω_c . Chaque niveau de vitesse est précédé d'une rampe de vitesse qui varie linéairement avec le temps : $\omega = k \cdot t$.

Nous avons vu au paragraphe précédent que l'étalement débute à partir de la vitesse de rotation critique, ω_c . Dans la suite, nous allons étudier l'évolution du rayon moyen au cours du temps, soit pendant la rampe de vitesse puis lors du régime de rotation à vitesse constante. Nous avons choisi de représenter l'évolution du rayon d'étalement moyen en fonction du temps. L'évolution de la vitesse de rotation avec le temps sera reportée sur un autre graphique, (cf. fig. 3.20). Ceci nous permet de décrire l'ensemble de l'évolution de l'étalement sur une même courbe, tout en sachant à quel régime de rotation du disque (rampe ou vitesse constante) l'évolution du rayon d'étalement est associée. Nous distinguerons les différents niveaux de vitesses de rotation atteints à la fin de la phase d'accélération, suivant leur valeur par rapport à ω_c , (cf. fig. 3.19), inférieurs ou supérieurs.

6.2.1 Premier régime de vitesse : $\omega \leq \omega_c$

Pour les vitesses finales (vitesses de rotation constantes obtenues à la fin de la rampe) inférieures à ω_c , le rayon d'étalement augmente très légèrement par rapport à la valeur du gabarit initial R_0 , (cf. fig. 3.20). Il n'y a pas d'étalement significatif du produit dans ces conditions, même si la durée du régime de rotation à vitesse constante excède plusieurs minutes. Lorsque la vitesse de rotation du disque est égale à ω_c , le matériau commence à s'étaler à la fin de la rampe d'accélération. Le rayon moyen atteint la valeur R_{max} à la fin de l'étalement. Le rayon augmente linéairement avec le temps (à vitesse constante). En outre, le bord de l'échantillon reste circulaire, aucune protubérance ne se forme.

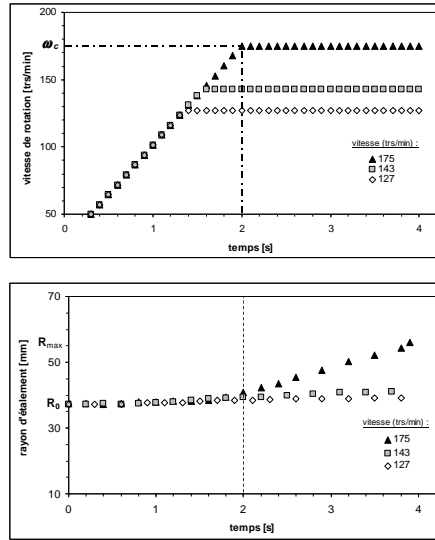


Figure 3.20 : Variation de la vitesse de rotation au cours du temps (figure du haut). Evolution correspondante du rayon d'étalement au cours du temps. la ligne en pointillé marque la fin de la rampe de vitesse et le début du régime de rotation à vitesse constante. La vitesse de rotation critique ω_c qui marque le début de l'étalement circulaire est de 175 tours/min.

6.2.2 Deuxième régime de vitesse : $\omega > \omega_c$

Lorsque la **vitesse de rotation** obtenue à la fin de la rampe est **légèrement supérieure** à ω_c , l'étalement significatif débute rapidement lorsque la vitesse du disque dépasse la vitesse critique, au cours de la rampe, (cf. fig. 3.21).

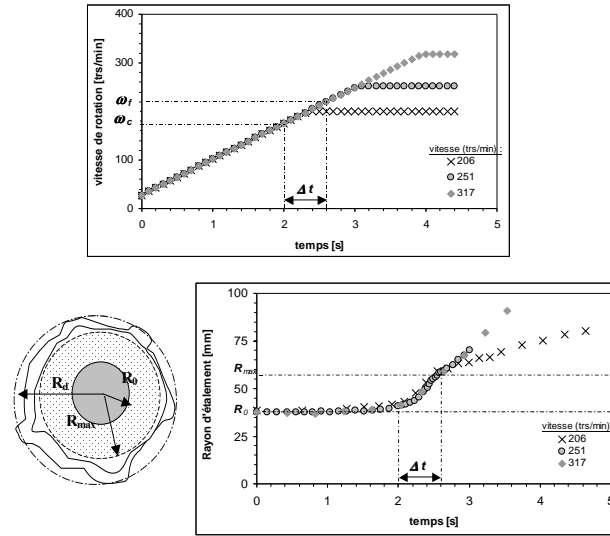


Figure 3.21: **haut** Evolution de la vitesse de rotation du disque en fonction du temps au cours de la rampe d'accélération linéaire ($k=7.7179 \text{ rad.s}^{-2}$) et du régime de rotation à vitesse constante qui suit. Plus la vitesse constante fixée est élevée plus la rampe dure longtemps. Dans cet exemple, la vitesse critique est obtenue au bout de 2s au cours de la rampe de vitesse.

bas (droite) Evolution du rayon d'étalement moyen au cours du temps. La durée de l'étalement circulaire Δt est égale à 0.6s pour les différentes vitesses finales obtenues à la fin de la rampe. **(gauche)** Evolution de la forme de l'échantillon correspondant à l'augmentation du rayon d'étalement R . La dernière augmentation du rayon d'étalement correspond à l'ondulation du bord et à la croissance des digitations (R_d).

L'étalement se termine comme précédemment, lorsque le rayon d'étalement R est égal à R_{max} . Dans ce cas, (petite accélération supplémentaire au-dessus de ω_c) on constate que la fin de cet étalement circulaire (R tend vers R_{max}) se déroule alors que le disque tourne à vitesse constante, (cf. fig. 3.21).

Pour des vitesses de rotation constantes bien supérieures à ω_c , les caractéristiques de l'étalement circulaire sont identiques : il débute à partir de $\omega = \omega_c$ et il se termine lorsque $R = R_{max}$. Dans ce cas, la fin de l'étalement est toujours obtenue au cours de la rampe de vitesse, lorsque la vitesse est égale à ω_c . L'augmentation supplémentaire du rayon d'étalement correspond à l'ondulation du bord circulaire. Lors de la rotation à vitesse constante, on constate que le bourrelet ne se déplace pas, et ceci même si l'expérience dure plusieurs minutes (inférieure à 10 minutes).

Tous ces résultats nous suggèrent que la vitesse de rotation ω_c est la vitesse critique qui est associée à la mise en écoulement de l'échantillon. Pour des vitesses inférieures à cette vitesse, l'échantillon subit une faible déformation radiale. Lorsque la vitesse est supérieure à cette vitesse, le rayon d'étalement augmente rapidement. La dynamique de l'étalement circulaire, pour des vitesses de rotation supérieures à cette vitesse critique, est identique que le disque tourne à la vitesse constante ou qu'il dépasse cette valeur au cours de la rampe de vitesse : le rayon moyen d'étalement atteint sa valeur maximum R_{max} en un temps constant Δt . Ce comportement est identique sur une large gamme de vitesse de rotation. Par ailleurs, quelle que soit la vitesse de rotation finale on obtient un dôme central et un bourrelet au bord de l'échantillon.

Pour des vitesses bien supérieures à la vitesse critique, on assiste à un nouvel étalement circulaire significatif du matériau qui peut recouvrir l'ensemble du disque. Lors de la rotation à vitesse constante on observe la formation de digitations sur le bord de l'échantillon.

6.3 Influence de la nature de la surface

Nous avons réalisé le même type d'expériences que celles décrites jusqu'à présent mais en changeant le revêtement sur le disque, pour étudier l'influence de la nature de la surface sur l'étalement. Nous avons recouvert la surface de papier de verre, puis d'un film

commercial de Téflon (Bytac) de 25.4 μm d'épaisseur, avec une rugosité de l'ordre du micron. Ce dernier type de surface est très hydrophobe.

L'évolution du rayon d'étalement en fonction de la vitesse de rotation du disque, pour les différents types de surface est reportée sur la figure 3.22. Quelle que soit la nature de la surface, l'échantillon commence à s'étaler à partir d'une même vitesse critique, la déformation critique restant elle aussi identique. En outre, la fin de l'étalement circulaire se produit pour le même rayon d'étalement R_{max} .

La rugosité de la surface n'a donc pas d'influence ni sur l'initiation de l'étalement et ni sur son évolution au cours de la rampe de vitesse. On en conclut en particulier, **qu'il n'y a pas de glissement à la surface du disque au cours de l'étalement**. En effet, nous avons montré qu'aucun glissement n'est observé lorsqu'on utilise une surface de cisaillement recouverte de papier de verre (cf. chap. glissement). Par conséquent, la déformation critique obtenue pour une vitesse de rotation critique ne correspond pas à l'apparition d'une couche de glissement qui entrainerait l'ensemble de l'échantillon.

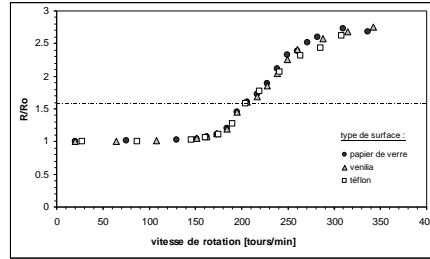


Figure 3.22 : Variation du rayon d'étalement, redimensionné par le rayon R_0 , en fonction de la vitesse de rotation du disque. Les expériences ont été réalisées avec une surface recouverte de papier de verre et avec deux autres surfaces recouvertes d'un film adhésif plastique (Venilia) et d'un film de téflon (Bytac). Ces deux derniers revêtements ont une rugosité de l'ordre du micron. A la fin de l'étalement circulaire la valeur de R_{max} est identique pour les différentes surfaces (ligne en pointillé).

Par ailleurs, la nature de la surface lisse ne modifie pas l'évolution de l'étalement. Des résultats similaires sont obtenus lorsqu'on étudie l'étalement directement sur la surface du disque en acier inoxydable ou lorsqu'on utilise une surface hydrophobe (Téflon). Il semble donc que les forces de surface, telle que les forces capillaires, jouent un rôle secondaire par

rapport à la force centrifuge dans la dynamique de l'étalement, jusqu'à l'obtention du rayon d'étalement maximum R_{max} . Pour quantifier ce phénomène nous allons étudier l'évolution de l'allongement relatif de l'échantillon, au moment où l'étalement débute.

6.4 Etude de la déformation lors de l'étalement circulaire

L'étalement étant circulaire, on détermine la déformation radiale moyenne au cours de la rotation à un instant $t+\Delta t$ à partir de la valeur du rayon moyen R aux temps $t+\Delta t$ et t :

$$\varepsilon(t + \Delta t) = \frac{R(t + \Delta t) - R(t)}{R(t)} \quad (1)$$

Avec $R(t+\Delta t)$ et $R(t)$ les rayons d'étalement expérimentaux obtenus consécutivement aux temps t et $t+\Delta t$ avec $\Delta t \approx 0$.

On définit alors la variation totale de l'allongement radial relatif de l'échantillon à un instant t à partir de la somme des déformations antérieures :

$$\varepsilon(t) = \sum_{i=0}^t \varepsilon(i) = \int_0^t \frac{dR(t)}{R(t)} = \ln \frac{R(t)}{R_0} \quad (2)$$

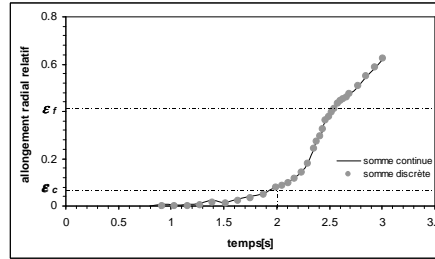


Figure 3.23 : Comparaison de l'évolution de l'allongement total au cours du temps (de la vitesse de rotation), déterminé à partir du rayon d'étalement obtenu expérimentalement en utilisant la relation 2 (somme discrète et somme continue). Les lignes en pointillé correspondent au début (déformation critique ε_c) et à la fin de l'étalement circulaire R_{max} (déformation finale ε_f). La vitesse critique est égale à 175 tours/minute, $\varepsilon_c=0.04$ et $\varepsilon_f=0.6$.

Pour des intervalles de temps Δt suffisamment petits ($< 0.1s$) entre chaque mesure du rayon d'étalement, on obtient la même valeur de la déformation que l'on utilise la somme discrète ou qu'on intègre, (cf. fig. 3.23). A partir de la relation 2 on définit l'évolution de la déformation radiale moyenne de l'échantillon correspondant aux variations du rayon R décrites précédemment, (cf. fig. 3.21). Le matériau commence à s'étaler quand la vitesse du disque dépasse une vitesse critique ω_c , après avoir subi une déformation radiale ε_c . La déformation augmente rapidement à partir de cette valeur critique avec la vitesse de rotation, au cours de la phase d'accélération. L'étalement circulaire s'arrête lorsque la déformation est égale à ε_f , qui correspond au rayon d'étalement maximum R_{max} .

Par la suite nous nous intéresserons au cas où l'ensemble de l'étalement circulaire se produit au cours de la phase d'accélération. Car cette situation correspond aux conditions réelles d'épandage. En général, la vitesse de rotation utilisée est supérieure à celle nécessaire pour que le matériau commence à s'étaler de manière significative.

Pour compléter notre analyse sur cette dynamique, au cours de la rampe de vitesse, nous allons étudier l'influence du changement d'accélération angulaire puis celle de la variation des dimensions du cylindre de gel, sur les caractéristiques de l'étalement, notamment sur l'évolution de la déformation avec la vitesse de rotation.

6.5 Influence de l'accélération angulaire

Les expériences présentées dans cette section ont été effectuées avec différentes accélérations angulaires k , ce qui permet de modifier le temps nécessaire pour atteindre une même vitesse de rotation à la fin de l'accélération. Nous avons fixé une vitesse de rotation finale supérieure à ω_c pour les différentes expériences. L'évolution du rayon d'étalement en fonction de la vitesse de rotation est représentée sur la figure 3.24.

Pour chaque accélération angulaire, l'étalement significatif débute lorsque la déformation radiale moyenne excède une même valeur de la déformation critique ε_c . A la fin de cet étalement, le rayon moyen est toujours égal à la même valeur de R_{max} , ce qui correspond à la déformation ε_f , quelle que soit la valeur de k . Cependant, la valeur de la vitesse critique marquant le début de l'étalement, ω_c , n'est pas identique pour toutes les rampes : elle augmente avec l'accélération angulaire k , (cf. fig. 3.25). Par conséquent, l'étalement commence plus tard lorsque l'accélération angulaire augmente.

Il semble donc que l'initiation de l'étalement dépend de l'accélération angulaire mais qu'ensuite son évolution soit identique dans chaque cas. On constate en effet que dans un graphique $\left(\frac{\omega}{\omega_0}; \varepsilon\right)$, les courbes d'étalement obtenues avec les différentes rampes d'accélération se superposent et suivent une courbe maîtresse durant la totalité de l'étalement circulaire ($\varepsilon_c \leq \varepsilon \leq \varepsilon_f$), (cf. fig. 3.26).

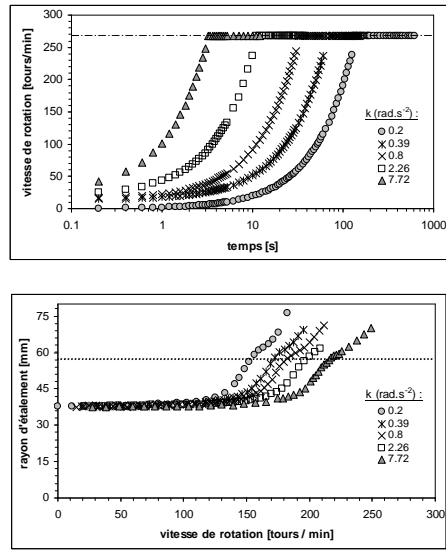


Figure 3.24: Evolution de la vitesse en fonction du temps pour différentes accélération angulaire k . La valeur de la vitesse constante (28 rad/s) est la même pour toutes les rampes (haut). Evolution de l'allongement relatif du rayon d'étalement au cours des différentes rampes d'accélération (bas). La ligne en pointillé correspond à R_{min} . La valeur du rayon de l'échantillon avant la mise en rotation est 37 mm.

Les résultats obtenus dans ce paragraphe nous indiquent que les principales caractéristiques de l'étalement circulaire ne sont pas modifiées par la variation de l'accélération angulaire. L'étalement débute toujours à partir de la même déformation critique ϵ_c et se termine lorsque la déformation atteint ϵ_f . La seule évolution notable concerne la condition d'initiation de l'étalement, la valeur de la vitesse critique ω_c augmentant avec l'accélération angulaire.

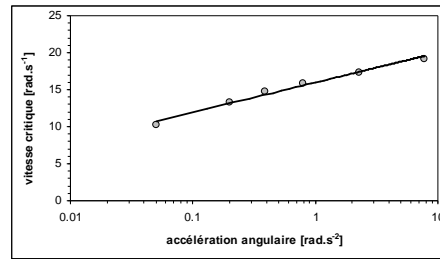


Figure 3.25 : Evolution de la vitesse de rotation critique ω_c avec l'accélération angulaire k . Une loi logarithmique (ligne continue) relie ces deux variables : $\omega_c = a \cdot \log(k) + b$, avec $a=1,75$, $b=15,97$ et $R^2 = 0,984$.

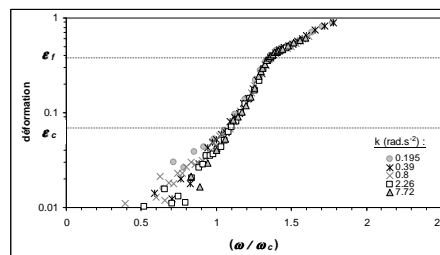


Figure 3.26 : Courbes d'étalement obtenues pour différentes accélérations angulaires k , mises sous forme adimensionnelle dans un graphique $\left(\frac{\omega}{\omega_c}; \epsilon\right)$.

6.6 Influence des dimensions de l'échantillon

Les conditions d'initiation de l'écoulement et l'influence de l'accélération étant établies, nous allons étudier l'évolution des propriétés de l'étalement lorsqu'on change les dimensions du cylindre (H_0 , R_0) de matériau déposé au centre du disque. Les résultats présentés ont été obtenus avec une seule accélération angulaire, la plus grande possible ($k=7.72 \text{ rad.s}^{-2}$), pour différentes tailles du gabarit, ce qui ne restreint pas leur généralité.

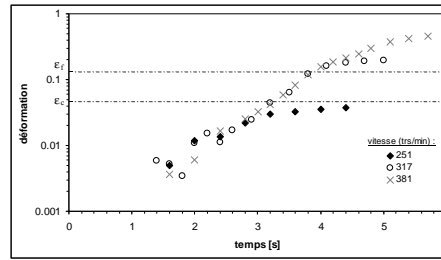


Figure 3.27 : Déformation en fonction du temps (de la vitesse de rotation) pour une accélération angulaire $k=7.72 \text{ rad.s}^{-2}$ les dimensions du gabarit sont $R_0=35 \text{ mm}$ et $H_0=5 \text{ mm}$. La vitesse de rotation critique et la déformation critique sont respectivement égales à 239 tours/min et 0,027.

L'initiation de l'étalement est toujours associée à une déformation et à une vitesse critique pour tous les gabarits utilisés, (cf. fig. 3.27). Alors que la déformation critique ϵ_c reste constante lorsqu'on change les dimensions du cylindre, on observe une variation de la valeur de la vitesse de rotation critique, ω_c , pour chaque gabarit, (cf. tab. 3.1). Elle augmente lorsque la hauteur du gabarit diminue, le rayon du cylindre de matériau étant fixé. Nous constatons la même évolution de ω_c , pour une hauteur fixée, lorsque le rayon devient plus petit, (cf. tab. 3.1).

Par ailleurs, une fois qu'il a débuté, l'étalement évolue de la même manière que précédemment. Le matériau forme une tache circulaire sur le disque dont le rayon maximum R_{max} correspond à une déformation finale ϵ_f . On notera que cette déformation varie avec les dimensions du cylindre (cf. fig. 3.28). Dès lors, en partant du raisonnement utilisé au

paragraphe précédent, nous avons reporté les courbes d'étalement obtenues avec les différentes dimensions du cylindre initial dans un graphique $\left(\frac{\omega}{\omega_c}, \varepsilon\right)$, (cf. fig. 3.29).

H_0 (mm)	R_0 (mm)	ω_c (tours/min)
5	35	234
7	35	216
10	35	187
13	35.3	178
15.3	36.2	170
18	37.3	158
18	44.8	143
18	52.5	130
18	62.5	116

Tableau 3.1 : Variation de la de la vitesse critique ω_c avec les dimensions de l'échantillon.

Les différentes courbes se superposent aussi sur une courbe maîtresse. Cependant comme nous l'avons indiqué plus haut dans ce paragraphe, la valeur de la déformation finale n'étant pas identique pour tous les gabarits testés, on ne peut donc pas associer la totalité de l'étalement ($\varepsilon_c \leq \varepsilon \leq \varepsilon_f$) à une seule gamme de vitesse de rotation.

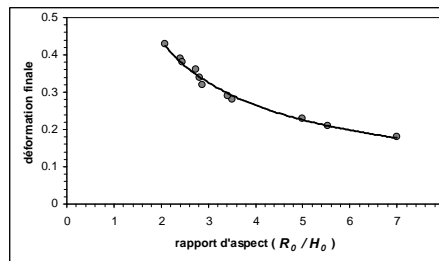


Figure 3.28 : Evolution de la déformation finale ε_f en fonction du rapport d'aspect R/H . Une loi de puissance décroissante (ligne continue) relie ces deux variables :

$$\varepsilon_f = a \cdot \left(\frac{R}{H}\right)^{-b} \text{ avec } a=0.716, b=0.717 \text{ et } R^2=0.99.$$

En résumé, nous obtenons un étalement circulaire de l'échantillon à partir d'une déformation critique ε_c , dont la valeur varie peu avec les dimensions du cylindre de gel. Par contre, la vitesse de rotation critique ω_c et la déformation finale ε_f , qui marque la fin de l'étalement circulaire, varient avec les dimensions du gabarit.

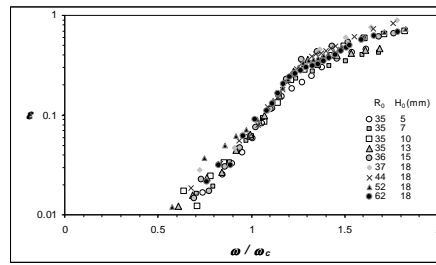


Figure 3.29 : Courbes d'étalement obtenues avec des gabarits de différentes dimensions, mises sous forme adimensionnelle dans un graphique $\left(\frac{\omega}{\omega_c}; \varepsilon\right)$.

6.7 Influence du seuil de contrainte sur les propriétés de l'étalement

Les expériences présentées dans cette section ont été effectuées avec des solutions de Carbopol 940 de concentrations différentes. Leur utilisation nous a permis d'étudier l'évolution des propriétés de l'étalement lorsque le seuil de contrainte varie. Dans la suite, nous avons utilisé la même accélération angulaire k et le même gabarit pour les suspensions de différentes concentrations.

Les gels de différentes concentration possèdent les mêmes propriétés d'étalement que le gel de coiffure. L'étalement significatif débute à partir d'une même déformation critique ε_c pour l'ensemble des gels. La vitesse de rotation critique correspondante, ω_c , est directement proportionnelle avec la concentration en Carbopol, (cf. fig. 3.30). Comme précédemment et de manière remarquable, les courbes d'étalement obtenues avec les différentes solutions se

superposent sur une même courbe durant la totalité de l'étalement ($\varepsilon_c \leq \varepsilon \leq \varepsilon_f$), dans un graphique $\left(\frac{\omega}{\omega_c}; \varepsilon\right)$, (cf. fig. 3.31).

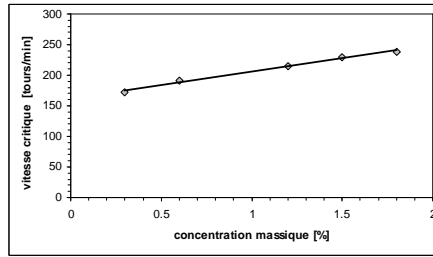


Figure 3.30 : Variation de la vitesse critique ω_c avec la concentration massique en Carbopol 940. La vitesse de rotation critique varie linéairement avec la concentration massique C (ligne continue) : $\omega_c = a.C + b$ avec $a=44.04$ tours/min, $b=161.56$ tours/min et $R^2=0.97$.

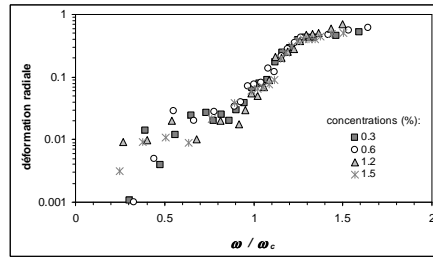


Figure 3.31 : Courbes d'étalement obtenues pour les solutions de Carbopol de différentes concentrations (0.3, 0.6, 1.2 et 1.5%) mise sous forme adimensionnelle dans un graphique $\left(\frac{\omega}{\omega_c}; \varepsilon\right)$.

6.8 Evolution des déplacements à la surface de l'échantillon

Nous avons vu que l'écoulement est radial, le produit s'étale sur le disque de manière circulaire. Or cette caractéristique est déterminée uniquement à partir de l'évolution du bord de l'échantillon. Aucune information sur les déformations subies au sein de l'échantillon n'étant fournie, on ne peut pas dire si l'ensemble du matériau participe à l'étalement observé.

Pour définir le comportement local de l'échantillon au cours de l'étalement, nous avons disposé des perles au sommet de l'échantillon suivant une ligne correspondant à un diamètre, (cf. fig. 3.32). Cet agencement des perles permet de définir l'évolution des déplacements en fonction de la distance au centre de l'échantillon au cours de l'accélération.

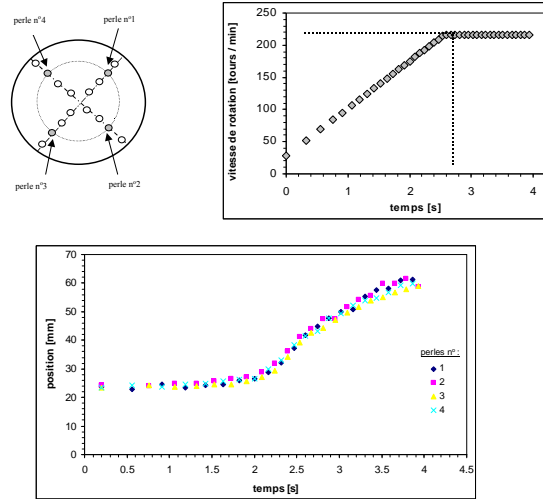


Figure 3.32 : haut à gauche Disposition des perles au sommet de l'échantillon suivant deux diamètres. Bas L'évolution de la position des perles situées à une même distance du centre mais dans des directions différentes au cours du temps (de la rampe de vitesse) haut à droite .

A la fin de l'expérience, on constate que les perles sont toujours alignées suivant le même diamètre, au sommet de l'échantillon. Chacune d'entre elles s'est déplacée par rapport à sa position initiale. De plus, quelle que soit la direction l'évolution des déplacements des perles disposées à une même distance du centre est identique, (cf. fig. 3.32).

Il ressort de ces résultats que le matériau ne subit que des déformations radiales aussi bien au sommet de l'échantillon qu'à la surface du disque. Par conséquent, l'étalement possède une symétrie de révolution autour de l'axe de rotation du disque. Ceci implique notamment que les propriétés de l'étalement de l'échantillon peuvent être déterminées à partir de l'étude de l'écoulement le long d'une seule radiale, dans un plan perpendiculaire à la surface du disque. Il est dès lors possible d'utiliser la prise de vue de côté pour étudier l'étalement, cette dernière permettant d'obtenir à la fois la variation du rayon d'étalement et le profil de l'échantillon $h(r)$, (cf. § 3.2).

6.9 Détermination du profil de l'échantillon $h(r)$

L'obtention d'un écoulement radial permet l'utilisation de la prise de vue de côté, avec laquelle on détermine le profil $h(r)$ de l'échantillon au cours de l'étalement, à partir des coordonnées (r, h) des perles alignées au sommet de l'échantillon.

Dans la suite on travaille avec une vitesse de rotation constante, obtenue à la fin de la rampe de vitesse, légèrement supérieure à ω_c . Par conséquent, le début de l'étalement circulaire commence à la fin de la rampe de vitesse et se termine lorsque le disque tourne à vitesse constante. Les profils obtenus au cours de la rampe d'accélération sont reportés sur la fig. 3.33. On constate tout d'abord qu'aux faibles vitesses de rotation, il n'y a pas d'évolution du profil de l'échantillon. Il reste horizontal malgré l'augmentation de la vitesse du disque. De plus, le rayon d'étalement ainsi que la hauteur de l'échantillon varient très lentement avec la vitesse de rotation. Ceci reste vrai jusqu'à ce qu'on atteigne la vitesse de rotation critique.

Lorsque la vitesse de rotation est supérieure à la vitesse critique, ω_c , la hauteur de l'échantillon ne diminue plus de manière uniforme. On observe un creusement à proximité du centre de l'échantillon, (cf. fig. 3.33). Ce phénomène s'accroît au cours du temps (accélération puis rotation à vitesse constante) et donne naissance au dôme central et au

bourrelet sur le bord circulaire. Lorsque le rayon d'étalement atteint R_{max} , on distingue clairement le dôme central, (cf. fig. 3.34).

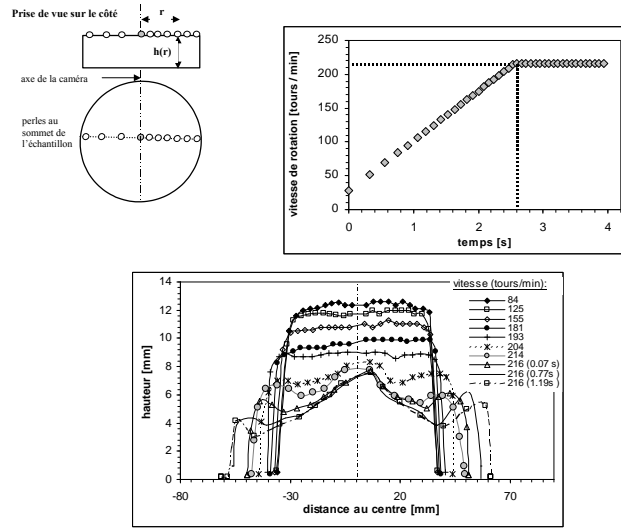


Figure 3.33: **haut** Le profil est matérialisé par la ligne de perles au sommet de l'échantillon. **bas** Evolution du profil de l'échantillon au cours de la rampe de vitesse. Les dimensions du cylindre initialement déposé sont $R_0 = 35$ mm et $H_0 = 13$ mm. La vitesse de rotation critique est égale à 18 rad.s^{-1} , $R_{max} = 55$ mm est obtenu lorsque le disque tourne à vitesse constante $\omega = 216$ tours/min.

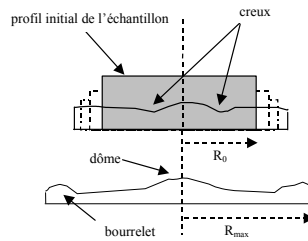


Figure 3.34 : Evolution du profil de l'échantillon cylindrique au cours de la rampe de vitesse. Après un affaissement de l'ensemble de l'échantillon, il se forme des creux à proximité du centre lorsque la vitesse est supérieure à ω_c . Pour des vitesses de rotation plus importantes, on observe un dôme central et un bourrelet sur le bord de l'échantillon.

6.10 Etude du déplacement des traceurs

La description de l'évolution du profil de l'échantillon au cours de l'étalement est complétée par l'analyse du déplacement radial de chacune des perles, (cf. fig. 3.35). Nous avons choisi une vitesse de rotation constante de telle manière que l'étalement circulaire se termine avant la fin de la phase d'accélération du disque.

L'évolution des déplacements des perles est similaire à celle obtenue pour le bord de l'échantillon. Aux faibles vitesses de rotation, aucun mouvement n'est observé, chaque perle garde sa position initiale. A partir de ω_c , toutes les perles ainsi que le bord de l'échantillon se mettent en mouvement. On distingue trois catégories de perles suivant l'évolution de leur déplacement au cours de l'étalement circulaire :

1. A la fin de la rampe de vitesse la perle la plus proche du centre (perle 1) s'immobilise en premier. Puis au cours de la rotation du disque à vitesse constante, cet arrêt concerne progressivement l'ensemble des perles de la zone centrale (perles 2 puis 3, 4, 5).
2. La perle 6 se déplace pendant l'ensemble de l'étalement. De plus la distance qui la sépare du bord de l'échantillon, α , reste approximativement constante.

- Les perles les plus excentrées (perles 7,8 et 9) continuent aussi de se déplacer jusqu'à ce qu'elles rattrapent le bord de l'échantillon. On a en effet un mouvement relatif de ces perles en direction du bord.

On en conclut qu'au début de l'étalement circulaire l'ensemble de l'échantillon se déforme. Rapidement, la partie centrale de l'échantillon ne subit plus de déformation (perles 1, 2, 3, 4, 5). La déformation ne concerne alors que le bord de l'échantillon. Seules les perles qui sont les plus excentrées participent encore à l'étalement (perles 7,8 et 9).

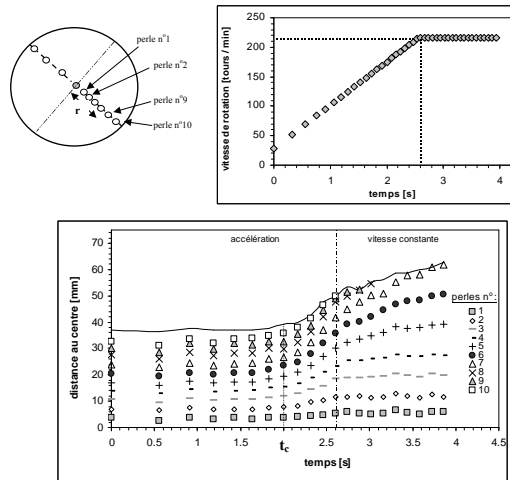


Figure 3.35: haut à gauche Disposition des perles au sommet de l'échantillon. Le numéro des perles augmente avec leur distance à l'axe central du cylindre. haut à droite Variation de la vitesse de rotation au cours du temps. La rampe d'accélération se termine après 2.6s (ligne en pointillé) et la vitesse de rotation constante est égale à 216 tours/min. bas Déplacement des perles en fonction du temps (de la vitesse de rotation du disque). La ligne en pointillé verticale correspond à la fin de la rampe de vitesse et t_c est le temps critique, proportionnel à ω_c .

Pour confirmer cette analyse, nous avons reporté sur la figure 3.36 l'évolution de la distance entre chaque perle et le bord de l'échantillon, $R-R_p$, au cours de l'étalement

circulaire. On constate que les perles restent immobiles tant que la vitesse est inférieure à ω_c . Pour des vitesses plus élevées, le bord s'éloigne des perles qui sont près du centre (perles 1, 2, 3, 4, 5) alors que les perles les plus excentrées se rapprochent rapidement du bord (perles 7, 8 et 9). Ce groupe de perles tourne autour de la surface de l'échantillon au cours de leur déplacement en direction du bord (cf. fig. 3.37).

On notera que la perle N°6 se déplace en gardant une distance constante avec le bord. La position de cette perle au sommet de l'échantillon permet de mieux comprendre son déplacement particulier au cours de l'étalement. Cette perle se trouve en fait à l'endroit où se forme le creusement à la surface de l'échantillon, (cf. fig. 3.38). Nous avons constaté que la perle N°6 reste toujours localisée dans le creux au cours de l'étalement. Comme la distance entre cette perle et le bord est constante au cours du temps et égale à α , nous en déduisons que le creusement, une fois formé, se déplace à la même vitesse que le bord de l'échantillon, ce qui correspond au déplacement radial d'un bloc de longueur α (cf. fig. 3.39). A la fin de l'étalement circulaire, nous avons constaté que la taille du bourrelet est aussi égale à α (cf. fig. 3.37).

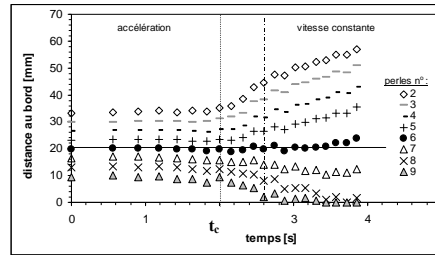


Figure 3.36: Variation de la distance au bord pour chaque perles. La ligne en pointillé verticale correspond à la fin de la rampe de vitesse et t_c est le temps critique, proportionnel à ω_c . Se reporter à la fig. 33 pour la correspondance entre le temps et vitesse de rotation. La distance au bord de la perle n°6, α , est égale à 20mm.

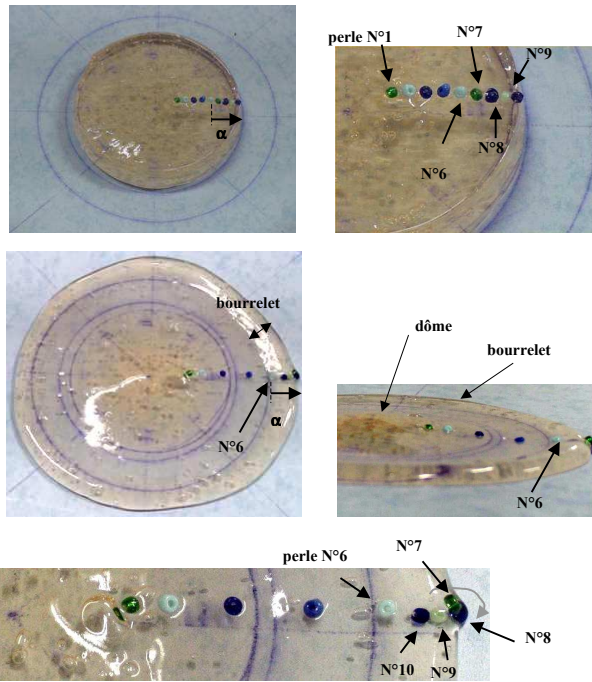


Figure 3.37 : haut (gauche) Echantillon cylindrique ($R_0=35\text{mm}$ et $H_0=13\text{ mm}$) au centre du disque avant la mise en rotation. On a reporté la distance au bord de la perle N°6, α , (droite) Disposition des perles au sommet de l'échantillon.

milieu (gauche) Etalement circulaire de l'échantillon après une rampe de vitesse dont la vitesse finale est 246 tours/min. (droite) Disposition des perles au sommet de l'échantillon. A la fin de l'étalement la perle N°6 se situe juste avant le bourrelet et toujours à la même distance α du bord de l'échantillon.

bas Gros plan sur la position des perles près du bord. les perles 7,8,9 et 10 ont subi un mouvement de rotation autour du bord de l'échantillon. la perle N°6 se situe juste à côté du bourrelet.

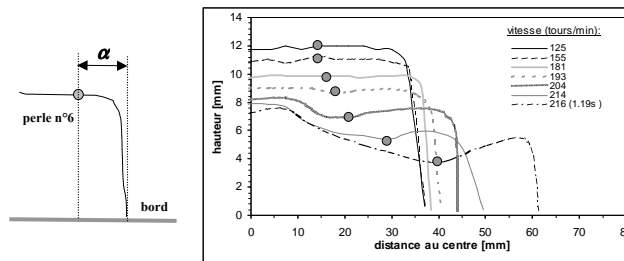


Figure 3.38 : gauche Distance α entre la perle N°6 et le bord de l'échantillon. droite déplacement de la perle N°6 au cours de l'étalement circulaire.

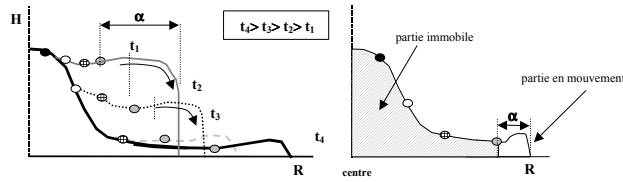


Figure 3.39 : gauche Formation du dôme central au cours du temps (t_1 à t_4), lors de la rotation du disque. droite. Le dôme une fois formé (partie rayée) correspond à la partie de l'échantillon qui ne participe plus à l'étalement. La partie la plus excentrée (« partie mobile ») continue de s'étaler. Dans cette zone les perles se déplacent en direction du bord (la flèche matérialise le mouvement de rotation des perles qui se trouvent à proximité du bord).

En résumé, pour les vitesses inférieures à la vitesse critique ω_c , les perles au sommet de l'échantillon restent quasiment immobiles. Par contre, lorsque la vitesse est supérieure à ω_c , l'ensemble des perles est rapidement mis en mouvement, ce qui correspond au début de l'étalement significatif du matériau. Au cours de l'étalement le nombre de perles en déplacement se restreint. Celles qui se trouvent à proximité du centre s'immobilisent les premières. Lors de cet arrêt on assiste simultanément à un creusement de la surface de l'échantillon, correspondant en fait à la scission de l'échantillon en deux parties : la partie périphérique de l'échantillon se détache progressivement de la partie centrale. Il se forment ainsi le dôme et le bourrelet au bord.

7 Analyse de l'étalement

Nous allons maintenant analyser les différentes étapes de l'étalement en fonction du niveau de vitesse de rotation du disque :

- aux vitesses de rotation inférieures à la vitesse critique ω_c .
- lorsque la vitesse est égale à la valeur critique ω_c .
- pour les vitesses de rotation supérieures à la vitesse critique ω_c . Nous considérons premièrement l'étalement circulaire rapide puis le déplacement du bourrelet et à la croissance des digitations.

7.1 comportement pour $\omega < \omega_c$

Une étude récente [55] a montré que le gel utilisé dans nos expériences se comporte comme un solide viscoélastique de type Kelvin-Voigt aux faibles contraintes, tant que la déformation est inférieure à une déformation critique γ_c associée au seuil de contrainte τ_c du matériau par la relation suivante :

$$\tau_c = G \cdot \gamma_c \quad (18)$$

Avec G le module élastique.

On notera tout d'abord que ce comportement viscoélastique du matériau ne peut être utilisé pour expliquer l'ensemble de l'étalement car il n'est valide que dans le domaine des faibles déformations, ce qui ne concerne que les vitesses de rotation inférieures à la vitesse critique ω_c . Nous restreindrons donc notre étude à cette gamme de vitesse.

7.1.1 Elongation simple

Dans la suite, nous proposons un modèle pour expliquer l'évolution de la déformation d'un échantillon de gel de forme cylindrique déposé au centre du disque au cours d'une rampe linéaire de vitesse de rotation du disque :

$$\omega = k \cdot t \quad (3)$$

avec ω la vitesse de rotation et k l'accélération angulaire.

On suppose que l'échantillon subit une élongation radiale simple lorsque la vitesse de rotation est inférieure à la vitesse critique ω_c , en réponse à la force centrifuge. Sous l'action de cette force, l'échantillon s'écrase à peu près uniformément.

Nous avons négligé la gravité, les forces présentes à l'interface solide-fluide ainsi que les termes d'inertie du second ordre, en considérant que la vitesse d'étalement est bien inférieure à la vitesse de rotation. De plus nous supposons que l'étalement est symétrique autour de l'axe z. Dans ces conditions les variables ne dépendent pas de θ . Nous considérons que l'échantillon subit une élongation simple suivant le rayon. En supposant l'incompressibilité du fluide, la déformation moyenne selon Hencky dans la direction radiale est :

$$\varepsilon = \ln \frac{R(t)}{R_0} \quad (4)$$

avec R_0 le rayon initial de l'échantillon $R(t)$ le rayon moyen obtenu au cours de l'étalement.

Le taux de déformation est :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\partial \varepsilon}{\partial t} = \frac{\dot{R}(t)}{R(t)} \quad (5)$$

et le champ de vitesse est :

$$v_r = \frac{\dot{\varepsilon} r}{2}$$

$$v_\theta = 0$$

$$v_z = -\dot{\varepsilon} z$$

Pour une élongation simple, les composantes tangentielles (liées au cisaillement) du tenseur des taux de déformation \mathbf{D} sont nulles. Le tenseur s'écrit alors sous la forme :

$$D = \begin{pmatrix} D_{rr} & 0 & 0 \\ 0 & D_{\theta\theta} & 0 \\ 0 & 0 & D_{zz} \end{pmatrix} \quad (6)$$

avec $D_{rr} = \frac{\dot{\varepsilon}}{2}$; $D_{\theta\theta} = \frac{\dot{\varepsilon}}{2}$ et $D_{zz} = -\dot{\varepsilon}$

Par ailleurs, on suppose que le matériau se comporte comme un solide de type Kelvin-Voigt.

Le tenseur des contraintes associé à ce modèle s'écrit sous la forme :

$$T = \begin{pmatrix} \sigma_r & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{\theta\theta} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{zz} \end{pmatrix} \quad (7)$$

avec $\sigma_r = \sigma_{\theta\theta} = 2\mu.D_r + E \int D_r dt$

$$\sigma_r = 2\mu \cdot \frac{\dot{\varepsilon}}{2} D_r + E \int \frac{\dot{\varepsilon}}{2} dt = \mu \dot{\varepsilon} + \frac{E}{2} \varepsilon \quad (8)$$

et $\sigma_{zz} = -2\mu \dot{\varepsilon} - E \varepsilon$ (9)

avec μ la viscosité et E le module d'Elasticité (module d'Young).

Le repère d'étude a pour origine le centre du disque et a pour base (e_r, e_{θ}, e_z). Dans ce repère l'équation de la conservation de la quantité de mouvement suivant le rayon s'écrit :

$$\frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial r} (r \sigma_r) + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial \theta} \sigma_{\theta} + \frac{\partial}{\partial z} \sigma_z - \frac{\sigma_{\theta\theta}}{r} - \frac{\partial p}{\partial r} + \rho \omega^2 r = 0 \quad (10)$$

Avec $\sigma_r = \sigma_{\theta\theta}$ et $\sigma_{r\theta} = \sigma_{\theta r} = \sigma_{rz} = \sigma_{zr} = 0$, cette expression devient :

$$\frac{1}{r} \frac{\partial \sigma_r}{\partial r} - \frac{\partial p}{\partial r} + \rho \omega^2 r = 0 \quad (11)$$

Dans le cadre de la viscoélasticité linéaire la contrainte σ_r ne dépend pas du rayon r et l'équation du mouvement donne :

$$\frac{\partial p}{\partial r} = \rho \omega^2 r \quad (12)$$

On en déduit la pression à une distance r du centre :

$$p(r) = \rho \omega^2 \frac{r^2}{2} + p_o \quad (13)$$

avec p_o la pression atmosphérique. On fait l'hypothèse que suivant l'axe central ($r=0$) la pression au sein du fluide est égale à la pression atmosphérique.

La pression au bord de l'échantillon, $p(R)$ est définie à partir de la condition aux limites entre l'air et le gel :

$$T \cdot n = -p_o \cdot n \quad (14)$$

avec n le vecteur normal à l'interface.

En combinant cette relation avec les relations 8 et 11 on obtient :

$$-p(R) + \mu \dot{\varepsilon} + \frac{E}{2} \varepsilon = -p_o$$

$$\Leftrightarrow \rho \omega^2 \frac{R^2}{2} = \mu \dot{\varepsilon} + \frac{E}{2} \varepsilon \quad (15)$$

$$\Leftrightarrow \rho k^2 t^2 \frac{R^2}{2} = \mu \dot{\varepsilon}(t) + \frac{E}{2} \varepsilon(t) \quad (16)$$

La solution de cette équation est la déformation $\varepsilon(t)$ de l'échantillon à la distance R du centre au cours d'une rampe de vitesse linéaire.

La solution sans second membre de cette équation $\varepsilon_1(t)$ est :

$$\varepsilon_1(t) = \varepsilon_o \exp\left(-\frac{E}{2\mu} t\right) \quad (17)$$

La solution avec le second membre $\varepsilon_2(t)$ est obtenue en supposant que la déformation est de la forme :

$$\varepsilon_2(t) = At^2 + Bt + C \quad (18)$$

on obtient ainsi :

$$\varepsilon_2(t) = A \left(t^2 - \frac{4\mu}{E} t + \frac{8\mu^2}{E^2} \right) \text{ avec } A = \frac{\rho k^2 R^2}{E}$$

$$\Leftrightarrow \varepsilon_2(t) = A (t^2 - 2\theta t + 4\theta^2) \text{ avec } \theta = \frac{2\mu}{E} \quad (19)$$

la solution finale de l'équation 16 est :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_1(t) + \varepsilon_2(t) \quad (20)$$

$$\Leftrightarrow \varepsilon(t) = 2\theta^2 A \left[1 - \exp\left(-\frac{t}{\theta}\right) \right] + A(t^2 - 2\theta t) \quad (21)$$

Dans la suite nous avons utilisé cette dernière expression pour déterminer l'évolution de la déformation au cours de l'accélération du disque, pour les différentes accélérations angulaires k utilisées précédemment, (cf. § 3.5). Pour cela il faut déterminer la valeur du paramètre $\theta = \frac{2\mu}{E}$. La valeur du module élastique est obtenue à partir du module de cisaillement G, qui a été déterminé au cours de tests de rhéométrie, (cf. annexe). Le module de cisaillement est relié au seuil de contrainte en cisaillement par la relation suivante :

$$\tau_c = G \gamma_c \text{ soit } G = \frac{\tau_c}{\gamma_c} = 700 \text{ Pa}$$

avec $\tau_c = 70 \text{ Pa}$ et $\gamma_c = 0.1$.

Le gel étant incompressible, on en déduit facilement la valeur du module d'Young E :

$$E = 3.G = 2100 \text{ Pa.}$$

La valeur de la viscosité que nous avons retenu est celle qui permet le meilleur ajustement des points expérimentaux avec le modèle.

7.1.2 Comparaison avec les résultats expérimentaux

Nous avons représenté sur la figure 3.40 l'évolution des déformations au cours de la rampe obtenue avec le modèle. Quelle que soit la valeur de la viscosité, la variation de la déformation au cours du temps obtenu avec le modèle est similaire à celle observée lors des expériences, (cf. fig. 3.41). Nous avons ensuite comparé le temps critique t_c , nécessaire pour obtenir la déformation critique avec le modèle, pour différentes viscosités, (cf. fig. 3.42). On constate que le temps critique augmente avec la viscosité, ce qui est en accord avec le modèle utilisé (modèle de Kelvin-Voigt). Néanmoins, cette augmentation reste faible et on trouve des temps critiques pour chaque accélération angulaire assez proches de ceux obtenus expérimentalement, pour les différentes viscosités, (cf. figures 3.42 et 3.43).

A partir de la valeur de la déformation critique et de la vitesse critique, obtenues avec le modèle, nous avons calculé la contrainte associée au début de l'étalement, en utilisant la relation suivante (cf. fig. 3.44) :

$$\sigma_c^* = \frac{1}{2} \rho \omega_c^2 R_c^2 \quad (22)$$

Pour les faibles accélérations angulaires, la valeur de la contrainte calculée est assez proche de celle obtenue expérimentalement. Par contre, aux fortes accélérations angulaires, les contraintes calculées sont bien supérieures aux valeurs obtenues à partir des expériences. Cet écart est dû au fait que la rampe de vitesse imposée au disque n'est pas idéale. Au début de la rampe, on observe un saut de vitesse liée à la mise en rotation du disque. La relation qui relie la vitesse de rotation à l'accélération angulaire est plutôt de la forme :

$$\omega = k.t + \omega_0$$

Pour une même accélération angulaire k le temps t_c nécessaire pour obtenir l'angle critique est plus faible au cours des expériences qu'avec le modèle. Or comme la contrainte critique est calculée à partir de la valeur du temps critique, (cf. rel. 22) :

$$\sigma_c^* \approx k^2 t_c^2$$

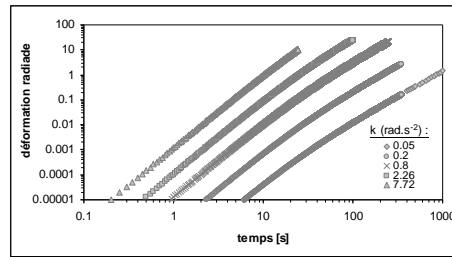


Figure 3.40 : Evolution de la déformation radiale moyenne en fonction du temps, obtenue avec le modèle, pour différentes accélérations angulaires k . La viscosité est égale à 7500 Pa.s.

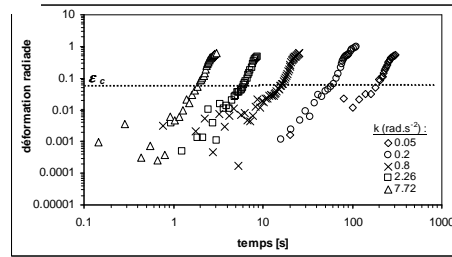


Figure 3.41 : Evolution de la déformation radiale moyenne en fonction du temps pour différentes accélérations angulaires k , obtenue expérimentalement.

On obtient une contrainte critique plus élevée avec le modèle. On notera que la vitesse instantanée ω devient négligeable lorsque le temps nécessaire pour obtenir la déformation critique est important. Ceci explique pourquoi il n'y a pas de décalage entre le temps critique

théorique et expérimental pour les faibles accélérations angulaires (durée des expériences les plus longues).

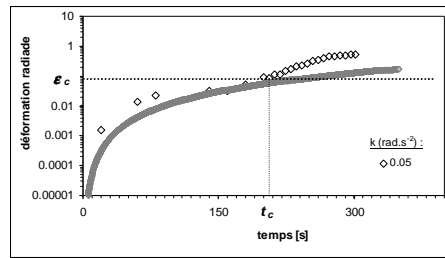


Figure 3.42 : comparaison de l'évolution de la déformation radiale moyenne en fonction du temps obtenue expérimentalement et avec le modèle, la viscosité étant égale à 7500 Pa.s. l'accélération angulaire est égale à 0.05 rad.s⁻².

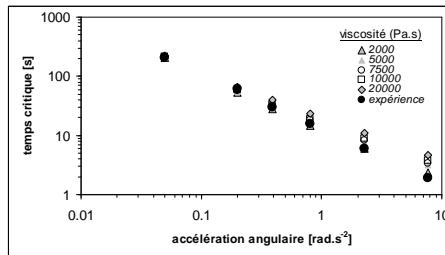


Figure 3.43 : Temps critique nécessaire pour obtenir la déformation critique ϵ_c en fonction de l'accélération angulaire

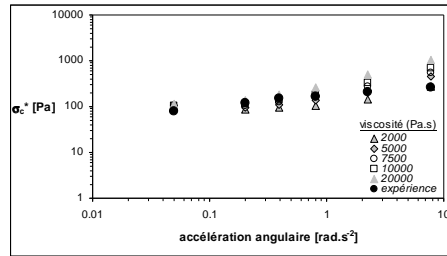


Figure 3.44 : Variation de la contrainte critique σ_c^* expérimentale et théorique obtenue pour différentes accélération angulaire k .

7.2 Comportement pour $\omega = \omega_c$

En ce qui concerne le seuil d'écoulement du gel, τ_c , Baudez a montré que lorsque la contrainte imposée est supérieure à ce seuil la déformation est supérieure à une déformation critique, [55].

Lors de nos expériences, nous avons vu que la déformation critique, qui est indépendante des conditions d'expérimentations (accélération du disque, dimensions du cylindre), est associée à une vitesse de rotation critique ω_c . Pour des vitesses inférieures à cette vitesse critique, l'échantillon de gel ne subit que de très faibles déformations. Par contre, pour des vitesses de rotation supérieures à ω_c , le matériau s'étale rapidement. Cette vitesse critique de rotation correspond donc à une transition entre deux comportements bien distincts du matériau. En utilisant cette vitesse on peut déterminer la contrainte critique associée à partir de la relation 22 :

$$\sigma_c^* = \frac{1}{2} \rho \cdot \omega_c^2 \cdot R_c^2$$

Par la suite nous allons déterminer la valeur de la contrainte associée à la vitesse critique lorsque l'accélération angulaire varie, pour un gabarit unique, puis avec celles déterminées pour différentes dimensions, l'accélération angulaire étant fixée.

7.2.1 Contrainte critique associée à l'étalement rapide

L'évolution de la contrainte critique pour différentes accélérations angulaires, les dimensions du gabarit étant fixées, est reportée sur la figure 3.45. Lorsque l'accélération angulaire est faible, inférieure à la valeur k_c , on constate que la contrainte critique est égale au seuil de contrainte en élongation, $\sigma_c = E \cdot \varepsilon_c$ (126 Pa). Dans ce cas, le temps au bout duquel nous obtenons la déformation critique est le plus long. La déformation critique ε_c est dépassée seulement lorsque la contrainte sur le disque est supérieure au seuil de contrainte en élongation.

Lorsque l'accélération angulaire est supérieure à k_c , la contrainte critique augmente avec l'accélération angulaire. Dans ce cas, on obtient plutôt un « seuil de contrainte dynamique ». En effet, le temps nécessaire pour obtenir la vitesse critique diminue lorsque l'accélération angulaire augmente, ce qui entraîne une variation plus rapide de la contrainte pour une même durée, et donc une variation plus lente de la déformation, à cause du comportement viscoélastique de type Kelvin-Voigt (cf. § précédent). Par conséquent, la déformation critique ε_c est obtenue pour des contraintes bien supérieures au seuil de contrainte en élongation mais correspond bien au début de l'étalement significatif de l'échantillon.

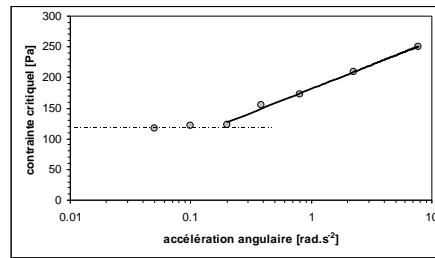


Figure 3.45 : Variation de la contrainte critique avec l'accélération angulaire k . Lorsque k est inférieur à k_c ($=0.2 \text{ rad.s}^{-2}$), on trouve une contrainte critique égale à la contrainte seuil en élongation, soit 120 Pa ($\pm 10\%$) (ligne en pointillé). La contrainte seuil dynamique, obtenue pour k supérieurs à 0.2 rad.s^{-2} , suit une loi logarithmique de l'accélération angulaire (ligne continue) : $\tau = a \cdot \log(k) + b$ avec $a=33,96$ $b=181,47$ et $R^2=0,995$.

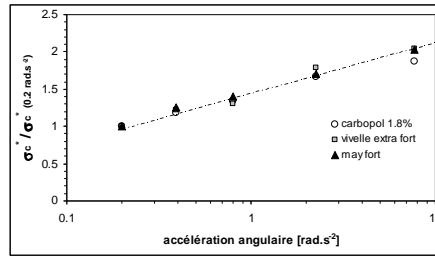


Figure 3.46 : Evolution du rapport contrainte critique/ contrainte critique obtenue pour la $k=0.2 \text{ rad.s}^{-2}$, en fonction de l'accélération angulaire k , pour deux gels de coiffure (« May » fixation forte et « Vivelle » fixation extra forte) dont la valeur du seuil de contrainte est reportée dans le tableau 2.

Des expériences complémentaires ont été menées sur un autre gel de coiffure (Vivelle fixation extra forte) ainsi que sur une solution fortement concentrées de Carbopol dans de l'eau (1.8% en volume), pour vérifier que cette variation du seuil n'était pas uniquement lié au matériau utilisé. Ces matériaux se comportent de la même manière sur le disque que le gel que nous avons utilisé jusqu'à présent : ils commencent à s'étaler de manière significative à partir d'une déformation critique, ϵ_c , (cf. tableau 3.3) et d'une vitesse de rotation critique ω_c .

Nous avons reporté sur la figure 3.46, l'évolution du rapport de la contrainte critique sur la contrainte critique dite « quasi-statique », déterminé pour la plus faible accélération angulaire, en fonction de l'accélération angulaire et pour chacun des matériaux. On constate que la valeur de la contrainte critique augmente comme précédemment avec l'accélération angulaire. De plus, l'évolution du rapport des deux contraintes avec l'accélération angulaire est identique pour l'ensemble des gels.

	τ_c	ϵ_c
May fort	70	0.06
Vivelle	127	0.1
Carbopol 1.8%	218	0.07

Tableau 3.3 : (gauche) Seuil de contrainte déterminé au rhéomètre pour les trois gels (May fixation forte, Vivelle fixation extra forte et Carbopol 1.8 %). Valeurs des déformation critiques marquant le début de l'étalement(droite).

7.2.2 Variation de la contrainte seuil avec les dimensions du cylindre

Nous avons déterminé la valeur de la contrainte critique pour les différents gabarits utilisés précédemment, (cf. § 3.6), l'accélération angulaire étant fixée, (cf. fig. 3.47). On constate que la contrainte critique est à peu près constante. On en déduit que la contrainte nécessaire pour que le matériau commence à s'étaler ne dépend pas des dimensions du cylindre. Nous en concluons que l'initiation de l'étalement ne dépend ni des dimensions du cylindre, ni du volume de matériau utilisé : c'est une propriété intrinsèque au matériau.

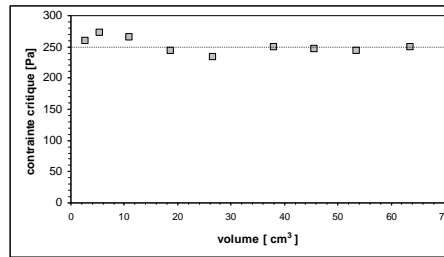


Figure 3.47 : Variation de la contrainte critique avec le volume de gel pour les différents gabarits de dimensions initiales (R_0, H_0).

7.3 Evolution de l'étalement pour $\omega > \omega_c$

7.3.1 Formation du dôme central et du bourrelet

Nous avons vu que le matériau se comporte comme un solide viscoélastique tant que la vitesse de rotation n'a pas atteint la vitesse critique ω_c . Dans ce cas la déformation est inférieure à la déformation critique ϵ_c , et l'échantillon s'allonge sous l'action de la force centrifuge. Dès que la vitesse de rotation est supérieure à ω_c , la limite d'élasticité du matériau est dépassé et la déformation de l'échantillon n'est plus homogène. On observe alors un creusement à la surface de l'échantillon entre le centre et le bord, puis la séparation de l'échantillon en deux parties. On obtient à la fin de l'étalement circulaire un dôme au centre de l'échantillon, qui ne participe plus à l'écoulement, et le bourrelet au bord qui continue de s'étaler, (cf. fig. 3.48).

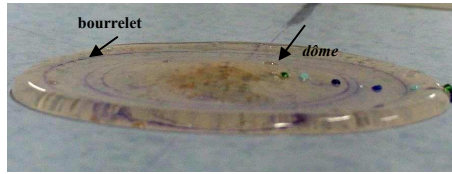


Figure 3.48 : Forme de l'échantillon à la fin de l'étalement circulaire.

7.3.2 Etalement du bourrelet

Une fois que le dôme central est formé, nous avons vu qu'il ne participe plus à l'étalement. Seule la partie périphérique de l'échantillon continue de s'étaler, que se soit à vitesse constante ou au cours d'une rampe de vitesse. On retrouve les différentes régions décrites dans la littérature portant sur l'étude de l'étalement des fluides à seuil lors du spin-coating, (cf. §.1.2). Il ressort en outre de ces études que le fluide subit essentiellement un cisaillement sous l'action de la force centrifuge.

Dans la suite, on suppose aussi que le matériau est soumis à un cisaillement simple. Nous négligerons comme précédemment la force de Coriolis ainsi que la gravité devant la force centrifuge. Par ailleurs, dans la configuration actuel de l'écoulement le rapport d'aspect H/R est de l'ordre de 0.1 lorsqu'on s'éloigne du dôme, (cf. fig. 3.49), ce qui permet d'utiliser l'approximation de lubrification. Dans ces conditions, la contrainte de cisaillement imposée au matériau est τ_{rz} [53].

Dans un premier temps on considère l'évolution de l'étalement à vitesse constante ω . Le repère d'étude a pour origine le centre du disque et a pour base $(\mathbf{e}_r, \mathbf{e}_\theta, \mathbf{e}_z)$. Dans ce repère, l'équation de la conservation de la quantité de mouvement suivant le rayon s'écrit :

$$\frac{\partial \tau_{rz}}{\partial z} = -\rho \omega^2 r \quad (23)$$

avec ρ la densité du matériau

En intégrant cette équation et en utilisant la condition aux limites suivante :

$$\tau_{rz} = 0 \text{ lorsque } z = h \quad (24)$$

avec h hauteur du fluide à la distance r du centre.

On obtient l'expression de la contrainte de cisaillement au sein de l'échantillon :

$$\tau_{rz} = \rho\omega^2 r(h-z) \quad (25)$$

Cette relation nous indique que la contrainte de cisaillement transmise au fluide est maximum à la surface du disque. Lorsque $z=0$ la rel. 25 s'écrit :

$$\tau_{rz} = \tau = \rho\omega^2 r.h \quad (26)$$

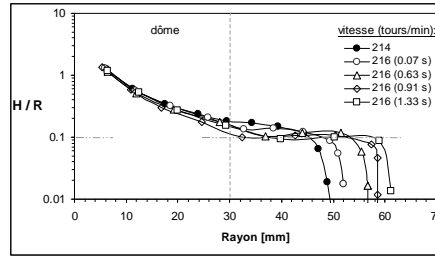


Figure 3.49 : Valeur du rapport d'aspect R/H en fonction du rayon.

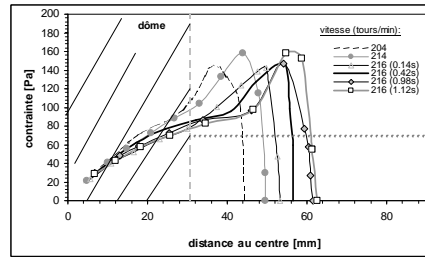


Figure 3.50 : Evolution de la contrainte de cisaillement à la surface du disque au cours du temps. la contrainte seuil (70 Pa) est matérialisée par ligne en pointillé horizontale. Le disque tourne à la vitesse $\omega = 216$ tours/min. Le calcul de la contrainte n'est valable que pour les rayons supérieures à 30 mm, car l'hypothèse de lubrification n'est pas vérifiée pour les plus petites distances (dôme).

Dans la suite, nous nous sommes intéressés essentiellement à l'évolution de la contrainte maximum le long de la surface, (cf. fig. 3.50). On constate qu'à proximité du dôme

la contrainte maximum est légèrement supérieure au seuil de contrainte du matériau, τ_c . Par contre, lorsqu'on se rapproche du bord de l'échantillon, la contrainte maximum augmente rapidement et atteint des niveaux ($\approx 2\tau_c$) tel que le fluide devrait s'écouler rapidement. Or, on constate un ralentissement de l'étalement puis un arrêt complet si on prolonge l'expérience. On en déduit que notre analyse ne permet pas de décrire l'arrêt de l'étalement. Il semble que l'évolution de l'étalement dépende du comportement du matériau dans le bourrelet.

7.4 Evolution de l'étalement pour $\omega > \omega_c$

Dans cette partie, nous allons expliquer comment le rayon moyen d'étalement augmente au cours de la rampe de vitesse linéaire pour des vitesses bien supérieures à la vitesse marquant la fin de l'étalement circulaire, ω_c . Nous aborderons ensuite le mécanisme d'apparition des digitations à proximité du bourrelet.

7.4.1 Variation du rayon d'étalement après l'étalement circulaire

Nous avons vu que lorsque la vitesse de rotation atteinte à la fin de la rampe de vitesse est proche de ω_c , il se forme le dôme central ainsi que le bourrelet au bord de l'échantillon. La forme de l'étalement n'est pas modifiée lors de la rotation à vitesse constante, (cf. § 3.2). Par contre si le disque subit encore une accélération, nous avons vu que le rayon d'étalement moyen augmente avec la vitesse alors que la hauteur du bourrelet diminue, le matériau pouvant même recouvrir l'ensemble du disque. Par ailleurs, nous avons constaté une diminution de la hauteur du dôme central, ce qui nous indique que la partie centrale peut aussi être déformée de manière significative au cours de la rampe de vitesse.

Nous allons étudier plus précisément cette évolution en imposant une rampe de vitesse au disque. Nous avons déterminé la variation du rayon d'étalement moyen, même si la forme de l'étalement n'est plus réellement circulaire pour les vitesses supérieures à ω_c , avec la vitesse de rotation, l'objectif de ce paragraphe étant de décrire qualitativement l'étalement, (cf. fig. 3.51). Nous étudierons aussi les déplacements d'une perle placée près du centre de l'échantillon pour déterminer l'évolution de la déformation dans cette zone, (cf. fig. 3.52).

On constate tout d'abord que le rayon d'étalement moyen R n'augmente pas de manière régulière au cours de la rampe. Durant l'ensemble de l'étalement chaque augmentation importante du rayon R est suivie d'un ralentissement de l'étalement, (cf. fig. 3.51). Il en est de même pour l'évolution de la position de la perle au sommet de l'échantillon. Pendant l'étalement circulaire, la perle se déplace de la même distance que le bord de l'échantillon. Puis lorsque le rayon d'étalement augmente pour des vitesses supérieures à ω_f , on constate que la perle ne bouge plus, (cf. fig. 3.52). Ceci confirme l'analyse faite précédemment qui indiquait que seul le bord de l'échantillon (le bourrelet), participe à l'étalement pour les vitesses supérieures à la vitesse finale ω_f .

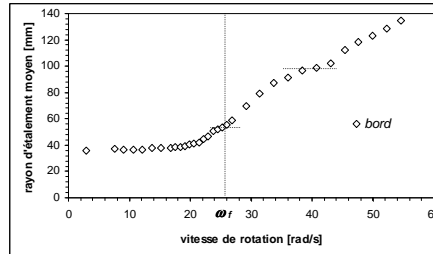


Figure 3.51 : Variation du rayon d'étalement moyen R au cours d'une rampe de vitesse avec $k=7.72 \text{ rad.s}^{-2}$. Les dimensions initiales du cylindre sont $R_0 = 35.7 \text{ mm}$ et $H_0 = 13 \text{ mm}$.

En reportant l'évolution de la position de la perle et du rayon d'étalement en fonction de la vitesse de rotation sur une même courbe on constate que l'évolution de leur déplacement après l'augmentation rapide de l'étalement ($\omega > 26 \text{ rad/s}$) circulaire est décalée, (cf. fig. 3.53). Lorsque le rayon d'étalement augmente la perle reste immobile et inversement.

Ce comportement particulier permet de comprendre comment augmente le rayon d'étalement moyen au cours de la rampe de vitesse. A la fin de l'étalement circulaire, alors que le bourrelet se dirige vers le bord du disque, sa hauteur diminuant progressivement, le dôme ne subit aucune déformation. A ce moment là, une partie importante de l'échantillon reste contenue dans le dôme. Au cours de l'augmentation de la vitesse la contrainte due à la force centrifuge que subit le matériau à proximité du dôme est égale au seuil de contrainte en

élongation α . Dès lors la partie centrale de l'échantillon se déforme rapidement, elle subit un écoulement à contrainte constante. Le matériau contenu dans le dôme s'étale à son tour en direction du bourrelet. Par voie de conséquence la hauteur du bord de l'échantillon augmente lorsque le matériau provenant du dôme atteint le bourrelet. Nous avons constaté au cours de l'analyse des vidéos que le produit se déplace effectivement jusqu'au bourrelet. La quantité de produit au bord est plus grande et par conséquent la contrainte due à la force centrifuge est plus importante à cet endroit. Il en résulte un étalement significatif du bourrelet. On peut considérer que le dôme central joue le rôle de réservoir pour l'écoulement.

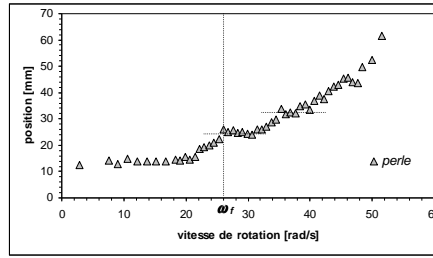


Figure 3.52 : Evolution de la position d'une perle placée près du centre de l'échantillon en fonction de la vitesse de rotation du disque. L'évolution correspondante du bord de l'échantillon est reportée sur la figure précédente.

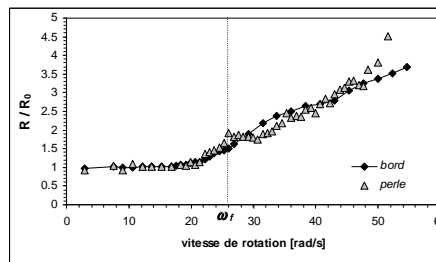


Figure 3.53 : Evolution de la position de la perle et du bord de l'échantillon nommée R mise sans dimensions par rapport respectivement à leur position initiale R_0 .

7.4.2 Formation des digitations

Nous avons constaté la présence de digitations sur le bord de l'échantillon. Ces dernières se développent principalement lorsque le disque tourne à vitesse constante et elles se dirigent vers le bord de manière radiale. La largeur des doigts est un peu près constante lorsqu'on éloigne du bourrelet. Cette instabilité a déjà été observée pour des suspensions de Bentonite, lors de leur écoulement sur un plan incliné [58]. Le mécanisme d'apparition des doigts est identique à celui observé avec les liquides Newtoniens (cf. §1.1). Le bourrelet en contact avec la surface du disque devient instable et donne naissance aux digitations en réponse à une faible perturbation. La tension de surface est cruciale pour expliquer l'initiation de l'instabilité, qui conduit à une variation de la hauteur du bourrelet. La formation des doigts qui s'en suit découle du fait que la région la plus large, qui contient plus de matériau, s'écoule plus facilement sous l'action de la force centrifuge [56].

De Bruyn a montré, au cours de son étude sur le plan incliné, que la longueur d'onde de plus grand taux de croissance est [58] :

$$\lambda = 35.L \quad (27)$$

où $L = \frac{H}{(3.Ca)^{1/2}}$ est une longueur caractéristique qui correspond approximativement à la

taille du bourrelet à partir duquel se forment les digitations. H est la hauteur juste avant le bourrelet, $Ca = \frac{\eta U}{\sigma}$ le nombre capillaire, η la viscosité, U la vitesse d'écoulement et σ la tension superficielle.

La relation 27 nous indique que la longueur du front d'écoulement doit être moins égale à 35 L pour que l'instabilité se développe.

Dans notre cas, Pour calculer la longueur caractéristique il faut tout d'abord déterminer le nombre capillaire Ca. Pour cela nous avons pris en compte le fait que les digitations se développent alors le bourrelet ne progresse pas sur le disque. Nous avons alors réécrit le nombre capillaire sous la forme suivante :

$$Ca = \frac{\eta U}{\sigma} = \frac{\eta U}{h} * \frac{h}{\sigma} \quad (28)$$

avec h la hauteur avant le bourrelet.

En supposant que le seuil de contrainte est $\tau_c \approx \frac{\eta U}{h}$, le nombre capillaire devient :

$$Ca = \tau_c * \frac{h}{\sigma} \quad (29)$$

En utilisant cette dernière expression on trouve à partir de la relation 27 que la longueur caractéristique L est égale à 0.7 mm. On notera que la taille du bourrelet est égale à $5L$ pour différents niveaux de vitesse de rotation.

Lorsqu'on compare cette longueur à celle du front d'étalement égale à $l_f = 2\pi R_c$, où R_c le rayon d'étalement à partir duquel se trouve le bourrelet, on obtient :

$$l_f = 500 L$$

Cette valeur est nettement plus élevée que celle trouvée par De Bruyn, (cf. rel. 27) pour considérer que notre approche est valable.

Une interprétation différente de l'origine des digitations qui ne fait pas intervenir d'instabilité est proposé par Veretennikov et al. [59]. Dans ce cas le fluide qui se trouve au bout du doigt subit un mouvement de roulement.

8 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons montré que l'étalement d'un échantillon cylindrique d'un fluide à seuil placé au centre d'un disque en rotation, au cours d'une rampe linéaire de vitesse de rotation, se déroule en quatre étapes.

Au début de la rampe, tant que la vitesse de rotation est inférieure à une vitesse critique ω_c , l'échantillon subit des faibles déformations. Dans ce régime, l'évolution de l'étalement est régie par le comportement viscoélastique du matériau et l'échantillon subit une elongation sous l'action de la force centrifuge.

Lorsque la vitesse de rotation est égale à la valeur critique ω_c , la contrainte due à la force centrifuge est égale au seuil de contrainte en tension du matériau. Le matériau atteint alors sa limite d'élasticité et la déformation de l'échantillon est égale à la déformation critique ϵ_c . Pour des valeurs de la vitesse de rotation légèrement plus élevée que la valeur critique ω_c , on observe la séparation de l'échantillon en deux parties. Il se forme progressivement un dôme au centre de l'échantillon qui reste immobile lorsque la vitesse augmente, et un bourrelet sur le bord de l'échantillon qui continue de s'étaler. On obtient ainsi un étalement du produit de forme circulaire.

Sur une large gamme de vitesse, l'ensemble du bord de l'échantillon ne progresse plus en direction du bord du disque. L'étalement se localise dans des protubérances qui se forme à

partir du bourrelet, sur le bord circulaire, Ces dernières peuvent donner naissance à des digitations. Le mécanisme de formation des digitations reste inexpliqué.

Pour des vitesses encore plus élevées, le dôme central participe à nouveau à l'étalement. Il subit une élongation puis il se sépare à son tour en deux parties. On obtient ainsi un dôme central dont la hauteur a diminué, et on observe un transfert de matière en direction du bord de l'échantillon. Cette quantité vient alimenter le bourrelet dont la taille augmente et qui par voie de conséquence s'étale à nouveau de manière importante. Le dôme central joue le rôle de réservoir pour l'étalement.

CHAPITRE 4 : Etalement des boues pâteuses

Au chapitre II nous avons montré que l'étalement de fluides à seuil sur un disque en rotation se déroule en trois étapes. Aux faibles contraintes, l'échantillon subit un cisaillement uniforme. Il se forme ensuite une couche visqueuse le long de la surface du disque, vers le bord de l'échantillon. Cette dernière entraîne rapidement l'ensemble du matériau. Le cisaillement cesse d'être uniforme et l'échantillon se scinde en deux parties : le dôme central reste immobile alors que le bord continu de se déformer.

Dans ce chapitre nous allons déterminer dans quelle mesure les résultats obtenus avec les différents gels permettent d'expliquer l'écoulement des boues de STEP dans les mêmes conditions. Nous analyserons ensuite l'écoulement des boues lorsque le disque est muni d'une pale.

9 Matériaux

Nous avons utilisé deux boues pâteuses dans cette étude, dont le type est défini à partir de la classification proposée par Thirion [3]:

- une boue pâteuse moyenne, dont le seuil de contrainte, τ_c , est égale à 120 Pa, dont les caractéristiques rhéologiques ont été établies au chapitre I.
- une boue pâteuse plastique ($\tau_c = 200$ Pa).

Avant leur utilisation sur le disque, les boues ont été homogénéisées pendant 15 min à 400tr/min. Pour toutes les expériences qui sont présentées par la suite on utilisera une rampe de vitesse de rotation. On utilisera uniquement la prise de vue verticale (cf. II.2.2) pour suivre l'évolution de l'étalement.

10 Etalement pendant la rampe de vitesse

Nous allons définir le comportement des boues pâteuses lorsqu'elles sont soumises à la force centrifuge. A cette fin, nous reproduisons les expériences réalisées avec les différents gels,

(cf. II.3.2), qui consistent à déposer un échantillon cylindrique au centre du disque, et d'imposer une rampe de vitesse de rotation. Nous examinons successivement le cas de la boue pâteuse moyenne puis celui de la boue pâteuse plastique.

10.1 Boue pâteuse moyenne

L'évolution du rayon d'étalement au cours de l'accélération du disque est reportée sur la figure 1. On constate que l'étalement évolue de manière similaire à celui observé avec les gels. La boue commence à s'étaler de manière significative après une faible déformation radiale, à partir d'une vitesse critique, cette dernière augmentant avec l'accélération angulaire, (cf. fig. 4.1).

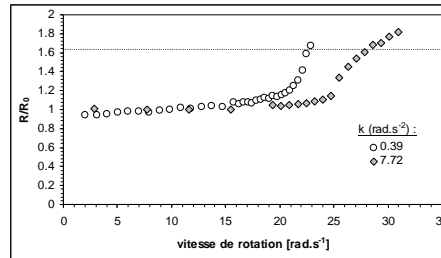


Figure 4.1 : Evolution du rayon d'étalement, mis sous forme adimensionnelle, en fonction de la vitesse de rotation, pour deux accélérations angulaires k (0.39 et 7.72 rad.s^{-2}). Le rayon maximum, $R_{\text{max}}=1.62 R_0$, marquant la fin de l'étalement circulaire, est identique pour les deux essais (trait en pointillé). Les valeurs des vitesses critiques sont $\omega_c = 19.4 \text{ rad.s}^{-1}$ pour $k_1 = 0.39 \text{ rad.s}^{-2}$ et $\omega_c = 24 \text{ rad.s}^{-1}$ pour $k_2 = 7.72 \text{ rad.s}^{-2}$.

L'évolution de la forme de l'échantillon est aussi identique : on obtient tout d'abord un étalement circulaire, au début duquel le matériau subit une élongation, puis le dôme central se forme ainsi que des digitations au bord de l'échantillon. Par contre la croissance des doigts est beaucoup plus rapide. Si elle se déroule pendant la phase d'accélération du disque, ces derniers atteignent le bord du disque, (cf. fig. 4.2).

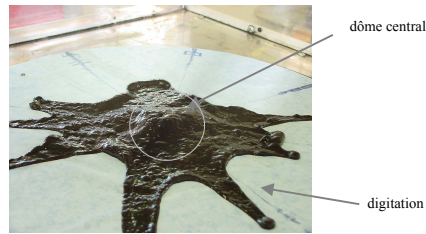


Figure 4.2 : Étalement d'un échantillon cylindrique après une rampe de vitesse de rotation. Au centre de l'échantillon se trouve le dôme et sur le bord circulaire (cercle gris) des digitations se sont développées.

10.1.1 Boue pâteuse plastique

L'évolution du rayon d'étalement au cours de l'accélération du disque est reportée sur la figure 4.3. Les caractéristiques de l'initiation de l'étalement (ω_c , ε_c) reste inchangée avec ce nouveau type de boue. Cependant l'évolution de la déformation de l'échantillon après l'élongation est différente de celle que nous avons obtenue dans le cas précédent.

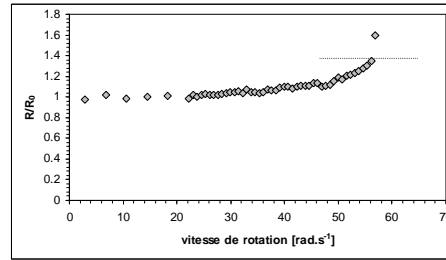


Figure 4.3 : Evolution du rayon d'étalement, mis sous forme adimensionnelle, en fonction de la vitesse de rotation, l'accélération angulaire k étant fixée à 7.72 rad.s^{-2} . Le rayon maximum, $R_{\text{max}}=1.4 R_0$, marquant la fin de l'étalement circulaire, correspond aussi à la rupture de l'échantillon, ce qui correspond à l'évolution au-dessus du trait en pointillé. La vitesse critique ω_c est égale à 50 rad.s^{-1} .

La formation du dôme central correspond à un processus de fracturation du matériau, (cf. fig. 4.4), qui aboutie rapidement au détachement de blocs au bord de l'échantillon. Une fois qu'une fracture apparaît, elle se développe suivant une direction perpendiculaire à la cellule

de la déformation de l'échantillon. Lorsqu'elle atteint le bord de l'échantillon, le bloc se trouvant à côté de la fracture se détache et se dirige rapidement vers le bord du disque, (cf. fig. 4.5).

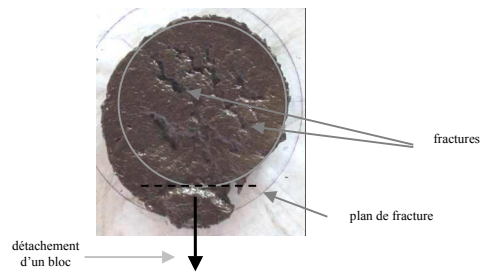


Figure 4.4 : Evolution de la forme d'un échantillon cylindrique de boue pâteuse plastique après la déformation homogène circulaire. On observe la formation de fracturation au sommet de l'échantillon. Lorsqu'une fracture atteint le bord de l'échantillon, on assiste au détachement du bloc qui se trouve à proximité de cette fracture.

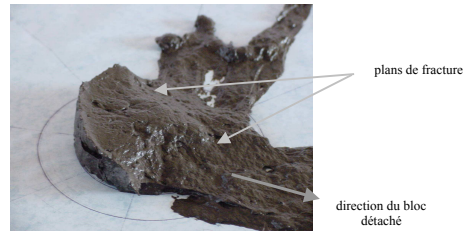


Figure 4.5 : Formation du dôme central au cours de l'étalement d'une boue pâteuse plastique. Le détachement des blocs correspond à la formation du dôme. Une fois détaché, les blocs se dirigent rapidement vers le bord du disque.

10.2 Discussion

A partir de ces résultats, on peut conclure que les boues de STEP ne s'écoulent pas au cours de la rotation du disque. Les paquets de boues s'allongent sous l'action de la force

centrifuge. Les boues se comportent tout d'abord comme des solides viscoélastiques, ce qui permet d'expliquer pourquoi l'évolution de la déformation dépend de l'accélération angulaire k , (cf. fig. 4.1), comme pour le gel de coiffure, (cf. chap. III.4.2). Il résulte de ce comportement une déformation homogène des échantillons en dessous de la vitesse critique α .

Par ailleurs, lorsque la contrainte augmente les boues subissent des déformations plastiques irréversibles, la déformation cesse d'être homogène, ce qui correspond à l'apparition du dôme central. Dans ce régime, l'évolution de la déformation dépend de la consistance de la boue. Si elle est pâteuse moyenne, on observera une déformation supplémentaire de l'échantillon avant que ne se forment les digitations sur le bord. Dans le cas où la boue est pâteuse plastique, le comportement du matériau est proche de celui d'un solide: l'échantillon commence à se fracturer lorsqu'on atteint la contrainte seuil en elongation, puis on assiste à la rupture du matériau.

Les expériences que nous venons de réaliser ne permettent pas d'expliquer directement le comportement des boues pâteuses sur la table d'épandage, au cours d'un épandage, mais leur analyse nous a permis de déterminer le comportement général des boues pâteuses lorsqu'elles sont soumises à la force centrifuge. Dans la suite, nous allons étudier l'écoulement du matériau dans des conditions plus proches de celles rencontrées en pratique, le disque étant alors muni d'une pale.

11 Comportement des boues pâteuses sur la table d'épandage

Au cours de l'épandage, les conditions d'écoulement de la boue sur les disques sont différentes de celles utilisées jusqu'à présent. Tout d'abord, les disques sont munis de pale, ces derniers étant censés acheminer la boue à la sortie du disque. De plus, le produit n'est pas déposé au centre du disque mais il chute sur ce dernier. En général, le point de chute est toujours excentré et il n'est pas localisé au même endroit sur le disque. On distingue deux cas de figure :

Le paquet tombe directement sur le disque sans avoir rencontré la pale.

Lors de sa chute, le paquet est pris par la pale avant qu'il ne rentre en contact avec la surface du disque.

Dans la suite, nous allons utiliser un disque muni d'une pale mais nous ne traitons pas l'ensemble du processus qui vient d'être décrit. Nous étudions l'écoulement des paquets de boue une fois qu'ils sont arrivés en contact avec le disque. A cette fin, des paquets de boues sont déposés à différents endroits sur le disque, en contact ou non avec la pale, pour tenir compte des différentes situations rencontrées en pratique. Ces conditions initiales particulières, plus facile à mettre en œuvre que celle obtenue après la chute de la boue, ne diminue en rien la généralité des résultats. Elles permettent surtout de contrôler la forme initiale des paquets qui entrent en contact avec le disque, ce qui simplifie l'analyse.

Comme précédemment, pour chaque essais on impose une rampe de vitesse de rotation au disque au cours de laquelle on suit l'évolution de l'étalement. L'utilisation de cette rampe est justifiée par le fait qu'elle permet de rendre compte de la variation de la vitesse que subit le paquet de boue lorsqu'il arrive en contact avec le disque après la chute. En effet, à moment là la boue passe rapidement d'une vitesse de rotation nulle à celle du disque.

L'ensemble de l'étude qui suit a été réalisée uniquement avec la boue pâteuse moyenne. Nous allons traiter successivement le cas où l'échantillon est déposé sur le disque nu et celui où l'échantillon est en contact avec la pale.

11.1 Evolution de l'étalement à la surface du disque

Nous avons considéré le cas où l'échantillon cylindrique n'est pas déposé au centre du disque. L'évolution de la forme l'étalement du matériau au cours de la rampe de vitesse du disque est reportée sur la figure 4.6.

On constate comme précédemment, que l'initiation de l'étalement est obtenu à partir d'une déformation critique et d'une vitesse critique. Cependant, contrairement au cas où l'échantillon était déposé au centre, le matériau ne s'étale que dans une seule direction, le long de la droite passant par le centre et le point le plus excentré de l'échantillon.

Par ailleurs, l'échantillon ne rentre pas en contact avec la pale au cours de la rampe. On en déduit que lorsque l'échantillon n'est pas déposé au centre le matériau subit aussi un étalement radial sous l'action de la force centrifuge. La direction de l'étalement est donc fixée par le point le plus excentré de l'échantillon et le matériau s'étale sur le disque sans que la pale n'intervienne.

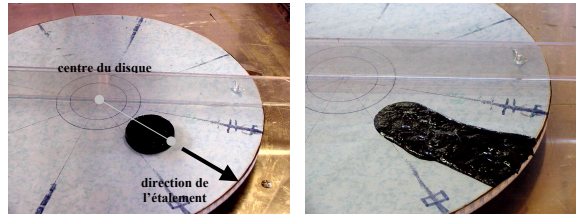


Figure 4.6 : Echantillon cylindrique (diamètre 55 mm, hauteur 10 mm) de boue pâteuse déposé sur le disque (à gauche). Etalement du matériau après une rampe de vitesse de rotation dont la vitesse finale est de 3.12 tours. s^{-1} et l'accélération angulaire k est égale à 1.22 tours. s^{-1} (à droite).

11.2 Influence de la pale

11.2.1 Echantillon centré

Pour déterminer les modifications des propriétés de l'étalement induites par la présence de la pale nous avons procédé de la manière suivante. Dans un premier test, un échantillon ayant la forme d'un demi-cylindre, est déposé contre la pale au centre du disque auquel on impose une rampe de vitesse. Un deuxième test est réalisé en gardant le même emplacement de l'échantillon mais en enlevant la pale. Les formes de l'étalement obtenues à la fin des deux expériences sont ensuite comparées, (cf. fig. 4.7).

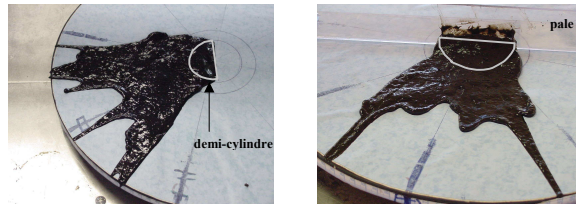


Figure 4.7 : **gauche** Forme finale de l'étalement après une rampe de vitesse de rotation, d'un demi-cylindre de boue (symbole creux gris), placé au centre du disque. **droite** Forme de l'étalement obtenue lorsque l'échantillon s'appuie en plus contre la pale. La vitesse finale de la rampe est égale à 246 tours/min et l'accélération angulaire k est égale à 73 tours/min.

On constate que la présence de la pale n'entraîne pas de modification de la forme de l'étalement. Dans chaque cas on obtient un écoulement radial de l'échantillon, le matériau s'étalant sur un secteur angulaire du disque. Cette forme particulière de l'étalement découle du fait qu'aucune direction d'écoulement n'est privilégiée car l'intensité de la force centrifuge est la même sur l'ensemble du bord circulaire de l'échantillon. Ceci reste vrai tant qu'on ne se rapproche pas trop près de la partie droite du demi-cercle. Ce résultat est similaire à celui obtenu lors de l'étude de l'étalement du cylindre placé au centre du disque sans pale (cf. § II 2.2), où l'on a obtenu un étalement de forme circulaire.

11.2.2 Echantillon excentré

Nous venons de voir que si l'échantillon est placé au centre du disque, la pale ne joue aucun rôle sur l'étalement du matériau, la force centrifuge est seule responsable de cet étalement. Dans la suite nous allons voir dans quelle mesure ceci reste vrai lorsque la direction d'étalement se situe le long de la pale. A cette fin, l'échantillon formant un demi-cylindre n'est plus déposé au centre, (cf. fig. 4.8).

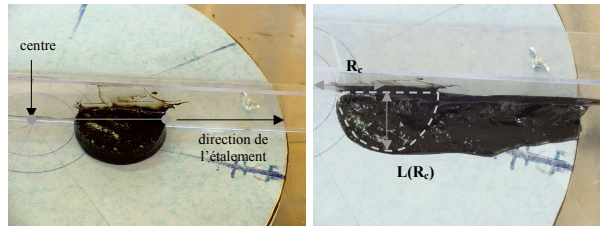


Figure 4.8 : Echantillon de boue déposé à 27 mm du centre du disque, le long de la pale (à gauche). Etalement obtenu à la fin de la rampe de vitesse. La vitesse finale de la rampe est égale à 246 tours/min et l'accélération angulaire k est égale à 73 tours/min.

L'évolution du rayon d'étalement, correspondant au bord de l'échantillon, au cours de la rampe de vitesse, est reportée sur la figure 4.9. Elle se déroule en trois étapes, (cf. fig. 4.1) :

1. Tant que la vitesse du disque n'a pas atteint une valeur critique ω_c , l'échantillon ne subit qu'une faible déformation radiale.

2. Pour des vitesses supérieures à ω_c , le matériau commence à s'étaler de manière significative, le rayon d'étalement augmentant rapidement avec la vitesse de rotation.
3. On assiste ensuite à un arrêt de l'étalement sur une petite plage de vitesse lorsqu'on atteint la vitesse ω_p . Cet arrêt est suivi par une nouvelle augmentation du rayon d'étalement avec la vitesse au cours de laquelle la boue arrive à la sortie du disque, (cf. fig. 4.8).

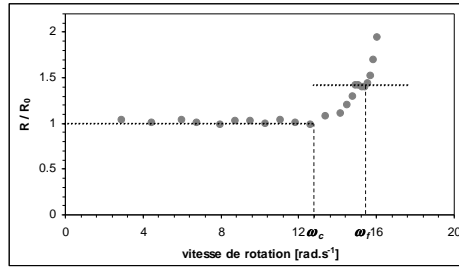


Figure 4.9 : Evolution du bord de l'échantillon en fonction de la vitesse de rotation.

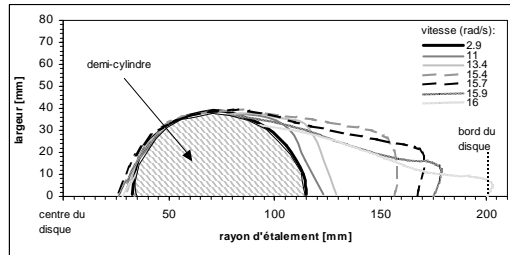


Figure 4.10 : Vue de dessus de l'étalement d'un échantillon demi-cylindrique le long de la pale. La largeur de l'échantillon correspond à l'extension du produit dans une direction perpendiculaire à l'étalement radial.

L'évolution de la forme de l'échantillon au cours de l'accélération permet de compléter cette description, (cf. fig. 4.10). On constate tout d'abord que la largeur maximum de l'échantillon L_{max} , correspondant à son extension perpendiculairement à la direction de la pale, (cf. fig. 4.8), reste constante durant l'ensemble de l'expérience. On en déduit que l'étalement de la boue au cours de la rampe de vitesse est purement radial.

Par ailleurs, nous avons étudié l'évolution de la largeur du front L_f (cf. fig. 4.11), pendant d'étalement du matériau le long de la pale, (cf. fig. 4.12). La variation de cette largeur au cours de l'étalement se déroule en deux étapes :

1. Au début de la rampe de vitesse, la largeur du front est constante et égale à la largeur maximum L_{max} , lorsque le rayon d'étalement augmente. A partir de la vitesse critique ω_c , la largeur diminue légèrement.
2. Lorsque la vitesse dépasse ω_c , l'augmentation rapide du rayon d'étalement s'accompagne d'une diminution importante de la largeur du front.

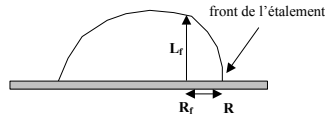


Figure 4.11 : Définition de la largeur du front L_f . Au cours de l'étalement la largeur du front est mesurée à la même distance du bord de l'échantillon : $R-R_f = a$ avec $a=25$ mm.

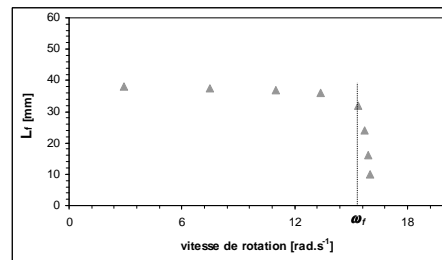


Figure 4.12 : Variation de la largeur du front L_f pendant la rampe de vitesse. Lorsque la vitesse est égale à ω_c , la largeur du front diminue rapidement.

11.3 Discussion

Nous avons vu que, quelque soit le point de chute, excentré sur le disque ou le long de la pale, la variation de la déformation au cours de la rampe est radial et l'évolution de l'étalement se déroule toujours en trois étapes :

1. faible déformation de l'échantillon au début de la rampe de vitesse
2. initiation de l'étalement significatif à partir de la vitesse critique ω_c
3. écoulement par l'intermédiaire des digitations à partir de la vitesse finale ω_f

En utilisant la valeur de la vitesse critique obtenue dans chaque cas on peut reporter l'évolution du rayon d'étalement en fonction de la vitesse dans un graphique $\left(\frac{\omega}{\omega_c}; \frac{R}{R_0}\right)$, (cf.

fig. 4.13).

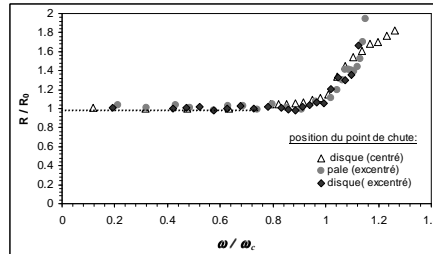


Figure 4.13 : Variation du rayon d'étalement du point le plus excentré de l'échantillon obtenues pour différentes positions de l'échantillon sur le disque, placé au centre du disque sans pale (« disque (centré) »), excentré sur le disque (« disque (excentré) ») et excentré le long de la pale (« pale excentré »), mise sous forme adimensionnelle dans un graphique $\left(\frac{\omega}{\omega_c}; \frac{R}{R_0}\right)$.

On constate que quelque soit la position de l'échantillon, l'évolution du déplacement du point le plus excentré est identique. On en conclut que la déformation de l'échantillon résulte de la même force appliquée, en l'occurrence de la force centrifuge. Ceci est confirmé par le calcul

de la contrainte critique en élongation, σ_c^* , (cf. chap. III.5.2), pour les différents points de chute, (cf. tableau 4.1):

$$\sigma_c^* = \frac{1}{2} \rho \cdot \omega_c^2 \cdot R_c^2$$

On notera que dans les différents cas (échantillon au centre ou bien excentré) le rayon R_c correspond à la distance entre le point le plus proche du centre et celui qui est le plus excentré. On obtient approximativement la même valeur de la contrainte critique, ce qui signifie que quel que soit la position de l'échantillon sur le disque, en contact ou non avec la pale, le produit commence à s'étaler de manière significative lorsque la contrainte due à la force centrifuge est supérieure à la contrainte critique en élongation σ_c^* .

	ω_c (tours/min)	σ_c^* (Pa)
centré	234	461
pale excentré	133	473
disque excentré	143	447

Tableau 4.1 : Seuil de contrainte critique en élongation obtenu pour les différents tests avec une accélération angulaire $k=7.72 \text{ rad.s}^{-2}$.

12 Conclusion

Nous avons vu que la boue commence à s'étaler de manière significative à partir d'une vitesse de rotation donnée, correspondant à la vitesse critique définie précédemment, (cf. chap. III § 3.1). A partir de cette vitesse, la contrainte imposée au bord de l'échantillon dépasse le seuil de contrainte en élongation du matériau, les paquets de boue n'étant pas cisailés. Pour des valeurs de la vitesse de rotation plus élevée que la valeur critique ω_c , on observe la séparation de l'échantillon en deux parties. Il se forme un dôme au centre de l'échantillon qui reste immobile lorsque la vitesse augmente, et un bourrelet sur le bord de l'échantillon qui continue de s'étaler à partir duquel se forment rapidement des digitations. Nous avons constaté que cette description de l'étalement des boues est valable quelle que soit la position du point de chute, le produit étant pris en pale ou non.

Par ailleurs, nous avons montré que la présence de la pale n'a pas d'influence sur l'étalement. Elle ne permet pas de mieux acheminer le produit à la sortie du disque.

L'évolution de l'étalement est complètement régie par la force centrifuge même si le produit est pris en pale. Ceci implique notamment que les mottes ne sortiraient pas plus vite du disque si ce dernier est muni de pale.

Un autre résultat important concerne la fracturation du matériau. Contrairement à ce qui était admis jusqu'à présent, la boue ne s'émiette pas en sortie de pale. On observe plutôt que le matériau se délite voire se fracture avant la sortie du disque, ce qui a des conséquences importantes d'un point de vue pratique, sur la qualité de la répartition au sol. On peut mettre à profit ce phénomène de fracturation, en ajustant la taille des mottes qui tombent sur le disque et leur point de chute pour obtenir une taille particulière de mottes à la sortie du disque.

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

L'objectif de cette thèse était de déterminer les caractéristiques de l'écoulement des boues résiduaires pâteuses sur la table d'épandage, pour mieux comprendre la répartition du matériau sur la parcelle agricole. Toutefois, l'étude de l'écoulement sur le disque dans les conditions d'épandage ne semble pas réaliste. En effet, dans cette configuration on doit considérer successivement la chute de la boue sur le disque en rotation, son écoulement sur le disque, sa fragmentation à la sortie du disque, et finalement sa projection sur le sol. Nous avons donc décidé de nous limiter à l'établissement des propriétés de l'écoulement sur le disque, le matériau étant déposé sur le disque avant sa mise en rotation.

Pour mener à bien ce projet moins ambitieux mais plus réaliste, nous avons dû tout d'abord approfondir les connaissances dans le domaine de la rhéologie des boues pâteuses. Les résultats obtenus montrent que les boues résiduaires possèdent des caractéristiques sous cisaillement communes à de nombreux autres produits pâteux (suspensions concentrées, émulsion, mousse). Aux faibles contraintes, les boues ne peuvent s'écouler de manière stable. L'évolution de la déformation résulte principalement du vieillissement (restructuration) du fluide pendant la période de repos qui précède le fluage. Si le cisaillement se prolonge on obtient un arrêt complet de l'écoulement. Au-delà d'une contrainte critique τ_c qui peut être assimilée au seuil de contrainte du matériau, le cisaillement rajeunit le matériau qui subit alors un écoulement homogène en régime permanent. Finalement, nous avons montré qu'en prenant en compte ces différentes propriétés (rajeunissement, vieillissement), on peut établir une courbe d'écoulement qui relie de manière univoque la contrainte imposée à la déformation résultante pour une histoire mécanique donnée, pour des contraintes supérieures à la contrainte critique.

Dans une deuxième partie, nous avons déterminé dans quelles conditions le comportement rhéologique des boues résiduaires pouvait être utilisé pour décrire l'écoulement sur une surface de nature et de rugosité quelconques. Nous avons étudié en détail les propriétés de glissement et d'adhérence des boues pâteuses sur une surface, au cours d'expériences de fluage. Nous avons montré qu'à partir d'une déformation critique, un glissement apparaît lors du cisaillement des boues avec une surface lisse pour des contraintes inférieures au seuil d'écoulement. Ceci se traduit par la formation d'une fine couche de

liquide Newtonien entre la surface et le reste du matériau qui se rigidifie au cours du temps à cause du vieillissement.

Lorsque la contrainte imposée est supérieure au seuil d'écoulement τ_c , nous avons montré que la déformation résultante est indépendante de la rugosité et de la nature de la surface (mouillante ou non). On obtient un écoulement homogène des boues. A partir de ces différents résultats nous avons mis au point une méthode simple pour distinguer le régime de glissement pur de celui du cisaillement homogène du matériau à partir des courbes d'écoulement qui consiste à comparer les courbes d'écoulement déterminées à partir du cisaillement avec une surface lisse et une surface rugueuse. La partie des courbes qui sont confondues correspond à l'écoulement des boues, alors que les parties des courbes qui ne superposent pas correspondent à une localisation du cisaillement avec les deux surfaces.

Au cours de la troisième partie de ce travail nous avons abordé l'étude de l'écoulement de fluides à seuil modèles sur un disque en rotation, ayant des propriétés rhéologiques similaires à celles des boues. L'objectif de cette partie était de déterminer les propriétés de l'écoulement des produits pâteux d'un point de vue général pour pouvoir mieux cerner celles qui concernent plus spécifiquement les boues résiduaires. Nous avons montré que l'étalement d'un échantillon cylindrique d'un fluide à seuil placé au centre d'un disque en rotation, au cours d'une rampe linéaire de vitesse de rotation, est dû principalement à la force centrifuge, et il se déroule en quatre étapes :

1. Aux vitesses de rotation inférieures à une vitesse critique ω_c , l'évolution de l'étalement est régie par le comportement viscoélastique du matériau et l'échantillon subit une elongation simple.
2. Lorsque la vitesse de rotation est égale à la valeur critique ω_c , la contrainte due à la force centrifuge est égale au seuil de contrainte en tension du matériau et le matériau atteint alors sa limite d'élasticité.
3. Pour des valeurs de la vitesse de rotation légèrement plus élevée que la valeur critique ω_c , on observe la séparation de l'échantillon en deux parties. Il se forme progressivement un dôme au centre de l'échantillon qui reste immobile lorsque la vitesse augmente, et un bourrelet sur le bord de l'échantillon qui continue de s'étaler. Sur une large gamme de vitesse, l'ensemble du bord de l'échantillon ne progresse plus en direction du bord du disque. L'étalement se localise dans des protubérances

qui se forme à partir du bourrelet, sur le bord circulaire, Ces dernières peuvent donner naissance à des digitations.

4. Pour des vitesses encore plus élevées, le dôme central participe à nouveau à l'étalement. Il subit une élongation puis il se sépare à son tour en deux parties. Il joue le rôle de réservoir pour le bourrelet qui s'étale. On arrive ainsi à recouvrir ainsi toute la surface du disque et donc à projeter le matériau sur le sol.

Enfin, nous avons traité le cas de l'écoulement des boues résiduelles sur le disque muni ou non de pales. Il ressort de cette étude que l'étalement des paquets de boues correspond en fait à leur élongation puis à leur rupture. On assiste ensuite à localisation de l'étalement au sein de digitations, ces dernières atteignant le bord du disque.

Par ailleurs, nous avons montré que la présence de la pale n'avait pas d'incidence sur l'écoulement de la boue sur le disque. Elle ne permet pas notamment, comme cela était admis jusqu'à présent, de mieux convoyer le matériau jusqu'à la sortie du disque. Nous avons aussi montré que la boue ne glisse pas sur le disque. Par conséquent, les paquets de boue ne sont pas acheminés au bord du disque sans être déformés. On observe plutôt que le matériau se délite voire se fracture avant la sortie du disque, ce qui a des conséquences importantes d'un point de vue pratique, sur la qualité de la répartition au sol. En effet on peut mettre à profit ce phénomène de fracturation, en ajustant la taille des mottes qui tombent sur le disque et leur point de chute pour obtenir une taille particulière de mottes à la sortie du disque.

Malgré tout, à partir des travaux réalisés dans cette thèse, plusieurs sujets d'études peuvent être envisagés, ce dernier pouvant donner des résultats à courte échéance. Le premier d'entre eux concerne l'émission du produit dû à la force centrifuge. Il est nécessaire de quantifier ce phénomène pour les boues de consistance différentes (boues chaulées par exemple) pour obtenir une image de la répartition en taille des mottes projetées. Dans un second temps il faudrait incorporer un dispositif de chute pour suivre l'ensemble de l'étalement sur le disque. Ceci devrait permettre d'aller plus loin sur la détermination des propriétés des boues, notamment leur fracturation, lorsqu'elles subissent une accélération angulaire k « infinie ». D'un point de vue pratique on notera que l'étude de la répartition au sol lorsque le disque qui projette le matériau n'est pas muni de pale, pourrait être instructif.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] Rencontres européennes sur les boues d'épuration. Paris, Décembre 2003.
- [2] Feurprier B., 1996. Le recyclage des boues de stations d'épuration en agriculture, optimisation de la qualité et de la gestion de épandages. Mémoire de fin d'études, Cemagref, 60p.
- [3] Thirion F., Chabot F., 2003. Epandage des boues résiduaires et effluents organiques, Matériels et pratiques. Cemagref Editions.
- [4] Baudez J.C., 2001. Rhéologie et Physico-chimie des boues résiduaires pâteuses pour l'étude du stockage et de l'épandage. Thèse de L'ENGREF
- [5] Coussot, P., Nguyen Q.D., Huynh H.T. et Bonn D., 2002. Avalanches behavior in yield stress fluids. *Phys. Rev. Lett.* 88, 175501.
- [6] Chaari, F., Racineux, G., Poitou, A., M. Chaouche (2003) Rheological behavior of sewage sludge and strain-induced dewatering. *Rheol. Acta* 42: 273-279.
- [7] Koenig, S. A., Bari, Q. H., Vane shear strength of Hong-Kong dewatered sludge and its application for landfills, st world congress of the international water association proceedings. Paris. Vol. 4,425-432
- [8] Raynaud J.S., Moucheron P., Baudez J.C., Bertrand F., Guilbaud J.P., Coussot P., 2002. Direct determination by NMR of the thixotropic and yielding behavior of suspensions. *J Rheol* 46:709-732
- [9] Coussot P., Raynaud J.S., Bertrand F., Moucheron P., Guilbaud J.P., Huynh H.T., Jarny S., Lesueur D. 2002. Coexistence of liquid and solid phases in flowing soft-glassy materials. *Phys Rev Lett* 88:218301
- [10] Bertola V., Bertrand F., Tabuteau H., Bonn D., Coussot P., 2003. Wall slip and yielding in pasty materials. *J Rheol.*, Sept-Oct.
- [11] Coussot P., Ancy C. 1999. Rhéophysique des pâtes et des suspensions. EDP sciences. Les Ulis, France, 265 p.
- [12] Piau, J. M., 1979. Fluides non-Newtoniens. *Techniques de l'ingénieur*, A710, A711.
- [13] Coussot JoR 2002
- [14] Couarraze, G., Grossiord, J. L., 1991. Initiation à la rhéologie. Lavoisier, Paris.
- [15] Derec D., Ajdari G., Ducouret G., Lequeux F., 2000. Rheological characterization of aging in a concentrated colloidal suspension. *C.R.A.S. Paris*, 1(4):1115.

- [16] Viasnoff V., 2003. Influence d'un cisaillement oscillant sur la dynamique microscopique de vieillissement d'un verre colloïdal. Thèse de doctorat. Université. Paris 6.
- [17] Cloître, M. Borrega, R., Leibler L., 2003. Phys. Rev. Lett. 85, 4819 .
- [18] Bonn D., Tanase S., Abou B., Tanaka H., Meunier J., 2002. Laponite : aging and shear rejuvenation of a colloid glass. 89(1) 015701.
- [19] Struik L.C.E., 1978. Physical Aging in amorphous polymer and other materials. Elsevier Scientific Publishing.
- [20] Borrega, R., 2000. suspensions de microgels polyélectrolytes : propriétés physico-chimiques, rhéologie, écoulement. Thèse de doctorat. Université. Paris 6.
- [21] Derec C., Ajdari G, Lequeux F., 2001. Eur. Phys. J. E. 4, 355.
- [22] Ketz R. J., Prudhomme R. K., Graessley W. W., 1988. Rheology of concentrated microgel solutions. Rheol. Acta, 27, 5, 531-539.
- [23] Knaebel A., Bellour M., Munch J. P., Viasnoff V., Lequeux F., Harden J. L., 2000. Aging behaviour of laponite clay particle suspensions. Europhysics letter, 52 (1): 73 .
- [24] Ramos L. et Cipelletti L., 2001. Phys.Rev.Lett 87, 245503.
- [25] Viasnoff V., Lequeux F., 2002. Rejuvenation and overaging in a colloidal glass under shear. Phys. Rev. Lett, 89 (6): 065701.
- [26] Sollich P., Lequeux F., Hebraud P., Cates M., 1997. Phys.Rev.Lett 78, 2020.
- [27] Barnes, H.A, 1995. A review of the slip (wall depletion) of polymer solutions, emulsions and particle suspensions in viscometers/ its cause, character and cure. Journal of Non Newtonian Fluid Mechanics, 56, p 221-251.
- [28] Leighton D, Acrivos A., 1987.the shear induced migration of particles in concentrated suspensions. J. fluid. Mech., 181,415-439.
- [29] Mooney M., 1931. Explicit formulas for slip and fluidity. J Rheol 2:210-222.
- [30] Yoshimura A. , Prud'homme R. K., 1988. Wall slip corrections for Couette and parallel disk viscometers. J.Rheol, 32, p 53-67.
- [31] Kaylon D. M., Yaras P., Aral B., and Yilmazer U., (1993). Rheological behavior of a concentrated suspension: a solid rocket fuel simulant. J Rheol 37:35-53.
- [32] Müller-Mohsssen H., Weiss D., Tippe A. (1990). Concentration dependent changes of apparent slip in polymer solution flow. J Rheol 34:223-244.

- [33] Salmon J. B., Becu L., Manneville S., Colin A., 2003. Towards local rheology of emulsions under Couette flow using dynamic light scattering. *Eur. Phys. J. E* **10**, 209–221.
- [34] Magnin A., Piau J. M., 1987. Shear rheometry of fluids with a yield stress. *J Non-Newtonian fluid Mech* 23:91-106.
- [35] Magnin A., Piau J. M., 1990. Cone-and-plate rheometry of yield stress fluids. Study of an aqueous gel. *J Non-Newtonian fluid Mech* 36:85-108
- [36] Aral B. K., Kaylon D. M., 1994. Effects of temperature and surface roughness on time dependent development of wall slip in steady torsional flow of concentrated suspensions. *J Rheol* 38:957-972.
- [37] Plucinski J., Gupta R. K., Chakrabarti S., 1998. Wall slip of mayonnaises in viscometers. *Rheol Acta* 37:256-269.
- [38] Gevgilili, H., and D. M. Kalyon, 2001. Step strain flow: Wall slip effects and other error sources, *J. Rheol.* 45, 467–475.
- [39] Thondavadi N. N., Lemlich R., 1985. "Flow properties of foam with and without solid particles," *Ind. Eng. Chem. Process. Des. Dev.* 24, 748–753.
- [40] Herzhaft, B., 2002. Correlation between transient shear experiments and structure evolution of aqueous foams, *J. Colloid Interface Sci.* 247, 412–423.
- [41] Rofe, C. J., L. de Vargas, J. Perez-Gonzalez, R. K. Lambert, and P. T. Callaghan, 1996. Nuclear magnetic resonance imaging of apparent slip effects in xanthan solutions, *J. Rheol.* 40, 1115–1128.
- [42] Britton M., Callaghan P. T., 1997. "NMR microscopy and the non-linear rheology of food materials, *Magn. Reson. Chem.* 35, 37–46.
- [43] Emslie A. G., 1958. Flow of a viscous liquid on rotating disk. *J. Appl. Phys.* 29, p 858-862.
- [44] Lawrence C. J., 1988. The mechanics of spin coating of polymer-films. *Phys. Fluids.* 31, 2786.
- [45] Lawrence C. J., Zhou W., 1991. Spin coating of non-Newtonian fluids. *J. Non-Newt Fluid Mech.* 39, 137.
- [46] F. Melo F., Joanny J. F., Fauve S., 1989. *Phys. Rev. Lett.* 63, 1958.

- [47] Fraysse N., Homsy G. M., 1994. An experimental study of rivulet instabilities in centrifugal spin coating of viscous Newtonian and non-Newtonian fluids. *Physics of fluids*, 6(4), p 1491-1504.
- [48] Spaid M.A, Homsy G.M, 1997. Stability of viscoelastic dynamic contact lines: An experimental study. *Physics of fluid*, 9(4), p 823-832.
- [49] Troian S. M., Herbolzheimer E., Safran S. A., and Joanny J. F., 1989. *Europhys. Lett.* 10, 25.
- [50] Spaid M. A., and Homsy G. M., 1996. *Phys. Fluids* 8, 460.
- [51] Bird R. B., Dai G. C., Yarusso B. J., 1983. The Rheology of flow of viscoplastic materials. *Rev. Chem. Engng.* 1:1-70.
- [52] Jenehke S A and Schuldt, 1985. Flow and film thickness of Bingham plastics liquids on a rotating disk. *Chem. Eng. Commun.* 33, p 135.
- [53] Burgess S L et Wilson S D R. 1996. Spin-coating of a viscoplastic material. *Phys. Fluid* 8, p 2291-2297.
- [54] Tsamopoulos J A et. Al. 1996. On the spin of viscoplastic fluids. *Rheo acta*, 35, p 597-615.
- [55] Baudez J.C., Coussot, P., 2004. Abrupt transition from viscoelastic solid-like to liquid-like behavior in jammed materials. *Phys. Rev. Lett.* 93, 128302.
- [56] Hibbeler R. C., 1991. *Mechanics of material*. Macmillan ed. New York.
- [57] Pashias N., Boger D. V., Summers J., Glenister D. J., 1996. A fifty cent rheometer for yield stress measurement. *J. Rheol* 40, 6, 1179-1189.
- [58] De Bruyn J. R., Habdas P., Kim S., 2002. Fingering instability of a sheet of yield stress fluid. *Phys. Rev. E* 66, 031504.
- [59] Veretennikov I., Indeikina A., and Chang H. C., 1998. Front dynamics and fingering of a driven contact line. *J. Fluid Mech.* 373, 81.
- [60] Roussel N., Coussot P. A paraître dans *Ciment and Concrete Research*.

Annexe : Caractéristiques rhéologiques des fluides

1. Le gel de coiffure

Nous avons utilisé comme fluide à seuil modèle un gel de coiffure commercial : « May extra », fixation forte (Yplon), qui est constitué principalement de Carbopol, un polymère épaississant, des polymères PVP et PEG-9. Lors d'expériences complémentaires nous avons utilisé un autre gel de coiffure (« Vivelle fixation extra forte ») qui contient du copolymère PVP/VA et un polymère épaississant réticulé.

L'évolution du gradient de cisaillement au cours du temps pour différents niveaux de contrainte est reportée sur la figure A.1. Le matériau est précisaillé puis laissé au repos avant chaque palier de contrainte. On constate le gel de coiffure présente une instabilité d'écoulement en dessous d'un gradient de cisaillement critique $\dot{\gamma}_c$, associé au seuil de contrainte du gel τ_c [8-10]. Pour des contraintes inférieures au seuil τ_c , le gradient de cisaillement ne cesse de décroître au cours du temps.

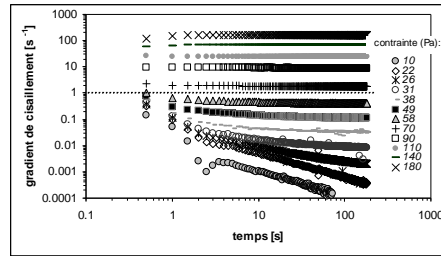


Figure A.1 : Variation du gradient de cisaillement au cours du temps pour différents niveaux de contrainte. $\dot{\gamma}_c = 1s^{-1}$ (ligne en pointillé) $\tau_c = 70 Pa$.

Le gel ne s'écoule pas de manière stable dans cette gamme de contrainte. Par contre, lorsque la contrainte est supérieure à τ_c le gradient de cisaillement devient très rapidement constant au cours du temps, ce qui signifie que le produit subit un écoulement en régime permanent. Le gradient de cisaillement associé au seuil de contrainte est défini comme le gradient critique, $\dot{\gamma}_c$, en dessous duquel aucun écoulement homogène ne peut être observé. La courbe d'écoulement du gel obtenue à partir des valeurs du gradient de cisaillement

supérieures au gradient critique pour les différents niveaux de contrainte est présentée sur la figure A.2.

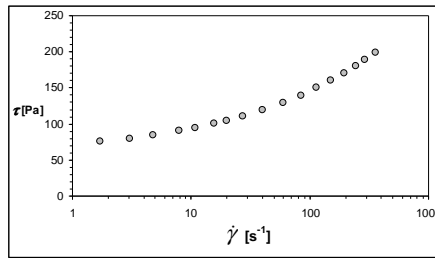


Figure A.2 : Courbe d'écoulement du gel de coiffure « May Fort ».

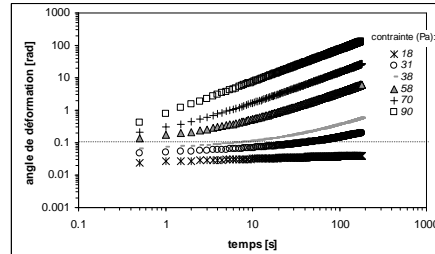


Figure A.3 : Gel de coiffure « May Fort ». Variation de l'angle de déformation en fonction du temps. L'angle de déformation critique φ_c est égal à ≈ 0.1 rad (ligne en tiret) et $\tau_c = 70$ Pa.

Par ailleurs, Baudez a montré que pour les contraintes inférieures au seuil τ_c le gel se comporte comme un solide viscoélastique de type Kelvin-Voigt [55]. De plus, il a montré que le gel commence à s'écouler, lorsque la déformation du matériau est supérieure à une valeur critique γ_c . Nous avons reporté l'évolution de l'angle de déformation au cours du temps pour différents niveaux de contrainte sur la figure A.3. On trouve une valeur de l'angle de déformation critique ($\varphi_c = 0.1$ rad) identique à celle obtenue par Baudez [55].

13 Le gel de coiffure « Vivelle » et les solutions de Carbopol

Nous avons aussi utilisé un autre gel de coiffure (« Vivelle Fixation Extra Forte », Vivelle Dop) qui contient du copolymère PVP/VA et un polymère épaississant réticulé, ainsi que des solutions de Carbopol. Les caractéristiques rhéologiques de ces matériaux sont en tout point similaires à celle du gel de coiffure principalement utilisée dans cette étude :

- Lorsque la contrainte est inférieure au seuil d'écoulement τ_c , le matériau se comporte comme un solide viscoélastique [22]. La déformation reste inférieure à la valeur critique.
- Pour des contraintes supérieures à τ_c , associée à un gradient de cisaillement critique non nul, on obtient un écoulement en régime permanent.

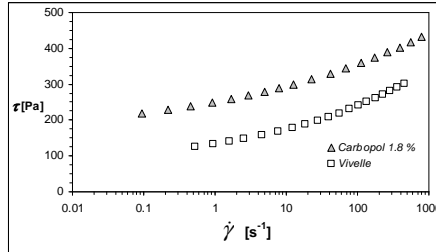


Figure A.4 : Courbe d'écoulement du gel de coiffure « May Fort ».

concentration (% vol)	τ_c (Pa)
0.3	105
0.6	141
1.2	173
1.5	197
1.8	218
Vivelle Extra fort	127

Tableau A-2: Seuils de contrainte pour les différentes solutions de Carbopol et le gel de coiffure « Vivelle ».

Dans la suite, nous présentons uniquement les courbes d'écoulement pour des produits les plus utilisés : le gel « Vivelle » et la solution de Carbopol à 1.8% utilisé (cf. fig. A.4). La valeur du seuil de contrainte de chaque matériau est reporté dans le tableau A.1.