



HAL
open science

Superposition d'écoulements orthogonaux dans des fluides complexes : mise en place de l'expérience, application aux suspensions et aux fluides à seuil

Quentin Barral

► **To cite this version:**

Quentin Barral. Superposition d'écoulements orthogonaux dans des fluides complexes : mise en place de l'expérience, application aux suspensions et aux fluides à seuil. Autre. Université Paris-Est, 2011. Français. NNT : 2011PEST1065 . pastel-00657329

HAL Id: pastel-00657329

<https://pastel.hal.science/pastel-00657329>

Submitted on 6 Jan 2012

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

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

THÈSE

Présentée pour obtenir le grade de

**DOCTEUR DE
L'UNIVERSITÉ PARIS-EST**

Spécialité : Sciences des Matériaux

Présentée par :

Quentin BARRAL

Sujet de la thèse :

**Superposition d'écoulements orthogonaux
dans des fluides complexes :**

**Mise en place d'une expérience,
application aux suspensions et aux fluides à seuil**

Soutenue à Champs-sur-Marne le 02 Décembre 2011

devant le jury composé de :

M.	Xavier	Chateau	Conseiller d'études
M.	Philippe	Coussot	Invité
M.	Yoël	Forterre	Rapporteur
M.	Christophe	Lanos	Rapporteur
Mme	Anke	Lindner	Examinatrice
M.	Sébastien	Manneville	Président du jury
M.	Guillaume	Ovarlez	Directeur de thèse

*C'est souvent à partir d'une petite expérience
que la nature d'un phénomène se précise,*

Pierre-Gilles de Gennes

Remerciements	7
Introduction	9
I Rhéophysique, une science de mesure	13
I.A Rhéologie générale	15
I.B La rhéométrie, état de l'art des différentes techniques	20
I.C Les motivations, notre idée	35
II Théorie des écoulements	37
II.A Rappel sur les tenseurs	39
II.B Écoulements plan-plan	40
II.C Correspondance valeurs locales - mesures macroscopiques	44
II.D Superposition	53
III Matériel et Méthodes	57
III.A Matériaux	59
III.B Matériel	68
III.C Mise en œuvre	84
III.D Conditions aux limites	87
III.E Influence de la surface sur la mesure	95
IV Résultats : comparaison rotation / écrasement	103
IV.A Viscosité des fluides newtoniens	105
IV.B Comportement non linéaire des suspensions visqueuses	118
IV.C Élastoplasticité des fluides à seuil	121
IV.D Oscillations sur les fluides à seuil	127
IV.E Adhésion des fluides à seuil	133
V Superposition des deux écoulements	141
V.A Validation du principe de superposition sur fluide newtonien	143
V.B Suspensions : influence de la superposition	149
V.C Fluides à seuil : critère d'écoulement 3D	158
V.D Fluides à seuil : loi d'écoulement 3D	165

V.E	Fluides à seuil : anisotropie suite à un écoulement?	180
	Conclusion et perspectives	187
	Bibliographie	191
	Liste des symboles	197
	Table des figures	199
	Annexe A Calcul des valeurs et vecteurs propres	205
	Annexe B Code Python : connexion ordinateur/contrôleur	209
	B.A Gdotsq	209
	B.B Oscillations verticales	210
	Annexe C Commandes du contrôleur	211
	Annexe D Code Scilab : FFT des signaux oscillatoires	213
	D.A Angle-couple	213
	D.B Force-platine	214

Remerciements

Je souhaite remercier en premier lieu les rapporteurs, Yoël Forterre et Christophe Lanos, et les examinateurs, Anke Lindner et Sébastien Manneville, d'avoir accepté d'être membres de mon jury, d'avoir lu et étudié en détail mon manuscrit et d'avoir écouté avec attention mon exposé. Je connais la qualité de leurs travaux respectifs et avoir des chercheuses et chercheurs de cette envergure pour rapporter et examiner mes travaux fût un honneur pour moi.

Je remercie évidemment mes encadrants Xavier Chateau et Philippe Coussot, respectivement conseiller d'étude et directeur de stage de M2 (ainsi que membre invité du jury), d'avoir été présents sur ces quatre années passées au LMSGC puis dans l'équipe Rhéophysique du laboratoire Navier.

Mais c'est surtout à toi, Guillaume Ovarlez, fraîchement habilité à diriger des recherches, que vont mes plus grands remerciements. Lorsque Philippe me proposait de rester au laboratoire avec toi et Xavier pour la thèse, il me parlait d'un reportage sur Faraday et comparait ses qualités d'expérimentateur avec les tiennes. J'ai eu le droit à trois années de démonstrations avec toi !

Ensuite, un peu en vrac, et avec toutes mes excuses pour ceux que j'oublie...

Hamid, Jalila, Kad, Louisa et Xavier (ainsi que vos maris, femmes et enfants), un grand merci pour avoir fait de ces trois ans de thèse de grands moments d'amitié.

Laurent, tous mes remerciements pour ton aide précieuse sur les manipulations, ce fut un plaisir de travailler avec toi !

À L'équipe technique (Cédric, David, Pascal) et Eric, recevez toute ma reconnaissance pour votre soutien, votre sympathie, et votre patience devant mes nombreuses questions pratiques.

Aza, merci pour tes conseils avisés, je ne les oublierai pas.

Yves, j'ai été ravi d'entendre les histoires les plus incroyables des couloirs du LMSGC.

Julie, tu resteras pour moi un modèle d'organisation. Claire et Lucie, prenez garde, vous pourriez bien prendre le même chemin.

A tous les chercheurs et doctorants du laboratoire, j'espère vous recroiser très vite.

Big up pour la promo SMCD 2008.

David, Aglae, Alkan, je vous dois toute ma bonne humeur pendant ces trois ans, merci pour les vacances !

Henri, merci pour ta relecture attentive du dernier week-end, et pour ton soutien.

Un grand merci aux Barral, Ménard, Choquet et Chabat, et à tous ceux qui accompagnent si bien mes activités hors-rhéologie. Ben, Claire, Keihann, Sophie, Pauline, Mathias, Fred, Gabrielle, Aude, Thomas, Mehdi et tous les autres, vous avez toute ma reconnaissance.

Charlotte, merci pour la rédaction de ces remerciements.

Je remercie tous ceux qui étaient présents lors la soutenance, et tous ceux qui n'ont pas pu venir.

Enfin, un grand merci à Olivier Coussy.

À mi-chemin entre les solides et les fluides visqueux, les fluides à seuil présentent des caractéristiques particulières. Sous certaines conditions, les quelques millilitres d'un tel fluide posés sur un plan ne couleront pas. Avec l'application d'un faible effort, ils se déformeront comme des solides élastiques, reprenant leur forme d'origine lorsqu'on supprime la contrainte. Sous un effort plus important, ils coulent tels de simples fluides visqueux.

Ces caractéristiques sont exploitées dans de nombreux exemples autour de nous. De la mousse à raser qui ne s'écoule pas sur la joue mais s'étale bien quand on la presse avec la main, à la peinture qui ne coule pas une fois appliquée sur un mur en passant par le ciment qui évite la sédimentation des granulats mais qui s'écoule entre les éléments d'un coffrage ou la mayonnaise qui tient dans la cuillère mais s'étale facilement sur la viande, les exemples de tels comportements sont multiples. Pour comprendre et maîtriser l'écoulement de ces fluides, nous devons connaître le lien entre la contrainte appliquée et la déformation qui en résulte. De cette relation, nous pouvons déterminer les paramètres comportementaux de la loi d'écoulement puis prédire les écoulements dans toutes les configurations. La rhéologie est la science qui s'intéresse à la caractérisation des lois d'écoulement et à la mesure de leurs paramètres.

Le mot rhéologie provient du grec *rheo* qui signifie couler, verser et du suffixe fréquemment utilisé *logie*, la science. Cette science est donc, selon la définition du Groupe Français de Rhéologie, la science qui s'intéresse à la "matière en écoulement, [les] contraintes qu'il faut lui appliquer et [les] modifications de structure qui en résultent". Toujours selon cette définition, et comme nous le présentions précédemment, la rhéologie se retrouve "dans tous les domaines de l'activité humaine aussi bien que dans les phénomènes naturels". Les applications de cette science sont essentielles dans de nombreuses industries. Les enjeux économiques, mais aussi sociétaux quand il s'agit de phénomènes naturels ou de problèmes écologiques (transports de fluides, durabilité des bétons), sont immenses. On apprécie donc l'importance de la mesure en rhéologie.

Pour effectuer cette mesure, plusieurs appareils ont été développés au fil des ans. Certains sont devenus des standards utilisés par les équipes du monde entier, d'autres restent au stade de prototype, mais tous cherchent à relier pertinemment la contrainte et la déformation dans le fluide. On doit dans ce but faire des approximations sur les champs de vitesse et de contrainte. Pour cela, on se place généralement dans le cadre du cisaillement simple. Ce type de mesure consiste à appliquer au fluide une contrainte de cisaillement homogène permettant une écriture simple des tenseurs de contrainte et de déformation. On obtient alors une relation scalaire entre les invariants de ces

tenseurs. Or, la plupart des applications de ces lois se situent dans des problèmes tridimensionnels (écoulements entre des obstacles, extrusion, écrasement,...) au cours desquels les fluides sont soumis à des cisaillements complexes. La mesure en cisaillement simple n'est alors pas suffisante pour prédire correctement l'écoulement.

De nombreuses questions jaillissent de ce constat. Qu'est ce qu'une mesure rhéométrique ? Comment interpréter les résultats en fonction du fluide étudié ? Que pouvons-nous proposer pour améliorer cette science et développer nos connaissances ? Quelles expériences pourraient révéler plus d'information sur l'écoulement des fluides complexes ? Ce sont ces questions qui motivent la recherche en rhéologie actuelle.

L'objet de cette thèse et le sujet de ce manuscrit sera de développer un nouveau test rhéométrique alliant la rhéologie classique de la géométrie plan-plan avec les tests d'écrasement pratiqués sur des machines de force. En superposant ces deux sollicitations, nous créons un écoulement complexe et riche en informations permettant alors de tester des relations tensorielles entre contrainte et déformation, allant au delà des simples relations scalaires disponibles aujourd'hui. Ce manuscrit ¹ s'articulera en cinq parties.

La première partie permettra de poser plus précisément le sujet. Nous présenterons les caractéristiques des fluides classiquement étudiés en rhéologie (fluides newtoniens, solides élastiques, fluides à seuil), et nous dresserons un état des différentes techniques en rhéologie. Pour cela, après avoir défini le cisaillement simple, nous discuterons les différentes méthodes généralement utilisées pour caractériser les fluides, rhéomètres cône-plan, plan-plan ou de Couette. Par ces géométries, l'utilisateur tente d'imposer au fluide un cisaillement simple, obtenant alors une loi scalaire entre la contrainte et la déformation. Nous présenterons des techniques de mesure viscosimétrique originales et plus sophistiquées proposées par différentes équipes pour palier au manque d'information du cisaillement simple. Enfin, nous introduirons notre idée de mise en place d'une nouvelle expérience, issue de la superposition dans la géométrie plan-plan de deux écoulements orthogonaux, l'un provenant de la rotation du disque supérieur, l'autre du rapprochement ou de l'éloignement des deux disques.

Lors de la deuxième partie nous développerons les outils théoriques permettant de faire de l'expérience un test viscosimétrique. Pour cela, nous montrerons que les deux écoulements peuvent être considérés, sous certaines conditions, comme deux cisaillements simples indépendants l'un de l'autre. Nous présenterons les généralités sur les tenseurs des contraintes et des taux de déformations et leur forme dans le cas de notre géométrie cylindrique. Puis nous les expliciterons en développant le plus loin possible les calculs des champs de vitesse et de contrainte et en considérant des matériaux simples (élastique, plastique et visqueux). Enfin, nous établirons un lien explicite entre les grandeurs macroscopiques d'effort et de vitesse et les grandeurs locales des contraintes et taux de cisaillement.

La troisième partie traitera des aspects techniques de l'expérience. Après avoir présenté en détail les matériaux utilisés (fluides newtoniens, solides élastiques, suspensions de particules non-colloïdales dans un fluide newtonien, fluide à seuil), de leur préparation à leur comportement connu en cisaillement simple en passant par la revue de leurs particularités, nous présenterons l'appareillage utilisé. Nous avons utilisé trois systèmes différents : une machine de force généralement utilisée en mécanique des solides, un nouveau rhéomètre combinant rotation et translation le long de son axe ainsi qu'une platine de translation de haute précision. Nous décrirons leur mode de fonctionnement et les

1. Merci à L^AT_EX et à son compagnon idéal [39] !

techniques utilisées par la suite. Nous détaillerons ensuite quelques aspects expérimentaux généraux comme la mise en œuvre avec les précautions nécessaires, les conditions aux limites et l'influence de l'état de la surface de contact entre le fluide et l'appareil.

Dans une quatrième partie, nous présenterons les premiers résultats. Avant de superposer les deux cisaillements simples, nous étudierons les deux séparément, rotation et écrasement. Nous comparerons les deux cisaillements simples en imposant des oscillations ou des déformations stationnaires à tous les fluides présentés. Nous montrerons que dans la plupart des expériences et pour la plupart des matériaux, les mesures sont les mêmes quelque soit la direction du cisaillement : l'écoulement de rotation et celui d'écrasement sont deux cisaillements simples identiques. Cette validation est nécessaire avant de passer à l'étape suivante. Nous présenterons aussi, aux cours des mesures de seuil par exemple, une première étude de l'influence de l'anisotropie.

Enfin, lors du cinquième chapitre, nous présenterons les résultats des expériences pour lesquelles nous avons superposé les deux cisaillements simples, créant alors l'écoulement multidimensionnel complexe recherché. Après avoir validé la superposition sur des fluides newtoniens et les suspensions, en montrant l'indépendance de l'un sur l'autre, nous appliquerons l'écoulement complexe aux fluides à seuil. Grâce à des séquences particulières, nous serons capables d'une part de déterminer le critère de seuil de ces fluides en bi-dimension et d'autre part de tester une loi d'écoulement tensorielle entre la contrainte et le taux de déformation.

À la suite de ces cinq parties, nous tirerons les conclusions de ces trois années d'étude puis nous esquisserons les perspectives et suites de ce travail d'exploration (en particulier sur l'anisotropie). Dans les quelques annexes qui terminent ce manuscrit, nous présenterons des calculs et des codes informatiques utilisés lors de la thèse.

Rhéophysique, une science de mesure

Nous l’abordions dans l’introduction de ce manuscrit, la rhéométrie (terme provenant de la contraction du mot *rhéologie* avec le suffixe *métrie*, mesure) est une science de mesure : mesure des paramètres d’écoulement, mesure de l’état au repos, mesure de la déformation des matériaux soumis à une contrainte. Eugène Bingham, généralement considéré comme le père de la rhéologie tant sur le côté pratique que théorique, publie au début du XX^e siècle de nombreux articles fondateurs (entre autre [12]). Il définissait en 1939 cette science par la phrase suivante : la rhéologie est *l’étude de la déformation et de l’écoulement de la matière sous l’effet d’une contrainte appliquée*. Le principe est donc d’imposer au matériau une contrainte et d’en mesurer la déformation, ou inversement d’imposer une déformation et d’en mesurer la contrainte induite. Pour cela, diverses expériences ont été développées au fur et à mesure de l’évolution de la technologie.

Dans une première partie, nous aborderons les caractéristiques générales des différents fluides utilisés durant cette thèse. Dans une deuxième partie, nous détaillerons les techniques utilisées en rhéologie classique, du cisaillement simple aux rhéomètres les plus généraux. Nous présenterons ensuite quelques cas originaux de mesure rhéologique. Enfin, dans la partie suivante, nous présenterons les motivations de cette étude, pourquoi et comment développer un nouveau test rhéométrique et nous introduirons notre solution.

Sommaire

I.A	Rhéologie générale	15
I.A.1	Loi de comportement	15
I.A.2	Le cisaillement simple	15
I.A.3	Les différents types de fluides	16
I.A.3.a	Fluides visqueux	16
I.A.3.b	Suspensions de particules non colloïdales dans un fluide newtonien	16
I.A.3.c	Solides élastiques	18
I.A.3.d	Fluides à seuil	19
I.B	La rhéométrie, état de l’art des différentes techniques	20
I.B.1	Type de sollicitation	20
I.B.1.a	Cisaillement continu	20
I.B.1.b	Rhéologie oscillatoire	20

I.B.2	Rhéologie classique	21
I.B.2.a	Couette	21
I.B.2.b	Cône-plan	22
I.B.2.c	Plan-plan	23
I.B.3	Quelques techniques de mesure originales en rhéologie	23
I.B.3.a	IRM	23
I.B.3.b	Techniques du génie civil	24
I.B.3.c	Test d'écrasement	24
I.B.3.d	Plan incliné	26
I.B.3.d.i	Fluide newtonien	27
I.B.3.d.ii	Fluides à seuil	27
I.B.3.d.iii	Granulaires secs	28
I.B.3.e	Écoulements orthogonaux	28
I.B.3.e.i	Superposition à partir de la géométrie de Couette	29
I.B.3.e.ii	Superposition à partir du plan-plan	30
I.C	Les motivations, notre idée	35

I.A Rhéologie générale

I.A.1 Loi de comportement

Pour décrire le comportement des fluides et prédire leur écoulement, il faut se placer dans le cadre de la mécanique des milieux continus où l'on peut exprimer la loi de comportement. C'est cette relation entre le tenseur des contraintes et celui des déformations qui caractérise le fluide. On peut décomposer le tenseur des contraintes $\underline{\underline{\sigma}}$, appelé tenseur des contraintes de Cauchy, en deux termes : la pression hydrostatique p , qui ne provoque pas de déformation, et le déviateur des contraintes, $\underline{\underline{\tau}}$. On a alors :

$$\underline{\underline{\sigma}} = -p\underline{\underline{\delta}} + \underline{\underline{\tau}} \quad (\text{I.1})$$

où $\underline{\underline{\delta}}$ est le tenseur identité. La pression hydrostatique s'écrit en fonction de la trace du tenseur $\underline{\underline{\sigma}}$ de la manière suivante : $p = -\frac{1}{3}\text{tr}\underline{\underline{\sigma}}$.

En parallèle, puisque nous nous intéressons au comportement des matériaux, il est naturel de calculer le tenseur des taux de déformation $\underline{\underline{d}}$, défini comme étant la partie symétrique du gradient de vitesse :

$$\underline{\underline{d}} = \frac{1}{2} (\nabla \underline{\underline{u}} + \nabla \underline{\underline{u}}^T) \quad (\text{I.2})$$

Déterminer la loi de comportement d'un matériau (fluide ou solide) revient donc à trouver la relation entre le tenseur des contraintes $\underline{\underline{\tau}}$ et le tenseur des déformations $\underline{\underline{\epsilon}}$ et/ou des taux de déformations $\underline{\underline{d}} = \dot{\underline{\underline{\epsilon}}}$. Un certain nombre de variables décrivant l'état du matériau et son histoire peuvent s'ajouter à cette loi. De manière générale, ces variables doivent être de nature tensorielle pour rendre compte de l'écoulement et de son anisotropie. Coussot et Ancey [27] proposent de simplifier cette relation et de l'écrire sous la forme :

$$\underline{\underline{\tau}} = f(\underline{\underline{d}}, \zeta) \quad (\text{I.3})$$

où ζ est une unique variable d'état scalaire caractérisant le fluide.

I.A.2 Le cisaillement simple

Le cisaillement simple est une sollicitation pour laquelle l'écriture des deux tenseurs présentés précédemment est évidente puisqu'ils ne contiennent qu'un unique terme extradiagonal : le terme de cisaillement. Cette sollicitation consiste à placer un certain volume de fluide entre deux plateaux parallèles et à le déformer en appliquant à l'un des deux plateaux un mouvement de translation. On mesure la force F nécessaire pour effectuer ce mouvement (voir figure I.1), le déplacement δ du plateau, ainsi que la vitesse V donnée par $V = d\delta/dt$.

En considérant que l'espacement entre les plateaux est égal h et que la surface de contact entre le fluide et le plateau est S , alors on peut définir la contrainte de cisaillement $\tau = F/S$ ainsi que le taux de déformation $\dot{\gamma} = V/h$ et la déformation $\gamma = \delta/h$, tous les trois homogènes dans le matériau. Pour obtenir la loi de comportement, il suffira de cisailler le matériau en déplaçant la plaque supérieure à différentes vitesses et de mesurer en continu la force nécessaire pour effectuer ce déplacement.

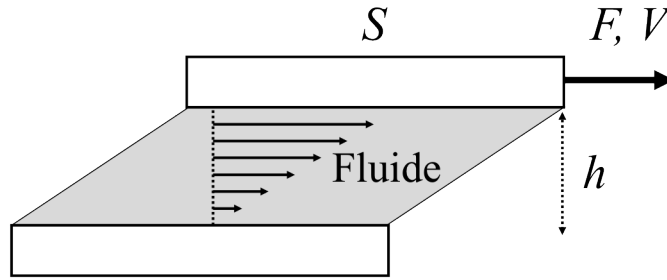


FIGURE I.1 – Principe du cisaillement simple.

I.A.3 Les différents types de fluides

I.A.3.a Fluides visqueux

Un fluide newtonien est un type de fluide pour lequel la partie déviatorique du tenseur des contraintes, $\underline{\underline{\tau}}$, et celui des taux de déformation, $\underline{\underline{d}}$, sont proportionnels. On définit la viscosité η de la manière suivante :

$$\underline{\underline{\tau}} = 2\eta\underline{\underline{d}} \quad (\text{I.4})$$

On définit les invariants des tenseurs présentés respectivement ci dessus par la contrainte de cisaillement τ et le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$. On peut alors tracer le comportement du fluide, c'est ce qui est fait dans la figure I.2.

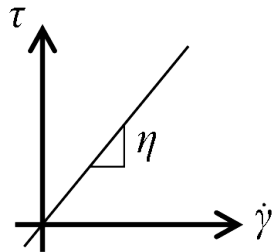


FIGURE I.2 – Loi de comportement d'un fluide newtonien

C'est le fluide le plus simple à utiliser et à étudier. C'est donc sur ce type de fluide que nous validerons le calcul théorique et la mise en place du matériel.

I.A.3.b Suspensions de particules non colloïdales dans un fluide newtonien

Les suspensions de particules non colloïdales dans un fluide newtonien ont un comportement particulier. Si la mesure dans un cisaillement stationnaire donne une viscosité constante et fait donc penser à un fluide visqueux simple, la même mesure par un cisaillement oscillant donne un résultat surprenant en première analyse.

Narumi (voir [62]), puis Bricker et Butler (voir [19] et [20]) ont montré cet effet dans leurs articles respectifs. Les résultats principaux sont donnés dans la figure I.3, avec ceux de Narumi en (a) et ceux de Bricker et Butler en I.3b.

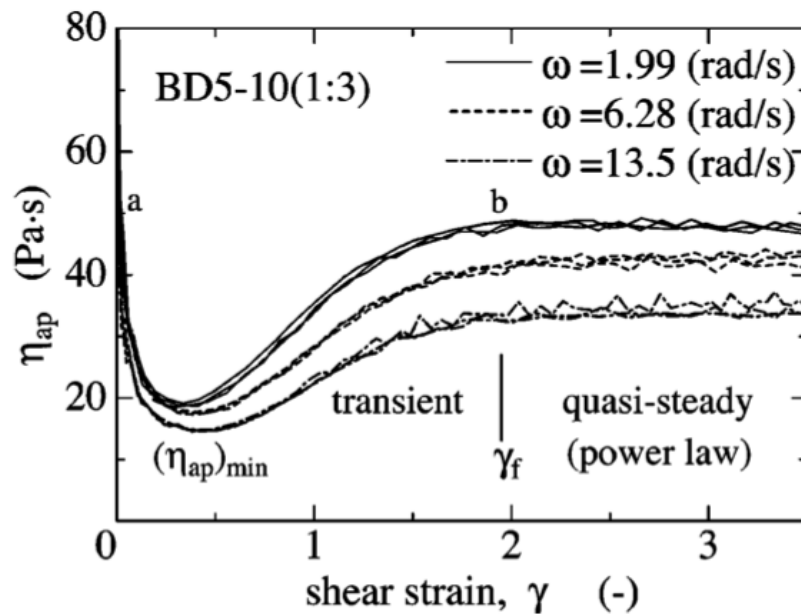


FIG. 5. Typical apparent viscosity $\eta_{ap} = \tau/\dot{\gamma}$ changes after shear reversal. Three data sets (each with different stress and strain amplitudes) are plotted for three frequency conditions. The respective pairs of γ_0/σ_0 (Pa) are 2.86 / 250 (Pa), 3.93 / 350 (Pa), 4.49 / 400 (Pa) for the frequency $\omega = 1.99$ (rad/s), 2.47 / 600 (Pa), 2.68 / 650 (Pa), 2.92 / 700 (Pa) for the frequency $\omega = 6.28$ (rad/s), and 1.97 / 800 (Pa), 2.25 / 900 (Pa), 2.48 / 1000 (Pa) for the frequency $\omega = 13.5$ (rad/s). Observe that the strain from the reversal to the next one, i.e., twice the strain amplitude, would be larger than about 4 for all cases. The critical strain, γ_f , has been indicated on the figure to facilitate discussion.

(a) Narumi *et al.*

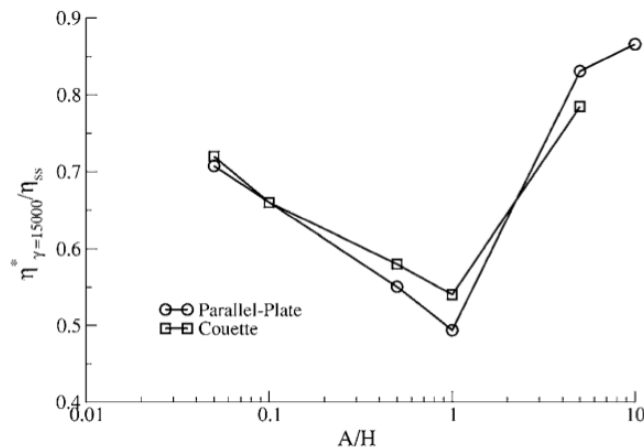


FIG. 13. Complex viscosity (evaluated at $\gamma=15\,000$) plotted as a function of applied strain amplitude for the Couette and parallel-plate geometries. Values are normalized by the viscosity for the corresponding geometry in steady shear as evaluated at $\gamma=3000$. At all strain amplitudes the frequency was held constant at $f = 1.59$ cycles/s. The experiments were performed for suspensions of polyalkylene glycol containing polystyrene spheres at a concentration of $\phi=0.40$.

(b) Bricker *et al.*

FIGURE I.3 – Extraits de la littérature à propos des oscillations sur des suspensions de particules dans un fluide newtonien.

Cette figure présente la viscosité complexe mesurée en oscillations normalisée par la viscosité mesurée en cisaillement stationnaire en fonction du rapport entre l'amplitude de déformation A et l'entrefer de mesure H . Deux mesures différentes sont comparées : des mesures effectuées en plan-plan (*Parallel-Plate* avec un entrefer de 1 mm et un rayon de 25 mm) et des mesures effectuées en géométrie de Couette (cylindre interne immobile de 33 mm et cylindre externe mobile de 35 mm). Selon leurs propres définitions, γ représente la déformation totale après un nombre de cycle donné : on a simplement $\gamma = 4An$, où n est le nombre de cycle effectués. La fréquence de répétition des cycles est fixée à $f_{Bricker} = 1,59$ cycles par seconde, ce qui est proche de la fréquence que nous utilisons dans nos expérience ($f = 1\text{ Hz}$).

Ce phénomène de changement de viscosité lors d'une mesure en imposant des oscillations est dû à un changement dans la microstructure par réarrangement des particules. Les auteurs ont exclu l'hypothèse de migration des particules, les résultats étant similaires en géométrie plan-plan et en géométrie de Couette. La microstructure est orientée par l'écoulement. Le changement de sens de l'écoulement implique une réorganisation qui se traduit transitoirement par une baisse de la viscosité. Ceci sera pour nous l'occasion de tester ce comportement non linéaire sous différents écoulements.

I.A.3.c Solides élastiques

Un solide élastique linéaire isotrope est un solide pour lequel, en introduisant le module d'Young par E et le coefficient de Poisson ν , on peut écrire la loi de comportement tensorielle d'un solide élastique, linéaire et isotrope reliant le tenseur des contraintes $\underline{\tau}$ et le tenseur des déformations $\underline{\epsilon}$ de la manière suivante :

$$E\epsilon_{ij} = (1 + \nu)\tau_{ij} - \nu\tau_{kk}\delta_{ij} \quad (\text{I.5})$$

Lors d'un cisaillement simple, la contrainte de cisaillement est proportionnelle à la déformation imposée (voir figure I.4, valable en général dans une gamme de faibles déformations).

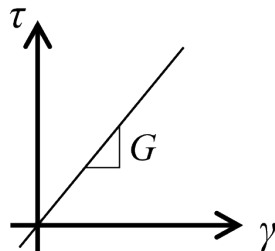


FIGURE I.4 – Loi de comportement d'un solide élastique

Ainsi, tant qu'on ne le déforme pas irréversiblement, un matériau de ce type revient à son état initial dès que l'on supprime la contrainte imposée. Le coefficient de proportionnalité entre les grandeurs τ et γ (respectivement la contrainte de cisaillement et la déformation) calculées lors d'un cisaillement simple est appelé le module de cisaillement élastique, noté G . On remarque que $G = E/3$.

I.A.3.d Fluides à seuil

Les fluides à seuil sont des fluides particuliers présentant un changement de comportement. Si on impose à un tel fluide une contrainte faible, il va se déformer comme un solide élastique. Après l'arrêt du chargement, il retrouve son état initial. Au-delà d'une certaine contrainte, le fluide va s'écouler. Cette contrainte est appelée contrainte seuil. Ce type de comportement à seuil se retrouve dans beaucoup de domaines autour de nous : le génie civil (plâtre ou béton frais), l'agro-alimentaire (ketchup, mousse au chocolat,...), les cosmétiques (crèmes, mousse à raser,...), la nature (boues, magma,...).

Dans le cas d'un fluide plastique parfait déformé à un taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ donné, la contrainte mesurée est constante égale à la valeur τ_c indépendante de $\dot{\gamma}$. Les fluides à seuil ont la caractéristique supplémentaire de dissiper de l'énergie visqueuse. Ainsi, au delà de la contrainte seuil, les fluides à seuil s'écoulent selon une loi $\tau = f(\dot{\gamma})$ qui leur est propre. Cependant, on peut les classer selon la forme de cette loi. L'une de ces descriptions est celle des fluides de Herschel-Bulkley pour lesquels, au dessus de la contrainte seuil notée τ_c le comportement en cisaillement simple peut être décrit par la loi scalaire suivante :

$$\tau = \tau_c + K\dot{\gamma}^n \quad (\text{I.6})$$

Le facteur K est appelé la consistance et n est un indice qui déterminera le comportement visqueux du fluide. Dans le cas général (ce sera le cas dans les fluides utilisés ici), n est inférieur à 1 ; le fluide est alors dit rhéofluidifiant, sa viscosité apparente diminue quand le taux de cisaillement augmente. Une courbe typique d'un tel fluide est représentée dans la figure I.5 (l'axe des abscisses, qui représente le taux de cisaillement, est tracé en unités logarithmiques).

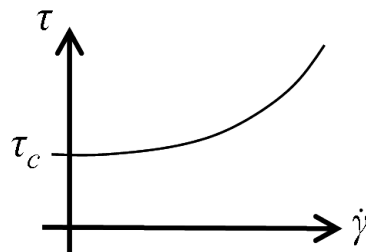


FIGURE I.5 – Loi de comportement d'un fluide de Herschel-Bulkley

Cependant, certains fluides peuvent être rhéo-épaississants, c'est-à-dire que leur viscosité apparente augmente quand le taux de cisaillement augmente. Dans ce cas, n est supérieur à 1. C'est le cas, par exemple, d'une suspension concentrée de maïzena.

On notera que la loi précédemment décrite est scalaire. Plusieurs auteurs ont proposé des relations tensorielles entre contrainte et taux de déformation, en particulier P. Coussot dans [26]. Utiliser ce type de fluides dans notre nouveau test nous permettra donc de tester des lois tensorielles, nous le verrons dans le chapitre V.

I.B La rhéométrie, état de l'art des différentes techniques

Nous détaillerons d'abord les techniques utilisées en rhéologie classique, présentant le cisaillement simple, les géométries de Couette, cône-plan et plan-plan ainsi que la rhéologie oscillatoire. Par la suite, nous ferons une liste non exhaustive de techniques originales, de plus en plus complexes.

I.B.1 Type de sollicitation

I.B.1.a Cisaillement continu

Le cisaillement continu consiste simplement à imposer un taux de cisaillement dans le fluide. Il peut être constant pour une mesure de viscosité à un taux de cisaillement donné, ou une mesure de seuil si le taux de cisaillement est très faible. Le choix du taux de cisaillement effectué, nous suivons en continu les variations des contraintes induites par la déformation du fluide.

Le taux de cisaillement peut aussi être croissant ou décroissant (rampe montante ou descendante) pour mesurer la courbe d'écoulement d'un fluide. On s'assurera dans ce dernier cas que le taux de cisaillement varie doucement, afin que le fluide soit dans un état quasi-statique, ou stationnaire et non transitoire. Pour cela, la diffusion de la quantité de mouvement au sein du fluide doit être plus rapide que la variation du taux de cisaillement. Il faut aussi être attentif à l'inertie de la géométrie. Des variations trop rapides du taux de cisaillement donneraient un poids trop important au terme d'inertie dans le couple mesuré.

I.B.1.b Rhéologie oscillatoire

Le cisaillement continu va imposer au matériau une déformation importante, le forçant à s'écouler. Ceci est problématique pour les matériaux dont la structure interne dépend de l'histoire du cisaillement. Pour mesurer les paramètres rhéologiques de ces matériaux, le cisaillement oscillant a été développé. En imposant une très faible déformation oscillante, on a accès à une mesure non invasive de la structure du matériau tout en obtenant des informations sur son état d'équilibre (élastique, visqueux ou une combinaison des deux). On impose pour cela une déformation du type :

$$\gamma(t) = \gamma_0 \cdot \cos(2\pi ft) \quad (\text{I.7})$$

avec γ_0 choisi tel que le matériau reste perpétuellement proche de son état d'équilibre, la structure définie au début de l'expérience n'étant pas modifiée. On mesure en continu la contrainte. Elle oscille à la même fréquence et peut s'écrire sous la forme suivante :

$$\tau(t) = \tau_0 \cdot \cos(2\pi ft + \phi) \quad (\text{I.8})$$

L'angle ϕ mesure le déphasage entre la déformation imposée et la contrainte mesurée. Tout le but de la rhéologie oscillatoire est de lier les mesures macroscopiques γ_0 , τ_0 et ϕ aux paramètres du fluide. Pour cela, nous définissons le module complexe G^* comme le rapport de l'amplitude de la contrainte sur l'amplitude de la déformation :

$$G^* = \frac{|\tau(t)|}{|\gamma(t)|} = \frac{\tau_0}{\gamma_0} \quad (\text{I.9})$$

Puis nous décomposons la partie oscillante de la contrainte mesurée en un terme en phase et un terme en quadrature de phase avec la sollicitation :

$$\tau(t) = \tau_0 \cdot \cos(2\pi ft) \cdot \cos(\phi) - \tau_0 \cdot \sin(2\pi ft) \cdot \sin(\phi) \quad (\text{I.10})$$

On peut alors définir deux modules : l'un mesurant la partie pour laquelle contrainte et déformation sont en phase, c'est le module élastique G' , l'autre mesurant la partie en quadrature de phase, c'est le module visqueux G'' . On peut écrire ces deux modules de la manière suivante :

$$\begin{cases} G' = \frac{\tau_0}{\gamma_0} \cdot \cos(\phi) = G^* \cos(\phi) \\ G'' = \frac{\tau_0}{\gamma_0} \cdot \sin(\phi) = G^* \sin(\phi) \end{cases} \quad (\text{I.11})$$

Pour un solide purement élastique dont le module de cisaillement élastique vaut G , on aura : $G' = G$ et $G'' = 0$ tandis que pour un fluide newtonien de viscosité η , on aura $G' = 0$ et $G'' = 2\pi f\eta$.

I.B.2 Rhéologie classique

Les rhéomètres utilisés pour mesurer les paramètres d'écoulement des différents fluides sont bien connus et ce paragraphe en présentera une synthèse. Pour des calculs plus complets et des descriptions plus détaillées, le lecteur intéressé pourra trouver le restant des informations dans des livres comme [26], [27], [51] ou [67].

Ces systèmes permettent d'obtenir, par des mesures de couple et de vitesse de rotation et des approximations théoriques sur la forme des tenseurs de contrainte et de taux de déformation, le lien entre une contrainte de cisaillement et un taux de cisaillement. Pour simplifier les calculs et les interprétations, les géométries utilisées tentent toutes de reproduire le schéma du cisaillement simple décrit précédemment. Une extrapolation et des hypothèses sont ensuite nécessaires pour remonter au lien tensoriel entre contrainte et taux de cisaillement.

I.B.2.a Couette

La géométrie de Couette consiste en deux cylindres coaxiaux, de rayons R_i pour le cylindre interne et R_e pour le cylindre externe. Le fluide est placé entre les deux cylindres, comme on peut le voir sur la figure I.6. La hauteur de fluide entre les deux cylindres est notée h . En général, le cylindre externe est immobile et le cylindre interne peut être amené en rotation à la vitesse Ω et on mesure le couple T nécessaire à ce mouvement (ou inversement).

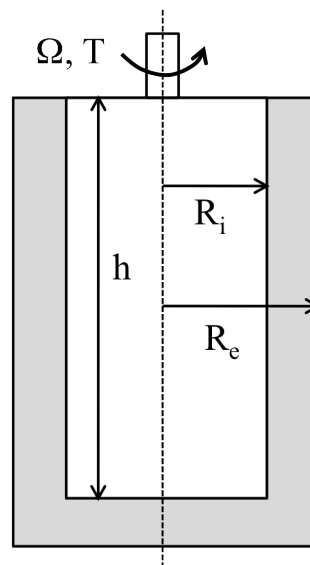


FIGURE I.6 – Géométrie de Couette avec cylindres coaxiaux.

Les considérations théoriques, en se plaçant dans le repère cylindrique, nous donnent la valeur de la contrainte locale en fonction du couple appliqué sur le cylindre interne :

$$\tau = \tau_{r\theta}(r) = \frac{T}{2\pi r^2 h} \quad (\text{I.12})$$

Si localement l'écoulement est un cisaillement simple, le taux de cisaillement n'est pas homogène dans l'entrefer, ce qui complique l'analyse. Par contre, si le facteur $\frac{R_i}{R_e}$ est proche de 1, l'entrefer est très faible et on peut considérer qu'il existe un unique taux de cisaillement dans tout le fluide. En notant $R \approx R_i \approx R_e$ et $e = R_e - R_i$, on peut calculer :

$$\dot{\gamma} \approx \frac{2\Omega R^2}{R_e^2 - R_i^2} \approx \frac{\Omega R}{e} \quad (\text{I.13})$$

Cette géométrie est généralement utilisée dans le cas de fluides peu visqueux, ou pour imposer de hauts taux de cisaillement. De plus, en large entrefer, on peut tester des fluides constitués de particules de grandes tailles en utilisant un volume conséquent.

I.B.2.b Cône-plan

La géométrie cône-plan est constituée d'un cône tronqué mobile autour de son axe de symétrie et d'un disque plan. Le fluide est placé entre les deux éléments. L'angle entre le cône et l'horizontale est noté α et le rayon R (voir schéma de la figure I.7). Le sommet hypothétique du cône renversé tombe exactement sur le disque inférieur. Cette troncature permet d'éviter le contact et le frottement entre les deux éléments de la géométrie.

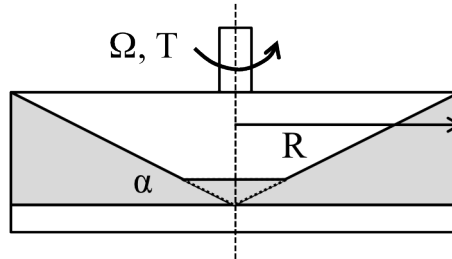


FIGURE I.7 – Géométrie cône-plan.

En considérant que l'angle α est petit (de l'ordre de quelques degrés), alors on a $\tan \alpha \approx \alpha$ et on obtient, en utilisant les coordonnées sphériques :

$$\tau = \tau_{\phi\theta} = \frac{3T}{2\pi R^3} \quad \dot{\gamma} = \frac{\Omega}{\alpha} \quad (\text{I.14})$$

L'avantage principal de cette géométrie est que le taux de cisaillement est homogène dans le matériau (si l'angle α est inférieur à quelques degrés). La mise en œuvre est aisée, ainsi que le nettoyage. Il est par contre impossible de tester des matériaux comprenant de grosses particules à cause du faible espacement à la troncature.

De plus, cette géométrie est généralement utilisée pour mesurer les différences de contraintes normales. Ces contraintes, dues à l'élasticité des fluides, ont un effet visible et spectaculaire dans les phénomènes tels que l'effet Weissenberg ou le gonflement à la sortie d'un tube. Leur connaissance permet de mieux caractériser le matériau grâce à l'information plus riche sur les termes diagonaux

du tenseur des contraintes. Ainsi, dans le cas de la géométrie cône-plan, on peut calculer la différence des contraintes normales suivante :

$$\tau_{\phi\phi} - \tau_{\theta\theta} = \frac{2F}{\pi R^2} \quad (\text{I.15})$$

I.B.2.c Plan-plan

Troisième type fréquemment rencontré, la géométrie plan-plan consiste en deux disques parallèles coaxiaux. Un cylindre de fluide de rayon R et de hauteur h est inséré entre les deux éléments, voir figure I.8. La théorie de cet écoulement sera largement développée dans le chapitre II, nous précisons donc juste ici que le cisaillement est hétérogène. Cette géométrie permet de changer le taux de cisaillement simplement en variant l'entrefer, mais nous verrons qu'elle a aussi l'avantage d'être utilisée dans d'autres tests (écrasement), autorisant une combinaison des deux.

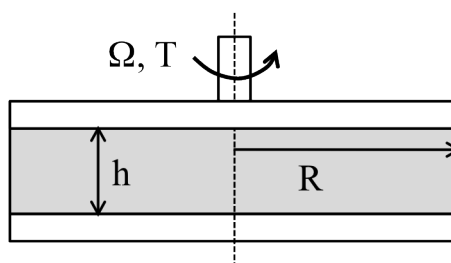


FIGURE I.8 – Géométrie plan-plan.

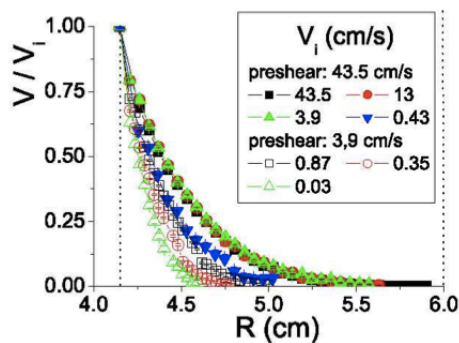
I.B.3 Quelques techniques de mesure originales en rhéologie

La complexité de certains fluides comme les solutions de polymères fondus, les fluides à seuil ou tout autre fluide non-newtonien pousse les chercheurs et chercheuses en rhéologie à développer de nouvelles techniques permettant pour certaines d'obtenir des résultats plus riches que ceux d'une mesure classique en cisaillement simple. Nous allons en présenter quelques unes dans ce paragraphe : l'IRM, les techniques du génie civil, le *squeeze test*, le plan incliné et pour finir les écoulements orthogonaux. Certains écoulements restent essentiellement du cisaillement simple, d'autres vont plus loin.

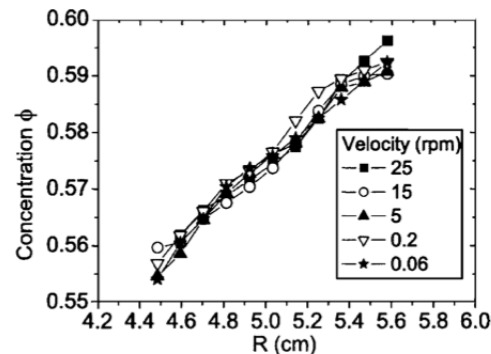
I.B.3.a IRM

L'Imagerie par Résonance Magnétique (IRM) est une technique historiquement, et très majoritairement, utilisée en médecine. Cependant, quelques laboratoires de par le monde se sont dotés d'appareils de ce type afin d'obtenir des informations locales sur la densité et la vitesse. C'est le cas du laboratoire Navier. L'IRM du laboratoire est personnalisé puisqu'un rhéomètre y a été inséré. Huang et al. et Ovarlez et al. ([42], [69], [71]) ont ainsi mené des expériences de mesure de loi de comportement des fluides à seuil et des suspensions en reconstruisant, à l'aide de la distribution de contrainte connue et des mesures de vitesse et de densité, la loi locale.

Le graphique de la figure I.9a présente la vitesse locale divisée par la vitesse du cylindre intérieur pour différentes vitesses de cisaillement. Celui de la figure I.9b donne la concentration locale en particules. Grâce à ces deux données expérimentales et la connaissance de la distribution de contrainte, déterminée par un calcul d'équilibre (voir paragraphe I.B.2.a), dans la géométrie de Couette, les auteurs peuvent remonter à la loi de comportement locale sans approximation sur la distribution



(a) Huang et al.



(b) Ovarlez et al.

FIGURE I.9 – Mesures par IRM de la distribution de vitesse (figure (a), extrait de l'article [42] de Huang et al.) et de la concentration (figure (b), extrait de l'article [69] de Ovarlez et al.) au sein d'une suspension concentrée à 58% dans un fluide newtonien placée entre deux cylindres de la géométrie de Couette ($R_i = 4,15$ cm et $R_e = 6$ cm).

de vitesse.

I.B.3.b Techniques du génie civil

Certaines conditions nécessitent d'avoir une mesure correcte du seuil d'écoulement d'un fluide, mais sans utiliser de rhéomètre. C'est le cas du chantier et de la mesure de seuil d'un béton avant son placement dans le coffrage : les ouvriers doivent avoir une mesure fiable du seuil. C'est pourquoi de nombreuses techniques spécifiques au génie civil ont été développées pour cette mesure particulière. La plus répandue est la technique dite du *slump - spread test*, ou test d'affaissement - étalement. En retirant un moule, appelé le cône d'Abrams, en forme de cône tronqué préalablement rempli du béton à tester (voir figure I.10a), le fluide est libéré et va pouvoir s'écouler (si le seuil permet que le fluide coule sous son propre poids). On considère alors deux cas limites, celui d'un béton classique très pâteux, et celui d'un béton auto-plaçant, très liquide.

Dans le premier cas, quand le seuil est très élevé, l'arrêt de l'écoulement interviendra après une faible déformation et on parlera alors d'affaissement (image du haut). On déterminera la chute d'altitude du point le plus élevé. Cette mesure est reliée (théoriquement et expérimentalement) au seuil du matériau. Dans le deuxième cas, quand le béton est très fluide, la déformation sera importante à l'arrêt du matériau et on parlera alors d'étalement (image du bas). La mesure du rayon du disque obtenu est reliée au seuil. On peut comparer les données expérimentales à des calculs numériques comme le font Roussel et al. (voir articles [81] et [82]).

Une deuxième technique, développée au LCPC (IFSTTAR) et présentée dans l'article de T. Nguyen [63], s'appelle la *L-box*. Elle consiste en un réservoir qui se déverse dans un canal horizontal (voir figure I.10b). La mesure de la distance parcourue par le point le plus éloigné (ou alors la hauteur sur la paroi opposée, à droite sur le schéma) donne une mesure correcte du seuil.

I.B.3.c Test d'écrasement

J. Engmann et al. [33] font une revue générale de l'écoulement d'écrasement, dit *squeeze test*. Ils définissent cette configuration comme étant "un écoulement dans lequel le matériau, sous forme

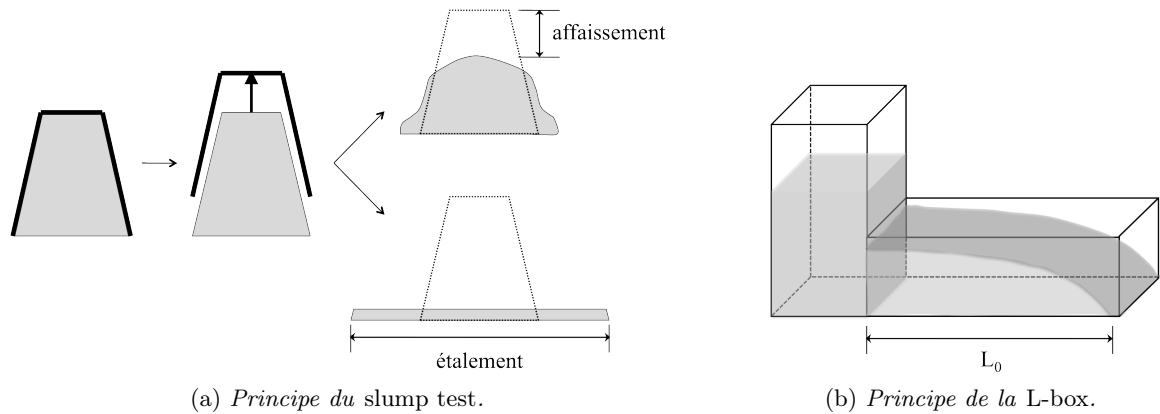


FIGURE I.10 – Techniques de mesure de seuil pour les fluides du génie civil.

cylindrique, est déformé entre deux plaques parallèles (ou quasi-parallèles) se rapprochant l'une de l'autre". On y lit que cet écoulement est par nature perpétuellement transitoire et hétérogène. La conversion entre les données expérimentales et les lois rhéologiques fondamentales du matériau testé n'est donc pas évidente. C'est pourquoi peu de tests complets ont été développés sur cette géométrie.

Afin de traiter le problème théorique et de mener l'analyse jusqu'à l'obtention du champ de vitesse, il est possible d'envisager deux cas extrêmes. Le premier est le cas de la lubrification. Les hypothèses nécessaires sont d'avoir un rayon du cylindre de fluide très grand devant son épaisseur et le non-glissement du fluide aux parois. Le deuxième cas est celui de l'élongation. L'écoulement aux parois n'a alors pas d'effet. Pour cela, il y doit avoir un glissement parfait aux parois, ou le rayon doit être petit devant la hauteur du cylindre. Une étude de la littérature donne quelques exemples d'expériences sur cette géométrie.

Ainsi, si les premières expériences de *squeeze test* semblent remonter aux années 1930 avec Scott et al., voir [87] et [88], ou Peek et al., voir [73], elles susciteront plus d'intérêt dans la deuxième partie des années 70 avec G. Brindley, D. Binding et J. Davies de l'équipe de K. Walters, qui publient trois articles décrivant leur expérience d'écrasement ([21], [10] et [11]).

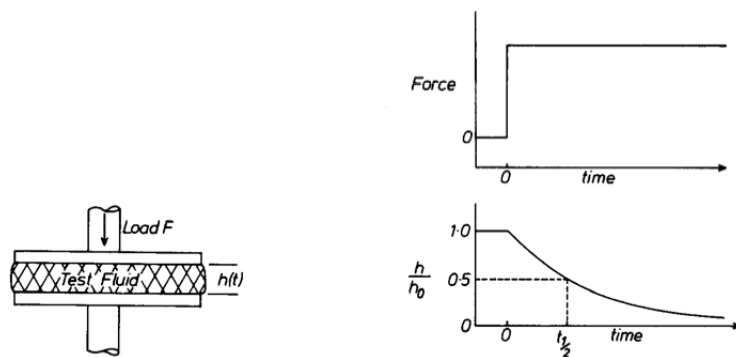


Fig. 1. Schematic diagram of squeeze-film situation.

Fig. 2. Experimental conditions in a squeeze-film experiment.

FIGURE I.11 – Première mise en œuvre du squeeze test par l'équipe de Walters, extrait de l'article [21].

Le principe de l'expérience est présenté dans la figure I.11. Un cylindre de fluide est écrasé en imposant une force normale F constante. La mesure de l'espacement entre les deux disques parallèles est effectuée en temps réel. Le développement de la théorie présenté dans la première partie de l'article [21] leurs permet d'obtenir une expression de $t_{1/2}$, temps au bout duquel l'épaisseur vaut la moitié de l'épaisseur initiale. Cette grandeur dépend des paramètres rhéologiques du fluide et de la force imposée sur le disque supérieur. Ils vérifient que les prédictions de $t_{1/2}$ sont similaires aux mesures expérimentales.

Puis, dans les années 1980-1990, Covey et al. ([28]), Lee et al. ([47], [48]), McClelland et al. ([54]), Phan-Thien et al. ([74]), Adams et al. ([1], [2]) ou encore Sherwood et al. ([90], [91]) s'attaquent à ce problème selon différents aspects : fluides newtoniens ou fluides complexes (Bingham, visco-élastique) ; analyses numériques, développements théoriques ou études expérimentales ; surfaces glissantes ou rugueuses ; rapport d'aspect rayon/hauteur autour de l'unité ou très grand devant un (hypothèse de lubrification proposée en particulier par [54]). Ce sont de nombreuses pistes qui montrent l'intérêt que la communauté scientifique porte à ce sujet mais aussi la difficulté de l'expérience, de par la mise en œuvre, l'étude théorique ou l'interprétation des résultats.

Dans les années 2000 en Angleterre, Meeten et al. développent le test d'écrasement à force normale imposée ([55], [56], [57], [58], [59]) et comparent les résultats obtenus à des mesures en géométrie de Couette (avec un outil vane). La force étant ici imposée, les auteurs s'intéressent aux variations de l'entrefer au cours de l'expérience et trouve les paramètres rhéologiques des fluides étudiés (newtoniens et à seuil) par analyse inverse en faisant correspondre la courbe théorique aux données expérimentales. Roussel et Lanos ([83] et [84]) proposent le même genre d'étude inverse et de comparaison aux mesures usuelles.

La comparaison entre test d'écrasement et mesure rhéologique classique sera aussi examinée, entre autres, par Rabideau et al. ([78]) en imposant toujours la force normale, par paliers croissants. Dans une autre configuration, H. Tang ([93]) s'intéresse aux résultats d'écrasement de fluide d'Herschel-Bulkley comparés à des mesures effectuées en rhéomètre capillaire. Estellé et Lanos s'intéressent au cas du glissement lors de l'écrasement [35] et [34].

Ces méthodes de mesure à force normale constante (ou, même si elles sont moins nombreuses, à vitesse d'écrasement constante) sont invasives : irrémédiablement, le matériau change de forme. C'est pourquoi des expériences pour lesquelles la déformations d'écrasement est oscillante ont été développées (voir figure I.12). Citons par exemple les travaux de D. Bell (dans l'équipe de K. Walters, [6]), Debbaut et al. (simulations numériques, [29]) ou Jiang et al. (sur des matériaux du monde de la dentition, [43]).

Debbaut et al. montrent que les résultats sont semblables aux résultats obtenus en rhéométrie classique (mesures en cône-plan) pour des fréquences d'oscillations allant jusqu'à 10 Hz . Au delà, la déviation due à l'inertie devient trop importante.

I.B.3.d Plan incliné

Requérant un volume important de fluide, le plan incliné est une technique peu utilisée. Elle a pourtant l'avantage d'être facile à mettre en place expérimentalement, de donner, entre autres, une mesure fiable du seuil de contrainte des fluides à seuil et de bien représenter certains écoulements naturels (généralement granulaires comme les avalanches ou des coulées de boues). Ces deux matériaux sont les plus utilisés sur la géométrie de plan incliné.

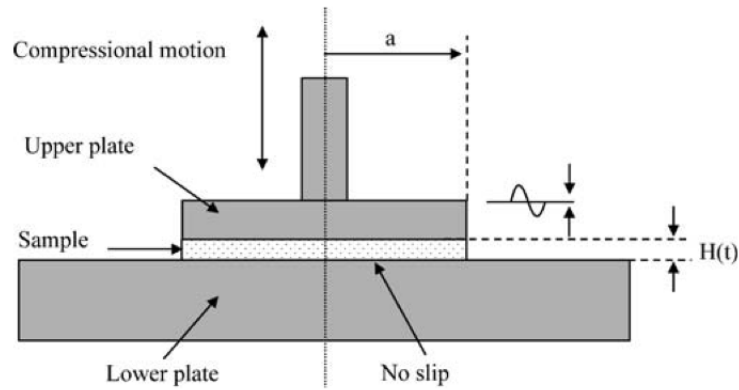


Fig. 1 Schematic diagram of the OSF instrument

FIGURE I.12 – *Principe du OSF, Oscillatory Squeeze Flow, nom et figure extraits de l'article de Bell et al. [6].*

I.B.3.d.i Fluide newtonien

Le cas du fluide newtonien est bien connu. Supposons qu'un fluide de viscosité η et de masse volumique ρ s'écoule sur un plan incliné faisant un angle i avec l'horizontale, avec une profondeur h . Notons z l'axe perpendiculaire au plan, $z = 0$ correspondant au contact entre le plan et le fluide. La vitesse v d'écoulement le long du plan s'obtient grâce à l'équation de Navier-Stokes et l'hypothèse d'incompressibilité, donnant alors :

$$v(z) = \frac{\rho g \left(hz - \frac{z^2}{2} \right) \sin i}{\eta} \quad (\text{I.16})$$

I.B.3.d.ii Fluides à seuil

Le plan incliné peut être utilisé pour mesurer le seuil d'écoulement d'un fluide. On doit calculer la contrainte tangentielle dans le fluide grâce aux équations d'équilibre :

$$\tau = \rho g (h - z) \sin i \quad (\text{I.17})$$

Ainsi, en considérant un pâtre du fluide à étudier posé sur le plan incliné à un angle i (voir figure I.13), l'écoulement va faire s'aplatir le volume jusqu'à obtenir une nappe d'épaisseur h_c constante égale à :

$$h_c = \frac{\tau_c}{\rho g \sin i} \quad (\text{I.18})$$

Sous cette épaisseur, la contrainte est inférieure à la contrainte seuil d'arrêt τ_c et le matériau ne coule pas.

Une variante de cette expérience a été proposée par Uhlherr et al. en 1984 (voir [97]) : l'épaisseur est fixée au démarrage de l'expérimentation lors duquel le plateau est horizontal. Puis on augmente doucement la valeur de l'angle i jusqu'à ce que le fluide commence à s'écouler. On en déduit, par la formule précédente, le seuil de contrainte de démarrage du matériau. Cette expérience a l'avantage de

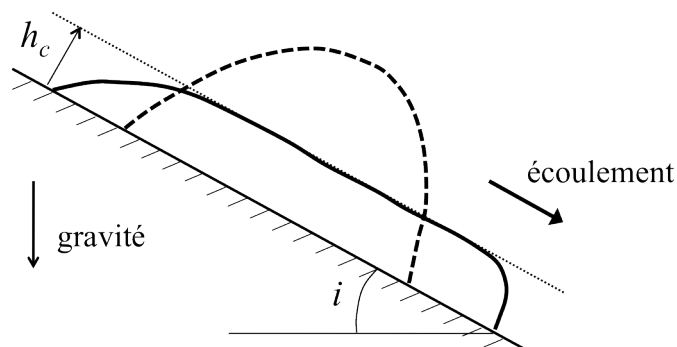


FIGURE I.13 – *Principe de la mesure de seuil sur un plan incliné.*

ressembler aux mesures de seuil par contrainte imposée, généralement utilisée en rhéologie classique.

I.B.3.d.iii Granulaires secs

Les écoulements de granulaires secs ont été étudiés par de nombreuses équipes et on en trouvera de nombreux exemples dans les références [23] ou [80]. L'intérêt pour ce type de matériaux est qu'on peut travailler avec τ/τ_N constant, où τ_N est la contrainte normale. On fera en général s'écouler des matériaux modèles, tels des billes sphériques de verre ou d'acier. Un des avantages des granulaires par rapport aux fluides continus est de pouvoir suivre les particules individuellement (au moyen d'une caméra par exemple) et ainsi d'obtenir leur vitesse. Si les contacts entre les particules sont connus et maîtrisés, il est aussi possible de prédire l'écoulement par des simulations numériques.

Job et al., voir [44], proposent une expérience de détermination de la loi d'écoulement tensorielle des granulaires secs sur plan incliné. En écrivant précédemment la distribution de vitesse au sein d'un fluide visqueux, nous supposons qu'il n'existait qu'un unique gradient de vitesse dans le matériau s'écoulant le long d'un plan incliné. Cela est vrai si la largeur du volume de fluide s'écoulant est considérée comme infinie. Jop et al. décident de contraindre le fluide à s'écouler entre deux parois latérales. Grâce à cette configuration, ils obtiennent un double cisaillement au sein du granulaire. Dans la figure I.14 est tracée la vitesse dans le fluide en fonction de la position du point étudié (en profondeur et en largeur).

Avec ce double cisaillement perpendiculaire, ils vérifient expérimentalement le modèle de loi d'écoulement tri-dimensionnel qu'ils proposent.

I.B.3.e Écoulements orthogonaux

Depuis une cinquantaine d'années, de nouveaux outils de mesure rhéologiques sont apparus, développés par différentes équipes. Nous venons d'en voir quelques exemples avec les expériences présentées ci-avant. Avec le plan incliné confiné nous présentons une technique que nous allons développer maintenant : la superposition. L'idée est que pour obtenir plus d'informations sur le comportement du fluide, une solution est de le solliciter de deux manières différentes. Nous allons détailler les techniques de superposition utilisées avec les outils de la rhéologie classique. Elles se classent en deux types : les écoulements parallèles et les écoulements orthogonaux.

La superposition parallèle est la plus connue, et généralement implémentée dans les rhéomètres commerciaux. Cette technique consiste à imposer un cisaillement stationnaire et un cisaillement os-

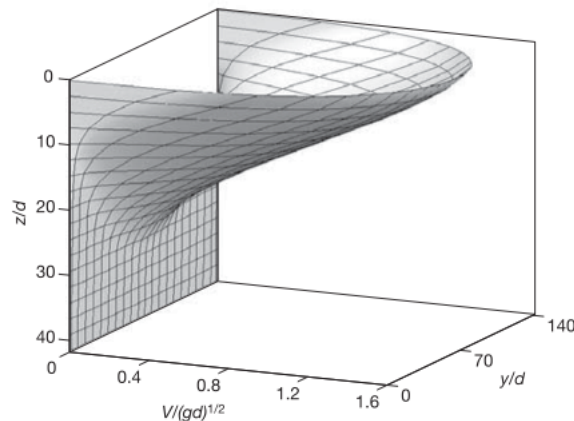


Figure 3 | Typical 3D velocity profile predicted by the rheology ($W = 142d$, $\theta = 22.6^\circ$, $Q/d^{3/2}g^{1/2} = 15.2$). For clarity only one quarter of the lines of the 71×80 computational grid is plotted.

FIGURE I.14 – *Cisaillement bi-directionnel dans l'expérience du plan incliné confiné, extrait de l'article [44] de Jop et al.*

cillant dans la même direction avec les géométries classiques (cône-plan, plan-plan, Couette). Dans le cas d'un cisaillement stationnaire constant et de petites perturbations, la déformation totale imposée s'écrit alors sous la forme : $\gamma(t) = \gamma_0 \cdot t + \gamma_1 \cdot \cos(2\pi ft)$. Il est possible de paramétrer des rampes de taux de cisaillement, ou de faire varier l'amplitude des oscillations indépendamment. Ce type d'écoulement permet de fixer une microstructure sous un cisaillement principal et en même temps de le suivre par de petites oscillations non destructives. L'inconvénient majeur des oscillations parallèles est que ces deux écoulements sont par nature très fortement couplés, rendant délicat l'interprétation des données expérimentales.

C'est pourquoi, quelques équipes ont proposé, à l'image du plan incliné confiné, un nouveau type de rhéomètre permettant de s'affranchir de ce couplage : les rhéomètres orthogonaux. Au lieu d'imposer les oscillations dans la même direction que l'écoulement principal, on va préférer solliciter le matériau dans une deuxième direction, orthogonale à celle du cisaillement stationnaire. Les mesures de l'effort lié à chacun des écoulements permettent de déduire la loi de comportement. Ils reposent tous sur une géométrie utilisée en rhéologie classique : les cylindres de Couette et le plan-plan. Nous les détaillons ici.

I.B.3.e.i Superposition à partir de la géométrie de Couette

R.I. Tanner propose de superposer deux écoulements en utilisant la géométrie de Couette. Les deux articles [94] et [95] décrivent ainsi la théorie, la mise en œuvre et les résultats obtenus en créant un écoulement principal par la rotation des cylindres de Couette et un écoulement transversal par une baisse de pression le long de leur hauteur. Cette expérience lui permet de déterminer plus facilement les forces normales.

Cette technique est utilisée à nouveau par J. Zeegers et al. (voir article [103]) puis par J. Vermant et al. (voir articles [98], [99] et [101]) en remplaçant la différence de pression par un cisaillement dû à la translation des cylindres. La translation est obtenue par un vibreur électromagnétique qui

assure des oscillations de faible amplitude. Vermant et al. étudient trois types de cellule de Couette différentes.

La première est une simple cellule de Couette classique présentée dans la figure I.6. Il faut alors être attentif au fait que le matériau placé sous le cylindre interne est écrasé par la translation de ce dernier, l'écoulement orthogonal est alors la combinaison de celui provenant de la translation en elle-même et de celui dû à la remontée du fluide à cause de l'écrasement. On trouve dans la littérature deux exemples permettant d'éviter ce problème : Tanner et al. [96] proposent de remplacer le fond du cylindre interne par une demi sphère ; Mewis et al. [60] développe un système de drainage pour des fluides très visqueux.

La deuxième idée consiste en un Couette double-gap. Le récipient contenant le fluide a la forme d'un tore, c'est un cylindre creux sans fond qui tourne au milieu du fluide. Cette géométrie est utilisée par Zeegers et al. (voir article [103] et figure I.15a pour la description). Il y a, dans ce cas aussi, des problèmes de recirculation dus à l'écrasement au fond du tore, créant un écoulement de pompage.

Enfin, la troisième configuration est une cellule de Couette double-gap avec un fond ouvert, imitant les idées précédentes et en intégrant les propositions de Simmons [92] (qui suggère dès 1966 le Couette double-gap). La schéma est donné dans la figure I.15b, un grossissement sur la cellule de Couette est présenté sur la droite. Le fond du récipient est ouvert et la partie centrale de celui-ci est remplie de fluide. Ainsi, le pompage s'effectue à travers l'ouverture du fond et non plus le long des cylindres jusqu'en haut. L'ouverture peut aussi être remplacée par une membrane flexible et un liquide peu visqueux est placé à l'intérieur, facilitant encore le pompage.

I.B.3.e.ii Superposition à partir du plan-plan

L'autre géométrie étudiée dans la littérature pour la superposition de deux écoulements est la géométrie plan-plan avec deux idées majeures : soit en modifiant la forme des disques parallèles, soit en ajoutant une contrainte extérieure perpendiculaire aux disques.

B. Maxwell et R. Chartoff proposent dès 1965, avec l'article [53], un double plan-plan décentré. Il consiste en un disque inférieur de rayon R , tournant à la vitesse angulaire ω et d'un disque supérieur, parallèle au premier, de rayon $r < R$, tournant autour de son axe à la même vitesse ω . Les deux axes ne sont pas confondus, ils sont séparés d'une distance notée a (voir sur la figure I.16). Le disque supérieur est porté par un capteur qui mesure la force dans les trois directions : F_x , F_y et F_z .

Berker [7] propose une solution pour le champ de vitesse avec $\vec{v} = -\Omega(y - g(z))\vec{x} + \Omega(x - f(z))\vec{y}$, où les fonctions f et g sont à déterminer avec les équations de Navier-Stokes. La connaissance des trois forces orthogonales (d'où le nom de rhéomètre orthogonal) permet d'obtenir de bons résultats sur les modules élastiques et visqueux des fluides complexes tels que des fondus de polymères en proposant une configuration différente des rhéomètres capillaires ou de Couette généralement utilisés. Elle sera encore développée par la suite, en proposant par exemple de prendre le même rayon pour les deux disques. Ravindran et al. font dans l'article [79] une description de cette nouvelle méthode et de ses applications.

Le groupe de K. Walters, dont nous avons présenté ci-dessus les travaux sur l'écoulement d'écrasement (avec l'article [21], appelé Part 1), va mener l'étude plus loin et améliorer l'expérience en proposant de superposer deux écoulements : celui dû à l'écrasement imposé par la force normale

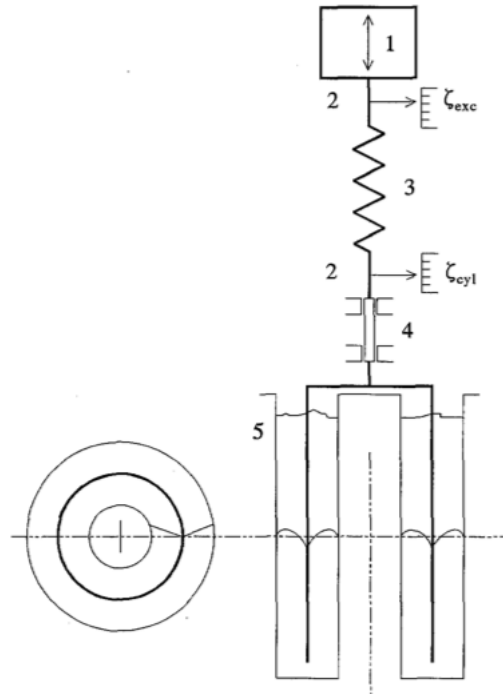


Fig. 1 Schematic outline of the instrument. 1) Exciter, 2) LVDT detectors, 3) spring, 4) air bearing, 5) measuring cylinder and annular sample holder

(a) Zeegers et al., extrait de l'article [103]

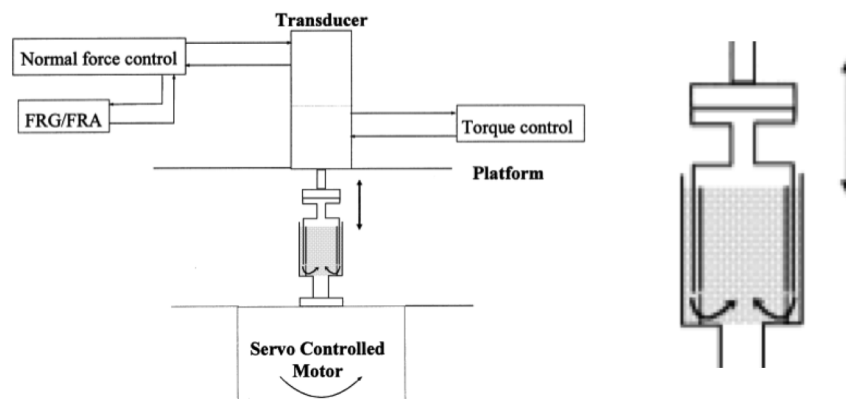


Fig. 1. Block diagram of the instrument using the normal force loop of the RMS-800 as an oscillator (FRG/FRA: Frequency generator and response analyzer).

(b) Vermant et al., extrait de l'article [99]

FIGURE I.15 – Expériences de superposition orthogonale avec la géométrie de Couette.

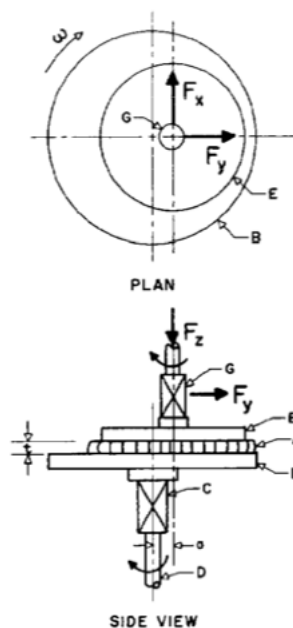


Fig. 1. Plan and side view of apparatus.

FIGURE I.16 – *Principe du plan-plan décentré proposé par Maxwell et Chartoff, extrait de l'article [53]*

constante (présenté précédemment) et celui dû à la rotation classique d'un des deux disques. Cette étude est l'objet des deux articles suivants (Part 2 et Part 3).

Le deuxième article, Part 2 [10], reprend les résultats de l'écrasement simple à force normale constante avant de présenter l'idée suivante : ils ajoutent à cet effort un cisaillement dû à la rotation du disque inférieur (voir figure I.17). L'étude théorique donne une équation du type $\ddot{h} = f(h, \dot{h})$ où f est une fonction connue dont les paramètres dépendent de la vitesse de rotation (notée Ω_1 sur le graphique), de la force normale (F) et des constantes rhéologiques du fluide étudié.

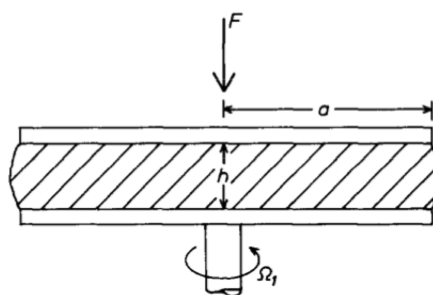


Fig. 7. Schematic diagram of generalized squeezing flow situation.

FIGURE I.17 – *Principe de l'expérience de superposition du groupe de Walters en utilisant la rotation de la géométrie plan-plan et l'écrasement imposé par la force de compression, extrait de l'article [10]*

L'étude porte donc une nouvelle fois sur les variations de l'entrefer, mais désormais en ajoutant un cisaillement perpendiculaire. La première étape consiste en la vérification du comportement des

fluides newtoniens. La théorie prévoit que la superposition n'a aucun effet sur la forme de l'entrefer en fonction du temps, ce qui est bien vérifié avec les résultats de la figure I.18.

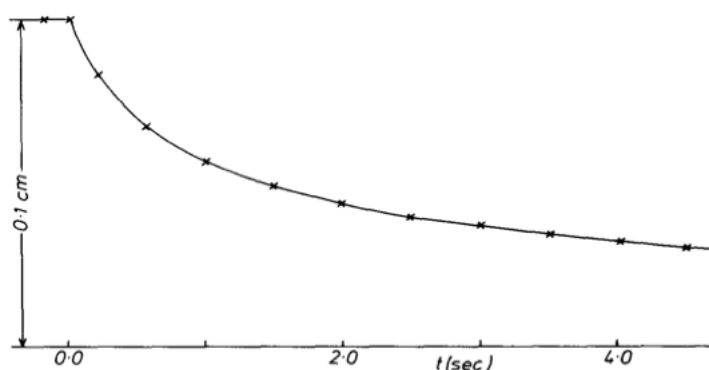


Fig. 11. $h(t)$ data for a 25 poise silicone. Full line: without rotation. Crosses correspond to $\Omega_1 = 2\pi \text{ s}^{-1}$.

FIGURE I.18 – Résultats de la superposition sur un fluide newtonien, extraits de l'article [10].

Des fluides élastiques sont ensuite testés, avec des résultats conformes aux attentes théoriques. La figure I.19 présente les résultats obtenus sur une solution de polyacrylamide (fluide non-newtonien avec un effet Weissenberg important). Les points représentent les résultats expérimentaux dans les deux cas : force normale seule à gauche, superposition force normale et rotation à droite. Pour les deux graphiques, la courbe en trait plein donne les prédictions de la théorie lorsque seule la force normale est présente, la courbe en trait pointillé dans le cas de la superposition avec la théorie inélastique et en trait pointillé-pointillé pour la superposition avec la théorie élastique.

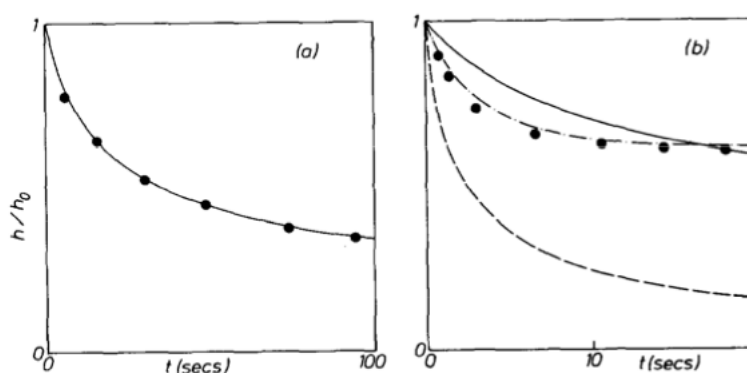


Fig. 17. Predicted and observed (h, t) behaviour for a 2% aqueous solution of (old) polyacrylamide. $F = 6.9 \times 10^4$ dynes, $h_0 = 0.1$ cm. (a) $\Omega_1 = 0$. (b) $\Omega_1 = 9.95 \text{ s}^{-1}$.

Full lines: theoretical predictions without rotation. Broken line: theoretical prediction for non-zero Ω_1 from inelastic theory. Broken/dotted line: theoretical prediction based on full theory. ● experiment.

FIGURE I.19 – Résultats de la superposition sur un fluide élastiques, extraits de l'article [10].

Nous pouvons faire deux remarques sur ces résultats. D'une part, la théorie élastique développée dans le cadre de la superposition de la force normale et de la rotation prédit parfaitement les résultats expérimentaux. D'autre part, alors que l'entrefer semble diminuer continûment quand il n'y a que la force normale, la présence de la rotation impose une valeur plateau vers laquelle tend l'entrefer.

Ce dernier résultat est à l'origine du troisième article, Part 3 (voir [11]). Si l'entrefer tend vers une valeur plateau, c'est que la force normale s'équilibre avec les contraintes normales développées par le matériau suite au cisaillement de rotation. Les auteurs ont en réalité développé le test dans le but de mesurer le plus précisément possible les paramètres viscoélastiques des fluides complexes, en particulier les différences de contraintes normales. Cet appareillage a des avantages significatifs dans les hauts taux de cisaillement (jusqu'à 10 s^{-1}). Mais la combinaison des deux sollicitations n'est pas analysée comme un vrai écoulement 3D.

À notre connaissance, aucune autre équipe n'a depuis proposé et développé de mesure rhéologique par superposition de deux écoulements perpendiculaires.

I.C Les motivations, notre idée

Avec ces descriptions des outils disponibles et des fluides complexes usuellement rencontrés, nous comprenons mieux la problématique générale de la rhéologie actuelle : innover et développer de nouvelles techniques permettant de mieux comprendre et caractériser les différents matériaux afin d'en prédire leur écoulement. C'est le but de cette étude : créer un nouveau test rhéométrique complexe.

L'étude de la littérature nous montre que pour obtenir plus d'information sur la loi de comportement, plusieurs équipes de recherche ont proposé de superposer deux écoulements. C'est une idée intéressante et sur laquelle nous voulons travailler. Or pour cela, il faut absolument trouver une certaine forme du matériau et une géométrie particulière dans laquelle nous pouvons appliquer deux écoulements.

Le plan incliné ne semble pas adapté aux faibles volumes et n'est pas aussi pratique qu'un test standardisé par le manque de paramètres ajustables.

Les différentes expériences menées sur la géométrie de Couette montrent que les possibilités dans l'écoulement transversal sont limitées. Seules des oscillations sont possibles avec de faibles amplitudes : des problèmes de recirculation ne permettant pas d'étudier un écoulement permanent à plusieurs dimensions.

Des géométries présentées, il ne reste que celle de plan-plan qui semble être un excellent candidat (voir figure I.20). Cette géométrie n'a été étudiée que par Walters et al. mais sans analyse poussée de la superposition. Le fluide est placé sous forme cylindrique et nous étudions son comportement en le soumettant à deux déformations issues de deux techniques plus ou moins étudiées :

- la rhéologie classique : la géométrie plan-plan consiste en deux disques parallèles, un cylindre de fluide est placé entre les deux ; les disques sont amenés en rotation l'un par rapport à l'autre autour de leur axe de symétrie et l'on mesure le couple appliqué,
- les tests d'écrasement ou d'étirement avec les machines de force classiquement utilisées en mécanique des solides ; un cylindre de fluide placé entre deux disques parallèles est alors écrasé ou étiré, c'est le *squeeze test*.

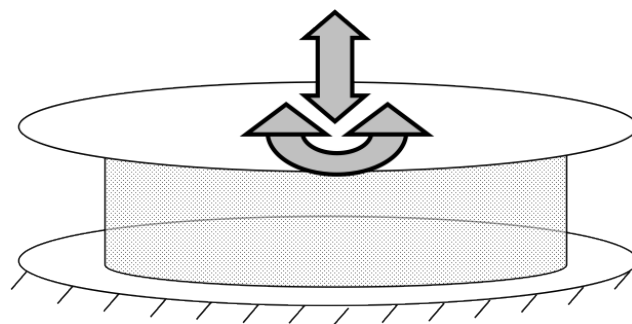


FIGURE I.20 – Principe de l'expérience de superposition des écoulements de rotation et de translation sur le plan-plan.

Cette géométrie cylindrique a l'avantage d'être compatible à ces deux sollicitations (rotation et

écrasement). Le plan-plan nous permet d'imposer en continu les deux écoulements de rotation et d'écrasement. De plus, chacun des écoulements peut être permanent avec de grandes déformations, contrairement au cas de la géométrie de Couette. C'est pourquoi nous l'avons choisie comme support de notre expérience.

Nous nous proposons ici d'analyser au mieux ce test rhéométrique en définissant des taux de cisaillement associés à chacun des écoulements et reliés aux vitesses macroscopiques, permettant alors de bien contrôler l'écoulement. Cependant, les écoulements de rotation et d'écrasement au sein du matériau sont hétérogènes. Des approximations et hypothèses seront nécessaires pour mener à bien les calculs théoriques, c'est le but du chapitre II. Nous présenterons ensuite le dispositif expérimental et les procédés de mesure au chapitre III. Les résultats seront détaillés au cours des chapitres IV et V.

Dans ce chapitre, nous décrivons et explicitons la théorie utilisée au cours du manuscrit. Nous nous attacherons uniquement à calculer les outils nécessaires par la suite, pour plus de développements il est conseillé de lire les références suivantes : [26], [45], [51], [67] ou encore [75].

Comme nous l'avons présentée au paragraphe I.C, la géométrie utilisée est une géométrie plan-plan constituée de deux disques parallèles ayant en commun leur axe de symétrie. Les deux disques sont distants d'une distance h appelée entrefer (ou *gap* en anglais). Entre ces disques est placé un cylindre du fluide à étudier. On définit R comme étant le rayon du cylindre, h est donc sa hauteur (cf. figure II.1). On note V_{ol} son volume. Pour des raisons géométriques, on se place logiquement dans le repère orthonormé cylindrique $(\vec{r}, \vec{\theta}, \vec{z})$, l'axe \vec{z} étant l'axe vertical.

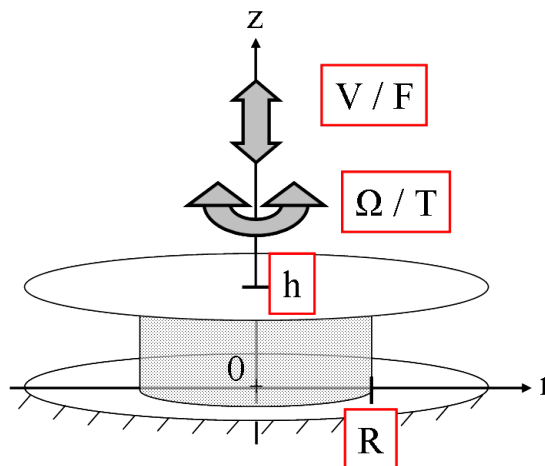


FIGURE II.1 – Schéma de l'expérience

Nous supposons que le disque supérieur est mobile et peut être amené en rotation autour de l'axe \vec{z} à la vitesse de rotation Ω et que l'on peut mesurer le couple T nécessaire à ce mouvement (et inversement imposer le couple T et mesurer la vitesse de rotation Ω). L'un des deux disques peut aussi être amené en translation à vitesse V et l'on peut mesurer la force F induite par ce déplacement sur le plateau supérieur (et inversement imposer une force F et mesurer la vitesse de translation

V). On comptera positivement ces deux dernière grandeurs. Ainsi, quand on rapprochera les deux disques, on parlera de la vitesse d'écrasement $V = -dh/dt$, et quand on éloignera les deux disques, on parlera de la vitesse d'étirement $V = dh/dt$. Dans chacun des cas on comptera positivement la force F liée au mouvement.

Dans la suite, nous considérerons d'abord chacun des deux écoulements : celui induit par la rotation du disque et celui créé par la translation du disque (rapprochement ou éloignement des deux disques). Nous tenterons, dans les deux cas, de calculer les champs de contraintes et de déformations.

Nous verrons que l'écoulement qui règne dans le fluide est complexe, la distribution du champ de vitesse est hétérogène. Ainsi, pour faire de cette expérience un test viscosimétrique, et comme nous en avons l'habitude en rhéologie (voir [24]), il nous faudra faire les approximations et les hypothèses nécessaires pour déterminer les coefficients de passage entre les grandeurs macroscopiques (T , F , Ω et V) et les grandeurs locales (composantes des tenseurs de contrainte et de déformation). Il nous faudra notamment déterminer quelles sont les composantes des tenseurs pertinentes et non-nulles. Pour cela nous nous intéresserons aux cas particuliers des fluides newtoniens, élastiques, plastiques et élastoplastiques.

Pour finir, nous étudierons la superposition des deux écoulements. Nous déterminerons notamment les invariants, valeurs propres des tenseurs de contrainte et de déformation, permettant de caractériser le nouvel écoulement multi-dimensionnel.

Sommaire

II.A	Rappel sur les tenseurs	39
II.A.1	Tenseur des contraintes	39
II.A.2	Tenseur des taux de déformation	39
II.B	Écoulements plan-plan	40
II.B.1	Écoulement de rotation	40
II.B.2	Écoulement d'écrasement	41
II.C	Correspondance valeurs locales - mesures macroscopiques	44
II.C.1	Champ de vitesse lors de l'écrasement d'un fluide linéaire	44
II.C.2	Fluide élasto-plastique	45
II.C.2.a	Cas élastique	47
II.C.2.a.i	Généralités	47
II.C.2.a.ii	Compatibilité avec les équations d'équilibre :	47
II.C.2.a.iii	Calcul de la force et du couple	48
II.C.2.b	Cas plastique	48
II.C.2.c	Lien élastique-plastique	49
II.C.3	Fluide newtonien	51
II.C.4	Cas général	51
II.D	Superposition	53
II.D.1	Linéarité	53
II.D.2	Changement de base et cisaillement simple	53
II.D.2.a	Base du cisaillement simple	53
II.D.2.b	Valeurs propres et invariants	54

II.A Rappel sur les tenseurs

II.A.1 Tenseur des contraintes

Considérons un tenseur $\underline{\underline{M}}$ symétrique. En coordonnées cylindriques, sa divergence s'écrit de la manière suivante :

$$\vec{\text{div}} \underline{\underline{M}} = \begin{pmatrix} \partial_r(M_{rr}) + \frac{1}{r}\partial_\theta(M_{r\theta}) + \partial_z(M_{rz}) + \frac{M_{rr} - M_{\theta\theta}}{r} \\ \partial_r(M_{\theta r}) + \frac{1}{r}\partial_\theta(M_{\theta\theta}) + \partial_z(M_{\theta z}) + 2\frac{M_{\theta r}}{r} \\ \partial_r(M_{zr}) + \frac{1}{r}\partial_\theta(M_{z\theta}) + \partial_z(M_{zz}) + \frac{M_{zr}}{r} \end{pmatrix} \quad (\text{II.1})$$

Considérons maintenant la partie déviatorique du tenseur des contraintes $\underline{\underline{\tau}}$ défini par $\underline{\underline{\Sigma}} = \underline{\underline{\tau}} - p\underline{\underline{Id}}$ où $\underline{\underline{\Sigma}}$ est le tenseur total des contraintes et p la pression au sein du fluide ($p = -\frac{\text{Tr} \underline{\underline{\Sigma}}}{3}$). L'équation d'équilibre du fluide, sans force extérieure (c'est le cas ici, nous faisons l'hypothèse d'une **gravité nulle**), donne $\vec{\text{div}} (\underline{\underline{\tau}} - p\underline{\underline{Id}}) = \vec{0}$. De plus, la symétrie de rotation autour de l'axe z impose l'indépendance des tenseurs calculés (contrainte et déformations) en θ . Nous pouvons donc écrire l'équation d'équilibre du fluide sous la forme suivante :

$$\begin{cases} \partial_r \tau_{rr} - \partial_r p + \partial_z \tau_{rz} + \frac{\tau_{rr} - \tau_{\theta\theta}}{r} = 0 & (a) \\ \partial_r \tau_{r\theta} + \partial_z \tau_{\theta z} + \frac{2 \cdot \tau_{r\theta}}{r} = 0 & (b) \\ \partial_r \tau_{rz} + \partial_z \tau_{zz} - \partial_z p + \frac{\tau_{rz}}{r} = 0 & (c) \end{cases} \quad (\text{II.2})$$

II.A.2 Tenseur des taux de déformation

Le tenseur des taux de déformation s'écrit à partir du vecteur vitesse de la manière générale suivante : $d_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial v_i}{\partial x_j} + \frac{\partial v_j}{\partial x_i} \right)$, où les v_i sont les composantes du vecteur vitesse dans la base orthonormée des x_i .

Une transformation est nécessaire pour écrire ce tenseur dans la base cylindrique et on obtient (avec la symétrie autour de l'axe \vec{z}) :

$$\underline{\underline{d}} = \begin{pmatrix} \partial_r v_r & \frac{1}{2}(\partial_r v_\theta - \frac{v_\theta}{r} + \frac{\partial_\theta v_r}{r}) & \frac{1}{2}(\partial_z v_r + \partial_r v_z) \\ \frac{1}{2}(\partial_r v_\theta - \frac{v_\theta}{r} + \frac{\partial_\theta v_r}{r}) & \frac{\partial_\theta v_\theta}{r} + \frac{v_r}{r} & \frac{1}{2}(\frac{\partial_\theta v_z}{r} + \partial_z v_\theta) \\ \frac{1}{2}(\partial_z v_r + \partial_r v_z) & \frac{1}{2}(\frac{\partial_\theta v_z}{r} + \partial_z v_\theta) & \partial_z v_z \end{pmatrix} \quad (\text{II.3})$$

Le tenseur des déformations $\underline{\underline{\epsilon}}$ s'obtient simplement en remplaçant le vecteur vitesse \vec{v} par le vecteur des déplacements \vec{u} qui comprend les déplacements infinitésimaux locaux.

II.B Écoulements plan-plan

Dans cette section, nous développons les tenseurs de contrainte et taux de déformation le plus loin possible en considérant toujours le cas général, indépendamment du matériau. Les formules auxquelles nous aboutirons seront valables pour tous les types de fluides étudiées par la suite.

II.B.1 Écoulement de rotation

Intéressons-nous en premier lieu au champ de vitesse dans le fluide dans le cas de l'écoulement induit par la rotation du plateau supérieur uniquement. Nous allons considérer que cet *écoulement est stationnaire, laminaire et isotherme*. Ainsi, on s'affranchit de toutes les instabilités qui pousseraient le fluide à sortir de sa forme cylindrique d'origine. On en déduit donc que v_r et v_z sont nuls et que la seule composante non nulle du vecteur vitesse est v_θ .

De plus, la symétrie autour de l'axe z impose l'indépendance en θ et on a donc $v_\theta = v_\theta(r, z)$. Désormais, les deux éléments non nuls *a priori* du tenseur des déformations sont donc $d_{r\theta} = \frac{1}{2} \left(\partial_r v_\theta - \frac{v_\theta}{r} \right)$ et $d_{\theta z} = \frac{1}{2} \partial_z v_\theta$.

Nous supposons ensuite qu'il n'y a *pas de glissement aux parois*. Ainsi, les conditions aux limites sont correctement définies et on a :

- $v_\theta(r, 0) = 0$ puisque le plateau inférieur est immobile,
- $v_\theta(r, h) = \Omega r$ puisque le plateau supérieur est en rotation à la vitesse angulaire Ω .

Par homothétie, on en déduit que v_θ doit être de la forme $\mathbf{v}_\theta(\mathbf{r}, z) = \Omega \mathbf{r} \cdot \mathbf{f}(z)$, où $f(z)$ est une fonction inconnue de z . Ainsi, la linéarité de v_θ en r impose que $d_{r\theta}$ est nul et que l'unique terme non nul est $d_{\theta z} = \frac{\Omega r}{2} \cdot \frac{df}{dz}$. On a donc localement du cisaillement simple et le seul terme extra-diagonal non nul du tenseur des contraintes est $\tau_{\theta z}$.

Intéressons nous désormais au champ de contrainte. Si nous appliquons l'équation d'équilibre écrite dans la formule II.2 à ce cas précis, nous pouvons simplifier et obtenir :

$$\vec{\text{div}} \underline{\underline{\tau}} = \vec{0} \Leftrightarrow \begin{cases} \partial_r \tau_{rr} + \frac{\tau_{rr} - \tau_{\theta\theta}}{r} = 0 & (r) \\ \partial_z \tau_{\theta z} = 0 & (\theta) \\ \partial_z \tau_{zz} = 0 & (z) \end{cases} \quad (\text{II.4})$$

L'équation d'équilibre projetée sur l'axe θ exprime le fait que $\tau_{\theta z}$ ne dépend pas de z . Ceci nous permet de dire, pour un fluide simple tel que $\tau_{\theta z} = g(d_{\theta z})$, que de la même manière $d_{\theta z}$ ne dépend pas de z et donc que $v_\theta(r, z)$ est linéaire en z .

Ainsi, le champ de vitesse qui satisfait aux conditions aux limites et aux hypothèses développées précédemment est le suivant :

$$v_\theta(r, z) = \frac{\Omega r z}{h} \quad (\text{II.5})$$

On en déduit alors facilement le tenseur des taux de déformation :

$$\underline{\underline{d}}_{rot} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \frac{\Omega r}{2h} \\ 0 & \frac{\Omega r}{2h} & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{II.6})$$

L'indice *rot* signifie rotation. Il indiquera dans tout le manuscrit que l'on parle de la partie rotation de l'écoulement et remplacera l'indice θz dans les écritures des composantes des tenseurs des contraintes et des taux de déformation.

On remarque que, comme dans le cas de la géométrie de Couette, mais contrairement à la géométrie de cône-plan, le taux de cisaillement n'est pas uniforme dans le matériau.

Nous avons désormais un lien entre grandeur locale du tenseur des taux de déformation $d_{\theta z}$ et grandeur mesurée Ω , indépendamment du matériau. Nous n'avons par contre aucune information sur le lien entre $\tau_{\theta z}$ et le couple T mesuré. Pour exprimer ce lien, il faut utiliser le fait que $\partial_z \tau_{\theta z} = 0$ nous permettant d'écrire que $\tau_{\theta z}$ ne dépend que de r et ensuite écrire l'équation d'équilibre des moments sur le disque supérieur, obtenant alors :

$$T = \int_{\theta=0}^{2\pi} \int_{r=0}^R r \tau_{\theta z}(r) r d\theta dr \quad (\text{II.7})$$

Et ainsi calculer le couple mesuré en fonction de la composante $\tau_{\theta z}$ du tenseur des contraintes :

$$T = 2\pi \int_{r=0}^R \tau_{\theta z}(r) r^2 dr \quad (\text{II.8})$$

Cette expression permet d'obtenir une relation exacte entre T , $\frac{dT}{d\Omega}$ et $\tau_{\theta z}$. Pour aller plus loin et afin d'écrire une relation scalaire simple entre le couple T et la contrainte de cisaillement $\tau_{\theta z}$, il faudra faire le calcul explicite en fonction du matériau étudié. Ce calcul sera effectué dans le paragraphe II.C.

II.B.2 Écoulement d'écrasement

Nous nous intéressons maintenant à l'écoulement induit par la translation du disque supérieur uniquement¹. Désormais, en plus de l'indépendance en θ , la symétrie du problème implique qu'il n'y a pas de composante du vecteur vitesse selon θ . Ainsi, le tenseur des déformations s'écrit sous la forme suivante :

$$\underline{\underline{d}} = \begin{pmatrix} \partial_r v_r & 0 & \frac{1}{2}(\partial_z v_r + \partial_r v_z) \\ 0 & \frac{v_r}{r} & 0 \\ \frac{1}{2}(\partial_z v_r + \partial_r v_z) & 0 & \partial_z v_z \end{pmatrix} \quad (\text{II.9})$$

Les matériaux utilisés vérifiant tous l' **hypothèse d'incompressibilité** (conservation de la masse), on peut écrire l'équation suivante :

$$\text{div } \vec{v} = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} (r v_r) + \frac{1}{r} \frac{\partial v_\theta}{\partial \theta} + \frac{\partial v_z}{\partial z} = \partial_r v_r + v_r/r + \partial_z v_z = 0 = \text{Tr } \underline{\underline{d}} \quad (\text{II.10})$$

1. Pour simplifier, nous écrivons simplement *écrasement* ou *squeeze* pour parler de la translation. Les résultats de l'écrasement et de l'étirement sont identiques, il suffit de remplacer V , la vitesse d'écrasement du plateau, par $-V$ et F par $-F$.

Ainsi, si l'on pose $\partial_z v_z = a$ et $2\tilde{a} = \frac{v_r}{r} - \partial_r v_r$, on peut séparer le tenseur des taux de déformation écrit dans l'équation II.9 en deux tenseurs, l'un représente un écoulement élongationnel et l'autre un écoulement de cisaillement simple :

$$\underline{\underline{d}} = \begin{pmatrix} -a/2 & 0 & 0 \\ 0 & -a/2 & 0 \\ 0 & 0 & a \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} -\tilde{a} & 0 & \frac{1}{2}(\partial_z v_r + \partial_r v_z) \\ 0 & +\tilde{a} & 0 \\ \frac{1}{2}(\partial_z v_r + \partial_r v_z) & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{II.11})$$

Le premier tenseur correspond donc à un écoulement d'élongation simple uniaxiale. Ce type d'écoulement est dominant quand les surfaces de contact sont parfaitement glissantes, ou quand le rayon R du cylindre est très petit devant sa hauteur h . Dans ces cas, le champ de vitesse est alors très simple puisqu'il s'écrit sous la forme suivante : $v_r = -\frac{a}{2}r$ et $v_z = az$. On note qu'une condition de glissement n'est pas compatible, dans le cas de superposition, avec la rotation qui nécessite le non glissement.

Le deuxième tenseur comprend deux termes (opposés) sur la diagonale et un unique terme non-diagonal. Ce tenseur représente alors une expérience de cisaillement simple.

Pour faire de cette expérience un test rhéométrique, nous cherchons à simplifier le problème. C'est pourquoi nous allons nous placer dans le cas extrême où seule la partie cisaillement simple du tenseur écrit en II.11 est non nulle. Pour cela, nous faisons l'hypothèse dite de *lubrification dans laquelle le rayon R du cylindre de fluide est très grand devant son épaisseur h* .

Cela a pour conséquence de pouvoir négliger d'une part la partie élongationnelle du tenseur des taux de déformation par rapport à la partie de cisaillement, et d'autre part la dérivée de v_z le long de r par rapport à celle de v_r le long de z , *i.e.* $\partial_r v_z \ll \partial_z v_r$. Cette hypothèse sera donc vérifiée en assurant le *non glissement aux parois* et en choisissant des configurations pour lesquelles $h \ll R$. Ainsi, on peut résumer toutes ces hypothèses et le résultat dans l'équation et les conditions aux limites suivantes :

$$\partial_z v_r \gg \begin{cases} \partial_r v_z \\ \partial_r v_r \\ \partial_z v_z \\ v_r/r \end{cases} \Rightarrow \underline{\underline{d}} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & \frac{1}{2}\partial_z v_r \\ 0 & 0 & 0 \\ \frac{1}{2}\partial_z v_r & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{II.12})$$

- $v_r(r, 0) = v_r(r, h) = 0$, pas d'écoulement radial le long des parois,
- $v_z(r, 0) = 0$, puisque le plateau inférieur est immobile,
- $v_z(r, h) = V$, puisque le plateau supérieur est en translation à la vitesse V .

La seule composante non nulle du tenseur des taux de déformations est donc $d_{rz} = d_{sq} = \partial_z v_r/2$. L'indice *sq* signifie *squeeze*, écrasement en anglais. Il indiquera dans tout le manuscrit que l'on parle de la partie écrasement de l'écoulement et remplacera l'indice *rz* dans les écritures des composantes des tenseurs des contraintes et des taux de déformation. Sans une hypothèse supplémentaire sur la forme de la vitesse $v_r(r, z)$, le calcul s'arrête ici et nous ne disposons pas de relation simple entre la vitesse V et le taux de cisaillement $\dot{\gamma}_{sq}$, contrairement au cas de la rotation. Il faudra donc faire le calcul explicite en étudiant le cas de matériaux réels au paragraphe II.C.

Intéressons nous désormais au tenseur des contraintes. L'invariance de symétrie autour de l'axe z et la non dépendance en θ nous permettent de simplifier les équations d'équilibre de la manière suivante :

$$\vec{\text{div}} \underline{\underline{\tau}} = \vec{0} \Leftrightarrow \begin{cases} \partial_r \tau_{rr} - \partial_r p + \partial_z \tau_{rz} + \frac{\tau_{rr} - \tau_{\theta\theta}}{r} = 0 & (r) \\ 0 = 0 & (\theta) \\ \partial_r \tau_{rz} + \partial_z \tau_{zz} - \partial_z p + \frac{\tau_{rz}}{r} = 0 & (z) \end{cases} \quad (\text{II.13})$$

Pour continuer, nous allons faire l'hypothèse qu'il n'y a **pas de différences des contraintes normales** et donc seul le terme de pression est présent sur la diagonale. On peut donc écrire $\partial_r p(r, z) = \partial_z \tau_{rz}$ et $\partial_z p(r, z) = \partial_r \tau_{rz} + \tau_{rz}/r$.

Nous cherchons maintenant à exprimer la force normale F appliquée sur le disque supérieur en fonction du terme de cisaillement τ_{rz} . Pour cela, nous allons faire une intégration par partie et supposer que **la pression dans le fluide en $r = R$ est égale à la pression à l'extérieur du fluide** (i.e. P_{atm} , la pression atmosphérique)². Ainsi, en l'absence de différences de contraintes normales, on a :

$$\begin{aligned} F &= \int_{\theta=0}^{2\pi} \int_{r=0}^R (\underbrace{\tau_{zz}}_{=p(r)} - P_{atm}) r dr d\theta \\ &= 2\pi \left[p(r) \frac{r^2}{2} \right]_0^R - 2\pi \int_0^R \partial_r p(r) \frac{r^2}{2} dr - P_{atm} \pi R^2 \\ &= 2\pi P_{atm} \frac{R^2}{2} + 2\pi \int_0^R \partial_z \tau_{rz}(r, z) \frac{r^2}{2} dr \Big|_{z=h} - P_{atm} \pi R^2 \end{aligned} \quad (\text{II.14})$$

Et ainsi on obtient la force mesurée sur la plateau supérieur en fonction de la composante τ_{rz} du tenseur des contraintes :

$$F = \pi \partial_z \int_0^R \tau_{rz}(r, z) r^2 dr \Big|_{z=h} \quad (\text{II.15})$$

Ainsi, une fois encore, nous n'avons pas de relation explicite entre la force F et la contrainte de cisaillement τ_{rz} . L'étude de matériaux particuliers dans le paragraphe II.C nous donnera cette relation.

2. Dire qu'il n'y a pas de saut de pression à l'interface revient à considérer que les rayons de courbures y sont infinis. Nous discuterons de ce point au paragraphe III.D.1.

II.C Correspondance valeurs locales - mesures macroscopiques

Nous avons explicité, sous certaines conditions, le tenseur des taux de déformation dans le cas de l'écoulement de rotation et l'écoulement d'écrasement (respectivement équations II.6 et II.23) et, par équilibre des contraintes, écrit le lien entre l'effort mesuré (couple ou force normale) et la composante du tenseur des contraintes correspondant (équations II.8 et II.15).

Cependant, ces résultats ne sont pas encore suffisants pour faire de cette expérience un vrai test rhéométrique. On souhaite pour cela établir un lien entre contrainte et déformation γ (ou taux de déformation $\dot{\gamma}$). Il nous faut donc définir, pour chaque écoulement, des scalaires τ , γ et $\dot{\gamma}$ dépendant respectivement des grandeurs macroscopiques T , $\delta\theta$ et Ω ou F , δz et V (respectivement rotation ou écrasement) et permettant de reconstruire la loi de comportement du matériau.

Or, nous n'avons que peu d'information sur les champs de contrainte et de taux de déformation, seule la composante $d_{\theta z}$ est connue. Nous allons donc développer les calculs en rotation et en écrasement dans les cas particuliers des fluides newtoniens, élastiques, plastiques et élasto-plastiques. Nous déterminerons ainsi les déformations de rotation et d'écrasement permettant de décrire les trois états différents (viscosité, élasticité ou plasticité).

À chaque étape, nous considérons le cas de la rotation et le cas de l'écrasement de manière indépendante. Cependant, la structure des tenseurs de chacun des écoulements est suffisamment semblable pour mener les calculs en parallèle.

II.C.1 Champ de vitesse lors de l'écrasement d'un fluide linéaire

Pour aller plus loin que l'égalité écrite dans la formule II.12 et construire des relations explicites entre V et $\dot{\gamma}_{sq}$, reprenons le calcul du champ de vitesse lors de l'écoulement d'écrasement dans le cas d'un fluide linéaire. Nous choisissons de tester un champ d'essai de la vitesse au sein du fluide de **forme parabolique s'annulant en $z = 0$ et $z = h$ pour la composante selon r du vecteur vitesse**. On peut donc écrire :

$$v_r(r, z) = \alpha(r) \cdot z(z - h) \quad (\text{II.16})$$

Il suffit donc de déterminer la fonction $\alpha(r)$ grâce à l'hypothèse d'incompressibilité du matériau et aux conditions aux limites. On va pour cela remplacer v_r dans l'équation de conservation de la masse par son écriture proposée dans l'équation II.16, obtenant ainsi :

$$\left(\partial_r \alpha(r) + \frac{\alpha(r)}{r} \right) \cdot z(z - h) + \partial_z v_z = 0 \quad (\text{II.17})$$

$$\Leftrightarrow v_z(r, z) = - \left(\partial_r \alpha(r) + \frac{\alpha(r)}{r} \right) \cdot \left(\frac{z^3}{3} - \frac{hz^2}{2} \right) + \beta(r) \quad (\text{II.18})$$

$$\text{Or } \begin{cases} v_z(r, 0) = 0 \\ v_z(r, h) = V \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} \beta(r) = 0 \\ V = - \left(\partial_r \alpha(r) + \frac{\alpha(r)}{r} \right) \cdot \left(\frac{h^3}{3} - \frac{h^3}{2} \right) \end{cases} \quad \begin{matrix} (i) \\ (ii) \end{matrix} \quad (\text{II.19})$$

$$\begin{aligned} (ii) &\Leftrightarrow V = \frac{h^3}{6} \left(\partial_r \alpha(r) + \frac{\alpha(r)}{r} \right) \\ &\Leftrightarrow \left(\partial_r \alpha(r) + \frac{\alpha(r)}{r} \right) = \frac{6V}{h^3} \end{aligned} \quad (\text{II.20})$$

On obtient ainsi la valeur de la fonction α :

$$\alpha(r) = \frac{3V}{h^3}r \quad (\text{II.21})$$

On a désormais les champs de vitesse dans tout le fluide.

$$\begin{cases} v_r(r, z) = \frac{3V}{h^3} \cdot rz(z - h) \\ v_z(r, z) = -\frac{V}{h^3} \cdot z^2(2z - 3h) \end{cases} \quad (\text{II.22})$$

Nous noterons au passage que ces deux champs de vitesse vérifient bien les conditions de l'hypothèse de lubrification. En effet, on calcule alors que $\partial_z v_r = \frac{3V}{h^3}r(2z - h)$, $\partial_r v_z = 0$ et $\partial_r v_r = v_r/r = -\frac{1}{2}\partial_z v_z = \frac{3V}{h^3}z(z - h)$. Ainsi, le premier terme est en $\frac{rz}{h^3}$, mais tous les suivants sont en z^2/h^3 . Or l'hypothèse de lubrification nous dit que $h \ll R$ et donc que dans la plus grande partie du fluide on a $z \ll r$. Dans le même temps, nous vérifions que $\tilde{a} = 0$ et donc nous justifions la forme de $\underline{\underline{d}}$. Nous pouvons alors écrire sous toutes ces conditions la forme du tenseur des taux de déformation.

$$\underline{\underline{d}}_{sq} \approx \frac{3rV}{2h^3} \cdot (2z - h) \cdot \begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 0 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{II.23})$$

Pour illustration, ces champs de vitesse sont représentés sur la figure II.2 afin de mieux se rendre compte de l'implication des approximations faites sur le champ de vitesse.

Sur la figure II.2 sont représentés les vecteurs vitesses en différents points du fluide. L'axe des abscisses représente un rayon, gradué du centre du cylindre ($r = 0$) à l'interface avec l'air ($r = 30$, 30 mm est la valeur typiquement utilisée pour le rayon R dans la plupart des expériences). L'axe des ordonnées représente l'épaisseur du cylindre, l'ordonnée $y = 0$ correspondant au disque inférieur et l'ordonnée $y = 2$ au disque supérieur (ici aussi, le gap généralement utilisé est de $h = 2\text{ mm}$). La direction et le sens des flèches tracées donnent directement la direction et le sens du vecteur vitesse local, la couleur des flèches dépend de l'intensité du champ de vitesse, la correspondance étant donnée par la légende à droite de la figure. La vitesse de translation de la plaque est égale à $V = 1$, vers le bas (donc en écrasement).

On remarque que la vitesse dans le fluide est jusqu'à 11 fois supérieure à la vitesse de translation de la plaque (en $r = 30$ et $h = 2$), largement au delà de la vitesse horizontale sur le bord du disque supérieur. Ainsi, dans un large volume du fluide (environ les trois quarts extérieurs), le champ de vitesse prend la forme parabolique attendue et la vitesse verticale ne contribue plus.

Cette représentation des composantes v_r et v_z du champ de vitesse calculé précédemment ne permettent pas de valider définitivement le choix de ce champ et de la forme parabolique de v_r . Pour cela, il faudra vérifier proprement dans les cas particuliers des matériaux élastiques et visqueux que ce champ est bien le champ mécaniquement admissible. Cependant, cette illustration nous montre que l'hypothèse de lubrification est vérifiée presque partout.

II.C.2 Fluide élasto-plastique

Nous allons désormais mener les calculs de l'écoulement de rotation et de l'écoulement d'écrasement en parallèle en considérant le cas d'un fluide élasto-plastique.

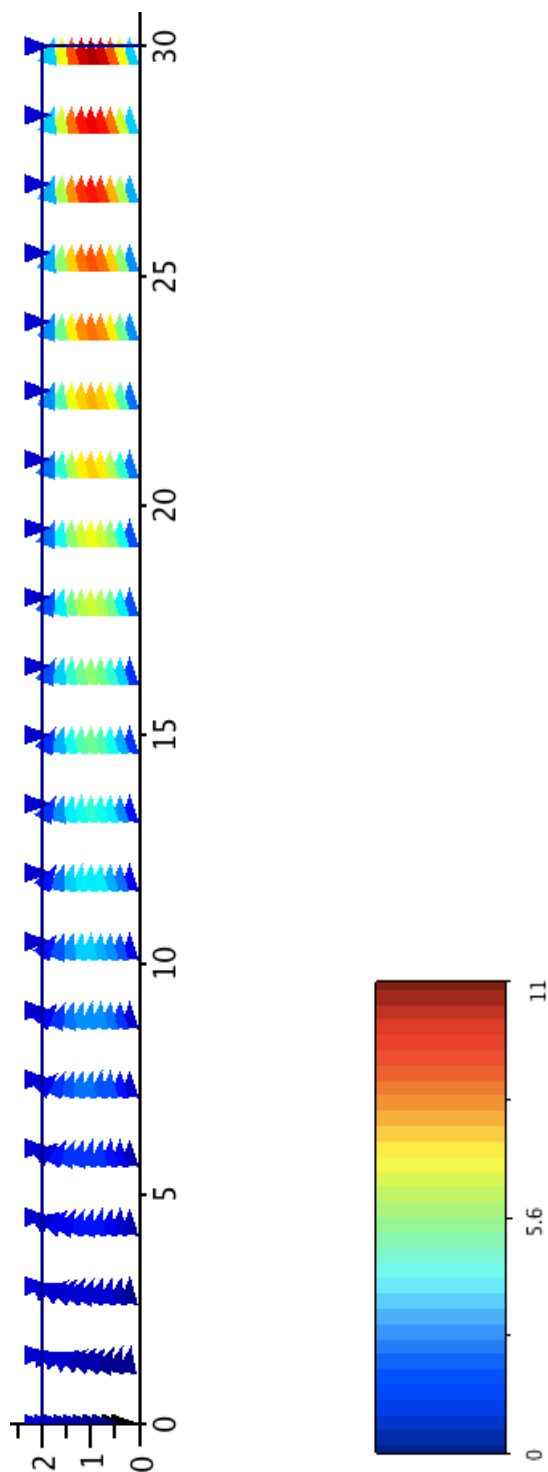


FIGURE II.2 – *Champ de vitesse imposé par l'écrasement. Le rayon R est en abscisses, gradué de 0 à 30, la hauteur h en ordonnées, graduée de 0 à 2. Un trait matérialise la limite du cylindre de fluide. Les flèches donnant la direction et le sens du vecteur vitesse en ce point. La norme de la vitesse est donnée par la couleur, la vitesse $V = 1$ étant la vitesse d'écrasement du disque supérieur positionné en $h = 2$.*

II.C.2.a Cas élastique

II.C.2.a.i Généralités

Considérons d'abord un solide élastique, linéaire et isotrope. On peut relier le tenseur des contraintes $\underline{\tau}$ et le tenseur des déformations $\underline{\epsilon}$ de la manière suivante :

$$E\epsilon_{ij} = (1 + \nu)\tau_{ij} - \nu\tau_{kk}\delta_{ij} \quad (\text{II.24})$$

où E est le module d'Young et ν le coefficient de Poisson. Le tenseur des déformations $\underline{\epsilon}$ s'obtient facilement à partir du tenseur des taux de déformations \underline{d} écrit précédemment. Pour cela, notons δz et $\delta\theta$ les déplacements infinitésimaux macroscopiques³ sur les axes z et θ , respectivement. On a alors :

$$\begin{cases} \epsilon_{rz} = \frac{3r\delta z}{2h^3} \cdot (2z - h) \\ \epsilon_{\theta z} = \frac{r\delta\theta}{2h} \end{cases} \quad (\text{II.25})$$

On travaille sous l'hypothèse d'incompressibilité où le coefficient de Poisson vaut $\nu = 0,5$. On obtient alors :

$$\begin{cases} \tau_{rz} = 2G \cdot \epsilon_{rz} \\ \tau_{\theta z} = 2G \cdot \epsilon_{\theta z} \end{cases} \quad (\text{II.26})$$

Où G est le module de cisaillement élastique défini par $G = E/3$.

II.C.2.a.ii Compatibilité avec les équations d'équilibre :

Vérifions que ces champs de contrainte proposés vérifient les équations d'équilibre (équation II.2). Considérons en premier lieu le cas de la rotation où $\tau_{rot} = \frac{Er\delta\theta}{3h}$. La seule équation non nulle est la projection sur θ donnant $\partial_z\tau_{rot} = 0$, ce qui est vérifié.

Dans le cas de l'écrasement, les deux équations non nulles sont les projections sur r et z :

$$\begin{cases} \partial_r p(r, z) + \partial_z \left(\frac{3\eta r V}{h^3} \cdot (2z - h) \right) = 0 & (a) \\ \partial_r \left(\frac{3\eta r V}{h^3} \cdot (2z - h) \right) + \partial_z p(r, z) + \frac{3\eta V}{h^3} \cdot (2z - h) = 0 & (b) \end{cases}$$

$$(a) \Leftrightarrow \partial_r p(r, z) = -\frac{6\eta r V}{h^3}$$

$$(b) \Leftrightarrow \partial_z p(r, z) = -\frac{6\eta V}{h^3} \cdot (2z - h)$$

La deuxième équation nous permet de vérifier que la différence de pression selon z est négligeable devant la différence de pression selon r . En effet, on a :

$$\Delta p_z = p(r, 0) - p(r, h) = \frac{12\eta V}{h^2}$$

3. δz est donc une variation infinitésimale de l'entrefer entre les deux disques et $\delta\theta$ une variation infinitésimale de l'angle entre les deux disques. On a ainsi $V = \lim_{\delta t \rightarrow 0} \delta z / \delta t$ et $\Omega = \lim_{\delta t \rightarrow 0} \delta\theta / \delta t$.

$$\Delta p_r = \frac{6\eta RV}{h^3} = \frac{R}{h} \cdot \Delta p_z \Rightarrow \Delta p_z \ll \Delta p_r$$

Selon nos hypothèses, on peut considérer que Δp_z est nul. Les équations d'équilibre sont donc toutes vérifiées et le champ de contrainte est compatible avec la déformation.

II.C.2.a.iii Calcul de la force et du couple

On reporte les valeurs calculées des contraintes dans les formules de la force normale et du couple obtenant ainsi :

$$\begin{cases} F = \pi \partial_z \int_0^R \tau_{rz}(r, z) r^2 dr \Big|_{z=h} = \pi E \frac{\delta z}{h^3} \partial_z (2z - h) \Big|_{z=h} \int_0^R r \cdot r^2 dr = \frac{\pi R^4 \delta z}{2h^3} \cdot E \\ T = 2\pi \int_0^R \tau_{\theta z}(r) r^2 dr = \frac{2\pi E \delta \theta}{3h} \int_0^R r \cdot r^2 dr = \frac{\pi R^4 \delta \theta}{6h} \cdot E \end{cases} \quad (\text{II.27})$$

Alors, on peut calculer le module de cisaillement élastique G à partir des grandeurs macroscopiques $(F, \delta z)$ et $(T, \delta \theta)$:

$$G = \begin{cases} \frac{2Fh^3}{3\pi R^4 \delta z} \\ \frac{2Th}{\pi R^4 \delta \theta} \end{cases} \quad (\text{II.28})$$

En utilisant la définition de G , on obtient une loi de comportement très simple pour ce type de matériau. Elle s'écrit simplement $\tau = G \cdot \gamma$ (voir graphique de la figure II.3). Les champs de déformation et de contrainte étant hétérogènes, on va définir à partir de F , T , δz et $\delta \theta$ une seule valeur de contrainte et de déformation de rotation et d'écrasement. Ce choix est arbitraire tant qu'on n'a que la relation $G = \tau/\gamma$. Par la suite, on va chercher à fixer les coefficients de manière à ce qu'ils représentent aussi le cas plastique.

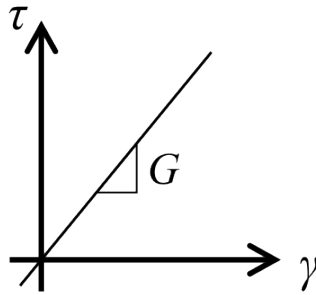


FIGURE II.3 – Loi de comportement élastique

II.C.2.b Cas plastique

Considérons désormais un matériau plastique parfait. Lorsqu'on le déforme à un taux de déformation $\dot{\gamma}$ donné, la contrainte mesurée est constante égale à la valeur τ_c indépendante de $\dot{\gamma}$ (voir figure II.4).

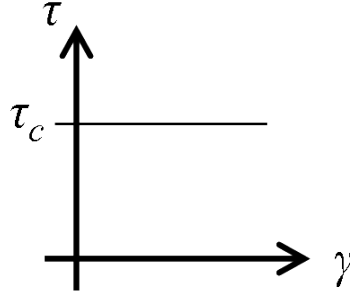


FIGURE II.4 – Loi de comportement plastique

Dans le cas d'une déformation en rotation, on peut donc écrire $\tau_{\theta z} = \tau_c$ et ainsi calculer le couple appliqué sur le disque supérieur grâce à l'équation II.8 :

$$T = 2\pi \int_0^R \tau_c r^2 dr = 2\pi\tau_c R^3/3 \quad (\text{II.29})$$

On obtient alors la valeur du seuil en fonction du couple sur le disque supérieur :

$$\tau_c = \frac{3T}{2\pi R^3} \quad (\text{II.30})$$

Pour le cas de l'écrasement et le calcul de la force, nous reprenons la projection sur l'axe r des conditions d'équilibre (équation II.13). En l'absence de différence de contrainte normale, elle se simplifie en $\partial_z \tau_{rz} = 0$. La contrainte est maximale en $z = h$ et vaut la valeur seuil $\tau_{rz}(r, h) = \tau_c$, on en déduit donc que τ_{rz} est indépendante de r quelque soit la valeur de l'altitude z . Enfin, si l'on se place dans la plan $z = h/2$, mobile à la vitesse $V/2$, le problème est symétrique autour de ce plan, τ_{rz} y est donc nulle. Tout ceci nous permet d'explicitier la contrainte recherchée : $\tau_{rz}(r, z) = \tau_c \cdot \frac{z - h/2}{h/2}$.

Ainsi, on peut écrire la force appliquée sur la disque supérieur :

$$F = \pi \partial_z \int_0^R \tau_c \cdot \frac{z - h/2}{h/2} \cdot r^2 dr \Big|_{z=h} = \pi \tau_c \frac{R^3}{3} \cdot \partial_z \frac{z - h/2}{h/2} \Big|_{z=h} = \pi \tau_c \frac{R^3}{3} \frac{2}{h} \quad (\text{II.31})$$

On obtient alors cette fois-ci la valeur du seuil en fonction de la force sur le disque supérieur :

$$\tau_c = \frac{3hF}{2\pi R^3} \quad (\text{II.32})$$

Nous résumons ces calculs par l'égalité suivante, donnant le seuil de contrainte en fonction de la force ou du couple appliqué sur le plateau supérieur :

$$\tau_c = \begin{cases} \frac{3hF}{2\pi R^3} \\ \frac{3T}{2\pi R^3} \end{cases} \quad (\text{II.33})$$

II.C.2.c Lien élastique-plastique

Considérons maintenant un matériau élasto-plastique. Aux faibles déformations, son comportement est élastique. Au delà d'une certaine valeur, la contrainte mesurée sature à la valeur $\tau = \tau_c$, seuil de contrainte du matériau. C'est ce qui est représenté sur la courbe de la figure II.5. Il s'agit donc ici de définir correctement les coefficients de conversion entre l'échelle microscopique et la

mesure macroscopique afin de couvrir les comportement élastique et plastique.

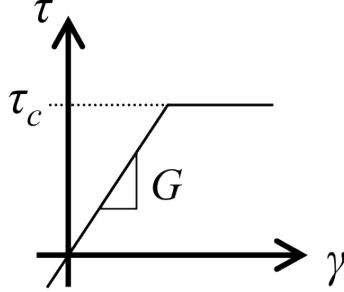


FIGURE II.5 – Loi de comportement élasto-plastique

Pour assurer une mesure correcte du seuil τ_c (voir équation II.33), et si l'on définit les contraintes macroscopiques τ_{rz} et $\tau_{\theta z}$ de la manière suivante :

$$\boxed{\begin{aligned} \tau_{rz} &= \frac{3hF}{2\pi R^3} = \tau_{sq} \\ \tau_{\theta z} &= \frac{3T}{2\pi R^3} = \tau_{rot} \end{aligned}} \quad (\text{II.34})$$

on remarque alors que l'on peut écrire le module de cisaillement élastique G de façon à faire apparaître les contraintes τ_{sq} et τ_{rot} :

$$G = \begin{cases} \frac{2Fh^3}{3\pi R^4 \delta z} = \left(\frac{3hF}{2\pi R^3} \right) \cdot \frac{4h^2}{9R\delta z} = \tau_{sq} \cdot \frac{4h^2}{9R\delta z} \\ \frac{2Th}{\pi R^4 \delta \theta} = \left(\frac{3T}{2\pi R^3} \right) \cdot \frac{4h}{3R\delta \theta} = \tau_{rot} \cdot \frac{4h}{3R\delta \theta} \end{cases} \quad (\text{II.35})$$

Le module G s'écrivant dans le cas général $G = \tau/\gamma$, il semble alors naturel de définir les déformations macroscopiques radiale et orthoradiale, respectivement $\gamma_{rz} = 2\epsilon_{rz}$ et $\gamma_{\theta z} = 2\epsilon_{\theta z}$, pour assurer une mesure correcte de G (voire équation II.35), de la manière suivante :

$$\boxed{\begin{aligned} \gamma_{rz} &= \frac{9R\delta z}{4h^2} \\ \gamma_{\theta z} &= \frac{3R\delta \theta}{4h} \end{aligned}} \quad (\text{II.36})$$

Comparons désormais ces résultats avec les composantes locales du tenseur des déformations calculé précédemment (voir équation II.25). Dans le cas de la rotation, on avait obtenu $2\epsilon_{\theta z}(r) = \frac{r\delta\theta}{h}$. Ainsi en choisissant de mesurer la déformation de rotation en $r = \frac{3}{4}R$, les calculs sur les matériaux élastiques, plastiques et élasto-plastiques mènent au même résultat. De manière identique, dans le cas de l'écrasement, on avait calculé $2\epsilon_{rz}(r, z) = \frac{3r\delta z}{h^3}(2z - h)$. Si l'on considère que la mesure est effectuée à $r = \frac{3}{4}R$ et $z = h$, une nouvelle fois les calculs sont identiques.

On note que le choix de calculer les contraintes et taux de déformation en $3R/4$ est avantageux pour deux raisons. Il permet d'une part de réunir les cas élastiques et plastiques en rotation et en

écrasement comme nous venons de le montrer. D'autre part, il correspond au choix proposé par [38] définissant le point qui minimise l'erreur sur le calcul des paramètres rhéologiques de la géométrie plan-plan pour des fluides non-newtoniens.

II.C.3 Fluide newtonien

Un fluide newtonien est caractérisé par sa viscosité η qui relie le tenseur des contraintes et celui des taux de cisaillement par la loi $\underline{\underline{\tau}} = 2\eta\underline{\underline{d}}$. Les contraintes locales $\tau_{rz}(r, z)$ et $\tau_{\theta z}(r, z)$ dans notre écoulement se calculent donc de la manière suivante :

$$\begin{cases} \tau_{rz} = \frac{3\eta r V}{h^3} \cdot (2z - h) \\ \tau_{\theta z} = \frac{\eta \Omega r}{h} \end{cases} \quad (\text{II.37})$$

On peut vérifier, exactement de la même manière que dans le cas élastique (en remplaçant les déformations infinitésimales par les vitesses et le module de cisaillement élastique par la viscosité, page 47), que les deux champs de contrainte sont compatibles avec les équations d'équilibre.

On peut alors aisément calculer les efforts appliqués sur le plateau supérieur. En premier lieu la force normale :

$$F = \pi \partial_z \int_0^R \tau_{rz}(r, z) r^2 dr \Big|_{z=h} \quad (\text{II.38})$$

$$F = \frac{3\pi\eta R^4 V}{2h^3} \quad (\text{II.39})$$

Puis le couple :

$$T = 2\pi \int_{r=0}^R \tau_{z\theta} r^2 dr \quad (\text{II.40})$$

$$T = \frac{\pi\eta\Omega R^4}{2h} \quad (\text{II.41})$$

Une fois de plus, le choix du lieu de calcul des contraintes et taux de déformation est arbitraire. Pour simplifier, on peut donc utiliser les contraintes définies dans le cas élasto-plastique (équation II.34). On obtient alors :

$$\begin{cases} \tau_{sq} = \frac{3h}{2\pi R^3} \cdot \frac{3\pi\eta R^4 V}{2h^3} = \eta \frac{9RV}{4h^2} = \eta \cdot \dot{\gamma}_{sq} \\ \tau_{rot} = \frac{3}{2\pi R^3} \cdot \frac{\pi\eta\Omega R^4}{2h} = \eta \frac{3\Omega R}{4h} = \eta \cdot \dot{\gamma}_{rot} \end{cases} \quad (\text{II.42})$$

II.C.4 Cas général

Ainsi, les définitions des contraintes et des taux de déformations de rotation et d'écrasement, telles que rappelées dans les équations de la figure II.6, permettent de décrire entièrement et quantitativement les cas élastiques, plastiques et visqueux.

Les calculs des cisaillements de rotation et d'écrasement sont similaires et indépendants et ont été menés en parallèle l'un de l'autre. Cependant, nous allons maintenant vouloir superposer les deux

$$\begin{array}{ll} \dot{\gamma}_{sq} = \frac{9RV}{4h^2} & \tau_{sq} = \frac{3hF}{2\pi R^3} \\ \dot{\gamma}_{rot} = \frac{3\Omega R}{4h} & \tau_{rot} = \frac{3T}{2\pi R^3} \end{array}$$

FIGURE II.6 – *Définition des valeurs macroscopiques des contraintes et des taux de déformation*

écoulements et il va falloir redéfinir correctement la contrainte de le taux de déformation global, c'est l'objet du paragraphe suivant.

II.D Superposition

Dans les paragraphes précédents, nous avons décrit les cas de la rotation et de l'écrasement, en calculant à chaque fois les grandeurs rhéologiques τ , γ et $\dot{\gamma}$ correspondant à chacun des écoulements, tous les deux des cisaillements simples. Dans ce paragraphe, nous répondons à la question de la superposition. Que se passe-t-il lorsque les deux écoulements ont lieu au sein du fluide en même temps ? Que valent les tenseurs totaux ? Comment définir alors la contrainte et le taux de déformation global, s'ils existent ?

II.D.1 Linéarité

Dans le cas où le système est linéaire, et grâce au principe de superposition, nous pouvons sommer les champs de taux de déformation et de contrainte imposés par les deux écoulements, rotation et écrasement, obtenant ainsi les deux tenseurs totaux, le tenseur des taux de déformation (équation II.43) et le tenseur des contraintes (équation II.44).

$$\underline{\underline{d}} = \frac{r}{2h} \cdot \begin{pmatrix} 0 & 0 & \frac{3V}{h^2} \cdot (2z - h) \\ 0 & 0 & \Omega \\ \frac{3V}{h^2} \cdot (2z - h) & \Omega & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{II.43})$$

$$\underline{\underline{\tau}} = \frac{3}{2\pi R^3} \cdot \begin{pmatrix} 0 & 0 & hF \\ 0 & 0 & T \\ hF & T & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{II.44})$$

Ainsi, la force et le couple mesurés sur le plateau supérieur sont indépendants l'un de l'autre et ne dépendent que de τ_{sq} et τ_{rot} respectivement. Les seules relations entre les quatre grandeurs macroscopiques relient la vitesse de rotation Ω et le couple T d'une part et la vitesse verticale V et la force F .

Les deux tenseurs globaux ne représentent plus dans cette base cylindrique un cisaillement simple, deux des trois termes extradiagonaux étant non nuls. Pouvons-nous simplifier le problème, trouver une base dans lequel cet écoulement est un cisaillement simple et alors définir des grandeurs indépendantes du repère ?

II.D.2 Changement de base et cisaillement simple

Le choix du repère cylindrique au début de ce chapitre était arbitraire et a permis de faciliter le développement théorique (du fait de la forme cylindrique du fluide étudié). Cependant, la base orthonormée ne représente pas réellement le problème physique en jeu lors de la superposition des deux écoulements. Ainsi, nous souhaitons désormais expliciter les deux tenseurs des taux de déformation et des contraintes (écrits respectivement dans les équations II.43 et II.44) sur une nouvelle base dans laquelle ils représenteront un cisaillement simple. Par la suite, nous calculerons les invariants du système.

II.D.2.a Base du cisaillement simple

Dans l'annexe A, est développé le calcul de diagonalisation des matrices du type suivant :

$$M = \begin{pmatrix} 0 & 0 & M_{rz} \\ 0 & 0 & M_{\theta z} \\ M_{rz} & M_{\theta z} & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{II.45})$$

C'est le cas des tenseurs des taux de déformation et de contraintes. Nous montrons ainsi dans l'annexe que cette matrice est diagonalisable et que ses valeurs propres sont $\lambda_1 = 0$, $\lambda_2 = \sqrt{M_{rz}^2 + M_{\theta z}^2}$ et $\lambda_3 = -\sqrt{M_{rz}^2 + M_{\theta z}^2}$.

De plus, nous montrons que la matrice M écrite précédemment est semblable à une matrice symétrique avec un unique terme extra-diagonal, donc une matrice représentant un cisaillement simple. Ainsi, les tenseurs des contraintes et des taux de déformations peuvent s'écrire de la manière suivante :

$$\underline{\underline{d}}_{simple} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & d_{tot} \\ 0 & d_{tot} & 0 \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad \underline{\underline{\tau}}_{simple} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \tau_{tot} \\ 0 & \tau_{tot} & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{II.46})$$

où d_{tot} représente le taux de déformation global avec $d_{tot} = \sqrt{d_{sq}^2 + d_{rot}^2}$ et τ_{tot} est la contrainte globale avec $\tau_{tot} = \sqrt{\tau_{sq}^2 + \tau_{rot}^2}$. On a alors un unique terme de taux de cisaillement global $\dot{\gamma}$ que l'on peut écrire en fonction des deux taux de cisaillement correspondant à chacun des écoulements simples : $\dot{\gamma}_{tot} = \sqrt{\dot{\gamma}_{sq}^2 + \dot{\gamma}_{rot}^2}$. Pour cela il suffit d'utiliser la matrice de passage R écrite en annexe qui permet de se placer dans le nouveau repère orthonormé $(\vec{X}, \vec{Y}, \vec{Z})$ défini par :

$$\begin{cases} \vec{X} = \frac{d_{rot}}{d_{tot}} \vec{r} + \frac{d_{sq}}{d_{tot}} \vec{\theta} \\ \vec{Y} = -\frac{d_{sq}}{d_{tot}} \vec{r} + \frac{d_{rot}}{d_{tot}} \vec{\theta} \\ \vec{Z} = \vec{z} \end{cases} \quad (\text{II.47})$$

Ainsi, il existe une base dans laquelle l'écoulement superposant rotation et écrasement est un cisaillement simple généralisé. Notons cependant que cette base est locale : en effet, les champs de taux de déformation sont hétérogènes (on a écrit les dépendances en r et z de $d_{rot}(r)$ et $d_{sq}(r, z)$), la base $(\vec{X}, \vec{Y}, \vec{Z})$ n'est pas fixe mais tourne selon le lieu de calcul (r, z) .

Même si l'on a instantanément et localement du cisaillement simple, le comportement d'un fluide soumis au cours de son histoire à de tels changements de repère n'a *a priori* rien de trivial.

II.D.2.b Valeurs propres et invariants

Nous nous intéressons maintenant plus particulièrement aux valeurs propres et aux invariants des matrices. Le but de ce calcul est de trouver les grandeurs qui ne dépendent pas du repère choisi. Ce sont ces grandeurs qui permettront de décrire l'écoulement sans tenir compte du choix du repère. Les invariants sont au nombre de trois, nous les définirons de la manière suivante :

1. $d_I = \text{Tr } d$, la trace du tenseur,
2. $d_{II} = \frac{1}{2} ((\text{Tr } d)^2 - \text{Tr } d^2)$,
3. $d_{III} = \text{Det } d$, le déterminant du tenseur.

La trace est la somme des valeurs propres, elle est donc nulle. Le déterminant est le produit des valeurs propres, il est donc nul aussi. En revanche, nous pouvons calculer le deuxième invariant $d_{II} = -\frac{1}{2} \text{Tr } d^2 = -\frac{1}{2} (0 + \lambda_2^2 + \lambda_3^2) = -(d_{rz}^2 + d_{\theta z}^2)$. De même pour le tenseur des contraintes, on a :

$$\tau_I = \tau_{III} = 0 \text{ et } \tau_{II} = -(\tau_{rz}^2 + \tau_{\theta z}^2).$$

Le lien est maintenant évident avec les critères de plasticité proposés par différents auteurs ([26], [75]) : les uniques grandeurs scalaires qu'il faut utiliser pour décrire le fluides sont $\sqrt{-d_{II}}$ et $\sqrt{-\tau_{II}}$, et on retombe alors sur les taux de déformation et contrainte globale obtenues par le changement de repère :

$$\begin{cases} d_{tot} = \sqrt{-d_{II}} = \sqrt{d_{sq}^2 + d_{rot}^2} \\ \tau_{tot} = \sqrt{-\tau_{II}} = \sqrt{\tau_{sq}^2 + \tau_{rot}^2} \end{cases} \quad (\text{II.48})$$

On a donc explicité les invariants de contrainte $\tau_{tot} = \sqrt{\tau_{sq}^2 + \tau_{rot}^2}$, de déformation $\gamma_{tot} = \sqrt{\gamma_{sq}^2 + \gamma_{rot}^2}$, et de taux de déformation $\dot{\gamma}_{tot} = \sqrt{\dot{\gamma}_{sq}^2 + \dot{\gamma}_{rot}^2}$. Le test rhéométrique est ainsi entièrement décrit.

Ainsi, si l'on considère un fluide simple pour lequel on peut écrire sa loi de comportement scalaire sous la forme $\tau = f(d)$ obtenue par un cisaillement simple, lors de la superposition des deux cisaillements simples, nous pourrons décrire sa loi de comportement à l'aide des invariants τ_{tot} et d_{tot} obtenant alors $\tau_{tot} = f(d_{tot})$ sous la condition — non évidente — que le fluide s'adapte instantanément aux hanchements de repère lors de sa sollicitation. De plus, dans le repère $(\vec{r}, \vec{\theta}, \vec{z})$, les contraintes τ_{rot} et τ_{sq} devront s'écrire en fonction des invariants τ_{tot} et d_{tot} : $\tau_{rot} = g_1(\tau_{tot}, d_{tot})$ et $\tau_{sq} = g_2(\tau_{tot}, d_{tot})$. Enfin, lors de la mesure d'un seuil de contrainte, parce que le seul invariant du système est τ_{tot} , nous nous attendons à ce que le critère s'écrive $\tau_{tot} = \text{constante}$.

En résumé :

- Les tenseurs des contraintes et des taux de déformations de l'écoulement superposant rotation et écrasement ont été explicités autant que nous le pouvions, en fonction des hypothèses sur le fluide étudié.
- En considérant les cas particuliers des fluides élastiques, plastiques et visqueux, nous avons pu définir les facteurs de conversions entre les grandeurs microscopiques et les mesures macroscopiques pour chacun des écoulements.
- Ainsi, dans le cas de l'écoulement de rotation, nous avons pu définir :

$$\dot{\gamma}_{rot} = \frac{3\Omega R}{4h} \quad \tau_{rot} = \frac{3T}{2\pi R^3}$$

- De la même manière, dans le cas de l'écoulement d'écrasement/étirement, on a pu définir :

$$\dot{\gamma}_{sq} = \frac{9RV}{4h^2} \quad \tau_{sq} = \frac{3hF}{2\pi R^3}$$

- En réponse linéaire, dans le cas de la superposition des deux écoulements, nous pouvons sommer entre eux les tenseurs des taux de déformation et de contrainte. Un changement de base nous permet de montrer que l'écoulement de superposition est alors localement un cisaillement simple.
- Concernant les tenseurs des contraintes et des taux de déformation globaux, un seul des trois invariants est non nul, il s'agit du deuxième invariant. Grâce au calcul des deux invariants, on a pu définir un taux de cisaillement global appelé $\dot{\gamma}_{tot}$ et une contrainte globale notée τ_{tot} . Ils s'écrivent tous deux en fonction des taux de déformation ou de contrainte, respectivement, associés à chacun des écoulements, et ceci de la manière suivante :

$$\begin{cases} \dot{\gamma}_{tot} = \sqrt{\dot{\gamma}_{sq}^2 + \dot{\gamma}_{rot}^2} \\ \tau_{tot} = \sqrt{\tau_{sq}^2 + \tau_{rot}^2} \end{cases}$$

Nous allons présenter dans ce chapitre les nouvelles techniques de mesure développées et utilisées pendant la thèse. Ces appareils de mesures permettent de répondre aux attentes discutées au cours de l'état de l'art de la rhéophysique au chapitre I, et de satisfaire aux conditions techniques imposées par la théorie développée au chapitre II. Ces techniques permettent de travailler sur l'écoulement d'écrasement et, dans la plupart des cas, de superposer écrasement et rotation.

Nous présenterons d'abord les matériaux utilisés, des fluides newtoniens les plus simples aux fluides à seuil, en passant par les suspensions. Nous décrirons leurs mode de préparation, leurs précautions d'utilisation ainsi que leur comportement en rhéométrie conventionnelle (cisaillement simple). Nous décrirons ensuite les différents appareillages utilisés. Tout trois permettent d'appliquer au sein du fluide un écoulement d'écrasement (*squeeze*) ou d'étirement (*stretch*) ; deux des trois (voir III.B.2 et III.B.3) peuvent superposer à ce dernier un écoulement classique de rotation ; et un seul (voir III.B.3) permet d'appliquer des oscillations en rotation et en translation. Pour finir, nous présenterons les étapes de la mise en place ainsi que les problèmes de conditions aux limites (surface libre et zone de contact fluide-disque) et nous montrerons l'importance de l'état de surface et de sa rugosité pour faire une mesure propre et précise de viscosité.

Sommaire

III.A	Matériaux	59
III.A.1	Fluides purement visqueux (newtoniens)	59
III.A.1.a	Huiles silicones 47 Rhodorsil	59
III.A.1.b	Huile silicone 550 Rhodorsil	60
III.A.1.c	Glucose	60
III.A.2	Suspensions de billes dans un fluide newtonien	61
III.A.3	Solides purement élastiques	61
III.A.3.a	Ressort	61
III.A.3.b	Gélatine	62
III.A.4	Fluides à seuil	62
III.A.4.a	Emulsions	62
III.A.4.b	Carbopol	65
III.A.4.c	Bentonite	65

III.A.4.d	Mousse	66
III.B	Matériel	68
III.B.1	Machine de force	68
III.B.1.a	Description de l'appareil	68
III.B.1.b	Résultats typiques	69
III.B.1.b.i	Expérience de traction	69
III.B.1.b.ii	Expérience de compression	71
III.B.2	Rhéomètre Kinexus	71
III.B.2.a	Présentation générale	71
III.B.2.b	Caractéristiques	72
III.B.2.b.i	Spécifications	72
III.B.2.b.ii	Étalonnage et bruit du capteur de force	72
III.B.2.b.iii	Géométries	73
III.B.2.c	Fonctionnement	74
III.B.2.d	Présentation de l'expérience d'écrasement à cisaillement constant	75
III.B.2.e	Présentation de l'expérience de superposition d'écrasement et de rotation à cisaillement constant	77
III.B.2.f	Présentation de l'expérience de superposition d'un écrasement à cisaillement constant et d'une rampe de rotation	79
III.B.3	Platine de translation	79
III.B.3.a	Caractéristiques	79
III.B.3.b	Description du montage	80
III.B.3.c	Communication avec l'ordinateur	81
III.B.3.d	Synchronisation des données platine/rhéomètre	81
III.B.3.e	Calcul des paramètres d'oscillation	82
III.B.4	Comparaison des trois techniques de mesure	83
III.C	Mise en œuvre	84
III.C.1	Deux techniques pour une expérience	84
III.C.2	Protocole de mise en place	84
III.D	Conditions aux limites	87
III.D.1	Interface fluide/air	87
III.D.1.a	Généralités sur l'interface	87
III.D.1.b	Considérations théoriques	88
III.D.1.c	Cas des fluides visqueux	88
III.D.1.d	Cas des fluides à seuil	91
III.D.2	Interface fluide/géométrie	91
III.D.2.a	Surfaces utilisées	92
III.D.2.b	Définition du zéro	93
III.E	Influence de la surface sur la mesure	95
III.E.1	Petite étude de la littérature	95
III.E.2	Papier de verre, taille des grains et volume interstitiel	96
III.E.2.a	Mesures statistiques par microscopie optique	96
III.E.2.b	Mesure de volume disponible	97
III.E.2.c	Synthèse	97
III.E.3	Mesure de viscosité	98
III.E.4	Mesure d'élasticité	100

III.A Matériaux

Dans cette section, nous allons décrire tous les matériaux utilisés au cours de la thèse : de leur préparation à leur utilisation et leur comportement. Ils sont nombreux et de types différents. Cependant, ils peuvent être classés selon leur comportement. Nous détaillerons d'abord les matériaux modèles que sont les fluides purement visqueux, dits newtoniens. Ensuite, nous nous intéresserons aux suspensions de billes non colloïdales dans un fluide newtonien. Puis nous détaillerons les solides élastiques utilisés. Et enfin les fluides à seuil, fluides développant à la fois un caractère élastique aux faibles déformations et visqueux aux grandes déformations.

III.A.1 Fluides purement visqueux (newtoniens)

Plusieurs types de fluides newtoniens ont été utilisés. Voici leur description.

III.A.1.a Huiles silicones 47 Rhodorsil

Les huiles 47 Rhodorsil sont des chaînes de polymères. Leur formule générale est donnée dans la figure III.1. Leur nom scientifique complet est polydiméthylsiloxane.

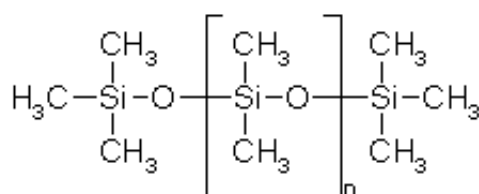


FIGURE III.1 – Formule générale des huiles 47 Rhodorsil

Du degré de polymérisation n dépendra la longueur des chaînes et la viscosité de l'huile. Jusqu'à une valeur de $n = 2000$, les huiles sont liquides, puis au-delà de cette valeur, elles évoluent graduellement vers les gommés. Les huiles 47 Rhodorsil sont référencées par leur viscosité cinématique (en mm^2/s) par une écriture du type : 47vxxxx. 47 est donc la référence de ce type d'huile, v pour viscosité et xxxx est la viscosité à 25°C en mm^2/s . La viscosité cinématique (écrite en m^2/s) est le rapport en la viscosité dynamique (en $\text{Pa}\cdot\text{s}$) et la masse volumique (alors donnée en $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$).

Les viscosités disponibles chez le fournisseur vont de 1 à $1\,000\,000\text{ mm}^2/\text{s}$, mais pour les expériences dans la suite du manuscrit nous n'utiliserons que les huiles 47v1000, 47v5000 et 47v100 000. Selon le livret d'information technique des huiles 47 Rhodorsil, les degrés de polymérisation de ces trois huiles sont, respectivement, $n \approx 350$, $n \approx 650$ et $n \approx 1450$, ce qui est fait des chaînes relativement longues. Ces huiles sont vendues comme étant newtoniennes. En réalité, elles le sont sur une certaine gamme de taux de cisaillement. Ainsi, encore selon le livret d'information technique, la viscosité de l'huile 47V1000 quittera le plateau newtonien à partir de 2000 s^{-1} environ, l'huile 47v5000 à 300 s^{-1} environ et l'huile 47v100 000 à 50 s^{-1} . Au delà de ces valeurs, la viscosité décroît approximativement en $1/\sqrt{\dot{\gamma}}$. La densité à 25°C est de 0,97 pour l'huile 47v1000 et 0,973 pour les deux autres.

Nous utiliserons des huiles Rhodorsil 47v1000, 47v5000 et 47v100 000 de Brookfield - Viscosity Standards.

III.A.1.b Huile silicone 550 Rhodorsil

L'huile silicone 550 Rhodorsil (figure III.7a) ressemble beaucoup à celles de la famille des 47 Rhodorsil, mais sur sa partie polymérisée un groupement méthyle est remplacé par un groupement phényle. Elle fait donc partie des poly(diméthylsiloxane-co-méthylphénylsiloxane). Cependant, l'huile silicone 550 en particulier n'a qu'un faible degré de polymérisation, il est égal à trois (voir formule dans la figure III.2). C'est donc très faible, et très précis, par rapport aux huiles 47v1000 et 47V5000 présentées ci-dessus et étudiées au cours de la thèse. Contrairement à ces dernières, la molécule constitutive de l'huile 550 est donc beaucoup plus petite et nous verrons l'impact possible de cette faible taille (due au faible degré de polymérisation) sur les résultats. La densité à 25°C de cette huile est de 1,05.

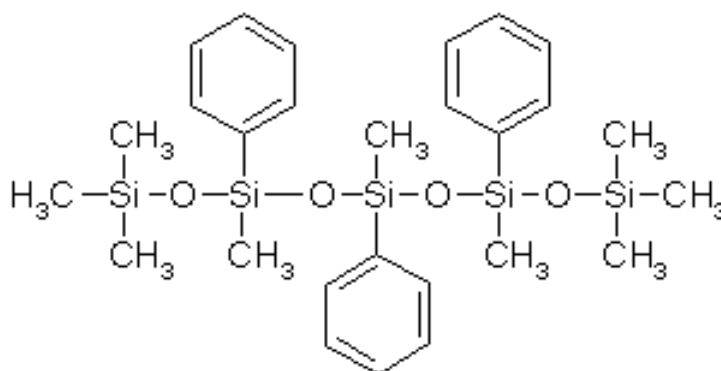


FIGURE III.2 – Formule de l'huile 550 Rhodorsil

Nous utiliserons l'huile Silicone 550 de Chimie-Plus Laboratoires.

III.A.1.c Glucose

Le troisième fluide newtonien utilisé au cours de ma thèse est le glucose. C'est une petite molécule (voir figure III.3) très soluble dans l'eau.

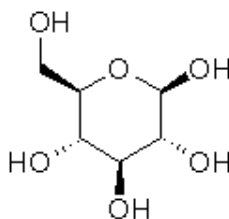


FIGURE III.3 – Formule du glucose

Plutôt que la poudre blanche bien connue de nos desserts, nous utiliserons un sirop de glucose très concentré. Pur, sa viscosité est de 130 *Pa.s* (figure III.7b). Nous pouvons le diluer dans de l'eau distillée pour atteindre différentes viscosités. Ainsi, nous créerons trois dilutions à 95 %, 92 % et 90 % qui auront, respectivement, les viscosités suivantes : 31,3 *Pa.s*, 8,40 *Pa.s* et 0,505 *Pa.s*.

Comme l'huile silicone 550, le glucose est une petite molécule et on peut s'attendre à une réponse isotrope face aux différentes sollicitations. Cependant, le sirop de glucose a le désavantage d'être à

base d'eau ; or l'eau peut facilement s'évaporer à l'interface fluide/air. De plus, on le remarque avec les valeurs de la viscosité du mélange en fonction de la concentration en eau, une légère évaporation peut avoir une grande incidence sur la viscosité de fluide au bord de l'interface, allant même jusqu'à la cristallisation.

III.A.2 Suspensions de billes dans un fluide newtonien

Quelques expériences seront menées sur des suspensions moyennement concentrées (40 % et 45 %) de particules non colloïdales dans un fluide newtonien. Les particules non colloïdales sont des particules qui ne sont pas affectées par les interactions à distance et qui n'interagissent que mécaniquement (interactions hydrodynamiques) ou des contacts directs. Pour satisfaire à cette condition, leur taille doit être supérieure à la dizaine de micromètres. Tant que la concentration en particules reste moyenne, la suspension a un comportement newtonien avec une viscosité dépendant de la concentration (voir [4], [32], [100]). Les techniques d'actuelle de mesure et d'imagerie permettent de bien comprendre les écoulements de ces suspensions ([42], [69]).

Cependant, si leur comportement sous un cisaillement constant est maintenant relativement bien connu, la réponse à des sollicitations oscillatoires est peu étudiée. Bricker et Butler (voir [19], [20]) et Narumi et al. (voir [62]) se sont intéressés à ce problème et ont montré que la viscosité mesurée dépend de la déformation imposée (voir figure I.3, page 17). Ainsi, si aux basses et aux hautes déformations la mesure en oscillations correspond à la valeur mesurée en cisaillement constant, il existe une valeur de la déformation pour laquelle la mesure en oscillations est minimale. Ce phénomène peut être expliqué par la présence des particules et la structure des suspensions qui s'oriente dans le sens de l'écoulement. Nous avons donc choisi de travailler sur ce type de matériau, présentant à la fois un caractère newtonien mais aussi une particularité en oscillations. Nous voulons ainsi proposer une expérience de validation poussée de la comparaison entre les écoulements d'écrasement et de rotation dans un régime de comportement non linéaire.

Pour faire ces suspensions, nous avons utilisé des billes de polystyrène de diamètre $80 \mu m$ (billes Dynoseeds®TS-80 de Microbeads) dispersées manuellement dans de l'huile silicone 550 Rhodorsil décrite ci-dessus. Les billes sont sphériques, rigides et monodisperses. Elles ont une densité de 1,05. Le mélange manuel et aléatoire permet d'obtenir un système homogène (concentration en billes constante dans le fluide) et isotrope (dans lequel aucune direction n'est privilégiée) et d'éviter d'incorporer des bulles d'air. L'huile silicone 550 a été choisie pour diverses raisons. Premièrement, comme nous l'avons décrit précédemment et comme nous le montrerons plus tard, c'est le fluide parfait pour notre modèle du fait de la petite taille des molécules. Deuxièmement, il n'y a pas d'interaction entre les billes et l'huile. Troisièmement, elle a la même densité que les billes de polystyrène, et donc cela empêchera la sédimentation des billes vers le fond de l'entrefer. Deux concentrations seront préparées et utilisées : 40 % et 45 %.

III.A.3 Solides purement élastiques

Deux solides élastiques différents ont été utilisés pour contrôler la mise en œuvre de l'expérience.

III.A.3.a Ressort

C'est le matériau élastique par excellence, modèle de base utilisé pour décrire un solide élastique (figure III.7c). En le comprimant, il emmagasine de l'énergie élastique qu'il restitue entièrement. Pour le caractériser, sa seule raideur k suffit. Elle est définie comme étant le rapport entre la force

appliquée à ses extrémités et le déplacement induit par cette force (ou inversement, force induite par un déplacement imposé) : $F = k\delta h$ (cf. figure III.4).

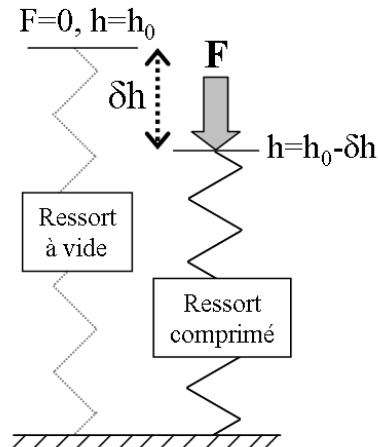


FIGURE III.4 – Schéma du ressort placé entre les deux disques

Différents ressorts de différentes raideurs seront utilisés. Ils seront placés entre les deux disques de la géométrie (des appareils décrits au cours du chapitre III.B) et soumis à des écrasements/étirements simples ou alors à des oscillations. Cette expérience simple permettra de vérifier sur des matériaux connus et faciles à utiliser (pas de problème de mise en place, comportement connu) que le dispositif de contrôle et de mesure donne de bons résultats.

III.A.3.b Gélatine

Le deuxième solide élastique utilisé est de la gélatine alimentaire. Nous avons créé deux cylindres de gélatine du rayon de la géométrie (figure III.7d). Pour cela, nous avons utilisé des feuilles de gélatine achetées dans le commerce (lot de dix feuilles de la marque Vahiné). Après les avoir laissés tremper 5 minutes dans de l'eau froide, nous les avons incorporées dans un volume connu (4 cl) d'eau bouillante. Pour le premier cylindre, nous avons mis deux feuilles de gélatine, et pour le deuxième trois feuilles (permettant d'obtenir deux raideurs différentes). Après avoir mélangé pour homogénéiser le liquide, nous versons le liquide dans les moules et nous attendons qu'il refroidisse et que le solide prenne. Au final, on récupère un cylindre transparent, légèrement jaune.

Nous testerons des cylindres de gélatine dans notre expérience et cela permettra de valider les calculs d'élasticité pour les deux sollicitations (rotation et écrasement).

III.A.4 Fluides à seuil

Plusieurs types de fluides à seuil ont été fabriqués et utilisés au cours de cette étude. Nous allons les décrire ici.

III.A.4.a Emulsions

Une émulsion est la version de laboratoire de nos mayonnaises de cuisine (voir photographie de la figure III.7e). Elles sont constituées d'eau distillée (l'équivalent culinaire de la moutarde, du vinaigre,...), d'une huile, le dodécane (huile d'olive) et d'un tensio-actif (le jaune d'œuf). Elles peuvent

être dites *directes* si l'on met des gouttes d'huile dans l'eau ou *inverses* si l'on met des gouttes d'eau dans l'huile.

Quelles soient directes ou inverses, le protocole est le même. On utilise un émulsificateur (le mixeur L4RT de Silverson) qui consiste en une pale rectangulaire tournant à grande vitesse derrière un grillage. La phase continue (eau pour émulsion directe, huile pour émulsion inverse) est placée dans un bécher et on dissout d'abord le tensio-actif en tournant à une vitesse faible (500 tours par minute). Ensuite, on ajoute petit à petit la phase à disperser en augmentant au fur et à mesure la vitesse de rotation. Quand toute la phase à disperser a été ajoutée, on augmente la vitesse de rotation jusqu'à 6 000 tours par minute¹ et le matériau est ainsi cisailé pendant 10 minutes. Le cisaillement, très fort puisqu'à une vitesse rotation de la pale de 6 000 tours par minute correspond un cisaillement maximal d'environ $20\,000\text{ s}^{-1}$, détruit les gouttes de la phase à disperser. À la fin, l'émulsion est homogène avec une taille de gouttes de 7 à $10\ \mu\text{m}$ environ².

Le tensio-actif utilisé dépend de la phase continue. Pour les émulsions directes, on utilisera généralement du TTAB (TetradecylTrimethylAmmonium Bromide)³; il se présente sous forme de poudre. Pour les émulsions inverses, on utilise du Span 80 qui est un liquide très visqueux. Les deux tensio-actifs (ou surfactants, contraction anglaise de *surface active agent*) permettent de stabiliser d'interface eau/huile en abaissant la tension interfaciale des deux liquides. Les deux molécules sont donc composées d'une longue chaîne carbonée hydrophobe et une tête hydrophile (*cf.* figure III.5a). Leur différence vient de l'encombrement relatif de la tête et de la queue.

En effet, la queue hydrophobe des deux tensio-actifs n'a pas la même forme (voir figure III.5b, et pour la description [45]). D'un côté, le TTAB est un tensio-actif dit conique puisque le volume occupé par sa queue vaut environ le tiers du volume de la projection de la surface S de la tête par la longueur l de la queue. De l'autre côté, le Span 80 est dit conique inversé ou en coin puisque, contrairement au premier, le volume occupé par la queue est plus grand que la valeur $S * l$. Ainsi, et pour des raisons d'encombrement, le TTAB sera plus stable et efficace pour entourer des gouttes d'huile dans l'eau (*cf.* figure III.5c) et le Span 80, quant à lui, sera utilisé pour stabiliser les gouttes d'eau dans l'huile (*cf.* figure III.5d)⁴.

On peut faire varier les proportions d'eau et d'huile, la concentration de tensio-actif⁵ ou bien la vitesse de rotation de la pale. Toutes ces données sont répertoriées dans la tableau III.1.

Les raisons qui poussent à préférer une émulsion inverse plutôt qu'une émulsion directe sont diverses, chacune ayant ses avantages et ses inconvénients. L'émulsion directe nécessite un produit de moins, et les tensio-actifs sont en poudre, ce qui fait qu'elle est plus facile à préparer. Sa phase continue étant de l'eau, et malgré la plus grande proportion d'huile dans l'émulsion, il est beaucoup plus aisé de nettoyer le matériel utilisé, entre autre le papier de verre des géométries et les appareils

1. Cette vitesse peut varier selon les émulsions, changeant ainsi leur seuil.

2. on estime la taille des gouttes à $7\ \mu\text{m}$ pour une vitesse de rotation de 6 000 tours par minutes et environ $9\ \mu\text{m}$ quand la pale tourne à 5 000 tours par minutes

3. Pour les deux premières émulsions, nous avons utilisé du Brij 700 et du SDS, Sodium Dodecyl-Sulfate, deux tensio-actifs qui ont les mêmes caractéristiques que le TTAB.

4. Il est à noter que pour faciliter l'accroche de la tête hydrophile du Span 80, l'eau distillée est remplacée par de la saumure, solution d'eau avec une concentration de 100 g.l^{-1} de CaCl_2 .

5. En augmentant la concentration, on espère pouvoir passer d'une émulsion répulsive où les gouttes se repoussent à une émulsion attractive dans laquelle les gouttes se rapprochent à cause de la pression osmotique due à la sous-concentration en tensio-actif entre deux gouttes par rapport à la sur-concentration régnant plus loin. Dans le cas d'une émulsion attractive, les gouttes vont former des amas et ainsi créer des structures plus grandes et peuvent alors développer un caractère anisotrope sous cisaillement (voir [5] et [8]).

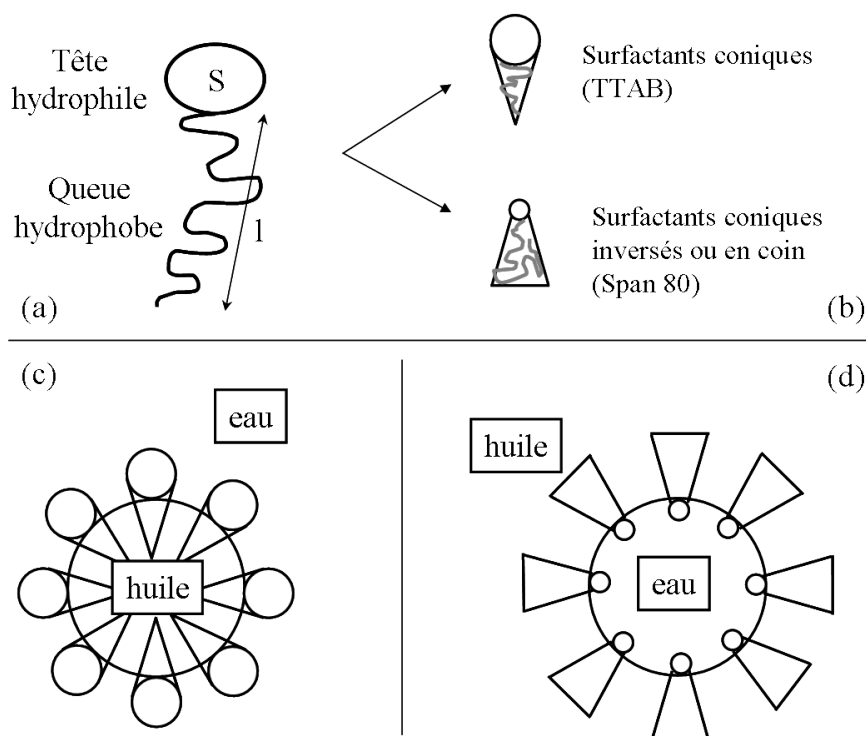


FIGURE III.5 – Action des tensio-actifs

Nom	Type	Proportion de la phase dispersée (%)	Tensio-actif utilisé	Concentration en tensio-actif dans la phase continue ($g.l^{-1}$)	Vitesse du mixeur ($tr.min^{-1}$)
Emul 1	Directe	80	Brij 700	20	6000
Emul 2	Directe	85	SDS	28	6000
Emul 3	Directe	82	TTAB	18	6000
Emul 4	Directe	80	TTAB	20	6000
Emul 4bis	Directe	80	TTAB	20	6100
Emul 5	Directe	85	TTAB	6,5	6000
Emul 6	Directe	78	TTAB	4,5	6000
Emul 7	Directe	80	TTAB	15	5300
Emul 8	Directe	78	TTAB	60	5100
Emul 9	Inverse	80	Span 80	7% en volume	6000

TABLE III.1 – Table donnant les caractéristiques de préparation des différentes émulsions utilisées

d'expérimentation. Par contre, toujours parce que la phase continue est aqueuse, elle peut sécher et une croûte peut se former à la surface lors de longues expériences.

C'est pourquoi on peut alors préférer les émulsions inverses. Ces dernières ont aussi l'avantage de ne pas retenir l'air. En effet, au cours de la préparation, en cisillant des émulsions directes avec le mixeur, la pale emporte de l'air dans le fluide, les bulles d'air vont rapidement être cassées par la pale et seront trop petites pour être facilement supprimées. Dans le cas des émulsions inverses, la pale entraîne aussi de l'air dans le fluide mais la phase continue qu'est l'huile n'emprisonne pas les bulles d'air qui sont instantanément relâchées.

III.A.4.b Carbopol

Le carbopol est un gel physique de polymères consistant en la dispersion d'une molécule, le Carbopol 980 du fabricant Noveon, dans de l'eau (voir photographie de la figure III.7f). Carbopol est le nom de la molécule et c'est par abus de langage que nous appellerons ainsi le fluide qui en découle. Le polymère est donc une chaîne du monomère présenté dans la figure III.6.

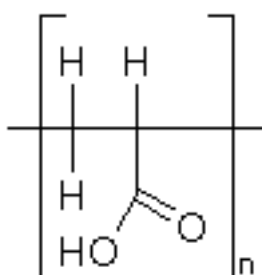


FIGURE III.6 – Formule générale du Carbopol 980

Le polymère, acide, est d'abord dispersé dans de l'eau distillée à une concentration donnée⁶ puis est neutralisé à l'aide de soude ($NaOH$). Il est ensuite homogénéisé par un malaxage durant 24 heures.

La structure interne ressemble à des amas de polymères de taille allant de quelques micromètres à quelques dizaines de micromètres. L'article [76] est une excellente lecture pour tout ce qui concerne le carbopol.

III.A.4.c Bentonite

La bentonite est un gel colloïdal formé par la dilution d'un minéral argileux dont la formule est $(NaCa_{0,5})_{0,3}(AlMg)_2(Si_4O_{12})(OH)_2(H_2O)_n$ (voir photographie de la figure III.7g). Ces particules ont un rapport d'aspect élevé (longueur typique d'un micromètre pour une épaisseur moyenne d'un centième de micromètre), ce qui fait penser à des feuillettes. Mis en solution aqueuse, ils absorbent une grande quantité d'eau (plusieurs fois leur masse) et ainsi gonflent, provoquant alors l'apparition d'un seuil (à la fois par gêne stérique, mais aussi par des interactions de Van der Waals), voir [85].

La bentonite est un matériau thixotrope, c'est-à-dire qu'il va se structurer lorsqu'il est laissé au repos, les feuillettes se réarrangeant, et le seuil mesuré directement après une phase de repos

6. Plusieurs concentrations sont utilisées, entre 0,3% et 0,7%.

dépendra de la durée de ce repos. Sous écoulement important, la structure se rompt. Ainsi, avant chaque expérience sur ce type de matériau, il est nécessaire d'imposer un précisaillement important afin de casser la structuration interne puis d'assurer que chaque échantillon subisse la même histoire avec les mêmes temps de repos pour obtenir des résultats reproductibles.

III.A.4.d Mousse

Les mousses aqueuses sont des matériaux qui peuvent être correctement décrits comme des fluides à seuil. Elles sont composées d'un assemblage de bulles d'air (ou un autre aérosol) séparées par un film de fluide. On pourra se référer à [102] pour leur description et à [41] pour leurs aspects rhéologiques. Nous retiendrons d'une part que l'élasticité de ces matériaux est acquise grâce aux variations de la surface des films séparant deux bulles d'air (le module élastique est proportionnel à la tension de surface du liquide et inversement proportionnel au rayon moyen des bulles, *cf.* [31]) et d'autre part que la plasticité provient des réarrangements locaux appelés T1 (*cf.* [77]).

Pour nos expériences, nous avons utilisé une mousse industrielle que l'on peut acheter dans le commerce. Il s'agit de la mousse Peaux sensibles de Gillette (voir photographie de la figure III.7h). La préparation des mousses n'étant pas évidente, l'utilisation de celle-ci permet de s'affranchir de ces problèmes et d'obtenir toujours le même matériau. C'est pourquoi elle est fréquemment utilisée dans le domaine des mousses et nous l'utiliserons dans nos expériences. On peut en trouver une description plus détaillée dans la thèse [46].

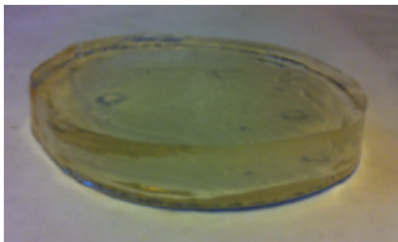
(a) *Silicone 550*(b) *Glucose*(c) *Ressort*(d) *Gélatine*(e) *Emulsion*(f) *Carbolpol*(g) *Bentonite*(h) *Mousse*

FIGURE III.7 – Photographies des différents matériaux utilisés.

III.B Matériel

Nous allons présenter dans cette partie les trois appareils utilisés. Ils sont détaillés dans l'ordre chronologique d'arrivée au laboratoire et d'utilisation au cours des expériences. La machine de force était déjà présente et utilisable à mon arrivée et permettra de faire les premiers tests. Ensuite le rhéomètre Kinexus est arrivé au cours de la première année de thèse. Puis nous l'avons perfectionné en lui ajoutant de platine de translation de haute précision. Comme nous le verrons, la technique et la précision augmenteront avec le temps et les nouveaux appareils.

III.B.1 Machine de force

III.B.1.a Description de l'appareil

Le premier instrument utilisé est une machine de force (il sera utilisé pour les expériences décrites dans l'article [3]). Construite par Instron (modèle bicolonne 3365), elle consiste en un disque inférieur immobile et un disque supérieur monté sur une platine qui se déplace le long de deux bras verticaux. La figure III.8 présente une photographie de l'appareil où l'on distingue le disque inférieur et le disque supérieur monté sur la platine de translation entre les deux colonnes, et en insertion un grossissement sur les deux disques parallèles entre lesquels est placé un cylindre de carbopol (*cf.* III.A.4.b).



FIGURE III.8 – *Machine d'essai Instron*

C'est une machine typiquement utilisée en mécanique des solides pour faire des tests de résistance en compression ou en traction sur divers matériaux, allant du béton jusqu'aux composites. Ainsi, les forces développées peuvent aller jusqu'à plusieurs centaines de milliers de Newton pour des appareils utilisables sur des paillasse. Dans notre cas, nous souhaitons utiliser ce type d'appareil pour écraser ou étirer un cylindre de fluide en imposant soit la force soit le déplacement. Ceci demande donc des spécifications très particulières avec une bonne sensibilité, adaptée à la mesure des efforts supportables par nos fluides.

C'est pourquoi nous avons choisi ce modèle monté avec un capteur qui donne la valeur de la force appliquée sur le plateau supérieur avec une précision de $10^{-5} N$ et une valeur maximale de $10 N$. Ainsi, avec un rayon de l'ordre de $3 cm$ (taille fréquemment utilisée dans la géométrie plan-plan) et un gap de l'ordre du millimètre, on obtient en utilisant les formules du développement théorique une contrainte maximale de $175 Pa$ (et une précision de $1,75 \cdot 10^{-4} Pa$), ce qui est parfait pour l'étude des fluides décrits précédemment. La position du disque supérieur est quant à elle connue avec une précision de $118 nm$, avec une reproductibilité de $\pm 15 \mu m$. La vitesse verticale de la platine peut être choisie entre $1 \mu m/s$ et $17 mm/s$. Le plus bas taux de cisaillement (d'écrasement ou d'étirement) que l'on peut imposer est donc de $0,07 s^{-1}$ (en utilisant les mêmes valeurs de R et de h).

Le logiciel d'acquisition et de contrôle de la machine de force donne accès aux valeurs instantanées de la position du plateau supérieur et de la force exercée sur celui-ci. Il enregistre en continu ces deux valeurs. Ce sont les courbes définies par $y = F(h)$ que nous allons analyser et tenter de comprendre par la suite. Trois étalonnages successifs permettront d'obtenir la valeur h de l'entrefer (espacement entre les plateaux) ainsi que la force F exercée par le fluide sur le plateau supérieur en suivant la procédure suivante :

- on effectue d'abord un premier tarage de la force à vide et quand les plateaux ne sont pas en contact,
- on approche ensuite les deux plateaux à vitesse constante et faible jusqu'au ce que la force mesurée atteigne une valeur fixée par l'expérimentateur (typiquement quelques newtons)
- la position pour laquelle la force commence à augmenter et quitte le plateau de $0 N$ définit le gap nul, on étalonne donc à cette valeur la position du capteur,
- on refait un tarage de la force une fois les disques séparés et la platine est alors prête à être utilisée.

Avec ce même logiciel, nous pouvons créer des séquences de mesure en enchaînant des périodes d'écrasement ou d'étirement à une vitesse $V = \left| \frac{dh}{dt} \right|$ fixée, de repos (pas de variation du gap) et encore de maintien constant d'une force de compression ou de traction.

III.B.1.b Résultats typiques

Nous discuterons au paragraphe III.C les détails et les techniques d'une mise en place parfaite (problèmes de forme, de contraintes résiduelles,...) et nous supposons maintenant que le cylindre de rayon R et d'épaisseur h du fluide étudié est correctement mis en place entre les deux plateaux. Nous pouvons dès lors lancer réellement l'expérimentation. Il y a deux types d'expériences possibles : la traction et la compression. Nous présentons ici les résultats typiques pour un fluide à seuil quelconque.

III.B.1.b.i Expérience de traction

Intéressons nous premièrement aux essais de traction sur un fluide à seuil jusqu'à la fracture de ce dernier en deux dépôts du fluide, l'un sur le disque supérieur et l'autre sur le disque inférieur. C'est l'expérience dite de décollement, elle sera majoritairement effectuée sur cet appareil (expérience d'étirement ou *stretch flow*). La force est ici mesurée positivement quand le fluide "tire" sur le plateau et négative quand il "pousse". La figure III.9 est une courbe typique de ce que l'on obtient.

On peut distinguer trois parties sur ce tracé :

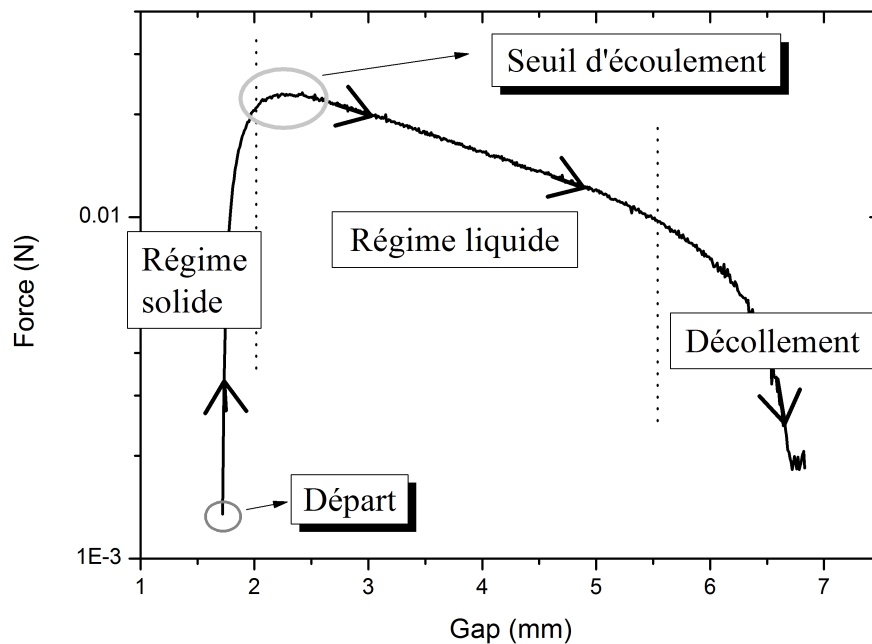


FIGURE III.9 – *Forme typique des courbes $F(h)$ pour une expérience d'étirement*

1. le régime solide : la force monte brutalement, le fluide emmagasine de l'énergie élastique,
2. le régime liquide : le fluide s'écoule durant toute cette période,
3. la phase de décollement : la courbe devient convexe, la force chute de plus en plus vite jusqu'au décollement des deux parties du fluide.

Lors du passage du régime solide au régime liquide, la contrainte sur le matériau atteint la valeur du seuil d'écoulement de ce dernier.

Visuellement, au cours du régime élastique, un changement de forme du cylindre du fluide a lieu (*cf.* figure III.10). En effet, lors de la descente du plateau supérieur et de l'écrasement du fluide, la surface de ce dernier prend une forme bombée, la pression juste derrière l'interface est plus forte que la pression atmosphérique et le fluide pousse sur les plateaux juste avant le début de l'étirement. Une fois le pic de la force atteint, l'interface se creuse et l'écoulement du fluide commence. La forme du fluide étudié sera plus détaillée dans la paragraphe III.D.1.

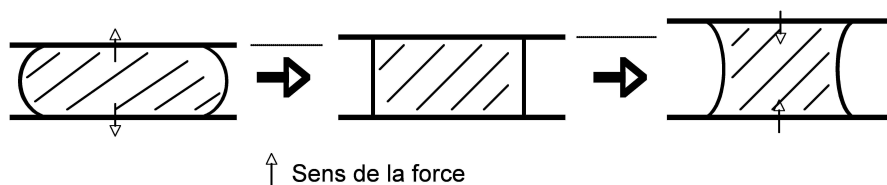


FIGURE III.10 – *Forme du cylindre au début de l'expérience d'étirement*

III.B.1.b.ii Expérience de compression

Examinons désormais le cas d'une expérience de compression où l'écoulement d'écrasement aura lieu (on l'appellera parfois dans la suite par son nom anglais de *squeeze flow*). On mesure ici la force positivement quand le fluide "pousse" sur le disque supérieur. La figure III.11 est une courbe typique de ce que l'on obtient.

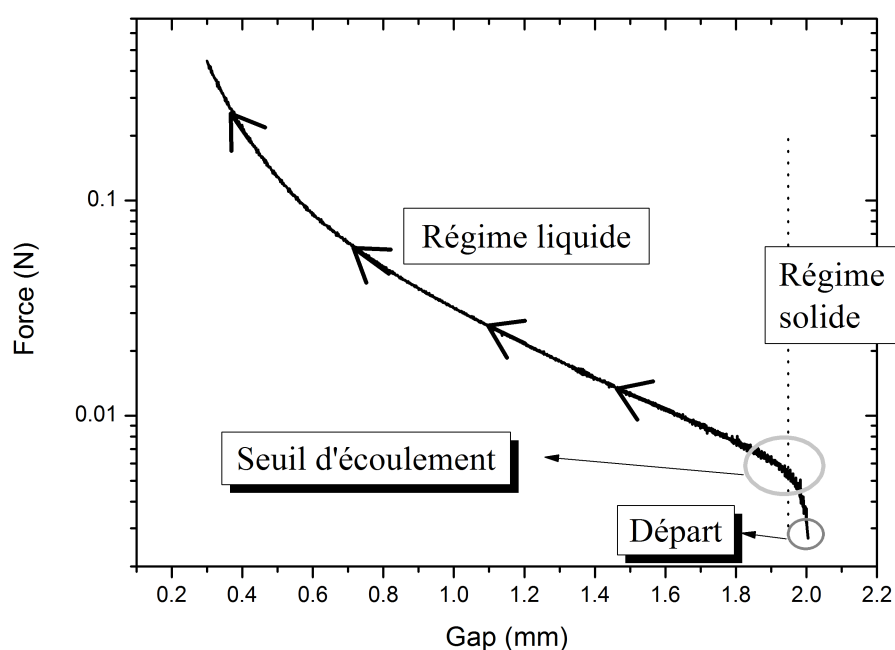


FIGURE III.11 – *Forme typique des courbes $F(h)$ pour une expérience d'écrasement*

Il y a en premier lieu un régime élastique, puis la rupture de pente est la signature du seuil d'écoulement et on passe alors en régime liquide.

III.B.2 Rhéomètre Kinexus

III.B.2.a Présentation générale

En janvier 2009 est arrivé au laboratoire dans sa première version utilisable un nouveau rhéomètre, le Kinexus du constructeur Malvern. Ce nouvel appareil permet d'allier la rhéométrie conventionnelle (rotation autour de l'axe vertical et mesure du couple) aux techniques de traction/compression (déplacement vertical et mesure de la force normale) développées précédemment. On peut ainsi obtenir un nouveau type d'écoulement en écrasant le fluide tout en le faisant tourner comme dans un rhéomètre plan/plan classique. En superposant les deux écoulements (rotation et écrasement, développés au chapitre II), on peut générer des écoulements tridimensionnels variés. Nous pouvons, grâce à ce système complexe, non seulement interroger le comportement du fluide dans des géométries originales (comme le *squeeze* ou *stretch flow*), mais aussi mesurer l'effet d'un écoulement sur un autre et ainsi d'avoir des informations sur la loi de comportement en trois dimensions.

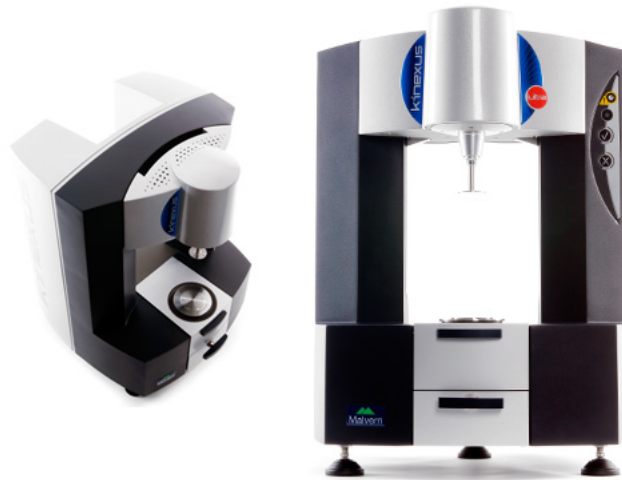


FIGURE III.12 – Le rhéomètre *Kinexus* de *Malvern*

Pour rendre cette superposition possible, le système complet de rotation (moteur, capteur et fixation de la géométrie supérieure) est mobile et peut monter et descendre le long des deux colonnes verticales, de la même manière que la platine de la machine de force. Le plateau supérieur (en haut en gris sur la photographie de la figure III.12) bouge grâce à une vis dans une des colonnes et un encodeur permet de connaître sa position.

III.B.2.b Caractéristiques

III.B.2.b.i Spécifications

Le Kinexus est avant tout un rhéomètre classique, et il possède une large gamme de valeurs accessibles pour le couple puisqu'il peut imposer des valeurs allant de 1 nNm à 250 mNm avec une résolution de $0,1 \text{ nNm}$. Sa résolution angulaire est inférieure à 10 nrad , lui permettant d'imposer des vitesses de rotation allant de $10^{-6} \text{ rad.s}^{-1}$ à 600 rad.s^{-1} .

De plus, comme nous l'avons décrit précédemment, sa partie supérieure est mobile. La vitesse verticale peut aller de $0,1 \mu\text{m.s}^{-1}$ à 35 mm.s^{-1} , avec une résolution sur la position de $0,1 \mu\text{m}$, soit une résolution semblable à la machine de force décrite précédemment mais une vitesse maximale deux fois plus importante et minimale dix fois plus faible. Le capteur de force peut supporter des poids allant jusqu'à 50 N avec une résolution minimale de $0,001 \text{ N}$ (soit une résolution 100 fois moins importante que la machine de force, mais comme nous le verrons par la suite, il est impossible, et inutile, d'atteindre une précision pareille).

III.B.2.b.ii Étalonnage et bruit du capteur de force

Malgré les bonnes spécifications du capteur de force de ce rhéomètre, il faut être attentif à son étalonnage et au bruit de l'appareil. En effet, si nous considérons le cas de l'huile Silicone 550 dont la viscosité est de $0,14 \text{ Pa.s}$ placée dans les conditions habituelles ($h = 2 \text{ mm}$ et $R = 30 \text{ mm}$), alors pour appliquer un taux de cisaillement de $\dot{\gamma}_{sq} = 1 \text{ s}^{-1}$ nous devons imposer une vitesse d'écrasement de l'ordre de $V \approx 0,06 \text{ mm.s}^{-1}$. Selon le calcul de la force normale développé dans le cas newtonien au chapitre II, la force mesurée vaut environ $F \approx 30 \text{ mN}$. Cette grandeur est théoriquement mesurable avec le Kinexus (résolution de 10^{-3} N). Cependant, nous nous confrontons à deux problèmes

techniques que nous détaillons ici.

Premièrement, l'étalonnage de la force normale n'est pas précis et est non reproductible. La figure III.13 présente des mesures de force à vide après 4 étalonnages différents (chaque couleur correspond à un étalonnage). L'écart des forces mesurées à $t = 0$ s peut varier de $\pm 0,01$ N. Nous corrigeons les mesures brutes en soustrayant la valeur à vide mesurée avant l'expérience.

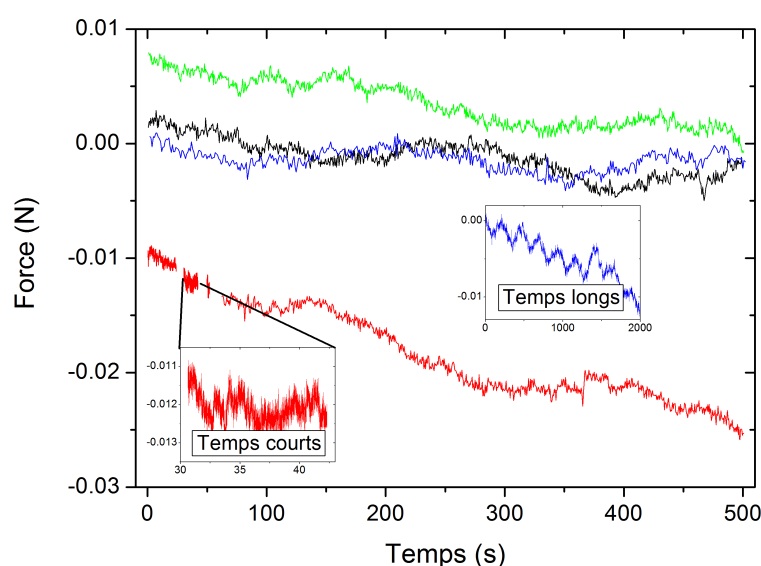


FIGURE III.13 – Illustration de la déviation rectiligne et oscillante du capteur, du bruit permanent et de la difficulté de définir proprement le zéro.

Deuxièmement, le bruit et la déviation du capteur sont importants. Sur la même figure que précédemment (figure III.13), nous mesurons l'importance du bruit intrinsèque de l'appareil sur l'insert "Temps courts" qui est de l'ordre de 10^{-3} N. De plus, sur les quatre courbes nous remarquons la présence d'oscillations d'une période de 240 secondes environ avec une amplitude estimée à $3 \cdot 10^{-3}$ N. Enfin, une déviation constante plus ou moins importante selon les tests (variation de 0,015 N en 500 secondes pour la courbe rouge, 0,01 N en 2000 secondes pour la courbe bleue en insert "Temps longs") s'ajoute. Toutes ces variations ne peuvent pas être prises en compte, mais nous mesurons la force à vide avant chaque expérience pour mesurer la dérive.

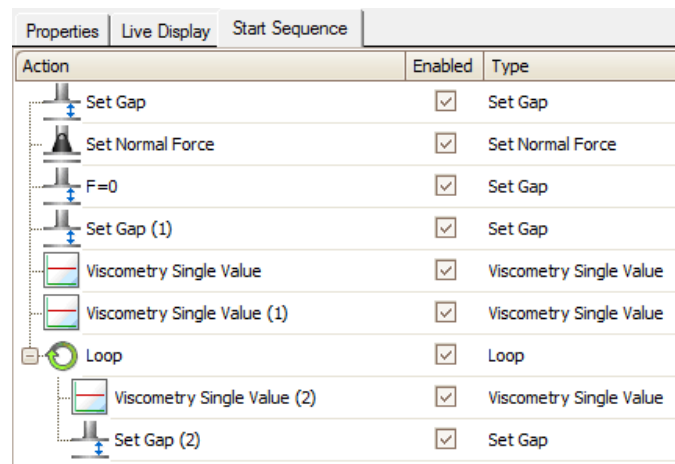
III.B.2.b.iii Géométries

Les différentes géométries supérieures et inférieures, fixées à l'appareil, ont été pensées pour se changer facilement. La géométrie supérieure se fixe grâce à une tige qui se clippe dans un anneau. La géométrie inférieure est un plateau muni sur son dessous de trois plots qui se fixent dans trois encoches sur la partie basse du rhéomètre.

Ce système permet d'assurer une planéité maximale. Ainsi, la différence entre deux mesures de l'entrefer entre les deux disques parallèles en deux points quelconques est limitée à $10 \mu\text{m}$.

III.B.2.c Fonctionnement

Le logiciel de contrôle et d'acquisition des données du rhéomètre Kinexus, intitulé rSpace, offre une interface qui permet une utilisation basique par presque n'importe quel utilisateur mais permet aussi de créer, éditer et utiliser ses propres "séquences", véritables feuilles de route de l'expérience qui listent les actions qui seront exécutées les unes à la suite des autres. Un exemple de séquence est présentée sur la figure III.14.



Action	Enabled	Type
Set Gap	<input checked="" type="checkbox"/>	Set Gap
Set Normal Force	<input checked="" type="checkbox"/>	Set Normal Force
F=0	<input checked="" type="checkbox"/>	Set Gap
Set Gap (1)	<input checked="" type="checkbox"/>	Set Gap
Viscometry Single Value	<input checked="" type="checkbox"/>	Viscometry Single Value
Viscometry Single Value (1)	<input checked="" type="checkbox"/>	Viscometry Single Value
Loop	<input checked="" type="checkbox"/>	Loop
Viscometry Single Value (2)	<input checked="" type="checkbox"/>	Viscometry Single Value
Set Gap (2)	<input checked="" type="checkbox"/>	Set Gap

FIGURE III.14 – Un exemple de séquence du logiciel rSpace présentant différents types d'actions : rotation, écrasement, calculs, boucle...

Cette séquence représente correctement une séquence typique. Créer une séquence consiste à placer des actions élémentaires les unes à la suite des autres afin de faire faire au rhéomètre le mouvement souhaité. Ces actions peuvent être de plusieurs types :

- des invites à entrer des valeurs
- des calculs de valeur (de taux de cisaillement, de contraintes,... en fonction d'autres paramètres comme le gap ou le temps),
- une rotation autour de l'axe z (en imposant un taux de cisaillement ou une contrainte, constant, lors d'une rampe ou en oscillations)
- une translation le long de l'axe z (en imposant la vitesse de translation ou une force de traction ou de compression)
- des boucles, des questions, ou des interactions diverses avec l'opérateur.

Grâce à toutes ces actions, on peut créer des séquences compliquées alliant mise en place, repos, pré-cisaillement et tous types de mesures. Mais, l'élément le plus intéressant est le *trigger* (déclencheur). Cette option permet de passer d'une action en cours à l'action suivante lorsqu'une condition est atteinte. Les conditions peuvent porter sur le temps, la force, le gap, le couple, l'angle, ou toutes les autres grandeurs mesurées et enregistrées par le rhéomètre et consistent en la comparaison de la grandeur suivie avec une valeur prédéfinie (égal, inférieur, supérieur, entre deux,...). C'est ce qui permet, en basculant d'une action en rotation à une action en translation (ou inversement), de faire superposer deux actions différentes, chacune sur un axe différent.

Nous décrivons désormais trois des séquences développées et qui seront utilisées par la suite. La première permet d'imposer un cisaillement d'écrasement constant, la seconde permet en plus

d'imposer un cisaillement de rotation constant. La troisième en est une adaptation pour imposer une rampe de rotation superposée au cisaillement constant d'écrasement.

III.B.2.d Présentation de l'expérience d'écrasement à cisaillement constant

Avec notre test, nous avons accès à un type de cisaillement correctement décrit pour mesurer les paramètres d'écoulement du matériau : le cisaillement d'écrasement. En écrasant, ou étirant, le cylindre de matériau avec une vitesse V faible, dans les conditions décrites au chapitre II, nous déformons le fluide avec un taux de cisaillement égal à $\dot{\gamma}_{sq} = \frac{9RV}{4h^2}$. Afin de le garder constant égal à $\dot{\gamma}_{\text{imposé}}$, il faut adapter la vitesse d'écrasement ou d'étirement V en fonction des variations des deux paramètres géométriques h et R de la manière suivante :

$$V(t) = \frac{4h(t)^2}{9R(t)} \cdot \dot{\gamma}_{\text{imposé}} \quad (\text{III.1})$$

Il est alors important de savoir quelle est la technique de mesure utilisée. Pour chacune des techniques (décrites au paragraphe III.C.1, page 84), on a défini le rayon de la géométrie. Si l'entrefer entre les deux plateaux est entièrement rempli, on a alors considéré que seul le volume sous le disque supérieur contribuait à la mesure, le rayon réel est donc celui de la géométrie : $R(t) = R_{\text{géom}}$. Si l'entrefer n'est pas entièrement rempli, le volume du fluide est alors conservé tout au cours de l'expérience, on calcul alors le rayon grâce à l'égalité : $\text{Volume} = \pi R_0^2 h_0 = \pi R(t)^2 h(t)$, et donc on a $R(t) = R_0 \sqrt{\frac{h_0}{h(t)}}$. La vitesse peut alors être donnée en fonction de l'entrefer $h(t)$ et la valeur (constante) souhaitée du cisaillement $\dot{\gamma}_{\text{imposé}}$:

$$V(t) = \frac{4\dot{\gamma}_{\text{imposé}}}{9R_0\sqrt{h_0}} \cdot h(t)^{5/2} \quad (\text{III.2})$$

Ainsi, pour garder un cisaillement avec un taux de cisaillement constant, il faut adapter la vitesse en fonction de l'entrefer $h(t)$. Ceci est possible avec le rhéomètre Kinexus en utilisant une séquence telle que présentée dans la figure III.15.






Action	Enabled	Type
 Gdot squeeze	<input checked="" type="checkbox"/>	Enter Values
 Repeat Until Condition Met	<input checked="" type="checkbox"/>	Repeat Until Condition Met
 Compteur	<input checked="" type="checkbox"/>	Calculate Value
 Calcul vitesse écrasement	<input checked="" type="checkbox"/>	Calculate Value
 Ecrasement	<input checked="" type="checkbox"/>	Set Gap

FIGURE III.15 – Séquence rSpace d'une expérience d'écrasement à taux de cisaillement $\dot{\gamma}_{sq}$ constant

Dans cette séquence, après avoir donné la valeur du taux de cisaillement d'écrasement souhaité, on entre dans une boucle suivante :

1. un compteur est d'abord incrémenté,
2. en fonction de la position actuelle, la vitesse nécessaire au cisaillement voulu est calculée,
3. l'écrasement est effectué à la vitesse calculée précédemment
4. au bout de trois secondes, et grâce à un *trigger* dans la partie écrasement, on boucle tout en gardant le dernier mouvement en marche.

Ainsi, la vitesse de translation du disque supérieur est constante durant trois seconde puis est recalculée pour rester au plus proche de la vitesse théorique. Ce choix de trois secondes découle d'un compromis entre la rapidité d'exécution de la séquence par le logiciel de contrôle du rhéomètre et l'écart maximal souhaité entre la vitesse théorique et la vitesse réelle de translation du disque supérieur. En effet, plus ce temps, défini dans le *trigger*, est court alors plus la vitesse calculée et utilisée pour l'écrasement est proche de la vitesse théorique puisqu'elle est recalculée fréquemment. Par contre, la boucle et le calcul des paramètres nécessite du temps et ralentit le programme, et les données de la force et de l'entrefer ne sont pas enregistrées pendant cette période, c'est pourquoi il faut minimiser ce temps perdu par rapport au temps total et donc le nombre de boucles.

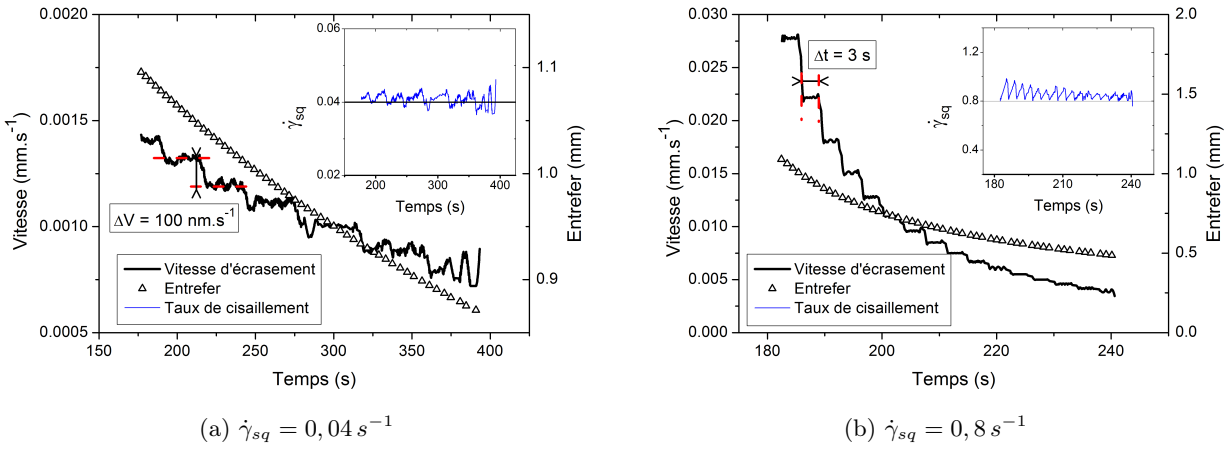


FIGURE III.16 – Écrasements à volume et $\dot{\gamma}_{sq}$ constants

Sur la figure III.16 sont présentés deux écrasements à taux de cisaillement constant (le volume est conservé durant toute l'expérience égal à $0,7 \text{ ml}$, le fluide utilisé est l'émulsion 4), le graphique III.16a est le résultat pour $\dot{\gamma}_{sq} = 0,04 \text{ s}^{-1}$ et le graphique III.16b pour $\dot{\gamma}_{sq} = 0,8 \text{ s}^{-1}$.

En intégrant l'égalité $\frac{dh}{dt} = \frac{4\dot{\gamma}_{\text{imposé}}}{9R_0\sqrt{h_0}} \cdot h(t)^{5/2}$, on obtient $h(t) = \left(h_0^{-3/2} - \frac{2\dot{\gamma}_{\text{imposé}}}{3R_0\sqrt{h_0}} \cdot t \right)^{-2/3}$. On s'aperçoit que cela correspond correctement au parcours réellement effectué par le disque supérieur. Si l'on dérive cette expression par rapport au temps, on obtient $V(t) = \frac{4\dot{\gamma}_{\text{imposé}}}{9R_0\sqrt{h_0}} \cdot \left(h_0^{-3/2} - \frac{2\dot{\gamma}_{\text{imposé}}}{3R_0\sqrt{h_0}} \cdot t \right)^{-5/3}$. La dérivée des données expérimentales de l'entrefer donne la courbe en trait plein noir. On remarque qu'elle présente des paliers, que ce soit à faible ou à grande vitesse. Ils ont deux explications différentes :

- à faible vitesse, les paliers correspondent aux différentes valeurs accessibles de la vitesse, le pas minimal étant de 100 nm.s^{-1} , ces paliers sont donc nécessairement présents,
- à grande vitesse, les paliers correspondent au pas de temps de 3 secondes définissant la durée d'une boucle ; en réduisant cette durée, on diminuerait la hauteur des paliers, mais on ralentirait en même temps le processus et on perdrait des données.

En insert sur chacune des figures est présenté le taux de cisaillement d'écrasement $\dot{\gamma}_{sq}$ calculé à partir des paramètres instantanés ($h(t)$, $R(t)$ et $V(t)$). La technique de changement de la vitesse

avec la boucle développée et présentée ici donne des bons résultats et on arrive à maintenir un taux de cisaillement constant (à $\pm 5\%$) au sein du fluide lors d'un écrasement (ou d'un étirement).

III.B.2.e Présentation de l'expérience de superposition d'écrasement et de rotation à cisaillement constant

Nous voulons que cet appareil impose au cylindre de fluide, dont les paramètres géométriques (rayon R et hauteur h) varient, un cisaillement de rotation $\dot{\gamma}_{rot}$ et un cisaillement d'écrasement $\dot{\gamma}_{sq}$ constants. Pour cela, nous avons programmé une séquence particulière avec le logiciel rSpace. Elle est présentée dans la figure III.17.












Action	Enabled	Type
 Gdot squeeze	<input checked="" type="checkbox"/>	Enter Values
 Gdot rotation	<input checked="" type="checkbox"/>	Enter Values
 Rayon geometrie	<input checked="" type="checkbox"/>	Enter Values
 Force nulle	<input checked="" type="checkbox"/>	Set Gap
 Mise en compression	<input checked="" type="checkbox"/>	Set Gap
 Repeat Until Condition Met	<input checked="" type="checkbox"/>	Repeat Until Condition Met
 Compteur	<input checked="" type="checkbox"/>	Calculate Value
 Calcul vitesse rotation	<input checked="" type="checkbox"/>	Calculate Value
 Rotation (boude)	<input checked="" type="checkbox"/>	Viscometry Single Value
 Calcul vitesse écrasement	<input checked="" type="checkbox"/>	Calculate Value
 Ecrasement (boude)	<input checked="" type="checkbox"/>	Set Gap

FIGURE III.17 – Séquence du logiciel rSpace utilisée pour les expériences de mesure du seuil 3D.

De la même manière que pour la séquence précédente avec l'écrasement, nous devons adapter la vitesse de rotation aux variations de la hauteur et du rayon du cylindre afin de garder le cisaillement constant. Ainsi, après avoir entré les valeurs désirées des taux de cisaillement d'écrasement ("Gdot squeeze") et de rotation ("Gdot rotation") et du rayon initial du cylindre de fluide et avoir fait relaxé les contraintes normales ("Force nulle", permet de partir d'un état de repos) commence la boucle permettant d'appliquer ces écoulements à $\dot{\gamma}_{sq}$ et $\dot{\gamma}_{rot}$ constants tout au long de l'expérience. Pour cela, nous utilisons les actions suivantes :

1. un compteur permet de connaître le numéro de la boucle,
2. nous calculons la vitesse de rotation nécessaire pour atteindre le taux de cisaillement voulu en fonction de la hauteur h donnée par le rhéomètre, du rayon R (calculé selon le type de l'expérience en cours, voir paragraphe III.C.1 page 84) et de la valeur du taux de cisaillement entrée précédemment en fonction de la formule $\Omega = \frac{4h\dot{\gamma}_{rot}}{3R}$,
3. on impose ensuite la rotation à la vitesse Ω calculée précédemment,
4. de la même manière, on calcule la vitesse d'écrasement $V = \frac{4h^2\dot{\gamma}_{sq}}{9R}$,
5. enfin, on impose l'écrasement à la vitesse V .

On doit ajouter deux *triggers*, éléments décrits au paragraphe III.B.2.c (page 74), afin de faire superposer les deux écoulements.

Ainsi, pour superposer les deux écoulements, nous devons d'abord en lancer un premier (la rotation dans ce cas), appliquer un *trigger* qui permettra de passer à l'étape suivante instantanément (pour $t > 0$ s), puis lancer le deuxième écoulement (l'écrasement). Enfin, un deuxième *trigger* dont la condition pour qu'il se déclenche est $t > 3$ s, va permettre, de la même manière que celui utilisé dans la séquence présentée page III.15, de finir la boucle et de recommencer les calculs. Cette boucle permet d'imposer les grandeurs V et Ω les plus proches des valeurs théoriques. Le choix de la durée de la boucle et de la fréquence de calcul des paramètres V et Ω (durée fixée à 3 s) est un compromis entre le temps nécessaire au calcul des valeurs et à la précision désirée sur $\dot{\gamma}_{sq}$ et $\dot{\gamma}_{rot}$.

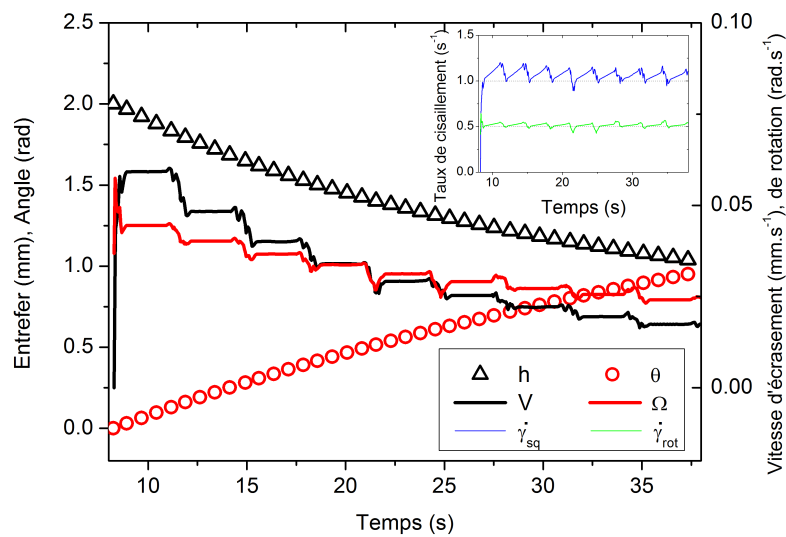


FIGURE III.18 – Écrasement et rotation superposés à taux de cisaillement constants, avec $\dot{\gamma}_{sq} = 1 \text{ s}^{-1}$ et $\dot{\gamma}_{rot} = 0,5 \text{ s}^{-1}$.

Dans la figure III.18 sont présentés les résultats d'une superposition écrasement et rotation en maintenant les taux de cisaillement constants, égaux à 1 s^{-1} et $0,5 \text{ s}^{-1}$ respectivement. Les données brutes de l'entrefer et de l'angle sont tracés en symboles vides (respectivement triangles noirs et ronds rouges), ainsi que les calculs de la vitesse d'écrasement et de rotation (traits pleins noir et rouge). En insert sont tracés les taux de cisaillement correspondant calculés à partir des valeurs mesurées, ainsi que les valeurs cibles en pointillé. Grâce à cette séquence, nous sommes en mesure d'imposer des taux de cisaillement constants, dans l'une ou l'autre direction. Nous l'utiliserons en particulier au paragraphe V.C pour mesurer le seuil 3D des fluides à seuil.

III.B.2.f Présentation de l'expérience de superposition d'un écrasement à cisaillement constant et d'une rampe de rotation

Dans la figure III.19 est présentée la séquence utilisée pour superposer une rampe de taux de cisaillement de rotation $\dot{\gamma}_{rot}$ (croissante ou décroissante) et un écrasement à taux de cisaillement $\dot{\gamma}_{sq}$ constant. Contrairement à la séquence du paragraphe III.B.2.e au cours de laquelle la vitesse de rotation doit être perpétuellement recalculé à cause du changement de forme, il n'est plus nécessaire de le faire ici. On préfère alors ne pas modifier le mouvement de rotation : le calcul *a posteriori* du taux de cisaillement de rotation suffit (on peut cependant prédire le taux de cisaillement initial et final de la rampe). Cependant, la vitesse d'écrasement est recalculée avec une fréquence de trois secondes (généralement), comme pour les séquences précédentes pour maintenir $\dot{\gamma}_{sq}$ constant.






Action	Enabled	Type
 Rampe de rotation	<input checked="" type="checkbox"/>	Viscometry Ramp
 Repeat Until Condition Met	<input checked="" type="checkbox"/>	Repeat Until Condition Met
 Compteur	<input checked="" type="checkbox"/>	Calculate Value
 Calcul vitesse écrasement	<input checked="" type="checkbox"/>	Calculate Value
 Ecrasement	<input checked="" type="checkbox"/>	Set Gap

FIGURE III.19 – Séquence *rSpace* d'une expérience avec un écrasement à taux de cisaillement constant et une rampe de rotation.

III.B.3 Platine de translation

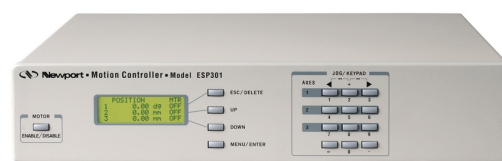
III.B.3.a Caractéristiques

Nous disposons alors de deux appareils permettant d'imposer des écoulements d'écrasement ou d'étirement. Cependant, aucun des deux n'est capable d'imposer des oscillations verticales (avec un déplacement du type $h = h_0 + h_1 \cdot \cos(\omega t + \phi)$). Ce type de sollicitations est pourtant très intéressant car il permet, aux petites déformations, de ne pas détruire la structure du matériau.

C'est pourquoi nous avons fait l'acquisition en février 2010 d'une platine de translation. Nous avons choisi le modèle M-VP-5ZA du constructeur Newport que l'on peut voir sur la figure III.20a. Cette platine, grâce à des plaques d'adaptation, peut se fixer à la place des géométries inférieures du rhéomètre et permettra d'imposer au fluide des déplacements le long de l'axe vertical plus précis avec une vitesse plus faible et mieux contrôlée, mais aussi des déplacements oscillatoires.



(a) Platine de translation



(b) Contrôleur

FIGURE III.20 – Platine de translation et contrôleur du constructeur Newport

Elle permet ainsi d'atteindre des positions précises avec une vitesse contrôlée selon les caractéristiques suivantes : elle a une résolution de $0,02 \mu m$ sur une course de $4,8 mm$; elle assure une précision de $3 \mu m$ avec une reproductibilité de $0,3 \mu m$ et un hystérésis de $0,2 \mu m$; sa vitesse maximale est de $5 mm.s^{-1}$. C'est un encodeur placé sur toute la course de la platine qui nous permet de connaître précisément sa position et non de la calculer *a posteriori* par interpolation entre deux points fixes (comme c'est le cas pour le Kinexus).

III.B.3.b Description du montage

Deux pièces d'adaptation ont été nécessaires pour ajouter la platine au rhéomètre :

- fixation de la platine au rhéomètre : Malvern, le constructeur du rhéomètre, a usiné cette pièce pour nous ; elle consiste en une simple plaque d'acier sous laquelle se trouvent les trois plots de fixation comme sur les géométries inférieures classiques et sur laquelle on peut fixer la platine,
- support du disque inférieur : une deuxième pièce métallique a été usinée par les équipes du laboratoire pour servir de disque inférieur.

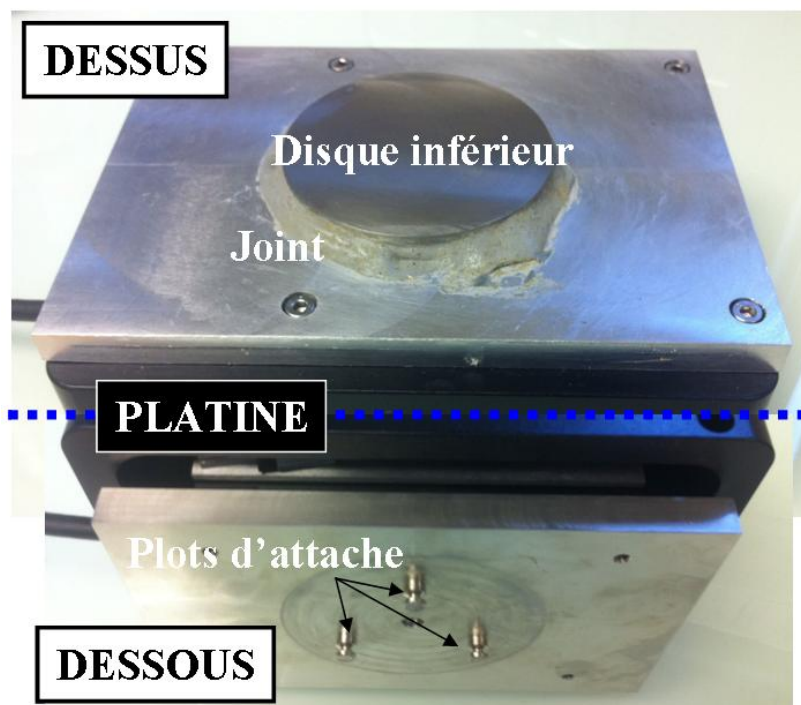


FIGURE III.21 – Montage de la platine

Ces deux plaques ont été fabriquées de manière à respecter la tolérance de $\pm 10 \mu m$ sur la planéité et le parallélisme entre les deux disques de la géométrie.

Sur la figure III.21 sont superposées une photographie vue de dessus et une photographie vue de dessous du montage. On voit les deux plaques de métal, les trois plots d'accroche au rhéomètre, le disque inférieur de la géométrie plan-plan ainsi qu'un joint permettant l'étanchéité entre le disque inférieur et son support d'accroche sur la platine.

III.B.3.c Communication avec l'ordinateur

Un contrôleur est nécessaire pour alimenter et gérer la platine de translation. Nous avons choisi le contrôleur ESP301 (du même constructeur Newport, voir figure III.20b) que nous utiliserons en transmettant par un câble RS232 des informations depuis un ordinateur au contrôleur qui les interprétera et fera effectuer les actions demandées à la platine.

Pour créer des séquences compliquées et récupérer les données brutes, nous avons utilisé le logiciel de programmation Python et créé un script permettant les actions suivantes :

1. définition de la fonction permettant de connaître l'état de la platine (en mouvement ou à l'arrêt),
2. ouverture de la connexion sur le port RS232 entre l'ordinateur et le contrôleur, alimentation du moteur et initialisation de la platine (recherche de son zéro), c'est à cet instant que l'initialisation de l'entrefer du rhéomètre est effectuée,
3. acquisition des paramètres de l'expérience (durée, amplitude, vitesse, fréquence, nombre de points... les paramètres dépendent de l'expérience souhaitée),
4. calcul des paramètres et codage de l'action à effectuer dans un langage interprétable par le contrôleur,
5. création du fichier d'enregistrement des données,
6. début de l'expérience (oscillations, écrasement à vitesse constante,...),
7. boucle de lecture de position de la platine, écriture du temps actuel et de la position instantanée sur le fichier et demande de l'état de la platine,
8. si la platine était en mouvement à l'étape précédente, alors on la réitère ; si elle était à l'arrêt, on passe à l'étape suivante,
9. fermeture du fichier,
10. extinction du moteur et fermeture de la connexion RS232.

Nous avons créé deux séquences qui suivent ce schéma : l'une permettant d'écraser (ou étirer) à vitesse constante, l'autre permettant de faire des oscillations verticales. On peut lire leur code source dans l'annexe B. La description des commandes du contrôleur utilisées dans les séquences Python est faite dans l'annexe C.

III.B.3.d Synchronisation des données platine/rhéomètre

En appliquant la déformation (quelle qu'elle soit, oscillante ou linéaire) par la platine, le logiciel du rhéomètre va mesurer la force qui évolue, mais va voir le gap rester constant (puisque sa propre platine de translation n'a pas bougé). Ainsi, les données brutes ont deux origines différentes, la force est donnée par le logiciel du rhéomètre et le gap par la séquence écrite en Python contrôlant la platine. Or, il nous est malheureusement impossible de faire communiquer le logiciel du rhéomètre avec la platine de translation, ou inversement de faire communiquer Python (ou tout autre logiciel tiers) avec le rhéomètre, clé importante pour la reconstruction des courbes contrainte/déformation en cisaillement, ou connaître le déphasage exact des deux signaux force et déplacement dans le cas d'oscillations.

Cependant, les deux logiciels utilisent une unique et même heure universelle, qui est l'heure donnée par le processeur. En effet, la fonction `time.time()` de Python va donner le nombre de

secondes écoulées depuis le 1er janvier 1970. En langage Unix, cette date est appelée *epoch* Posix. Pour illustrer cela, on peut donner l'heure Posix du 28 mars 2011 à 9 heures 54 minutes et 35 secondes, soit 1301298875. De plus, le logiciel du rhéomètre enregistre différents formats de date et d'heure, dont le temps depuis le début de la dernière action, la dernière mise en place de l'échantillon, le dernier allumage de l'appareil et aussi l'heure universelle (qui vient du processeur, donc l'heure Posix). Les fréquences d'acquisition de chacun des logiciels n'étant pas les mêmes, un petit code informatique (écrit en langage Scilab, et inclus dans le code de FFT, voir paragraphe III.B.3.e) est nécessaire pour recomposer un temps commun aux deux fichiers (temps rhéomètre et force d'un côté et temps platine et gap de l'autre) et d'y associer une valeur de la force et du gap. Dès lors, on obtient un fichier contenant le temps, le gap et la force, identique au cas où seul le rhéomètre était présent.

III.B.3.e Calcul des paramètres d'oscillation

Dans le cas d'oscillations, un traitement est encore nécessaire pour obtenir l'amplitude de la force, du gap et le déphasage entre les deux signaux. Pour cela, nous avons écrit un code avec le logiciel de programmation Scilab (version OpenSource de Matlab) que l'on peut retrouver dans l'annexe D.

Le premier (voir D.A) est le plus simple : il permet de calculer les amplitudes des signaux de l'angle et du couple ainsi que leur déphasage. C'est le plus simple car les trois grandeurs (temps, angle et couple) viennent directement du même logiciel avec la même fréquence d'acquisition et un temps identique.

Le deuxième (voir D.B) est plus complexe car il recombine les signaux de force et de position de la platine provenant des deux appareils. Après avoir calculé la fréquence exacte sur les données de la platine (car c'est ce qui est imposé, la force étant mesurée), le programme effectue la transformée de Fourier (FFT) par fenêtre glissante des deux signaux (indépendamment). La taille de la fenêtre correspond à une oscillation entière. À chaque pas, elle est déplacée d'un nombre de points prédéfini : en général de cinquante points de mesure, or la fréquence d'acquisition étant de 512 points par seconde (pour la mesure de la force), cela correspond à environ une mesure de l'amplitude et de la phase tous les dixièmes de seconde. Ensuite, un algorithme reconstitue un fichier commun aux deux mesures : en se basant sur le signal qui a la plus faible fréquence d'acquisition (c'est celui provenant de la platine), pour chaque valeur du temps de la platine (qui a été correctement défini grâce au temps Posix décrit précédemment), on va chercher la valeur de temps de la force la plus proche (avec 512 points par seconde, l'erreur maximale est de $0,98\text{ ms}$, ce qui correspondrait à une erreur sur la position de $0,6\%$ pour une déformation de 1 en oscillations, avec $R = 30\text{ mm}$, $h = 2\text{ mm}$ et $f = 1\text{ Hz}$). On calcule aussi le déphasage en ce point par la différence entre la phase instantanée de la force et la phase instantanée de la platine. On obtient alors un fichier avec le temps, l'amplitude du déplacement de la platine, l'amplitude de la force mesurée et la différence de phase entre les deux.

L'avantage de ces calculs et reconstructions faits par nos soins (le logiciel du rhéomètre ne peut pas faire le traitement des données sur les signaux de force/platine car il ne dispose pas des valeurs du déplacement, mais il pourrait le faire pour les signaux de couple/angle) va être significatif dans les expérimentations sophistiquées présentées dans la suite du mémoire. En effet, comme nous le verrons, on va imposer par un écoulement un changement de forme ou de structure de notre cylindre de fluide et mesurer par des oscillations le module élastique G' et le module de perte G'' . La connaissance en continu des amplitudes des contraintes et des déformations oscillantes, ainsi que leur déphasage, sera donc primordiale pour le suivi en continu de l'état du matériau et donc son analyse et sa compréhension.

III.B.4 Comparaison des trois techniques de mesure

Pour conclure sur cette partie de présentation du matériel utilisé, nous présentons ici un tableau (voir III.2) avec les points importants de chacun des appareils.

	Machine de force	Kinexus	Kinexus + platine
Rhéologie classique	X	✓	✓
Écrasement / étirement	✓	✓	✓
Vitesse minimale	$1 \mu m.s^{-1}$	$0,1 \mu m.s^{-1}$	(?)
Résolution verticale	$0,118 \mu m$	$0,1 \mu m$	$0,02 \mu m$
Force maximale	$10 N$	$50 N$	$50 N$
Résolution	$10^{-5} N$	$10^{-3} N$	$10^{-3} N$
Contrôle de $\dot{\gamma}_{sq}$	X	✓	✓
Oscillations verticales	X	X	✓
Commandes	Logiciel intégré	Logiciel intégré	Connexion Python + traitement Scilab

TABLE III.2 – *Tableau comparatif des trois appareils*

III.C Mise en œuvre

III.C.1 Deux techniques pour une expérience

Il y a deux techniques différentes pour faire les expériences :

- soit on travaille à volume constant : c'est le cas quand le diamètre du cylindre de fluide est inférieur au diamètre de la géométrie (diamètre du plus petit disque, le disque supérieur) et que l'on veut contrôler précisément à chaque instant l'épaisseur h et le rayon R du cylindre de fluide étudié (voir schéma (a) de la figure III.22). On prélève alors grâce à une seringue le volume $Vol = \pi R^2 h$ souhaité pour l'expérience et on le place au centre du disque inférieur. En rapprochant les disques jusqu'à la position de départ voulue, on pourra faire tourner le disque supérieur assurant ainsi l'obtention d'un cylindre parfait.
- soit on travaille à rayon constant : c'est le cas quand le diamètre du cylindre varie peu au cours de l'expérience et que l'on veut s'affranchir d'une incertitude supplémentaire⁷, typiquement pour une mesure de seuil ou lors de l'application d'oscillations verticales (voir schéma (b) de la figure III.22). Dans ce cas, on prélève simplement à la cuillère une quantité nécessaire de fluide pour remplir tout le cap et on racle avec une spatule le surplus de fluide.

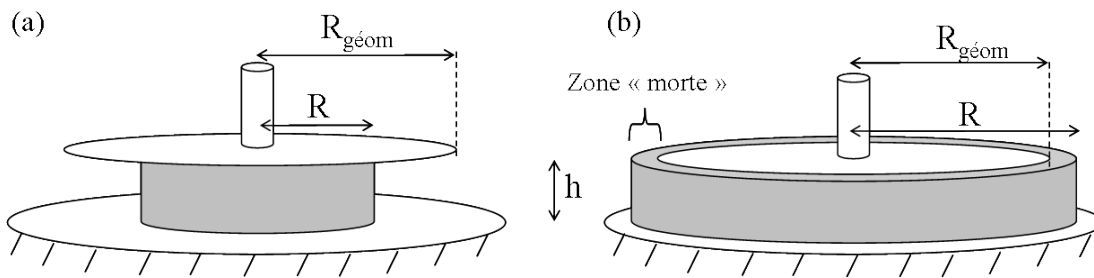


FIGURE III.22 – Deux mise en place possibles : (a) le volume est constant au cours de l'expérience et (b) le rayon est constant et le fluide en dehors de la géométrie est considéré comme inerte

III.C.2 Protocole de mise en place

Afin d'assurer la reproductibilité des expériences, et en général de bien maîtriser et connaître l'état dans lequel se trouve le cylindre de fluide avant une mesure, il est nécessaire d'établir un protocole de mise en place.

Pour effectuer une mise en place correcte, il faut premièrement prélever le volume de fluide désiré pour l'expérience, à savoir soit un volume précis (pour travailler à volume constant), soit un volume suffisant pour remplir entièrement le gap (on pourra alors en mettre plus pour assurer le remplissage complet). Ce volume est déposé sur le disque inférieur⁸ et on descend ensuite le disque supérieur.

7. En effet, les pipettes étant graduées en dixième de millilitre, et le volume typiquement utilisé étant de l'ordre du millilitre, on peut facilement faire une erreur de 5% sur le volume qui se répercute en une erreur de 2,5% sur le rayon et donc une erreur de 7% sur la contrainte (τ_{rot} et $\tau_{sq} \propto 1/R^3$).

8. On notera que dans le cas d'une surface rugueuse, il faut au préalable "remplir" les aspérités de la rugosité en étalant du fluide à étudier sur ces surfaces à l'aide d'une spatule. Ainsi, on assure qu'aucun vide ne se fait à cause de la rugosité, et cela permet de contrôler le volume exact de fluide dans le gap.

Lorsque le gap est atteint, le fluide newtonien retrouve tout de suite son état d'équilibre, par contre le fluide à seuil est encore sous contrainte, la force normale F n'est pas nulle. Pour faire relaxer le fluide, on va faire revenir cette force à zéro en remontant très légèrement — en général quelques micromètres suffisent — le disque supérieur à vitesse faible⁹. Le matériau est alors correctement en place et prêt à subir les mesures souhaitées.

Lorsque l'entrefer ne sera pas rempli, c'est-à-dire dans le cas (a) de la figure III.22, il faudra prendre garde au centrage du cylindre par rapport à l'axe de rotation et de translation du disque supérieur : les expériences de rotation et d'écrasement seraient faussées par un mauvais centrage. Si l'on comprend aisément le problème dans le cas de la rotation (le cylindre de fluide ne tournera pas autour de son axe), un mauvais centrage dans le cas de l'écrasement peut être problématique lorsque le premier contact se fera entre le contour du cylindre et le bord de la géométrie. Pour éviter ce problème, nous faisons tourner le disque supérieur lors de l'écrasement de mise en place et ainsi assurer une répartition isotrope.

Malheureusement, malgré toutes les précautions décrites précédemment, la mise en place est déjà un précisaillement pour le matériau. En plus d'être important¹⁰, ce précisaillement est inévitable. On peut voir son effet en mesurant le seuil d'un gel de Carbopol¹¹ et en comparant les résultats obtenus selon les différentes situations décrites ici.

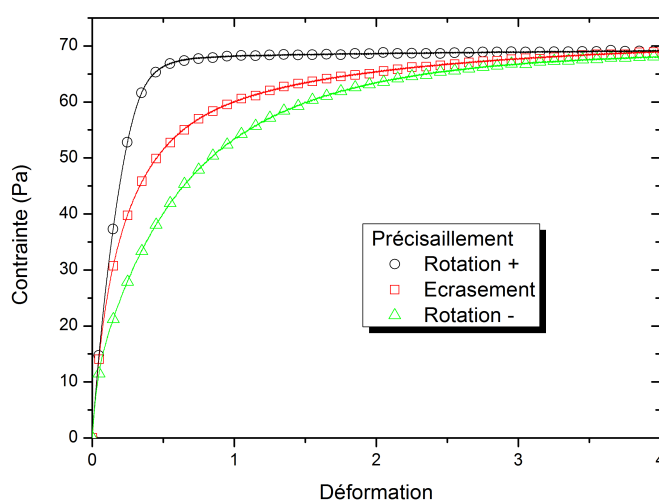


FIGURE III.23 – Mesure du seuil d'un carbopol par un cisaillement de rotation faible après différents précisaillements : rotation dans le même sens que la mesure (rot+), rotation dans le sens opposé à la mesure (rot-) avec dans les deux cas cisaillement à 10 s^{-1} pendant 10 secondes, et écrasement en allant directement à l'entrefer de départ de l'expérience.

9. Imposer une force normale globale nulle $F = 0\text{ N}$ n'empêche pas nécessairement la présence de contraintes internes non nulles, mais c'est le mieux que nous puissions faire.

10. Un calcul approximatif donne une déformation totale de 20 pour le passage d'un cylindre de rayon 13 mm et hauteur 10 mm (forme typique d'un pâté déposé à la sringue) à un cylindre de rayon 30 mm et de hauteur 2 mm .

11. Le gel de Carbopol, à cause de ses longues chaînes de polymère, est beaucoup plus sensible à la mise en place. Les mêmes procédures que décrites dans ce paragraphe appliquées à une émulsion ou de la bentonite ne donnent pas des résultats aussi probants.

Les résultats sont représentés dans la figure III.23. Après un cisaillement important en rotation et dans le même sens que la mesure du seuil effectuée juste après (un temps de repos en imposant une contrainte nulle est respecté avant chaque mesure du seuil), la contrainte monte très rapidement jusqu'à atteindre le seuil, une déformation de 0,1 étant suffisante pour que le matériau s'écoule (ronds noirs sur la figure). Inversement, si l'on précisaille dans le sens opposé à la mesure, il faut attendre une déformation de 4 avant de récupérer le plateau plastique du seuil (triangles verts). Le précisaillement a alors forcé les chaînes de polymère que forment le carbopol à s'aligner le long de sa direction, soit la direction opposée à la mesure. Lors de cette mesure, les chaînes doivent s'aligner à nouveau, c'est ce qui nécessite du temps avant que le matériau ne s'écoule.

Le résultat de la mesure juste après la mise en place (la mise en place est un précisaillement d'écrasement) se situe entre les deux cas précédents (carrés rouges), ce qui prouve qu'il y avait bien une direction privilégiée des chaînes après la mise en place qui n'est pas celle de l'écoulement de la mesure de seuil (à 0°), mais pas non plus celle diamétralement opposée (180°). C'est selon la direction radiale, la direction de l'écoulement d'écrasement, à 90° , que les chaînes se sont alignées.

Ainsi, ce précisaillement est inévitable, mais on l'a caractérisé et nous sommes conscient de sa présence et de son effet. Il sera donc pris en compte lors des expérimentations pour lesquelles le contrôle du précisaillement et de la mise en place est important.

Résultat important :

La mise en place est un précisaillement. Elle oriente le matériau dans la direction radiale, orthogonale à la rotation (sens positif ou négatif).

III.D Conditions aux limites

III.D.1 Interface fluide/air

III.D.1.a Généralités sur l'interface

Dans le calcul théorique du chapitre II, nous avons déterminé la force appliquée sur la géométrie supérieure induite par l'écoulement d'écrasement. Pour cela, nous avons supposé que la pression dans le fluide juste à son bord extérieur (en $r = R$) était égale à la pression atmosphérique, c'est-à-dire à la pression régnant dans l'air au contact de l'interface (*cf.* équation II.14). Cette hypothèse est valide si la forme du fluide est un cylindre parfait, et donc si la surface de contact fluide/air est perpendiculaire aux surfaces de la géométrie.

Cependant, les fluides newtoniens n'ont pas de forme propre. Ainsi, à cause des forces dues au mouillage sur les surfaces de la géométrie et à capillarité entre les deux disques proches, ou bien à cause de la gravité, ils peuvent se présenter sous des formes différentes que le cylindre parfait et souvent s'incurver comme sur le dessin (a) de la figure III.24. Les fluides à seuil, quant à eux, possèdent une forme propre. Ainsi après un écrasement le fluide sera généralement bombé à cause de l'écoulement et il gardera cette forme (voir le dessin (b) de la figure III.24). Cependant après un étirement (*cf.* figure III.10 page 70) ou une rotation de plusieurs tours, il prendra la forme du dessin (a).

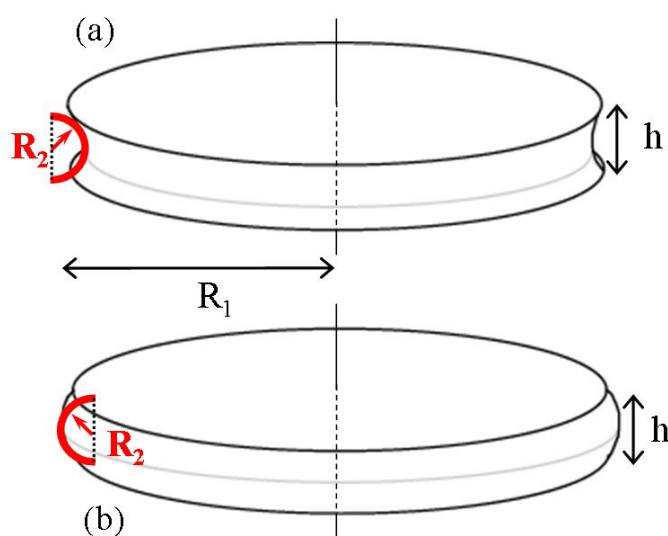


FIGURE III.24 – *Forme du cylindre de fluide après un étirement ou une rotation (a) ou après un écrasement (b); à la surface, le rayon de courbure R_1 est inchangé mais R_2 change de signe, en restant toujours du même ordre de grandeur.*

Les deux dessins représentent correctement la réalité, et on remarque qu'en chaque point de la surface on va pouvoir définir deux rayons de courbure : d'abord le plus grand, R_1 qui n'est autre que le rayon du cylindre, puis R_2 lié à la forme décrite précédemment. Les différentes observations (voir les différentes photographies de la figure III.26, page 90) nous ont montré que cette deuxième courbure est de l'ordre de grandeur du demi-espacement entre les deux disques $R_2 \approx h/2$.

III.D.1.b Considérations théoriques

Pour estimer le saut de pression induit par l'interface, il faut définir une tension de surface γ_{surf} entre l'air et le fluide étudié. C'est chose aisée pour les fluides visqueux qui développent ce phénomène, mais c'est plus délicat pour les fluides à seuil. Peu de mesures de tension superficielle des fluides à seuil ont été faites. Une expérience est en cours de mise en place par Boujlel et al. (voir [16] pour l'acte de colloque ou [17] pour l'article en préparation) dans notre équipe au sein du laboratoire Navier et les premiers résultats semblent montrer qu'il faut, pour un fluide à seuil, prendre la tension de surface du fluide interstitiel. Ainsi dans le cas du carbopol et de la bentonite, la tension de surface serait celle de l'eau, c'est-à-dire $\gamma_{\text{surf}} = 0,07 \text{ N/m}$. Pour les émulsions directes, la tension de surface est celle de l'eau et le tensioactif, donc inférieure à celle de l'eau. Pour les émulsions inverses, il faudra prendre la tension superficielle de l'huile utilisée, le dodécane, qui vaut $\gamma_{\text{surf}} = 0,025 \text{ N/m}$.

On peut alors écrire la loi de Laplace sur les fluides à l'interface avec l'air. On note P_{int} et P_{ext} respectivement les pressions à l'intérieur et à l'extérieur du fluide. On a alors (avec les rayons R_1 et R_2 définis précédemment) :

$$P_{\text{int}} - P_{\text{ext}} = \gamma_{\text{surf}} \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{\pm R_2} \right) \quad (\text{III.3})$$

Le signe \pm devant le rayon R_2 est là pour prendre en compte les deux cas de figure : dans le cas de la figure III.24a, le rayon R_2 sera considéré comme négatif et inversement dans le cas de la figure III.24b, le rayon R_2 sera considéré comme positif. De plus, comme on a fait remarquer que R_2 est de l'ordre de grandeur du gap h , et que l'on est dans l'hypothèse de lubrification qui suppose que $R \gg h$, on en déduit que $\frac{1}{R_1} \ll \frac{1}{R_2}$. Nous pouvons alors simplifier la loi de Laplace :

$$P_{\text{int}} - P_{\text{ext}} = \pm \frac{\gamma_{\text{surf}}}{R_2} \approx \pm \frac{2\gamma_{\text{surf}}}{h} \quad (\text{III.4})$$

Le saut de pression associé à la courbure est donc inversement proportionnel à l'entrefer h .

III.D.1.c Cas des fluides visqueux

Intéressons nous désormais au rapport entre la force visqueuse calculée sous l'hypothèse de lubrification et la force due à la tension de surface. D'une part, nous avons montré au paragraphe II.C.3 (page 51) que la force induite par l'écrasement d'un fluide visqueux vaut $F_{\text{lubri}} = \frac{3\pi\eta R^4 V}{2h^3}$. D'autre part, en intégrant sur toute la surface de contact avec la géométrie la différence de pression due à la courbure, on obtient une force de tension de surface égale à $F_{\text{tension}} = \frac{2\pi R^2 \gamma_{\text{surf}}}{h}$.

Dans les conditions classiques, avec $h = 2 \text{ mm}$, $R = 30 \text{ mm}$, $V = 0,05 \text{ mm.s}^{-1}$ et $\gamma_{\text{surface}} = 0,025 \text{ N.m}^{-1}$ (valeur classique des différentes huiles utilisées), on aura $F_{\text{lubri}}/F_{\text{tension}} \approx 0,35 \cdot \eta$. Ainsi, dans le cas d'une huile de viscosité $0,15 \text{ Pa.s}$ (cas de l'huile Silicone 550), la force mesurée provient largement des effets de tension de surface. Pour une viscosité égale à 1 Pa.s (Rhodorsil 47v1000), la force induite par l'écoulement sera égale au tiers de la force induite par la tension de surface. Pour une viscosité de 5 Pa.s (Rhodorsil 47v5000), la première sera plus grande que la deuxième, mais pas supérieure au double. Cette analyse numérique montre que même avec une huile de viscosité élevée, il est difficile d'obtenir une mesure propre de la viscosité en s'affranchissant de la tension de surface.

En voici une illustration. Nous écrasons à taux de cisaillement d'écrasement constant (en utilisant le rhéomètre Kinexus et la séquence décrite au paragraphe III.B.2.d, et avec $\dot{\gamma}_{sq} = 0,1 \text{ s}^{-1}$) un cylindre d'huile Silicone 550 de volume 4 ml (le volume est préservé au cours de l'expérience). L'épaisseur initiale est de $h = 2 \text{ mm}$ et le rayon vaut $R_0 = 25,2 \text{ mm}$. Nous traçons dans la figure III.25 les données expérimentales de la force en fonction de l'entrefer (carrés bleus).

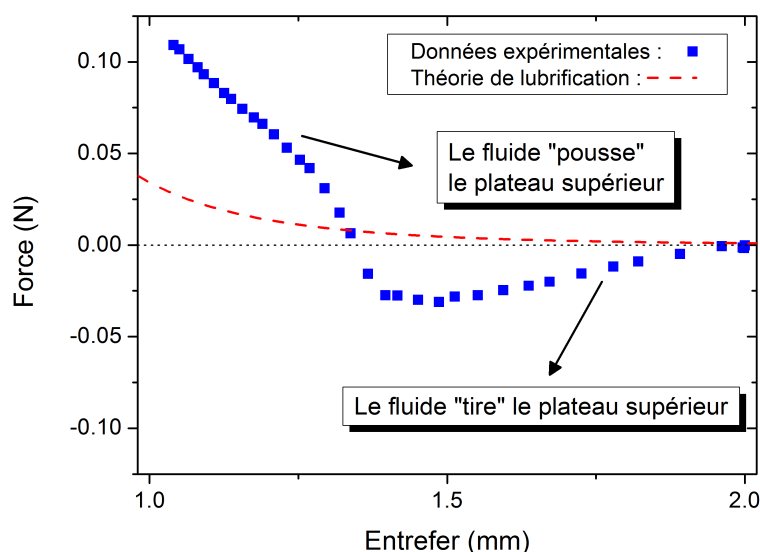


FIGURE III.25 – Comparaison entre données expérimentales et force théorique sous l'hypothèse de lubrification pour un cylindre de 4 ml d'huile Silicone 550 écrasé à un taux de cisaillement constant $\dot{\gamma}_{sq} = 0,1 \text{ s}^{-1}$.

La forme de la courbe de la force ne correspond pas à celle prédite par la théorie de la lubrification qui est donnée en tirets rouges. Au lieu d'être positive et d'augmenter¹², la force est négative et diminue quand l'entrefer augmente. Puis à partir d'une certaine valeur de l'entrefer, la force augmente très rapidement avant de suivre une courbe plus douce.

Pour interpréter cette forme, observons en parallèle l'aspect du fluide au cours de l'écrasement. Les six photographies de la figure III.26 montrent la forme du fluide pour différents cas :

- lorsque la force est négative, on a alors $R < R_{\text{géom}}$ où $R_{\text{géom}}$ est le rayon de la géométrie supérieure, 30 mm dans ce cas, photographies (a), (b) et (c),
- lors du changement de pente de la force, $R = R_{\text{géom}}$, photographie (d),
- et lorsque que la force est positive, $R > R_{\text{géom}}$, photographies (e) et (f).

Nous pouvons alors comprendre pourquoi la force mesurée prend cette allure. Le changement de forme intervient exactement au changement de pente de la force ; cette force ne peut donc qu'être

12. Nous avons montré que $F = \frac{3\pi\eta R^4 V}{2h^3}$. En gardant le volume $\pi R^2 h$ constant, on peut alors simplifier la force en ne l'écrivant qu'en fonction du seul paramètre h obtenant alors $F(h) = \frac{3\pi\eta R_0^4 h_0^2 V}{2h^5}$.

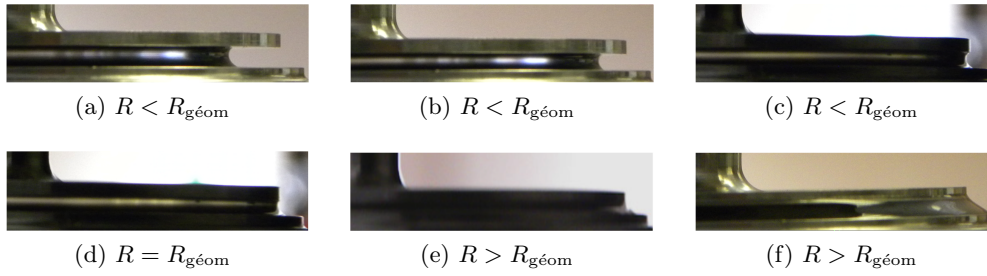


FIGURE III.26 – Écrasement de l'huile Silicone 550, forme du cylindre de fluide.

due au ménisque et donc à la tension de surface. Nous avons estimé cette force à $F_{\text{tension}} = \frac{2\pi R^2 \gamma_{\text{surf}}}{h}$ et nous avons deux cas de figure : soit le ménisque est concave – () – il y a alors une dépression dans le fluide et la force normale mesurée vaut $F = F_{\text{lubri}} - \frac{2\pi R^2 \gamma_{\text{surf}}}{h}$ où F_{lubri} est la force calculée sous l'hypothèse de lubrification faite dans le chapitre II ; soit il est convexe – () – il y a alors une surpression dans le fluide et la force normale mesurée vaut $F = F_{\text{lubri}} + \frac{2\pi R^2 \gamma_{\text{surf}}}{h}$. Dans le cas de l'huile Silicone 550 nous avons montré que nous pouvions négliger F_{lubri} devant F_{tension} , et on peut tracer les deux courbes (convexe et concave) ainsi que les données expérimentales sur le même graphique, c'est ce qui est fait dans la figure III.27 en utilisant $\gamma_{\text{surf}} = 0,025 \text{ N.m}^{-1}$, tension de surface de l'huile Silicone 550. Nous comparons aux données expérimentales précédentes et nous ajoutons sur la figure les références des photographies de la figure III.26 correspondant.

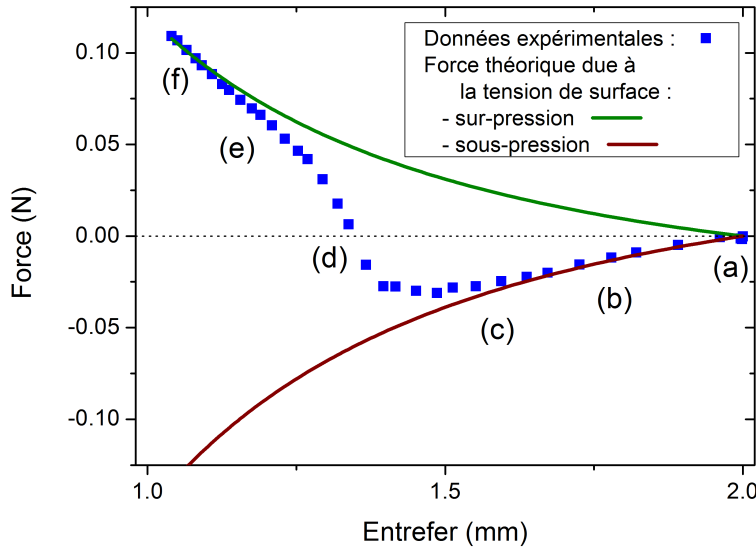


FIGURE III.27 – Comparaison entre les données expérimentales de la figure III.25 et le calcul théorique de la force induite par la tension de surface (sur-pression ou sous-pression selon le ménisque) avec $\gamma_{\text{surf}} = 0,025 \text{ N.m}^{-1}$. Les lettres correspondent aux photographies de la figure III.26.

Nous menons la même expérience sur deux autres volumes : 2 ml et 3 ml (rayons initiaux de 17,8 mm et 21,9 mm respectivement). Pour ces deux essais ainsi que le précédent, la valeur de

la force en fonction de l'entrefer est tracée en symboles dans la figure III.28 (triangles verts pour 2 ml, ronds rouges pour 3 ml et carrés bleus pour 4 ml). En pointillés fins sont tracés les rayons correspondants pour chacune des expériences. Les traits verticaux indiquent la valeur de l'entrefer pour lequel le rayon du cylindre atteint 30 mm, rayon du disque supérieur.

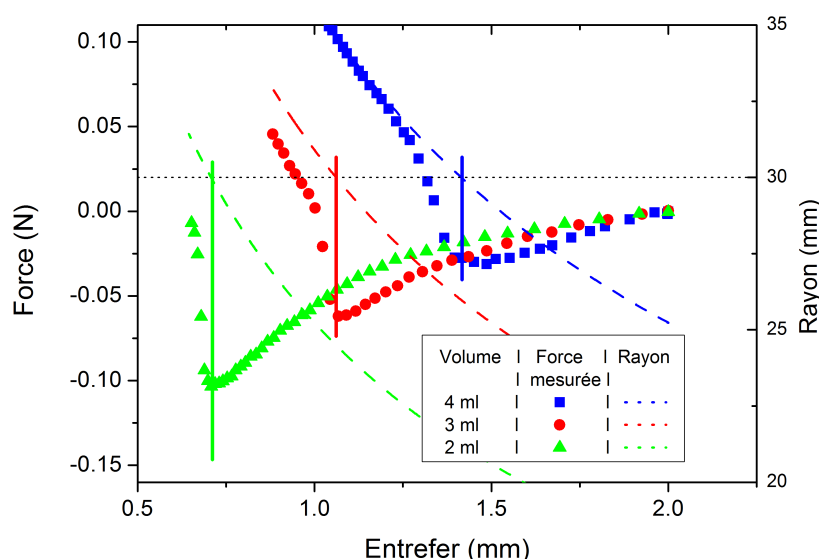


FIGURE III.28 – Effet de la tension de surface sur la mesure de viscosité en cisaillement stationnaire de l'huile Silicone 550 en écoulement d'écrasement avec $\dot{\gamma}_{sq} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ pour différents volumes en partant du même entrefer.

Les courbes se correspondent parfaitement dans leur domaine respectif : concave quand $R < R_{\text{géom}}$ et convexe quand $R > R_{\text{géom}}$. Ceci valide notre calcul et qui nous confirme le fait que nous ne pouvons mesurer que des viscosités élevées en cisaillement stationnaire (nous verrons que les oscillations permettent de s'affranchir de cette difficulté).

III.D.1.d Cas des fluides à seuil

Faisons une application numérique dans le cas des fluides à seuil. Pour un gap typique de 2 mm et un rayon de 30 mm, cela correspond dans le cas des phases continues aqueuses à $\Delta P = 35 \text{ Pa}$ et donc à un gain (ou diminution) de la force valant $\Delta F = 0,1 \text{ N}$. La différence sur la mesure de contrainte d'écrasement sera donc de $3,5 \text{ Pa}$. Dans le cas des émulsions inverses, on obtient donc une différence de contrainte égale à $1,2 \text{ Pa}$. Ces valeurs ne sont pas nécessairement négligeables dans nos expériences, et il est donc important d'en connaître l'existence afin de corriger les résultats si besoin est ¹³.

III.D.2 Interface fluide/géométrie

La deuxième interface du matériau est celle de contact avec la géométrie. Dans tous les calculs et les descriptions précédentes, on a toujours supposé un cylindre parfait avec des bords lisses (contra-

13. En particulier si l'on considère l'écart entre une expérience d'écrasement et une expérience d'étirement pour un fluide dont la phase continue est de l'eau. En effet, la différence de contrainte entre des deux expériences peut alors atteindre 7 Pa , ce qui n'est plus négligeable.

rement à rugueux). Cependant, pour éviter le glissement aux parois dans le cas des suspensions et des fluides à seuil (l'hypothèse de non glissement est nécessaire pour mener le calcul du chapitre II), on va devoir utiliser une surface rugueuse. Ce changement va poser les problèmes étudiés ici : la définition du zéro de l'entrefer et la mesure de viscosité. Nous détaillerons ici les problèmes de définition du zéro et nous dédions tout le paragraphe III.E à l'influence de la surface sur la mesure de viscosité.

III.D.2.a Surfaces utilisées

Plusieurs types de surfaces sont disponibles. En premier lieu la surface lisse. C'est la plus simple (en particulier pour la définition du zéro et du volume de fluide étudié, on le verra par la suite), mais n'est utilisable que pour les fluides newtoniens, les fluides à seuil glissant sur une telle surface.

Ensuite, nous disposons de papier de verre que nous pouvons coller sur les surfaces lisses avec du ruban adhésif double-face. Le papier de verre, disponible dans le commerce, est créé en collant une unique couche de grains dont la taille est identique (légèrement polydisperse). Les types de papier de verre sont correctement définis dans une nomenclature ISO dans laquelle on associe un numéro à chaque taille de grains utilisée. Nous utiliserons pour nos expériences les papier de verre P50 (taille des grains $336 \mu m$), P80 ($201 \mu m$), P180 ($82 \mu m$) et P280 ($52 \mu m$). L'avantage de ces papiers de verre est que l'on peut choisir la taille de la rugosité et ainsi faire varier ce paramètre pour en mesurer l'influence. Par contre, il est important de surveiller l'état du papier de verre. Certains types n'ont pas de traitement de protection de la surface et le fluide étudié peut attaquer le papier de verre (décollement du papier de verre au scotch le fixant à la géométrie, désolidarisation des grains au papier de verre).

Nous avons enfin les géométries développées par Malvern pour le rhéomètre Kinexus. Elles sont au nombre de deux : une géométrie sablée et une géométrie striée (voir photo de la figure III.29). La géométrie sablée est similaire à un papier de verre de faible rugosité. La géométrie striée est en dents de scie à deux dimensions (épaisseur égale à $0,675 mm$). Son problème, nous le verrons sur certains résultats, est qu'étant donné la présence de directions privilégiées, nous pensons que l'écoulement à la surface de cette géométrie est très différent des écoulements aux surfaces des autres surfaces rugueuses¹⁴. La mesure est alors faussée.



FIGURE III.29 – Photographie de la géométrie striée.

14. La surface définie par $\vec{v}_t = \vec{v} - (\vec{v} \cdot \vec{z})\vec{z} = \vec{0}$ n'est plus confondue avec la surface de contact entre le fluide et la géométrie.

III.D.2.b Définition du zéro

Que cela soit fait manuellement avec la machine de force ou automatiquement avec le rhéomètre Kinexus, il faut, pour étalonner la valeur de l'entrefer, approcher les deux disques jusqu'au contact, trouver le point de premier contact et y définir le zéro. Dans le tracé de la force F en fonction de l'entrefer h , le point où la force commence à augmenter (linéairement, la pente donnant la raideur du capteur de force ou des grains du papier de verre) donne le vrai zéro. On peut tester la reproductibilité en faisant plusieurs approches de $h = 0 \text{ mm}$ à vitesse faible et en mesurant la force. Les résultats sont présentés sur le graphique de la figure III.30. La hauteur correspondant au contact entre les deux disques est entourée et on mesure qu'il y a un décalage pouvant aller jusqu'à quelques centaines de nanomètres. Cette valeur est largement inférieure à la planéité et à la précision nécessaire, permettant de considérer que le zéro est correctement défini dans le cas de surfaces lisses.

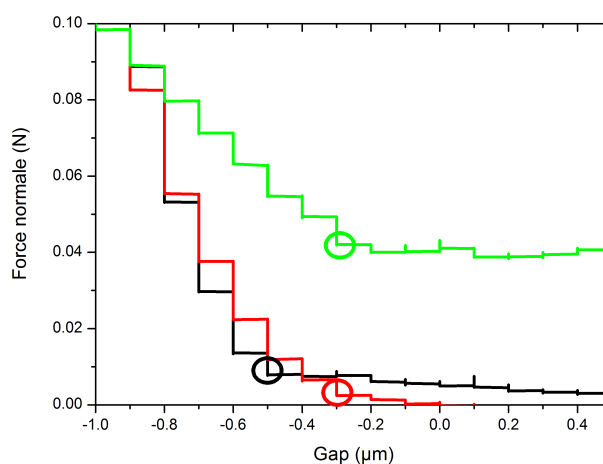


FIGURE III.30 – Définition du zéro avec un plan lisse, problème de reproductibilité ; le point de contact entre les deux disques est entouré. Les marches d'escalier correspondent au pas de la platine du rhéomètre qui est de 100 nm .

Avec du papier de verre, ou une autre rugosité quelconque, le contact ne se fera pas partout en même temps, les grains se touchant les uns après les autres. La définition du zéro est donc plus compliquée à faire. De surcroît, les grains d'un papier de verre ne sont pas homogènes dans leur distribution de taille, rendant l'étalonnage encore plus délicat. Ainsi, comme le montre la figure III.31, le papier de verre n'étant pas uniforme, le zéro n'est pas toujours le même pour tous les configurations. Une coupe des deux plans le long d'un diamètre est représentée. Entre l'image de gauche et l'image de droite, le plan supérieur est tourné d'un demi-tour ($A \rightarrow B$ est devenu $B \rightarrow A$) et le schéma montre qu'à cause de grains mal placés, l'entrefer donnant le zéro ne sera pas la même, $h_1 \neq h_2$.

Pour mesurer l'effet de la rugosité sur la difficulté à faire correctement le "zéro", on peut proposer l'expérience suivante avec différentes surfaces : en partant d'une configuration donnée on fait le zéro. On peut alors s'approcher doucement de la position $h = 0 \text{ mm}$ pour différents angles du disque supérieur par rapport au disque inférieur. Ensuite, on refait le zéro dans un autre angle, puis à nouveau on s'approche du zéro pour différents angles. À chaque fois, on mesure en continu la force exercée sur le plateau supérieur. On effectue cette expérience avec plusieurs papiers de verre (P50,

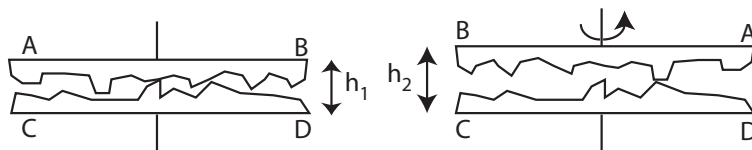


FIGURE III.31 – Illustration de la difficulté de définir proprement le “zéro” du gap avec une rugosité aléatoire, les grains pouvant bloquer certaines configurations.

P180 et P280, dont la taille moyenne des grains est respectivement $336\ \mu\text{m}$, $82\ \mu\text{m}$ et $52\ \mu\text{m}$), et avec le plan sablé de Malvern. Tous les résultats, ainsi que ceux obtenus avec le plan lisse présentés dans la figure III.30 et ceux du plan sablé, sont tracés sur le graphique de la figure III.32.

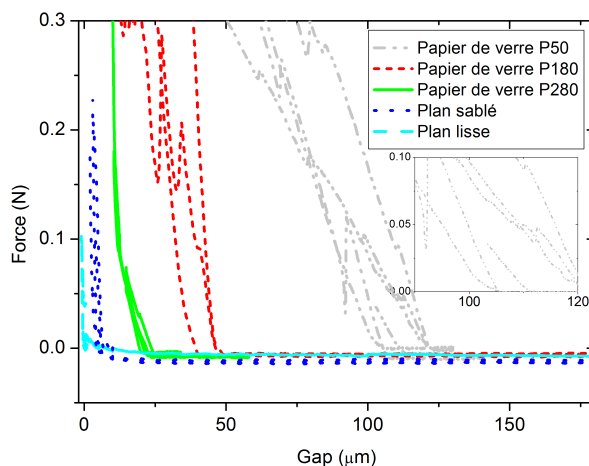


FIGURE III.32 – Problèmes de définition du zéro avec différentes surfaces : les deux disques sont approchés doucement jusqu’au contact caractérisé par le changement de pente ; plusieurs surfaces ont été testées, différents papiers de verre, une surface sablée et une surface lisse. En insert, un zoom sur le P50.

La hauteur moyenne de premier contact, *i.e.* hauteur pour laquelle la force s’annule, (par rapport à la hauteur $h = 0\ \text{mm}$ définie par le rhéomètre lui-même) dépend du type de papier de verre. Ainsi, le premier contact se fait à $115\ \mu\text{m}$ environ pour le P50, $45\ \mu\text{m}$ pour le P180, $22\ \mu\text{m}$ pour le P280 et $6\ \mu\text{m}$ pour le plan sablé. Ces valeurs sont liées à l’élasticité des grains, le rhéomètre définissant $h = 0\ \text{mm}$ pour une certaine force définie par le constructeur (les courbes semblent toutes se croiser sur l’axe des abscisses pour $F \approx 1,5\ \text{N}$).

De plus, aux vues des différentes hauteurs de premier contact des plateaux (surtout dans le cas du P50 où l’écart entre les différentes courbes atteint plus de $20\ \mu\text{m}$), nous mesurons bien l’hétérogénéité du papier de verre présentée dans la figure III.31. Il est aussi intéressant de remarquer les dents de scie sur certaines courbes : elles sont la signature des grains. A chaque fois d’un grain se cassera ou se libèrera d’une cage dans lequel il était coincé, la force diminuera.

Nous pouvons corriger l’erreur systématique par l’intégration de l’épaisseur moyenne du papier de verre, mais une variation par rapport à la planéité restera.

III.E Influence de la surface sur la mesure

Considérons que le zéro est correctement défini, nous mettons maintenant le fluide étudié dans l'entrefer de la géométrie. Une partie du fluide va remplir les aspérités créées par la rugosité du papier de verre. Nous nous intéressons ici à ce fluide et à son rôle dans la mesure de la contrainte et du taux de cisaillement.

III.E.1 Petite étude de la littérature

Ovarlez et al. [71] ont montré que dans le cas du vane (instrument en forme de croix * utilisé pour remplacer le cylindre interne de la géométrie de Couette, voir figure III.33), une partie du fluide à l'intérieur du cercle circonscrit au vane est cisailé. Cet effet est montré dans les graphiques de la figure III.34.



FIGURE III.33 – Photographie d'une géométrie de type vane à 6 pales

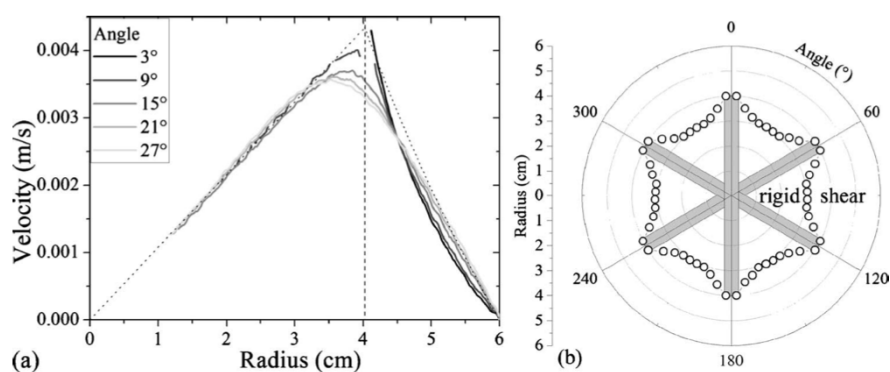


FIGURE III.34 – (a) Profil de vitesse azimutal $v_\theta(r, \theta)$ d'une huile newtonienne cisailée à 1 tour par minute dans une géométrie de type vane à six pales pour diverses positions entre 0° et 30° (pales à 0° et 60°). $R = 4$ cm est le diamètre du vane. Le tracé en pointillé correspond à un solide en rotation (pour $r < 4$ cm) et au profil théorique pour un fluide newtonien dans une géométrie de Couette (pour $r > 4$ cm). (b) Graphique 2D de la limite entre le mouvement rigide et le cisaillement, les rectangles gris correspondent aux pales.

Ces profils de vitesse proviennent d'images IRM effectuées sur une huile newtonienne cisailée par un rhéomètre installé dans un imageur IRM. Comme le montrent les graphiques, le front de la zone en mouvement pénètre à l'intérieur du cylindre circonscrit au vane. Les auteurs montrent ainsi qu'il faut être attentif à tout le fluide présent dans l'expérience et pas seulement au fluide supposé être cisailé. De plus, le cisaillement réel sera différent du cisaillement théorique (on le voit sur les courbes de vitesse) et la mesure de viscosité sera donc fautive et devra être rectifiée.

III.E.2 Papier de verre, taille des grains et volume interstitiel

Nous montrons ici que le même phénomène existe pour le fluide dans les aspérités du papier de verre, mais non pris en compte dans le gap. Nous supposons ainsi que la surface pour laquelle la vitesse v_r au sein du fluide est nulle n'est pas un disque parfait passant par les plus hauts sommets des grains mais une surface déformée pénétrant dans la rugosité. C'est ce qui est représentée par la courbe en trait pointillé faisant la limite entre la zone rouge (fluide cisailé) et grise (fluide immobile) sur la figure III.35a. La figure III.35b représente le cas idéal d'une surface lisse. Pour quantifier l'importance du fluide cisailé dans la rugosité, nous devons tout d'abord caractériser la surface du papier de verre utilisé.

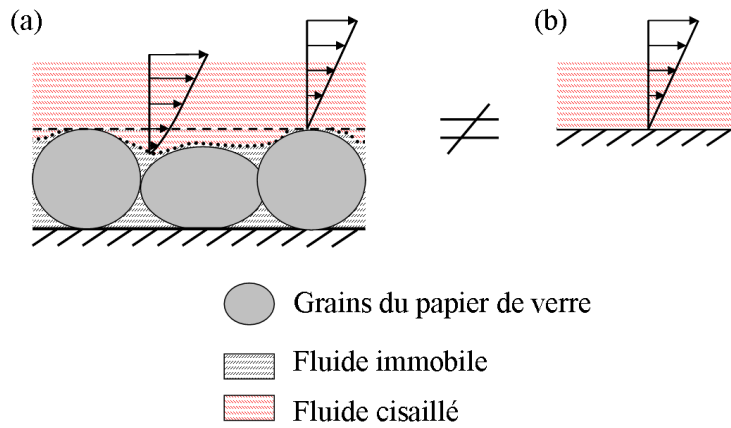


FIGURE III.35 – Illustration du volume non pris en compte dans les aspérités dans le cas d'une mesure effectuée avec du papier de verre (a), une partie du fluide dans la rugosité est cisailé modifiant ainsi la condition aux limites de vitesse nulle à la paroi ; cette condition est respectée dans le cas du plan lisse (b)

III.E.2.a Mesures statistiques par microscopie optique

Étudions d'une part les résultats obtenus par Li-Hua Luu pendant ses travaux de thèse (voir [49]). Dans le cadre de l'étude de la projection d'un fluide à seuil sur différents types de surfaces (voir [50]), elle s'est intéressée aux propriétés géométriques de papiers de verre. Elle a ainsi, entre autres, mesuré grâce à un profilomètre optique deux grandeurs statistiques pour différentes tailles moyennes de grains :

- la hauteur quadratique moyenne définie par $R_q = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N Z_i^2}$ avec N le nombre de points de mesure et Z_i la position mesurée par rapport au niveau moyen de la surface défini par $\sum_{i=1}^N Z_i = 0$,
- la distance moyenne séparant deux sommets de grains proches $S_m = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N S_i$ avec S_i la distance entre deux sommets.

Ces résultats sont tracés sur le graphique de la figure III.36, où une approximation en loi de puissance a été rajouté pour chacune des deux mesures. Ainsi, on peut estimer qu'il y a une relation entre la hauteur quadratique moyenne telle qu'elle est définie précédemment et la taille des grains. Cette relation peut s'écrire $R_q = 0,16 * (\text{Taille des grains})^{2/3}$, où les données sont en millimètres.

R_q est donc une mesure d'une taille équivalente laissé par les aspérités des grains.

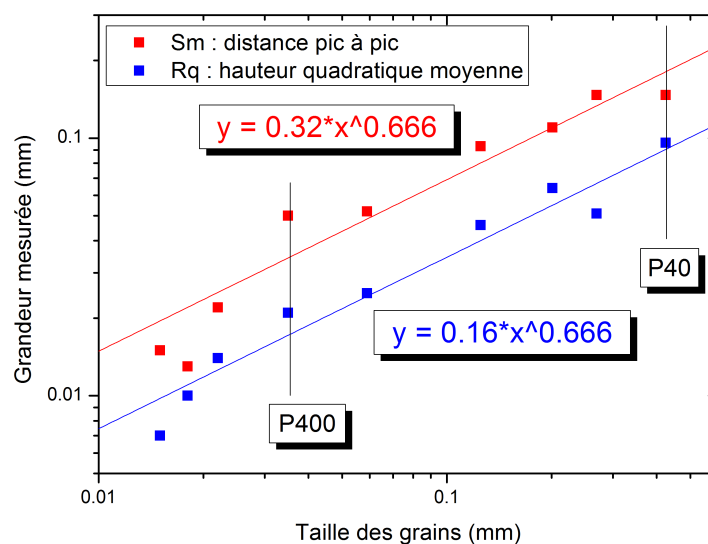


FIGURE III.36 – Thèse de Li-Hua Luu [49] : tailles caractéristiques, distance pic à pic et hauteur quadratique moyenne, de différents papier de verre

III.E.2.b Mesure de volume disponible

D'autre part, nous allons tenter de caractériser par nos propres moyens la surface du papier de verre. Nous voulons définir et mesurer une grandeur caractérisant directement l'épaisseur de fluide cisailé. Pour cela, nous allons nous intéresser au volume contenu dans les aspérités du papier de verre.

Nous mesurons ce volume en versant de l'huile (Silicone 550 Rhodorsil), dont la densité est connue ($d = 1,05$), sur des rectangles de tailles différentes découpés dans le papier de verre. Après avoir bien raclé le surplus d'huile, nous avons pesé ces différents rectangles. En retranchant la masse à vide (mesurée préalablement) et en divisant par la masse volumique puis par la surface du rectangle, on obtient une longueur caractéristique du papier de verre que nous notons d_{eq} , distance équivalente. On peut alors tracer cette longueur en fonction de la taille des grains, on remarque que l'on peut faire passer une courbe du type : $d_{eq} = 0,65 * (\text{Taille des grains})^{2/3}$, les valeurs étant données en millimètres. Les résultats sont représentés dans la figure III.37.

L'approximation faite ici a donc la même loi de puissance que celle pour le rayon quadratique moyen proposé précédemment, ce qui nous conforte pour valider cette mesure de distance équivalente, caractéristique du volume disponible pour le fluide entre les grains du papier de verre.

III.E.2.c Synthèse

Ces deux mesures permettent donc d'associer une longueur caractéristique à chaque papier de verre. Cette longueur donne une valeur de l'épaisseur disponible autour des grains pour du fluide.

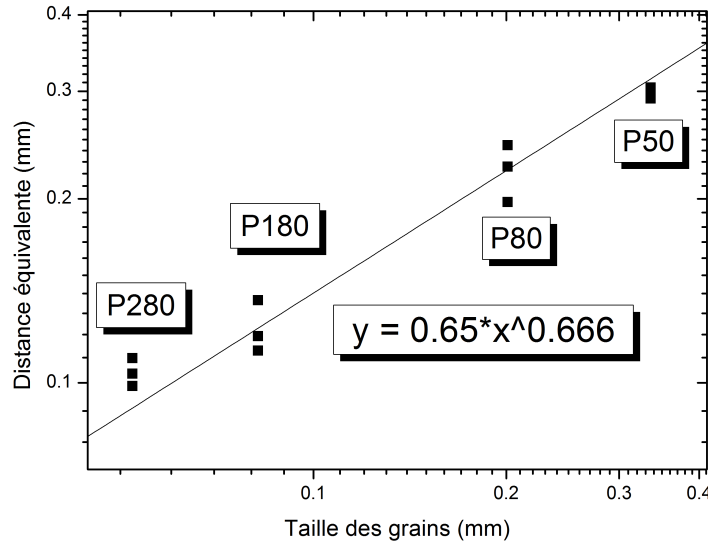


FIGURE III.37 – Distance équivalente d_{eq} , donnant le volume de fluide dans la rugosité du papier de verre par unité de surface, mesurée en fonction de la taille des grains des papier de verre

Elle peut être grande dans le cas des papiers de verre les plus grossiers (jusqu'à $300 \mu m$ pour le papier P50). Nous allons voir l'effet de cette distance sur la mesure de viscosité et d'élasticité.

III.E.3 Mesure de viscosité

Dans le cas d'un fluide visqueux parfait, on peut calculer la viscosité mesurée en rotation de la manière suivante :

$$\eta_{rot} = \frac{\tau_{rot}}{\dot{\gamma}_{rot}} \quad (III.5)$$

En exprimant les contraintes et déformations en fonction des grandeurs macroscopiques, on obtient :

$$\eta_{rot} = h \cdot \frac{2T}{\pi \Omega R^4} \quad (III.6)$$

où Ω est la vitesse de rotation et T le couple autour de l'axe vertical.

Ainsi, si pour diverses raisons on a sous-estimé d'une valeur δh l'espacement des plateaux, les valeurs réelles de la de viscosité seront :

$$\eta_{rot \text{ reel}} = \frac{h + \delta h}{h} \cdot \eta_{rot} \quad (III.7)$$

La viscosité est donc sous-estimée d'un facteur $(h + \delta h)/h$ si l'on sous estime le gap de δh .

Pour montrer cet écart, nous pouvons prendre plusieurs surfaces (surface lisse et différents papiers de verre) et mesurer la viscosité de différents fluides newtoniens par une rampe montante et descendante de contrainte imposée. Les résultats pour l'huile Silicone 550 sont présentés sur la figure III.38, la mesure en surface lisse est en trait plein noir, les différentes mesures brutes des trois

papiers de verre (P50, P80 et P180) sont les symboles vides (respectivement carré rouge, rond vert et triangle bleu).

Les résultats bruts donnent tous des valeurs de viscosité différentes pour chacun des cas (lisse et papiers de verre) et ne sont donc pas satisfaisants. Il est nécessaire de corriger les mesures en papier de verre pour qu'elles se superposent à la courbe mesurée en plan lisse. Ces données corrigées sont tracées en formes pleines (mêmes formes et mêmes couleurs que pour les données brutes). Pour faire cette correction, nous avons multiplié la viscosité mesurée par un facteur $(h + \delta h)/h$ avec les valeurs de δh suivantes : $0,27\text{ mm}$ pour le P180, $0,46\text{ mm}$ pour le P80 et $0,62\text{ mm}$ pour le P50.

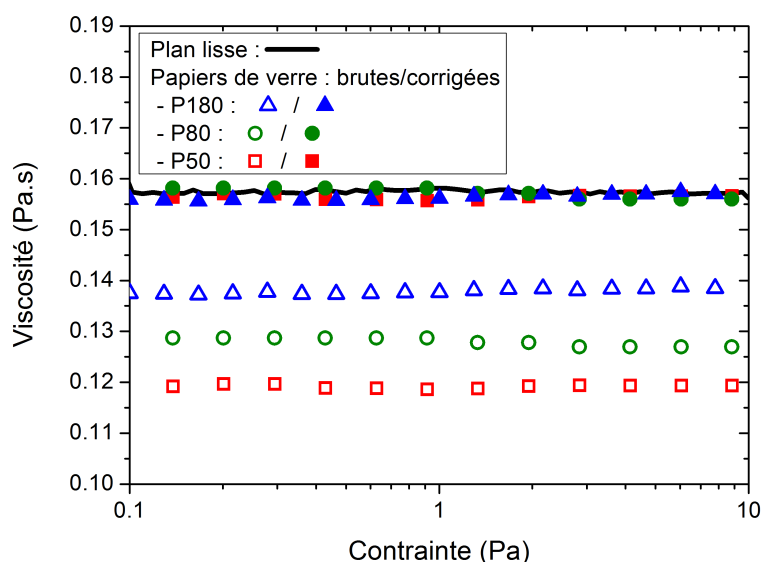


FIGURE III.38 – Mesures de viscosité de l'huile Silicone 550 par des rampes de contrainte avec différentes surfaces, les données brutes sont corrigées en augmentant la valeur de l'entrefer d'une longueur δh dépendant du papier de verre utilisé.

Le tracé de la longueur δh en fonction de d_{eq} (la distance équivalente mesurant le volume de fluide par unité de surface) nous éclaire sur la réalité de la première grandeur. Sur le graphique III.39, tous les résultats d'expériences similaires à l'expérience décrite précédemment effectuées et obtenus sur d'autres huiles sont présentés ainsi que la droite $y = 2x$ qui croise la plupart des points expérimentaux. Ainsi, la longueur δh à ajouter à l'entrefer pour obtenir la bonne mesure de viscosité vaut deux fois d_{eq} . Cette longueur correspond donc exactement au fluide qui est dans la rugosité du papier de verre (deux surfaces de papier de verre, supérieure et inférieure), qui n'est pas pris en compte dans le calcul simple, où seul le gap h intervient, mais qui contribue donc pleinement à la mesure de viscosité puisque le volume supplémentaire à prendre en compte est égal au volume dans la rugosité.

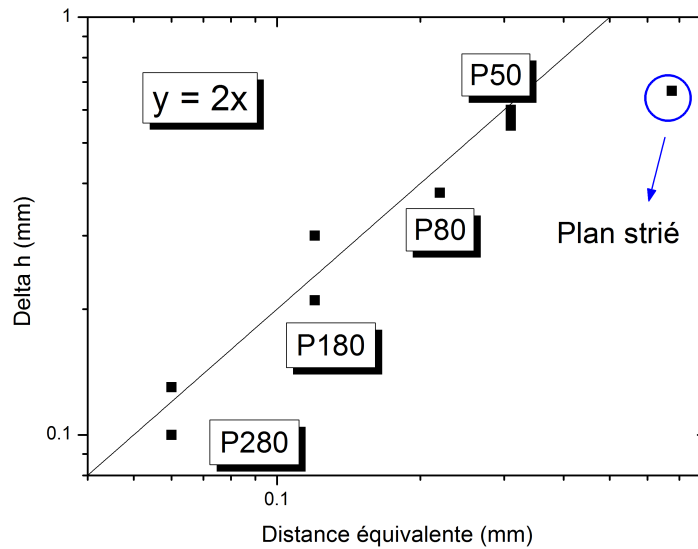


FIGURE III.39 – Tracé de la longueur δh , introduite pour faire corriger les données obtenues avec les surfaces rugueuses, en fonction de d_{eq} , distance équivalente correspondant au fluide piégé dans la rugosité.

Résultat important :

Lors d'une mesure de viscosité avec une surface rugueuse, il faut considérer tout le fluide présent : ainsi, le volume compris dans les aspérités de la rugosité et généralement non pris en compte dans la valeur de l'entrefer, doit être intégré dans les formules de conversion de (T, Ω) en $(\tau_{rot}, \dot{\gamma}_{rot})$ pour assurer une mesure correcte.

On notera cependant que le cas du plan strié n'est pas quantitativement résolu par cette explication. Nous verrons dans la partie IV.A.2.a.iii que cette surface est très différente des surfaces sablées ou du papier de verre en général, la longueur de correction à considérer n'est pas corrélée de la même façon à d_{eq} . En effet, comme nous l'avons vu précédemment (figure III.29 page 92), la surface striée présente une texture ordonnée, contrairement à la dispersion aléatoire des grains sur la papier de verre. L'écoulement le long de la géométrie striée est donc très différent (nous le discuterons ultérieurement).

III.E.4 Mesure d'élasticité

Le calcul est ici identique et on en déduit le même résultat : si le gap est sous estimé d'une valeur δh , alors l'élasticité doit être multipliée d'un facteur $(h + \delta h)/h$ pour être corrigée. Nous menons donc le même type d'expérience que précédemment en imposant des oscillations en rotation de faible amplitude à un fluide à seuil (émulsion 9) avec différents papier de verre (P50, P80, P180 et P280).

Contrairement à la mesure de viscosité, et comme l'on peut le voir sur le graphique de la figure III.40, les mesures d'élasticité donnent toutes le même résultat lorsqu'on utilise l'entrefer de la géo-

métrie non corrigé de la rugosité dans les formules¹⁵, quelque soit la surface utilisée. Ainsi, on en déduit que le fluide coincé entre les grains de la rugosité ne contribue pas à la mesure d'élasticité et la bonne valeur de l'entrefer à utiliser est celle mesurée entre le plus haut point des grains du disque inférieur et le plus bas point des grains du disque supérieur, valeur de l'entrefer donnée par le rhéomètre. Ce résultat est surprenant et est une première indication que viscosité et élasticité n'impliquent pas les mêmes problèmes (nous le reverrons plus loin dans le manuscrit).

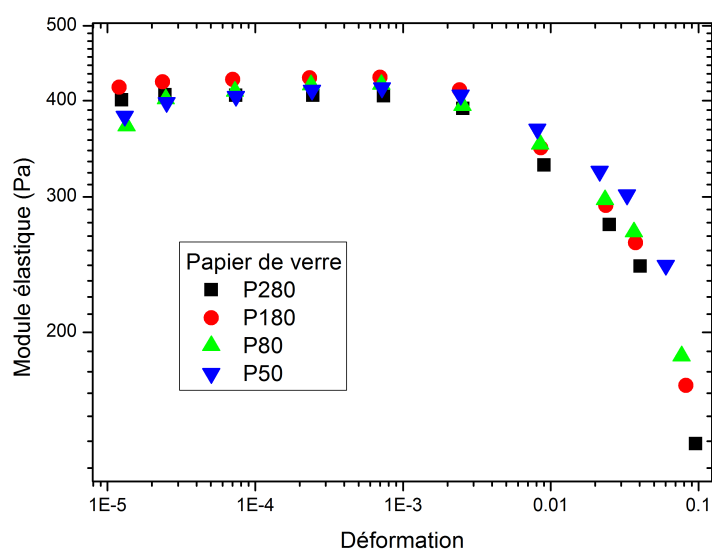


FIGURE III.40 – Mesures d'élasticité par oscillations de l'émulsion 9 avec différentes surfaces

15. Il existe une légère erreur, mais les résultats ne suivent pas l'ordre de la taille de la rugosité. En effet, dans le cas de la plus petite déformation, on mesure $G'_{P80} < G'_{P50} < G'_{P280} < G'_{P180}$. On en déduit que ce décalage ne provient pas de la rugosité mais d'un problème de reproductibilité uniquement. Cependant, dans les grandes déformations, lorsque l'élasticité chute, l'émulsion est alors dans son régime liquide et l'ordre $G'_{P280} < G'_{P180} < G'_{P80} < G'_{P50}$ apparaît dans les résultats. Cet ordre ne correspond pas aux résultats de la viscosité, mais on notera tout de même le changement de régime.

En résumé :

- Nous utiliserons différents types de matériaux. D'une part des fluides visqueux et des solides élastiques pour la validation du calcul théorique. D'autre part des suspensions et des fluides à seuil (émulsions, carbopol, bentonite ou mousse) pour appliquer notre méthode à des fluides complexes.
- L'expérience est entièrement décrite : nous utiliserons trois systèmes différents (basés sur une machine de force, un rhéomètre de dernière génération et une platine de translation), permettant d'appliquer aux fluides étudiés les écoulements décrits dans le chapitre II. Leurs caractéristiques sont résumées dans le tableau III.2.
- La mise en œuvre est correctement définie permettant de créer un test complet et reproductible.
- L'effet du papier de verre est connu, nous avons interprété son effet sur la mesure de viscosité en rotation. Nous pouvons le corriger en ajoutant à la valeur de l'entrefer une longueur δh représentant la volume de fluide compris dans la rugosité des surfaces.

Résultats : comparaison rotation / écrasement

Avant d'étudier l'écoulement complexe de superposition, nous allons vérifier quantitativement que la description de chacun des deux écoulements de rotation et d'écrasement est correcte. Nous les considérons comme deux cisaillements simples unidirectionnels et nous espérons obtenir les mêmes résultats indépendamment de la direction du cisaillement. Pour cela, nous mènerons des expériences identiques de mesure de paramètres rhéologiques de différents matériaux dans chacun des écoulements. Dans ce chapitre, nous nous proposons de comparer les mesures faites en rotation et des mesures faites en écrasement (ou étirement), sans jamais superposer les deux écoulements.

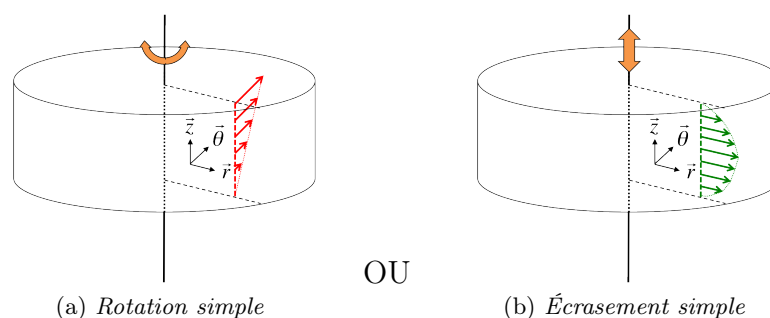


FIGURE IV.1 – *Écoulements simples de rotation ou d'écrasement.*

Nous découperons ce chapitre en fonction des matériaux étudiés. Ainsi, la première section portera sur l'étude des fluides newtoniens. Un tel fluide soumis à un taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ répondra par une résistance égale à $\tau = \eta\dot{\gamma}$, où η , la viscosité, est une constante. Ces matériaux permettront de valider le test en vérifiant que rotation et écrasement donnent la même viscosité, en cisaillement continu et oscillant. Lors de la section suivante, nous aborderons le cas des suspensions de particules non colloïdales dans un fluide newtonien. Nous verrons que la même réponse non linéaire de ces fluides se retrouve avec les deux types de mesure.

Les trois sections suivantes regrouperont tous les résultats obtenus sur des fluides à seuil. Dans la première de ces sections, nous détaillerons les expériences pour lesquelles nous avons soumis le matériau à des cisaillements stationnaires, mettant en avant leur caractère élastoplastique (mesure d'élasticité et de seuil d'écoulement). Ensuite, nous présenterons les résultats des expériences pour

lesquelles nous appliquons des oscillations, de faible ou de large amplitude. Pour finir, nous présenterons les résultats une expérience originale de mesure de seuil de ces matériaux en faisant intervenir l'aspect d'adhésion aux parois et de décollement.

Sommaire

IV.A	Viscosité des fluides newtoniens	105
IV.A.1	Cisaillement stationnaire	105
IV.A.2	Cisaillement oscillant	106
IV.A.2.a	Huile Silicone 550	108
IV.A.2.a.i	Surface lisse	108
IV.A.2.a.ii	Surfaces rugueuses	108
IV.A.2.a.iii	Plan strié	111
IV.A.2.b	Glucose dilué	112
IV.A.2.c	Huiles 47 Rhodorsil	114
IV.A.2.c.i	47v1000	114
IV.A.2.c.ii	47v5000	114
IV.A.2.c.iii	47v100 000	115
IV.A.2.c.iv	Conclusions	115
IV.B	Comportement non linéaire des suspensions visqueuses	118
IV.B.1	Présentation de notre expérience	118
IV.B.2	Résultats	119
IV.C	Élastoplasticité des fluides à seuil	121
IV.C.1	Cas général	121
IV.C.2	Élasticité	122
IV.C.3	Plasticité	124
IV.C.4	Influence de la mise en place	125
IV.D	Oscillations sur les fluides à seuil	127
IV.D.1	Principe, cas du ressort	127
IV.D.2	Cas linéaire, mesure d'élasticité	128
IV.D.3	Oscillations de large amplitude au delà de l'élasticité linéaire	130
IV.D.3.a	Module élastique	130
IV.D.3.b	Module visqueux	131
IV.E	Adhésion des fluides à seuil	133
IV.E.1	Motivations	133
IV.E.2	Description de l'expérience	133
IV.E.3	Résultats bruts, calcul de l'énergie	134
IV.E.4	Observations et paramètres géométriques	136
IV.E.5	Comparaison avec la théorie	138
IV.E.6	Conclusion	139

IV.A Viscosité des fluides newtoniens

La mesure de la viscosité d'un fluide newtonien est l'expérience la plus simple en rhéométrie. Une fois le fluide en place, il suffit de le cisailier en imposant différents taux de cisaillements (ou contraintes). Ensuite, en mesurant la contrainte (ou le taux de cisaillement) qui en découle en régime stationnaire et en divisant la contrainte par le taux de cisaillement mesuré, on obtient la viscosité du matériau.

Dans un régime d'oscillations, quand la contrainte imposée est du type $\tau(t) = \tau_0 \cdot \cos(2\pi ft)$, où τ_0 est l'amplitude du signal oscillant et f sa fréquence, la viscosité du matériau sera $\eta = \frac{\tau \cdot \sin(\varphi)}{2\pi f \gamma}$ où γ est l'amplitude de la déformation mesurée et φ l'angle de déphasage entre la contrainte et la déformation, qui vaut 90° dans le cas de fluides purement visqueux.

IV.A.1 Cisaillement stationnaire

Les mesures de cisaillement stationnaire en rotation sont aisées à effectuer. Pour imposer le même cisaillement en écrasement, nous utilisons la séquence développée avec le logiciel du rhéomètre Kinexus qui a été détaillée au paragraphe III.B.2.d. Elle nous permet d'adapter la vitesse d'écrasement afin de garder le taux de cisaillement d'écrasement $\dot{\gamma}_{sq}$ constant.

Malheureusement, mesurer une faible viscosité n'est pas une expérience évidente, pour plusieurs raisons. D'une part, les problèmes d'étalonnage et de déviation du capteur de force du rhéomètre Kinexus limitent la gamme de viscosité accessibles en écrasement. D'autre part, la tension de surface (voir paragraphe III.D.1, page 87) aura un rôle non négligeable pour les viscosités inférieures à $5 Pa.s$ et largement dominant pour les viscosités inférieures à $0,5 Pa.s$ (dans le cas d'une huile dont la tension de surface vaut $\gamma_{surf} = 0,025 N.m^{-1}$). C'est pourquoi nous sommes limités aux fluides newtoniens de forte viscosité. Nous utiliserons pour ces expériences l'huile Rhodorsil 47v100 000 qui a une viscosité de $100 Pa.s$.

Sur la figure IV.2 sont tracés les résultats de différentes expériences de mesures en cisaillement stationnaire sur l'huile Rhodorsil 47v100 000. Les courbes représentées par des triangles dirigés vers le haut et vers le bas correspondent à des expériences pour lesquelles nous avons utilisé la séquence permettant d'adapter la vitesse d'écrasement en fixant le taux de cisaillement. Les variations aux alentours de la valeur fixée proviennent du temps de la boucle d'adaptation de la vitesse. Les courbes représentées par des carrés et des ronds correspondent à des expériences pour lesquelles nous avons gardé la vitesse d'écrasement constante. En considérant le volume constant, le taux de cisaillement augmente quand l'entrefer diminue¹, ce qui simule une rampe croissante de taux de cisaillement. La droite tracée en tiret donne la valeur de la viscosité mesurée en cisaillement simple de rotation.

La viscosité mesurée en cisaillement simple est donc identique en rotation et en écrasement. Ceci est valable sur presque deux décades de taux de cisaillement, avec des entrefers allant du simple au double. Nous déduisons de ce test que la viscosité en cisaillement stationnaire est correctement mesurée et que les formules des contraintes et taux de cisaillement d'écrasement et de rotation sont valides.

1. À volume et vitesse d'écrasement constants, le taux de cisaillement d'écrasement est inversement proportionnel à la puissance cinq-demi de l'entrefer, $\dot{\gamma}_{sq} \propto 1/h^{5/2}$.

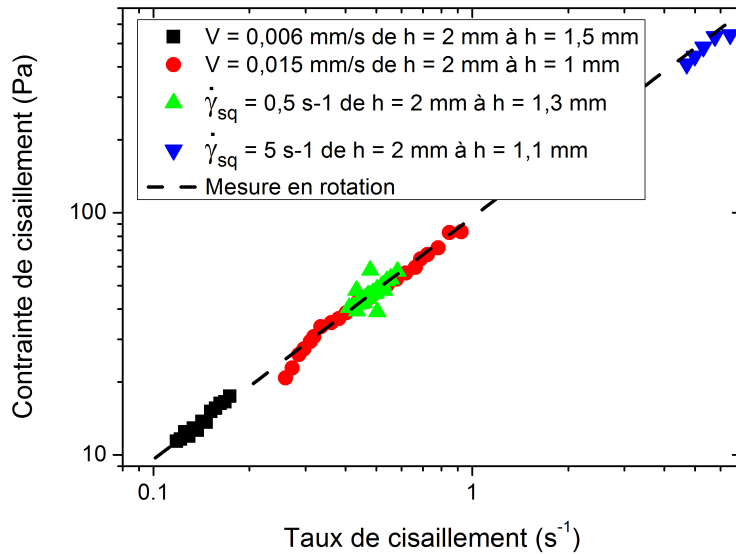


FIGURE IV.2 – *Mesure de viscosité de l'huile Rhodorsil 47v100 000 en cisaillement stationnaire, comparaison entre rotation et écrasement.*

Si ces résultats sont excellents, les fluides peu visqueux n'ont pas pu être testés. Pour s'affranchir des difficultés de la mesure de la valeur absolue de la force normale, nous allons appliquer une sollicitation oscillante et mesurer ses variations relatives.

IV.A.2 Cisaillement oscillant

Nous souhaitons désormais appliquer un cisaillement oscillant. L'avantage de ce type d'expériences est surtout visible pour l'écrasement. En imposant des déformations faibles, on s'assure que la forme du fluide à l'interface avec l'air ne change pas ; la différence de pression contrôle alors seulement la valeur moyenne de la force. Ses variations ne dépendent donc que du cisaillement. Toutes les expériences décrites dans cette partie sont menées sur différents fluides visqueux et partagent la même procédure. On va comparer à chaque fois les résultats des expériences suivantes :

- une rampe montante et décroissante de contrainte en rotation,
- des oscillations en rotation,
- des oscillations en écrasement.

Que ce soit en rotation ou en écrasement, la fréquence des oscillations est fixée à un Hertz. L'amplitude des déformations prendra trois valeurs : 0,1, 0,2 et 0,5. Les oscillations en rotation sont aisées à appliquer et ne modifient pas la géométrie du matériau. Par contre, le cas des oscillations verticales est plus délicat. D'une part, en imposant un déplacement vertical, on change la hauteur et le rayon du cylindre de fluide étudié. Cependant, les trois déformations choisies (0,1, 0,2 et 0,5) assurent que le changement de géométrie du matériau sera minime. En effet, dans la pire des configurations étudiées, à savoir $\dot{\gamma}_{sq} = 0,5$, $h = 2 \text{ mm}$ et $R = 30 \text{ mm}$, l'amplitude de variation de l'entrefer est de $\delta_z = 0,03 \text{ mm}$ et celle du rayon est de $0,22 \text{ mm}$. Au cours d'une période d'oscillation, la forme du matériau change très peu.

D'autre part, la mise en œuvre est complexe, à cause de l'utilisation de deux appareils : la platine de translation pour imposer le déplacement et le rhéomètre pour mesurer la force. Il est nécessaire de synchroniser les signaux afin de mesurer le déphasage entre la déformation imposée et la contrainte mesurée et ainsi de calculer les modules élastique et visqueux. Nous utilisons pour cela un code développé en langage Scilab (en annexe D.B) qui permet, en partant des données brutes, de recombinaer les deux signaux et de donner leur l'amplitude instantanée ainsi que leur déphasage.

Nous appliquons donc avec la platine une déformation du type $h(t) = h_0 - \delta_z \cdot \cos(2\pi ft)$ en choisissant h_0 avec le rhéomètre et en programmant la platine de translation (disposée sous le disque inférieur) pour qu'elle effectue le mouvement $h_{\text{platine}} = \delta_z \cdot \cos(2\pi ft)$. On mesure la force induite par ce déplacement. Les courbes du déplacement de la platine (altitude du disque inférieur) et de la variation de la force (force mesurée $F(t)$ à laquelle on a soustrait la valeur moyenne $\langle F \rangle$) sont tracées dans la figure IV.3 lorsqu'on applique une déformation verticale dont les paramètres sont $f = 1 \text{ Hz}$, $h_0 = 2 \text{ mm}$, $R = 30 \text{ mm}$, $\delta_z = 6,3 \mu\text{m}$ à l'huile Rhodorsil 47v100 000. On a ajouté en pointillé les amplitudes des deux signaux calculées par le code Scilab. On remarque que la force est bien en avance d'un quart de période sur la déformation, marque d'un matériau purement visqueux.

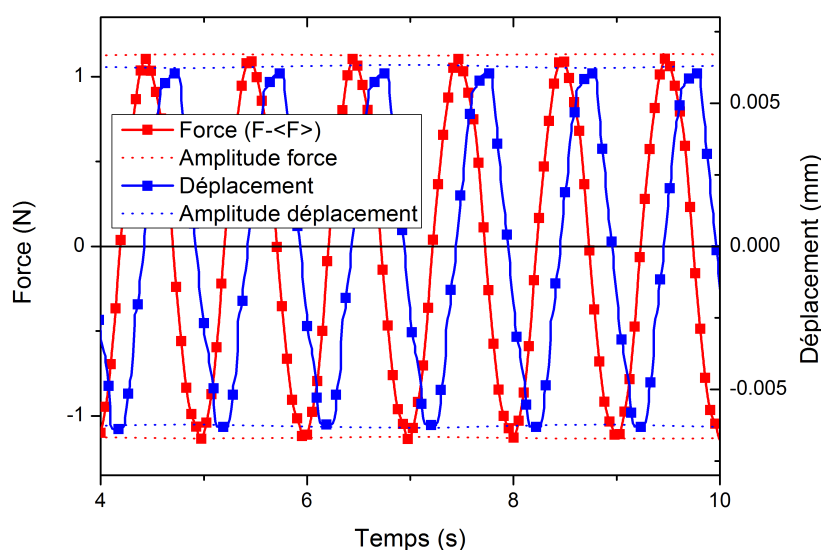


FIGURE IV.3 – Résultats bruts d'un cisaillement oscillant vertical sur l'huile Rhodorsil 47v100 000 avec $f = 1 \text{ Hz}$, $h_0 = 2 \text{ mm}$, $R = 30 \text{ mm}$, $\delta_z = 6,3 \mu\text{m}$.

En outre, la surface de contact entre le fluide et la géométrie joue un rôle important. Ce problème avait été abordé au chapitre III.D.2 lorsque nous montrions l'effet du papier de verre sur la mesure de viscosité. C'est pourquoi, pour chaque fluide, nous effectuerons les expériences sur différentes surfaces. Nous allons regrouper les résultats en fonction du type de fluide.

IV.A.2.a Huile Silicone 550

IV.A.2.a.i Surface lisse

Décrivons les résultats obtenus avec l'huile Silicone 550. La première surface utilisée est la surface lisse. La séquence décrite précédemment est appliquée à cette huile et les résultats sont tracés dans la figure IV.4.

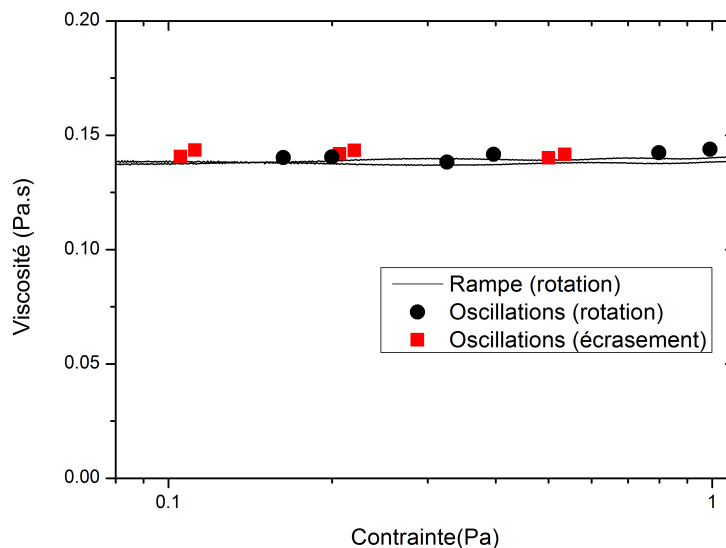
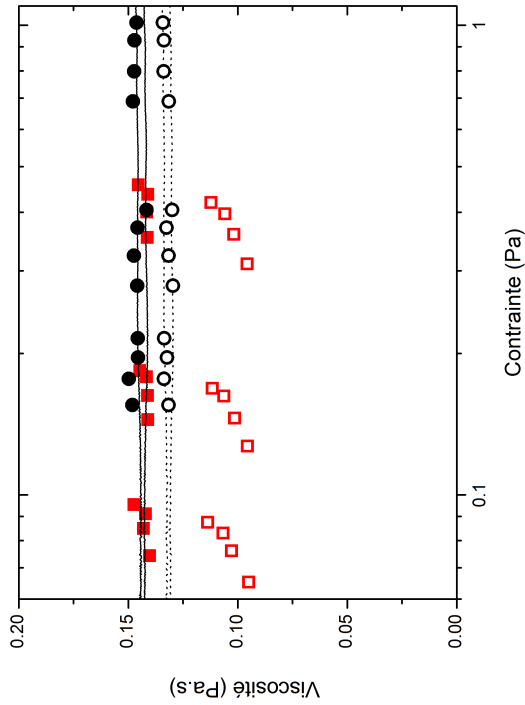


FIGURE IV.4 – Silicone 550, surface lisse, mesure de viscosité par une rampe en rotation et des oscillations en rotation et en écrasement.

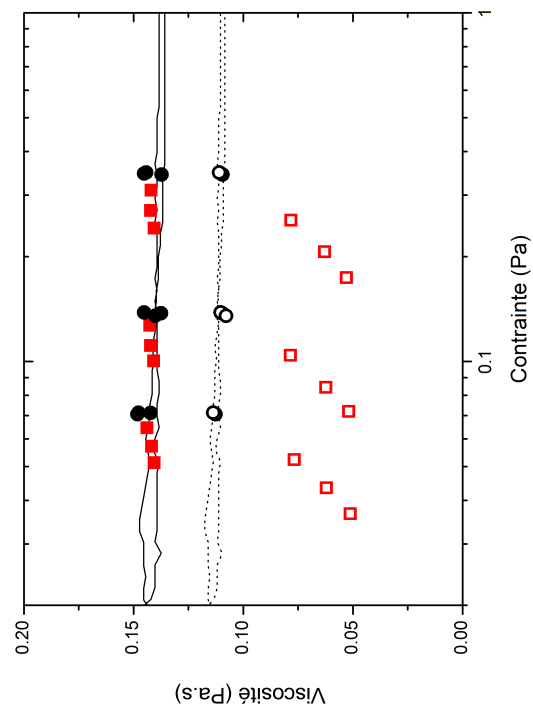
Nous mesurons alors la même viscosité en oscillations de rotation et d'écrasement. On note au passage que ces points de mesure en oscillation se superposent aussi à la rampe montante et décroissante de contrainte de rotation.

IV.A.2.a.ii Surfaces rugueuses

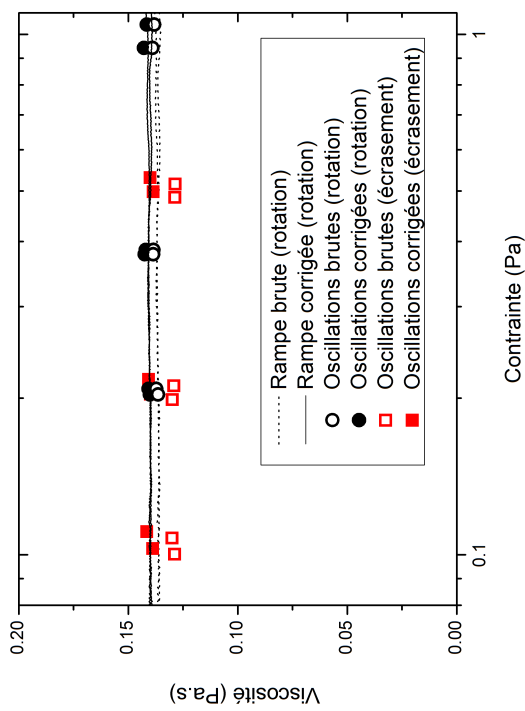
Ensuite, nous pouvons appliquer une séquence semblable au même matériau, en utilisant cependant une surface recouverte de papier de verre. Nous avons fait varier la valeur de l'entrefer entre 1,2 mm et 2 mm. Les résultats pour différents papiers de verre sont tracés dans la figure IV.5 page 109. Nous avons utilisé pour cette expérience les papiers de verre suivants : le P280 ($h = 2\text{ mm}$ et 1,8 mm, figure IV.5a), le P180 ($h = 2\text{ mm}$, 1,8 mm, 1,5 mm et 1,2 mm, figure IV.5b), le P80 ($h = 1,5\text{ mm}$, 1,2 mm et 1 mm, figure IV.5c) et le P50 ($h = 2\text{ mm}$, 1,8 mm, 1,5 mm et 1,2 mm, figure IV.5d). Les rugosités de ces quatre surfaces sont respectivement de 52,2 μm , 82 μm , 201 μm et 336 μm (taille moyenne des grains).



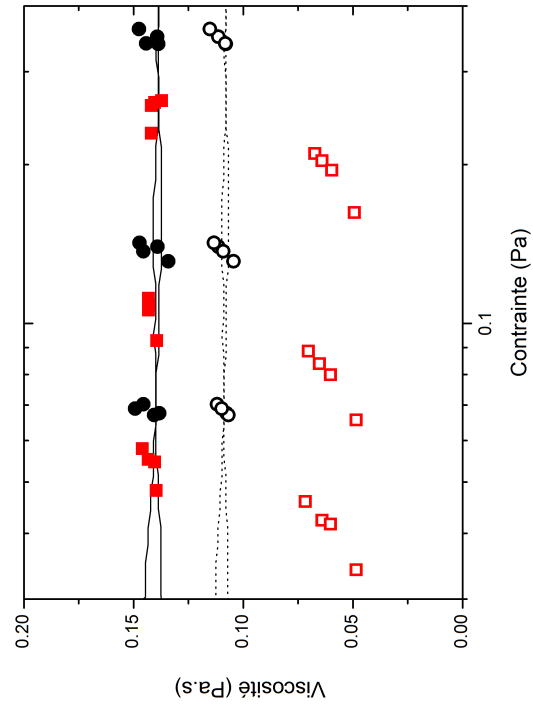
(a) P280



(b) P180



(c) P80



(d) P50

FIGURE IV.5 – Huile silicone 550, mesure de viscosité par une rampe de rotation et des oscillations en rotation et en écrasement pour différentes valeurs de l'entrefer et différents papiers de verre.

Les données brutes, directement calculées à partir de l'entrefer h donné par le rhéomètre et tracées en symboles vides et traits pointillés (légende sur la figure IV.5a), ne sont pas satisfaisantes pour diverses raisons :

- pour chaque type de mesure (oscillations en rotation, et oscillations en écrasement), la valeur brute de la viscosité augmente quand la valeur de l'entrefer augmente,
- les valeurs obtenues en rotation et en écrasement ne se superposent pas et la différence est d'autant plus grande que la rugosité du papier de verre est élevée,
- la viscosité mesurée avec des surfaces lisses, en rotation et en écrasement, vaut environ $0,14 Pa.s$, or celle mesurée, en rotation, dépend de la rugosité ($0,136 Pa.s$ pour le P280, $0,131 Pa.s$ pour le P180, $0,112 Pa.s$ pour le P80 et enfin $0,108 Pa.s$ pour le P50).

Cependant, nous l'avons montré dans le paragraphe III.E, la surface de contact entre le fluide et la géométrie joue un rôle très important dans la mesure. Le fluide visqueux placé entre les grains du papier de verre est aussi cisailé et l'épaisseur réelle du cylindre n'est pas la valeur de l'entrefer : il faut ajouter une distance (δh , défini précédemment) dépendant du papier de verre utilisé et prenant en compte sa rugosité et le volume de fluide remplissant l'interstice entre les grains.

Les données sont donc corrigées en remplaçant l'entrefer h pour calculer les contraintes et les taux de déformation (et donc les viscosités) par la valeur $h + \delta h$ avec les δh donnés dans le paragraphe III.E. Pour rappel, nous avons mesuré ce paramètre en estimant le volume de fluide remplissant les vides de la rugosité et obtenu $0,18 mm$ pour le P280, $0,27 mm$ pour le P180, $0,46 mm$ pour le P80 et $0,62 mm$ pour le P50. C'est valeurs ne dépendent que du papier de verre et sont les mêmes pour tous les entrefers utilisés dans les mesures.

Le traitement est identique pour les mesures en rotation et en écrasement mais les résultats sont différents. D'une part, comme nous l'avons montré, il faut multiplier les valeurs de viscosité obtenues en rotation par un facteur $(h + \delta h)/h$. D'autre part, le même calcul dans le cas d'une mesure en écrasement montre qu'il faut multiplier la viscosité par un facteur $((h + \delta h)/h)^3$. La correction est donc plus forte pour les mesures en écrasement. Les résultats de ces corrections sont donnés par les symboles et traits pleins dans les différents graphiques de la figure IV.5.

Les données ainsi corrigées donnent toutes la même valeur de viscosité ($0,14 Pa.s$), quelque soit l'état de la surface de contact entre la géométrie et le fluide : surface lisse ou papier de verre (du P280 le plus lisse au P50 le plus grossier). Ceci est valable à la fois pour les mesures en rotation (rampe et oscillations), mais aussi pour les mesures verticales alors que l'entrefer n'intervient pas avec la même puissance. On rappelle qu'on a utilisé une unique valeur de δh pour corriger des données, et que cette valeur de δh est mesurée dans une expérience de caractérisation indépendante. Ceci valide *a priori* les expressions théoriques des contraintes et taux de cisaillement associés à chacun des écoulements et calculées au chapitre II, mais aussi la démonstration de l'existence de l'épaisseur δh prouvé dans les premiers résultats présentés au chapitre III.E. Nous montrons au passage que les deux écoulements ont la même sensibilité aux conditions aux limites.

Résultat important :

Les corrections de la valeur de l'entrefer incluant la rugosité du papier de verre sont appliquées à la mesure en écrasement. Les deux mesures, rotation et écrasement, se superposent parfaitement.

IV.A.2.a.iii Plan strié

Intéressons nous désormais aux résultats obtenus avec le plan strié présenté au chapitre III.D (en particulier avec le photographie de la figure III.29 de la page 92).

Les données brutes de mesures en oscillations (rotation et écrasement) sont tracées en symboles vides dans la figure IV.6, en plan lisse et en plan strié. On remarque, de la même manière que pour les différents papiers de verre, les valeurs de viscosité obtenues avec la surface rugueuses sont en dessous de l'unique valeur trouvée en plan lisse (que ce soit en rotation ou en écrasement), celles obtenus en écrasement étant plus faibles que celles obtenues en rotation.

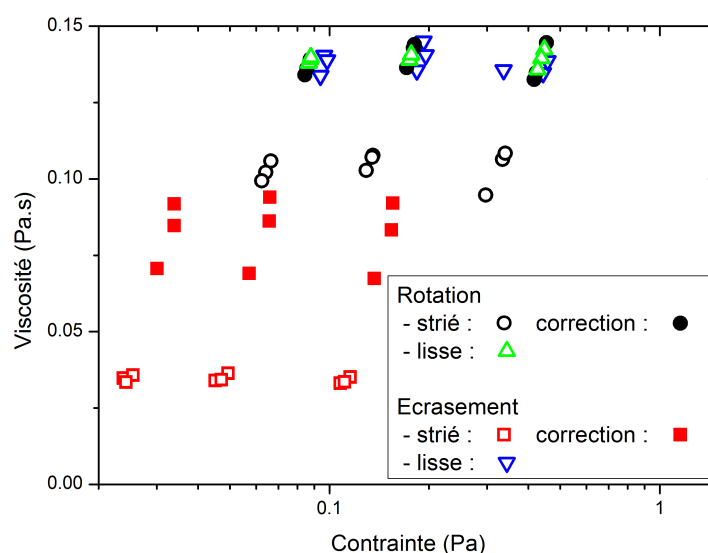


FIGURE IV.6 – Silicone 550, mesure de viscosité par des oscillations en rotation et en écrasement avec la géométrie à surface striée.

Si l'on souhaite maintenant corriger les résultats du plan strié pour les faire correspondre avec le plan lisse, on doit ajouter à l'entrefer des mesures en rotation une longueur égale à $\delta h = 0,4 \text{ mm}$. Ces résultats sont tracés en ronds noirs pleins dans la figure IV.6.

Cependant, si on applique ce même δh aux résultats des oscillations verticales, les données corrigées sont ici, contrairement au cas du papier de verre, loin d'être satisfaisantes. Elles sont tracées en carrés rouges pleins sur la même figure et on observe une large dispersion avec un facteur environ égal à 2 entre la mesure en oscillations verticales corrigées et la bonne valeur attendue.

Pour corriger la viscosité mesurée en oscillations verticales et obtenir la valeur attendue, il faut utiliser $\delta h = 0,9 \text{ mm}$ pour $h = 1,5 \text{ mm}$, et $\delta h = 0,6 \text{ mm}$ pour $h = 1 \text{ mm}$.

Ces résultats ne sont pas en accord avec les excellents résultats obtenus dans le cas du papier de verre. D'une part, parce que les δh à ajouter à la valeur de l'entrefer ne sont pas les mêmes dans le cas de la rotation et de l'écrasement, où ils dépendent alors de l'entrefer, ce qui montre que la même condition aux limites ne s'applique pas aux deux écoulements. D'autre part, parce cette valeur ne

correspond pas à deux fois la distance équivalente d_{eq} définie au paragraphe III.E.2.b comme étant le volume disponible entre les grains par unité de surface de papier de verre. En effet, la mesure de cette distance pour le plan strié donne $d_{eq} = 0,675\text{ mm}$, il aurait donc fallu obtenir $\delta h = 1,35\text{ mm}$ pour que cela corresponde au papier de verre, ce qui n'est pas le cas.

Nous n'avons pas d'explication exacte à ce problème mais nous savons que la forme de la rugosité du plan strié est la cause de cet écart. En effet, comme cela est présenté sur le schéma de la figure IV.7a, ce plan n'a pas une structure irrégulière comme le papier de verre mais se présente sous forme de pyramides à base carrée disposées selon deux axes perpendiculaires.

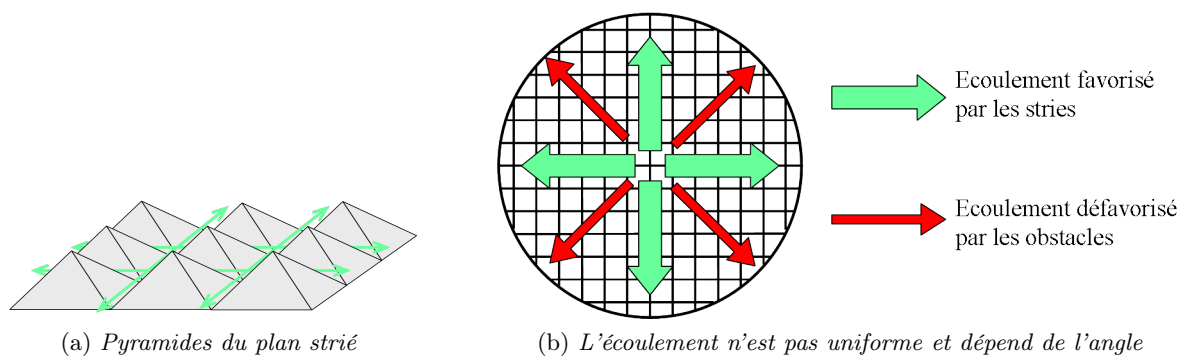


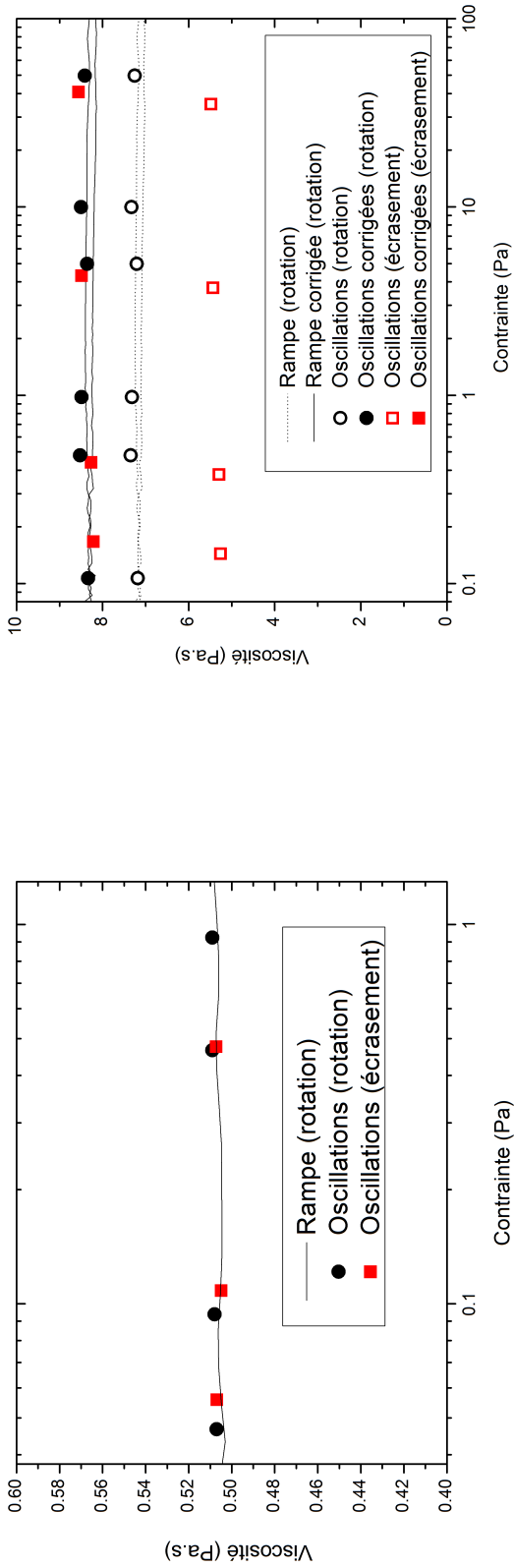
FIGURE IV.7 – Cas du plan strié

Si l'écoulement est imposé par la rotation d'un des disques, alors le fluide proche de la surface de contact ne verra pas de direction particulière privilégiée en tournant autour de l'axe vertical, son parcours alternera alors entre des sommets et des creux. Par contre, lorsque l'écoulement est imposé par le rapprochement ou l'éloignement des deux disques, certaines directions sont alors privilégiées, le long des rainures de la géométrie (voir figure IV.7b). Les directions à 45° de ces dernières sont quant à elles défavorisées et l'écoulement ne sera alors pas aussi facile. Ceci prouve que l'écoulement n'est pas unidirectionnel et qu'il dépend de l'angle θ autour de l'axe vertical z . Donc logiquement la force mesurée en écrasement est très inférieure à celle attendue.

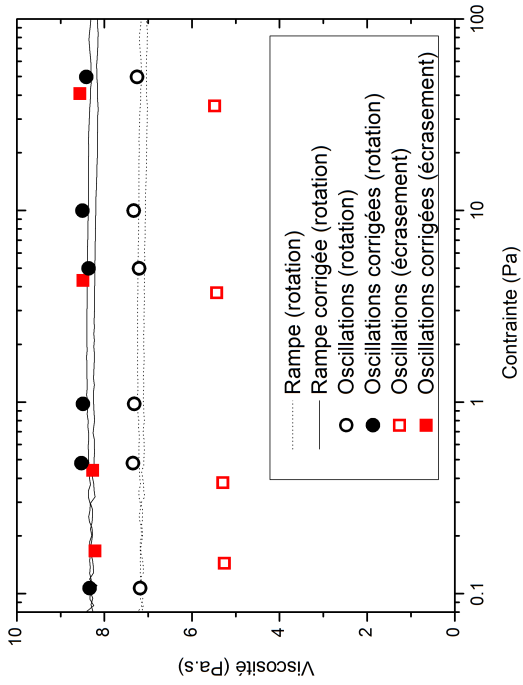
IV.A.2.b Glucose dilué

Nous avons également utilisé du glucose dilué pour valider ce test sur différents matériaux. Trois concentrations ont été utilisées (90 %, 92 % et 95 %), le mode opératoire de préparation a été décrit au chapitre III. Tous les résultats sont présentés dans la figure IV.8 page 113. Les conditions de mesures sont les suivantes :

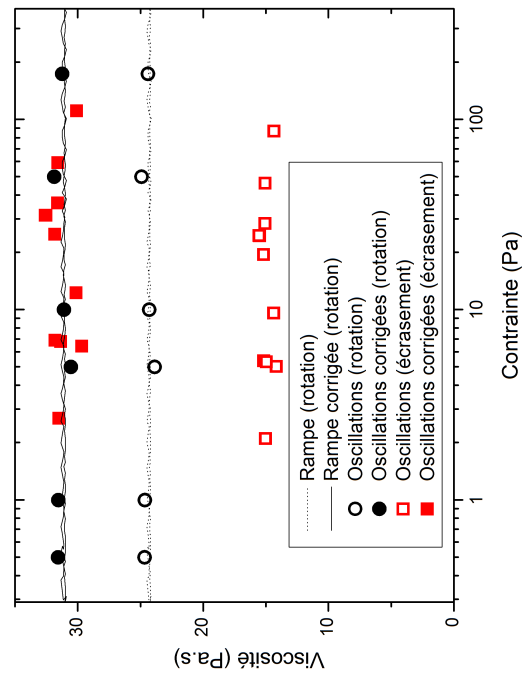
- solution de glucose concentrée à 90 % : entrefer $h = 1,5\text{ mm}$, surface lisse, résultats dans la figure IV.8a,
- solution de glucose concentrée à 92 % : entrefer $h = 1,5\text{ mm}$, surface recouverte de papier de verre P180, résultats dans la figure IV.8b,
- solution de glucose concentrée à 95 % : entrefer $h = 1\text{ mm}$, surface recouverte de papier de verre P180, résultats dans la figure IV.8c.



(a) *Glucose à 90%, surface lisse*



(b) *Glucose à 92%, papier de verre P180*



(c) *Glucose à 95%, papier de verre P180*

FIGURE IV.8 – *Glucose*

Les résultats des expériences menées sur les solutions de glucose à 92 % et 95 % ont été corrigés en ajoutant respectivement aux valeurs de l'entrefer les distances $\delta h = 0,24 \text{ mm}$ et $\delta h = 0,28 \text{ mm}$ (on rappelle qu'une unique valeur est choisie pour corriger simultanément écrasement et rotation). Ces longueurs correspondent environ au double de la distance équivalente du papier de verre P180 (nous l'avons mesurée expérimentalement et obtenu $d_{eq} = 0,125 \text{ mm}$). Les valeurs de δh ne sont pas exactement les mêmes ici que pour les expériences précédentes pour lesquelles nous avons utilisé $\delta h = 0,27 \text{ mm}$ pour le P180. Mais ces différences sont attendues. Le papier de verre est changé fréquemment et les variations d'une feuille à une autre ne sont pas surprenantes.

Cependant, les résultats sont bons et on peut affirmer que les solutions de glucose ont le comportement attendu. Nous mesurons la même viscosité en imposant des oscillations de rotation ou d'écrasement en intégrant la correction due à l'effet du papier.

IV.A.2.c Huiles 47 Rhodorsil

Étudions désormais les huiles Rhodorsil 47v. Comme nous l'avons décrit au chapitre III, deux huiles de cette famille ont été utilisées : l'huile 47v1000 et l'huile 47v5000. Nous renvoyons à ce chapitre pour leur description générale. Nous décrivons d'abord les paramètres utilisés pour les essais dont les résultats sont présentés dans la figure IV.9 page 116.

IV.A.2.c.i 47v1000

Cette huile a été utilisée pour mettre en place le dispositif des oscillations verticales. Nous l'avons testée sur des surfaces lisses et avec les papiers de verre P280 (figure IV.9a) et P180 (figure IV.9b).

On note, de la même manière que pour l'huile Silicone 550 et pour les différentes concentrations de glucose, qu'il y a un écart entre les résultats obtenus en plan lisse et en plan rugueux. Cet écart est, comme attendu, plus important dans le cas de l'écrasement que de la rotation. En ajoutant à l'entrefer une valeur égale à $\delta h = 0,13 \text{ mm}$ pour les résultats obtenus avec le papier de verre P280 et $\delta h = 0,21 \text{ mm}$ pour ceux obtenus avec le P180, les données obtenues avec des surfaces lisses et des surfaces rugueuses se superposent, tant en rotation qu'en écrasement. Nous notons au passage une légère différence entre les valeurs de δh utilisées ici et précédemment.

Cependant, les résultats obtenus en rotation et en écrasement ne sont pas les mêmes : on mesure en effet une viscosité $\eta_{rot} = 1,01 \text{ Pa.s}$ en rotation (ce qui correspond bien à la valeur théorique annoncée) et $\eta_{sq} = 0,805 \text{ Pa.s}$ en écrasement. Afin d'essayer de comprendre ce phénomène surprenant, nous avons étudié le comportement de deux autres huiles de même type, mais caractérisées par des viscosités différentes.

IV.A.2.c.ii 47v5000

Nous avons testé cette huile avec une surface lisse et une surface sablée (géométrie de Malvern). Les résultats sont tracés dans la figure IV.9c.

Ici aussi, on corrige les données obtenues avec la surface rugueuse. La mesure de la distance équivalente d_{eq} du plan sablé nous dit qu'il faut utiliser $\delta h = 0,14 \text{ mm}$. C'est ce qui est fait pour les données corrigées.

Comme pour l'huile 47v1000, on ne mesure pas la même viscosité en rotation et en écrasement puisqu'on obtient $\eta_{rot} = 5,03 \text{ Pa.s}$ et $\eta_{sq} = 3,85 \text{ Pa.s}$.

IV.A.2.c.iii 47v100 000

Cette huile n'a été testée que sur des plans lisses. Les résultats sont tracés dans la figure IV.9d. Nous mesurons $\eta_{rot} = 97,8 Pa.s$ et $\eta_{sq} = 59,4 Pa.s$ en oscillations. Cette huile avait par ailleurs été cisailée en écoulement permanent ; on avait alors trouvé $100 Pa.s$ tant en rotation qu'en écrasement. La seule mesure qui se distingue par son anomalie est donc la mesure de viscosité en oscillations d'écrasement.

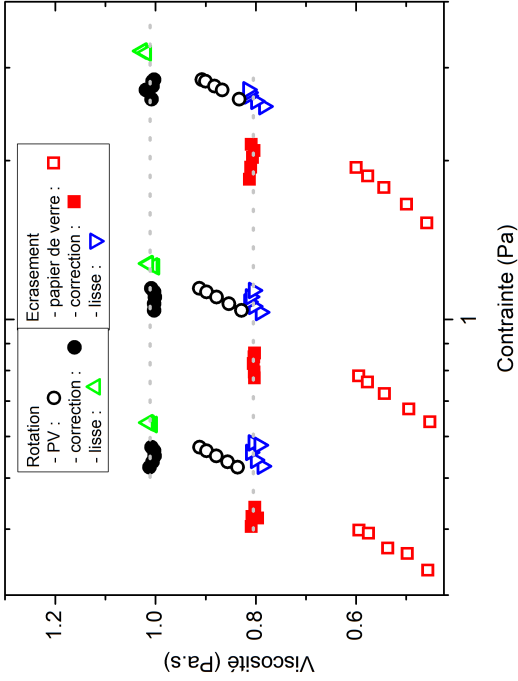
IV.A.2.c.iv Conclusions

Pour les deux premières huiles, nous avons pu corriger l'effet de la rugosité en utilisant les grandeurs d_{eq} et δh définies précédemment. Cet effet est correctement pris en compte simultanément pour les mesures de rotation et pour les mesures d'écrasement alors que la viscosité n'a pas la même dépendance en l'entrefer h , ce qui valide la théorie développée à la fois pour les calculs des grandeurs rhéologiques et aussi à propos de l'effet de la rugosité.

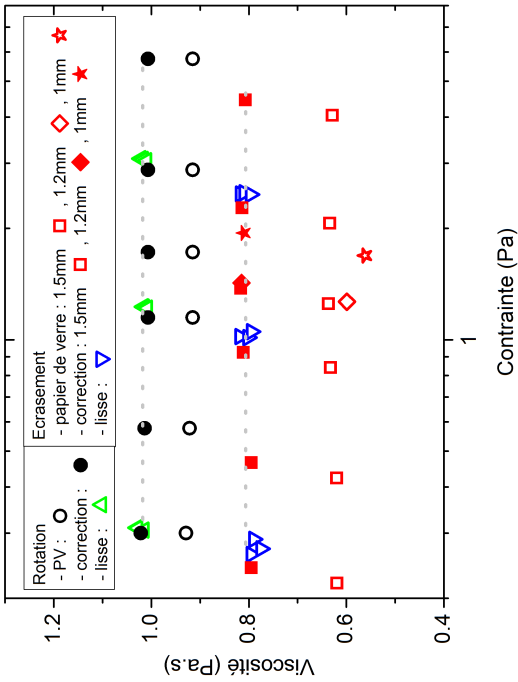
Cependant, nous échouons ici sur l'équivalence de mesure en rotation et en écrasement, quelle que soit l'huile (47v1000, 47v5000 et 47v100 000). Pour tenter de comprendre pourquoi, nous devons revenir aux propriétés physico-chimiques de ces deux huiles et à leurs différences par rapport à celles des autres fluides newtoniens utilisés. D'un côté, le glucose et l'huile Silicone 550 sont composées de très petites molécules, avec des masses molaires respectives de $180 g.mol^{-1}$ et $570 g.mol^{-1}$. De l'autre, les molécules des huiles 47v1000, 47v5000 et 47v100 000 ont une masse molaire approximative de $39\,000 g.mol^{-1}$, $62\,000 g.mol^{-1}$ et $145\,000 g.mol^{-1}$ respectivement. Plutôt que les molécules sphériques de l'huile Silicone 550 ou du glucose, se sont de très longues chaînes avec des degrés de polymérisation de l'ordre de $n_{47v1000} = 350$ pour l'huile 47v1000, $n_{47v5000} = 650$ pour l'huile 47v5000 et $n_{47v100000} = 1450$ pour l'huile 47v100 000. Ces longues chaînes, probablement orientées dans le sens du cisaillement, vont présenter un caractère anisotrope, avec une direction privilégiée. Ainsi, lors d'une mesure de viscosité, le résultat dépendra de l'histoire de la mise en place et de la direction du cisaillement. En cisaillement continu, on s'attend à retrouver la même valeur de viscosité quelle que soit la direction de l'écoulement, ce qui est effectivement observé. En oscillation, on s'attend à retrouver un résultat de la mise en place, ce qui peut expliquer la différence entre rotation et écrasement (même si nous n'avons pas réussi à mettre en évidence explicitement cette dépendance avec l'histoire de mise en place).

Pour quantifier l'anisotropie, on peut s'intéresser au rapport $\eta^* = \eta_{rot}/\eta_{sq}$. Dans le cas où il vaut 1, le système est isotrope, sinon il y a une direction privilégiée. À partir des mesures présentées précédemment, on peut calculer le rapport pour chacune des huiles, obtenant ainsi $\eta_{47v1000}^* = 1,25$, $\eta_{47v5000}^* = 1,31$ et $\eta_{47v100000}^* = 1,65$. Ces trois valeurs sont dans le même ordre que le degré de polymérisation des huiles, ce que l'on peut écrire de la manière suivante :

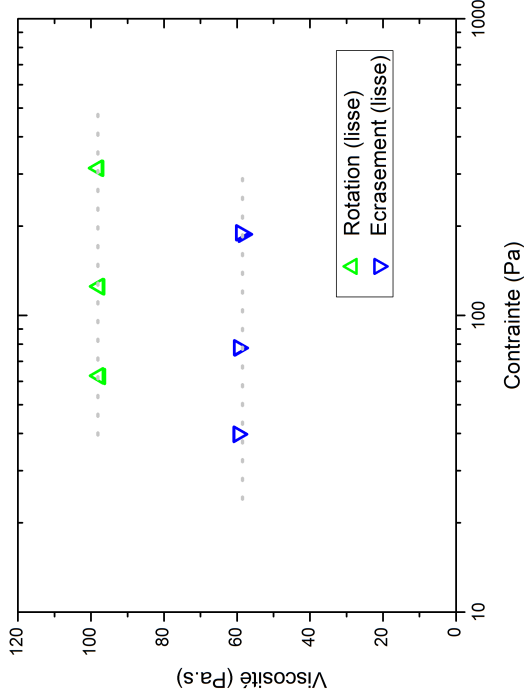
$$\eta_{47v1000}^* < \eta_{47v5000}^* < \eta_{47v100000}^* \Leftrightarrow n_{47v1000} < n_{47v5000} < n_{47v100000} \quad (IV.1)$$



(a) 47v1000, papier de verre P280 et surface lisse



(b) 47v1000, papier de verre P180 et surface lisse



(c) Rhodorsil 47v5000, plan sablé et plan lisse

(d) Rhodorsil 47v100 000, plan lisse

FIGURE IV.9 – Huiles Rhodorsil 47v1000, 47v5000 et 47v100 000

Résultat important :

- Ces expériences sur différents fluides newtoniens nous permettent de valider notre nouveau test rhéométrique en assurant que la mesure de viscosité est identique en cisaillement de rotation ou d'écrasement, que cela soit en imposant un cisaillement stationnaire ou oscillant.
- L'effet du papier de verre, qui avait été présenté au chapitre précédent, est confirmé avec les mesures en écrasement pour lesquelles l'écart données brutes / données corrigées est plus grand que dans le cas de la rotation. On est donc capable de prendre en compte simultanément en rotation et en écrasement un changement de conditions aux limites.
- Cependant, les résultats obtenus sont les huiles Rhodorsil de la série 47v sont surprenants et nous avons mis en lumière un point important de leur comportement, à savoir une anisotropie de comportement qui semble corrélée à leur longueur de chaîne.

IV.B Comportement non linéaire des suspensions visqueuses

Les suspensions de particules non colloïdales dans les fluides newtoniens ont un comportement particulier, nous l'avons vu lors de l'état de l'art, au paragraphe I.A.3.b. La mesure de viscosité par un cisaillement oscillant n'est pas la même que celle en cisaillement stationnaire, la première dépendant de l'amplitude des oscillations. Le minimum de viscosité est un repère intéressant pour comparer différentes expériences. Il a d'ailleurs été mis en évidence et mesuré sur des géométries différentes (en plan-plan et en Couette), ce qui est encourageant pour notre expérience. Ce type de matériau est donc un sujet idéal pour notre expérience. Placée dans notre géométrie, la suspension sera cisailée soit en rotation, soit en écrasement. Nous analyserons la réponse à chacune des sollicitations oscillantes dans l'espoir de mesurer le même comportement et valider ainsi notamment les formules donnant les déformations.

IV.B.1 Présentation de notre expérience

Nous utiliserons pour cela une suspension telle que celle décrite dans le paragraphe III.A.2 avec une concentration de 40 % en volume de billes de polystyrène de diamètre $80 \mu m$ dans l'huile silicone 550. La préparation est faite en la mélangeant aléatoirement afin de ne pas introduire d'anisotropie. Nous utilisons le papier de verre P50, dont la taille des grains est de $336 \mu m$. Cette grande rugosité nous assure que les billes de polystyrène peuvent pénétrer dans la rugosité et que le fluide est donc homogène, même à l'approche du papier de verre et au fond de la rugosité.

Une première suspension est placée dans l'entrefer et on amène doucement le disque supérieur à une distance de $h = 2 mm$ du disque inférieur (rayon $R = 30 mm$). On impose ensuite, en partant de l'état de repos, une contrainte de rotation oscillante : $\tau_{rot}(t) = \tau_{rot}^* \cdot \cos(2\pi ft)$, avec la fréquence des oscillations fixée à $f = 1 Hz$ et l'amplitude de la contrainte choisie dans l'intervalle $10^{-3} Pa < \tau_{rot}^* < 100 Pa$ (30 valeurs différentes sont imposées ; les résultats pour $\tau_{rot}^* < 10^{-3} Pa$ sont trop bruités et quand $\tau_{rot}^* > 100 Pa$ le fluide sort de l'entrefer). La valeur de la position angulaire est enregistrée et analysée, on en déduit alors la viscosité du fluide mesurée en oscillations de rotation.

Une fois les résultats obtenus en rotation, nous nettoyons la géométrie et reprenons la même suspension que nous plaçons dans les mêmes conditions. Nous effectuons alors des oscillations verticales en imposant $h(t) = h_0 + \delta_z \cdot \cos(2\pi ft)$, avec la fréquence des oscillations $f = 1 Hz$, l'entrefer de départ $h_0 = 2 mm$ et l'amplitude des oscillations δ_z avec 25 valeurs choisies dans l'intervalle $0,0011 mm < \delta_z < 0,4 mm$ (ce qui correspond, vu la configuration, à $0,01 < \gamma_{sq} < 3,9$). Nous ne pouvons pas atteindre des amplitudes de déformation plus faibles puisque le signal de $h(t)$ n'est alors plus une sinusoïde mais un créneau. Le maximum des amplitudes est dû à la grande déformation macroscopique du cylindre². Nous enregistrons la valeur de la force et l'analyse de ces signaux nous donne la viscosité de la suspension mesurée en oscillation d'écrasement.

Nous avons utilisé un papier de verre à forte rugosité, le P50. Selon les résultats obtenus précédemment sur les fluides newtoniens, nous devons modifier les données brutes en ajoutant à la valeur de l'entrefer une correction égale à $\delta h = 0,63 mm$ (avec $\delta h = 2d_{eq}$ et la formule donnant d_{eq} au paragraphe III.E.2). Les données sont donc toutes (contraintes et déformations des expériences en rotation et écrasement) corrigées par ce facteur.

2. En effet, lorsque $\delta_z = 0,4 mm$, $h_0 = 2 mm$ et $R = 30 mm$, à volume constant, on alterne entre un cylindre de hauteur $1,6 mm$ et de rayon $33,5 mm$ et un cylindre de hauteur $2,4 mm$ et de rayon $27,4 mm$. Le changement de forme est alors trop grand pour avoir une mesure précise.

IV.B.2 Résultats

Nous pouvons alors tracer les données finales. Les résultats sont dans la figure IV.10 où est représentée la viscosité, mesurée en rotation (ronds noirs) et en écrasement (carrés rouges), en fonction de la contrainte associée à la mesure.

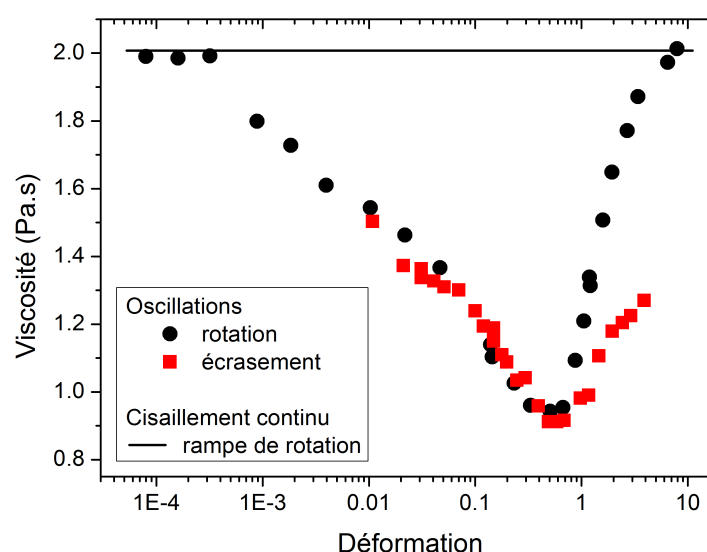


FIGURE IV.10 – Tracé de la viscosité d'une suspension concentrée à 40% de billes de polystyrène dans l'huile silicone 550 mesurée par des oscillations en rotation et en écrasement.

Les résultats sont très satisfaisants pour deux raisons. D'une part, les courbes de rotation et d'écrasement, considérées indépendamment l'une de l'autre, ont le même aspect (forme en V) que le résultat obtenu par Bricker et al. (figure I.3b). Ils avaient montré que le même effet apparaissait en géométrie plan-plan et en géométrie de Couette et qu'il était dû à un réarrangement de la microstructure. Nous retrouvons ici les mêmes résultats pour la géométrie plan-plan en rotation, et aussi dans la même géométrie mais avec l'écoulement d'écrasement. Cependant, le spectre des valeurs possibles pour l'écrasement est beaucoup plus réduit que pour la rotation. Ainsi, en rotation, on retombe sur la valeur mesurée en cisaillement stationnaire aux faibles et aux grandes contraintes, mais ce n'est pas le cas en écrasement.

D'autre part, et c'est le résultat le plus encourageant de cette étude, les deux courbes se superposent quasi parfaitement (après la correction de l'entrefer en prenant en compte tout le fluide). Ceci permet à la fois de montrer que les résultats de Bricker et Narumi sont valides dans un autre système de mesure – cisaillement simple dû à l'écrasement dans la géométrie plan-plan – mais aussi de confirmer l'écriture des contraintes et des déformations calculés dans le chapitre II.

En effet, on considérant que les contraintes $\tau_{rot} = \frac{3T}{2\pi R^3}$ et $\tau_{sq} = \frac{3hF}{2\pi R^3}$ sont exactes (nous le montrerons lors d'expériences de mesure de seuil, au paragraphe IV.C.3), alors les déformations

$\gamma_{rot} = \frac{3\Omega R}{4h}$ et $\gamma_{sq} = \frac{9RV}{4h^2}$ sont correctement évaluées puisque les puits des courbes $\eta_{rot} = f(\tau_{rot})$ et $\eta_{sq} = f(\tau_{sq})$ sont atteints pour la même contrainte et ont la même profondeur.

Remarque sur la forme de η_{sq} aux contraintes élevées

Nous avons fait remarquer que les courbes se superposent correctement. Si cela est vrai dans les faibles contraintes ainsi qu'au niveau du puit de viscosité, cela semble être plus délicat lorsque la contrainte augmente (à partir de 8 Pa environ).

Ceci est dû au changement de forme du fluide, trop grand pour mesurer correctement la viscosité. Ainsi, comme nous le montrions dans la présentation de cette expérience, dans les cas où la contrainte mesurée est supérieure à quelques Pascals, les variations du rayon et de la hauteur sont trop grandes.

Résultat important :

Cette expérience sur des suspensions visqueuses au comportement non linéaire nous a permis de valider finement le calcul théorique développé donnant les déformations et contraintes correspondant à l'écoulement de rotation et à l'écoulement d'écrasement.

IV.C Élastoplasticité des fluides à seuil

Les fluides à seuil que nous avons présentés dans le chapitre III ont un comportement élastoplastique. Lors d'une mesure en cisaillement simple à taux de cisaillement constant, la contrainte augmente d'abord proportionnellement à la déformation, donnant l'élasticité du matériau, puis sature à un plateau plastique. Nous allons ici comparer les résultats de telles expériences menées en rotation et en écrasement. Après avoir présenté le cas général, nous étudierons le régime élastique, puis le régime plastique. Nous discuterons enfin l'influence de la mise en place sur la mesure.

IV.C.1 Cas général

En partant de l'état de repos, nous imposons au fluide un cisaillement simple stationnaire. L'application du taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ fait croître la contrainte mesurée. La première partie de cette augmentation est linéaire par rapport à la déformation donnée par $\gamma = \dot{\gamma} \cdot t$ où t est le temps depuis le début de l'expérience et du cisaillement. La pente donne l'élasticité du matériau. Le résultat général obtenu en cisaillement simple est tracé dans la figure IV.11.

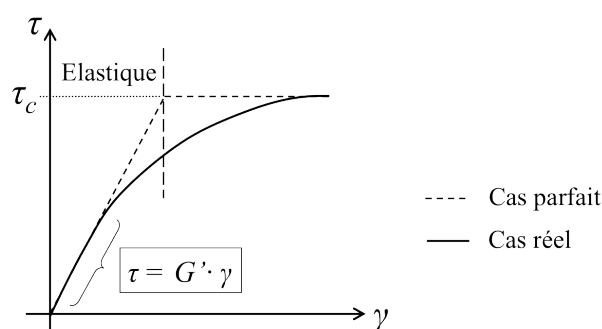


FIGURE IV.11 – Mesure de l'élasticité d'un fluide à seuil

À partir d'une certaine déformation, la contrainte quitte la zone linéaire et la valeur de la pente diminue doucement. Ensuite, la valeur de la contrainte tend vers un plateau plastique (d'une manière plus ou moins rapide selon le matériau et son histoire). Si le taux de cisaillement est faible (en général inférieur à $0,1 \text{ s}^{-1}$ — il s'agit d'être dans la zone plate de la courbe d'écoulement), le matériau se déforme très lentement et la contrainte mesurée correspond alors à la contrainte minimale à lui appliquer pour qu'il coule. La contrainte mesurée est donc celle du seuil du fluide, marque du passage du régime solide au régime liquide, correspondant au déblocage du matériau. Un résultat typique est présenté dans le graphique IV.12.

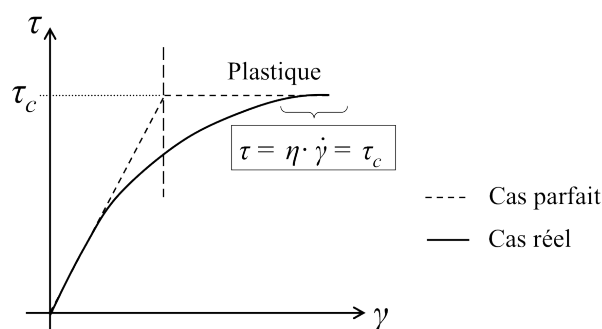


FIGURE IV.12 – Mesure d'un seuil d'écoulement

C'est cette procédure qui est utilisée en rhéométrie classique. La matière, placée dans une géométrie quelconque (plan-plan, cône-plan, Couette,...) est ainsi déformé très lentement et la mesure de la contrainte nous donnera la valeur seuil. Nous allons comparer les résultats de la rhéologie classique aux résultats d'une expérience identique menée avec le cisaillement simple d'écrasement.

Grâce à la séquence présentée au paragraphe III.B.2.d, nous sommes en mesure d'imposer un taux de cisaillement constant en écrasement. C'est ce que nous allons faire sur différents fluides à seuil afin de mesurer la contrainte nécessaire à la mise en écoulement, la contrainte seuil τ_c . Sur la figure IV.13 sont représentées les deux courbes des résultats d'une mesure de seuil en cisaillement simple sur l'émulsion 4. La figure (a) présente le tracé de la contrainte de rotation τ_{rot} en fonction de la déformation de rotation γ_{rot} pour une expérience où l'on a imposé un taux de cisaillement de rotation constant égal à $\dot{\gamma}_{rot} = 0,05 \text{ s}^{-1}$. La figure (b), quant à elle, présente le tracé de la contrainte d'écrasement τ_{sq} en fonction de la déformation d'écrasement γ_{sq} dans le cas où l'on a imposé un taux de cisaillement d'écrasement constant égal à $\dot{\gamma}_{sq} = 0,05 \text{ s}^{-1}$.

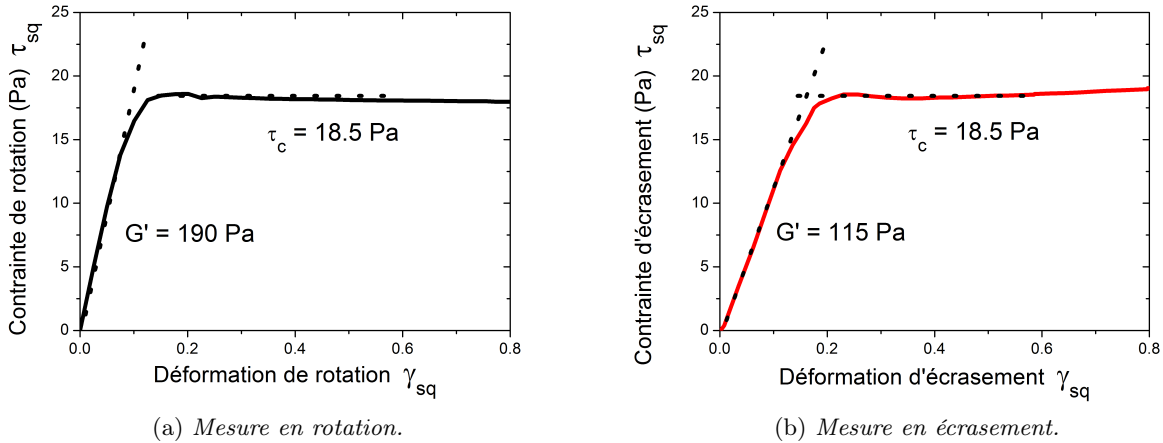
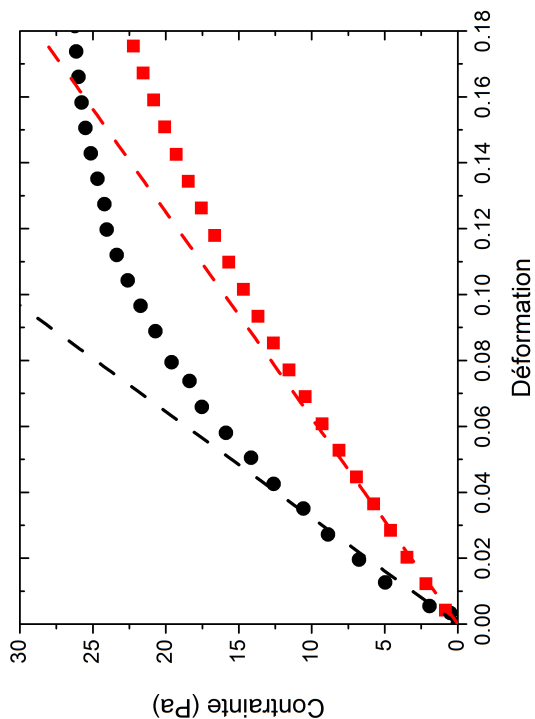


FIGURE IV.13 – Mesure du seuil à faible taux de cisaillement ($\dot{\gamma} = 0,05 \text{ s}^{-1}$).

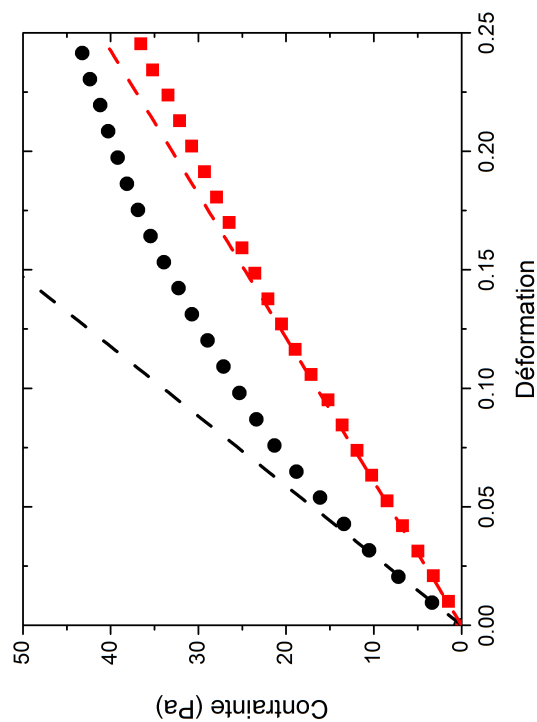
Dans les deux cas, le matériau présente le même comportement avec une montée linéaire élastique et un plateau preuve de sa plasticité. Dans cet exemple, nous mesurons exactement le même seuil de $18,5 \text{ Pa}$. Cependant, on remarque que l'élasticité mesurée, $G' = \tau/\gamma$ dans la zone linéaire, n'est pas la même lors d'un cisaillement de rotation (au cours de laquelle on mesure une élasticité valant $G' = 190 \text{ Pa}$) et lors d'un cisaillement d'écrasement (on mesure dans ce cas 115 Pa). Nous allons étudier plus en détail et pour différents matériaux, les résultats de la zone linéaire puis ceux de la zone plastique.

IV.C.2 Élasticité

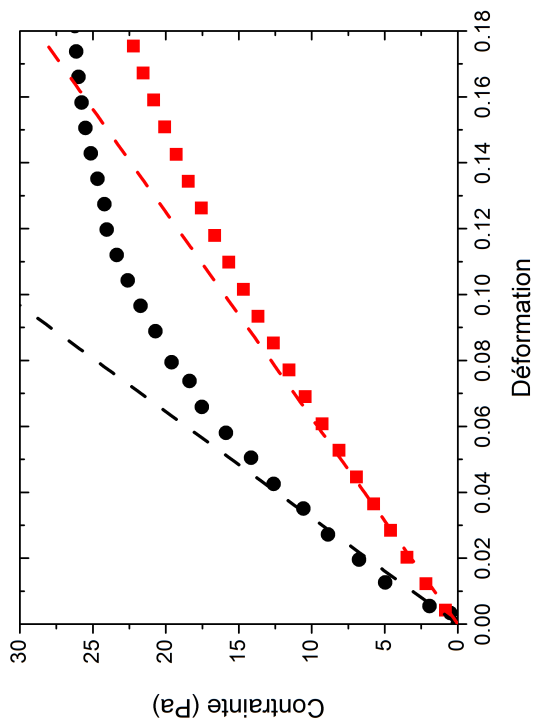
Nous appliquons ainsi à différents fluides un cisaillement simple de rotation ou d'écrasement. Le taux de cisaillement est constant pour toutes les expériences et vaut $\dot{\gamma}_{rot} = \dot{\gamma}_{sq} = 0,05 \text{ s}^{-1}$. Nous mesurons en continu la force ou le couple (en fonction du type de cisaillement, écrasement ou rotation). Nous traçons ensuite la contrainte en fonction de la déformation, $\tau_{sq} = f(\gamma_{sq})$ ou $\tau_{rot} = g(\gamma_{rot})$. Des résultats sur différents matériaux (avec un grossissement sur la zone linéaire) sont tracés dans la figure IV.14.



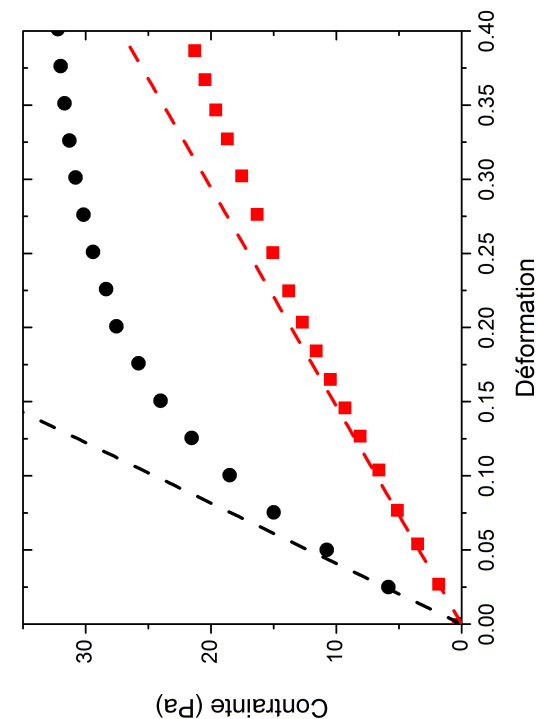
(a) Emulsion 7



(b) Emulsion 4



(c) Bentonite 7%



(d) Mousse Gillette

FIGURE IV.14 – Mesure d'élasticité par cisaillement stationnaire sur différents fluides à seuil. Les symboles représentent les données expérimentales (ronds noirs pour la mesure en rotation, carrés rouges pour la mesure en écrasement), les droites représentent la pente mesurée à l'origine.

Les courbes de la mesure effectuée en rotation ou en écrasement ne se superposent pas, ceci pour tous les matériaux étudiés. Le module de cisaillement élastique mesuré lors d'un cisaillement d'écrasement est toujours plus faible que le même module mesuré lors d'un cisaillement de rotation. Nous reportons dans le tableau IV.1 les valeurs des modules de cisaillement mesurés dans chacun des essais présentés dans la figure IV.14.

Matériau	Figure	Module de cisaillement élastique		Rapport G_{rot}/G_{sq}
		de rotation (Pa)	d'écrasement (Pa)	
Emul 7	IV.14a	575	295	1,95
Emul 4	IV.14b	310	160	1,94
Bentonite 7%	IV.14c	340	165	2,06
Mousse Gillette	IV.14d	245	68	3,6

TABLE IV.1 – Table donnant les caractéristiques de préparation des différentes émulsions utilisées

Ainsi, excepté le cas de la mousse Gillette, le rapport G_{rot}/G_{sq} est autour de 2. La mesure du module de cisaillement élastique n'est donc *a priori* pas correctement décrite par la théorie développée au chapitre II. Nous y reviendrons lors de la présentation des mesures d'élasticité en oscillations.

Le cas de la mousse Gillette peut probablement être expliqué par le coefficient de Poisson. En effet, nous avons considéré lors du calcul théorique que les fluides étudiés étaient incompressibles, donc avec $\nu = 0,5$. Ceci nous a permis d'avancer et d'obtenir les expressions pour les taux de déformation et de contraintes. Cependant, la mousse ne fait pas partie de ces fluides incompressibles. Une piste d'étude pour la suite est donc de mesurer proprement le coefficient de Poisson des matériaux utilisés et de tenter de l'intégrer au calcul de la force pour un cisaillement d'écrasement. Il faudrait aussi continuer les expériences en jouant sur la concentration de bulles d'air dans des émulsions par exemple et d'en mesurer l'effet.

IV.C.3 Plasticité

Intéressons nous désormais à la zone plastique. Comme nous l'avons vu avec les courbes de la figure IV.13, la contrainte atteint un plateau plastique en cisaillement simple, quelque soit la direction de l'écoulement (rotation ou écrasement). Nous menons l'expérience pour différents matériaux en imposant toujours un taux de cisaillement faible et identique en rotation et en écrasement. À chaque fois, nous mesurons la valeur de la contrainte seuil du plateau : τ_{rot} pour une mesure en rotation et τ_{sq} pour une mesure en écrasement. On trace ensuite τ_{rot} en fonction de τ_{sq} pour chaque fluide utilisé et nous le comparons à la droite $y = x$, c'est ce qui est représenté sur la figure IV.15.

Chaque point représente donc un matériau et deux mesures : une en cisaillement de rotation et une en cisaillement d'écrasement. Le très faible écart entre les différents points et la droite $y = x$ montre l'excellent accord entre les deux types de mesure. La mesure du seuil des matériaux par une expérience d'écrasement est donc validée par ces résultats.

Cette expérience est la première étape de la mesure des contraintes seuil des fluides à seuil dans notre écoulement 3D. En effet, nous avons comparé ici les résultats obtenus en rotation et en écrasement. On a alors mesuré séparément, dans chacune des deux directions, le seuil en imposant un faible taux de cisaillement $\dot{\gamma}_{rot}$ ou $\dot{\gamma}_{sq}$. La suite de cette expérience vient donc logiquement : nous

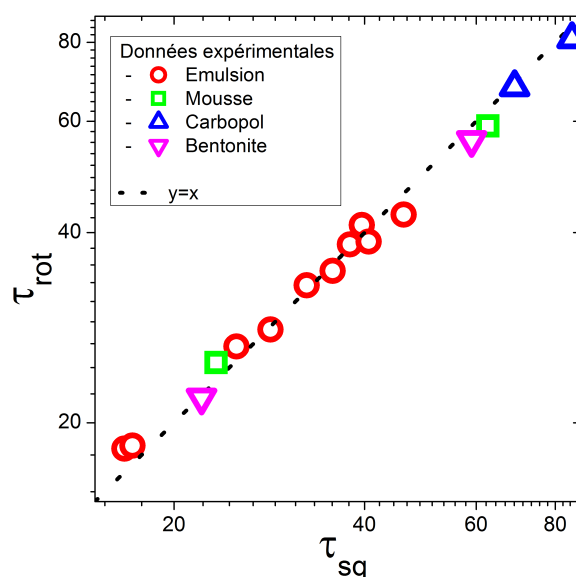


FIGURE IV.15 – Comparaison mesure du seuil en rotation / mesure du seuil en écrasement pour différents fluides et différentes conditions

allons toujours imposer un faible cisaillement pour mesurer le seuil, mais il ne sera plus unidirectionnel. Il sera la combinaison des deux écoulements. En imposant $\dot{\gamma} = \sqrt{\dot{\gamma}_{rot}^2 + \dot{\gamma}_{sq}^2}$, on mesure les contraintes τ_{rot} et τ_{sq} et on en déduira un critère de seuil 3D. Nous présenterons cette expérience et les résultats dans le paragraphe V.C.

IV.C.4 Influence de la mise en place

Nous l'avons introduit au cours du chapitre III.C (en particulier en présentant la figure III.23), la mise en place doit être contrôlée pour obtenir une mesure précise. Ainsi, nous avons démontré que la précisaillage (voulu par l'opérateur ou subi par le matériau suite à la mise en œuvre) joue un rôle très important et la déformation nécessaire pour que la contrainte atteigne le plateau plastique en dépend.

Nous avons désormais accès, grâce à la mesure en écrasement, à une information plus riche. Ainsi, au lieu de comparer l'effet de différentes mises en place sur la mesure du seuil en rotation, nous allons utiliser la mesure d'écrasement pour augmenter le nombre de configurations. Nous avons montré que plus l'angle entre la direction du précisaillage et la direction de la mesure est grand, plus la déformation nécessaire pour atteindre le plateau plastique est grand. Nous avons testé les cas où cet angle valait 0° (rotation+/rotation+), 90° (écrasement/rotation+) et 180° (rotation-/rotation+). Avec le test d'écrasement, il est aisé de reproduire les situations analogues aux précédentes : dans le cas où l'angle vaut 0° , on fera une mesure en écrasement à l'issue de l'écrasement ; pour obtenir un angle de 90° , on mesurera le seuil en écrasement après avoir précisaillé le matériau par rotation ; enfin, pour que l'angle vaille 180° , on écrasera le matériau après l'avoir étiré.

Les résultats de ces expériences (les mesures en rotation présentées précédemment et les nouvelles mesures en écrasement) sont tracés dans la figure IV.16. Les courbes noires correspondent à

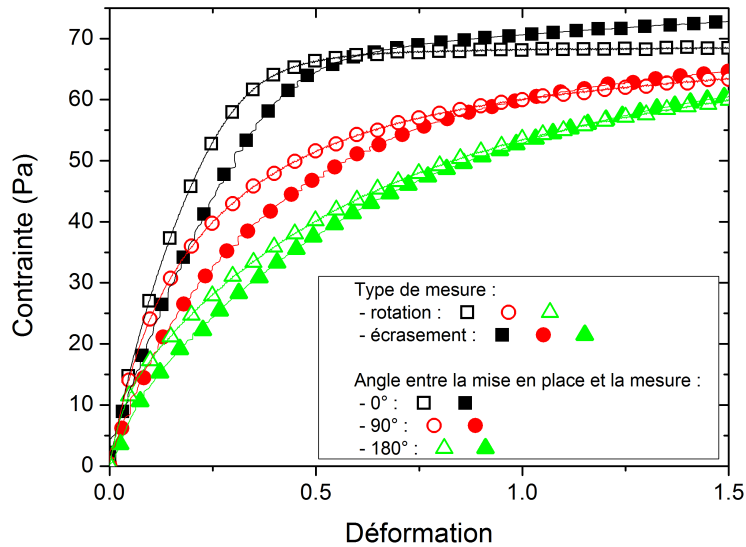


FIGURE IV.16 – *Mesure du seuil d'un carbopol en squeeze et en rotation après différentes mises en place*

un angle de 0° entre le précisaillement et la mesure (rotation+/rotation+ et écrasement/écrasement), les courbes rouges à un angle de 90° (écrasement/rotation+ et rotation+/écrasement) et les courbes vertes à un angle de 180° (rotation-/rotation+ et étirement/écrasement).

Ainsi, que la mesure soit effectuée par le cisaillement de rotation ou d'écrasement, l'effet du précisaillement est identique. Le plateau plastique est atteint plus rapidement lorsque l'angle entre la direction du précisaillement et la direction de la mesure vaut 0° que lorsqu'il vaut 90° ou encore 180° . Nous mesurons ici les importantes similitudes entre les deux écoulements : ceux sont deux cisaillements simples avec une unique direction d'écoulement et dont on est capable de rendre compte quantitativement simultanément. Nous mettons aussi en exergue que la mise en place est un précisaillement important. Il faut le prendre en compte lorsque nous manipulons des matériaux anisotropes.

Résultat important :

- Par cette série d'expériences, nous montrons que les deux cisaillements simples, rotation et écrasement, permettent tous les deux de mettre en évidence le caractère élastoplastique des fluides à seuil.
- Nous mesurons bien la même contrainte seuil dans les deux directions. Cependant l'élasticité n'est pas identique. Ceci suggère que la déformation de cisaillement en régime solide est mal calculée.
- De plus, grâce à l'orthogonalité de ces cisaillements, nous pouvons mesurer des effets d'histoire et de mise en place plus riches et mettre en évidence des comportements anisotropes.

IV.D Oscillations sur les fluides à seuil

Dans cette section, nous allons décrire les résultats obtenus sur les fluides à seuil par rhéologie oscillatoire. Toujours en comparant les résultats du cisaillement de rotation à ceux du cisaillement d'écrasement, et après avoir présenté le principe de l'expérience, nous allons en premier lieu mesurer l'élasticité des fluides à seuil en imposant une déformation oscillante à faible amplitude. En second lieu, nous analyserons les résultats des mesures du module élastique G' et du module visqueux G'' pour des amplitudes de déformation plus larges.

IV.D.1 Principe, cas du ressort

Nous voulons désormais mesurer l'élasticité des matériaux en imposant une déformation oscillante que nous écrivons de la manière suivante : $\gamma(t) = \gamma_0 \cdot \cos(2\pi ft)$ où γ_0 est l'amplitude de la déformation et f la fréquence du signal fixée à 1 Hz . Nous pouvons imposer ces déformations en rotation grâce au rhéomètre Kinexus et en écrasement grâce à la platine de translation. En faisant varier soit l'angle maximal de déformation, soit l'amplitude de déplacement de la platine de translation, nous avons accès à une large gamme de déformations γ_{rot} et γ_{sq} , respectivement.

Pour imposer la déformation d'écrasement, nous programmons la platine de translation pour qu'elle effectue un déplacement donné par $h_{\text{platine}}(t) = h_1 \cdot \cos(2\pi ft)$. L'entrefer varie donc de la manière suivante : $h(t) = h_0 - h_1 \cos(2\pi ft)$. Dans le graphique IV.17 nous présentons le résultat d'un déplacement d'amplitude $h_1 = 0,102\text{ mm}$ à un ressort de raideur $k = 320\text{ N.m}^{-1}$. Les signaux de déplacement et force sont en phase comme attendu. Les amplitudes sont calculées par le code Scilab en annexe D.B et tracées en traits pointillés.

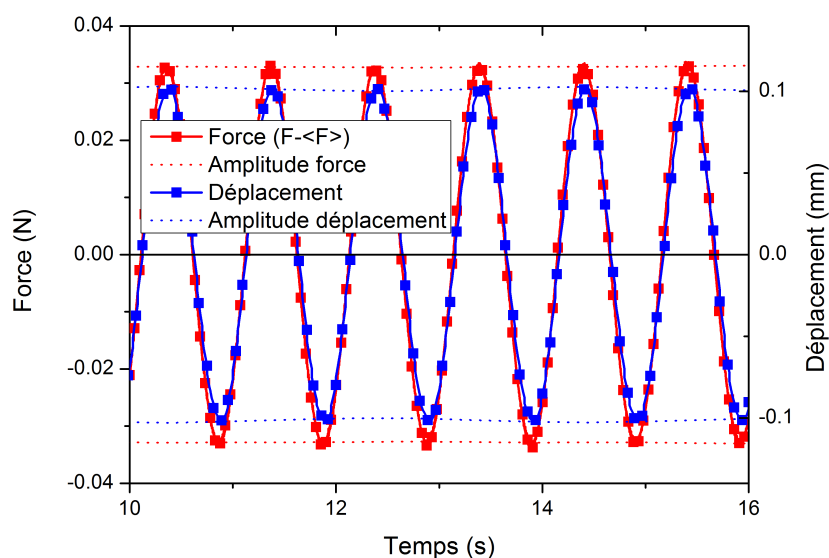


FIGURE IV.17 – Résultats bruts d'un déplacement vertical d'amplitude $h_1 = 0,102\text{ mm}$ et de fréquence $f = 1\text{ Hz}$ sur un ressort de raideur $k = 320\text{ N.m}^{-1}$.

IV.D.2 Cas linéaire, mesure d'élasticité

L'expérience est menée sur différents fluides et dans différentes configurations. Deux exemples typiques sont présentés dans la figure IV.18 : le cas de l'émulsion 7 (figure IV.18a) et le cas du carbopol 0,3% (figure IV.18b). Nous déformons donc le matériau de manière oscillante. On peut mesurer les modules élastique G' et de perte G'' grâce à la mesure de la phase entre la déformation imposée et la contrainte qui en découle. Nous ne nous intéressons qu'à la réponse élastique du matériau, on ne trace donc le module élastique G' .

Les données des modules élastiques mesurés par des oscillations de rotation sont tracées en ronds noirs. Nous mesurons $G'_{rot} = 485 Pa$ pour l'émulsion 7 et $G'_{rot} = 381 Pa$ pour le carbopol 0,3%. Les premiers points sont sur un même plateau, ce qui indique que le matériau répond alors linéairement à la sollicitation (la suite est présentée dans le paragraphe suivant).

Les données des modules élastiques mesurés par des oscillations d'écrasement sont tracées en carrés rouges vides. Les points correspondants aux plus faibles amplitudes de déformation sont aussi alignés sur un plateau, la réponse est donc aussi linéaire avec le cisaillement d'écrasement. Cependant, nous mesurons ici $G'_{rot} = 235 Pa$ pour l'émulsion 7 et $G'_{rot} = 189 Pa$ pour le carbopol 0,3%. Ce qui représente la moitié des modules élastiques mesurés par la rotation.

Résultat important :

- La première remarque est que nous validons, grâce aux plateaux du module élastique, que la réponse du matériau est linéaire, en rotation et en écrasement.
- Cependant, de la même manière que lors de la mesure du module de cisaillement élastique en cisaillement stationnaire, la mesure du module élastique G' n'est pas la même en rotation et en écrasement. La mesure en écrasement est deux fois plus faible que celle en rotation. Nous pensons, pour tenter de résoudre ce problème, travailler sur des échantillons avec ou sans bulles pour faire varier le coefficient de Poisson.

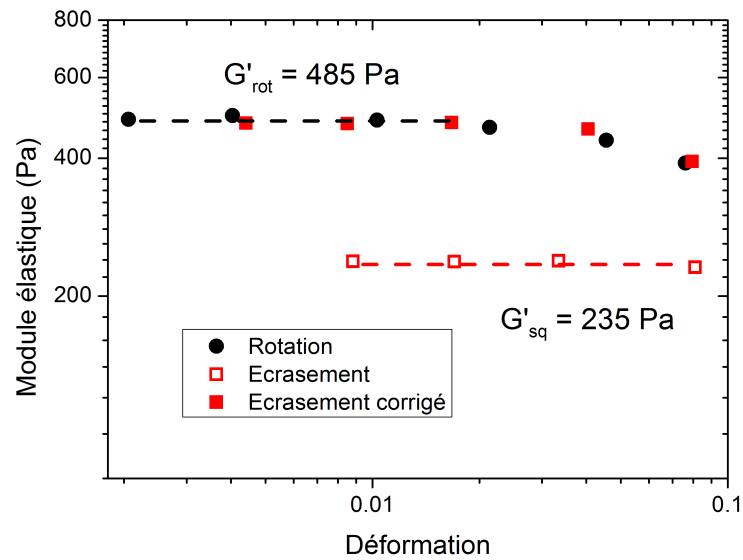
Cas de la gélatine

Pour vérifier l'origine du problème de définition du module élastique, et pour éliminer l'hypothèse du fluide, nous appliquons la même expérience à un cylindre de gélatine tel que nous avons présenté au chapitre III. Les résultats d'oscillations de rotation et d'écrasement sont tracés dans la figure IV.19.

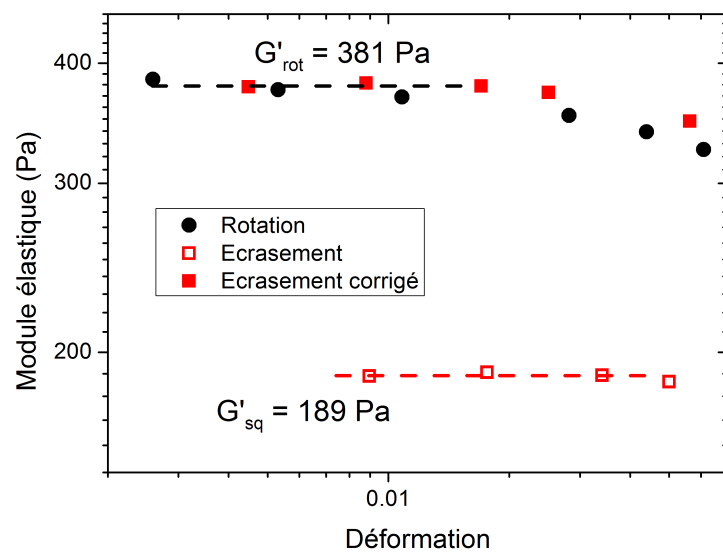
Les données corrigées ont été obtenues en divisant la déformation d'écrasement par un facteur 2. Elles se superposent alors aux résultats obtenus en rotation. Le fluide n'est donc probablement pas à l'origine de cet écart, mais c'est le calcul d'élasticité qui doit être remis en cause.

Synthèse

Avec ces résultats et ceux de la partie élastique de la mesure en cisaillement stationnaire (paragraphe IV.C.2, page 122), nous mesurons la difficulté de correctement définir des expressions des contraintes et déformations universelles, valables pour tous les matériaux. Les différentes expériences



(a) Emulsion 7



(b) Carbopol 0,3%

FIGURE IV.18 – Mesure de l'élasticité de différents fluides à seuil par un cisaillement oscillant en rotation et en écrasement. On doit multiplier par un facteur 2 la valeur du module élastique G' mesuré en écrasement afin de superposer les résultats obtenus en rotation et en écrasement.

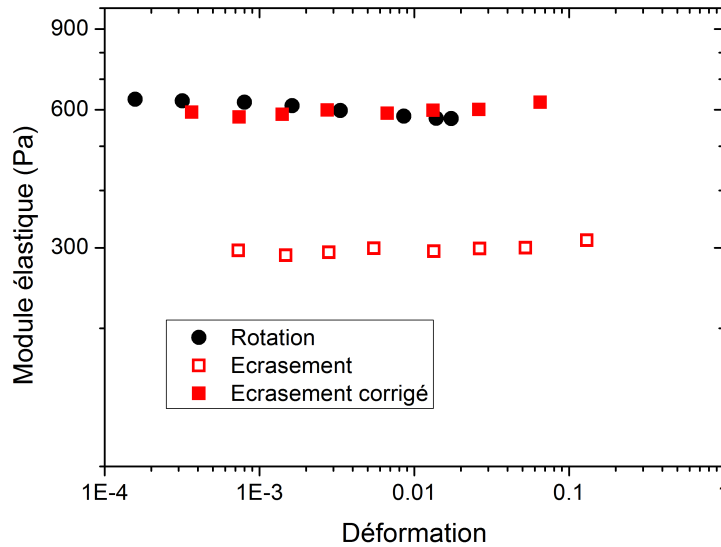


FIGURE IV.19 – Résultats d'oscillations de rotation et d'écrasement sur un cylindre de gélatine.

menées sur les fluides newtoniens avaient validé le calcul théorique puisque les résultats obtenus en rotation et en écrasement étaient identiques. Nous avons aussi montré que la dépendance en l'entrefer était correctement prise en compte grâce à l'artéfact de mesure dû à la rugosité du papier de verre. Cependant, dans le cas de la mesure d'élasticité des fluides à seuil soumis à des faibles déformations, en oscillations ou en cisaillement stationnaire, un facteur 2 apparaît entre la mesure en rotation et la mesure en écrasement. Nous n'avons à l'heure actuelle aucune explication permettant de comprendre pourquoi les grandeurs caractérisant l'écrasement sont mal évaluées pour des matériaux élastiques.

IV.D.3 Oscillations de large amplitude au delà de l'élasticité linéaire

En travaillant sur les mêmes systèmes, émulsion 7 et carbopol 0,3%, et avec les mêmes séquences de mesure, nous allons désormais imposer des amplitudes de déformation plus larges et considérer aussi la réponse visqueuse. Les résultats sont présentés dans la figure IV.20 en fonction du paramètre mesuré : module élastique ou module visqueux.

IV.D.3.a Module élastique

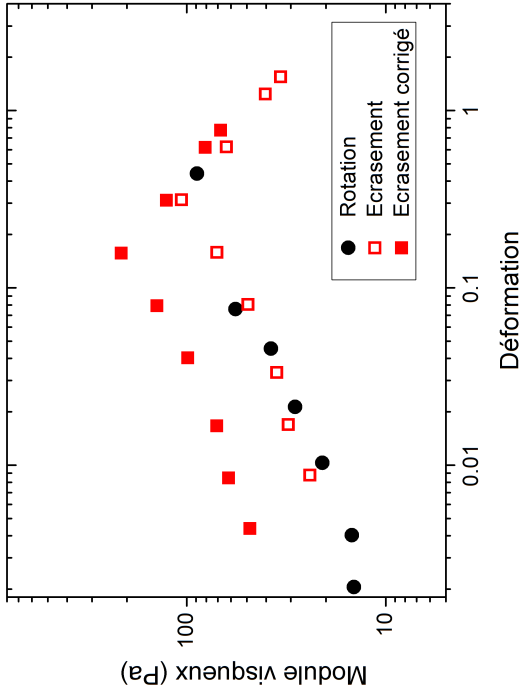
Les modules élastiques sont tracés dans les figures IV.20a (émulsion 7) et IV.20c (carbopol 0,3 %). La partie élastique linéaire a déjà été présentée et nous avons alors discuté du facteur 2 entre les résultats de la rotation et de l'écrasement. Les données brutes de l'écrasement sont tracés en carrés rouges vides, tandis que les carrés rouges pleins représentent les données corrigées par le facteur 2. Les données de la rotation ne sont pas modifiées et sont en ronds noirs pleins. Dans la zone des larges amplitudes, on remarque que la division par 2 de la déformation d'écrasement sans changer la valeur de τ_{sq} , et par là même la multiplication par 2 du module élastique d'écrasement, permet de faire correspondre les courbes de réponse non linéaire de $G'_{rot} = f(\gamma_{rot})$ et $G'_{sq} = f(\gamma_{sq})$. Ceci indiquée que τ_{sq} reste bien évalué, tandis qu'une surévaluation de γ_{sq} d'un facteur 2 est à l'origine des mauvaises mesures d'élasticité en écrasement.

IV.D.3.b Module visqueux

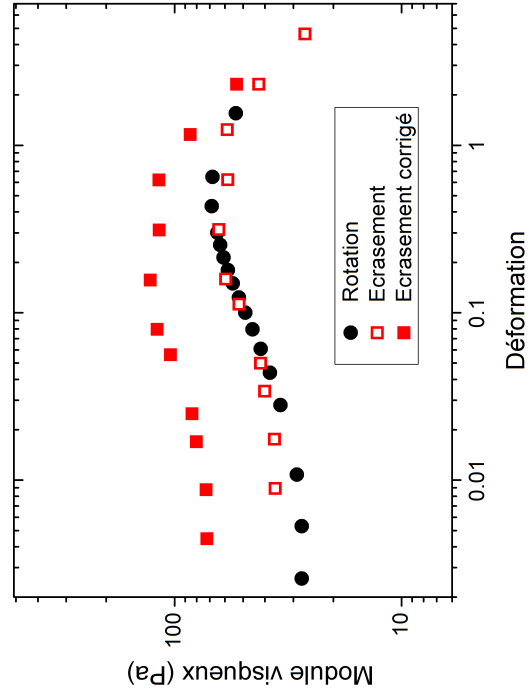
Les modules visqueux sont tracés dans les figures IV.20b (émulsion 7) et IV.20d (carbopol 0,3 %). Les symboles sont les mêmes que pour le module élastique. Nous remarquons que les résultats bruts de rotation et d'écrasement sont identiques, la correction par le facteur 2 — nécessaire dans le cas de la mesure du module élastique par des oscillations ou du module de cisaillement par cisaillement stationnaire — est ici inutile et conduit à un désaccord entre les données. Ce résultat est à la fois surprenant et rassurant. Surprenant parce qu'en travaillant sur le même matériau, dans les mêmes conditions et en imposant une unique déformation, les réponses en phase et en quadrature de phase doivent être corrigés pour le premier et sont cohérents pour le second. Ainsi la déformation appliquée en écrasement semble-t-elle à la fois correctement évaluée du point de vue de la sollicitation visqueuse du matériau, et surévaluée d'un facteur 2 du point de vue de sa sollicitation élastique. Rassurant parce que si l'on ne considère que la réponse visqueuse, alors les résultats sont conformes aux résultats obtenus sur les fluides purement visqueux tels l'huile Silicone 550 ou les dilutions de glucose.

Résultat important :

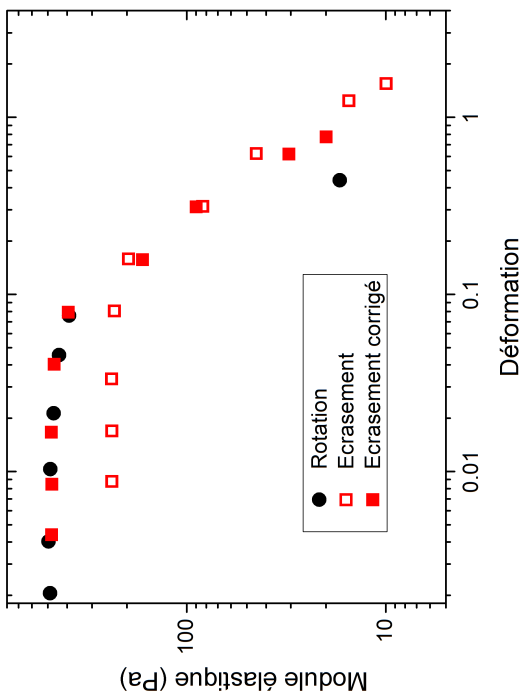
De l'étude des deux modules — élastique et visqueux — nous déduisons que d'une part les paramètres que nous proposons sont valides dans le cas de la mesure de viscosité. Cependant, théorie et expériences ne sont pas en accord dans le cas de la mesure d'élasticité, que cela soit en imposant un cisaillement simple ou un cisaillement oscillant. Un facteur, estimé à 2, existe entre les prédictions et les mesures. L'analyse de la réponse non-linéaire permet de montrer que l'évaluation de τ_{sq} reste correcte, tandis que γ_{sq} est surévaluée d'un facteur 2 lorsque le comportement élastique du matériau est en jeu.



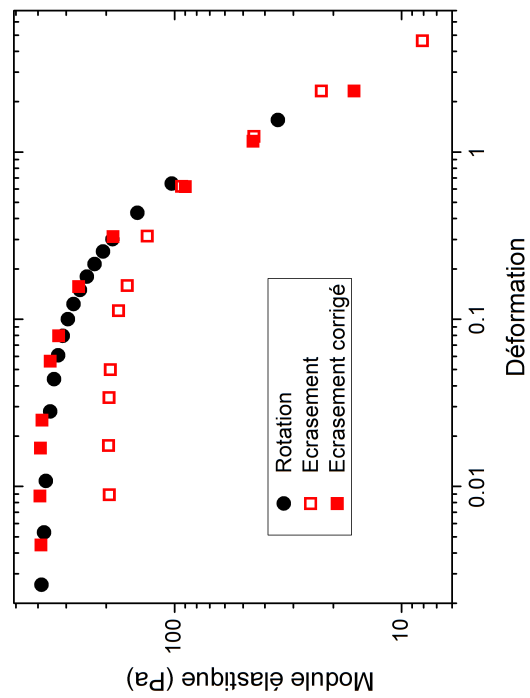
(b) Emulsion 7, module visqueux



(d) Carbobol 0,3%, module visqueux



(a) Emulsion 7, module élastique



(c) Carbobol 0,3%, module élastique

FIGURE IV.20 – Oscillations sur différents fluides à seuil.

IV.E Adhésion des fluides à seuil

L'expérimentation que nous allons décrire ici a été chronologiquement la première à être menée et correspond aux études menées pendant le stage et le début de la thèse. Nous avons utilisé la machine de force, le seul des trois appareils disponible à ce moment là. Tous les résultats obtenus lors des expérimentations et présentés dans ce paragraphe ont été publiés dans l'article [3], et il peut être utile de s'y référer pour plus de précisions.

IV.E.1 Motivations

On s'intéresse dans cette étude au rôle du seuil dans les propriétés d'adhésion des fluides à seuil sur les parois. Le problème d'adhésion est un sujet qui peut avoir un écho important dans les différentes industries utilisant au cours de leur processus une pâte. Cela inclut toutes les industries des matériaux du génie civil, des produits agro-alimentaires, des cosmétiques et produits de beauté, *etc.* Les problèmes posés par le nettoyage des outils industriels souillés et par la perte de matière sur les parois doivent être compris et résolus pour augmenter l'efficacité dans les usines utilisant de tels matériaux.

Au delà de ce problème purement pratique et industriel, la compréhension des phénomènes d'adhésion des fluides à seuil sont mal connus et peu maîtrisés. De surcroît, les questions de tension de surface de ces fluides n'ont que peu été abordées dans la littérature ([9], [37], [61]). Avec la machine de force disponible au laboratoire et la théorie développée au chapitre II, nous avons tous les outils disponibles pour créer une expérience de mesure de d'adhésion. Nous nous sommes donc logiquement intéressés à ce problème.

IV.E.2 Description de l'expérience

Un certain volume V_{ol} de matériau à étudier est prélevé à l'aide d'une seringue. Il est ensuite placé entre les deux disques parallèles (recouverts de papier de verre P180) et est écrasé jusqu'à atteindre l'entrefer désiré. L'expérience commence alors à proprement parler et le matériau est étiré par le déplacement vertical du disque supérieur. Au cours de l'étirement, et en fonction des différents paramètres (nous les décrirons par la suite), le matériau va soit se pincer en un unique point, soit former un étoile à plusieurs branches et ramifications. Dans tous les cas, lorsque l'entrefer entre les deux disques devient suffisamment grand, le fluide est séparé en deux parties de volumes à peu près équivalents, une sur chaque disque. La valeur de la force est enregistrée à chaque instant et on peut la tracer en fonction de l'espacement entre les deux plateaux, obtenant une courbe du type de la figure III.9, page 70.

Au total, une centaine de tests ont été effectués avec le même protocole de mise en place et la même technique de mesure. Nous avons fait varier les paramètres suivants :

- le seuil du matériau τ_c : deux Carbopol ont été utilisés, avec deux concentrations en polymère différentes (0,4% et 1,5%), donnant deux seuils de contrainte différents (respectivement 60 Pa et 106 Pa),
- la hauteur de démarrage h_0 : hauteur à partir de laquelle l'expérience d'étirement commence, c'est donc la hauteur initiale du cylindre,
- l'aire S_0 de la surface de contact entre le cylindre et les disques au début de l'expérience, le volume de fluide utilisé est donc simplement donné par $V_{ol} = h_0 \cdot S_0$.

La vitesse d'étirement a été fixée à $V = 10^{-2} \text{ mm.s}^{-1}$. Nous avons été motivé dans ce choix par la courbe présentée dans la figure IV.21. Sur cette figure sont représentés les résultats d'une série d'expériences particulière : pour un jeu de paramètres fixés – surface initiale, hauteur initiale et seuil du matériau – nous avons fait varier la vitesse d'étirement V et calculé pour chaque mesure l'énergie nécessaire à la séparation des deux plateaux (la description de ce paramètre sera précisé ci-après). La courbe énergie/vitesse ainsi obtenue a la même allure que la courbe d'écoulement contrainte/taux de déformation d'un fluide à seuil comme le Carbopol : dans les basses vitesses, l'énergie d'adhésion est constante, ce qui est semblable au plateau du seuil de contrainte de la courbe d'écoulement, et dans les hautes vitesses un terme dépendant de la vitesse vient s'ajouter. En fixant la vitesse à $V = 10^{-2} \text{ mm.s}^{-1}$, qui est la vitesse la plus importante permettant de rester sur le plateau du seuil, on s'affranchit du terme en vitesse, seul le seuil joue alors dans la mesure, et on garde des expériences avec un temps raisonnable (évitant ainsi des problèmes de séchage ou de déviation du capteur de force).

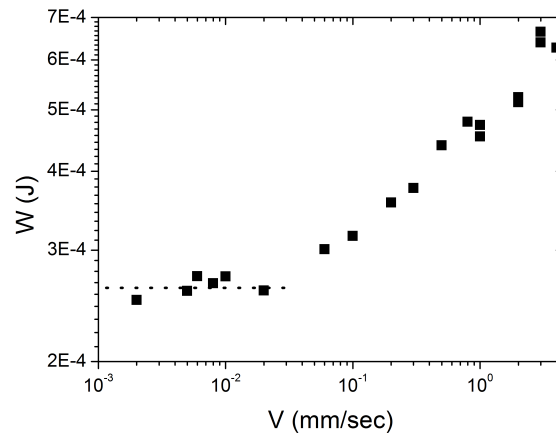


FIGURE IV.21 – Dépendance de l'énergie W en la vitesse d'étirement V

IV.E.3 Résultats bruts, calcul de l'énergie

Dans la figure IV.22 sont représentés différents résultats d'étirement pour un Carbopol (concentration de 0,4 %, seuil de 60 Pa) et un volume donné ($0,2 \text{ ml}$). La hauteur de début de l'expérience h_0 a été changée pour chaque expérience, allant de $0,36 \text{ mm}$ à 2 mm , faisant ainsi varier la surface initiale et le rapport d'aspect au début de l'expérience.

Nous notons tout de suite que les courbes se superposent les unes aux autres sur une unique courbe maîtresse. Ceci prouve ainsi l'existence d'une loi de comportement quelques soient les valeurs initiales de la hauteur et de la surface. La zone de décollement des deux plateaux, aux valeurs élevées de l'entrefer, est relativement la même pour toute les mesures, les décrochages sont similaires.

Pour comparer les différents essais avec tous les paramètres utilisés (seuil et paramètres géométriques) et pour quantifier l'adhésion, nous avons décidé de nous intéresser à l'énergie donnée par $W = \int_{h_0}^{h_c} F(h)dh$ où h_0 est la hauteur de démarrage de l'expérience et h_c la hauteur pour laquelle le fluide est séparé en deux. Cette énergie totale, apportée par la machine de force au fluide, a permis de passer d'un état où le fluide était en un seul cylindre à un état où il est en deux dépôts de tailles relativement égales sur chacun des disques. Ainsi, cette énergie peut être assimilée à la

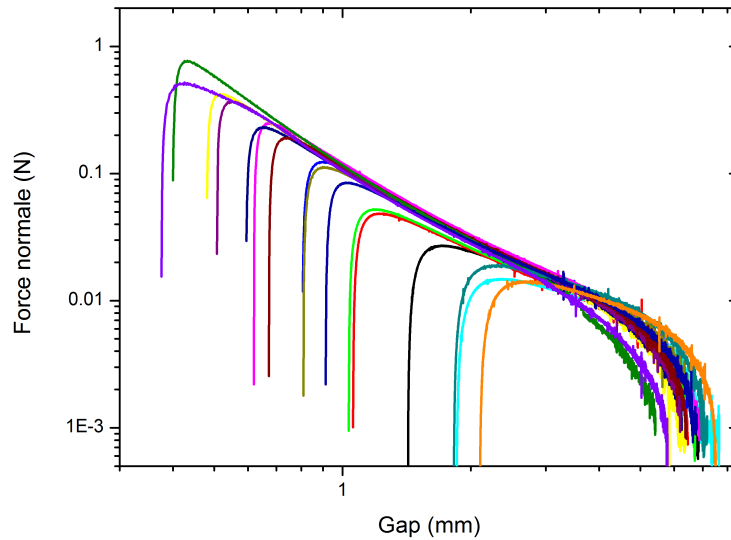


FIGURE IV.22 – Jeu de courbes d’étirement pour le Carbopol à 0,4% et un volume de 0,2 ml

création des deux nouvelles surfaces par l’écoulement du fluide, c’est pourquoi nous l’appellerons énergie d’adhésion.

Puisque l’écoulement se fait à vitesse lente (voir figure IV.21), on peut considérer que le matériau s’écoule de manière quasi-statique et que seule la contrainte seuil contribue à la mesure de la force, éliminant ainsi le terme en vitesse (le calcul complet de la force est mené dans quelques articles de la littérature, lire en particulier [2], [28], [30] et [55]). On peut dans ce cas, et grâce à l’équation de la figure II.6 de la page 52 sous l’hypothèse de lubrification, écrire que :

$$F(h) = \frac{2\pi R^3(h)\tau_c}{3h} = \frac{2\pi R_0^3 h_0^{3/2} \tau_c}{3h^{5/2}} \quad (\text{IV.2})$$

en faisant remarquer que le volume est conservé et donc que $R^2 h = R_0^2 h_0$. On peut alors facilement intégrer cette expression entre h_0 et h_c , coupure du dernier contact entre les deux dépôts de fluide, donnant :

$$W = \frac{2\pi R_0^3 h_0^{3/2} \tau_c}{3} \cdot \left[\frac{-2/3}{h^{3/2}} \right]_{h_0}^{h_c} = \frac{4\pi R_0^3 h_0^{3/2} \tau_c}{9} \cdot \left(\frac{1}{h_0^{3/2}} - \frac{1}{h_c^{3/2}} \right) \quad (\text{IV.3})$$

Si nous supposons³ que $h_c \gg h_0$, soit $\frac{1}{h_c^{3/2}} \ll \frac{1}{h_0^{3/2}}$ et que nous faisons intervenir la surface initiale $S_0 = \pi R_0^2$, on obtient :

$$W = \frac{4\pi R_0^3 h_0^{3/2} \tau_c}{9h_0^{3/2}} \quad (\text{IV.4})$$

Soit :

3. En se référant aux résultats de la figure IV.22, on remarque que pour le plus grand h_0 , égal à 2 mm, h_c est de l’ordre de 8 mm, l’erreur en négligeant le terme en h_c est de 10% ; pour le plus petit h_0 , elle tombe à moins de 2%.

$$W = \frac{4S_0^{3/2}\tau_c}{9\sqrt{\pi}} \quad (\text{IV.5})$$

On obtient une formule simple où l'énergie nécessaire ne dépend que d'une puissance de la surface initiale à décoller et du seuil du matériau. Cette formule répond correctement aux intuitions physiques que l'on pourrait avoir sur ce phénomène.

IV.E.4 Observations et paramètres géométriques

Intéressons-nous en premier lieu à la forme du matériau à la fin de l'expérience. Pour cela, nous allons mesurer deux grandeurs :

- h_c : la hauteur de coupure, valeur du gap à laquelle le dernier contact entre les parties inférieure et supérieure du matériau se rompt,
- S_f : la surface occupée par le dépôt du matériau sur un des deux disques, le dépôt final étant soit sous forme pyramidale à base circulaire soit en forme d'étoile à multiples branches, dans ce cas la surface utilisée est celle du cercle circonscrit à la forme finale (voir figure IV.24).

Ces deux paramètres mesurés sont décrits sur le schéma de la figure IV.24, selon les différents types de décollement, en un dépôt pyramidal ou en arbre.

La hauteur h_c est divisée par la racine cubique du volume, obtenant un nombre sans dimension ; la surface S_f est divisée S_0 , obtenant un deuxième nombre sans dimension. Ces deux nombres, $h_c/V_{ol}^{1/3}$ (multiplié par 10 pour des raisons pratiques de représentation graphique) et S_f/S_0 , sont tracés en fonction de $S_0^{3/2}/V_{ol}$ sur le graphique de la figure IV.23⁴. La légende est la suivante : les formes vides correspondent au Carbopol dont le seuil est de 60 Pa, les formes pleines à celui dont le seuil est de 106 Pa ; les carrés noirs représentent les essais pour lesquels un volume de 0,05 ml a été utilisé, les ronds rouges 0,1 ml, les triangles verts 0,2 ml et les étoiles bleues 0,5 ml.

Ces deux courbes permettent de déterminer quatre zones, décrivant quatre régimes différents de l'expérience d'étirement. Les quatre zones sont séparées par les segments pointillés verticaux et les régimes sont notés (a), (b), (c) et (d). Les quatre photographies de la figure IV.24 correspondent à chacun des quatre régimes définis par les courbes précédentes et donnent l'aspect général du dépôt inférieur après un étirement pour chacun des cas.

Dans le régime (a), pour lequel $R_0/h_0 \approx 1$, la surface finale est égale à la surface initiale, et la hauteur de coupure est très grande devant les autres longueurs. Dans ce cas, l'écoulement radial est quasi inexistant et seule la composante verticale de la vitesse est significative.

Dans le régime (b), jusqu'à $S_0^{3/2}/V_{ol}$ de l'ordre de 90, la pente de S_f/S_0 en fonction de $S_0^{3/2}/V_{ol}$ sur le tracé log-log est $-2/3$, la surface finale est constante. Il y a donc écoulement radial jusqu'à atteindre une surface finale constante, puis à partir de ce point, le régime d'écoulement est identique au régime (a).

Dans le régime (c), une forme étoilée commence à apparaître. Ces doigts sont synonymes de la digitation de Saffman-Taylor. Cette instabilité apparaît lorsque qu'un fluide visqueux, ici l'air, pousse

4. La division par le volume sera justifié plus tard lors de tracé de l'énergie W , mais on peut aussi faire remarquer que, en simplifiant, $S_0^{3/2}/V_{ol}$ n'est autre que le rapport d'aspect R_0/h_0 à un facteur $\sqrt{\pi}$ près.

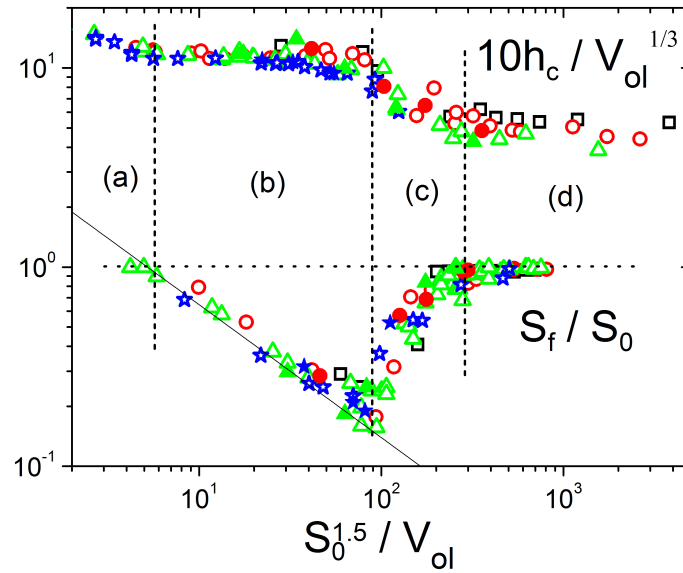


FIGURE IV.23 – État final (surface finale et hauteur de décollement) en fonction de la surface initiale

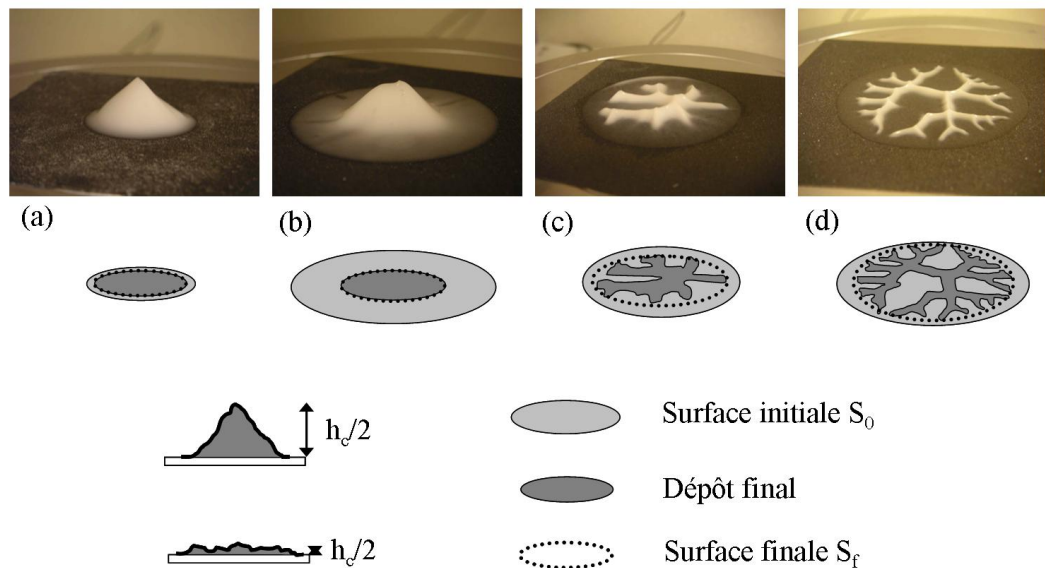


FIGURE IV.24 – Forme du dépôt inférieure après l'expérience d'étirement pour des surfaces initiales de plus en plus grandes

un fluide plus visqueux, le Carbopol dans notre cas⁵. Il y a une compétition au niveau de la surface entre les forces visqueuses, $\tau_c R^2/h$ et la tension interfaciale γ_{surf} . Le critère de stabilité de l'interface donne qu'il faut $\frac{R^2 \tau_c}{h} < \gamma_{\text{surf}}$ pour garder une surface cylindrique. Pour plus d'explications et de détails sur les calculs, voir [22], [25] et [86]. Les forces visqueuses devenant plus fortes que la tension de surface, les doigts se créent et déforment le cylindre de fluide. Cependant, vue la différence entre S_f et S_0 dans ce régime, un écoulement radial doit avoir lieu.

Dans le régime (d), S_f/S_0 vaut 1 à nouveau, il n'y a plus d'écoulement radial, mais seulement le phénomène de digitation visqueuse.

IV.E.5 Comparaison avec la théorie

Sur la courbe de la figure IV.25 sont tracés les résultats expérimentaux de l'énergie d'adhésion divisée par le seuil et le volume de l'échantillon⁶ en fonction de la puissance 3/2 de la surface initiale, $S_0^{3/2}$, divisée de la même manière par le volume. Un point représente une expérience d'étiement (un seuil τ_c , un volume $S_0 \cdot h_0$ et une hauteur de démarrage h_0). La légende des points est la même que celle utilisée pour le graphique de la figure IV.23. La courbe théorique est tracée en tirets.

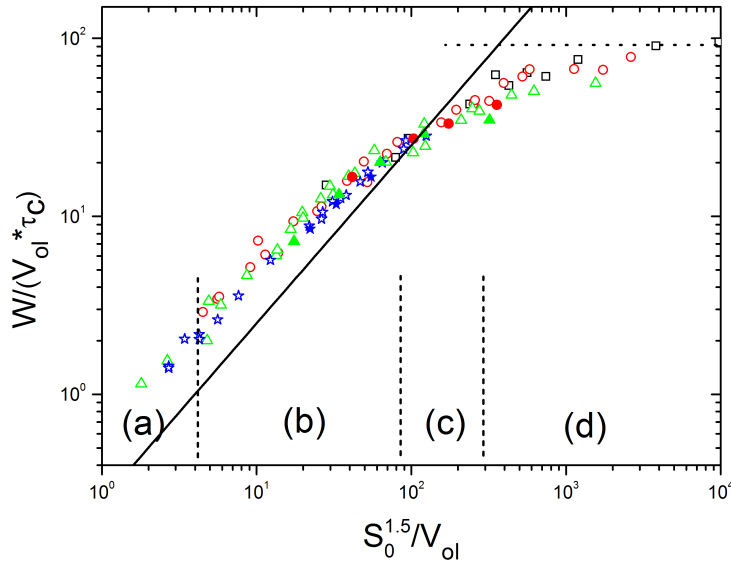


FIGURE IV.25 – Relation Energie/Surface lors le décollement

Il est important de noter que tous les points tombent sur une courbe maîtresse unique, quelques soient les paramètres utilisés (h_0 , S_0 et τ_c). On remarque que pour les faibles surfaces l'énergie mesurée a la même pente que l'énergie théorique mais il y a un rapport 2 entre les données expérimentales et la droite théorique. Au delà d'une certaine valeur de la surface, les données expérimentales décrochent et semblent atteindre une valeur plateau de l'énergie.

5. Techniquement, ce n'est pas l'air qui *pousse* le Carbopol, mais le retrait du fluide à seuil du à son étirement et à la forme du champ de vitesse a un effet similaire.

6. Le seul terme pris en compte dans le calcul de l'énergie est le terme visqueux ici de la force normale, il est donc logique de supposer que l'énergie mesurée est une énergie volumique.

Pour expliquer le facteur entre l'expérience et la théorie, on peut s'intéresser à la comparaison d'une courbe d'écrasement et d'une courbe d'étirement sur le même matériau. C'est ce qui est représenté sur la figure IV.26. Un volume de $0,2\text{ ml}$ du Carbopol à $0,4\%$ (60 Pa de seuil) est écrasé pour être étiré à vitesse V constante (même valeur absolue dans les deux cas); les résultats sont les deux courbes en noir. En rouge est tracée la courbe théorique donnée par la formule $F(h) = 2\pi R^3(h)\tau_c/(3h)$. On remarque que l'écart entre théorie et expérience dans le cas de l'étirement (courbe supérieure) est relativement important alors que l'écrasement préliminaire (courbe inférieure) donne des résultats en excellent accord avec la théorie.

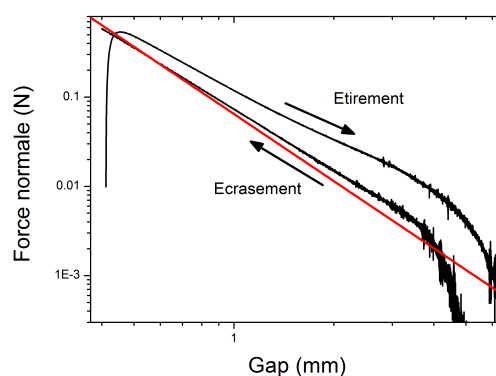


FIGURE IV.26 – Comparaison d'une expérience d'écrasement et d'étirement

Ceci suggère que lors de l'étirement et du retrait du matériau, des effets additionnels n'ont pas été pris en compte, c'est le cas du *pinning effect* décrit dans l'article [3]. La chute de la valeur de l'énergie d'adhésion par la suite doit trouver son explication dans le changement de type d'écoulement puisque le changement de pente de W intervient en même temps que le minimum du tracé de S_f/S_0 et donc lorsque l'on passe du régime (b) au régime (c) et le phénomène de digitation visqueuse apparaît.

IV.E.6 Conclusion

Ainsi, nous avons montré que pour des surfaces initiales S_0 faibles, $W/(\tau_c)$ est proportionnel à $S_0^{3/2}$. Puis, si l'on augmente la surface initiale (soit en diminuant h à volume constant, soit en augmentant le volume à h constant), l'énergie de décollement W atteint un plateau de hauteur $\alpha\tau_c V_{ol}$ où α est une constante. Nous avons aussi comparé ces résultats à la forme du fluide à la fin de l'étirement : pour des S_0 faibles, le cylindre se pince en son milieu jusqu'à ce qu'il ne reste plus que deux pyramides à base circulaire de surface S_f ne dépendant pas de S_0 (régimes (a) et (b)). À partir d'une certaine valeur de S_0 , S_f augmente et des instabilités apparaissent à la surface des pyramides circulaires (régime (c)). Toujours en augmentant S_0 , S_f croît jusqu'à atteindre S_0 et l'on observe ce qu'on appelle la digitation : le fluide se présente alors sous la forme d'un arbre (régime (d)).

Ce test d'adhésion original nous a permis de mener des premières expériences sur l'écoulement radial imposé ici par l'éloignement des disques, d'utiliser les outils développés pour le test et de mettre en place les procédures d'expérimentation. De plus, connaissant le comportement des fluides à seuil sous cet écoulement, nous pouvons, depuis une mesure quelconque, remonter à la valeur du seuil par analyse inverse comme dans le cas de Rabideau et al. [78], Roussel et Lanos [83] ou Sherwood [89].

En résumé :

- Nous avons testé les matériaux visqueux purs en oscillations et en cisaillement stationnaire. Avec ces expériences, nous validons les paramètres calculés par la théorie des deux écoulements, radial et orthoradial. De plus, nous avons mis en évidence et pris en compte avec un unique paramètre l'effet du papier de verre, qui n'a pas le même impact quantitatif sur la mesure en rotation que celle en écrasement.
- Les travaux sur les suspensions nous ont aussi permis de comparer les écoulements de rotation et d'écrasement en régime non-linéaire. La mesure en oscillations verticales donne exactement le même effet que la mesure en oscillations horizontales, les déformations de cisaillement et les contraintes semblent une fois de plus correctement calculés.
- La mesure des contraintes seuils des fluides à seuil en cisaillement simple à bas taux de déformation, en écrasement et en rotation, donne le même résultat.
- Cependant, la mesure de l'élasticité des fluides à seuil et des matériaux élastiques en cisaillement stationnaire et en oscillation à faibles déformations n'est pas satisfaisante. Un facteur 2 reste non expliqué entre la théorie et l'expérience. L'étude du comportement en régime non-linéaire a permis d'identifier que le problème provient d'une surévaluation de la déformation d'écrasement (qui reste cependant et surprenamment correctement évaluée pour tout ce qui touche aux effets visqueux).
- Enfin, nous décrivons une expérience originale de mesure de seuil et d'adhésion des fluides à seuil utilisant la théorie de l'écrasement/étirement .

Superposition des deux écoulements

Au chapitre précédent, nous avons montré, moyennant un certain nombre de précautions expérimentales, que les mesures de seuil et de viscosité étaient identiques sous écoulement de rotation (figure V.1a) et d'écrasement (figure V.1b) — seule la mesure d'élasticité ne donne pas les mêmes résultats selon la direction de la déformation. Ces résultats sont satisfaisants et nous souhaitons désormais appliquer au fluide des cisaillements complexes, combinant rotation et écrasement. Ce type d'écoulement, que nous appellerons écoulement hélicoïdal ou de superposition, est représenté dans la figure V.1c. Nous superposons alors les deux mouvements du disque supérieur du rhéomètre (et de la platine pour les oscillations verticales). Nous avons ainsi accès à toutes les combinaisons possibles d'écoulements : constants ou oscillants, rotation ou écrasement. Nous étudierons l'influence d'un écoulement sur l'autre.

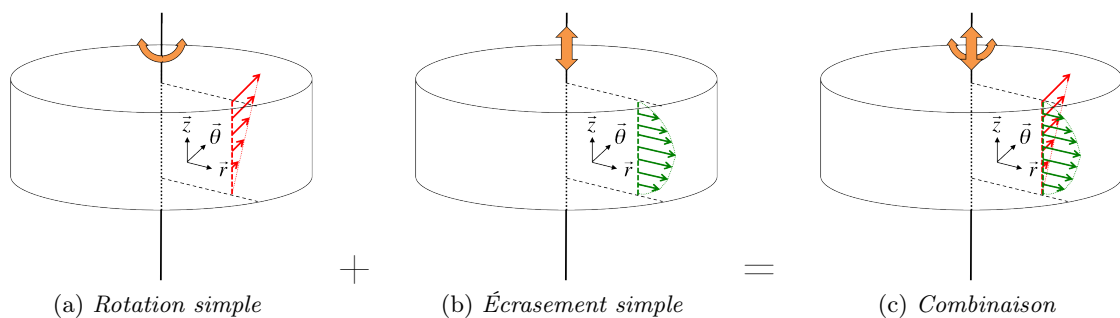


FIGURE V.1 – Écoulements complexes créés par la superposition des deux écoulements simples de rotation et d'écrasement.

La première étape dans ce travail de superposition est la validation sur les fluides newtoniens, pour lesquelles nous nous attendons à ce que la mesure effectuée dans une direction ne soit pas parjurée par la superposition d'un écoulement et reste égale à la viscosité mesurée en cisaillement simple. Ensuite, nous nous intéresserons au cas des suspensions visqueuses soumises aux deux écoulements perpendiculaires. Puis, nous détaillerons la mesure de seuil en superposition et déterminerons le critère d'écoulement multidimensionnel. Enfin nous présenterons les résultats obtenus avec des écoulements complexes sur des fluides à seuil.

Sommaire

V.A	Validation du principe de superposition sur fluide newtonien	143
V.A.1	Superposition d'un écoulement constant et d'oscillations	143
V.A.1.a	Cas général	143
V.A.1.b	Grandes oscillations	145
V.A.2	Superposition de deux oscillations	147
V.B	Suspensions : influence de la superposition	149
V.B.1	Introduction	149
V.B.2	Présentation de l'expérience	150
V.B.2.a	Principe	150
V.B.2.b	Expérience typique	151
V.B.3	Résultats	152
V.B.3.a	Mesure en écrasement	152
V.B.3.b	Mesure en rotation	154
V.B.4	Interprétation des résultats lors de la superposition	155
V.C	Fluides à seuil : critère d'écoulement 3D	158
V.C.1	Introduction	158
V.C.2	Principe	158
V.C.3	Résultats	159
V.C.4	Critère 3D : Von Mises ou Tresca ?	159
V.C.5	Invariant	162
V.C.6	Régime liquide	164
V.D	Fluides à seuil : loi d'écoulement 3D	165
V.D.1	Combinaison d'écoulements stationnaires	165
V.D.1.a	Principe	165
V.D.1.b	Expérience typique	165
V.D.1.b.i	Données brutes	165
V.D.1.b.ii	Interprétation	166
Écoulement principal		166
Écoulement secondaire		167
V.D.1.c	Résultats pour différentes valeurs de taux de cisaillement d'écrasement	167
V.D.1.c.i	Contraintes de rotation et d'écrasement	168
V.D.1.c.ii	Viscosité de l'écoulement secondaire	170
V.D.1.d	Invariants	172
V.D.1.e	Autres fluides	172
V.D.2	Cisaillement stationnaire et oscillations orthogonales	175
V.D.2.a	Principe	175
V.D.2.b	Résultats bruts	175
V.D.2.c	Modules élastique et visqueux	176
V.D.2.d	Viscosité de rotation et d'écrasement	178
V.E	Fluides à seuil : anisotropie suite à un écoulement ?	180
V.E.1	Influence de la mise en place et du pré-cisaillement sur la mesure du seuil du Carbopol en superposition	180
V.E.2	Influence du repos sous contrainte sur le seuil de démarrage de la bentonite	183

V.A Validation du principe de superposition sur fluide newtonien

La première étape de ce travail consiste en la validation de l'écoulement de superposition sur des fluides newtoniens. Nous allons vérifier qu'il n'y a pas d'interaction entre les deux écoulements et que la viscosité est mesurée selon les deux directions de manière indépendante.

Nous avons déjà montré au chapitre précédent (voir paragraphe IV.A page 105) que les mesures effectuées en rotation et en écrasement étaient identiques lorsqu'elles étaient menées séparément. Nous allons donc montrer ici que l'ajout d'un cisaillement quelconque dans une direction ne modifie pas la mesure dans l'autre direction et donne le même résultat.

V.A.1 Superposition d'un écoulement constant et d'oscillations

V.A.1.a Cas général

Commençons par superposer un écoulement stationnaire en rotation et des oscillations en écrasement en faisant varier l'altitude du disque inférieur avec la platine de translation verticale. Nous présentons ici les résultats obtenus sur l'huile silicone 550 Rhodorsil. Nous faisons le choix de cette huile pour ses résultats isotropes en comparaison rotation/écrasement (contrairement aux huiles 47v, voir chapitre IV) et sa facilité de mise en œuvre (contrairement au glucose).

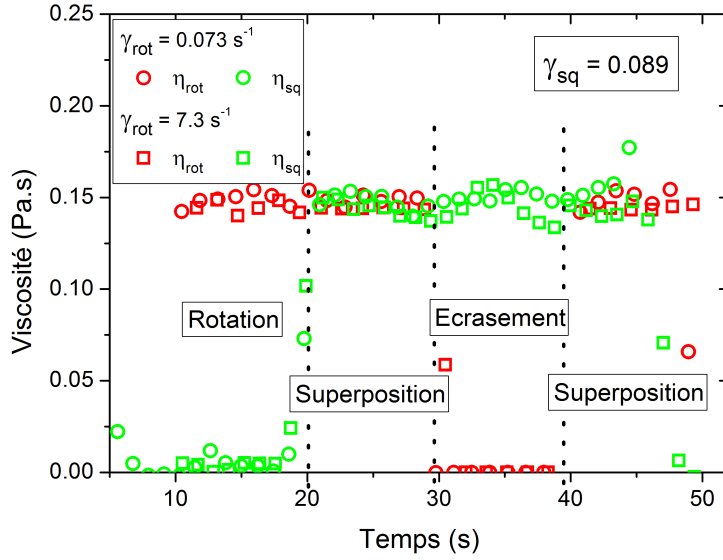
Nous faisons l'expérience suivante : à $t = 0$ s, nous imposons au cylindre de fluide un cisaillement de rotation. Au bout de quelques secondes, et lorsque la mesure de viscosité de rotation donnée par $\eta_{rot} = \frac{\tau_{rot}}{\dot{\gamma}_{rot}}$ est stationnaire, nous commençons les oscillations d'écrasement. De la même manière, lorsque que la viscosité d'écrasement calculée avec $\eta_{sq} = \frac{\tau_{sq} \cdot \sin(\phi)}{2\pi \cdot \gamma_{sq}}$ est stationnaire¹, nous supprimons le cisaillement de rotation. Nous attendons à nouveau d'avoir un comportement stationnaire en écrasement seul, puis nous relançons la rotation.

Grâce à cette séquence complexe, nous testons toutes les possibilités d'interférence entre les deux écoulements. Les deux graphiques de la figure V.2 donnent les viscosités mesurées par des cisaillements stationnaires de rotation et oscillants d'écrasement dans différentes configurations. Les résultats du graphique (a) sont obtenus en fixant l'amplitude des déformations d'écrasement à $\gamma_{sq} = 0,089$ et ceux du graphique (b) à $\gamma_{sq} = 0,268$. Dans chacun des deux cas, les ronds représentent les expériences pour lesquelles le cisaillement de rotation est effectué à $\dot{\gamma}_{rot} = 0,073$ s⁻¹ et les carrés à $\dot{\gamma}_{rot} = 7,3$ s⁻¹. Les symboles rouges représentent les résultats en rotation, η_{rot} , et les symboles verts ceux en écrasement, η_{sq} .

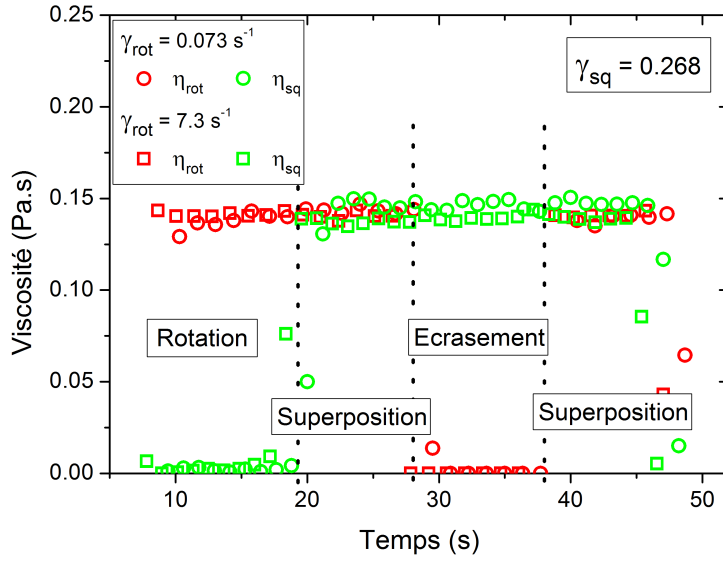
Les différents taux de cisaillement ont été choisis afin de couvrir tout le spectre d'un écoulement dominé par l'écrasement à un écoulement dominé par la rotation. Le tableau V.1 donne les rapports de taux de cisaillement des quatre expériences présentées dans la figure V.2.

Au vu des différents rapports de taux de cisaillement du tableau V.1 et des résultats de la figure V.2, on en déduit qu'aucun des deux écoulements n'est perturbé par la présence de l'autre, de sa mise en route ou de son arrêt brutal. La viscosité est la même dans toutes les directions quelque

1. Le fluide étudié ici étant visqueux, l'angle de déphasage doit être égal à 90°. Nous le vérifions dans les données brutes et calculons donc $\eta_{sq} = \tau_{sq}/(2\pi \cdot \gamma_{sq})$.



(a) Amplitude des oscillations verticales égale à 0,01 mm, équivalent à $\dot{\gamma}_{sq} = 0,089$.



(b) Amplitude des oscillations verticales égale à 0,03 mm, équivalent à $\dot{\gamma}_{sq} = 0,268$.

FIGURE V.2 – Viscosité mesurée lors de la superposition d'un cisaillement continu en rotation et d'oscillations verticales dans différentes configurations sur l'huile silicone 550 Rhodorsil.

Expérience	Ronds (a)	Carrés (a)	Ronds (b)	Carrés (b)
$\dot{\gamma}_{rot}$	0,073	7,3	0,073	7,3
$\dot{\gamma}_{sq}$	0,089	0,089	0,268	0,268
$\dot{\gamma}_{rot}/(2\pi \cdot \dot{\gamma}_{sq})$	$0,13 < 1$	$13 \gg 1$	$0,043 \ll 1$	$4,3 > 1$

TABLE V.1 – Rapport entre le taux de cisaillement de rotation et l'amplitude des taux de cisaillement d'écrasement au cours des expériences présentées dans la figure V.2.

soit la sollicitation.

V.A.1.b Grandes oscillations

Lorsqu'on augmente l'amplitude des oscillations verticales, on obtient des résultats surprenants au premier abord. La figure V.3a présente les résultats obtenus en fixant l'amplitude de la déformation d'écrasement à $\gamma_{sq} = 0,89$ et le taux de cisaillement de rotation à $\dot{\gamma}_{rot} = 0,073 \text{ s}^{-1}$, obtenant alors un rapport des taux de cisaillement égal à 0,013 (le taux de cisaillement d'écrasement maximal est 76 fois plus grand que celui de rotation). Si la mesure en rotation est correcte quand seul cet écoulement est présent, la viscosité oscille fortement dès que les deux écoulements sont présents².

L'explication n'est pas à chercher dans l'influence directe d'un écoulement sur l'autre et la modification de l'état du fluide, mais dans la variation de la forme du cylindre due aux oscillations verticales. En effet, pour atteindre des amplitudes de déformation d'écrasement si importantes, nous avons imposé à l'entrefer des variations égales à $\pm 0,1 \text{ mm}$. Avec $h = 2 \text{ mm}$ et $R = 30 \text{ mm}$ et en considérant le volume constant, le rayon varie alors de $29,28 \text{ mm}$ quand $h = 2,1 \text{ mm}$ à $30,78 \text{ mm}$ quand $h = 1,9 \text{ mm}$. Pour vérifier l'influence du changement de forme sur la mesure de couple, nous allons expliciter la force et le couple par un calcul de développement limité.

Supposons que l'on impose une variation de l'entrefer telle que :

$$h(t) = h_0 + h_1 \cdot \sin(2\pi t) \quad (\text{V.1})$$

où h_1 est l'amplitude du déplacement de la platine, la fréquence est fixée à 1 Hz . Le volume restant constant, on peut calculer le rayon par $R(t) = R_0 \cdot \sqrt{\frac{h_0}{h(t)}}$. En supposant que le déplacement de la platine reste petit devant l'entrefer, et donc que $\frac{h_1}{h_0} \ll 1$, on peut faire un développement limité du rayon au premier ordre en $\frac{h_1}{h_0}$. Ainsi, le couple mesuré à la suite d'un cisaillement de rotation sur un fluide visqueux de viscosité η , donné par la formule $T = \frac{\pi\eta\Omega R^4}{2h}$ s'écrira au premier ordre en $\frac{h_1}{h_0}$:

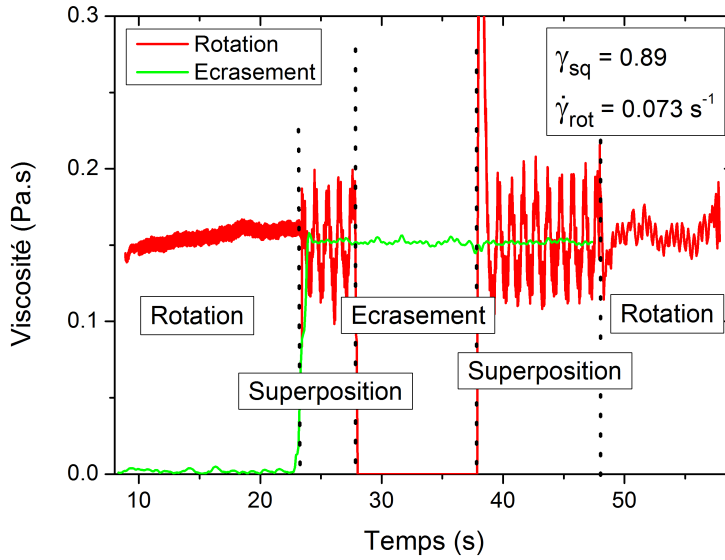
$$T \approx \frac{\pi\eta\Omega R_0^4}{2h_0} \cdot \left(1 - \frac{3h_1}{h_0} \cdot \sin(2\pi t)\right) \quad (\text{V.2})$$

De la même manière, nous calculons la force induite par l'écoulement oscillant, obtenant :

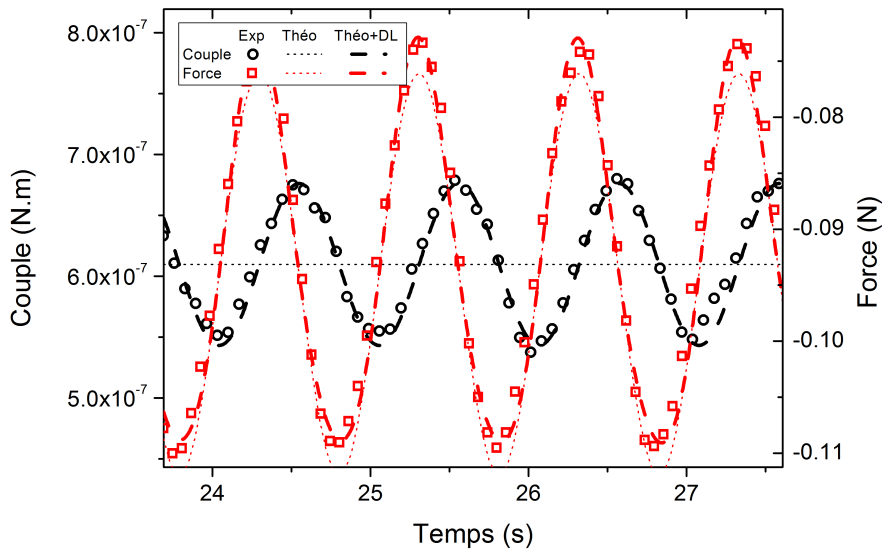
$$F \approx -\frac{3\pi^2\eta h_1 R_0^4}{h_0^3} \cdot \cos(2\pi t) \cdot \left(1 - \frac{5h_1}{h_0} \cdot \sin(2\pi t)\right) \quad (\text{V.3})$$

Sur la figure V.3b sont tracées les valeurs expérimentales de la force (carrés rouges) et du couple (ronds noirs) sur un agrandissement sur la zone de superposition de la figure V.3a. Pour rappel, le fluide est soumis à un cisaillement constant de rotation avec $\dot{\gamma}_{rot} = 0,073 \text{ s}^{-1}$ et des oscillations d'écrasement avec une amplitude de déformation égale à $\gamma_{sq} = 0,89$. En traits pointillés sont tracées les fonctions théoriques de la force et du couple (pointillés rouges et noirs respectivement) en gardant le rayon et l'entrefer constants et en utilisant les valeurs expérimentales de vitesse de rotation

2. Nous noterons que la vitesse de rotation du disque Ω est calculée et fixée au début de l'expérience. Elle est ensuite imposée et nous mesurons les variations du couple.



(a) Viscosité mesurée lors de l'application d'oscillations verticales d'amplitude égale à 0,1 mm, équivalent à $\gamma_{sq} = 0,89$, et d'un cisaillement de rotation à $\dot{\gamma}_{rot} = 0,073 \text{ s}^{-1}$.



(b) Agrandissement sur quelques oscillations de la force et du couple. Les symboles représentent les données expérimentales, les pointillés sont les résultats théoriquement attendus pour R et h supposés constants et les tirets correspondent aux formules obtenues par développement limité.

FIGURE V.3 – Réponse à la superposition d'un cisaillement stationnaire en rotation et de grandes oscillations verticales sur l'huile silicone 550 Rhodorsil.

et d'amplitude des oscillations verticales ainsi que la viscosité mesurée en cisaillement simple de rotation ou d'écrasement, $\eta = 0,145 Pa.s$. Les courbes tracées en tirets représentent les fonctions que nous venons de calculer avec le développement limité au premier ordre en $\frac{h_1}{h_0}$: le couple de l'équation V.2 est tracé en tirets noirs et la force de l'équation V.3 en tirets rouges.

La superposition est parfaite et les oscillations du couple sont parfaitement expliquées par le changement de géométrie. L'analyse complète en prenant en compte les variations géométriques du cylindre de fluide dues aux variations de l'entrefer, permet donc d'expliquer entièrement le comportement dans chacune des directions. Ceci montre la robustesse de l'analyse. Au final, et comme attendu, la mesure de viscosité n'est pas modifiée par la superposition des deux écoulements, même lorsque la forme du matériau change au cours de l'expérience.

Des tests similaires de superposition ont été menés sur une dilution du glucose à 95% et donnent les mêmes résultats.

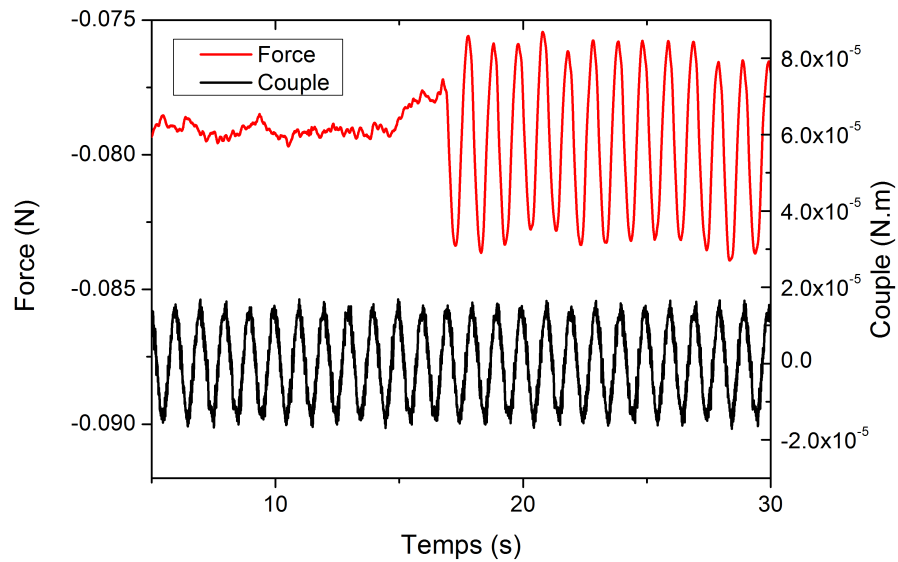
V.A.2 Superposition de deux oscillations

Il est aussi possible de superposer deux oscillations et de mesurer leurs interférences. C'est ce que nous avons fait sur l'huile silicone 550 et que nous présentons avec les deux graphiques de la figure V.4. Sur le graphique (a), nous traçons les résultats de la force et du couple de l'expérience suivante : au cours d'une mesure de viscosité par des oscillations en rotation pour lesquels nous imposons la déformation en fixant son amplitude à $\gamma_{rot} = 0,15$ (le couple en résultant est tracé en trait noir), nous ajoutons des oscillations d'écrasement en fixant leur amplitude à $\gamma_{sq} = 0,132$ (la force est tracée en trait rouge). Les fréquences sont identiques et fixées à $f = 1 Hz$.

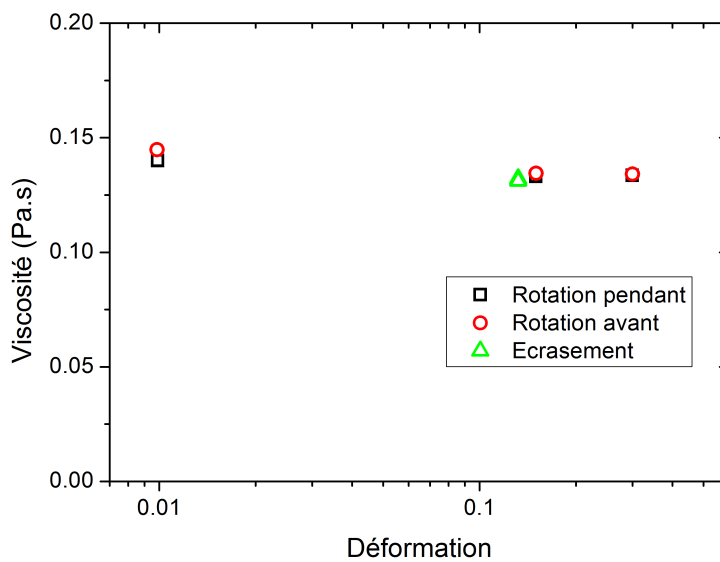
Sur les courbes brutes, le couple ne semble pas être affecté par les oscillations verticales. Nous pouvons analyser ces signaux et calculer les viscosités d'écrasement lors de la superposition et de rotation avant et pendant la superposition. Ces données, ainsi que d'autres obtenus pour différentes valeurs de l'amplitude des oscillations de rotation, sont tracées dans la figure V.4b. Nous vérifions ici que la superposition des deux oscillations n'a aucune influence sur la mesure dans l'une ou l'autre direction. Nous mesurons à chaque fois la viscosité réelle du fluide, égale à la viscosité mesurée en cisaillement simple.

Résultat important :

- Avec ces superpositions de natures différentes, nous montrons que la mesure de viscosité dans une direction n'est pas affectée par la sollicitation dans l'autre direction.
- L'analyse est capable de prendre en compte des fortes variations des caractéristiques géométriques du cylindre lors de l'application de grandes déformations.



(a) Résultats bruts pour $\gamma_{rot} = 0,15$ et $\gamma_{sq} = 0,132$.



(b) Viscosité mesurée avec les oscillations de rotation et d'écrasement en faisant varier l'amplitude des oscillations de rotation. "Avant" signifie avant la superposition, seule la rotation est présente, "pendant" signifie lors de la superposition.

FIGURE V.4 – Réponse à la superposition de deux oscillations sur huile silicone 550 Rhodorsil.

V.B Suspensions : influence de la superposition

V.B.1 Introduction

Les suspensions de particules non colloïdales dans les fluides newtoniens sont des systèmes particuliers et encore peu connus. Nous savons que le comportement macroscopique d'une suspension concentrée sera non-newtonien, mais le lien avec les interactions entre les particules n'est pas clairement expliqué.

Nous avons mené une série d'expériences pour comparer les résultats de mesures effectuées en rotation à celles effectuées en écrasement (*cf* paragraphe IV.B, page 118). Nous avons alors montré que la viscosité dépend fortement de l'amplitude de la contrainte oscillante imposée. Cet effet est mesurable, et similaire, en rotation et en écrasement. Les résultats sont rappelés dans la figure V.5.

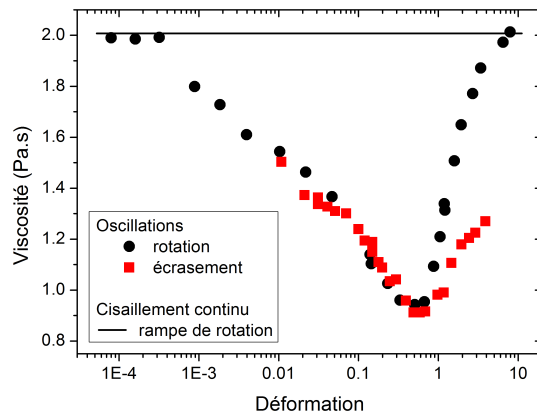


FIGURE V.5 – Rappel des résultats obtenus au chapitre précédent sur une suspension concentrée à 40% soumise à des oscillations de rotation et d'écrasement.

Nous savons en outre que sous cisaillement les suspensions se structurent. La répartition des particules ne sera plus isotrope, une direction sera privilégiée. Cette anisotropie a été étudiée, entre autres, par Parsi et Gadaga-Maria [72], dont les résultats sont présentés dans la figure V.6. Les auteurs soumettent une suspension semblable (sphères solides, non-colloïdales, concentrée à 40%) à un cisaillement simple et mesurent la fonction de distribution de paires.

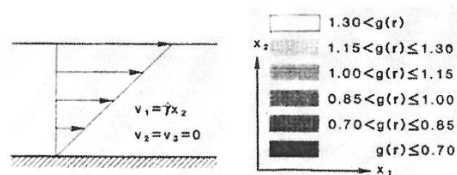
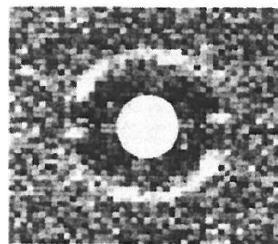


Fig. 2. The two-dimensional pair distribution function for the suspension with $c = 0.40$. As indicated by the legend, different shades correspond to different values of $g(r)$. The white circle in each of the plots represents the reference sphere. Particles spend more time on the approaching side of the reference sphere than on the receding side.

FIGURE V.6 – Mise en évidence de l'anisotropie des suspensions visqueuses, extrait de l'article de Parsi et Gadala-Maria [72].

Ces résultats prouvent l'existence d'une direction privilégiée dans la distribution des particules sous le cisaillement. Parsi et Galada-Maria ont mis ceci en évidence par de l'imagerie, nous pensons qu'avec notre test de superposition d'écoulements perpendiculaires nous pouvons observer des effets d'anisotropie macroscopique par comparaison des mesures dans deux directions orthogonales. On cherche, s'il existe, l'effet d'un cisaillement stationnaire sur la mesure en oscillations, l'un des deux étant dominant et fixant la structure du matériau.

V.B.2 Présentation de l'expérience

V.B.2.a Principe

Nous utilisons ici une suspension légèrement plus concentrée, avec 45% en volume de billes de polystyrène de diamètre $80\ \mu m$ dans l'huile Silicone 550. La préparation a été décrite au paragraphe III.A.2. Nous utilisons du papier de verre P180 dont la taille moyenne des grains est de $82\ \mu m$, correspondant exactement à la taille des billes et évitant donc le glissement. Les données seront toutes corrigées par la distance équivalente du papier de verre (voir paragraphe III.E page 95 et les résultats du paragraphe IV.A.2.a.ii page 108).

Étudions d'abord cette suspension en cisaillement simple de rotation. Nous appliquons une rampe croissante et décroissante de taux de cisaillement de rotation et nous mesurons la viscosité apparente en continu. Le résultat est tracé dans la figure V.7.

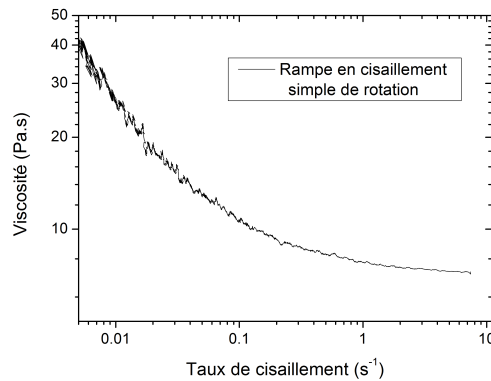


FIGURE V.7 – Viscosité de rotation après la superposition. En trait plein la mesure de viscosité effectuée par une rampe décroissant de taux de cisaillement de rotation en cisaillement simple.

Cette suspension est rhéofluidifiante. Bonnoit et al. ([14] et [15]) trouvent le même type de résultat. Nous gardons de côté cet effet pour interpréter les résultats des expériences que nous allons décrire.

Pour tenter de mesurer le caractère anisotrope des suspensions sous écoulement, nous appliquons la séquence suivante (voir schéma de la figure V.8) : partant de l'état de repos, nous imposons des oscillations verticales à l'aide de la platine de translation jusqu'à l'obtention d'une mesure propre et stationnaire de la viscosité (vingt secondes sont nécessaires). Ensuite, nous ajoutons un cisaillement de rotation constant. Après vingt secondes de superposition, nous coupons les oscillations verticales et ne gardons que la mesure en rotation pour finir. Ceci permet d'obtenir une mesure de la viscosité en oscillations d'écrasement seulement η_{sq} et en cisaillement stationnaire de rotation seulement η_{rot}

pour chaque échantillon. Il sera aussi plus facile de suivre l'influence d'un écoulement sur l'autre en suivant pour chaque échantillon les deux viscosités.

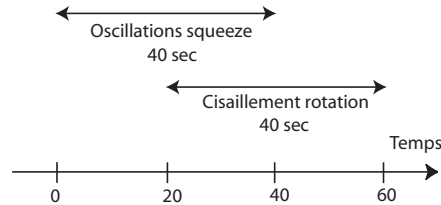


FIGURE V.8 – Schéma de la séquence de superposition oscillations d'écrasement et cisaillement stationnaire de rotation.

La fréquence des oscillations verticales est gardée constante, égale à 1 Hz . Nous choisissons deux valeurs pour leurs amplitudes : $2,23\ \mu\text{m}$ et $3,25\ \mu\text{m}$. Ce qui correspond à des amplitudes de déformation d'écrasement égales à $0,0249$ et $0,0363$ respectivement et des amplitudes de taux de déformation égales à $0,156\ \text{s}^{-1}$ et $0,228\ \text{s}^{-1}$ respectivement. Le taux de cisaillement de rotation prendra sept valeurs différentes choisies entre $0,0081\ \text{s}^{-1}$ à $8,14\ \text{s}^{-1}$. Avec ces choix, des expériences verront la rotation dominer, d'autres l'écrasement, et entre les deux un mélange complexe que nous tenterons d'analyser.

V.B.2.b Expérience typique

Nous mesurons la force et le couple en continu lors de l'expérience. La figure V.9 présente la valeur de la force dans le cas d'une expérience où l'on impose une amplitude de variation de l'altitude de la platine égale à $3,25\ \mu\text{m}$ avec une fréquence égale à $f = 1\text{ Hz}$, donc une amplitude du taux de cisaillement d'écrasement égale à $\dot{\gamma}_{sq} = 0,228\ \text{s}^{-1}$, et un taux de cisaillement de rotation égal à $\dot{\gamma}_{rot} = 0,1\ \text{s}^{-1}$. La valeur de la force brute est tracée en trait noir tandis que son amplitude calculée par les séquences Scilab (avec des fenêtres glissantes de FFT) est tracée en trait rouge. Le couple est tracé en vert

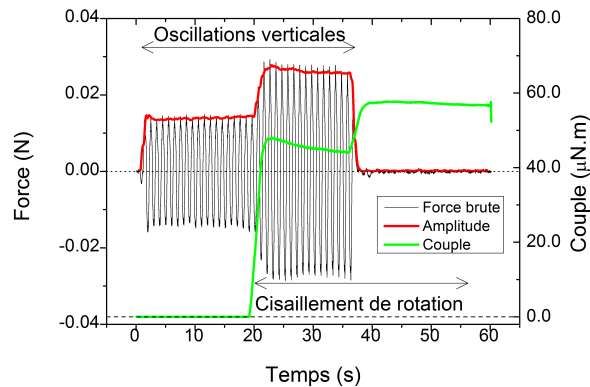


FIGURE V.9 – Tracé du couple et de la force en fonction du temps dans le cas d'une expérience avec une amplitude verticale de $0,00325\ \text{mm}$ et un taux de cisaillement de rotation égal à $0,1\ \text{s}^{-1}$ sur une suspension de billes dans l'huile silicone 550 concentrée à 45%.

On mesure qualitativement l'influence de l'écoulement stationnaire sur l'écoulement oscillant. Les deux écoulements ne sont pas indépendants l'un de l'autre, la réponse de la suspension dans une direction dépend du cisaillement dans l'autre direction, contrairement au cas des fluides newtoniens simples. Nous allons calculer des viscosités dans chacun des cas et pour toutes les valeurs de taux de cisaillement de rotation et d'écrasement, pour tenter de quantifier cette différence et comprendre son origine.

V.B.3 Résultats

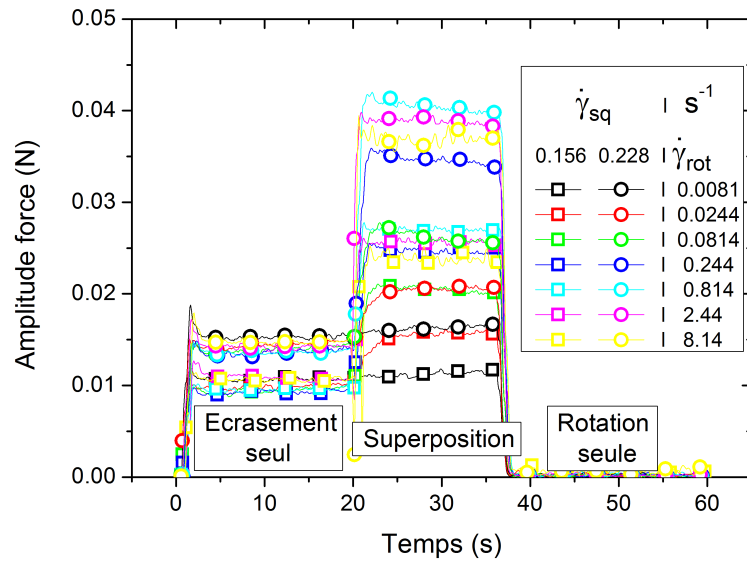
V.B.3.a Mesure en écrasement

Nous faisons varier les taux de cisaillement de rotation et d'écrasement comme mentionné précédemment. Les amplitudes de la force de chacune des expériences sont tracées dans la figure V.10a. Les carrés représentent les expériences pour lesquelles l'amplitude du taux de cisaillement d'écrasement est égale à $0,156 s^{-1}$ et les ronds à $0,228 s^{-1}$. Les couleurs varient en fonction du taux de cisaillement de rotation imposé selon la légende.

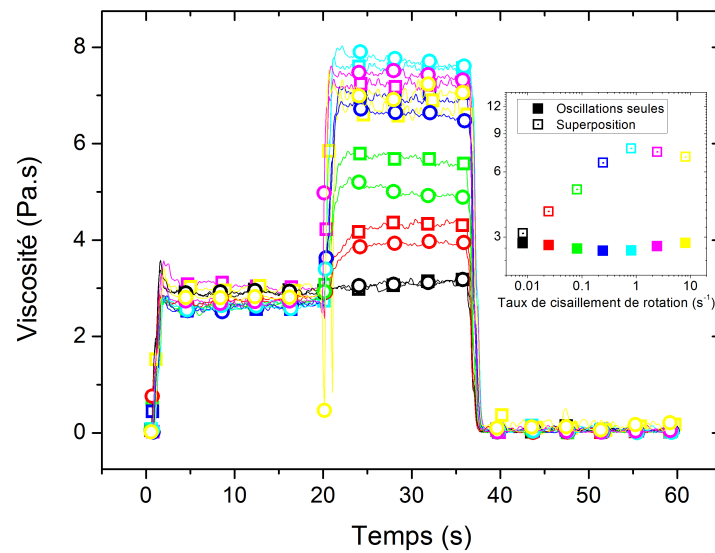
Connaissant l'amplitude de la force, l'amplitude des déplacements de la platine et le déphasage entre les deux signaux, on peut calculer la viscosité mesurée par ces oscillations, appelée viscosité d'écrasement. C'est ce qui est fait dans la figure V.10b en utilisant la même légende que la figure (a). Lorsque seules les oscillations verticales sont présentes dans le fluide, nous mesurons la même viscosité, à quelques imprécisions près, variant de $2,6 Pa.s$ à $2,9 Pa.s$ sans raison particulière (le seul paramètre ajustable, l'amplitude des déformations, n'explique pas cette variation). Par contre, lorsque le cisaillement de rotation est ajouté, le fluide réagit différemment dans la direction de l'écrasement. Nous pouvons diviser la réponse du fluide en trois parties.

1. Quand le taux de cisaillement de rotation est très faible, plus petit que le taux de cisaillement d'écrasement maximal ($\dot{\gamma}_{rot} = 0,0081 s^{-1} < 2\pi \cdot \gamma_{sq} = 0,156$ dans le cas de l'expérience illustrée par des carrés noirs), la viscosité d'écrasement reste la même, la rotation ne perturbe pas la mesure.
2. Puis quand le taux de cisaillement de rotation augmente, et reste du même ordre de grandeur que celui d'écrasement, la viscosité en écrasement augmente (expériences tracées en rouge, vert et bleu foncé). Cette viscosité est plus faible quand la déformation d'écrasement est plus élevée (pour une même couleur, les ronds sont sous les carrés). Les oscillations d'écrasements sont perturbées par la rotation.
3. Enfin, quand le taux de cisaillement de rotation est grand devant celui d'écrasement (bleu clair, rose et jaune), la viscosité d'écrasement redescend après avoir atteint un maximum (lors de l'expérience tracée en bleu clair). La dépendance en $\dot{\gamma}_{sq}$ n'est plus marquée, il n'y a que quelques fluctuations.

Ceci semble confirmer le premier résultat évoqué précédemment : contrairement aux fluides newtoniens, la suspension newtonienne ne répond pas de manière isotrope à une sollicitation complexe. La réponse en écrasement présentée ici semble provenir de la combinaison des deux écoulements. Pour expliquer cela, nous allons nous intéresser à la viscosité mesurée en rotation par le cisaillement stationnaire.



(a) Amplitude de la force pour différentes expériences sur la suspension à 45%.



(b) Viscosité d'écrasement. Légende dans la figure (a). En insert, les viscosité mesurées pour $\dot{\gamma}_{sq} = 0,228 \text{ s}^{-1}$ en fonction du taux de cisaillement de rotation.

FIGURE V.10 – Résultats en écrasement des superpositions d'oscillations verticales et cisaillement stationnaire de rotation.

V.B.3.b Mesure en rotation

Intéressons nous désormais à la réponse en rotation. Nous traçons dans la figure V.11 la viscosité de rotation mesurée au cours des expériences pour lesquelles l'amplitude du taux de déformation d'écrasement était égale à $\dot{\gamma}_{sq} = 0,228 \text{ s}^{-1}$ (les couleurs changent en fonction du taux de cisaillement de rotation appliqué selon le même code que précédemment, voir la légende).

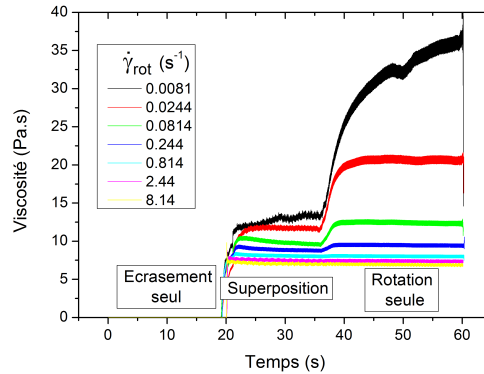


FIGURE V.11 – Viscosité de rotation durant l'expérience.

Nous observons que lorsque le taux de cisaillement de rotation est élevé (ici, quand $\dot{\gamma}_{rot} > 0,814 \text{ s}^{-1}$, correspondant aux expériences dont les résultats sont tracés en bleu clair, rose et jaune), la viscosité de rotation est la même qu'il y ait superposition des deux écoulements ou juste le cisaillement simple de rotation : l'oscillation n'est pas perturbatrice. Dans les autres cas, la viscosité de rotation est plus faible quand il y a superposition que quand il n'y a que la rotation.

Avant d'étudier la phase de superposition, comparons la mesure de viscosité en rotation à la fin de chaque expérience (lorsqu'il n'y a que le cisaillement simple) à la mesure effectuée par une rampe de rotation seule et présentée précédemment. Nous traçons la viscosité des derniers points de chaque courbe présentée dans la figure V.11 en fonction du taux de cisaillement imposé avec le même code couleur et nous ajoutons la mesure effectuée par la rampe de rotation (en trait plein). Les résultats sont présentés dans la figure V.12.

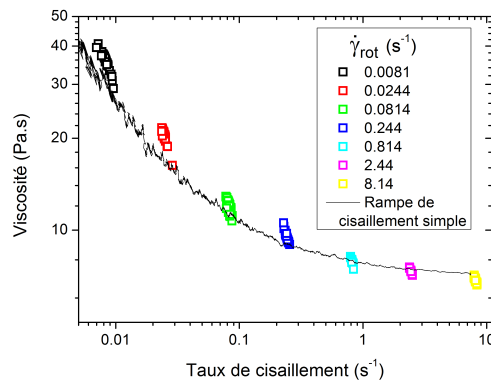


FIGURE V.12 – Viscosité de rotation après la superposition. En trait plein la mesure de viscosité effectuée par une rampe décroissant de taux de cisaillement de rotation en cisaillement simple.

Les résultats sont satisfaisants. La mesure en cisaillement simple après la superposition redonne la valeur mesurée par la rampe de cisaillement simple de rotation : si les oscillations perturbent donc le comportement en rotation, ce phénomène est réversible.

V.B.4 Interprétation des résultats lors de la superposition

La première étape de l'analyse de la superposition consiste à comparer directement les mesures de viscosité en rotation et en écrasement lorsque les deux sollicitations sont présentes. C'est ce que nous faisons dans la figure V.13 en traçant le rapport $\frac{\eta_{sq}}{\eta_{rot}}$ en fonction du taux de cisaillement de rotation imposé. Les points en carrés noirs correspondent aux expériences effectuées avec $\dot{\gamma}_{sq} = 0,156 \text{ s}^{-1}$ et les points en ronds rouges avec $\dot{\gamma}_{sq} = 0,228 \text{ s}^{-1}$.

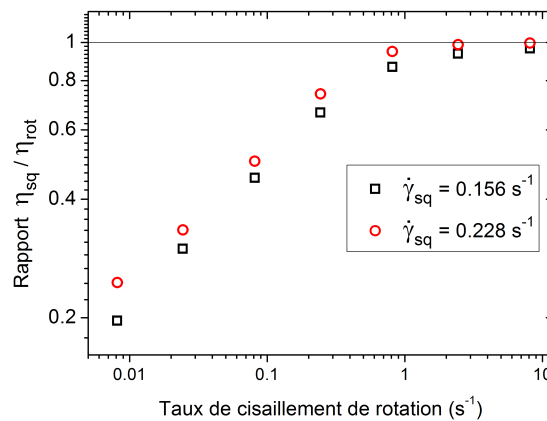


FIGURE V.13 – Viscosité d'écrasement divisée par la viscosité de rotation pendant la superposition.

Pour les trois derniers points, le rapport vaut approximativement un : la viscosité mesurée par les oscillations d'écrasement est identique à la viscosité mesurée par le cisaillement stationnaire de rotation. Ces trois points correspondent aux expériences pour lesquelles la viscosité mesurée en rotation est identique en superposition ou rotation seule (*cf* courbes bleu clair rose et jaune dans la figure V.11).

On en déduit deux résultats importants. D'une part, les oscillations ne modifient pas la mesure en rotation. C'est ce dernier écoulement qui fixe la structure, celle-ci n'est pas perturbée par l'écoulement d'écrasement. D'autre part, le matériau semble isotrope puisque les valeurs sont identiques dans les deux directions orthogonales. La baisse de la viscosité mesurée par les oscillations verticales dans la figure V.10b lorsque $\dot{\gamma}_{rot}$ augmente correspond donc simplement à la baisse de la viscosité en cisaillement simple due au caractère rhéofluidifiant de la suspension présenté au début de l'étude. Dans les autres expériences, lorsque les taux de cisaillement des deux expériences sont semblables, les résultats ne sont pas identiques dans les deux directions et on peut penser à première vue qu'il y a anisotropie, qu'un écoulement favorise une structure qui n'est pas semblable dans toutes les directions.

Pour mieux comprendre cet effet, nous traçons les résultats d'une manière différentes dans la figure V.14. Sont alors tracées les mesures effectuées en cisaillement simple stationnaire de rotation (fin de la troisième partie de la séquence, ronds pleins), en oscillations seules d'écrasement (première

partie de la séquence, carrés pleins) et les deux mesures rotation et écrasement en superposition (deuxième partie de la séquence, respectivement ronds vides et carrés pleins).

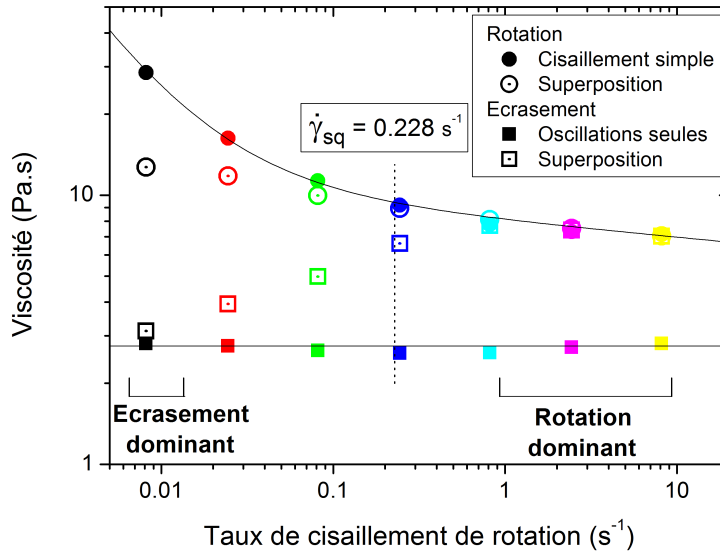


FIGURE V.14 – Comparaison des différentes mesures de viscosité : par le cisaillement simple de rotation, les oscillations en écrasement et la superposition des deux sollicitations.

Nous ajoutons en pointillé vertical la ligne représentant l'amplitude du taux de cisaillement des oscillations d'écrasement. Nous distinguons clairement les trois zones évoquées précédemment :

- Quand le taux de cisaillement de rotation est élevé, pour les trois derniers points (bleu clair, rose et jaune), nous retrouvons les résultats précédents : la rotation domine et fixe la structure. Les oscillations d'écrasement ne la modifie pas et la mesure est isotrope.
- Quand le taux de cisaillement de rotation est faible, pour le premier point (noir), la rotation ne perturbe que très faiblement la mesure en écrasement puisque la viscosité d'écrasement en superposition est très proche de celle obtenue lorsque seules les oscillations sont présentes. La valeur mesurée en rotation est différente, nous tenterons de l'expliquer.
- Quand les taux de cisaillement sont semblables (rouge, vert, bleu foncé), le mélange est trop complexe pour être totalement compris.

Pour tenter de comprendre mieux les deux derniers cas, revenons aux résultats présentés dans le paragraphe IV.B (page 118) à propos des mesures de viscosité en oscillations. Nous avons remarqué qu'à une telle amplitude de déformation ($\gamma_{sq} \approx 0,03$), la mesure en oscillations est inférieure à la mesure en cisaillement stationnaire, ce qu'on relie à des différences de microstructure. Il est donc normal que la viscosité mesurée en écrasement oscillatoire diminue : plus la part de l'écrasement dans l'écoulement de superposition augmente, plus la mesure en écrasement en superposition tend vers la mesure quand seul l'écrasement est présent.

Nous remarquons que la viscosité mesurée en rotation est beaucoup plus élevée, même quand

l'écrasement est clairement dominant. Elle semble alors prendre la valeur mesurée à un taux de cisaillement de l'ordre de grandeur du taux de cisaillement moyen appliqué en oscillations (donner exactement cette valeur reste délicat). Cela semble dire que les oscillations sont sensibles à autre chose que le cisaillement stationnaire, ce qui pourrait être des ouvertures de contact lors du *shear reversal*, comme suggéré par Blanc et al. [13], tandis que le cisaillement permanent ne serait sensible qu'à une structure moyenne fixée par le taux de cisaillement.

Ceci montre l'intérêt de la technique pour chercher les comportements anisotropes. Il faut continuer le travail en augmentant la fraction volumique, et si possible sur des suspensions non rhéofluidifiantes.

Résultat important :

- Dans cet écoulement de superposition sur les suspensions, nous avons montré que lorsque l'écoulement principal est continu, il fixe la structure et l'écoulement secondaire donne la même mesure de viscosité, y compris en oscillations, le matériau répond de manière isotrope.
- En revanche, quand l'écoulement principal est oscillatoire, le cisaillement continu ne donne pas nécessairement la même viscosité que les oscillations, ce qui semble montrer que ces deux types de sollicitation sont sensibles à des aspects différents de la microstructure des suspensions.

V.C Fluides à seuil : critère d'écoulement 3D

V.C.1 Introduction

Le seuil d'écoulement d'un fluide représente la contrainte nécessaire à lui appliquer pour passer de l'état solide à l'état liquide. Cette grandeur est un scalaire et nous savons le mesurer en appliquant un cisaillement simple au fluide. Nous avons montré dans le chapitre précédent (lors du paragraphe IV.C.3, page 124) que la direction du cisaillement n'importait pas. En effet, les mesures effectuées par un cisaillement d'écrasement et celles effectuées par un cisaillement de rotation sont identiques. La figure V.15 présente, pour rappel, les résultats typiques obtenus alors.

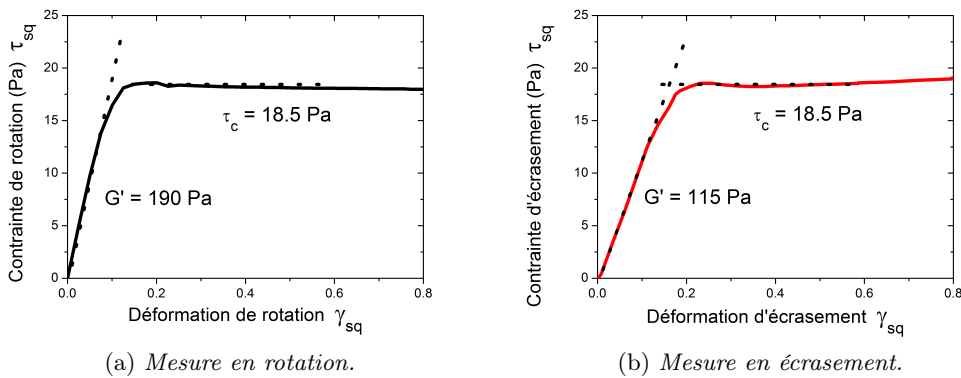


FIGURE V.15 – Mesure du seuil à faible taux de cisaillement ($\dot{\gamma} = 0,05 \text{ s}^{-1}$).

Nous voulons désormais mesurer le seuil des matériaux étudiés en imposant un écoulement hélicoïdal. Nous tenterons de comprendre comment se répartit la contrainte entre rotation et écrasement sous la superposition des deux cisaillements simples. Nous nous intéresserons à l'invariant tel que nous l'avons défini lors de l'étude théorique.

Nous avons décrit au paragraphe III.B.2.e (page 77) la mise en place de l'expérimentation avec le rhéomètre Kinexus. Nous présentons ici les résultats de cette séquence imposée à différents fluides à seuil et nous les analysons.

V.C.2 Principe

La séquence développée à l'aide du logiciel de contrôle du rhéomètre nous permet de définir un taux de cisaillement en rotation $\dot{\gamma}_{rot}$ et un taux de cisaillement d'écrasement $\dot{\gamma}_{sq}$, d'imposer ces deux cisaillements simples et de les garder constants malgré le changement de forme du cylindre de fluide. Vus les calculs menés dans la partie II.D, nous savons que nous pouvons caractériser l'écoulement global créé par ces deux cisaillements simples par un taux de cisaillement égal à $\dot{\gamma}_{tot} = \sqrt{\dot{\gamma}_{rot}^2 + \dot{\gamma}_{sq}^2}$. Cette séquence consiste donc à mesurer la réponse en rotation et en écrasement d'un fluide soumis à un cisaillement $\dot{\gamma}_{tot}$ quelconque.

Dans le cas d'une mesure de seuil en cisaillement simple classique, nous appliquons au fluide un taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ faible et nous traçons les courbes contrainte-déformation. Nous utilisons cette même technique pour notre test 3D en choisissant un taux de cisaillement total égal à

$\dot{\gamma}_{tot} = 0,05 s^{-1}$. Nous suivons en continu le comportement dans chacune des deux directions du cisaillement en traçant indépendamment les deux courbes de la contrainte de rotation en fonction de la déformation de rotation $\tau_{rot} = f_1(\gamma_{rot})$ et la contrainte d'écrasement en fonction de la déformation d'écrasement $\tau_{sq} = f_2(\gamma_{sq})$.

En faisant varier le rapport des taux de cisaillement dans chacune des directions $\dot{\gamma}_{sq}/\dot{\gamma}_{rot}$ de $+\infty$ à 0 tout en gardant $\dot{\gamma}_{tot} = 0,05 s^{-1}$, on passe d'un écoulement d'écrasement pur ($\dot{\gamma}_{sq}/\dot{\gamma}_{rot} = +\infty$) à un écoulement de rotation pur ($\dot{\gamma}_{sq}/\dot{\gamma}_{rot} = 0$). Nous avons montré que pour ces deux cas extrêmes la mesure de seuil est identique (cf. paragraphe IV.C.3 page 124). Nous nous intéressons donc ici à tous les combinaisons possibles de ces deux écoulements entre les deux extrêmes.

Dans la figure V.16 est donné un exemple des choix pour les valeurs de $\dot{\gamma}_{sq}/\dot{\gamma}_{rot}$ utilisé par la suite. Ces valeurs (avec les deux cisaillements simples purs et 10 choix de superposition) nous permettent de balayer spectre disponible entre des deux cisaillements simples extrêmes.

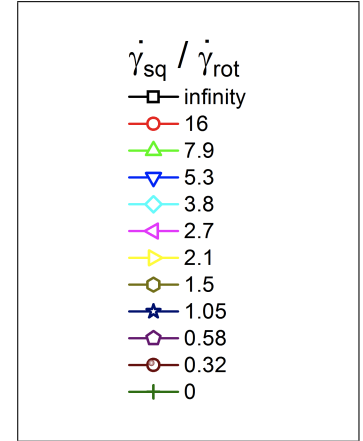


FIGURE V.16 – Exemple de valeurs de $\dot{\gamma}_{sq}/\dot{\gamma}_{rot}$, légende de la figure V.17, sous-figures (b) et (a).

V.C.3 Résultats

Nous appliquons un cisaillement complexe en choisissant les valeurs de $\dot{\gamma}_{sq}$ et $\dot{\gamma}_{rot}$ telles que le cisaillement global reste constant et égal à $0,05 s^{-1}$ et que leur rapport est parmi les valeurs proposées dans la figure V.16. Nous présentons dans la figure V.17 les résultats obtenus lors d'une telle expérience sur l'émulsion 4.

Dans la figure V.17a sont tracées les courbes de la contrainte d'écrasement τ_{sq} en fonction de la déformation d'écrasement γ_{sq} . De la même manière, dans la figure V.17b sont tracées les courbes de la contrainte de rotation τ_{rot} en fonction de la déformation de rotation γ_{rot} .

Chaque couple de couleur-symbole correspond à une unique expérience pour laquelle on suit la réponse en rotation et en écrasement. Ainsi, la courbe en carrés noirs (\blacksquare) correspond à une expérience pour laquelle on a imposé $\dot{\gamma}_{tot} = \dot{\gamma}_{sq} = 0,05 s^{-1}$, c'est donc une expérience de cisaillement simple d'écrasement. À l'opposé, la courbe en croix vertes (\oplus) correspond à une expérience pour laquelle on a imposé $\dot{\gamma}_{tot} = \dot{\gamma}_{rot} = 0,05 s^{-1}$, c'est alors l'expérience de cisaillement simple de rotation. La courbe aux triangles tournés à droite en jaune (\blacktriangleright) correspond à une expérience pour laquelle on a imposé $\dot{\gamma}_{sq} = 0,0358 s^{-1}$ et $\dot{\gamma}_{rot} = 0,0172 s^{-1}$.

On remarque que le seuil mesuré en rotation diminue lorsque le rapport $\dot{\gamma}_{sq}/\dot{\gamma}_{rot}$ augmente; inversement, dans ces mêmes conditions, le seuil mesuré en écrasement augmente. Pour mieux comprendre des observations, nous allons étudier le critère de seuil 3D.

V.C.4 Critère 3D : Von Mises ou Tresca ?

La suite de l'étude de cette expérience de mesure de seuil consiste à considérer indépendamment chacun des tests (une couleur dans la figure V.17). Nous mesurons sur chacune des courbes de rotation et d'écrasement les plateaux atteints par les contraintes respectives. Pour chaque test où

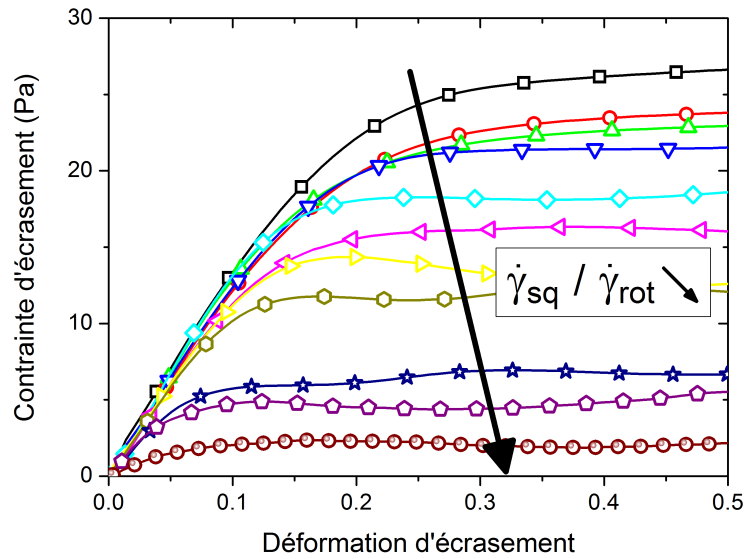
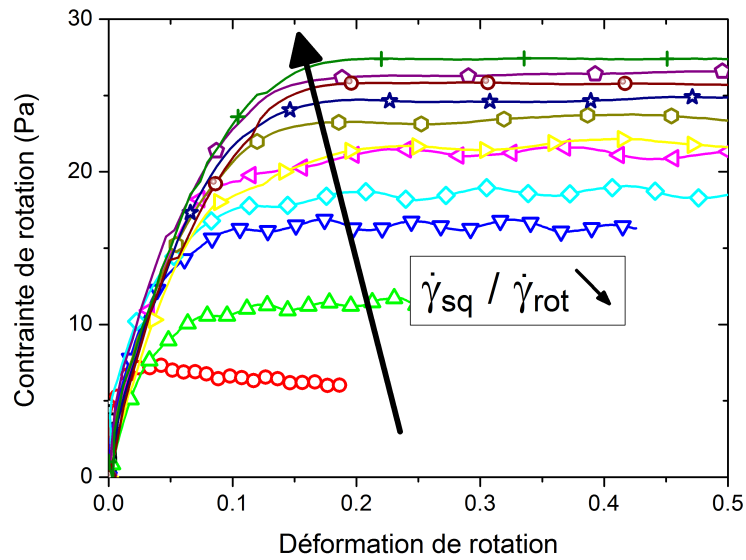
(a) *Mesure en écrasement*(b) *Mesure en rotation*

FIGURE V.17 – Courbes contrainte-déformation obtenues lors d'un cisaillement à $\dot{\gamma}_{tot} = \sqrt{\dot{\gamma}_{rot}^2 + \dot{\gamma}_{sq}^2} = 0,05 \text{ s}^{-1}$ en faisant varier le rapport $\dot{\gamma}_{sq} / \dot{\gamma}_{rot}$. Nous présentons indépendamment les résultats obtenus en écrasement et en rotation.

l'on avait imposé $\{\dot{\gamma}_{sq}; \dot{\gamma}_{rot}\}$ nous obtenons un couple de contraintes $\{\tau_{sq}; \tau_{rot}\}$. Afin de comparer les différents matériaux entre eux, nous divisons toutes les valeurs de contraintes par la contrainte seuil mesurée en cisaillement simple τ_c .

Nous appliquons la même procédure sur différents matériaux : quatre émulsions (numéros 2, 4, 4bis et 7 et dont les seuils mesurés en cisaillement simple τ_c valent respectivement $43,3 Pa$, $25,1 Pa$, $18,3 Pa$ et $34,7 Pa$), un gel de carbopol (seuil mesuré en cisaillement simple $\tau_c = 70 Pa$) et la mousse Gillette (deux types de mousse différents dont les seuils mesurés en cisaillement simple valent $\tau_c = 26,5 Pa$ et $\tau_c = 60,1 Pa$).

Pour l'émulsion 4 (seuil $\tau_c = 25,1 Pa$), nous modifions la procédure en changeant le sens du cisaillement d'écrasement. Au lieu d'écraser le fluide, nous l'étirons en éloignant les disques l'un de l'autre en renversant la vitesse de translation. La force mesurée n'est alors plus une force de compression mais une force de traction. Nous traçons de la même manière les courbes contrainte-déformation de ces expériences et mesurons le seuil dans chacune des direction.

Nous pouvons désormais tracer la contrainte adimensionnée mesurée en rotation par la contrainte adimensionnée mesurée en écrasement, c'est ce qui est fait sur la figure V.18 où nous rassemblons les résultats de tous les matériaux décrits précédemment. Les résultats de compression sont en symboles vides, ceux de traction en symboles pleins.

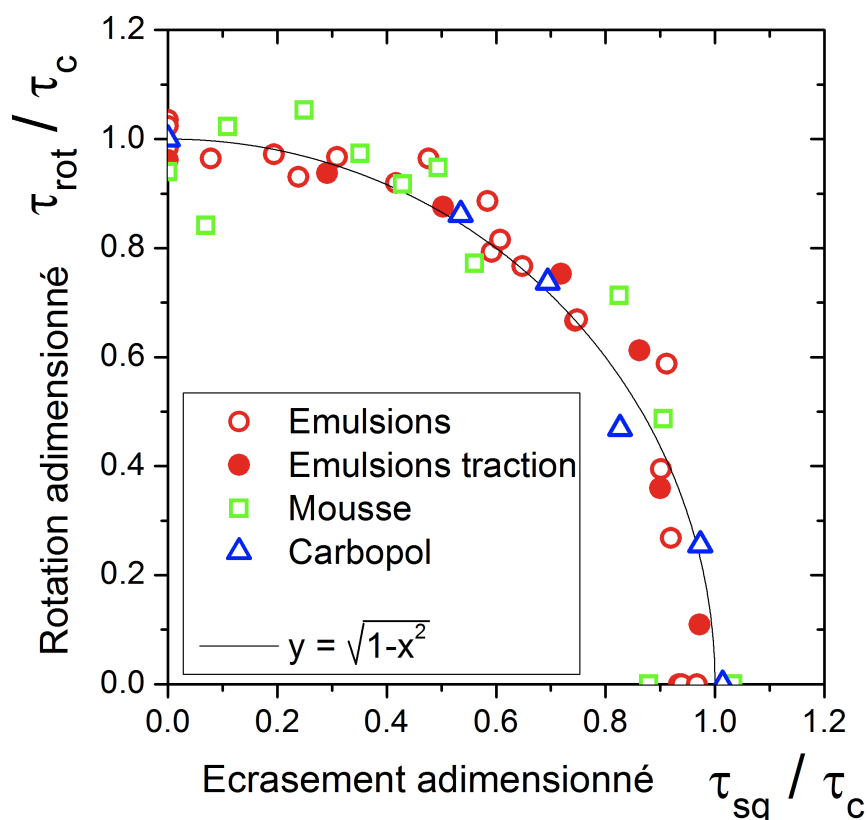


FIGURE V.18 – Tracé de la valeur du plateau de la mesure en rotation (courbes figure V.17b) en fonction de la valeur du plateau de la mesure en écrasement (courbes figure V.17a).

Nous remarquons que tous les points, quelque soit le matériau, avec un écrasement en traction ou en compression, semblent se superposer sur une unique courbe maîtresse définissant la frontière entre le comportement solide (sous la courbe) et le comportement liquide du matériau (au dessus de la courbe). Cette frontière est le critère de seuil 3D recherché. La courbe maîtresse est un arc de cercle défini par $y = \sqrt{1 - x^2}$ et tracé en trait plein noir. Le critère de seuil dans cette configuration s'écrit donc $\sqrt{\tau_{rot}^2 + \tau_{sq}^2} < \tau_c$. On peut maintenant en proposer un écriture généralisée isotrope :

$$\begin{cases} \text{solide si } \tau = \sqrt{0,5 \cdot \sum_{i,j} \tau_{ij}^2} < \tau_c \\ \text{liquide sinon.} \end{cases} \quad (\text{V.4})$$

Cette écriture, même si c'est une des premières fois qu'elle est vérifiée expérimentalement, pouvait être attendue d'un point de vue purement mécanique sous deux hypothèses : (i) le matériau est isotrope au moment où il atteint le seuil, (ii) les différences de contraintes normales sont négligeables. Le critère de seuil doit alors s'écrire simplement en fonction des trois invariants du tenseur des contraintes. Or, sous ces mêmes hypothèses, nous avons montré (voir annexe A) que seul le deuxième invariant est non nul et qu'il s'écrit $\tau_{rot}^2 + \tau_{sq}^2$, soit exactement l'écriture faite ci-dessus du critère 3D.

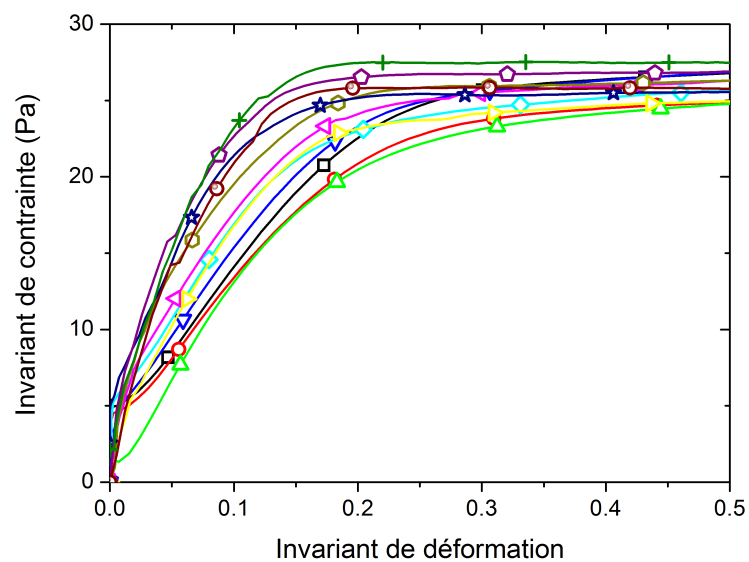
Notons enfin que ce critère est compatible avec les deux principaux critères utilisés dans les matériaux cristallins (voir [40]) : Von Mises et Tresca. Brader et al. [18] présentent le même type de résultats sur les verres colloïdaux et observent un critère en accord avec celui de Von Mises.

V.C.5 Invariant

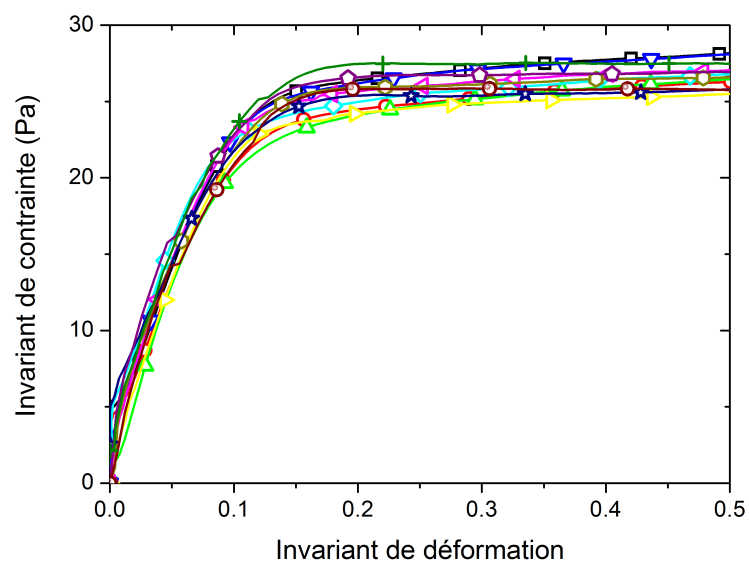
Nous avons tracé dans les figures V.17a et V.17b les contraintes et déformations correspondants à chacun des deux écoulements, alors que l'écoulement global est la combinaison des deux écoulements. Ainsi, et pour représenter cet écoulement total, nous souhaitons tracer l'invariant de contrainte d'une expérience $\tau = \sqrt{\tau_{rot}^2 + \tau_{sq}^2}$ en fonction de l'invariant de déformation correspondant $\gamma = \sqrt{\gamma_{rot}^2 + \gamma_{sq}^2}$, regroupant alors les deux figures susmentionnée en une unique figure. C'est ce que nous proposons dans la figure V.19a.

Les résultats ne sont clairement pas satisfaisants. Les courbes représentant les expériences où l'écrasement est dominant sont plus basses dans la partie linéaire que des courbes représentant les expériences pour lesquelles la rotation est l'écoulement dominant. Ceci est à mettre en parallèle de résultats obtenus au paragraphe IV.C.2 (page 122) : nous avons alors remarqué que l'élasticité mesurée en cisaillement stationnaire ou oscillant était deux fois plus faible en écrasement qu'en rotation lorsqu'on calculait les déformations et contraintes à l'aide de la théorie validée sur les fluides newtoniens. Or, les contraintes seuils mesurées sur le plateau plastique étaient identiques, ce qui nous incite à diviser par deux la déformation théorique d'écrasement afin de correspondre en régime solide les résultats des cisaillements simples de rotation aux résultats d'écrasement.

Nous appliquons de la même manière cette correction aux résultats de la superposition en traçant pour chacune des expériences l'invariant de contrainte $\tau = \sqrt{\tau_{rot}^2 + \tau_{sq}^2}$ en fonction d'une déformation modifiée $\gamma_{modif} = \sqrt{\gamma_{rot}^2 + \left(\frac{\gamma_{sq}}{2}\right)^2}$; cette déformation modifiée est en réalité l'invariant de déformation correct si l'on suppose qu'on s'est trompé d'un facteur 2 sur la déformation en écrasement. Les résultats sont présentés dans la figure V.19b. On retombe alors sur une unique courbe



(a) Tracé de l'invariant de contrainte en fonction de l'invariant de déformation.



(b) Même tracé mais en corrigeant la déformation d'écrasement par un facteur 2.

FIGURE V.19 – Invariants de contrainte et de déformation pour des expériences de mesure de seuil 3D sur une émulsion.

représentant d'une part l'élasticité du matériau avec une pente commune à toutes les expériences et toutes les combinaisons possibles d'écoulements entre la rotation pure et l'écrasement pur et d'autre part sa plasticité avec un même plateau quelque soit l'expérience. Ce résultat semble indiquer que le matériau considéré ici (émulsion) a un comportement élasto-plastique isotrope. L'origine de la différence entre théorie et expérience sur la déformation des matériaux élastiques reste un point à approfondir.

V.C.6 Régime liquide

Intéressons nous de nouveau aux courbes brutes de la figure V.17. La courbe pour laquelle nous avons théoriquement imposé le même taux de cisaillement en rotation et en écrasement, $\dot{\gamma}_{sq} = \dot{\gamma}_{rot} = \dot{\gamma}_{tot}/\sqrt{2} = 0,0354 s^{-1}$, est tracée en étoile bleue \star . La réponse à cette sollicitation n'est pas symétrique : la contrainte de rotation est largement plus grande que la contrainte d'écrasement.

De manière opposée, si nous cherchons à quelle expérience et quel couple de valeurs $(\dot{\gamma}_{sq}, \dot{\gamma}_{rot})$ correspond un équilibre entre rotation et écrasement dans la contrainte mesurée, nous remarquons que le changement s'effectue entre les courbes "losange bleu clair" \diamond et "triangle gauche rose" \triangleleft . Ces courbes correspondent respectivement à des rapports de taux de cisaillement $\dot{\gamma}_{sq}/\dot{\gamma}_{rot}$ égaux à 3,8 et 2,7.

Dans le régime liquide, le taux de cisaillement lié à l'écoulement d'écrasement calculé théoriquement semble donc être trois fois plus grand que le taux de cisaillement effectivement senti par le matériau. On peut ici dire qu'un désaccord avec la théorie proposée n'est pas surprenant dans la mesure où le calcul avait été fait pour un matériau au comportement linéaire, alors qu'on étudie désormais un comportement non-linéaire. On réétudiera ce phénomène plus en détail dans la partie suivante.

Résultat important :

- L'expérience de superposition nous permet de mesurer le critère d'écoulement des fluides à seuil en multidimension et nous validons l'expression suivante :

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{solide si } \tau = \sqrt{0,5 \cdot \sum_{i,j} \tau_{ij}^2} < \tau_c \\ \text{liquide sinon.} \end{array} \right.$$

- Au final, le comportement plastique des divers matériaux étudiées semble isotrope. Cette isotropie semble même s'appliquer à l'élasto-plasticité des émulsions.

- Les expériences ont confirmé que la déformation d'écrasement en régime élastique est surévaluée d'un facteur 2. Ce point reste mystérieux et doit être approfondi.

V.D Fluides à seuil : loi d'écoulement 3D

Après avoir mesuré en superposition la contrainte d'écoulement des fluides à seuil et validé une écriture 3D du critère, nous nous intéressons désormais à la loi d'écoulement. Il est courant d'utiliser des écritures tensorielles des lois de comportements qui d'écoulent d'hypothèses faites à partir des lois scalaires. Nous pouvons en trouver quelques exemples dans la littérature ([26], [64], [65] ou [66]).

Grâce à notre écoulement de superposition, nous allons ici tester l'écriture tensorielle de la loi de comportement. Pour cela, nous menons des expériences pour lesquelles nous mesurons la viscosité apparente des fluides à seuil sous un écoulement complexe, en s'intéressant en détail aux cas extrêmes où l'un des écoulements simples est prépondérant, appelé écoulement principal, l'écoulement secondaire permettant de mesurer l'état du matériau dans les directions orthogonales.

V.D.1 Combinaison d'écoulements stationnaires

V.D.1.a Principe

Ce premier test combine deux cisaillements stationnaires. Pour cela, nous n'utiliserons que le rhéomètre Kinexus, sans la platine de translation, avec la séquence décrite au paragraphe III.B.2.f, page 79. L'expérience consiste à imposer au matériau l'écoulement suivant : partant de l'état liquide en appliquant un cisaillement de rotation important, nous diminuons le taux de cisaillement de rotation petit à petit (de manière logarithmique, en réduisant le taux de cisaillement d'un facteur 10 toutes les 30 secondes). Pendant le même temps, nous écrasons le cylindre de fluide à une vitesse telle que le taux de cisaillement d'écrasement reste constant et égal à une valeur choisie au début de l'expérience (cela va du cisaillement nul $\dot{\gamma}_{sq} = 0 \text{ s}^{-1}$ à tout cisaillement tel que l'expérience reste faisable³). L'avantage de ce test, avec un taux de cisaillement constant et l'autre variable, est la présence de deux parties distinctes. Ainsi, en choisissant intelligemment les valeurs de $\dot{\gamma}_{sq}$ et de $\dot{\gamma}_{rot}$ du début et de la fin de la rampe, nous aurons une première partie au cours de laquelle la rotation sera l'écoulement principal et l'écrasement l'écoulement secondaire et une seconde partie pour laquelle ce sera l'inverse.

V.D.1.b Expérience typique

V.D.1.b.i Données brutes

Les résultats présentés dans ce paragraphe sont ceux obtenus avec l'émulsion 4. Nous nous plaçons dans les conditions décrites précédemment et nous lançons une rampe décroissante de taux de cisaillement de rotation tout en ajoutant un écrasement à taux de cisaillement constant. Dans la figure V.20 sont tracées les données brutes associées à une telle expérience : force, couple, vitesse d'écrasement et vitesse de rotation. Le taux de cisaillement de rotation va de $\dot{\gamma}_{rot} = 15 \text{ s}^{-1}$ à $\dot{\gamma}_{rot} = 4.10^{-4} \text{ s}^{-1}$, le taux de cisaillement d'écrasement est fixé à $\dot{\gamma}_{sq} = 0,161 \text{ s}^{-1}$. La vitesse de rotation (étoiles noires) décroît très rapidement (5 décades en 150 secondes) tandis que la vitesse d'écrasement (étoiles rouges) diminue très légèrement afin de s'adapter aux variations du rayon et

3. Pour des raisons pratiques, et dans cette expérience, nous utilisons 0,7 ml de fluide en partant d'un entrefer de 1,1 mm. Le rayon de la géométrie étant alors de 20 mm, l'entrefer est rempli lorsque $h \approx 0,55 \text{ mm}$. Si nous estimons qu'il faut au moins trois décades de cisaillement de rotation pour avoir une expérience intéressante, la vitesse moyenne maximale doit être de $V \approx 0,006 \text{ mm.s}^{-1}$ et donc $\dot{\gamma}_{sq} \approx 0,15 \text{ s}^{-1}$ en cisaillement maximal. Ceci est bien entendu un calcul approximatif et nous pouvons jouer sur les paramètres tels que le volume, la vitesse maximale ou la durée de la rampe pour atteindre d'autres valeurs de cisaillement d'écrasement. Mais il montre qu'on ne pourra pas atteindre des valeurs très élevées.

de la hauteur de cylindre et de garder un taux de cisaillement d'écrasement constant⁴. La force augmente rapidement puis semble atteindre un plateau. Au même moment, le couple quitte la faible pente pour diminuer rapidement ensuite. Ce changement de comportement semble être dû à l'inversion du type d'écoulement et sera étudié par la suite.

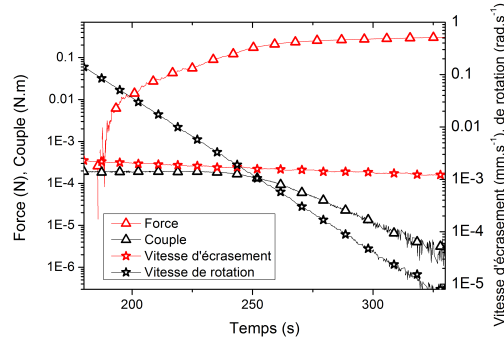


FIGURE V.20 – Données brutes d'une expérience typique d'écrasement à cisaillement constant sous une rampe de rotation, émulsion 4.

V.D.1.b.ii Interprétation

Étudions ce cas plus précisément. Pour cela, nous traçons (voir figure V.21) les contraintes de rotation (τ_{rot} en ronds noirs) et d'écrasement (τ_{sq} en carrés rouges) en fonction de la variable au cours de l'expérience, le taux de cisaillement de rotation $\dot{\gamma}_{rot}$. Nous ajoutons la contrainte de rotation mesurée en cisaillement simple (quand $\dot{\gamma}_{sq} = 0 \text{ s}^{-1}$) en trait vert.

La réponse du matériau semble complexe. C'est pourquoi nous allons étudier essentiellement deux cas limites : l'écoulement principal et l'écoulement secondaire.

Écoulement principal Les résultats de la figure V.21 se découpent tous en deux zones distinctes, comme attendu. D'une part, dans les zones de fort cisaillement de rotation, quand $\dot{\gamma}_{rot} \gg \dot{\gamma}_{sq}$ et que l'écoulement principal est la rotation, la contrainte de rotation en superposition est confondue avec la contrainte de rotation mesurée en cisaillement simple. C'est le comportement classique d'un fluide à seuil. Dans le même temps, la contrainte d'écrasement est très faible et augmente doucement quand le taux de cisaillement de rotation diminue.

D'autre part, dans les zones de faible cisaillement de rotation, quand $\dot{\gamma}_{rot} \ll \dot{\gamma}_{sq}$ et que l'écoulement principal est l'écrasement, la contrainte d'écrasement tend vers la valeur de la contrainte de rotation en cisaillement simple. On retrouve de nouveau ici le comportement classique des fluides à seuil avec la mesure du seuil de contrainte $\tau_c = 21,3 \text{ Pa}$ (puisque le cisaillement d'écrasement est faible). Dans le même temps, la contrainte de rotation diminue quand le taux de cisaillement de rotation diminue.

Dès lors, nous avons montré que lorsqu'on soumet un fluide à seuil à deux écoulements orthogonaux et que l'un des deux est prépondérant, la réponse du matériau dans la direction de cet écoulement est essentiellement la réponse d'un fluide à seuil classique tracée en vert dans la même figure (rhéofluidifiant dans les hauts cisaillements, mesure de la contrainte seuil dans les faibles

4. Pour rappel, à $\dot{\gamma}_{sq}$ et Ω constant, la vitesse V est proportionnelle à $h^{5/2}$.

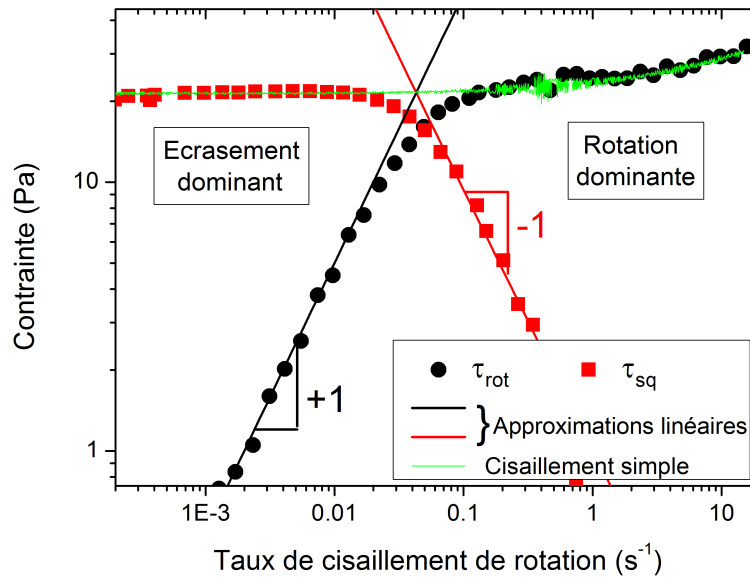


FIGURE V.21 – Cas particulier d'un cisaillement d'écrasement à $0,161 \text{ s}^{-1}$ pendant une rampe décroissante de rotation sur $0,7 \text{ ml}$ de l'émulsion 4. La contrainte de rotation est tracée en ronds noirs et la contrainte d'écrasement en carrés rouges. Les traits correspondent à la théorie proposée dans le corps du texte.

cisaillements). Il nous faut maintenant interpréter la réponse du matériau aux écoulements secondaires.

Écoulement secondaire Considérons la réponse dans les écoulements secondaires. Intéressons-nous en premier lieu au cas de la rotation. Lorsque l'écrasement est dominant, nous remarquons que la relation entre τ_{rot} et $\dot{\gamma}_{rot}$ semble linéaire (pente égale à $+1$ en tracé logarithmique). Ceci correspond à un comportement visqueux. Nous pouvons donc écrire $\tau_{rot} = \eta \cdot \dot{\gamma}_{rot}$. Sur la figure V.21 est tracée en trait plein noir l'approximation linéaire en choisissant $\eta = 500 \text{ Pa}\cdot\text{s}$.

Lorsque la rotation est dominante, la contrainte d'écrasement est inversement proportionnelle au taux de cisaillement de rotation (pente égale à -1 en tracé logarithmique). Nous noterons $\tilde{\eta}$ le coefficient de proportionnalité et l'appellerons pseudo-viscosité : $\tau_{sq} = \tilde{\eta} / \dot{\gamma}_{rot}$. L'approximation linéaire est tracée en trait rouge en utilisant $\tilde{\eta} = 0,9 \text{ Pa}\cdot\text{s}^{-1}$.

V.D.1.c Résultats pour différentes valeurs de taux de cisaillement d'écrasement

Avec les résultats précédents, nous commençons à comprendre le comportement des fluides à seuil soumis à un écoulement à plusieurs directions. Pour continuer, nous allons imposer différentes valeurs du taux de cisaillement d'écrasement et comparer les résultats. Nous nous proposons, avec ces expériences, de tester la loi tensorielle suivante :

$$\tau_{ij} = 2 \frac{\tau_c + kd^n}{d} d_{ij} \quad (\text{V.5})$$

V.D.1.c.i Contraintes de rotation et d'écrasement

Nous pouvons réitérer cette expérience pour plusieurs valeurs du taux de cisaillement d'écrasement. Nous présentons les résultats de la force et du couple dans le graphique de la figure V.22. Les courbes représentant le couple partent de leur valeur maximale et décroissent avec le temps (sauf celles pour lesquelles $\dot{\gamma}_{sq}$ est le plus grand). Inversement, la force est nulle au début de l'expérience et augmente par la suite. Les différentes valeurs des taux de cisaillement d'écrasement sont données dans la légende de la même figure.

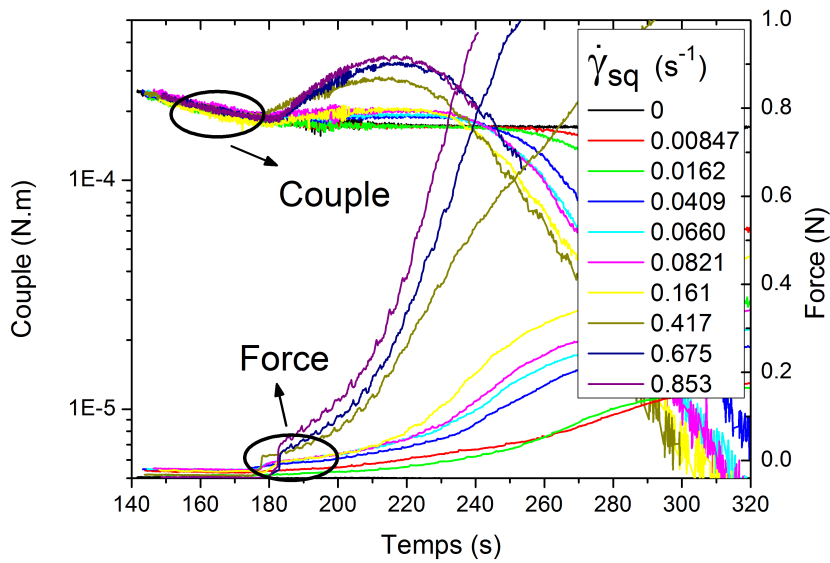
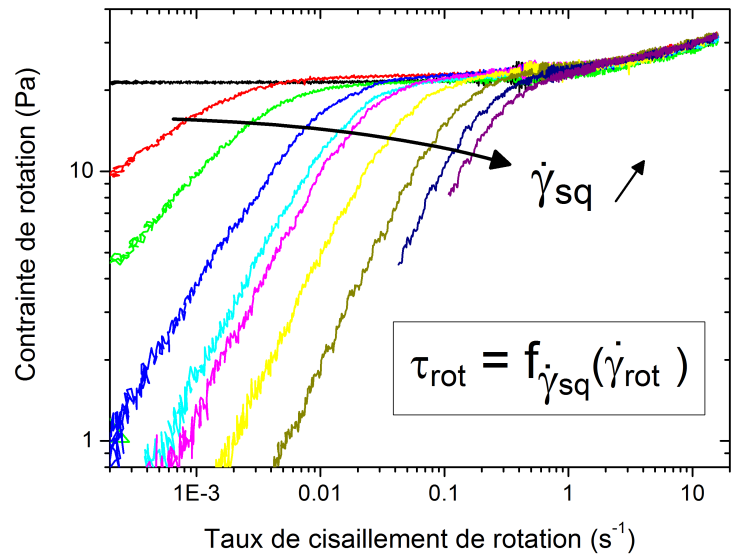


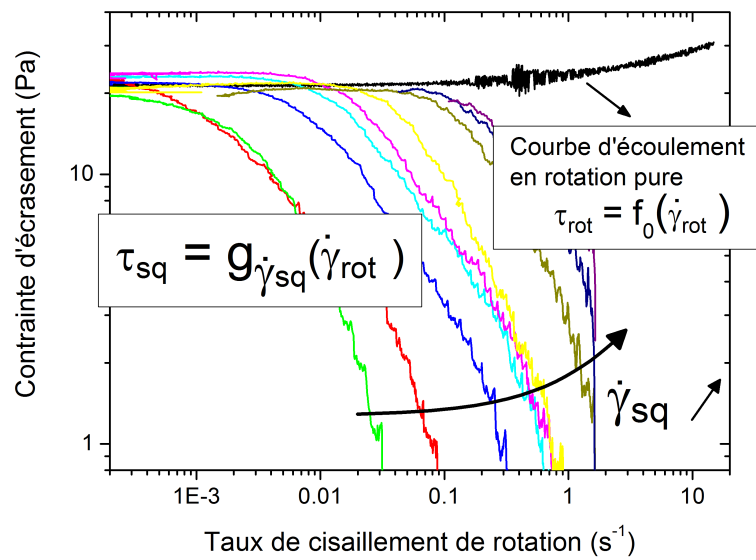
FIGURE V.22 – Données brutes de la force et du couple pour différentes valeurs du taux de cisaillement d'écrasement.

Nous pouvons ensuite calculer les contraintes de cisaillement associées à chacun des écoulements, τ_{rot} et τ_{sq} . Nous traçons les deux faisceaux de courbes en fonction du taux de cisaillement de rotation, puisque c'est la grandeur qui varie au cours de chaque expérience. Chaque courbe est déterminée par un paramètre, le taux de cisaillement d'écrasement $\dot{\gamma}_{sq}$, qui va déterminer le type d'écoulement dans lequel se trouve le fluide : soit majoritairement un écoulement de rotation au début de l'expérience, soit majoritairement un écoulement d'écrasement à la fin de l'expérience, soit un mélange complexe des deux lorsque le taux de cisaillement de rotation est semblable à celui de l'écrasement. Nous traçons la réponse en rotation donnée par $\tau_{rot} = f_{\dot{\gamma}_{sq}}(\dot{\gamma}_{rot})$ dans la figure V.23a et la réponse en écrasement donnée par $\tau_{sq} = g_{\dot{\gamma}_{sq}}(\dot{\gamma}_{rot})$ dans la figure V.23b. Chaque couleur donne le taux de cisaillement d'écrasement avec le même code que pour la figure précédente. Dans le cas de l'écrasement, nous avons ajouté la courbe effectuée en rotation seule (courbe noire).

Nous notons que le comportement dans l'écoulement principal est toujours le même. Quelle que soit le type d'écoulement principal (rotation ou écrasement), la réponse dans cette direction est toujours semblable à la réponse du fluide à seuil en cisaillement simple. Les réponses dans les écoulements secondaires sont similaires, mais les droites se décalent vers la droite quand le taux de cisaillement d'écrasement augmente, nous allons expliquer pourquoi.



(a) Comportement en rotation.



(b) Comportement en écrasement.

FIGURE V.23 – Résultats de l'expérience de superposition d'un cisaillement d'écrasement constant et d'une rampe décroissante de rotation.

V.D.1.c.ii Viscosité de l'écoulement secondaire

Dans l'écoulement secondaire de rotation (figure (a), zone où l'écrasement domine), nous effectuons le même travail quand dans le cas de l'expérience typique étudiée précédemment et nous mesurons la viscosité associée à chacune de ces pentes. Nous la traçons en fonction du taux de cisaillement d'écrasement imposé $\dot{\gamma}_{sq}$, c'est ce qui est fait en ronds noirs sur la figure V.24. Chaque point correspond à une valeur de viscosité pour une expérience.

En second lieu, pour l'écoulement secondaire d'écrasement (figure V.23b dans la zone où l'écoulement dominant est la rotation), nous mesurons la valeur de la pente appelée pseudo-viscosité pour chacune des courbes et nous la traçons en carrés rouges sur la figure V.24. De la même manière, chaque point représente une unique expérience.

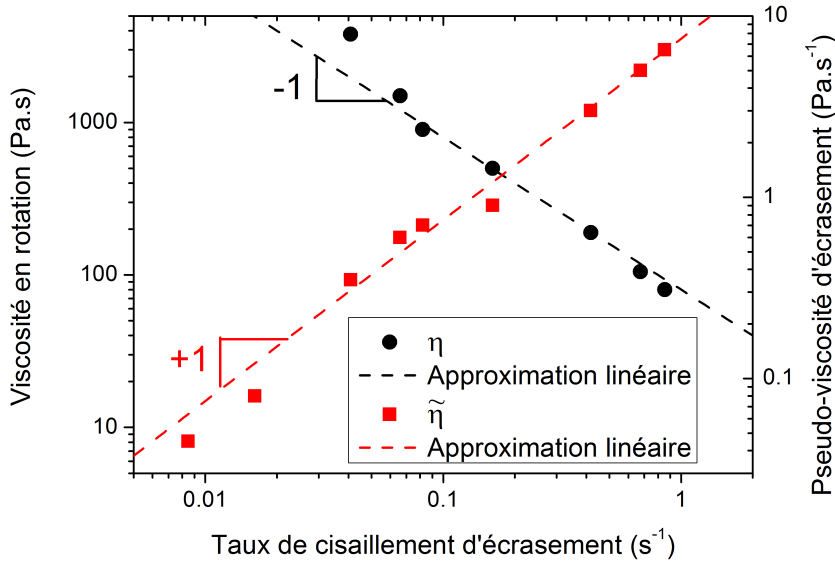


FIGURE V.24 – Grandeurs η et $\tilde{\eta}$ définies respectivement par $\tau_{rot} = \eta \cdot \dot{\gamma}_{rot}$ et $\tau_{sq} = \frac{\tilde{\eta}}{\dot{\gamma}_{rot}}$ tracées en fonction du taux de cisaillement d'écrasement imposé $\dot{\gamma}_{sq}$. Les approximations linéaires sont tracées en tirets avec $\eta \approx \frac{74,1}{\dot{\gamma}_{sq}}$ et $\tilde{\eta} \approx 6,98 \cdot \dot{\gamma}_{sq}$.

La dépendance en $\dot{\gamma}_{sq}$ de chacune des valeurs de viscosité et de pseudo-viscosité est évidente sur la figure V.24. La viscosité η du fluide, mesurée en rotation lorsque l'écrasement est dominant, est inversement proportionnelle au taux de cisaillement d'écrasement imposé $\dot{\gamma}_{sq}$. Nous estimons par approximation le facteur, obtenant alors $\eta \approx \frac{74,1}{\dot{\gamma}_{sq}}$. De la même manière, la pseudo-viscosité $\tilde{\eta}$ du fluide, mesurée en écrasement lorsque la rotation est dominante, est proportionnelle au taux de cisaillement d'écrasement imposé $\dot{\gamma}_{sq}$. Nous estimons alors ce facteur et obtenons $\tilde{\eta} \approx 6,98 \cdot \dot{\gamma}_{sq}$. Ces deux approximations sont tracées en tirets sur la figure V.24.

Ainsi, nous avons montré que dans la zone où l'écrasement domine, on peut écrire $\tau_{rot} \approx 74,1 \cdot \frac{\dot{\gamma}_{rot}}{\dot{\gamma}_{sq}}$,

et dans la zone où la rotation domine, on a $\tau_{sq} \approx 6,98 \cdot \frac{\dot{\gamma}_{sq}}{\dot{\gamma}_{rot}}$. Les deux facteurs 74,1 et 6,98 déterminés dans le cas de l'émulsion 4 étudiée ici sont homogènes à une contrainte. Si nous considérons le cas où l'écoulement d'écrasement est dominant, nous sommes tenté d'assimiler la viscosité mesurée en rotation à la viscosité apparente du fluide dans son écoulement principal. En effet, ces deux termes $\eta = \frac{74,1}{\dot{\gamma}_{sq}}$ et $\eta_{sq \text{ apparent}} = \frac{\tau_{sq}}{\dot{\gamma}_{sq}}$ ont la même dépendance en le taux de cisaillement d'écrasement, celui donc de l'écoulement principal. Ainsi, il est logique de lier le facteur 74,1 mesuré ici à la contrainte d'écrasement. Or, si nous nous référons à la courbe V.23a, nous voyons que dans cette zone, le matériau est à son seuil d'écoulement, $\tau_{sq} = \tau_c = 21,3 Pa$. On obtient donc que :

$$\tau_{rot} \approx 3,49 \cdot \tau_{sq} \cdot \frac{\dot{\gamma}_{rot}}{\dot{\gamma}_{sq}} = \left(3,49 \cdot \frac{\tau_{sq}}{\dot{\gamma}_{sq}} \right) \dot{\gamma}_{rot} \quad (V.6)$$

Nous pouvons effectuer le même raisonnement lorsque la rotation est l'écoulement dominant. On a alors pu écrire $\tau_{sq} \approx 6,98 \cdot \frac{\dot{\gamma}_{sq}}{\dot{\gamma}_{rot}}$. De plus, on sait que la contrainte totale du matériau est approximativement égale à la contrainte de rotation qui vaut $\tau_{rot} = \tau_c + K \cdot \dot{\gamma}_{rot}^n$ (avec $K = 2,2 Pa \cdot s^{-n}$ et $n = 0,53$, valeurs estimées en approximant la courbe mesurée en cisaillement simple de rotation par le modèle de Herschel-Bulkley). Il est donc naturel de relier la contrainte 6,98 à la contrainte de rotation. En estimant à $1 s^{-1}$ le taux de cisaillement de rotation dans la zone où la contrainte d'écrasement est linéaire et mesurable, nous obtenons $\tau_{rot} \approx 23,5 Pa$, obtenant alors :

$$\tau_{sq} \approx \frac{1}{3,37} \cdot \tau_{rot} \cdot \frac{\dot{\gamma}_{sq}}{\dot{\gamma}_{rot}} = \left(\frac{1}{3,37} \cdot \frac{\tau_{rot}}{\dot{\gamma}_{rot}} \right) \dot{\gamma}_{sq} \quad (V.7)$$

Ces deux équations sont en accord avec la loi de Herschel-Bulkley isotrope (équation V.5). En effet, si $\dot{\gamma}_{rot} \gg \dot{\gamma}_{sq}$, l'invariant $\dot{\gamma}$ est à peu près égal au taux de cisaillement de rotation $\dot{\gamma}_{rot}$; on en déduit que $\tau_{rot} = \tau_c + K \cdot \dot{\gamma}_{rot}^n$ (Herschel-Bulkley du cisaillement simple) et $\tau_{sq} = \frac{\tau_{rot}}{\dot{\gamma}_{rot}} \cdot \dot{\gamma}_{sq}$, qui s'exprime comme l'équation V.7 que nous avons trouvée expérimentalement. Le même raisonnement en régime $\dot{\gamma}_{sq} \gg \dot{\gamma}_{rot}$ donne $\tau_{rot} = \frac{\tau_{sq}}{\dot{\gamma}_{sq}} \cdot \dot{\gamma}_{rot}$, en accord avec l'équation V.6.

Cependant, tout se passe donc comme si le taux de cisaillement d'écrasement était surestimé et que sa valeur réelle est inférieure d'un facteur 3 à 3,5 par rapport à la valeur théorique. Cette valeur correspond tout à fait au rapport entre le taux de cisaillement d'écrasement et le taux de cisaillement de rotation estimé lors de la mesure le seuil en 3D correspondant à l'expérience pour laquelle la contrainte est identique dans les deux directions.

Ceci est probablement dû à la non linéarité de la viscosité apparent du matériau le long du rayon. En effet, considérons que l'écoulement de rotation soit dominant, il fixe alors la viscosité pour l'écoulement d'écrasement. Or, parce que l'écoulement de rotation est hétérogène, cette viscosité dépend de la distance au centre du cylindre. La force due par l'écoulement d'écrasement se calcule comme l'intégrale le long du rayon de toutes les contributions d'éléments de volume infinitésimaux, qui ont tous une viscosité différente. Ce calcul, qui reste à faire, devrait permettre de répondre aux différences entre rotation et écrasement en régime liquide et d'affiner l'analyse de l'écoulement.

V.D.1.d Invariants

Dans la figure V.25, nous traçons l'invariant de contrainte, $\tau = \sqrt{\tau_{rot}^2 + \tau_{sq}^2}$, en fonction de l'invariant taux de cisaillement, $\dot{\gamma} = \sqrt{\dot{\gamma}_{rot}^2 + \dot{\gamma}_{sq}^2}$.

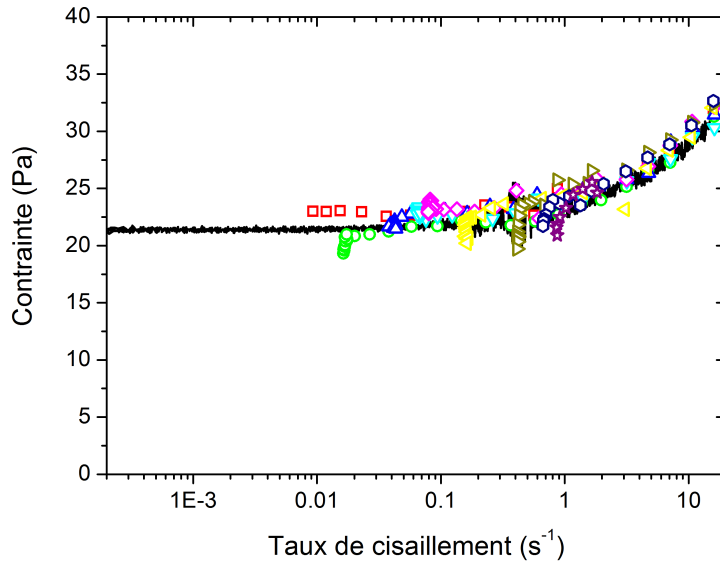


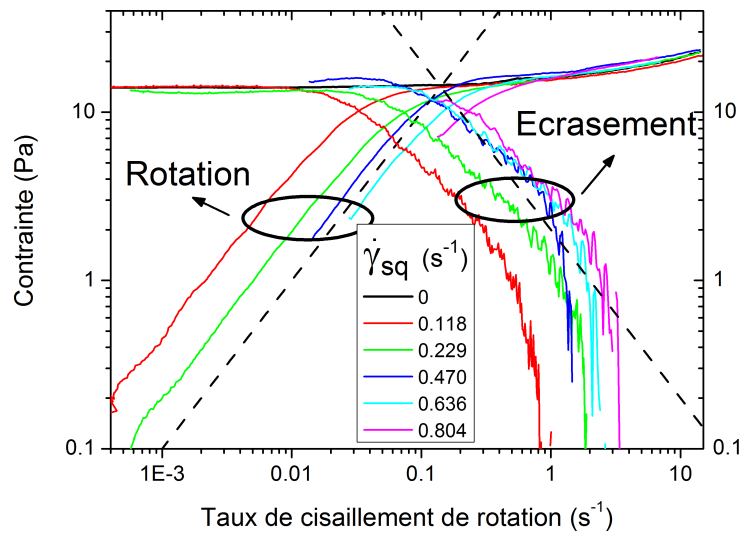
FIGURE V.25 – Superposition d'un cisaillement d'écrasement constant (pour deux valeurs, $0,01 \text{ s}^{-1}$ en rouge et $0,105 \text{ s}^{-1}$ en bleu) et d'une rampe de rotation sur l'émulsion 4. En tirets sont tracés les résultats en rotation (τ_{rot}) et en pointillés ceux en écrasement (τ_{sq}). En symboles sont tracés les invariants de contrainte $\tau = \sqrt{\tau_{rot}^2 + \tau_{sq}^2}$.

Les courbes se superposent. Le tracé des invariants redonne la courbe mesurée en cisaillement simple. Ce résultat est cohérent avec une forme isotrope de la loi de comportement telle que celle de l'équation V.5, et en accord avec l'analyse de la section II.D.2.a.

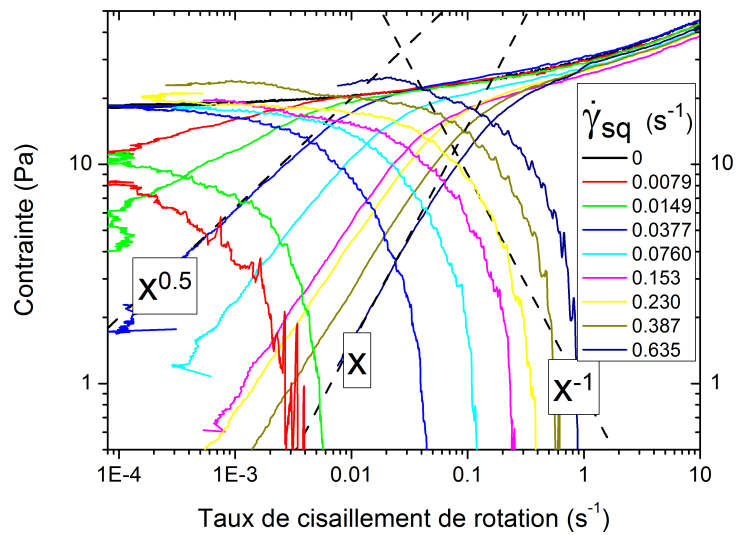
V.D.1.e Autres fluides

L'expérience a été menée sur différents fluides, en particulier l'émulsion 6 dont les résultats sont présentés dans la figure V.26a et un gel de Carbopol, résultats dans la figure V.26b.

Si l'émulsion présente bien le comportement attendu, les résultats du gel de Carbopol sont plus délicats à interpréter. Le gel ne semble pas se comporter comme un fluide à seuil classique, la pente en tracé logarithmique reliant la contrainte de rotation au taux de cisaillement de rotation lorsque l'écrasement est dominant varie. Le comportement dans l'écoulement secondaire n'est donc pas toujours un comportement de fluide visqueux. Nous pensons que ceci est dû aux différences de contraintes normales qui sont plus importantes dans le gel Carbopol que dans les émulsions telles que nous les préparons, et que notre mesure de force normale ne permet pas de dissocier de la contrainte de cisaillement d'écrasement.



(a) Emulsion 6.



(b) Carbopol.

FIGURE V.26 – Superposition d'un cisaillement d'écrasement constant et d'une rampe décroissante de rotation sur différents fluides.

Résultat important :

Ces mesures nous montrent que lors d'un cisaillement complexe d'un fluide à seuil (de type Herschel-Bulkley), et si nous pouvons simplifier l'écoulement en un cisaillement simple principal et un cisaillement simple secondaire, alors :

- la loi de comportement dans l'écoulement principal est identique à celle mesurée en cisaillement simple classique, avec le seuil et la dépendance en le taux de cisaillement total $\dot{\gamma}$,
- le comportement dans l'écoulement secondaire est celui d'un fluide visqueux dont la viscosité est, à un coefficient près, la viscosité apparente de l'écoulement principal.

Nous vérifions ainsi la loi d'écoulement suivante pour les fluides à seuil :

$$\tau_{ij} = 2 \frac{\tau_c + kd^n}{d} d_{ij}$$

Le coefficient entre le taux de cisaillement d'écrasement théorique et le taux de cisaillement d'écrasement mesuré expérimentalement est aux alentours de 3. Ce qui est proche du rapport mesuré lors de l'étude du comportement élastoplastique des fluides à seuil en régime liquide (pour rappel, nous avons trouvé un facteur 2 dans le régime solide), et s'explique probablement par l'hétérogénéité de l'écoulement qui implique une hétérogénéité de comportement.

V.D.2 Cisaillement stationnaire et oscillations orthogonales

La superposition de deux écoulements stationnaires a donné des résultats intéressants. Nous allons désormais mesurer le comportement en écoulement d'un fluide à seuil en imposant une déformation oscillante de faible amplitude dans la direction orthogonale à l'écoulement, l'idée est de sonder la structure de l'écoulement dans une direction perpendiculaire sans la perturber. On peut penser notamment mettre en évidence d'éventuelles anisotropies de comportement.

V.D.2.a Principe

Dans cette partie, nous présentons les résultats obtenus en imposant au fluide une rampe de rotation mais en remplaçant le cisaillement constant d'écrasement par un cisaillement oscillant, induit par la translation d'un des plateaux, du type :

$$\gamma_{sq}(t) = \gamma_0 \cdot \cos(2\pi ft) \quad (\text{V.8})$$

Cet écoulement oscillant de translation a l'avantage, si γ_0 est choisi petit, de ne pas être perturbateur. "Petit" signifie ici que la déformation oscillatoire appliquée ne vient pas modifier la structure du matériau imposée par l'écoulement permanent, ce qui revient à dire que le temps caractéristique de la déformation oscillatoire $t_{oscillant}$ est grand devant le temps caractéristique de la déformation stationnaire $t_{stationnaire}$, ou que le taux de cisaillement maximal de l'oscillation, valant $2\pi f\gamma_0 = \frac{1}{t_{oscillant}}$, doit être inférieur au taux de cisaillement de l'écoulement stationnaire $\dot{\gamma}_{rot} = \frac{1}{t_{stationnaire}}$.

Pour cela, on impose une variation de la position du disque inférieur du type $h(t) = h_0 + h_1 \cdot \cos(2\pi ft)$ et à l'aide de la platine de translation (voir séquence décrite au paragraphe III.B.3.c et présentée dans l'annexe B.B). Nous fixons la fréquence des oscillations à $f = 1 \text{ Hz}$ et nous choisissons h_1 le plus petit possible, tout en gardant une mesure propre. La déformation d'écrasement associée à ce déplacement se calcule en fonction de h_1 et du couple (h_0, R_0) , hauteur et rayon moyens du cylindre⁵. On obtient :

$$\gamma_0 = \frac{9R_0h_1}{4h_0^2} \quad (\text{V.9})$$

De la même manière, les autres grandeurs rhéologiques sont calculées en remplaçant h et R par leurs approximations au premier ordre h_0 et R_0 .

V.D.2.b Résultats bruts

En partant de l'état de repos, nous imposons une rampe croissante de taux de cisaillement de rotation au cylindre de fluide. Le fluide est donc d'abord en régime solide jusqu'à atteindre le seuil d'écoulement, puis nous allons balayer le régime liquide en taux de cisaillement de rotation. Nous superposons à cela une variation sinusoïdale de l'entrefer. Ainsi, nous allons d'une part tenter de détecter la transition solide/liquide et d'autre part rendre compte du comportement en régime liquide. Dans la figure V.27 est tracée la force normale issue d'une expérience de ce type menée sur un cylindre de rayon 30 mm , hauteur 2 mm de l'émulsion 9 en imposant des oscillations verticales à une fréquence de 1 Hz et une amplitude égale à $h_1 = 0,0011 \text{ mm}$.

5. Si h_1 est faible, alors les variations des paramètres géométriques du cylindre sont faibles et on les considère négligeables au premier ordre

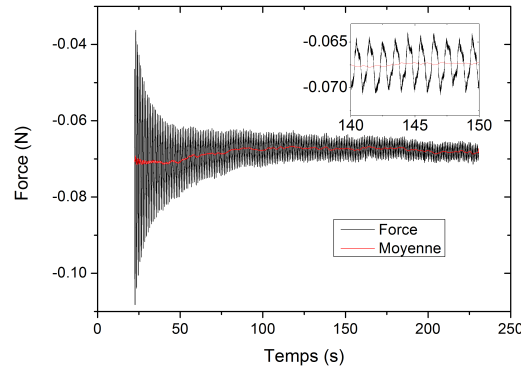


FIGURE V.27 – Force normale mesurée lors d'une superposition d'une rampe décroissante de taux de cisaillement de rotation et d'oscillations verticales avec $h_1 = 0,0011 \text{ mm}$ sur l'émulsion 9. Les données brutes sont tracées en noir, un moyenne glissante sur 2 secondes est tracée en rouge. En insert sont tracées les mêmes données sur une fenêtre de temps plus courte.

Les séquences écrites en Scilab nous permettent de synchroniser les données issues de la platine (position du plateau inférieur et donc valeur de l'entrefer) aux données issues du rhéomètre (force normale dont un exemple est présenté dans la figure V.27). Nous pouvons ensuite remonter à l'amplitude des signaux de force et de position par analyse de Fourier, obtenant alors les résultats présentés dans la figure V.29. Nous traçons dans cette figure en noir l'amplitude de la première harmonique du signal de force présenté dans la figure précédente. L'amplitude du taux de cisaillement vertical calculé à partir de l'amplitude du déplacement de la platine est tracé en vert. Nous traçons aussi en rouge le taux de cisaillement de rotation appliqué durant l'expérience.

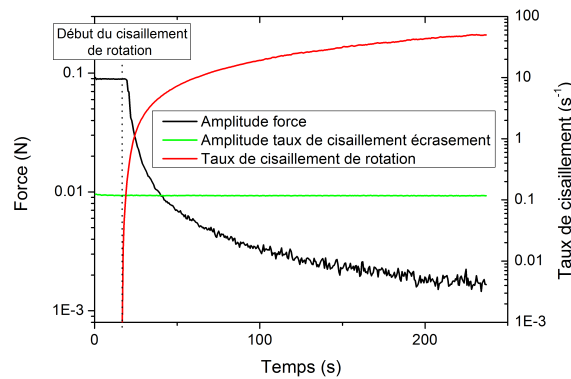


FIGURE V.28 – Amplitude de la force, du taux de cisaillement vertical et taux de cisaillement de rotation pour l'expérience présentée dans la figure V.27.

V.D.2.c Modules élastique et visqueux

La séquence Scilab nous permet aussi d'obtenir le déphasage entre le signal de contrainte d'écrasement et le signal de la déformation d'écrasement. Les valeurs de l'angle de déphasage en radian sont tracées dans la figure V.29 en carrés noirs. Nous ajoutons en trait rouge la valeur de la contrainte mesurée par le cisaillement stationnaire de rotation. Pour rappel, nous partons de l'état de repos,

le matériau est donc en régime solide, puis à partir de $\dot{\gamma}_{rot} = 0,2 \text{ s}^{-1}$ environ, l'écoulement est dans son régime liquide.

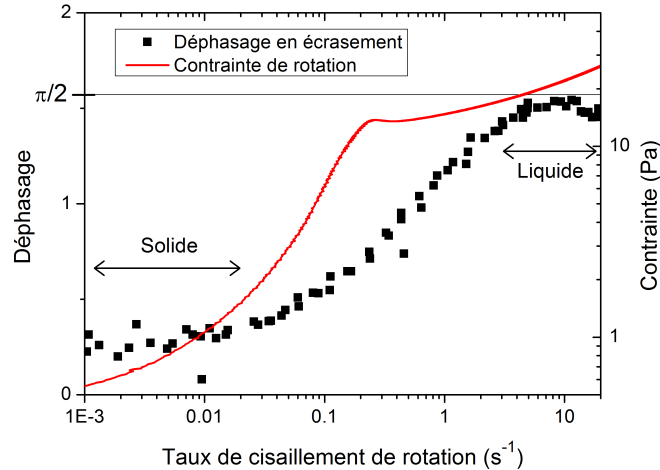


FIGURE V.29 – Déphasage entre la contrainte et la déformation d'écrasement au cours de la rampe croissante de taux de cisaillement de rotation.

Nous mesurons clairement deux régimes :

1. au début de l'expérience, aux faibles valeurs de taux de cisaillement de rotation ($\dot{\gamma}_{rot} \lesssim 0,03 \text{ s}^{-1}$), le déphasage est proche de zéro, le matériau est alors dans le régime solide ;
2. à la fin de l'expérience, aux grandes valeurs de taux de cisaillement de rotation ($\dot{\gamma}_{rot} \gtrsim 5 \text{ s}^{-1}$), le déphasage entre contrainte et déformation est autour de $\pi/2$, le matériau est alors en régime liquide.

Qualitativement, nous montrons par ces résultats que les oscillations d'écrasement, orthogonales à l'écoulement principal de rotation, permettent de suivre le changement de comportement du fluide, de l'état solide aux faibles déformations, à l'état liquide.

Avec tous ces éléments, nous pouvons aller plus loin dans l'étude et calculer le module élastique et le module visqueux du matériau lors du cisaillement de rotation. C'est ce que nous proposons dans la figure V.30 où nous traçons le module élastique en carrés noirs, le module visqueux en ronds rouges, tous les deux mesurés par les oscillations d'écrasement. Nous ajoutons la viscosité apparente mesurée par le cisaillement stationnaire de rotation, qui n'a de sens qu'en régime liquide.

Nous mesurons un comportement proche de celui d'un fluide à seuil soumis à des oscillations d'amplitude variable en cisaillement simple. En régime solide, G' est tout d'abord constant puis diminue lorsque le taux de cisaillement de rotation augmente, ce qui correspond à une augmentation de la déformation appliquée au système puisqu'on applique ici une rampe croissante de $\dot{\gamma}$. En régime liquide, $G'' > G'$ et l'évolution de la valeur de G'' semble suivre celle de la viscosité apparente. Ici, $\dot{\gamma}_{rot}$ semble jouer le rôle de " $2\pi f\gamma$ " quand on applique des oscillations de grande amplitude γ .

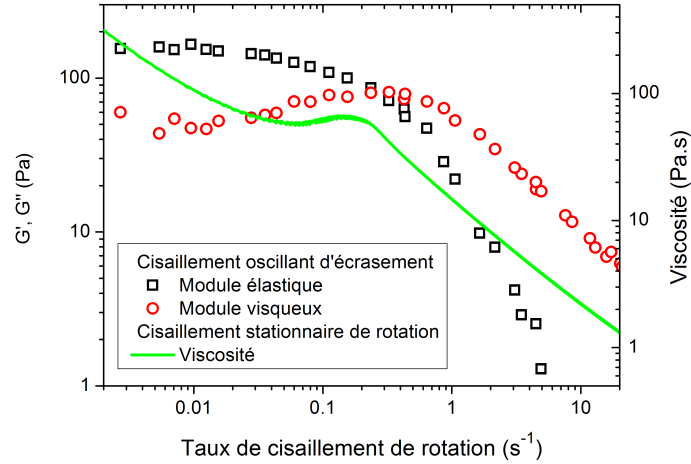


FIGURE V.30 – Module élastique et module visqueux mesurés par les oscillations d'écrasement et la viscosité mesurée par la rampe croissante de taux de cisaillement de rotation.

V.D.2.d Viscosité de rotation et d'écrasement

Nous pouvons maintenant comparer la viscosité de rotation à la viscosité d'écrasement dans la zone où le matériau est dans l'état liquide. Les deux mesures de viscosité proviennent d'une part du rapport entre la contrainte de rotation et le taux de cisaillement de rotation appliqué pour la viscosité de rotation η_{rot} et d'autre part du rapport entre le module visqueux G'' et la pulsation des oscillations d'écrasement pour la viscosité d'écrasement η_{sq} . Nous obtenons donc :

$$\eta_{rot} = \frac{2h_0T}{\pi R_0^4 \Omega} \quad \eta_{sq} = \frac{h_0^3 F_0 \sin(\phi)}{3\pi^2 R_0^4 h_1} \quad (V.10)$$

où F_0 est l'amplitude des oscillations de la force normale et ϕ le déphasage entre la contrainte d'écrasement et la déformation d'écrasement. Ces deux valeurs sont tracées dans la figure V.31 dans le cas de l'expérience décrite précédemment sur l'émulsion 9. Les résultats de la rotation sont tracés en ronds noirs, ceux de l'écrasement en carrés rouges. En trait plein vert est ajouté la mesure de viscosité effectuée en cisaillement simple de rotation.

Même si les pentes du tracé log-log semblent être identiques, il existe un écart constant entre les deux mesures de viscosité. Nous avons vu dans la partie précédente que le taux de cisaillement d'écrasement en régime d'écoulement de rotation dominante est probablement surévalué d'un facteur 3 par rapport à la théorie pour un matériau homogène. Cependant, il faut ici diviser la déformation (et le taux de déformation) d'écrasement par un facteur proche de 1,4 pour faire superposer les deux courbes. Comme le problème étudié ici est proche de celui étudié dans la partie précédente, il est tentant d'attribuer la différence de réponse entre la superposition d'un écoulement secondaire permanent et un écoulement secondaire oscillatoire à une anisotropie de comportement du matériau. Dans le cas des oscillations, on s'attend en effet à ce que la structure sondée reste à tout moment celle imposée par la rotation ; dans la superpositions 'écoulements permanents, celle-ci doit en revanche suivre les directions de l'écoulement du cisaillement simple tel que calculé dans la partie II.D.2.a. À ce stade, il faut cependant rester prudent et bien pousser l'analyse théorique de l'écoulement pour bien prendre en compte son hétérogénéité, et expliquer tout d'abord l'origine du facteur 3.

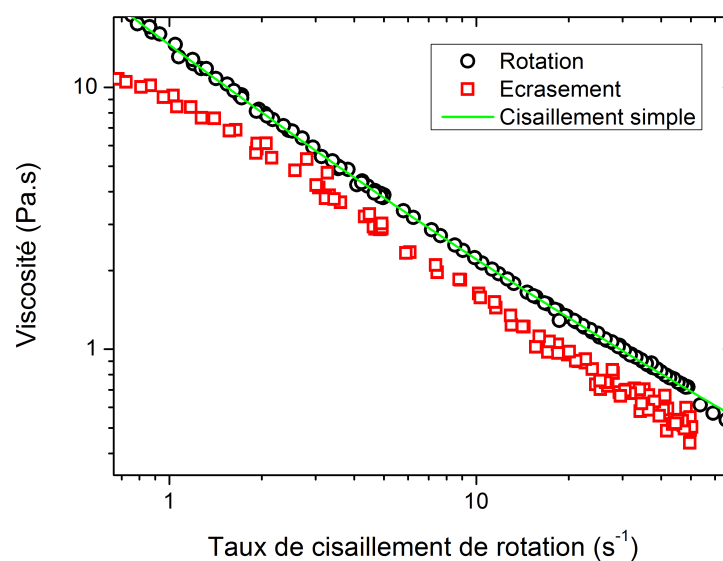


FIGURE V.31 – Deux mesures de viscosité : l'une par les oscillations verticales en vert et l'autre par la rampe décroissante de taux de cisaillement de rotation. Résultats de l'expérience présentée dans les figures V.27 et V.29.

Résultat important :

- Nous sommes capables de suivre, grâce à des oscillations orthogonales, le comportement d'un fluide à seuil soumis à un cisaillement dans la direction principale. La mesure du déphasage donne l'état du fluide.
- Les mesures de viscosité en rotation et en écrasement ne sont pas identiques. La viscosité mesurée en écrasement doit être multipliée par un facteur égal à 1,4 environ afin de faire superposer les courbes. Ceci diffère du résultat obtenu lors de la superposition d'écoulements continus, et semble être la signature d'une anisotropie de comportement.

V.E Fluides à seuil : anisotropie suite à un écoulement ?

Au cours des deux précédentes sections, les résultats présentés semblaient être caractéristiques essentiellement d'un comportement isotrope du matériau. Cependant, notre test, grâce à la combinaison des deux écoulements orthogonaux, est *a priori* apte à déceler des comportements anisotropes ; nous venons d'en voir un exemple possible. Pour aller plus loin sur ce point et voir quel type d'information le test peut nous apporter, nous allons nous intéresser à l'influence de l'histoire du cisaillement sur le comportement en trois dimensions. Nous pouvons contrôler l'histoire du cisaillement en privilégiant une direction lors du précisaillement et en mesurant ensuite dans d'autres directions pour en voir les différences.

V.E.1 Influence de la mise en place et du précisaillement sur la mesure du seuil du Carbopol en superposition

Au paragraphe IV.C.3 du chapitre précédent, nous comparions la mesure de seuil en cisaillement simple de rotation et d'écrasement. Plus tard dans ce même paragraphe, à la section IV.C.4, nous présentions l'effet du précisaillement sur la mesure de seuil en cisaillement simple (rotation ou écrasement) en comparant les mesures effectuées dans le même sens que le précisaillement à celles effectuées dans un sens opposé ou perpendiculaire.

Au paragraphe V.C de ce chapitre nous présentions les résultats de la mesure de seuil sur différents matériaux en combinant l'écoulement de rotation et celui d'écrasement tout en faisant varier le rapport $\dot{\gamma}_{sq}/\dot{\gamma}_{rot}$, allant d'un écoulement dominé par l'écrasement à un écoulement dominé par la rotation, passant par toutes les combinaisons possibles. Nous souhaitons désormais savoir comment cette mesure est affectée par le précisaillement, comme dans le cas de la mesure en cisaillement simple. Nous allons utiliser la même technique que dans le chapitre V.C mais en modifiant le précisaillement comme dans les expériences du chapitre précédent.

Nous utilisons pour cela du Carbopol. Ce fluide présente des réponses très différentes en fonction du précisaillement contrairement à l'émulsion étudiée dans la figure V.19b qui semblait avoir un comportement isotrope (voir pour cela [52] ainsi que dans ce manuscrit les figures III.23 page 85 et IV.16 page 126) et il est donc plus aisé de voir l'effet du précisaillement. Nous utiliserons la même séquence du rhéomètre Kinexus qu'au paragraphe V.C pour la mesure de seuil en imposant un taux de cisaillement global faible tel que $\dot{\gamma} = \sqrt{\dot{\gamma}_{rot}^2 + \dot{\gamma}_{sq}^2} = 0,05 \text{ s}^{-1}$.

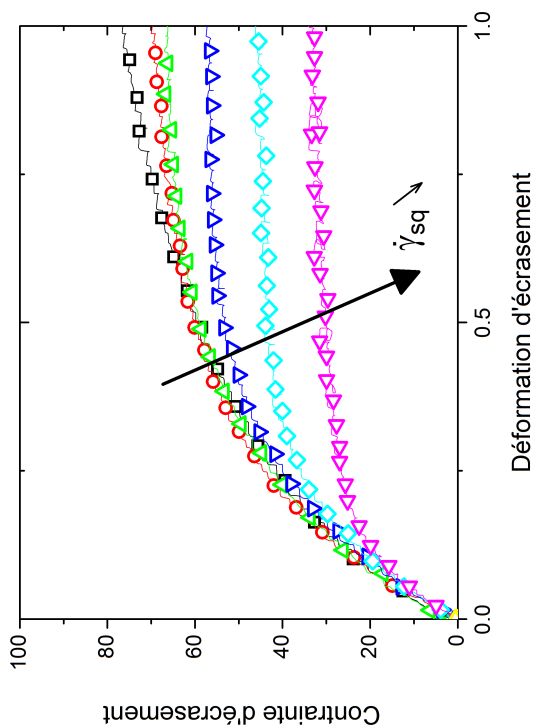
$\dot{\gamma}_{sq} / \dot{\gamma}_{rot}$	
—□—	0.05 / 0
—○—	0.048 / 0.014
—△—	0.043 / 0.0255
—▽—	0.0354 / 0.0354
—◇—	0.0255 / 0.043
—◀—	0.014 / 0.048
—▶—	0 / 0.05

(a) Taux de cisaillement de la mesure.

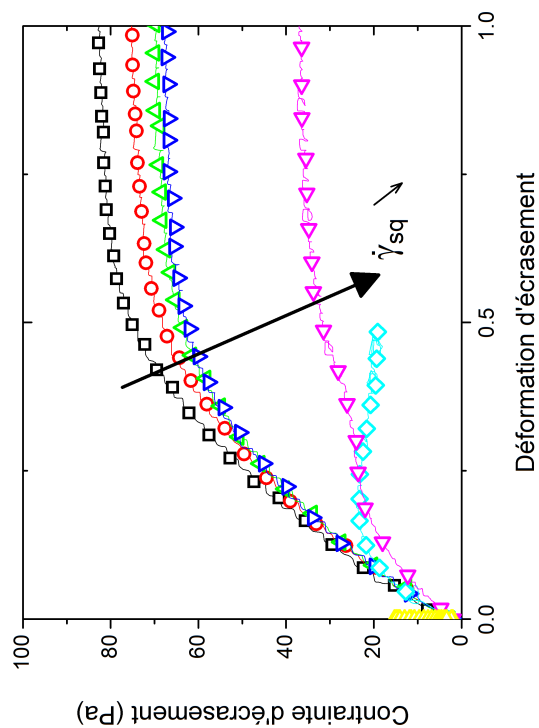
Précisaillement		Rotation	Écrasement
		Réponse	
Rotation		(a)	(c)
Écrasement		(b)	(d)

(b) Type de précisaillement et de résultats des figures.

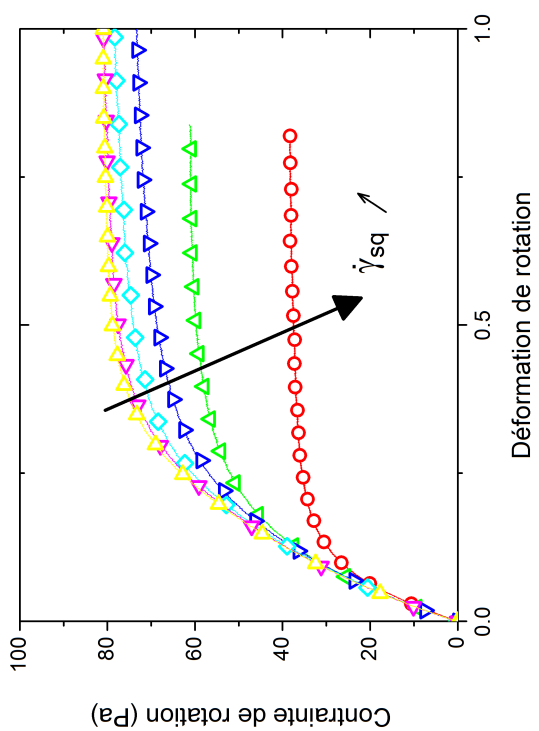
FIGURE V.32 – Paramètres des expériences de la figure V.33.



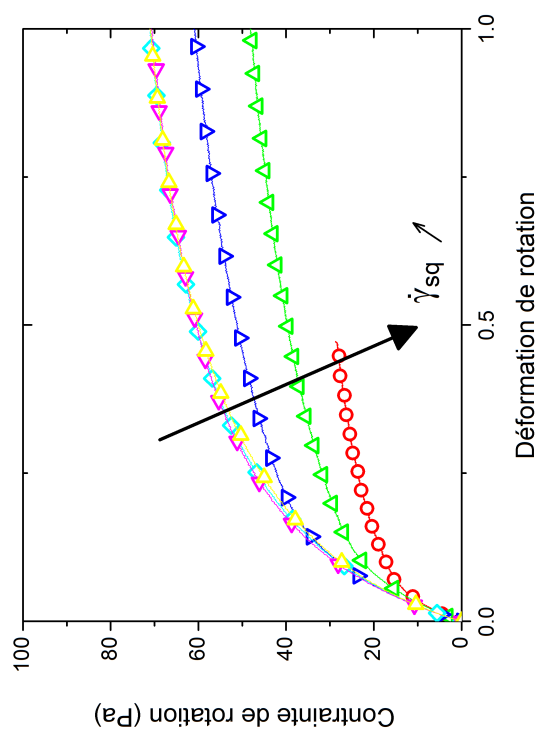
(b) Précisaillage de rotation, réponse en écrasement.



(d) Précisaillage d'écrasement, réponse en écrasement.



(a) Précisaillage de rotation, réponse en rotation.



(c) Précisaillage d'écrasement, réponse en rotation.

FIGURE V.33 – Influence de la mise en place et du précisaillage (rotation ou écrasement) sur la mesure de seuil par superposition des deux écoulements.

Nous mesurons indépendamment la réponse en rotation et en écrasement en traçant les courbes $\tau_{rot} = f_1(\gamma_{rot})$ et $\tau_{sq} = f_2(\gamma_{sq})$. Nous choisisons les taux de cisaillement de rotation et d'écrasement dans la liste de la figure V.32a qui est la légende des graphiques suivants, figure V.33, avec le code donné dans le tableau V.32b.

Le précisaillement d'écrasement consiste à une simple mise en place en descendant le disque supérieur jusqu'à atteindre l'entrefer voulu ($h = 2\text{ mm}$). Nous laissons le matériau relaxer et nous lançons ensuite l'expérience en définissant un couple de valeurs $(\dot{\gamma}_{rot}, \dot{\gamma}_{sq})$. Puis nous remontons le disque supérieur, remettons du fluide et recommençons pour le couple de taux de cisaillement suivant. Dans les expériences avec un précisaillement de rotation, après la même mise en place que précédemment, nous imposons un cisaillement à $\dot{\gamma}_{rot} = 10\text{ s}^{-1}$ pendant 40 secondes puis nous lançons l'expérience et reprenons ensuite la même procédure.

Il est clair qu'il existe une différence entre les mesures à précisaillement de rotation ((a) et (b)) et celles à précisaillement d'écrasement ((c) et (d)). Les mesures dans la même direction que le précisaillement ((a) et (d)) présentent une zone élastique plus grande et la rupture avec le plateau plastique est plus franche. Cette expérience est à but essentiellement illustratif. Elle montre l'aptitude du test à mettre en évidence une anisotropie de comportement.

Nous pouvons calculer les invariants pour chacune des expériences dans les deux cas de précisaillement. Nous traçons ceux dans le cas du précisaillement d'écrasement dans la figure V.34.

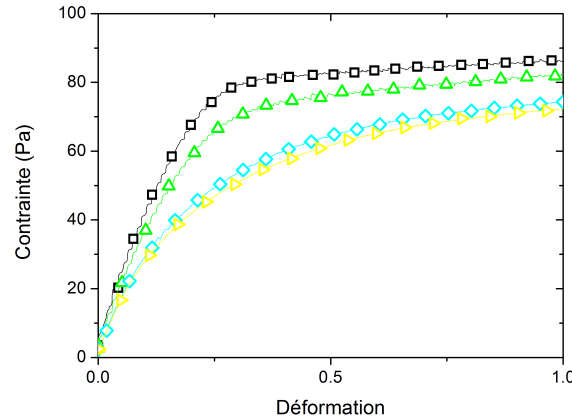


FIGURE V.34 – Invariants de contrainte et de déformation dans le cas du précisaillement en écrasement et les mesures en cisaillement simple (écrasement en carrés noirs, rotation en triangles jaunes) et deux combinaisons intermédiaires.

Dans le cas du précisaillement en écrasement, les mesures de combinaisons s'intercalent entre les deux cas extrêmes de la mesure en écrasement pur, pour laquelle le plateau est atteint rapidement, et la mesure en rotation pure, pour laquelle la montée est plus lente.

Nous notons que cet effet est également visible sur les émulsions mais avec un résultat bien moins flagrant.

V.E.2 Influence du repos sous contrainte sur le seuil de démarrage de la bentonite

Ovarlez et Chateau montrent dans l'article [70] l'influence de la contrainte imposée à un échantillon de bentonite lors de sa transition liquide-solide (la contrainte imposée est inférieure au seuil d'écoulement). La figure V.35 présente le principal résultat : si après un fort cisaillement, on laisse la bentonite passer au repos en appliquant une contrainte $\tau_{transition}$ inférieure au seuil d'arrêt de la bentonite τ_{arret} , alors l'écart entre le seuil de démarrage mesuré après un temps de repos fixé, $\tau_{c,transition}$, et le seuil de démarrage après un repos à contrainte nulle, τ_c , donné par $\Delta\tau_c = \tau_{c,transition} - \tau_c$ est de l'ordre de la contrainte appliquée pendant le repos $\tau_{transition}$ (résultats sur le graphique (a)). Les résultats sont similaires sur la mesure du module élastique, graphique (b) : le module élastique augmente quand la contrainte de transition augmente.

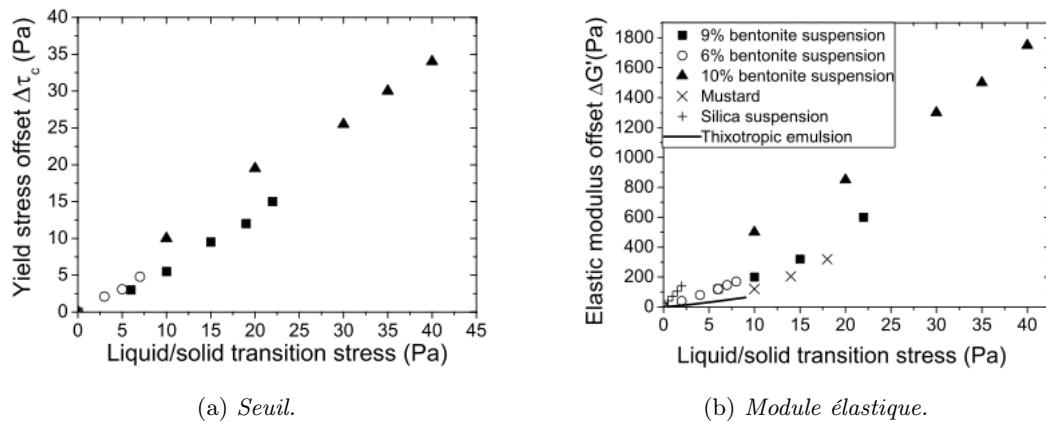


FIGURE V.35 – Extrait de l'article d'Ovarlez et Chateau [70].

Une hypothèse proposée par les auteurs serait un renforcement de la structure par agrégation préférentielle dans le sens de la contrainte de transition $\tau_{transition}$ imposée lors de la transition liquide-solide. Dans un tel schéma, on attendrait un comportement macroscopique anisotrope.

Nous souhaitons voir quel est le comportement dans les directions orthogonales à celle de la contrainte de transition et tenter de mesurer cet effet d'anisotropie. Pour cela, nous allons effectuer notre expérience de superposition en vérifiant l'effet sur les paramètres du matériau dans les deux directions du repos sous contrainte dans une des deux directions. Afin d'éviter les problèmes de reproductibilité, nous souhaitons mesurer à la fois l'état en rotation et en écrasement directement après le même repos. La mesure de seuil est donc impossible puisqu'elle modifiera la structure de la bentonite en forçant l'écoulement. Pour éviter la déstructuration, nous choisissons de mesurer le module élastique par des oscillations de faible amplitude, en rotation et en écrasement.

Ainsi, nous appliquons la séquence suivante au matériau :

- Après avoir prélevé un volume de bentonite, nous le plaçons dans l'entrefer du rhéomètre monté avec la platine de translation.
- Nous appliquons un fort cisaillement de rotation, $\dot{\gamma}_{rot} = 30 \text{ s}^{-1}$, pendant 120 secondes afin de liquéfier entièrement le volume.
- Directement après, nous laissons le matériau au repos pendant 300 secondes avec une contrainte de rotation variable, $\tau_{rot} = \tau_{repos} = 0 \text{ Pa}$, $\tau_{transition} = 3 \text{ Pa}$ ou $\tau_{transition} = 5 \text{ Pa}$, inférieure au

seuil d'arrêt du matériau.

- Ensuite, nous effectuons des oscillations en rotation à faible amplitude ($\tau_{rot} = 0,05 Pa$ pendant 60 secondes avec une fréquence $f = 1 Hz$).
- Enfin, nous appliquons avec la platine une variation de l'entrefer d'amplitude $h_1 = 1 \mu m$ avec la même fréquence (nous avons vérifié que les résultats sont identiques si on inverse l'ordre des oscillations).

Nous étudions ensuite le module élastique mesuré en rotation et en écrasement. Pour ne mesurer que les variations dues à la contrainte de transition $\tau_{transition}$, nous divisons les valeurs des modules élastiques mesurés en rotation et en écrasement par la valeur mesurée à contrainte de transition nulle. Nous traçons ces résultats, $\frac{G'(\tau_{transition})}{G'(\tau_{transition} = 0)}$ (rotation et écrasement) en fonction de la contrainte de transition $\tau_{transition}$ dans la figure V.36.

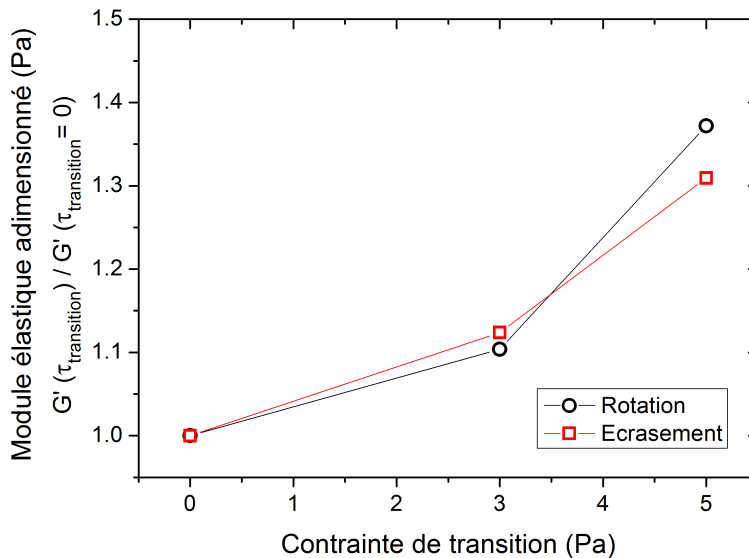


FIGURE V.36 – Évolution des modules élastiques de rotation et d'écrasement en fonction de la contrainte de rotation imposée lors de la transition liquide-solide.

L'évolution semble être similaire dans les deux directions, le module élastique mesuré en rotation ou en écrasement évolue de la même manière lors de la transition liquide-solide sous contrainte dans une unique direction. Nous concluons que le renforcement dû à la contrainte de transition est isotrope. L'expérience proposée a ainsi permis d'enrichir la description du comportement du matériau, et semble invalider le mécanisme physique initialement proposé.

En résumé :

- Nous avons montré que l'expérience de superposition n'a aucun effet sur la mesure de viscosité d'une huile newtonienne. Les variations des paramètres géométriques du fluide peuvent être intégrées pour corriger les fluctuations de la réponse à une sollicitation complexe.
- Le cas des suspensions visqueuses est relativement bien décrit en considérant que la viscosité est fixée par la sollicitation dominante. Une première étude semble cependant montrer qu'écoulement continu et écoulement oscillatoire ne sont pas sensibles aux mêmes aspects de la structure de ces matériaux.
- Avec les différentes études sur les fluides à seuil, nous sommes en mesure de déterminer leur critère d'écoulement à deux dimensions en validant une forme isotrope du type :

$$\tau_c = \sqrt{0,5 \sum_{i,j} \tau_{ij}^2}$$

Cette écriture est compatible avec les critères de Von Mises et de Tresca.

- Nous avons par ailleurs mis en place une expérience complexe de mesure à deux dimensions de la courbe d'écoulement des fluides à seuil. Nous montrons que l'écoulement principal détermine par sa viscosité apparente, et à un facteur près, la viscosité mesurée dans les directions secondaires. Ce comportement est compatible avec une forme isotrope de la loi de comportement :

$$\tau_{ij} = 2 \frac{\tau_c + kd^n}{d} d_{ij}$$

- Un point est particulièrement intéressant et doit être approfondi : la différence entre la viscosité mesurée par superposition d'un écoulement continu et d'un écoulement oscillatoire.
- Nous avons montré à travers plusieurs exemples que le test permet d'étudier d'éventuelles anisotropies de comportement.

Lors de ces travaux de thèse nous avons mis en place un appareil de mesure rhéologique permettant de combiner deux écoulements bien contrôlés et considérés comme des cisaillements simples.

Partant du constat qu'un unique cisaillement simple utilisé dans la rhéologie classique (géométries de Couette, cône-plan ou plan-plan) ne donne pas suffisamment d'information pour prédire correctement les écoulements complexes comme l'extrusion ou l'écoulement autour d'obstacle, nous avons proposé de travailler sur un appareillage sophistiqué permettant d'imposer au matériau étudié deux écoulements orthogonaux. Nous avons montré que ce type sollicitations a déjà intéressé quelques équipes (entre autres Walters et al. [11] avec une géométrie plan-plan, Vermant et al. [98] avec une géométrie de Couette ou Jop et al. [44] en plan incliné) et nous souhaitons en proposer une étude complète. Nous avons décidé de travailler en géométrie plan-plan afin d'être en mesure d'imposer des cisaillements stationnaires à grande déformation (impossible en Couette à cause de la recirculation du fluide). Dans cette géométrie, le fluide est cisailé d'une part par la rotation d'un disque par rapport à l'autre et d'autre part par le rapprochement ou l'éloignement des disques.

L'analyse du système et les calculs théoriques nous permettent de relier pour chacun des écoulements (rotation et écrasement) une contrainte de cisaillement à un effort macroscopique (respectivement couple et force normale sur le disque supérieur) et un taux de cisaillement à une vitesse macroscopique (respectivement vitesse de rotation et vitesse de translation du disque supérieur). Nous avons ainsi montré qu'on est capable de décrire à la fois les comportements linéaire et plastique des matériaux en écrivant les contraintes et taux de cisaillement de chacun des écoulements sous la forme :

$$\dot{\gamma}_{sq} = \frac{9RV}{4h^2} , \tau_{sq} = \frac{3hF}{2\pi R^3} \quad \text{et} \quad \dot{\gamma}_{rot} = \frac{3\Omega R}{4h} , \tau_{rot} = \frac{3T}{2\pi R^3}$$

Où l'indice *rot* est associé aux grandeurs représentant l'écoulement de rotation et l'indice *sq* l'écoulement d'écrasement-étirement. Nous avons supposé dans un premier temps que la superposition des écoulements de rotation et d'écrasement équivaut à additionner les tenseurs les représentant respectivement.

Nous avons ensuite décrit en détail le dispositif expérimental. Nous avons utilisé une machine de force, un rhéomètre (Kinexus de Malvern) et une platine de translation haute précision. Une

large partie du travail de thèse, et de ce manuscrit, a consisté à la mise en place de ces appareils, à l'écriture des séquences permettant de les contrôler et de traiter les données brutes par la suite, ainsi qu'à la définition des protocoles expérimentaux. Tous ces outils (matériels, logiciels et procédures) nous ont permis d'imposer toutes sortes d'écoulements combinant des cisaillements stationnaires ou oscillants, en rotation ou en écrasement. Nous pourrions ainsi imposer des écoulements stationnaires dans les deux directions ou mesurer par de petites oscillations non destructrices l'état du matériau préparé par un écoulement perpendiculaire.

Les résultats expérimentaux ont été présentés en deux parties distinctes. Dans un premier temps, nous avons comparé les résultats d'expériences effectuées en cisaillement simple de rotation ou d'écrasement. Dans un deuxième temps, nous avons créé des écoulements superposant rotation et écrasement et mesuré les paramètres rhéologiques des fluides sous ce cisaillement complexe.

Dans la première partie, nous avons donc comparé les mesures rhéologiques classiques effectuées avec l'écoulement de rotation à celles effectuées avec l'écoulement d'écrasement. Nous avons montré que ces deux cisaillements simples donnent les mêmes résultats pour la mesure de viscosité d'un fluide newtonien ou la mesure de seuil d'un fluide de Herschel-Bulkley. Ceci a validé les expressions développées sur l'écoulement d'écrasement et présentées au début du manuscrit.

Cependant, nous n'avons pas su expliquer des différences entre les expériences effectuées en rotation et celles effectuées en écrasement dans le cas de la mesure de l'élasticité des fluides à seuil et de gélatines. Nous avons estimé que la déformation d'écrasement calculée $\dot{\gamma}_{sq}$ est environ deux fois plus grande que la déformation d'écrasement effectivement ressentie par le matériau élastique. Un tel résultat est étonnant : deux comportements linéaires — visqueux et élastique — ne donnent pas la même réponse. Nous pensons qu'il faut étudier plus en profondeur l'effet du coefficient de Poisson pour répondre à ce problème : de fins écarts à $\nu \approx 0,5$ semblent en effet avoir un large impact.

Au cours de cette étude de comparaison, nous avons étudié en détail de nombreux effets dus aux outils et à la mise en place des matériaux. Ainsi, nous avons montré l'influence de l'histoire du cisaillement et l'anisotropie due aux écoulements orthogonaux sur la mesure de seuil d'un gel de Carbopol par exemple. Un autre résultat original fut mis en relief en faisant varier le papier de verre utilisé. Nous avons alors montré que l'entrefer donné par le rhéomètre devait être corrigé d'une épaisseur dépendant du papier de verre et donnant exactement la quantité de fluide coincé dans la rugosité de la surface. Une fois cette correction intégrée, les résultats de mesures de viscosité en rotation et en écrasement, qui n'ont pas la même dépendance en l'entrefer (la viscosité est proportionnelle à l'entrefer dans une mesure en rotation mais proportionnelle au cube de l'entrefer en écrasement) se superposent parfaitement, ce qui montre que les deux écoulements ont la même sensibilité aux conditions aux limites.

Dans la deuxième partie des résultats, nous avons présenté les expériences de superposition des deux écoulements. Nous avons créé des écoulements complexes divers pour mesurer différents paramètres rhéologiques. Nous avons d'abord vérifié que les fluides visqueux répondent avec une viscosité identique quelque soit la superposition, oscillations ou stationnaire, rotation ou écrasement dominant. Nous avons ensuite soumis des suspensions visqueuses à une combinaison d'écoulement de rotation stationnaire et d'oscillations d'écrasement pour mesurer les interactions entre les deux écoulements.

Lorsque la rotation fixe la structure, on observe le même comportement dans les deux directions. Lorsque les oscillations fixent la structure, les deux comportements diffèrent : les deux sollicitations

ne semblent alors pas sensibles aux mêmes détails de la microstructure. Ce premier résultat prometteur montre un exemple d'intérêt de l'essai développé et reste à approfondir.

Enfin, nous avons entrepris une large étude sur les fluides à seuil. La première partie de cette étude a consisté à mesurer le critère d'écoulement 3D des fluides à seuil. Nous avons pour cela imposé un cisaillement global faible en faisant varier sa composition du cisaillement simple de rotation au cisaillement simple d'écrasement en passant par le mélange des deux écoulements. Nous avons alors montré que la contrainte tracée selon ses composantes principales (contrainte de rotation τ_{rot} et contrainte d'écrasement τ_{sq}) décrit un arc de cercle. Le critère s'écrit donc, avec les paramètres de notre expérience :

$$\tau_c = \sqrt{\tau_{rot}^2 + \tau_{sq}^2}$$

Ce qui semble indiquer un comportement isotrope. On peut même montrer que c'est l'ensemble du comportement élastoplastique qui semble isotrope dans le cas des émulsions.

La seconde partie de l'étude a permis de valider une loi tensorielle du comportement des fluides à seuil. Ainsi, grâce à des expériences pour lesquelles nous avons un écoulement secondaire, stationnaire ou oscillant, orthogonal à un écoulement principal, nous avons vérifié la loi isotrope suivante :

$$\tau_{ij} = 2 \frac{\tau_c + kd^m}{d} d_{ij}$$

Nous avons montré que l'écoulement principal débloque le fluide à seuil qui se comporte en apparence comme un fluide visqueux dans les écoulements secondaires. La viscosité mesurée dans l'écoulement secondaire est égale, à un facteur près, à la viscosité apparente de l'écoulement principal. Comme dans les suspensions, la superposition d'oscillations donne un résultat différent, ce qui semble indiquer un comportement anisotrope. Ce résultat est à confirmer.

Au cours de ces expériences, nous mesurons à nouveau un facteur deux entre le taux de cisaillement théorique et le taux de cisaillement expérimental de l'écoulement d'écrasement lors du régime solide des fluides à seuil. Par contre, lorsque le seuil est dépassé et que le fluide est en régime liquide, ce facteur semble valoir trois. Nous avons alors proposé des pistes pour expliquer ce problème : il faut analyser plus en détail l'écoulement dans le cas non-linéaire pour pouvoir conclure.

En fin de manuscrit, nous regroupons des expériences pour lesquelles nous illustrons l'aptitude du test à étudier l'anisotropie macroscopique de certains matériau, dont la bentonite.

La mise en place de l'expérience et ses premiers résultats, mêmes s'ils sont avant tout exploratoires, nous ont permis de définir proprement l'expérience et ses possibilités et donnent de premières conclusions intéressantes. Les résultats les plus aboutis concernent les fluides à seuil et ont été partiellement publiés [68]. D'autres auteurs (dont Brader et al. [18] et [36]) s'intéressent au même sujet. Certains points restent à approfondir, comme la détermination correcte des déformations en régime élastique et non-linéaire. Des résultats doivent être confirmés et étudiés plus en détail, notamment les différences entre superposition continue et superposition oscillatoire sur des fluides à seuil simples. Enfin, il sera intéressant d'étudier plus en profondeur le cas des suspensions concentrées et de se focaliser sur l'anisotropie. Un couplage avec de l'imagerie par microtomographie permettra de mieux comprendre le lien entre comportement et microstructure.

- [1] M.J. ADAMS, I. AYDIN, B.J. BRISCOE et S.K. SINHA : A finite element analysis of the squeeze flow of an elasto-viscoplastic paste material. *Journal of non-newtonian fluid mechanics*, 71(1-2):41–57, 1997.
- [2] M.J. ADAMS, B. EDMONDSON, D.G. CAUGHEY et R. YAHYA : An experimental and theoretical study of the squeeze-film deformation and flow of elastoplastic fluids. *Journal of non-newtonian fluid mechanics*, 51(1):61–78, 1994.
- [3] Q. BARRAL, G. OVARLEZ, X. CHATEAU, J. BOUJLEL, B. RABIDEAU et P. COUSSOT : Adhesion of yield stress fluids. *Soft Matter*, 6(6):1343–1351, 2010.
- [4] G.K. BATCHELOR : The effect of brownian motion on the bulk stress in a suspension of spherical particles. *Journal of Fluid Mechanics*, 83:97–117, 1977.
- [5] L. BÉCU, S. MANNEVILLE et A. COLIN : Yielding and flow in adhesive and nonadhesive concentrated emulsions. *Physical review letters*, 96(13):138302, 2006.
- [6] D. BELL, D.M. BINDING et K. WALTERS : The oscillatory squeeze flow rheometer : comprehensive theory and a new experimental facility. *Rheologica acta*, 46(1):111–121, 2006.
- [7] R. BERKER : A new solution of the navier-stokes equation for the motion of a fluid contained between two parallel planes rotating about the same axis. *Archiv of Mechanics, Archiwum Mechaniki Stosowanej*, 31:265–280, 1979.
- [8] J. BIBETTE, T.G. MASON, H. GANG, D.A. WEITZ et P. POULIN : Structure of adhesive emulsions. *Langmuir*, 9(12):3352–3356, 1993.
- [9] J.J. BIKERMAN : The fundamentals of tackiness and adhesion. *Journal of colloid science*, 2(1):163–175, 1947.
- [10] D.M. BINDING, J.M. DAVIES et K. WALTERS : Elastico-viscous squeeze films : : Part 2. superimposed rotation. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 1(3):259–275, 1976.
- [11] D.M. BINDING et K. WALTERS : Elastico-viscous squeeze films : : Part 3. the torsional-balance rheometer. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 1(3):277–286, 1976.
- [12] E.C. BINGHAM : A new viscometer for general scientific and technical purposes. *Industrial & Engineering Chemistry*, 6:233–237, 1914.
- [13] F. BLANC, F. PETERS et E. LEMAIRE : Local transient rheological behavior of concentrated suspensions. *Journal of Rheology*, 55:835, 2011.
- [14] C. BONNOIT, T. DARNIGE, E. CLEMENT et A. LINDNER : Inclined plane rheometry of a dense granular suspension. *Journal of Rheology*, 54:65, 2010.

- [15] C. BONNOIT, J. LANUZA, A. LINDNER et E. CLEMENT : Mesoscopic length scale controls the rheology of dense suspensions. *Physical review letters*, 105(10):108302, 2010.
- [16] J. BOUJLEL, A. LINDNER, G. OVARLEZ, X. CHATEAU et P. COUSSOT : Pénétration d'une plaque dans un fluide à seuil. In *Rhéologie des matériaux nanostructurés*, volume Actes du 45ème colloque du GFR, page AF23, 2010.
- [17] J. BOUJLEL, A. LINDNER, G. OVARLEZ et P. COUSSOT : Measuring the surface tension of yield stress fluids. En préparation pour *Soft Matter*, 2011.
- [18] J.M. BRADER, T. VOIGTMANN, M. FUCHS, R.G. LARSON et M.E. CATES : Glass rheology : From mode-coupling theory to a dynamical yield criterion. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 106(36):15186, 2009.
- [19] J.M. BRICKER et J.E. BUTLER : Oscillatory shear of suspensions of noncolloidal particles. *Journal of rheology*, 50:711, 2006.
- [20] J.M. BRICKER et J.E. BUTLER : Correlation between stresses and microstructure in concentrated suspensions of non-Brownian spheres subject to unsteady shear flows. *Journal of rheology*, 51:735, 2007.
- [21] G. BRINDLEY, J.M. DAVIES et K. WALTERS : Elastico-viscous squeeze films. Part I. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 1(1):19–37, 1976.
- [22] C. CHEVALIER, M. BEN AMAR, D. BONN et A. LINDNER : Inertial effects on Saffman–Taylor viscous fingering. *Journal of Fluid Mechanics*, 552(-1):83–97, 2006.
- [23] F. CHEVOIR, M. PROCHNOW, J.T. JENLINS et P. MILLS : Dense granular flows down an inclined plane. In *Powders and grains 2001 : proceedings of the fourth International Conference on Micromechanics of Granular Media, Sendai, Japan, 21-25 May 2001*, page 373. Taylor & Francis, 2001.
- [24] B.D COLEMAN, H. MARKOVITZ et W. NOLL : *Viscometric flows of non-Newtonian fluids : theory and experiment*, volume 5. Cam, 1966.
- [25] P. COUSSOT : Saffman–Taylor instability in yield-stress fluids. *Journal of Fluid Mechanics*, 380(-1):363–376, 1999.
- [26] P. COUSSOT : *Rheometry of pastes, suspensions, and granular materials*. Wiley Online Library, 2005.
- [27] P. COUSSOT et C. ANCEY : *Rhéophysique des pâtes et des suspensions*. EDP sciences, 1999.
- [28] G.H. COVEY et B.R. STANMORE : Use of the parallel-plate plastometer for the characterisation of viscous fluids with a yield stress. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 8(3-4):249–260, 1981.
- [29] B. DEBBAUT et K. THOMAS : Simulation and analysis of oscillatory squeeze flow. *Journal of non-newtonian fluid mechanics*, 124(1-3):77–91, 2004.
- [30] D. DERKS, A. LINDNER, C. CRETON et D. BONN : Cohesive failure of thin layers of soft model adhesives under tension. *Journal of applied physics*, 93:1557, 2003.
- [31] M. DURAND et H.A. STONE : Relaxation time of the topological T1 process in a two-dimensional foams. *Physical review letters*, 97(22):226101, 2006.
- [32] A. EINSTEIN : Eine neue bestimmung der moleküldimensionen. *Annalen der Physik*, 324(2): 289–306, 1906.
- [33] J. ENGMANN, C. SERVAIS et A.S. BURBIDGE : Squeeze flow theory and applications to rheometry : a review. *Journal of non-newtonian fluid mechanics*, 132(1-3):1–27, 2005.
- [34] P. ESTELLÉ et C. LANOS : Squeeze flow of Bingham fluids under slip with friction boundary condition. *Rheologica acta*, 46(3):397–404, 2007.

- [35] P. ESTELLÉ, C. LANOS, A. PERROT et C. SERVAIS : Slipping zone location in squeeze flow. *Rheologica acta*, 45(4):444–448, 2006.
- [36] T.F.F. FARAGE et J.M. BRADER : Three dimensional flow of colloidal glasses. Arxiv preprint arXiv :1109.0552, 2011.
- [37] B.A. FRANCIS et R.G. HORN : Apparatus-specific analysis of fluid adhesion measurements. *Journal of Applied Physics*, 89:4167, 2001.
- [38] H. GIESEKUS et G. LANGER : Die Bestimmung der wahren Fließkurven nicht-newtonscher Flüssigkeiten und plastischer Stoffe mit der Methode der repräsentativen Viskosität. *Rheologica Acta*, 16(1):1–22, 1977.
- [39] M. GOOSSENS, F. MITTELBACH et A. SAMARIN : *The L^AT_EX companion*. Citeseer, 1994.
- [40] R. HILL : *The mathematical theory of plasticity*, volume 11. Oxford University Press, New York, 1998.
- [41] R. HÖHLER et S. COHEN-ADDAD : Rheology of liquid foam. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 17:R1041, 2005.
- [42] N. HUANG, G. OVARLEZ, F. BERTRAND, S. RODTS, P. COUSSOT et D. BONN : Flow of wet granular materials. *Physical review letters*, 94(2):28301, 2005.
- [43] P. JIANG, H. SEE, M.V. SWAIN et N. PHAN-THIEN : Using oscillatory squeezing flow to measure the viscoelastic properties of dental composite resin cements during curing. *Rheologica Acta*, 42(1):118–122, 2003.
- [44] P. JOP, Y. FORTERRE et O. POULIQUEN : A constitutive law for dense granular flows. *Nature*, 441(7094):727–730, 2006.
- [45] R.G. LARSON : *The structure and rheology of complex fluids*. Oxford University Press, New York, 1999. Oxford University Press, New York.
- [46] A. LE GOFF : *Figures d’impact : tunnels, vases, spirales et bambous*. Thèse de doctorat, Université Paris VI Pierre et Marie Curie, 2009.
- [47] S.J. LEE, M.M. DENN, M.J. CROCHET et A.B. METZNER : Compressive flow between parallel disks : : : I. Newtonian fluid with a transverse viscosity gradient. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 10(1-2):3–30, 1982.
- [48] S.J. LEE, M.M. DENN, M.J. CROCHET, A.B. METZNER et G.J. RIGGINS : Compressive flow between parallel disks : II. oscillatory behavior of viscoelastic materials under a constant load. *Journal of non-newtonian fluid mechanics*, 14:301–325, 1984.
- [49] L.H. LUU : *Impact de gouttes de fluides à seuil : rhéologie, splash et cratères*. Thèse de doctorat, Université de Provence, 2011.
- [50] L.H. LUU et Y. FORTERRE : Drop impact of yield-stress fluids. *Journal of Fluid Mechanics*, 632(-1):301–327, 2009.
- [51] C.W. MACOSKO et R.G. LARSON : *Rheology : principles ; measurements, and applications*. Wiley-Vch New York, 1994.
- [52] F. MAHAUT : *Comportement rhéologique de suspensions de particules non colloïdales plongées dans des fluides à seuil*. Thèse de doctorat, Université Paris Est, 2009.
- [53] B. MAXWELL et R.P. CHARTOFF : Studies of a polymer melt in an orthogonal rheometer. *Journal of Rheology*, 9:41–52, 1965.
- [54] M.A. MCCLELLAND et B.A. FINLAYSON : Squeezing flow of elastic liquids. *Journal of non-newtonian fluid mechanics*, 13(2):181–201, 1983.

- [55] G.H. MEETEN : Yield stress of structured fluids measured by squeeze flow. *Rheologica acta*, 39(4):399–408, 2000.
- [56] G.H. MEETEN : Squeeze flow between plane and spherical surfaces. *Rheologica acta*, 40(3):279–288, 2001.
- [57] G.H. MEETEN : Constant-force squeeze flow of soft solids. *Rheologica acta*, 41(6):557–566, 2002.
- [58] G.H. MEETEN : Squeeze flow of soft solids between rough surfaces. *Rheologica acta*, 43(1):6–16, 2004.
- [59] G.H. MEETEN : Comparison of squeeze flow and vane rheometry for yield stress and viscous fluids. *Rheologica acta*, 49(1):45–52, 2010.
- [60] J. MEWIS et G. SCHOUKENS : Mechanical spectroscopy of colloidal dispersions. *Faraday Discussions of the Chemical Society*, 65:58–64, 1978.
- [61] M.C. MICHALSKI, S. DESOBRY, V. BABAK et J. HARDY : Adhesion of food emulsions to packaging and equipment surfaces. *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, 149(1-3):107–121, 1999.
- [62] T. NARUMI, H. SEE, A. SUZUKI et T. HASEGAWA : Response of concentrated suspensions under large amplitude oscillatory shear flow. *Journal of rheology*, 49:71, 2005.
- [63] T.L.H. NGUYEN, N. ROUSSEL et P. COUSSOT : Correlation between L-box test and rheological parameters of a homogeneous yield stress fluid. *Cement and Concrete Research*, 36(10):1789–1796, 2006.
- [64] J.G. OLDROYD : 2d plastic flow of a bingham solid - a plastic boundary layer theory for slow motions. *Proceedings of the Cambridge Philological Society*, 43:383–395, 1947.
- [65] J.G. OLDROYD : On the formulation of rheological equations of state. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, 200(1063):523, 1950.
- [66] J.G. OLDROYD : Non-newtonian effects in steady motion of some idealized elastico-viscous liquids. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, 245(1241):278, 1958.
- [67] P. OSWALD : *Rhéophysique : ou comment coule la matière*. Echelles, 2005.
- [68] G. OVARLEZ, Q. BARRAL et P. COUSSOT : Three-dimensional jamming and flows of soft glassy materials. *Nature materials*, 9(2):115–119, 2010.
- [69] G. OVARLEZ, F. BERTRAND et S. RODTS : Local determination of the constitutive law of a dense suspension of noncolloidal particles through magnetic resonance imaging. *Journal of Rheology*, 50:259, 2006.
- [70] G. OVARLEZ et X. CHATEAU : Influence of shear stress applied during flow stoppage and rest period on the mechanical properties of thixotropic suspensions. *Physical Review E*, 77(6):061403, 2008.
- [71] G. OVARLEZ, F. MAHAUT, F. BERTRAND et X. CHATEAU : Flows and heterogeneities with a vane tool : Magnetic resonance imaging measurements. *Journal of Rheology*, 55:197, 2011.
- [72] F. PARSİ et F. GADALA-MARIA : Fore-and-aft asymmetry in a concentrated suspension of solid spheres. *Journal of Rheology(New York)*, 31(8):725–32, 1987.
- [73] R.L. PEEK : Parallel plate plastometry. *Journal of Rheology*, 3:345, 1932.
- [74] N. PHAN-THIEN, J. DUDEK, D.V. BOGER et V. TIRTAATMADJA : Squeeze film flow of ideal elastic liquids. *Journal of non-newtonian fluid mechanics*, 18(3):227–254, 1985.
- [75] J.M. PIAU : *Fluides Non-newtoniens*. Techniques de l'ingénieur, 1979.

- [76] J.M. PIAU : Carbopol gels : Elastoviscoplastic and slippery glasses made of individual swollent sponges : Meso-and macroscopic properties, constitutive equations and scaling laws. *Journal of non-newtonian fluid mechanics*, 144(1):1–29, 2007.
- [77] H.M. PRINCEN : Rheology of foams and highly concentrated emulsions : : I. elastic properties and yield stress of a cylindrical model system. *Journal of Colloid and Interface Science*, 91(1):160–175, 1983.
- [78] B.D. RABIDEAU, C. LANOS et P. COUSSOT : An investigation of squeeze flow as a viable technique for determining the yield stress. *Rheologica acta*, 48(5):517–526, 2009.
- [79] P. RAVINDRAN, J.M. KRISHNAN et K.R. RAJAGOPAL : A note on the flow of a burgers' fluid in an orthogonal rheometer. *International Journal of engineering science*, 42(19-20):1973–1985, 2004.
- [80] P. ROGNON : *Rhéologie des matériaux granulaires cohésifs, Application aux avalanches de neige denses*. Thèse de doctorat, École Nationale des ponts et Chaussées, 2006.
- [81] N. ROUSSEL et P. COUSSOT : "Fifty-cent rheometer" for yield stress measurements : From slump to spreading flow. *Journal of rheology*, 49:705, 2005.
- [82] N. ROUSSEL et P. COUSSOT : Écoulements d'affaissement et d'étalement : modélisation, analyse et limites pratiques. *Revue européenne de génie civil*, 10(1):25–44, 2006.
- [83] N. ROUSSEL et C. LANOS : Plastic fluid flow parameters identification using a simple squeezing test. *Applied Rheology*, 13(3):132–139, 2003.
- [84] N. ROUSSEL, C. LANOS et Z. TOUTOU : Identification of bingham fluid flow parameters using a simple squeeze test. *Journal of non-newtonian fluid mechanics*, 135(1):1–7, 2006.
- [85] G. ROY, M. PELLETIER, F. THOMAS, C. DESPAS et J. BESSIERE : Aggregation in Na-, K- and Ca-montmorillonite dispersions, characterized by impedance spectroscopy. *Clay Minerals*, 35(2):335, 2000.
- [86] P.G. SAFFMAN et G. TAYLOR : The penetration of a fluid into a porous medium or Hele-Shaw cell containing a more viscous liquid. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, 245(1242):312, 1958.
- [87] J.R. SCOTT : Theory and application of the parallel-plate plastometer. *Transactions of the Institution of the Rubber Industry*, 7:169–186, 1931.
- [88] J.R. SCOTT : Theory and application of the parallel-plate plastometer, part 2. *Transactions of the Institution of the Rubber Industry*, 10:481–493, 1935.
- [89] J.D. SHERWOOD : Model-free inversion of squeeze-flow rheometer data. *Journal of non-newtonian fluid mechanics*, 129(2):61–65, 2005.
- [90] J.D. SHERWOOD et D. DURBAN : Squeeze flow of a power-law viscoplastic solid. *Journal of non-newtonian fluid mechanics*, 62(1):35–54, 1996.
- [91] J.D. SHERWOOD et D. DURBAN : Squeeze-flow of a Herschel-Bulkley fluid. *Journal of non-newtonian fluid mechanics*, 77(1-2):115–121, 1998.
- [92] J.M. SIMMONS : A servo-controlled rheometer for measurement of the dynamic modulus of viscoelastic liquids. *Journal of Scientific Instruments*, 43:887, 1966.
- [93] H.S. TANG et D.M. KALYON : Estimation of the parameters of Herschel-Bulkley fluid under wall slip using a combination of capillary and squeeze flow viscometers. *Rheologica acta*, 43(1):80–88, 2004.
- [94] R.I. TANNER : Helical flow of elastico-viscous liquids, part i. theoretical. *Rheologica Acta*, 3:21–26, 1963. 10.1007/BF01974451.

- [95] R.I. TANNER : Helical flow of elastico-viscous liquids, part ii. experimental. *Rheologica Acta*, 3:26–34, 1963. 10.1007/BF01974452.
- [96] R.I. TANNER et G. WILLIAMS : On the orthogonal superposition of a simple shearing and small-strain oscillatory motions. *Rheologica Acta*, 10:528–538, 1971.
- [97] P.H.T. UHLHERR, K.H. PARK, C. TIU et J.R.G. ANDREWS : Yield stress from fluid behaviour on an inclined plane. *Advances in Rheology*, 2:183–190, 1984.
- [98] J. VERMANT, P. MOLDENAERS, J. MEWIS, M. ELLIS et R. GARRITANO : Orthogonal superposition measurements using a rheometer equipped with a force rebalanced transducer. *Review of scientific instruments*, 68:4090, 1997.
- [99] J. VERMANT, L. WALKER, P. MOLDENAERS et J. MEWIS : Orthogonal versus parallel superposition measurements. *Journal of non-newtonian fluid mechanics*, 79(2-3):173–189, 1998.
- [100] T.S. VU, G. OVARLEZ et X. CHATEAU : Macroscopic behavior of bidisperse suspensions of noncolloidal particles in yield stress fluids. *Journal of Rheology*, 54:815–833, 2010.
- [101] L.M. WALKER, J. VERMANT, P. MOLDENAERS et J. MEWIS : Orthogonal and parallel superposition measurements on lyotropic liquid crystalline polymers. *Rheologica acta*, 39(1):26–37, 2000.
- [102] D. WEAIRE et S. HUTZLER : *The physics of foams*. Oxford University Press, New York, 2001.
- [103] J. ZEEGERS, D. ENDE, C. BLOM, E.G. ALTENA, G.J. BEUKEMA et J. MELLEMA : A sensitive dynamic viscometer for measuring the complex shear modulus in a steady shear flow using the method of orthogonal superposition. *Rheologica acta*, 34(6):606–621, 1995.

η	Viscosité
γ_{surf}	Tension de surface du matériau considéré, en $N.m^{-1}$
ν	Coefficient de Poisson
Ω	Vitesse de rotation du disque supérieur, en $rad.s^{-1}$
$\underline{\underline{\epsilon}}$	Tenseur des déformations
$\underline{\underline{\Sigma}}$	Tenseur des contraintes
$\underline{\underline{\tau}}$	Déviateur du tenseur des contraintes
$\underline{\underline{d}}$	Tenseur des taux de déformation
E	Module d'Young
F	Force appliquée sur disque supérieur, en N
G	Module complexe
G'	Module élastique
G''	Module visqueux
h	Hauteur du cylindre de fluide et distance entre les deux disques (entrefer ou <i>gap</i> en anglais), en mm
p	Pression au sein du fluide
R	Rayon du cylindre de fluide, en mm
T	Couple appliquée sur le disque supérieur, en $N.m$
V	Vitesse de translation du disque mobile, en $mm.s^{-1}$
V_{ol}	Volume du cylindre de fluide utilisé, en mm^3

I.1	Principe du cisaillement simple.	16
I.2	Loi de comportement d'un fluide newtonien	16
I.3	Extraits de la littérature à propos des oscillations sur des suspensions de particules dans un fluide newtonien.	17
I.4	Loi de comportement d'un solide élastique	18
I.5	Loi de comportement d'un fluide de Herschel-Bulkley	19
I.6	Géométrie de Couette avec cylindres coaxiaux.	21
I.7	Géométrie cône-plan.	22
I.8	Géométrie plan-plan.	23
I.9	Mesures par IRM de la distribution de vitesse (figure (a), extrait de l'article [42] de Huang et al.) et de la concentration (figure (b), extrait de l'article [69] de Ovarlez et al.) au sein d'une suspension concentrée à 58 % dans un fluide newtonien placée entre deux cylindres de la géométrie de Couette ($R_i = 4,15\text{ cm}$ et $R_e = 6\text{ cm}$).	24
I.10	Techniques de mesure de seuil pour les fluides du génie civil.	25
I.11	Première mise en œuvre du <i>squeeze test</i> par l'équipe de Walters, extrait de l'article [21].	25
I.12	Principe du <i>OSF</i> , <i>Oscillatory Squeeze Flow</i> , nom et figure extraits de l'article de Bell et al. [6].	27
I.13	Principe de la mesure de seuil sur un plan incliné.	28
I.14	Cisaillement bi-directionnel dans l'expérience du plan incliné confiné, extrait de l'article [44] de Jop et al.	29
I.15	Expériences de superposition orthogonale avec la géométrie de Couette.	31
I.16	Principe du plan-plan décentré proposé par Maxwell et Chartoff, extrait de l'article [53]	32
I.17	Principe de l'expérience de superposition du groupe de Walters en utilisant la rotation de la géométrie plan-plan et l'écrasement imposé par la force de compression, extrait de l'article [10]	32
I.18	Résultats de la superposition sur un fluide newtonien, extraits de l'article [10].	33
I.19	Résultats de la superposition sur un fluide élastiques, extraits de l'article [10].	33
I.20	Principe de l'expérience de superposition des écoulements de rotation et de translation sur le plan-plan.	35
II.1	Schéma de l'expérience	37

II.2	Champ de vitesse imposé par l'écrasement. Le rayon R est en abscisses, gradué de 0 à 30, la hauteur h en ordonnées, graduée de 0 à 2. Un trait matérialise la limite du cylindre de fluide. Les flèches donnant la direction et le sens du vecteur vitesse en ce point. La norme de la vitesse est donnée par la couleur, la vitesse $V = 1$ étant la vitesse d'écrasement du disque supérieur positionné en $h = 2$	46
II.3	Loi de comportement élastique	48
II.4	Loi de comportement plastique	49
II.5	Loi de comportement élasto-plastique	50
II.6	Définition des valeurs macroscopiques des contraintes et des taux de déformation	52
III.1	Formule générale des huiles 47 Rhodorsil	59
III.2	Formule de l'huile 550 Rhodorsil	60
III.3	Formule du glucose	60
III.4	Schéma du ressort placé entre les deux disques	62
III.5	Action des tensio-actifs	64
III.6	Formule générale du Carbopol 980	65
III.7	Photographies des différents matériaux utilisés.	67
III.8	Machine d'essai Instron	68
III.9	Forme typique des courbes $F(h)$ pour une expérience d'étirement	70
III.10	Forme du cylindre au début de l'expérience d'étirement	70
III.11	Forme typique des courbes $F(h)$ pour une expérience d'écrasement	71
III.12	Le rhéomètre Kinexus de Malvern	72
III.13	Illustration de la déviation rectiligne et oscillante du capteur, du bruit permanent et de la difficulté de définir proprement le zéro.	73
III.14	Un exemple de séquence du logiciel rSpace présentant différents types d'actions : rotation, écrasement, calculs, boucle...	74
III.15	Séquence rSpace d'une expérience d'écrasement à taux de cisaillement $\dot{\gamma}_{sq}$ constant	75
III.16	Écrasements à volume et $\dot{\gamma}_{sq}$ constants	76
III.17	Séquence du logiciel rSpace utilisée pour les expériences de mesure du seuil 3D.	77
III.18	Écrasement et rotation superposés à taux de cisaillement constants, avec $\dot{\gamma}_{sq} = 1 \text{ s}^{-1}$ et $\dot{\gamma}_{rot} = 0,5 \text{ s}^{-1}$	78
III.19	Séquence rSpace d'une expérience avec un écrasement à taux de cisaillement constant et une rampe de rotation.	79
III.20	Platine de translation et contrôleur du constructeur Newport	79
III.21	Montage de la platine	80
III.22	Deux mise en place possibles : (a) le volume est constant ou cours de l'expérience et (b) le rayon est constant et le fluide en dehors de la géométrie est considéré comme inerte	84
III.23	Mesure du seuil d'un carbopol par un cisaillement de rotation faible après différents pré-cisaillements : rotation dans le même sens que la mesure (rot+), rotation dans le sens opposé à la mesure (rot-) avec dans les deux cas cisaillement à 10 s^{-1} pendant 10 secondes, et écrasement en allant directement à l'entrefer de départ de l'expérience.	85
III.24	Forme du cylindre de fluide après un étirement ou une rotation (a) ou après un écrasement (b) ; à la surface, le rayon de courbure R_1 est inchangé mais R_2 change de signe, en restant toujours du même ordre de grandeur.	87
III.25	Comparaison entre données expérimentales et force théorique sous l'hypothèse de lubrification pour un cylindre de 4 ml d'huile Silicone 550 écrasé à un taux de cisaillement constant $\dot{\gamma}_{sq} = 0,1 \text{ s}^{-1}$	89
III.26	Écrasement de l'huile Silicone 550, forme du cylindre de fluide.	90

III.27	Comparaison entre les données expérimentales de la figure III.25 et le calcul théorique de la force induite par la tension de surface (sur-pression ou sous-pression selon le ménisque) avec $\gamma_{\text{surf}} = 0,025 \text{ N.m}^{-1}$. Les lettres correspondent aux photographies de la figure III.26.	90
III.28	Effet de la tension de surface sur la mesure de viscosité en cisaillement stationnaire de l'huile Silicone 550 en écoulement d'écrasement avec $\dot{\gamma}_{sq} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ pour différents volumes en partant du même entrefer.	91
III.29	Photographie de la géométrie striée.	92
III.30	Définition du zéro avec un plan lisse, problème de reproductibilité; le point de contact entre les deux disque est entouré. Les marches d'escalier correspondent au pas de la platine du rhéomètre qui est de 100 nm	93
III.31	Illustration de la difficulté de définir proprement le "zéro" du gap avec une rugosité aléatoire, les grains pouvant bloquer certaines configurations.	94
III.32	Problèmes de définition du zéro avec différentes surfaces : les deux disques sont approchés doucement jusqu'au contact caractérisé par le changement de pente; plusieurs surfaces ont été testées, différents papiers de verre, une surface sablée et une surface lisse. En insert, un zoom sur le P50.	94
III.33	Photographie d'une géométrie de type vane à 6 pales	95
III.34	(a) Profil de vitesse azimutal $v_{\theta}(r, \theta)$ d'une huile newtonienne cisailée à 1 tour par minute dans une géométrie de type vane à six pales pour diverses positions entre 0° et 30° (pales à 0° et 60°). $R = 4 \text{ cm}$ est le diamètre du vane. Le tracé en pointillé correspond à un solide en rotation (pour $r < 4 \text{ cm}$) et au profil théorique pour un fluide newtonien dans une géométrie de Couette (pour $r > 4 \text{ cm}$). (b) Graphique 2D de la limite entre le mouvement rigide et le cisaillement, les rectangles gris correspondent aux pales.	95
III.35	Illustration du volume non pris en compte dans les aspérités dans le cas d'une mesure effectuée avec du papier de verre (a), une partie du fluide dans la rugosité est cisailé modifiant ainsi la condition aux limites de vitesse nulle à la paroi; cette condition est respectée dans le cas du plan lisse (b)	96
III.36	Thèse de Li-Hua Luu [49] : tailles caractéristiques, distance pic à pic et hauteur quadratique moyenne, de différents papier de verre	97
III.37	Distance équivalente d_{eq} , donnant le volume de fluide dans la rugosité du papier de verre par unité de surface, mesurée en fonction de la taille des grains des papier de verre	98
III.38	Mesures de viscosité de l'huile Silicone 550 par des rampes de contrainte avec différentes surfaces, les données brutes sont corrigées en augmentant la valeur de l'entrefer d'une longueur δh dépendant du papier de verre utilisé.	99
III.39	Tracé de la longueur δh , introduite pour faire corrigées les données obtenues avec les surfaces rugueuses, en fonction de d_{eq} , distance équivalente correspondant au fluide piégé dans la rugosité.	100
III.40	Mesures d'élasticité par oscillations de l'émulsion 9 avec différentes surfaces	101
IV.1	Écoulements simples de rotation ou d'écrasement.	103
IV.2	Mesure de viscosité de l'huile Rhodorsil 47v100 000 en cisaillement stationnaire, comparaison entre rotation et écrasement.	106
IV.3	Résultats bruts d'un cisaillement oscillant vertical sur l'huile Rhodorsil 47v100 000 avec $f = 1 \text{ Hz}$, $h_0 = 2 \text{ mm}$, $R = 30 \text{ mm}$, $\delta_z = 6,3 \mu\text{m}$	107
IV.4	Silicone 550, surface lisse, mesure de viscosité par une rampe en rotation et des oscillations en rotation et en écrasement.	108

IV.5	Huile silicone 550, mesure de viscosité par une rampe de rotation et des oscillations en rotation et en écrasement pour différentes valeurs de l'entrefer et différents papiers de verre.	109
IV.6	Silicone 550, mesure de viscosité par des oscillations en rotation et en écrasement avec la géométrie à surface striée.	111
IV.7	Cas du plan strié	112
IV.8	Glucose	113
IV.9	Huiles Rhodorsil 47v1000, 47v5000 et 47v100 000	116
IV.10	Tracé de la viscosité d'une suspension concentrée à 40 % de billes de polystyrène dans l'huile silicone 550 mesurée par des oscillations en rotation et en écrasement.	119
IV.11	Mesure de l'élasticité d'un fluide à seuil	121
IV.12	Mesure d'un seuil d'écoulement	121
IV.13	Mesure du seuil à faible taux de cisaillement ($\dot{\gamma} = 0,05 s^{-1}$).	122
IV.14	Mesure d'élasticité par cisaillement stationnaire sur différents fluides à seuil. Les symboles représentent les données expérimentales (ronds noirs pour la mesure en rotation, carrés rouges pour la mesure en écrasement), les droites représentent la pente mesurée à l'origine.	123
IV.15	Comparaison mesure du seuil en rotation / mesure du seuil en écrasement pour différents fluides et différentes conditions	125
IV.16	Mesure du seuil d'un carbopol en squeeze et en rotation après différentes mises en place	126
IV.17	Résultats bruts d'un déplacement vertical d'amplitude $h_1 = 0,102 mm$ et de fréquence $f = 1 Hz$ sur un ressort de raideur $k = 320 N.m^{-1}$	127
IV.18	Mesure de l'élasticité de différents fluides à seuil par un cisaillement oscillant en rotation et en écrasement. On doit multiplier par un facteur 2 la valeur du module élastique G' mesuré en écrasement afin de superposer les résultats obtenus en rotation et en écrasement.	129
IV.19	Résultats d'oscillations de rotation et d'écrasement sur un cylindre de gélatine.	130
IV.20	Oscillations sur différents fluides à seuil.	132
IV.21	Dépendance de l'énergie W en la vitesse d'étirement V	134
IV.22	Jeu de courbes d'étirement pour le Carbopol à 0,4 % et un volume de 0,2 ml	135
IV.23	État final (surface finale et hauteur de décollement) en fonction de la surface initiale	137
IV.24	Forme du dépôt inférieur après l'expérience d'étirement pour des surfaces initiales de plus en plus grandes	137
IV.25	Relation Energie/Surface lors le décollement	138
IV.26	Comparaison d'une expérience d'écrasement et d'étirement	139
V.1	Écoulements complexes créés par la superposition des deux écoulements simples de rotation et d'écrasement.	141
V.2	Viscosité mesurée lors de la superposition d'un cisaillement continu en rotation et d'oscillations verticales dans différentes configurations sur l'huile silicone 550 Rhodorsil.	144
V.3	Réponse à la superposition d'un cisaillement stationnaire en rotation et de grandes oscillations verticales sur l'huile silicone 550 Rhodorsil.	146
V.4	Réponse à la superposition de deux oscillations sur huile silicone 550 Rhodorsil.	148
V.5	Rappel des résultats obtenus au chapitre précédent sur une suspension concentrée à 40 % soumise à des oscillations de rotation et d'écrasement.	149
V.6	Mise en évidence de l'anisotropie des suspensions visqueuses, extrait de l'article de Parsi et Gadala-Maria [72].	149

V.7 Viscosité de rotation après la superposition. En trait plein la mesure de viscosité effectuée par une rampe décroissant de taux de cisaillement de rotation en cisaillement simple. 150

V.8 Schéma de la séquence de superposition oscillations d'écrasement et cisaillement stationnaire de rotation. 151

V.9 Tracé du couple et de la force en fonction du temps dans le cas d'une expérience avec une amplitude verticale de $0,00325\text{ mm}$ et un taux de cisaillement de rotation égal à $0,1\text{ s}^{-1}$ sur une suspension de billes dans l'huile silicone 550 concentrée à 45%. 151

V.10 Résultats en écrasement des superpositions d'oscillations verticales et cisaillement stationnaire de rotation. 153

V.11 Viscosité de rotation durant l'expérience. 154

V.12 Viscosité de rotation après la superposition. En trait plein la mesure de viscosité effectuée par une rampe décroissant de taux de cisaillement de rotation en cisaillement simple. 154

V.13 Viscosité d'écrasement divisée par la viscosité de rotation pendant la superposition. 155

V.14 Comparaison des différentes mesures de viscosité : par le cisaillement simple de rotation, les oscillations en écrasement et la superposition des deux sollicitations. . 156

V.15 Mesure du seuil à faible taux de cisaillement ($\dot{\gamma} = 0,05\text{ s}^{-1}$). 158

V.16 Exemple de valeurs de $\dot{\gamma}_{sq}/\dot{\gamma}_{rot}$, légende de la figure V.17, sous-figures (b) et (a). . 159

V.17 Courbes contrainte-déformation obtenues lors d'un cisaillement à $\dot{\gamma}_{tot} = \sqrt{\dot{\gamma}_{rot}^2 + \dot{\gamma}_{sq}^2} = 0,05\text{ s}^{-1}$ en faisant varier le rapport $\dot{\gamma}_{sq}/\dot{\gamma}_{rot}$. Nous présentons indépendamment les résultats obtenus en écrasement et en rotation. 160

V.18 Tracé de la valeur du plateau de la mesure en rotation (courbes figure V.17b) en fonction de la valeur du plateau de la mesure en écrasement (courbes figure V.17a). 161

V.19 Invariants de contrainte et de déformation pour des expériences de mesure de seuil 3D sur une émulsion. 163

V.20 Données brutes d'une expérience typique d'écrasement à cisaillement constant sous une rampe de rotation, émulsion 4. 166

V.21 Cas particulier d'un cisaillement d'écrasement à $0,161\text{ s}^{-1}$ pendant une rampe décroissante de rotation sur $0,7\text{ ml}$ de l'émulsion 4. La contrainte de rotation est tracée en ronds noirs et la contrainte d'écrasement en carrés rouges. Les traits correspondent à la théorie proposée dans le corps du texte. 167

V.22 Données brutes de la force et du couple pour différentes valeurs du taux de cisaillement d'écrasement. 168

V.23 Résultats de l'expérience de superposition d'un cisaillement d'écrasement constant et d'une rampe décroissante de rotation. 169

V.24 Grandeurs η et $\tilde{\eta}$ définies respectivement par $\tau_{rot} = \eta \cdot \dot{\gamma}_{rot}$ et $\tau_{sq} = \frac{\tilde{\eta}}{\dot{\gamma}_{rot}}$ tracées en fonction du taux de cisaillement d'écrasement imposé $\dot{\gamma}_{sq}$. Les approximations linéaires sont tracées en tirets avec $\eta \approx \frac{74,1}{\dot{\gamma}_{sq}}$ et $\tilde{\eta} \approx 6,98 \cdot \dot{\gamma}_{sq}$ 170

V.25 Superposition d'un cisaillement d'écrasement constant (pour deux valeurs, $0,01\text{ s}^{-1}$ en rouge et $0,105\text{ s}^{-1}$ en bleu) et d'une rampe de rotation sur l'émulsion 4. En tirets sont tracés les résultats en rotation (τ_{rot}) et en pointillés ceux en écrasement (τ_{sq}). En symboles sont tracés les invariants de contrainte $\tau = \sqrt{\tau_{rot}^2 + \tau_{sq}^2}$ 172

V.26 Superposition d'un cisaillement d'écrasement constant et d'une rampe décroissante de rotation sur différents fluides. 173

V.27	Force normale mesurée lors d'une superposition d'une rampe décroissante de taux de cisaillement de rotation et d'oscillations verticales avec $h_1 = 0,0011\text{ mm}$ sur l'émulsion 9. Les données brutes sont tracées en noir, un moyenne glissante sur 2 secondes est tracée en rouge. En insert sont tracées les mêmes données sur une fenêtre de temps plus courte.	176
V.28	Amplitude de la force, du taux de cisaillement vertical et taux de cisaillement de rotation pour l'expérience présentée dans la figure V.27.	176
V.29	Déphasage entre la contrainte et la déformation d'écrasement au cours de la rampe croissante de taux de cisaillement de rotation.	177
V.30	Module élastique et module visqueux mesurés par les oscillations d'écrasement et la viscosité mesurée par la rampe croissante de taux de cisaillement de rotation. . .	178
V.31	Deux mesures de viscosité : l'une par les oscillations verticales en vert et l'autre par la rampe décroissante de taux de cisaillement de rotation. Résultats de l'expérience présentée dans les figures V.27 et V.29.	179
V.32	Paramètres des expériences de la figure V.33.	180
V.33	Influence de la mise en place et du précisaillement (rotation ou écrasement) sur la mesure de seuil par superposition des deux écoulements.	181
V.34	Invariants de contrainte et de déformation dans le cas du précisaillement en écrasement et les mesures en cisaillement simple (écrasement en carrés noirs, rotation en triangles jaunes) et deux combinaisons intermédiaires.	182
V.35	Extrait de l'article d'Ovarlez et Chateau [70].	183
V.36	Évolution des modules élastiques de rotation et d'écrasement en fonction de la contrainte de rotation imposée lors de la transition liquide-solide.	184

Calcul des valeurs et vecteurs propres

Les deux tenseurs étudiés, le tenseur des taux de déformation $\underline{\underline{d}}$ et des contraintes $\underline{\underline{\tau}}$, ont la même structure, qui est la suivante :

$$M = \begin{pmatrix} 0 & 0 & M_{rz} \\ 0 & 0 & M_{\theta z} \\ M_{rz} & M_{\theta z} & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{A.1})$$

Où M représente le tenseur général qui pourra être remplacé dans toute cette annexe par $\underline{\underline{d}}$ ou $\underline{\underline{\tau}}$.

Pour trouver les valeurs propres de la matrice M , nous devons résoudre l'équation $\det(M - \lambda Id_3) = 0$, où Id_3 est la matrice identité d'ordre 3. Pour cela, simplifions d'abord $\det(M - \lambda Id_3)$:

$$\det(M - \lambda Id_3) = \begin{vmatrix} -\lambda & 0 & M_{rz} \\ 0 & -\lambda & M_{\theta z} \\ M_{rz} & M_{\theta z} & -\lambda \end{vmatrix} \quad (\text{A.2})$$

$$\begin{aligned} &= -\lambda \begin{vmatrix} -\lambda & M_{\theta z} \\ M_{\theta z} & -\lambda \end{vmatrix} + M_{rz} \begin{vmatrix} 0 & -\lambda \\ M_{rz} & M_{\theta z} \end{vmatrix} \\ &= -\lambda \cdot (\lambda^2 - M_{\theta z}^2) + M_{rz} \cdot (M_{rz} \cdot \lambda) \\ &= \lambda \cdot (M_{\theta z}^2 + M_{rz}^2 - \lambda^2) \end{aligned}$$

$$\det(M - \lambda Id_3) = \lambda \cdot \left(\sqrt{M_{rz}^2 + M_{\theta z}^2} + \lambda \right) \cdot \left(\sqrt{M_{rz}^2 + M_{\theta z}^2} - \lambda \right) \quad (\text{A.3})$$

$$(\text{A.4})$$

Les solutions de l'équation $\det(M - \lambda Id_3) = 0$ sont donc au nombre de trois (toutes distinctes) et ont pour valeur :

$$\begin{cases} \lambda_1 = 0 \\ \lambda_2 = \sqrt{M_{rz}^2 + M_{\theta z}^2} \\ \lambda_3 = -\sqrt{M_{rz}^2 + M_{\theta z}^2} \end{cases} \quad (\text{A.5})$$

Nous cherchons à présent les vecteurs propres associés aux valeurs propres calculées précédemment. Pour chaque valeur propre λ_i , le vecteur propre associé $\vec{v}_i = (x_i, y_i, z_i)$ est tel que $M \vec{v}_i = \lambda_i \vec{v}_i$, ainsi :

$$\begin{cases} M \vec{v}_1 = \vec{0} \\ M \vec{v}_2 = \sqrt{M_{rz}^2 + M_{\theta z}^2} \cdot \vec{v}_2 \\ M \vec{v}_3 = -\sqrt{M_{rz}^2 + M_{\theta z}^2} \cdot \vec{v}_3 \end{cases} \quad (\text{A.6})$$

Calculons le premier vecteur propre :

$$M \vec{v}_1 = \vec{0} \Leftrightarrow \begin{pmatrix} M_{rz} z_1 \\ M_{\theta z} z_1 \\ M_{rz} x_1 + M_{\theta z} y_1 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (\text{A.7})$$

Ainsi, si $M_{rz} \neq 0$ et $M_{\theta z} \neq 0$, on en déduit que $z_1 = 0$ et que $y_1 = -\frac{M_{rz}}{M_{\theta z}} x_1$. Nous pouvons imposer que la norme de \vec{v}_1 soit nulle, obtenant ainsi que $x_1^2 + \left(\frac{M_{rz}}{M_{\theta z}}\right)^2 x_1^2 = 1$, donc $x_1^2 = M_{\theta z}^2 / (M_{rz}^2 + M_{\theta z}^2)$. En choisissant $x_1 > 0$, on obtient :

$$\vec{v}_1 = \begin{pmatrix} M_{\theta z} / \sqrt{M_{rz}^2 + M_{\theta z}^2} \\ -M_{rz} / \sqrt{M_{rz}^2 + M_{\theta z}^2} \\ 0 \end{pmatrix} \quad (\text{A.8})$$

De la même manière, calculons le deuxième vecteur propre :

$$M \vec{v}_2 = \lambda_2 \vec{v}_2 \Leftrightarrow \begin{pmatrix} M_{rz} z_2 \\ M_{\theta z} z_2 \\ M_{rz} x_2 + M_{\theta z} y_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \lambda_2 x_2 \\ \lambda_2 y_2 \\ \lambda_2 z_2 \end{pmatrix} \quad (\text{A.9})$$

En utilisant les projections sur x et y de l'équation $M \vec{v}_2 = \lambda_2 \vec{v}_2$ dans sa projection sur z , on retombe sur $\lambda^2 = M_{rz}^2 + M_{\theta z}^2$, si $z_2 \neq 0$, seules les deux premières sont donc utiles. Si on cherche \vec{v}_2 tel qu'il soit normé, on a alors $x_2^2 + y_2^2 + z_2^2 = 1$, et donc $\left(\frac{M_{rz}}{\lambda_2}\right)^2 z_2^2 + \left(\frac{M_{\theta z}}{\lambda_2}\right)^2 z_2^2 + z_2^2 = 1$, soit $z_2 = 1/\sqrt{2}$. On en déduit donc les coordonnées du vecteur \vec{v}_2 ;

$$\vec{v}_2 = \begin{pmatrix} M_{rz} / (\sqrt{2} \cdot \sqrt{M_{rz}^2 + M_{\theta z}^2}) \\ M_{\theta z} / (\sqrt{2} \cdot \sqrt{M_{rz}^2 + M_{\theta z}^2}) \\ 1/\sqrt{2} \end{pmatrix} \quad (\text{A.10})$$

Enfin, nous pouvons calculer le troisième vecteur propre :

$$M \vec{v}_3 = \lambda_3 \vec{v}_3 \Leftrightarrow \begin{pmatrix} M_{rz} z_3 \\ M_{\theta z} z_3 \\ M_{rz} x_3 + M_{\theta z} y_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \lambda_3 x_3 \\ \lambda_3 y_3 \\ \lambda_3 z_3 \end{pmatrix} \quad (\text{A.11})$$

Exactement comme pour le deuxième vecteur propre, en injectant les équations sur x et y dans l'équation z , on retombe sur $\lambda^3 = M_{rz}^3 + M_{\theta z}^3$, si $z_3 \neq 0$. Ainsi, une fois de plus, seules les deux premières sont utiles et en cherchant un vecteur \vec{v}_3 normé, on obtient :

$$\vec{v}_3 = \begin{pmatrix} -M_{rz} / (\sqrt{2} \cdot \sqrt{M_{rz}^2 + M_{\theta z}^2}) \\ -M_{\theta z} / (\sqrt{2} \cdot \sqrt{M_{rz}^2 + M_{\theta z}^2}) \\ 1/\sqrt{2} \end{pmatrix} \quad (\text{A.12})$$

La matrice de passage P permet de diagonaliser M , c'est-à-dire telle que $P^{-1}MP = M_{diago}$, où M_{diago} est la matrice M diagonalisée. On définit $M_0 = \sqrt{M_{rz}^2 + M_{\theta z}^2}$, on a donc $\lambda_2 = M_0$ et $\lambda_3 = -M_0$. La matrice M diagonalisée s'écrit donc :

$$M_{diago} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & M_0 & 0 \\ 0 & 0 & -M_0 \end{pmatrix} \quad (\text{A.13})$$

Et la matrice de passage :

$$P = \begin{pmatrix} M_{\theta z}/M_0 & M_{rz}/(\sqrt{2}M_0) & -M_{rz}/(\sqrt{2}M_0) \\ -M_{rz}/M_0 & M_{\theta z}/(\sqrt{2}M_0) & -M_{\theta z}/(\sqrt{2}M_0) \\ 0 & 1/\sqrt{2} & 1/\sqrt{2} \end{pmatrix} \quad (\text{A.14})$$

En utilisant la formule générale de l'inverse d'une matrice 3x3, on peut inverser la matrice de passage, et on obtient :

$$P^{-1} = \begin{pmatrix} M_{\theta z}/M_0 & -M_{rz}/M_0 & 0 \\ M_{rz}/(\sqrt{2}M_0) & M_{\theta z}/(\sqrt{2}M_0) & 1/\sqrt{2} \\ -M_{rz}/(\sqrt{2}M_0) & -M_{\theta z}/(\sqrt{2}M_0) & 1/\sqrt{2} \end{pmatrix} \quad (\text{A.15})$$

On peut vérifier facilement¹ que $PP^{-1} = P^{-1}P = Id_3$. De la même manière, on peut aussi vérifier que l'on obtient bien l'égalité $P^{-1}MP = M_{diago}$ en remplaçant les matrices M_{diago} et P par leurs valeurs calculées précédemment.

Ainsi, la matrice M est diagonalisable dans la base $(\vec{X}_{diago}, \vec{Y}_{diago}, \vec{Z}_{diago})$, avec :

$$\begin{cases} \vec{X}_{diago} = \frac{M_{\theta z}}{M_0}\vec{r} - \frac{M_{rz}}{M_0}\vec{\theta} \\ \vec{Y}_{diago} = \frac{M_{rz}}{\sqrt{2}M_0}\vec{r} + \frac{M_{\theta z}}{\sqrt{2}M_0}\vec{\theta} + \frac{1}{\sqrt{2}}\vec{z} \\ \vec{Z}_{diago} = -\frac{M_{rz}}{\sqrt{2}M_0}\vec{r} - \frac{M_{\theta z}}{\sqrt{2}M_0}\vec{\theta} + \frac{1}{\sqrt{2}}\vec{z} \end{cases} \quad (\text{A.16})$$

Où $(\vec{r}, \vec{\theta}, \vec{z})$ est la base cylindrique orthonormée.

On peut maintenant faire remarquer que la matrice M est équivalente à une matrice de type cisaillement simple telle que :

$$M_{simple} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & M_0 \\ 0 & M_0 & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{A.17})$$

Pour passer de M_{diago} à M_{simple} , on utilise la matrice de passage Q définie par $M_{simple} = Q^{-1}M_{diago}Q$. On peut calculer aisément la matrice Q , donnant alors :

$$Q = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1/\sqrt{2} & 1/\sqrt{2} \\ 0 & -1/\sqrt{2} & 1/\sqrt{2} \end{pmatrix} \quad (\text{A.18})$$

Ainsi, on peut écrire $M_{simple} = Q^{-1}M_{diago}Q = Q^{-1}P^{-1}MPQ$. En posant $R = PQ$, on a $R^{-1} = (PQ)^{-1} = Q^{-1}P^{-1}$ et :

1. Le calcul, long et peu intéressant mais sans grande difficulté, n'est pas présenté ici.

$$R = \begin{pmatrix} M_{\theta z}/M_0 & M_{rz}/M_0 & 0 \\ -M_{rz}/M_0 & M_{\theta z}/M_0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (\text{A.19})$$

On en conclut que le cisaillement complexe créé par la superposition des écoulements de rotation et d'écrasement n'est autre qu'un cisaillement simple puisqu'on peut écrire la matrice M d'origine dans une autre base de telle sorte qu'elle représente un cisaillement simple :

$$\begin{pmatrix} 0 & 0 & M_{rz} \\ 0 & 0 & M_{\theta z} \\ M_{rz} & M_{\theta z} & 0 \end{pmatrix} = R \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & M_0 \\ 0 & M_0 & 0 \end{pmatrix} R^{-1} \quad (\text{A.20})$$

La matrice R est la matrice de passage de la base $(\vec{r}, \vec{\theta}, \vec{z})$ à la base $(\vec{X}, \vec{Y}, \vec{Z})$ dans laquelle la matrice M s'écrit M_{simple} .

$$\begin{cases} \vec{X} = \frac{M_{\theta z}}{M_0} \vec{r} + \frac{M_{rz}}{M_0} \vec{\theta} \\ \vec{Y} = -\frac{M_{rz}}{M_0} \vec{r} + \frac{M_{\theta z}}{M_0} \vec{\theta} \\ \vec{Z} = \vec{z} \end{cases} \quad (\text{A.21})$$

Code Python : connexion ordinateur/contrôleur

B.A Gdotsq

```

##importation des bibliotheques
import serial, time, sys
from math import *
import math

##definition de la fonction moving (lecture du caractere ascii
donne par le controleur)
def moving(XXXX) :
    if XXXX=='Q':
        return 1
    elif XXXX=='P':
        return 2
    elif XXXX=='@':
        return 3
    else :
        return 4

##ouverture de la connexion rs232
ser = serial.Serial(port='COM1', baudrate=19200, bytesize=8, parity='N',
    stopbits=1, rtscts=1)
##ser.open()

##initialisation, motor on et homing
ser.write('1M0\r\n')
ser.write('10R0\r\n')

##attente de la fin du homing
print('Homing en cours')
ser.write('TS\r\n')
movingascii=ser.readline()
movingreel=moving(movingascii[0:-2])
while movingreel==1:
    time.sleep(1)
    ser.write('TS\r\n')
    movingascii=ser.readline()
    movingreel=moving(movingascii[0:-2])

##sortie du programme si homing impossible
if movingreel==2:
    print('platine initialisee')
else:
    ser.close()
    print('erreur... connexion close')
    time.sleep(3)
    sys.exit()

##invite a donner les parametres d'entree
print('temps de la manip (sec)?')
tempsmanipstr = sys.stdin.readline()
print('Gdot squeeze (9RV/4h2) (sec-1)?')
Gdotsqstr = sys.stdin.readline()

print('Rayon de la geometrie (mm)?')
rayonstr = sys.stdin.readline()
print('Gap de depart (mm) ?')
gapstr = sys.stdin.readline()
print('numero du test ?')
numteststr = sys.stdin.readline()

##calcul des parametres
tempsmanip=float(tempsmanipstr[:-1])
Gdotsq=float(Gdotsqstr[:-1])
rayon=float(rayonstr[:-1])
gap=float(gapstr[:-1])
vitesse=Gdotsq*4.0*gap*gap/(9.0*rayon)
vitesseplatine='1VA' + str(vitesse) + '\r\n'
gapmax=max(gap-vitesse*tempsmanip,0.8*gap)
gapplatine='WT200;1PA' + str(gapmax) + '\r\n'

##creation du fichier de sortie
nomfichier='test'+numteststr[:-1]+'+'.txt'
filout = open(nomfichier, 'w')

##c'est parti !
ser.write(vitesseplatine)
ser.write(gapplatine)
tint=time.time()
localtime=time.localtime(tint)
secondestpsint=tint-100*int(tint/100)

##boucle de lecture de position
movingreel=1
while movingreel<132*tempsmanip:
    ##lecture de la position et ecriture sur le fichier
    ser.write('1TP\r\n')
    pos=ser.readline()
    filout.write(str(time.time()-tint) + ' ' + pos[0:-2] + '\r\n')
    ##pas de controler status : 132 points par seconde
    movingreel=movingreel+1

##fermeture du fichier
filout.write('temps initial : ' + str(tint) + ' , date : ' + str(localtime)
    + ' , secondes : ' + str(secondestpsint))
filout.close()

##motor off, effacement de la memoire
ser.write('1MF\r\n')

##fermeture de la connexion rs232
ser.close()

##fin
print('fini !')
time.sleep(3)

```

B.B Oscillations verticales

```

##importation des bibliotheques
import serial, time, sys
from math import *
import math

##definition de la fonction moving (lecture du caractere
ascii donne par le controleur)
def moving(XXXX) :
    if XXXX=='Q':
        return 1
    elif XXXX=='P':
        return 2
    elif XXXX=='@':
        return 3
    else :
        return 4

##ouverture de la connexion rs232
ser = serial.Serial(port='COM1', baudrate=19200,
bytesize=8, parity='N', stopbits=1, rtscts=1)
##ser.open()

##initialisation, motor on et homing
ser.write('1M0\r\n')
ser.write('10R0\r\n')

##attente de la fin du homing
print('Homing en cours')
ser.write('TS\r\n')
movingascii=ser.readline()
movingreel=moving(movingascii[0:-2])
while movingreel==1:
    time.sleep(1)
    ser.write('TS\r\n')
    movingascii=ser.readline()
    movingreel=moving(movingascii[0:-2])

##sortie du programme si homing impossible
if movingreel==2:
    print('platine initialisee')
else:
    ser.close()
    print('erreur... connexion close')
    time.sleep(3)
    sys.exit()

##invite a donner les parametres d'entree
print('valeur de l amplitude?')
amplitude = sys.stdin.readline()
print('valeur de la frequence desiree ??')
frequence = sys.stdin.readline()
print('nombre d oscillations ??')
nbreoscilstr = sys.stdin.readline()
print('numero du test ??')
numteststr = sys.stdin.readline()

##calcul des parametres
amp=float(amplitude[:-1])
freq=float(frequence[:-1])
oscillations=int(nbreoscilstr[:-1])
ptdepartstr = '1PA' + str(amp/1.4) + ';1WS\r\n'
ser.write('1VA0.01\r\n')
ser.write(ptdepartstr)
mvtcircle='1HC0,0,'+str(360*oscillations)+'\r\n'
mvtvitesse='1HV'+str(2*3.14159*freq*amp)+'\r\n'

##creation du groupe
ser.write('1HN1\r\n')

##definition vitesse max
ser.write(mvtvitesse)

##creation du fichier de sortie
nomfichier='test'+numteststr[:-1]+'.txt'
filout = open(nomfichier, 'w')

##c'est parti !
ser.write(mvtcircle)
tint=time.time()
localtime=time.localtime(tint)
secondestpsint=tint-100*int(tint/100)

##get controller status
ser.write('TS\r\n')
movingascii=ser.readline()
movingreel=moving(movingascii[0:-2])

##boucle de lecture de position
while movingreel==1:
    ##lecture de la position et ecriture sur le fichier
    ser.write('1TP\r\n')
    pos=ser.readline()
    filout.write(str(time.time()-tint) + ' ' + pos[0:-2] + '\r\n')
    ##controller status (86 points pas seconde)
    ser.write('TS\r\n')
    movingascii=ser.readline()
    movingreel=moving(movingascii[0:-2])

##fermeture du fichier
filout.write('temps initial : ' + str(tint) + ', date : ' +
str(localtime) + ', secondes : ' + str(secondestpsint))
filout.close()

##motor off, effacement de la memoire
ser.write('1MF\r\n')
ser.write('1HX\r\n')
ser.write('0XX\r\n')

##fermeture de la connexion rs232
ser.close()

##fin
print('fini !')
time.sleep(3)

```

Commandes du contrôleur

Comme on peut lire dans ces pages, l'interaction entre l'ordinateur et le contrôleur consiste en l'envoi de chaîne de caractères que ce dernier peut interpréter. Ces chaînes ont toutes la forme suivante : 01AB3456. Le 01 signifie que cette chaîne est destinée au moteur connecté sur l'axe 1 (le contrôleur peut gérer jusqu'à trois moteurs en même temps, nous n'en utilisons qu'un seul ici). Les lettres AB codent pour l'action à effectuer, par exemple : MO sera pour alimenter le moteur, OR pour l'initialiser, VA pour définir une vitesse, PA une position à atteindre, TP pour lire la position actuelle,... Et la dernière série de chiffre 3456 donnent une précision sur l'action à effectuer. On va devoir par exemple ajouter à l'action OR le type d'initialisation souhaitée (lieu de la définition du zéro, manière de l'atteindre,...) en écrivant un chiffre entre 0 et 6, ou simplement en indiquant la vitesse souhaitée après l'action VA. Certaines, comme TP, sont des questions au contrôleur et ne nécessitent aucun ajout. Ensuite la fonction `readline()` permettra de récupérer dans l'ordinateur, sous contrôle du logiciel Python, les informations données en réponse par le contrôleur (ici, c'est la position de la platine).

Code Scilab : FFT des signaux oscillatoires

D.A Angle-couple

```

//chargement des datas
stacksize(10^7)
adresse='E:\Malvern\emulsion7\28032011\anglecouple\'
numfichier=input("Numero du fichier : ");
m=fscanfMat(adresse+'test'+sci2exp(numfichier)+'.txt');
tempstot=m(:,1);
angletotold=1000*m(:,3);
coupletot=m(:,4);
gaptot=m(:,2);
//frequence=input("Fréquence attendue : ");
//gap=input("gap (mm) : ");
//rayon=input("Rayon (mm) : ");

frequence=1.;
gap=2.;
rayon=30.;

//nbr de pts de mesure
N=length(angletot);
sample_rate=round((N-1)/(tempstot(N,1)-tempstot(1,1)));
taillecalcul=(int(sample_rate/frequence)+1);

//calcul des indices
i0=int(taillecalcul/2);
nbrecalcul=int((N-2*i0)/50);
ni=int(taillecalcul/2)+1;

//initialisation des vecteurs de calcul
tempsi=zeros(taillecalcul,1);
anglei=zeros(taillecalcul,1);
couplei=zeros(taillecalcul,1);
s1=zeros(taillecalcul,1);
s2=zeros(taillecalcul,1);
angleidirect=zeros(taillecalcul,1);
coupleidirect=zeros(taillecalcul,1);
signeanglei=zeros(taillecalcul,1);
signecouplei=zeros(taillecalcul,1);
indmaxangle=zeros(nbrecalcul,1);
indmaxcouple=zeros(nbrecalcul,1);

S1=zeros(taillecalcul,nbrecalcul);
S2=zeros(taillecalcul,nbrecalcul);
F=zeros(ni,nbrecalcul);
TAILLECALCUL=zeros(nbrecalcul,1);
ZEROangleDESCENTE=zeros(nbrecalcul,1);
ZEROCoupleDESCENTE=zeros(nbrecalcul,1);
PTCALCUL=zeros(nbrecalcul,1);
gap=zeros(nbrecalcul,1);

//FFT
for i=1:nbrecalcul,
    zeroangleidescente=0;
    zerocoupleidescente=0;
    zeroangleimontee=0;
    zerocoupleimontee=0;
    PTCALCUL(i)=i0+50*(i-1)+1;
    angleidirect=angletot(PTCALCUL(i)-i0:PTCALCUL(i)-i0+taillecalcul-1);
    coupleidirect=coupletot(PTCALCUL(i)-i0:PTCALCUL(i)-i0+taillecalcul-1);
    anglei=angleidirect-mean(angleidirect);
    couplei=coupleidirect-mean(coupleidirect);
    tempsi=tempstot(PTCALCUL(i)-i0:PTCALCUL(i)-i0+taillecalcul-1);
    for j=1:taillecalcul-1,
        signeanglei(j)=sign(anglei(j))*sign(anglei(j+1));
        signecouplei(j)=sign(couplei(j))*sign(couplei(j+1));
    end;
    zeroanglei=vectorfind(signeanglei,-1,'r');
    zerocouplei=vectorfind(signecouplei,-1,'r');
    for j=1:length(zeroanglei),
        if angletot(PTCALCUL(i)-i0-1+zeroanglei(j)+8)-angletot(PTCALCUL(i)-i0-1+ zeroanglei(j))<0 then
            zeroangleidescente=zeroanglei(j);
        else
            zeroangleimontee=zeroanglei(j);
        end;
    end;
    for j=1:length(zerocouplei),
        if coupletot(PTCALCUL(i)-i0-1+zerocouplei(j)+8)-coupletot(PTCALCUL(i)-i0-1+ zerocouplei(j))<0 then
            zerocoupleidescente=zerocouplei(j);
        else
            zerocoupleimontee=zerocouplei(j);
        end;
    end;
    s1=fft(anglei,-1);
    s2=fft(couplei,-1);
    taillecalculi=(taillecalcul-1)/(tempstot(PTCALCUL(i)+i0)-tempstot(PTCALCUL(i)-i0));
    S1(:,i)=s1;
    S2(:,i)=s2;
    TAILLECALCUL(i)=taillecalculi;
    ZEROangleDESCENTE(i)=PTCALCUL(i)-i0-1+zeroangleidescente;
    ZEROCoupleDESCENTE(i)=PTCALCUL(i)-i0-1+zerocoupleidescente;
    fi=taillecalculi*(0:(taillecalcul/2))/taillecalcul;
    F(:,i)=fi(:);
    gap(i)=gaptot(PTCALCUL(i));
end;

//calcul du max
diff_fi=zeros(ni,1);
frequereelle=zeros(nbrecalcul,2);
ampangle=zeros(nbrecalcul,1);
ampcouple=zeros(nbrecalcul,1);
diffphase=zeros(nbrecalcul,1);
temps=zeros(nbrecalcul,1);

```

```

for i=1:nbreccalcul,
    diff_fi(:)=abs(F(:,i)-frequence);
    ind=vectorfind(diff_fi,min(diff_fi),'r');
    ampangle(i)=2*abs(S1(ind,i))/taillecalcul;
    ampcouple(i)=2*abs(S2(ind,i))/taillecalcul;
    diffphase(i)=imag(log(S1(ind,i)/S2(ind,i)));
    temps(i)=tempstot(PTCALCUL(i));
end;

result=zeros(nbreccalcul,5);
result(:,1)=temps;result(:,2)=gap;result(:,3)=
1000*ampangle;result(:,4)=ampcouple;
result(:,5)=diffphase;
fprintfMat(adresse+'resultat'+sci2exp(numfichier)+'.txt',
result);
clf();
plot2d(temps,[ampangle,ampcouple,180*
abs(diffphase)/%pi],logflag = 'nl')

```

D.B Force-platine

```

//chargement des datas
stacksize(10^7)
adresse='E:\Malvern\emulsion7\28032011\'
numfichier=input("Numero du fichier : ");

//PLATINE          PLATINE          PLATINE
mplatine=fscanfMat(adresse+'platine\test'+
sci2exp(numfichier)+'.txt');
xtotplatine=mplatine(:,1);
ytotplatine=mplatine(:,2);

//calcul de la frequence
Nfft=length(ytotplatine);
sample_ratefft=(Nfft-1)/(xtotplatine(Nfft,1)-
xtotplatine(1,1));
sfft=fft(ytotplatine,-1);
ffft=sample_ratefft*(0:(Nfft/2))/Nfft;
nfft=length(ffft);
frequence=(ffft(vectorfind(abs(sfft(1:nfft)),
max(abs(sfft(1:nfft))),'r')));

//nbr de pts de mesure
Nplatine=length(ytotplatine);
sample_rateplatine=round((Nplatine-1)/
(xtotplatine(Nplatine,1)-xtotplatine(1,1)));
taillecalculplatine=int(sample_rateplatine/frequence)+1;

//calcul des indices
iOplatine=int(taillecalculplatine/2);
nbreccalculplatine=int((Nplatine-2*iOplatine)/50);
niplatine=int(taillecalculplatine/2)+1;

//initialisation des vecteurs de calcul
xiplatine=zeros(taillecalculplatine,1);
yiplatine=zeros(taillecalculplatine,1);
splatine=zeros(taillecalculplatine,1);
yidirectplatine=zeros(taillecalculplatine,1);
signeyiplatine=zeros(taillecalculplatine,1);
indmaxyiplatine=zeros(nbreccalculplatine,1);

Splatine=zeros(taillecalculplatine,nbreccalculplatine);
Fplatine=zeros(niplatine,nbreccalculplatine);
TAILLECALCULplatine=zeros(nbreccalculplatine,1);
ZEROYIDESCENTEplatine=zeros(nbreccalculplatine,1);
PTCALCULplatine=zeros(nbreccalculplatine,1);

//FFT
for i=1:nbreccalculplatine,
    zeroyidescenteplatine=0;
    zeroymonteeplatine=0;
    PTCALCULplatine(i)=iOplatine+50*(i-1)+1;
    yidirectplatine=ytotplatine(PTCALCULplatine(i)-
iOplatine);
    PTCALCULplatine(i)-iOplatine+
taillecalculplatine-1);
    yiplatine=yidirectplatine-mean(yidirectplatine);
    xiplatine=xtotplatine(PTCALCULplatine(i)-iOplatine);
    PTCALCULplatine(i)-iOplatine+taillecalculplatine-1);
    for j=1:taillecalculplatine-1,
        signeyiplatine(j)=sign(yiplatine(j))*sign(yiplatine(j+1));
    end;
    zeroyiplatine=vectorfind(signeyiplatine,-1,'r');
    for j=1:length(zeroyiplatine),
        if ytotplatine(PTCALCULplatine(i)-iOplatine-1+
zeroyiplatine(j)+8)-ytotplatine(PTCALCULplatine(i)-
iOplatine-1+zeroyiplatine(j))<0 then
            zeroyidescenteplatine=zeroyiplatine(j);
        else
            zeroymonteeplatine=zeroyiplatine(j);
        end;
    end;
    splatine=fft(yiplatine,-1);
    taillecalculiplatine=(taillecalculplatine-1)/(xtotplatine(
PTCALCULplatine(i)+iOplatine)-xtotplatine(
PTCALCULplatine(i)-iOplatine));

Splatine(:,i)=splatine;
TAILLECALCULiplatine(i)=taillecalculiplatine;
ZEROYIDESCENTEiplatine(i)=PTCALCULplatine(i)-
iOplatine-1+zeroyidescenteplatine;
fiplatine=taillecalculiplatine*(0:(taillecalculplatine/2))/
taillecalculplatine;
Fplatine(:,i)=fiplatine(:);
end;

//calcul du max
diff_fiplatine=zeros(niplatine,1);
frequenceelleplatine=zeros(nbreccalculplatine,2);
amplitudeplatine=zeros(nbreccalculplatine,1);
phaseplatine=zeros(nbreccalculplatine,1);
xplatine=zeros(nbreccalculplatine,1);
indplatine=zeros(nbreccalculplatine,1);

for i=1:nbreccalculplatine,
    diff_fiplatine(:)=abs(Fplatine(:,i)-frequence);
    indplatine(i)=vectorfind(diff_fiplatine,min(diff_fiplatine),'r');
    amplitudeplatine(i)=2*abs(Splatine(indplatine(i),i))/
taillecalculplatine;
    if ZEROYIDESCENTEiplatine(i)==0 then
        phaseplatine(i)=0;
    else phaseplatine(i)=imag(log(Splatine(indplatine(i),i)));
    end;
    xplatine(i)=xtotplatine(PTCALCULplatine(i));
end;

//FORCE          FORCE          FORCE
mforce=fscanfMat(adresse+'force\test'+
sci2exp(numfichier)+'.txt');
xtotforce=mforce(:,1);
gaptot=mforce(:,2);
ytotforce=mforce(:,3);

//nbr de pts de mesure
Nforce=length(ytotforce);
sample_rateforce=round((Nforce-1)/(xtotforce(Nforce,1)-
xtotforce(1,1)));
taillecalculforce=int(sample_rateforce/frequence)+1;

//calcul des indices
iOforce=int(taillecalculforce/2);
nbreccalculforce=int((Nforce-2*iOforce)/50);
niforce=int(taillecalculforce/2)+1;

//initialisation des vecteurs de calcul
xiforce=zeros(taillecalculforce,1);
yiforce=zeros(taillecalculforce,1);
sforce=zeros(taillecalculforce,1);
yidirectforce=zeros(taillecalculforce,1);
signeyiforce=zeros(taillecalculforce,1);
indmaxyiforce=zeros(nbreccalculforce,1);

Sforce=zeros(taillecalculforce,nbreccalculforce);
Fforce=zeros(niforce,nbreccalculforce);
TAILLECALCULforce=zeros(nbreccalculforce,1);
ZEROYIDESCENTEforce=zeros(nbreccalculforce,1);
PTCALCULforce=zeros(nbreccalculforce,1);
gap=zeros(nbreccalculforce,1);

//FFT
for i=1:nbreccalculforce,
    zeroyidescenteforce=0;
    zeroymonteeforce=0;
    PTCALCULforce(i)=iOforce+50*(i-1)+1;
    yidirectforce=ytotforce(PTCALCULforce(i)-iOforce);
    PTCALCULforce(i)-iOforce+taillecalculforce-1);
    yiforce=yidirectforce-mean(yidirectforce);
    xiforce=xtotforce(PTCALCULforce(i)-iOforce);
    PTCALCULforce(i)-iOforce+taillecalculforce-1);
    for j=1:taillecalculforce-1,
        signeyiforce(j)=sign(yiforce(j))*sign(yiforce(j+1));
    end;

```

```

zeroyiforce=vectorfind(signeyiforce,-1,'r');
for j=1:length(zeroyiforce),
    if ytotforce(PTCALCULforce(i)-i0force-1+zeroyiforce(j)+8)
        -ytotforce(PTCALCULforce(i)-i0force-1+
zeroyiforce(j))<0 then
        zeroyidescenteforce=zeroyiforce(j);
    else
        zeroyimonteefforce=zeroyiforce(j);
    end;
end;
sforce=fft(yiforce,-1);
taillelculforce=(taillelculforce-1)/(xtotforce(
    PTCALCULforce(i)+i0force)
    -xtotforce(PTCALCULforce(i)-i0force));
Sforce(:,i)=sforce;
TAILLELculforce(i)=taillelculforce;
ZERUYIDESCENTEforce(i)=PTCALCULforce(i)-
    i0force-1+zeroyidescenteforce;
fiforce=taillelculforce*(0:(taillelculforce/2))/
    taillelculforce;
Fforce(:,i)=fiforce(:);
gap(i)=gaptot(PTCALCULforce(i));
end;

//calcul du max
diff_fiforce=zeros(niforce,1);
frequencereelleforce=zeros(nbrecculforce,2);
amplitudeforce=zeros(nbrecculforce,1);
//Gdotrotreel=zeros(nbrecculforce,1);
phaseforce=zeros(nbrecculforce,1);
xforce=zeros(nbrecculforce,1);
indiceforce=zeros(nbrecculforce,1);

for i=1:nbrecculforce,
    diff_fiforce(:)=abs(Fforce(:,i)-frequenc);
    indforce(i)=vectorfind(diff_fiforce,min(diff_fiforce),'r');
    if ZERUYIDESCENTEforce(i)=0 then
        phaseforce(i)=0;
    else phaseforce(i)=imag(log(Sforce(indforce(i),i)));
    end;
    xforce(i)=xtotforce(PTCALCULforce(i));
end;

resultplatine=zeros(nbrecculplatine,3);
resultplatine(:,1)=xplatine;resultplatine(:,2)=amplitudeplatine;
resultplatine(:,3)=phaseplatine;
fprintfMat(adresse+'platine\resultat'+sci2exp(numfichier)+
'.txt',resultplatine);

resultforce=zeros(nbrecculforce,3);
resultforce(:,1)=xforce;resultforce(:,2)=amplitudeforce;r

resultforce(:,3)=phaseforce;
fprintfMat(adresse+'force\resultat'+sci2exp(numfichier)+
'.txt',resultforce);

diff_temps=zeros(length(xforce),1);
ind=zeros(length(xplatine));
forcesimple=zeros(length(xplatine));
gapsimple=zeros(length(xplatine));
diffphase=zeros(length(xplatine));
//Gdotrotsimple=zeros(length(xplatine));

diff_temps(:)=abs(xforce(:)-xplatine(1));
ind(1)=vectorfind(diff_temps,min(diff_temps),'r');
forcesimple(1)=mean(amplitudeforce(ind(1)));
gapsimple(1)=gap(ind(1));
//Gdotrotsimple(1)=mean(Gdotrotreel(ind(1)));
diffphase(1)=imag(log(Sforce(indforce(ind(1)),ind(1))/
    Splatine(indplatine(1),1)));

for i=2:length(xplatine)-1,
    diff_temps(:)=abs(xforce(:)-xplatine(i));
    ind(i)=vectorfind(diff_temps,min(diff_temps),'r');
    forcesimple(i)=mean(amplitudeforce(ind(i)));
    gapsimple(i)=gap(ind(i));
    diffphase(i)=imag(log(Sforce(indforce(ind(i)),ind(i))/
        Splatine(indplatine(i),i)));
end;

diff_temps(:)=abs(xforce(:)-xplatine(length(xplatine)));
ind(length(xplatine))=vectorfind(diff_temps,min(
    diff_temps),'r');
forcesimple(length(xplatine))=mean(amplitudeforce(
    ind(length(xplatine))));
gapsimple(length(xplatine))=gap(ind(length(xplatine)));
diffphase(length(xplatine))=imag(log(Sforce(indforce(
    ind(length(xplatine))),
    ind(length(xplatine)))/Splatine(
    indplatine(length(xplatine)),length(xplatine))));

resultdatacorr=zeros(length(xplatine),5);
resultdatacorr(:,1)=xplatine;resultdatacorr(:,2)=gapsimple;
resultdatacorr(:,3)=amplitudeplatine;
resultdatacorr(:,4)=forcesimple;
resultdatacorr(:,5)=diffphase;
fprintfMat(adresse+'datacorr\resultatbis'+sci2exp(numfichier)+
'.txt',resultdatacorr);

clf();
plot2d(xplatine,[amplitudeplatine,forcesimple,
    abs(diffphase)],logflag = 'nl');

```


Superposition d'écoulements orthogonaux dans des fluides complexes : Mise en place d'une expérience, application aux suspensions et aux fluides à seuil

Résumé

La relation scalaire entre contrainte et déformation obtenue par le cisaillement simple dans les rhéomètres classiques n'est pas assez riche pour décrire les écoulements complexes. Pour obtenir plus d'information, nous superposons deux écoulements orthogonaux en utilisant la géométrie plan-plan. Le fluide, sous forme cylindrique, peut alors être cisailé par la rotation mais aussi écrasé par le rapprochement (ou étiré par l'éloignement) des disques. Nous détaillons les calculs théoriques permettant de déterminer les liens entre contraintes et taux de cisaillement et les efforts et vitesses macroscopiques associés. Ensuite, nous décrivons précisément le dispositif expérimental mis en place pour imposer toutes sortes d'écoulements combinant des cisaillements stationnaires ou oscillants, en rotation ou en écrasement. Puis nous présentons les résultats de la comparaison entre l'écoulement de rotation et l'écoulement d'écrasement. Nous présentons enfin les expériences de superposition des deux écoulements. Nous créons des écoulements complexes et divers afin, entre autres, de mesurer et comprendre la loi d'écoulement 3D et le critère d'écoulement 3D des fluides à seuil. Le test développé se révèle particulièrement prometteur pour mettre en évidence des comportements anisotropes.

Mots clés : Rhéométrie, superposition, écoulements orthogonaux, fluides visqueux, fluides à seuil, suspensions.

Superimposition of orthogonal flows in complex fluids : Development of an experiment, application to suspensions and yield stress fluids.

Abstract

The scalar relationship between stress and strain obtained by simple shear within classical rheometers is not rich enough to describe complex flows. To obtain more information, we choose to superimpose two orthogonal flows and for that, we use the parallel-plate geometry. The volume of fluid has a cylindrical shape and can be sheared by the rotation of a plate or squeezed by the move closer (or stretched by the move away) of the plates. We detail theoretical considerations that allow us to determine the link between stresses and shear rates and associated macroscopic efforts and velocities. Then we precisely describe the experimental setup developed to impose all kind of flows : steady or oscillating flows, rotation or squeeze. After that, we present the results of comparison between rotational and squeeze flow. Finally, we present the experiments with superimposed flows. We create complex flows to measure and understand, among others, 3D behavior and 3D flow criterion of yield stress fluids. This test is particularly promising to reveal anisotropic behavior.

Key words : Rheometry, superposition, orthogonal flows, viscous fluids, yield stress fluids, suspensions.