THÈSE

Présentée pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE
L'UNIVERSITÉ PARIS–EST

Spécialité : Sciences des Matériaux

Présentée par :

Jalila Boujlel

Sujet de la thèse :

Déplacement d'un objet à travers un fluide à seuil : Couche Limite, Contrainte Seuil et Mouillage

---

Soutenue le 22 novembre 2012

devant le jury composé de :

M.	Laurent	**Jossic**	Rapporteur
M.	David	**Quéré**	Rapporteur
Mme	Anke	**Lindner**	Examinatrice
M.	Pierre	**Saramito**	Examinateur
M.	Didier	**Lootens**	Examinateur
M.	Philippe	**Coussot**	Directeur de thèse
M.	Frédéric	**Simonet**	Invité

Je dédie cette thèse
A mes chers parents Zina et Kéfi,
A mon mari Salem et notre fils Sami-Badis

Table des matières

1 État des connaissances **15**

1.1 Fluides à seuil . . . 15
1.1.1 Définition . . . 15
1.1.2 Rhéologie . . . 16
1.1.2.1 Grandeurs caractéristiques . . . 17
1.1.2.2 Modèle de Herschel-Bulkley . . . 18
1.1.2.3 Rhéométrie classique et limitations . . . 18
1.2 Pénétrométrie . . . 19
1.3 Déplacement d'un objet solide immergé dans un fluide à seuil . . . 22
1.3.1 Contexte & Problématique . . . 22
1.3.2 Écoulement autour d'une plaque : théories existences . . . 25
1.3.2.1 Bases . . . 25
1.3.2.2 Écoulement de couche limite uniforme . . . 26
1.3.2.3 Problème de la couche limite . . . 28
1.4 Phénomènes d'Interface & Mouillage . . . 31
1.4.1 Tension de surface . . . 31
1.4.2 Mouillage statique : généralités . . . 32
1.4.3 Ménisques et force capillaire . . . 33
1.4.3.1 Ménisques . . . 33
1.4.3.2 Force capillaire et méthode de Wilhelmy . . . 34
1.4.4 Dépôt de fluide . . . 36

2 Matériel et Méthodes **41**

2.1 Matériaux utilisés . . . 41
2.1.1 Matériaux modèles . . . 42
2.1.2 Matériaux réels . . . 44
2.1.3 Fluides newtoniens . . . 46
2.1.4 Caractérisation rhéologique . . . 47
2.1.4.1 Comportement autour du seuil . . . 48
2.1.4.2 Comportement en régime permanent . . . 52
2.1.4.3 Relaxation après un fort cisaillement . . . 54
2.2 Dispositif de la plaque . . . 57
2.2.1 Machine de force . . . 57

2.2.2 Installation du montage sur la machine de force 59
2.2.3 Essais *en profondeur* 59
2.2.3.1 Propriétés géométriques et surfaciques des objets solides utilisés 59
2.2.3.2 Caractéristiques des récipients 62
2.2.4 Essais *de mouillage* 66
2.3 Procédures expérimentales 69
2.3.1 Mesures en profondeur 69
2.3.1.1 Protocole de mise en place 69
2.3.1.2 Mesure de force 70
2.3.1.3 Mesure par PIV (Particule Image Velocimetry) 72
2.3.2 Expériences de mouillage 76

3 Interaction Fluide/Solide : Écoulement *en profondeur* 79
3.1 Pénétration d'une plaque solide dans un fluide à seuil : Mesures macroscopiques 79
3.1.1 Évolution de la force en fonction de la profondeur de pénétration . 80
3.1.1.1 Identification des différents régimes 80
3.1.1.2 Analyse de l'écoulement le long de la plaque 81
3.1.2 Contrainte de cisaillement le long de la plaque en mouvement . . . 84
3.1.2.1 Dépendance des paramètres géométriques du système . . . 84
3.1.2.2 Impact de l'état de surface de la plaque 92
3.1.2.3 Impact de la vitesse de la plaque 93
3.1.2.4 Mesure du seuil d'écoulement 95
3.1.3 Tests de relaxation 96
3.1.3.1 Régime III 96
3.1.3.2 Régime II 98
3.1.4 Cas d'un objet cylindrique 101
3.1.4.1 Déplacement à vitesse constante 101
3.1.4.2 Test de relaxation 103
3.1.5 Mesures macroscopiques : Conclusion 104
3.2 Pénétration d'une plaque solide dans un fluide à seuil : Observations qualitatives 106
3.3 Pénétration d'une plaque solide dans un fluide à seuil : Mesures locales . . 109
3.3.1 Champs de vitesse : Résultat typique 109
3.3.2 Écoulement permanent 111
3.3.3 Trajectoires 112
3.3.4 Déformation 113
3.3.5 Profils de vitesse 116
3.3.5.1 Évolution le long de la plaque 117
3.3.5.2 Impact de la vitesse de la plaque 118
3.3.6 Correspondance mesures locales - mesures macroscopiques 120
3.3.7 Conclusion 120
3.4 Retrait d'une plaque solide à partir d'un bain de fluide à seuil 123

3.4.1 Courbe typique 123
3.4.2 Méthode d'analyse 124
3.4.2.1 Régime III 124
3.4.2.2 Régime II 125
3.4.3 Résultats et discussion 127

4 Effets de surface : capillarité, mouillage et adhésion 129
4.1 Compétition Tension superficielle - Gravité - Seuil d'écoulement 131
4.1.1 Nombres adimensionnels 131
4.1.2 Diagramme de prédominance 132
4.2 Capillarité et interface mobile 133
4.2.1 Force capillaire 133
4.2.1.1 Cas d'un liquide simple 134
4.2.1.2 Cas d'un fluide à seuil 135
4.2.2 Méthode d'arrachement 137
4.2.2.1 Résultat obtenus avec des liquides simples 138
4.2.2.2 Application aux fluides à seuil 139
4.2.3 Discussion & Conclusion 145
4.3 Dépôt de fluide sur une surface rugueuse 148
4.3.1 Entraînement de film : forces impliquées 148
4.3.2 Épaisseur extraite 148
4.3.2.1 Profil du film 149
4.3.2.2 Variation de l'épaisseur du film avec les paramètres de mesure 151
4.3.3 Conclusion & Perspectives 152

Remerciements

Je tiens ici à remercier, au terme de ces années de Doctorat et au commencement d'une nouvelle étape dans ma vie, tous ceux qui m'ont permis d'arriver au bout de ce travail, parce qu'ils ont cru en moi et que nous avons partagé la satisfaction de travailler ensemble. J'éprouve à l'égard de tous, une sincère gratitude.

Je tiens en premier lieu, à exprimer mon respect et mon admiration à Philippe Coussot qui a dirigé pleinement et d'une manière exemplaire mes travaux de thèse. Sa confiance, sa disponibilité infaillible, son enthousiasme, ses encouragements ainsi que ses conseils avisés m'ont facilité la réussite de ce travail. Je le remercie, pour m'avoir poussé à donner le meilleur de moi-même.
Sa rigueur scientifique m'a beaucoup appris. Elle constituera incontestablement le moteur de mon futur travail de chercheur.

Je souhaite vivement remercier également David Quéré, Laurent Jaussic d'avoir rapporté ce manuscrit. Un grand merci bien entendu à Pierre Saramito, Anke Lindner, Didier Lootens et Frédéric Simonet de m'avoir fait l'honneur, de leur présence au sein du jury.
Un merci tout particulier à Anke pour notre collaboration durant cette thèse et les différentes discussions riches que nous avons eu ensemble.

Je n'oublie pas toutes les autres personnes qui ont contribué à l'accomplissement de mon travail.
L'élaboration de nouveaux dispositifs expérimentaux au cours de ma thèse, m'a permis d'interagir fortement avec l'équipe technique transversale du laboratoire et par conséquent je remercie Pascal, Cédric et David pour leur disponibilité et leur aide.
Mes vifs remerciements à Mathilde Maillard qui a participé à ce travail dans le cadre de son stage au laboratoire.
Mes remerciements vont également à Guillaume Ovarlez et Xavier Château pour leurs conseils très utiles.
J'admire et tiens à remercier beaucoup Julie Goyon pour son aide précieuse, sa disponibilité pour tous les doctorants du laboratoire.

Tout au long de cette expérience, j'ai eu la chance et le plaisir de rencontrer nombre de thésards et de post-docs.

Je remercie Quentin Barral, Xavier Clain, Louisa Loulou et Hamid Hafid, avec qui j'ai partagé des moments inoubliables. Merci pour votre amitié !
J'ai aussi eu la chance de partager mon bureau avec Claire Marlière pendant plus que deux ans. Claire, je te remercie pour tous les moments très conviviaux passés en ta compagnie, pour tes encouragements et ta gentillesse. Je suis très heureuse que cette cohabitation se soit transformée au fil du temps en une amitié sincère.
Merci également à Thibaud Chevalier pour toutes les discussions (scientifiques ou autres) qu'on a eu autour des manips, au bureau ou en congrès ! Lucie, merci pour ta bonne humeur, ta sympathie, j'ai vraiment apprécié tous les échanges qu'on a eu sur l'émulsion, la mousse et autres sujets. Je remercie Manu pour tous les petits gâteaux qu'il ma offert ! Merci à Keyvan et Stéphanie pour leurs conseils lors de la préparation de ma soutenance. Merci également à Mayur, Lin, Horhé, Chloé, Juyun, Rong Wei et Thai Son.

J'adresse mes remerciements à tous les membres du laboratoire, en particulier à Yves, Laurent, Carmen et Éric pour leur aide et leur bonne humeur (désolée Laurent !).

Pardonnez-moi si j'oublie ici des personnes, quoiqu'il en soit, à tous, je vous souhaite une pleine réussite personnelle et professionnelle !

A titre plus personnel, je pense à mes amis et proches de plus longue date, Monia, Amel, Rihab, Sophie, Amani et Madina qui m'ont accompagné et soutenu au cours de toutes ces années d'études.

A mes professeurs du Lycée de Rouhia en Tunisie, M. Ayed Ben Said, M. Bechir Daissi et Mme Fouzia Tauaibi qui ont su me transmettre leur passion pour le savoir et les sciences.

J'ai une pensée particulière à toi Hamda Ahmed qui m'avait conseillé et aidé à venir en France pour réussir mes études supérieures à Paris. Je t'en suis très reconnaissante !

Je tiens à exprimer mon infinie gratitude envers ma famille, mes parents, mes frères et mes soeurs, mes beaux parents, qui ont toujours souhaité et aidé à ma réussite. Pour mon cher mari Salem, notre fils Sami-Badis YOUNSI, la lumière de ma vie.

Introduction

Les fluides à seuil sont des fluides particuliers dont le comportement mécanique et plus généralement les caractéristiques physiques sont intermédiaires entre celles des liquides et des solides. Ils ne s'écoulent en apparence comme des fluides visqueux que lorsqu'ils sont soumis à une contrainte supérieure à une valeur critique appelée le seuil de contrainte. En deçà de cette contrainte, ils se déforment tout en restant dans leur état solide. Nous rencontrons ce type de comportement dans beaucoup de domaines autour de nous : agro-alimentaire (purées, compotes, sauces, yaourt,...), cosmétiques (mousses, crèmes, gels,...), génie civil (peintures, bétons, plâtres, colles), nature (boue, magma,...).

Le comportement rhéologique de ces matériaux a été largement étudié au cours de ces dernières décennies. Pour des fluides à seuil simples (non thixotropes) tels que les gels, les émulsions et les mousses, nous en avons aujourd'hui une relativement bonne connaissance. Leurs principales propriétés rhéologiques (en volume) sont bien caractérisées et un accord entre les prédictions théoriques à partir de la rhéométrie conventionnelle (macroscopique) et les caractéristiques locales de l'écoulement a été montré dans différentes géométries (conduites, Couette,...).

En revanche, il existe un large éventail de procédés qui mettent en jeu les propriétés de ces matériaux le long de surfaces solides et pour lesquels nos connaissances sont encore peu développées. On peut distinguer deux catégories de phénomènes de ce type :

- La première concerne le comportement des fluides à seuil dans des écoulements à surface libre de faible épaisseur. Il s'agit par exemple de l'application des crèmes ou des gels cosmétiques, l'étalement des peintures ou de revêtements, le dépôt d'adhésifs, l'adhésion des produits d'enduction et de contrecollage à la surface des textiles...
Considérons par exemple la problématique du dépôt. De nombreux procédés industriels requièrent de déposer une épaisseur déterminée de fluide sur une surface solide : peinture, vernissage, zincage de plaques d'acier, fabrication de verre de lunettes, etc. Cette épaisseur doit être précisément ajustée, que ce soit pour des raisons de coût ou parce qu'elle participe à la fonction de l'objet. Quel que soit le procédé de dépôt utilisé, l'épaisseur finale est due principalement à un couplage entre les propriétés du fluide et celles du solide. Une maîtrise de l'écoulement du fluide sur la surface solide est nécessaire pour pouvoir prédire cette épaisseur.

- La seconde catégorie concerne le déplacement d'objets à travers des fluides à seuil. Dans les boues de forage il est en effet important que les éléments de roches arrachées se maintiennent en suspension même lors de l'arrêt du système de forage. La stabilité de divers produits (détergents, produits cosmétiques, sauce...) contenant des inclusions solides ou fluides (particules, bulles, gouttelettes), dépend de la capacité de ces inclusions à rester en suspension. Par ailleurs, le déplacement d'objets à travers un fluide est à la base de nombreuses techniques de caractérisations connues sous le nom de pénétromètrie. Ces techniques sont largement utilisées dans divers domaines industriels pour tester les propriétés des fluides (résistance, texture, viscosité...). Toutefois, le manque d'informations sur les caractéristiques de l'écoulement autour de l'objet fait que ces techniques sont essentiellement utilisées de façon comparative. Une clarification du lien entre les données de ces techniques et le comportement rhéologique effectif des matériaux permettrait une interprétation plus pertinente et une utilisation plus efficace de ces techniques.

Pour mieux appréhender ces phénomènes, il est impératif de comprendre la façon dont intervient la dualité solide/ fluide dans ce type d'écoulement, d'identifier les propriétés du fluide qui régissent son comportement aux « interfaces », et de déterminer jusqu'à quel point ce comportement diffère de celui des fluides newtoniens.

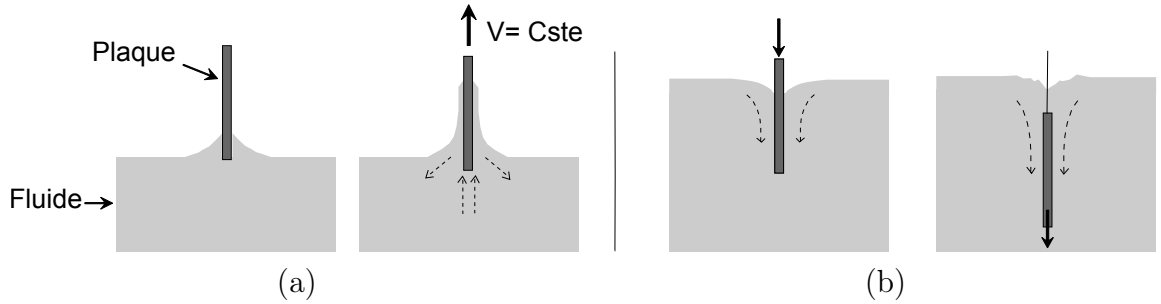


FIGURE 1 – Plaque en déplacement à travers un fluide à seuil : configutations étudiées.

Dans le cadre de cette thèse, nous nous sommes focalisés sur l'étude expérimentale des caractéristiques de l'écoulement généré à la surface d'une plaque solide en mouvement vertical uniforme à travers un bain de fluide à seuil. Nous caractérisons cet écoulement via des mesures de force ainsi que des mesures par Vélocimétrie par Image de Particules (PIV). Nous cherchons par cette expérience à mettre en valeur certaines propriétés essentielles du contact solide/fluide à seuil.

Lorsqu'une petite surface de la plaque est au contact du fluide (fig.1.a), les effets de la tension de surface peuvent jouer un rôle non négligeable sur l'écoulement du fluide ; nous nous intéressons alors aux propriétés de mouillage et d'adhésion du fluide sur la plaque. Finalement nous cherchons à utiliser ce dispositif pour mesurer directement la tension superficielle en procédant à des essais dans l'esprit de la méthode de Wilhelmy.

Lorsque la plaque est largement enfoncée dans le fluide (fig.1.b), nous cherchons à relier la force mesurée le long de la plaque aux paramètres rhéologiques du matériau et aux caractéristiques géométriques du système. Par des mesures de PIV, nous décrivons les caractéristiques locales de l'écoulement autour de la plaque et nous déterminons la répartition des zones solides/liquides.

Le manuscrit est organisé de la façon suivante :

- Le premier chapitre permet de poser le sujet en faisant le point sur l'état des connaissances à la fois concernant la rhéologie des fluides à seuil, les techniques de pénétrometrie, les caractéristiques d'écoulement autour d'un objet mais aussi en abordant des généralités sur le mouillage dans ses aspects statiques et dynamiques. Pour cela, nous commençons par définir les fluides à seuil ainsi que leurs méthodes (conventionnelles) de caractérisations. Nous décrivons ensuite les géométries (de l'objet) et les procédures utilisées en pénétrométrie dans divers domaines et nous montrons les limites de ces techniques qui sont principalement dues au manque de connaissances concernant l'écoulement généré lors de la pénétration de la sonde. Cela nous amène au problème de l'écoulement autour d'un objet. Nous montrons que le déplacement d'une sphère ou d'un cylindre à travers un fluide à seuil a été étudié en profondeur par la théorie et les simulations. Nous montrons en revanche que le déplacement d'une plaque à travers un fluide à seuil a été très peu étudié et uniquement d'un point de vue théorique. Ce chapitre se termine par un rappel de quelques notions élémentaires sur le mouillage qui nous seront utiles au chapitre 4.

- Dans le deuxième chapitre, nous présentons les méthodes et procédures expérimentales utilisées pour réaliser cette étude. Nous décrivons d'abord en détails les matériaux utilisés, leur préparation et leur comportement en cisaillement simple. Nous présentons ensuite la machine de compression/traction sur laquelle nous avons installé les montages destinés à étudier séparément les deux régimes distingués ci-dessus. Nous détaillons la manière dont les différentes caractéristiques de ces montages ont été déterminées. Enfin, nous rapportons les procédures de mesures suivies pour réaliser les expériences ainsi que les difficultés rencontrées.

- Dans le troisième chapitre, nous nous consacrons à l'étude de l'écoulement généré par le mouvement de la plaque loin de la surface libre du fluide (cas où la plaque est largement enfoncée dans le fluide). Ce chapitre constitue le coeur de cette thèse. Il est divisé en quatre parties :

  Dans la première, nous étudions les mesures de force lors de l'enfoncement de la plaque dans le fluide. En effet, nous analysons dans un premier temps en détail les courbes de force en fonction de la profondeur de la pénétration et nous identifions différents régimes : contact et déformation de la surface libre, pénétration, régime

totalement immergé. Nous montrons que la contrainte de cisaillement le long de la plaque devient rapidement constante pendant la pénétration et nous déterminons sa variation en fonction de la vitesse. Nous comparons ensuite la courbe d'écoulement apparent (contrainte en fonction de la vitesse) obtenue à partir de cette mesure à la courbe d'écoulement obtenue en rhéométrie classique et nous en déduisons une longueur caractéristique de l'écoulement autour de la plaque ainsi qu'une nouvelle technique de mesure de la contrainte seuil du matériau.

Dans la seconde partie, nous présentons quelques observations qualitatives sur le champ de déformation autour de la plaque. Nous consacrons la troisième partie à l'étude du champ de vitesse (par PIV) autour de la plaque lors de sa pénétration dans le fluide. Nous montrons que le fluide est liquéfié à la pointe de la plaque, puis une couche limite de liquide se forme le long de la plaque tandis que le reste du matériau demeure solide.

Dans la dernière partie, nous nous intéressons à l'étude de l'écoulement généré lors du retrait de la plaque en dehors du bain et nous comparons les caractéristiques de cet écoulement à celles obtenues en enfoncement.

– Enfin, dans le dernier chapitre, l'accent est porté sur les aspects de mouillage le long de la plaque. Dans un premier temps, nous déterminons les conditions rendant possible la mise en évidence des effets capillaires qui ne peuvent se manifester que lorsque les effets de seuil sont minimes. Ensuite nous nous attachons à déterminer la tension superficielle des fluides à seuil en procédant à des essais empruntés à la méthode de Wilhelmy. Nous étudions enfin le dépôt de matériau sur la plaque lors de sa sortie de bain. Nous caractérisons l'épaisseur de matériau restant sur la plaque et nous déterminons sa variation avec les propriétés du fluide et les paramètres géométriques du système.

Chapitre 1

État des connaissances

1.1 Fluides à seuil

1.1.1 Définition

Les fluides à seuil sont très fréquents dans la nature et dans notre vie quotidienne. Yaourts, compotes, sauces, mousses, crèmes, gels, peintures, bétons, colles, sang, boue présentent selon les circonstances, les caractéristiques d'un solide élastique ou d'un fluide visqueux. Contrairement à un liquide simple, la mousse à raser ne s'écroule pas sous son propre poids et tient sur le visage. Une peinture s'étale comme un liquide épais. Mais une fois étalée, elle ne s'écoule plus, même sur un mur vertical. Pour faire sortir le dentifrice ou le mayonnaise de leurs tubes, il faut exercer une certaine pression : si la pression est trop faible, le dentifrice ne sort pas. Au delà d'une pression critique il s'écoule subitement (voir fig.1.1).

FIGURE 1.1 – Exemples de fluides à seuil.

Le point commun de tous ces matériaux est leur structure dense et désordonnée constituée d'éléments mésoscopiques (particules, bulles, gouttes, agrégats, polymères) de tel sorte que l'agitation thermique n'arrive pas à vaincre l'énergie d'interaction entre les constituants. Il en résulte une contrainte seuil à l'échelle macroscopique.

Les matériaux à seuil peuvent être classés en deux types selon leur structure : ceux dont les interactions entre particules sont attractives : les gels colloïdaux et les suspensions d'argile, et ceux dont les interactions sont répulsives : les émulsions, les mousses et les micro-gels polymères [1].

Les fluides du premier groupe sont souvent qualifiés de fluides à seuil thixotropes, ce qui signifie qu'ils évoluent spontanément dans le temps sous l'effet de l'agitation thermique et des interactions entre éléments. La microstructure devient alors de plus en plus résistante à l'écoulement. Ce phénomène est appelé le "vieillissement". Lorsque le fluide s'écoule, sa viscosité diminue dans le temps suite à la rupture progressive de la structure tridimentionnelle ; ce comportement est appelé "rajeunissement". Un état d'écoulement stationnaire peut être obtenu quand il y a équilibre entre vieillissement et rajeunissement. Le seuil d'écoulement apparent n'est pas unique, il varie avec l'histoire de l'écoulement subie par le matériau.

Les fluides de la deuxième classe sont qualifiés de fluides à seuil simples (non thixotropes). Au repos, les éléments de ces fluides (bulles, grains, gouttelettes,...) sont confinés et les particules se repoussent entre elles (contraintes stériques, déformation capillaire d'interfaces, forces élastiques...). Contrairement au cas des gels colloïdaux, la taille de ces particules est trop importante pour que l'agitation thermique parvienne à réarranger la structure et il y a peu de vieillissement. Pour faire couler le matériau, il faut lui appliquer une contrainte externe supérieure à une valeur critique (unique) pour vaincre le confinement géométrique entre les particules.

Lors de cette thèse, nous nous focalisons sur l'étude des fluides à seuil simples dont la contrainte seuil statique ou dynamique est unique.

1.1.2 Rhéologie

La rhéologie est la discipline qui traite de l'écoulement, des déformations des matériaux sous l'action de contraintes. Elle a été développée pour décrire les propriétés de matériaux au comportement mal défini et intermédiaire entre celui du solide élastique parfait et celui du fluide newtonien. Un matériau, soumis à un ensemble de forces, est susceptible de se déformer ; les mouvements des différents points du matériau dépendent bien entendu de la répartition et de l'intensité des forces appliquées.

1.1.2.1 Grandeurs caractéristiques

Grandes déformations

Aux grandes déformations, les fluides à seuil s'écoulent. Sous l'action du cisaillement, les couches adjacentes du matériau se déplacent les unes par rapport aux autres. Il apparaît alors entre ces couches des forces de frottement tangentielles, appelées forces de cisaillement. Les grandeurs utilisées en rhéologie pour caractériser les propriétés d'écoulement des matériaux sont :
- La contrainte τ (en Pa), définie comme la force de cisaillement rapportée à l'unité de surface de la couche considérée.
- La déformation γ, sans dimension, définie comme la variation du déplacement lorsqu'on passe d'une couche à une autre.
- La vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ (en s^{-1}), dérivée de la déformation par rapport au temps.
- La viscosité η (en Pa.s) définie comme le rapport de la contrainte de cisaillement sur la vitesse de cisaillement correspondante : $\eta = \tau/\dot{\gamma}$

Faibles déformations

Aux faibles déformations, du fait de l'organisation des éléments constitutifs, les fluides à seuil possèdent, en plus de la composante visqueuse, une composante élastique, caractéristique des solides. La détermination des propriétés dites viscoélastiques passe par la mise en place de cisaillements oscillatoires de faible amplitude et de fréquence ω. Lors de ces tests, la contrainte τ et la déformation γ évoluent de façon sinusoïdale. Le domaine linéaire correspond à la zone de déformation dans laquelle le matériau peut être déformé sans modification irréversible de sa structure microscopique. Dans ce domaine, qui correspond aux plus petites déformations, l'amplitude de la contrainte et celle de la déformation restent proportionnelles. La déformation et la contrainte sont alors deux fonctions sinusoïdales du temps, de même fréquence ω, mais avec un décalage de phase ϕ, appelé angle de perte, et compris entre 0 et $\pi/2$:

$$\gamma = \gamma_0.cos(\omega.t)$$
$$\tau = \tau_0.cos(\omega.t + \phi)$$

Le comportement viscoélastique est décrit en introduisant le module complexe $G*$:

$$G* = G' + iG''$$

où le module conservatif G' (en Pa) traduit la composante élastique du milieu : $G' = (\tau_0/\gamma_0).cos(\phi)$ et où le module dissipatif G'' (en Pa) traduit le caractère visqueux du milieu : $G'' = (\tau_0/\gamma_0).sin(\phi)$
La variation de la fréquence ω permet d'obtenir des spectres en fréquence G', $G''(\omega)$ caractéristiques de la structure du produit. La variation de l'amplitude de la contrainte ou de la déformation permet de déterminer les limites du domaine de linéarité.

1.1.2.2 Modèle de Herschel-Bulkley

Le modèle rhéologique le plus fréquemment utilisé pour décrire le comportement en écoulement des fluides à seuil simples est celui de Herschel-Bulkley qui s'écrit en 3D sous la forme suivante :

$$\sum = -p\mathbf{I} + \tau_c \frac{\mathbf{D}}{\sqrt{-D_{II}}} + 2^n K(-D_{II})^{(n-1)/2}\mathbf{D}, \tag{1.1}$$

où $\sum$ et $\mathbf{D}$ sont les tenseurs de la contrainte et de la vitesse de déformation, p est la pression, $\mathbf{I}$ est le tenseur identité, τ_c est la contrainte seuil et k et n sont des paramètres du fluide.

En cisaillement simple, ce modèle s'écrit :

$$\tau < \tau_c \Rightarrow \dot{\gamma} = 0; \tau < \tau_c \Rightarrow \tau = \tau_c + k\dot{\gamma}^n, \tag{1.2}$$

avec τ et $\dot{\gamma}$ sont respectivement la contrainte de cisaillement et le taux de cisaillement.

1.1.2.3 Rhéométrie classique et limitations

La caractérisation de l'écoulement des fluides à seuil est généralement réalisée avec des rhéomètres rotatifs. De tels appareils sont composés d'un axe de rotation lié à un moteur, qui peut être soit à une vitesse imposée soit à un couple imposé, et d'une géométrie de mesure.
La géométrie est composée d'une partie fixe et d'une partie mobile. Ainsi, le fluide à tester est confiné dans l'espace situé entre les deux parties de la géométrie, connu sous le nom d'entrefer. Les géométries les plus fréquemment utilisées sont la géométrie Couette qui permet de réaliser des écoulements cylindriques, la géométrie cône-plan et la géométrie plan-plan. Les grandeurs expérimentales de base sont le couple (appliqué ou imposé), l'angle de rotation et la vitesse de rotation de la partie mobile de la géométrie.

Les rhéomètres rotatifs permettent de mesurer les rhéogrammes de fluides et de réaliser des tests viscoélastiques (tests oscillatoires et tests de fluage ou de relaxation). Leur grand intérêt réside dans le fait qu'il est possible de contrôler et de faire varier largement et quantitativement les conditions de cisaillement (contrainte, déformation ou vitesse de cisaillement) indépendamment de la géométrie utilisée et des propriétés rhéologiques du matériau. Il est, en effet, possible de déterminer à tout instant la contrainte, la déformation et la vitesse de cisaillement au sein du matériau à partir des grandeurs expérimentales de base.

Pour que la loi de comportement déterminée à partir de ces rhéomètres soit pertinente, il est essentiel que le matériau étudié se comporte effectivement comme un milieu continu et homogène et que le volume en écoulement corresponde à celui calculé par le rhéomètre (à partir du gap) et utilisé pour déduire les paramètres de l'écoulement. Or, un grand nombre de matériau possède des caractéristiques physiques et des propriétés mécaniques qui induisent des effets perturbateurs lors des mesures, qui font que cette condition n'est pas respectée.

Parmi ces effets perturbateurs, citons le glissement aux parois, lié essentiellement à la décroissance naturelle de la concentration solide des matériaux concentrés près d'une paroi lisse et qui entraîne en général un abaissement du niveau de contrainte mesurée pour une vitesse de cisaillement donnée. Le phénomène de fracturation correspond à une discontinuité marquée du profil de vitesse, comme dans le cas du glissement mais le long d'un plan de cisaillement au sein de l'échantillon. Un creusement de la surface de l'échantillon peut aussi se produire dans le cas des géométries plan-plan ou cône-plan. Pour certains effets des solutions pratiques ont été développées pour les limiter mais pour d'autres le problème reste posé.

Compte tenu de ces effets perturbateurs ainsi que du coût élevé de ces appareils et de la difficulté de les utiliser sur le terrain, de nombreuses techniques ont été développées en parallèle dans l'industrie pour caractériser les propriétés rhéologiques des matériaux. Celles les plus répondues sont le test d'écrasement, le consistomètre, le test d'affaissement-étalement et la pénétrométrie. Il est intéressant pour les rhéologues de fournir des interprétations simples et justes des données obtenues à partir de ces tests, jusqu'ici essentiellement utilisés de façon comparative.

1.2 Pénétrométrie

La pénétrométrie est l'une des méthodes les plus simples pour tester la résistance à la déformation ou à l'écoulement d'un matériau en l'absence de rhéomètre. Elle consiste à pousser un objet solide, ou laisser tomber l'objet, à travers un bain de fluide et à mesurer soit la profondeur de pénétration de l'objet dans le fluide, soit la vitesse de pénétration ou la force nécessaire pour que l'objet atteigne une profondeur donnée.

Cette technique est particulièrement intéressante parce qu'elle est simple, pratique (peut être utilisée directement sur le terrain), de faible coût et permet d'éviter divers problèmes rencontrés avec la rhéométrie conventionnelle. Ces atouts font qu'elle est largement utilisée dans de nombreux domaines industriels : dans l'industrie alimentaire déterminer la dureté des pâtes ou la fermeté de fruits et légumes [2], en génie civil pour caractériser la consistance des matériaux de construction à l'état frais [3], en géotechnique pour mesurer la résistance des sols, et en cosmétique pour décrire la texture des produits. Selon le domaine d'application, différentes technologies de mesure, procédures (taux de pénétration

constant, variable, ou quasi-statique), géométries du pénétromètre (cône, cylindre, plaque, etc.) ont été utilisées. Toutefois, comme de nombreuses autres techniques très utilisées en pratique, ce test est considéré comme empirique. En effet, les caractéristiques de l'écoulement ou de la déformation autour de l'objet sont mal connues et le lien entre les données provenant de ce test et le comportement rhéologique effectif du matériau n'est pas clair.

Nous nous consacrons dans la suite à l'utilisation de cette technique pour caractériser les fluides à seuil. Dans le cas d'objets longs, c'est-à-dire, ayant une dimension dans la direction de pénétration beaucoup plus grande que celles dans les directions perpendiculaires, l'approche habituelle consiste à supposer que l'origine de la force résistante au mouvement est la contrainte de cisaillement dans le régime liquide le long de la surface de l'objet dans la direction du déplacement. Dans ces conditions, il est apparu possible d'estimer la contrainte seuil à partir de la force critique permettant le déplacement divisée par la surface de l'objet en contact avec le fluide le long de la direction du mouvement, en apportant des corrections éventuelles prenant en compte les effets de bords. Par exemple, Park et al. [4] avec une aiguille, Lohrenz et al. [5] [6] et Uhlherr et al. [7] avec un cylindre ont mesuré la profondeur d'immersion de l'objet sous une force verticale donnée. Ils ont ainsi déduit la surface de l'objet en contact avec le fluide lors de l'arrêt et, avec une correction, un peu arbitraire, des effets de bords, ils ont trouvé que la contrainte seuil obtenue était en bon accord avec celle mesurée à partir de tests rhéométriques indépendants. Cette procédure a une certaine similitude avec le test utilisé d'habitude en rhéométrie classique qui consiste à appliquer une contrainte décroissante et considérer que la contrainte seuil est la contrainte critique associée à l'arrêt de l'écoulement.

Une autre procédure consiste à déplacer un objet à une vitesse donnée à travers le fluide. Il est alors considéré que lorsque la vitesse tend vers zéro, la force de traînée se rapproche de la force critique associée à une contrainte tangentielle le long de l'objet égale à la contrainte seuil. Un accord "raisonnable" avec des mesures indépendantes du seuil d'écoulement a également été montré avec cette approche [3].

Une dernière approche utilise le retrait de l'objet initialement immergé dans le fluide. La courbe donnant la force en fonction du temps (fig.1.2) est enregistrée alors que l'objet est déplacé verticalement à une vitesse constante à travers l'échantillon. Les auteurs supposent que la contrainte seuil est atteinte à la fin de la déformation élastique linéaire associée au point A de la courbe de force (voir fig.1.2) [9] [8]. Le poids de la plaque et la poussée d'Archimède sont ensuite soustraits à cette force critique, et la force résultante par unité de surface est supposée égale à la contrainte "seuil statique" du fluide.

Quelques effets perturbateurs ont été observés dans certaines études de ce test de pénétrométrie. En particulier, il a été suggéré que le glissement à la paroi peut se produire le long de surfaces lisses déplacées dans un matériau à seuil [9] [10]. Il est donc apparu important de minimiser cet effet en utilisant des surfaces rugueuses [7] ou des formes particulières de surfaces d'objets ("plaque à fentes") [8] [11] [12] (fig.1.2). D'autres problèmes concernent le

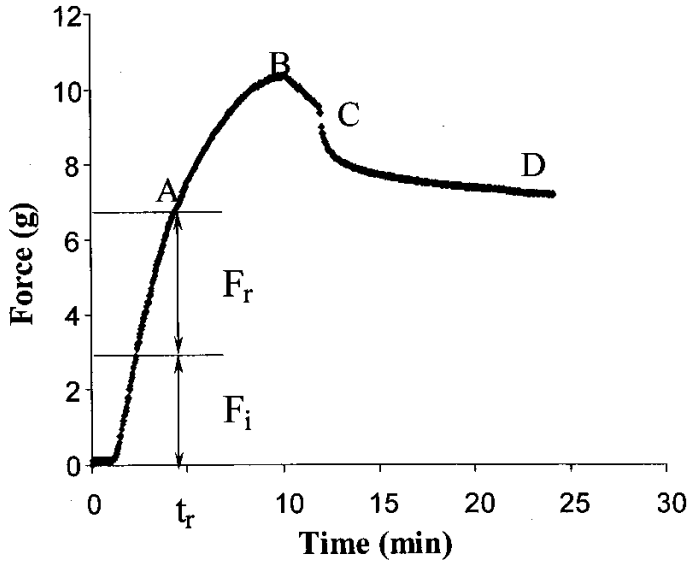


FIGURE 1.2 – Allure de la force en fonction du temps obtenue durant un test avec la plaque à fentes [8].

comportement rhéologique effectif du matériau. Quelques doutes peuvent parfois subsister quant à la valeur de la contrainte seuil, qui, en particulier peut être affectée par la thixotropie [8]. Sous certaines conditions, il a même été suggéré que la variation de la force sur une plaque maintenue au repos dans le fluide peut être utilisée comme mesure de l'évolution de la contrainte seuil dans le temps résultant de la thixotropie [13].

Étonnamment, plusieurs aspects essentiels n'ont pas été étudiées à ce jour, ce qui s'oppose à une généralisation de l'approche. Le premier point est que nous avons affaire à des matériaux qui sont solides jusqu'à une certaine déformation critique. En conséquence, la phase initiale de pénétration pourrait impliquer des procédés analogues à ceux décrits en détails lorsqu'un objet est poussé à travers un matériau élastique ou plastique [14]. La force associée à cette phase pourrait encore jouer un rôle dans les étapes suivantes, c'est-à-dire, lorsque l'objet a considérablement pénétré dans le matériau, puisque durant sa pénétration l'objet liquéfie en permanence de nouvelles régions qui étaient précédemment dans un régime solide. Un autre point est l'impact de la géométrie. Aucune étude n'a fourni une vision claire sur les différentes composantes de la force visqueuse mesurée sur un long objet (distinguer les effets de bord de l'écoulement stationnaire) en déplacement à travers un fluide à seuil. Seuls des coefficients de traînée ont été déterminés pour quelques formes d'objets [15]. De même, il manque des informations sur la taille et la forme les plus appropriées ainsi que la procédure expérimentale à suivre. Ces points seront abordés lors de cette thèse. Plus précisément, nous analyserons en détail les différents régimes de pénétration (déformation, immersion partielle, immersion totale) et nous montrerons comment la force mesurée le long de l'objet peut être liée au comportement rhéologique effectif du matériau

dans chaque régime, en fonction de la géométrie de l'objet. Nous en déduirons une mesure précise de la contrainte seuil d'un fluide à seuil simple.

1.3 Déplacement d'un objet solide immergé dans un fluide à seuil

Dans cette partie, nous nous intéressons à l'étude de l'écoulement généré autour d'un objet en déplacement à travers un fluide à seuil. Nous commençons d'abord par exposer la problématique et rappeler les principaux travaux qui se sont intéressés à ce sujet. Ensuite, nous nous concentrons sur le cas de l'écoulement autour d'une plaque solide. Nous exposons plus en détail les résultats des travaux consacrés à ce sujet et qui sont strictement théoriques.

1.3.1 Contexte & Problématique

Lorsqu'un objet solide se déplace à travers un fluide quelconque, il génère autour de lui un écoulement. La question à se poser dans ce cas concerne l'étendue de la perturbation autour de l'objet en fonction de la géométrie de l'objet et des propriétés rhéologiques du matériau.

L'écoulement d'un fluide à seuil autour d'un objet est particulièrement complexe et il pose un sérieux problème théorique. Dans des géométries simples (couette, conduite,...), la répartition des contraintes est donnée, l'interface solide-liquide est fixée après un certain temps d'écoulement, et la distribution des zones solides et liquides du matériau ne change plus pendant l'écoulement. Pour le déplacement d'un objet, la situation est différente. Au fur et à mesure que l'objet progresse à travers le fluide, de nouvelles régions solides sont constamment atteintes et liquéfiées au moins pendant quelques instants. Cela signifie que de nouvelles déformations du matériau dans le régime solide se produisent continuellement autour de l'objet et pourrait jouer un rôle important dans le processus.

Ce problème a, jusqu'ici, été principalement étudié dans le cas d'un objet compact. Le déplacement d'une sphère ou un cylindre à travers un fluide à seuil a été étudiée d'une manière approfondie par la théorie et les simulations [16] [17] [18] [19] [20] [21].

Les relations donnant la force en fonction de la vitesse ont été déduites et en partie confirmées expérimentalement [15] [22] [23] [24].

Dans le cas de la sphère cette force s'écrit :

$$F = F_c(1 + \frac{k}{\tau_c}(\dot{\gamma}_{app})^n) \tag{1.3}$$

où $F_c = 4\pi R^2 \tau_c k_c$ (k_c est une constante). Elle suit une loi de type Herschel-Bulkley avec un taux de cisaillement apparent ($\dot{\gamma}_{app}$) égale au rapport de la vitesse et d'une épaisseur cisaillée "apparente" proportionnelle au rayon de la sphère (fig.1.3).

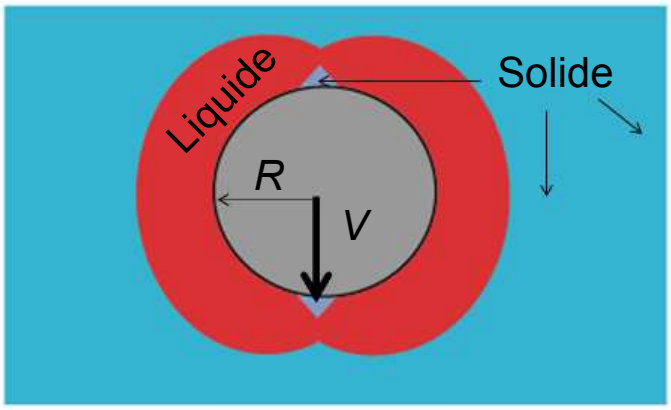


FIGURE 1.3 – Cas de la sphère : écoulement localisé autour de l'objet (zone rouge). Le reste du fluide est dans son état solide.

Seuls quelques travaux visant à mesurer directement le champ d'écoulement autour de l'objet ont été réalisés. Atapattu et al.[22] étaient les premiers à mesurer les profils de vitesse tangentielle autour d'une sphère. Gueslin et al. [25] ont fourni une étude approfondie du champ de vitesse, mais cela concernait un matériau thixotrope pour lequel il peut y avoir des effets additionnels sur le cisaillement à proximité de la surface de l'objet. Enfin, Putz et al. [26] (pour les sphères) et Tokpavi et al. [27] (pour les cylindres) ont fourni de nouvelles données détaillées concernant le champ de vitesse autour d'un objet se déplaçant à travers un fluide à seuil. Ils ont constaté un écart important du champ de vitesse par rapport à celui obtenu à partir de simulations. En particulier, ils ont remarqué une asymétrie, l'étendue de la zone cisaillée à l'avant de l'objet est apparemment plus grande que prévue par la théorie. Notons que dans ces travaux, toutes les déformations observées ont été associées à des écoulements dans le régime liquide. Or, comme nous allons le voir dans cette étude, le champ de vitesse apparent pourrait inclure à la fois l'écoulement dans le régime liquide et les déformations dans le régime solide. Ces désaccords entre les prédictions théoriques et le peu d'observations expérimentales montrent qu'il manque une validation expérimentale du champ de vitesse autour de la sphère.

Dans cette étude, nous nous concentrons sur le cas d'un long objet droit (plaque fine ou cylindre) se déplaçant le long de son axe principal à travers un fluide macroscopiquement au repos. C'est une alternative intéressante à un objet compact dans le sens ou cela nous laisse plus de temps pour observer les caractéristiques locales de l'écoulement : ici, la région solide ne peut pas se fermer après le passage de la pointe de la plaque. Nous nous attendons

donc à être en mesure de bien distinguer les régions solides et liquides.

Cette situation présente une certaine analogie avec le problème de la couche limite classique en mécanique des fluides : un écoulement de fluide autour d'un objet long statique. Ce problème a des solutions relativement simples pour des fluides newtoniens à grand nombre de Reynolds : l'écoulement est localisé le long de l'objet dans une couche mince d'une épaisseur augmentant avec la distance de la pointe de l'objet [28]. Pour de faible nombre de Reynolds, il n'existe pas de solution analytique [29], mais nous savons au moins que l'écoulement est perturbé loin de l'objet, typiquement à une distance de l'ordre de la longueur de l'objet.

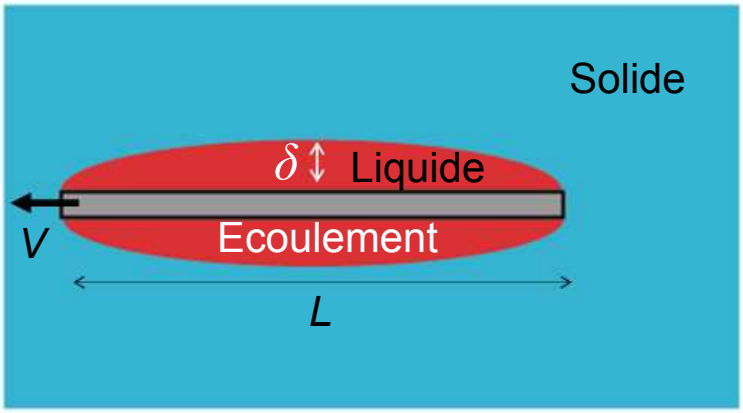


FIGURE 1.4 – Écoulement autour d'une plaque : solution proposée par Piau [30]. Cisaillement localisé autour de la plaque dans une couche en forme de lentille (zone rouge). Le reste du fluide est dans son état solide .

D'autre part, quand une plaque est poussée à travers un matériau solide simple, elle provoque d'abord des déformations élastiques qui peuvent s'étendre loin de l'objet [14]. Puis, elle commence à pénétrer dans le matériau au-delà de la limite élastique et des déformations plastiques apparaissent. Dans certains cas, la déformation induite est fortement localisée le long de la plaque et entraîne la séparation du matériau en deux parties comme dans du beurre. A notre connaissance, il n'existe pas de théorie décrivant ces processus dans le domaine des matériaux solides.

Dans le cas des fluides à seuil, nous pouvons nous attendre à ce que la couche limite emprunte certaines caractéristiques, à la couche limite des solides simples et à celle des liquides simples. Elle devrait donc mutuellement inclure la déformation des zones solides loin de l'objet et la tendance à s'écouler comme un liquide près de l'objet.

Ce sujet n'a été exploré que d'un point de vue théorique. En 1947 Oldroyd [31] a développé la théorie de la couche limite viscoplastique dans laquelle le matériau devient rigide partout sauf dans une fine couche où les effets visqueux et plastiques sont tous les deux importants. Ensuite, Piau [32] et Piau et al [30] ont réexaminé et corrigé cette théorie d'Oldroyd. La théorie de Piau a l'avantage de prendre en compte certains aspects de l'impact de la déformation de la région solide sur les caractéristiques de l'écoulement dans la région liquide. Elle prédit une couche limite en forme de lentille (voir fig.1.4) et d'épaisseur maximale qui augmente avec la longueur et la vitesse de la plaque, et avec l'inverse de la contrainte seuil. En particulier, cette théorie prédit que cette épaisseur tend vers zéro lorsque la vitesse s'approche de zéro.

1.3.2 Écoulement autour d'une plaque : théories existences

Comme nous venons de l'évoquer ci-dessus, les seules travaux consacrés à l'étude de l'écoulement d'un fluide à seuil autour d'une plaque solide sont purement théoriques. Les approches développées lors de ces travaux ne sont donc pas forcément appropriées, puisqu'elles n'ont jamais été validées par des expériences ou confrontées à des travaux numériques ou autres.
Dans cette partie, nous exposons le problème à la lumière de ces théories et nous présentons les solutions qu'elles prédisent. Puis, plus loin dans ce manuscrit (chapitre 3), nous comparons ces solutions à nos résultats expérimentaux.

1.3.2.1 Bases

Le problème que nous considérons ici est le déplacement d'un volume à deux dimensions infinies d'un fluide à seuil, le long de la direction x autour d'une plaque solide mince située à $x > 0$ et $y = 0$ (l'épaisseur de la plaque est supposée négligeable). En pratique, nous pouvons supposer que, loin de la plaque ($x \longrightarrow -\infty$), le matériau est poussé à une vitesse uniforme V. Au moins à son arrivée autour de la plaque, il est légèrement dévié et cisaillé autour de la plaque. Dans le régime solide, nous supposons un comportement élastique. La transition solide-liquide est obtenue lorsque le second invariant de la partie déviateur du tenseur de contrainte (T_{II}) vérifie la relation suivante :

$$\sqrt{T_{II}} = \tau_c, \tag{1.4}$$

où τ_c est la contrainte seuil. Notons qu'avec un tel comportement le régime liquide est atteint à une déformation critique qui dépend néanmoins de l'état initial exact du matériau.

Dans le régime liquide, la loi de comportement en 3D est donnée par l'équation (1.1). Le comportement qui en résulte en cisaillement simple est représenté par la relation (1.2).

Notons que les fluides à seuil tels que les solutions de carbopol peuvent présenter quelques effets visco-élastique et en particulier peuvent conserver, dans le régime liquide, une partie de l'énergie élastique stockée dans le régime solide. Les données expérimentales montrant précisément l'impact des effets élastiques sur le comportement rhéologique sont rares et de toute façon difficiles à interpréter autour de la transition solide-liquide. Il est généralement supposé en première approximation qu'une équation constitutive comme l'équation (1.1) décrit précisément le comportement du matériau dans le régime de liquide.

Ici, pour la simplicité de la présentation, nous allons considérer l'écoulement uniquement le long du côté $y > 0$, puisque l'écoulement est symétrique des deux cotés. Loin de la plaque la vitesse du matériau est uniforme, le matériau est donc dans son régime solide. Nous pouvons supposer qu'il n'y a pas de glissement le long de la plaque. Ceci implique que pour $x > 0$, la vitesse diminue à partir de zéro en $y = 0$ à V quand $y \longrightarrow \infty$. Les éléments du matériau en contact avec la plaque sont en permanence cisaillés, donc nécessairement ils deviennent liquide après un certain temps d'écoulement. En revanche, loin de la plaque le matériau est très faiblement déformée. En conséquence, pour un écoulement stationnaire il existe une zone de liquide autour de la plaque, tandis que le reste du matériau reste solide.

1.3.2.2 Écoulement de couche limite uniforme

Nous commençons par examiner la situation (idéale) d'une couche limite uniforme d'épaisseur constante le long de la plaque. Dans ce cas, la seule composante non nulle de la vitesse (u) est le long de x et ne dépend que de la distance à la plaque y. C'est un cisaillement simple, pour lequel la seule composante non nulle tangentielle de la contrainte est $\tau_{xy} = \tau(y)$, et d'après l'équation (1.1), nous constatons que les composantes de la contrainte normale de la partie déviateur du tenseur des contraintes sont égales à zéro. L'équation du mouvement s'écrit :

$$-\frac{\partial p}{\partial x} + \frac{\partial \tau}{\partial y} = 0 \tag{1.5a}$$

$$\frac{\partial p}{\partial y} = 0 \tag{1.5b}$$

avec les conditions aux limites : $u(y = 0) = 0$ et $u(y \longrightarrow \infty) = V$. A partir de ces équations, nous déduisons que la pression est constante dans chaque plan $x = Cste.$ et que le gradient de pression suivant x est constant. En intégrant l'équation entre 0 et δ, nous obtenons :

$$\tau(y) = \tau_w - (\tau_w - \tau_c)\frac{y}{\delta} \quad pour \quad 0 < y < \delta \tag{1.6}$$

où $\tau_w = \tau(y = 0)$ est la contrainte seuil à la paroi et

$$\delta = -\frac{\tau_w - \tau_c}{\partial p/\partial x}. \tag{1.7}$$

Pour $y > \delta$, $\tau(y)$ est inférieure à τ_c, mais indéterminée. En assimilant la contrainte de cisaillement à celle donnée par la loi de Herschel Bulkley éq.(1.1), nous obtenons une expression de la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma} = du/dy$, qui peut être intégrée pour donner le profil de vitesse

$$u = V - V(1 - y/\delta)^{1+1/n} \quad pour \quad 0 < y < \delta. \tag{1.8}$$

Pour $y > \delta$, $u(y) = V$. Notons que dans le référentiel lié au fluide situé loin de la plaque, la vitesse est $v = V - u$. Ici, la vitesse de cisaillement et la contrainte de cisaillement le long de la paroi sont

$$\dot{\gamma}_w = (\frac{du}{dy})_{y=0} = m\frac{V}{\delta} = \frac{V}{\lambda}, \tag{1.9}$$

$$\tau_w = \tau_c + k\dot{\gamma}_w^n = \tau_c[1 + \alpha Bi^{-1}], \tag{1.10}$$

dans lequel nous utilisons $\lambda = \delta/m$, $m = 1 + 1/n$, et $\alpha = m^n$ et nous introduisons le nombre de Bingham

$$Bi = \frac{\tau_c}{k}(\frac{V}{\delta})^{-n}. \tag{1.11}$$

En utilisant les résultats ci-dessus, nous obtenons l'expression du gradient de pression en fonction de l'épaisseur de la couche limite et la vitesse

$$\frac{\partial p}{\partial x} = -\alpha\frac{\tau_c}{\delta}Bi^{-1}. \tag{1.12}$$

Ce champ d'écoulement correspond à celui trouvé par Oldroyd [31] dans le cas d'un écoulement d'un fluide de Bingham ($n = 1$) le long d'une surface solide infiniment longue sous l'hypothèse d'une pression indépendante de y dans la zone liquide. Il correspond également à celui trouvé par Piau et Debiane [30] dans le cadre de leur théorie générale de la couche limite pour un fluide de type Herschel Bulkley sous l'hypothèse d'une couche limite d'épaisseur uniforme. Notre analyse ci-dessus montre que ce résultat peut être obtenu à partir d'hypothèses simples.

Si le gradient de pression est imposé par des conditions externes, le problème est résolu : l'épaisseur de la couche limite est déterminée à partir de l'équation (1.12) et le champ de

vitesse à partir de l'équation (1.8). C'est, par exemple, le cas s'il y a une autre plaque parallèle à la première et située à une distance $2L$. A une certaine distance de l'entrée, l'écoulement est uniforme et la solution ci-dessus correspond à la solution habituelle de l'écoulement de Poiseuille avec

$$\frac{\partial p}{\partial x} = -\frac{\tau_c}{L-\delta}. \tag{1.13}$$

En égalant les équations (1.13) et (1.12), nous pouvons exprimer δ en fonction de la vitesse et des propriétés rhéologiques du matériau dans le régime liquide. Pour un grand nombre de Bingham ($Bi >> 1$), nous avons

$$\delta \approx (\frac{\alpha K V^n L}{\tau_c})^{1/(1+n)}, \tag{1.14}$$

qui tend vers zéro quand $Bi \longrightarrow \infty$. Lorsque $Bi << 1$, δ est de l'ordre de L. Ainsi, ceci est un problème de couche limite dans le sens où l'épaisseur de la couche cisaillée, pour des nombres de Bingham suffisamment grands, est faible comparée à la longueur caractéristique du système. Nous pouvons également remarquer que la longueur caractéristique qui permet de définir δ est la distance séparant les deux plaques. Dans ce qui suit, nous verrons que la prise en compte de certaines caractéristiques de l'écoulement autour de la plaque conduit à une couche limite définie en fonction d'autres longueurs.

Le problème fondamental est que $\partial p/\partial x$ est une constante externe et inconnue ce qui fait que δ est aussi inconnue. Lorsque l'épaisseur de la couche limite varie le long de la direction x, le champ de vitesse est plus complexe et comprend notamment une composante non nulle selon y, mais le problème du gradient de pression inconnu reste le même. Les approches théoriques existantes (voir ci-dessous) fournissent quelques solutions à ce problème sous des hypothèses spécifiques, conduisant à des expressions explicites pour δ en fonction de la vitesse et les paramètres rhéologiques.

1.3.2.3 Problème de la couche limite

Considérons maintenant le cas d'une zone liquide ($y < \delta(x)$) d'épaisseur croissante ($\delta'(x) > 0$) le long de la plaque (voir fig.1.5). Les équations du mouvement doivent être résolues en terme de pression et de vitesse qui varient en fonction de x et y. Nous supposons des variations suffisamment lentes de δ avec x de sorte que nous ne décrirons ici que la composante de vitesse principale, u, parallèlement à la plaque.

La solution complète ne peut être trouvée que si le gradient de pression le long de l'interface solide-liquide est connu. Oldroyd [31] a considéré une pression variable sous la forme $p_0 + 2\beta\tau_c\delta'(x)$, où p_0 et β sont deux constantes, et a trouvé

$$\delta = \kappa(\frac{KVx}{\tau_c})^{1/2}, \tag{1.15}$$

où $\kappa = 3(2(1+3\beta))^{-1/2}$, et

$$\dot{\gamma}_w = (\frac{6\beta}{1+3\beta})\frac{V}{\delta}, \tag{1.16}$$

Malheureusement, dans cette approche, l'épaisseur de la la couche limite dépend beaucoup de la valeur de β, qui est inconnue et peut dépendre de manière significative des caractéristiques de l'écoulement et du matériau.

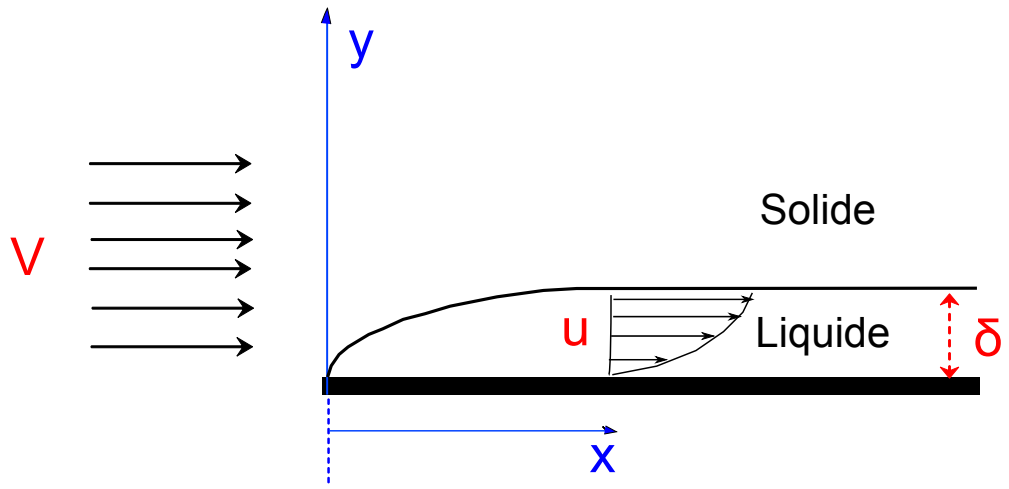


FIGURE 1.5 – Représentation schématique du problème de la couche limite.

Afin de résoudre ce problème Piau [32] a tenté de prendre explicitement en compte le comportement du matériau à la fois dans les zones solide et liquide. Dans ce but il a supposé que la distribution des contraintes dans la région solide peut être trouvée à partir de la solution pour une plaque de longueur finie $2a$ immergée dans un milieu élastique et imposant au fluide une contrainte de cisaillement égale à la contrainte seuil le long de sa direction principale. Il a trouvé que le gradient de pression peut être approximé par une valeur constante

$$\nabla p = -\frac{2\tau_c}{\pi a}. \tag{1.17}$$

Il est important de remarquer ici que le gradient de pression, et par conséquent l'ensemble des caractéristiques de l'écoulement, dépendent de la longueur de la plaque, ce

qui n'est pas cohérent avec les résultats de Oldroyd [éqs.(1.15) et (1.16)] qui sont uniquement fonction de la distance par rapport à la pointe de la plaque. Ce résultat est aussi en contradiction avec le fait que le gradient de pression pour l'écoulement uniforme entre deux plaques parallèles ne dépend que de la distance entre les plaques. Ceci est due au fait que la solution du problème élastique présenté ci-dessus dépend de toute la surface solide en contact avec le matériau.

Piau [32] pour un fluide de Bingham et Piau et Debiane [30] pour un fluide de Herschel Bulkley, ont résolu l'équation du mouvement et ont constaté que dans le cas des grands nombres de Bingham [noter que ce nombre a été calculé en utilisant la moitié de la longueur de la plaque a au lieu de δ dans l'équation. (1.11)] la solution peut être bien approchée par une forme en lentille (fig. 1.4), qui commence à partir de la pointe de la plaque. Loin des bords de la plaque, l'écoulement est à peu près uniforme, la vitesse est donnée par l'équation. (1.8) et le taux de cisaillement à la paroi par l'équation (1.9), et une expression explicite pour l'épaisseur de la couche limite est obtenue en égalisant les équations (1.12) et (1.17)

$$\delta \approx (\frac{\alpha(\pi/2)kV^n a}{\tau_c})^{1/(1+n)}. \tag{1.18}$$

Cette approche marque une amélioration importante et montre clairement que le problème de la couche limite dans un fluide à seuil ne peut être résolu sans tenir compte du comportement du matériau à la fois dans le régime solide et dans le régime liquide. Toutefois, l'hypothèse de base associée à cette approche est contestable : il n'est pas évident que l'on puisse utiliser la répartition de la pression dans le régime purement élastique pour décrire dans le cas d'un fluide à seuil la répartition de la pression dans une zone solide qui coexiste avec une zone liquide. En particulier, nous pouvons nous attendre à ce que, dès qu'une zone liquide se forme dans la région fortement déformée au niveau de la pointe de la plaque, il y ait une certaine réorganisation de la distribution des contraintes, qui pourrait alors évoluer de façon assez différente.

Nous verrons dans cette thèse que les caractéristiques de la couche limite semblent essentiellement décidées autour de la pointe de la plaque. Il convient de souligner qu'aucune des approches présentées ci-dessus ne décrit explicitement la transition solide-liquide qui se produit autour de la pointe lorsque la déformation critique est atteinte et qui donne naissance à la couche limite.

1.4 Phénomènes d'Interface & Mouillage

Jusqu'à présent, nous avons décrit le problème de l'écoulement autour de la plaque, loin de la surface libre du fluide. Nous nous intéressons dans cette partie à l'écoulement du fluide à l'interface fluide/plaque/air (fig.1.a), une situation qui associe dynamique et interface.

La maîtrise et le contrôle de cet écoulement sont d'un intérêt majeur dans de nombreuses applications qui impliquent le mouvement relatif d'un solide et d'un liquide (encollage, teinture, enduction, impression...). Pour les fluides newtoniens, il existe désormais un solide bagage scientifique pour décrire les mécanismes physiques impliqués dans ces écoulements, ainsi que leur dépendance des propriétés du fluide et du solide [33]. Les fluides à seuil sont fréquemment utilisés dans les procédés industriels. Or à l'heure actuelle nous ne comprenons pas la façon dont le mouillage statique et dynamique dépendent des propriétés rhéologiques de ces fluides (contrainte seuil, élasticité, contrainte normale...). En outre, il n'existe pas de méthode permettant d'évaluer la tension superficielle de ces fluides, qui fait partie des propriétés essentielles régissant le comportement du fluide le long des interfaces.

Dans cette thèse, nous nous concentrerons sur deux problématiques : la première concerne la mesure de la tension de surface. Nous cherchons à tester l'applicabilité de la technique de Wilhelmy, connue pour mesurer la tension superficielle des liquides simples, dans le cas des fluides à seuil. La deuxième problématique consiste à étudier le dépôt de fluide sur la plaque lors de sa sortie du bain.

Nous rappelons, dans cette partie, quelques notions élémentaires sur la capillarité et le mouillage dans ses aspects statiques et dynamiques, notions qui seront utiles pour le développement du chapitre 4. En parallèle, nous présentons une revue du peu de travaux consacrés à l'étude des deux problématiques posées ci-dessus.

1.4.1 Tension de surface

Aussi appelée tension superficielle (σ) dans le cas d'une interface liquide/air, elle caractérise l'aptitude qu'a l'aire de l'interface à prendre la plus petite valeur possible dans un milieu donné. En effet, pour augmenter d'une unité l'aire A de l'interface il faut fournir un travail élémentaire $dw = \sigma dA$.

Mécaniquement, elle s'exprime comme une force s'opposant à un accroissement de surface. En effet, pour une interface rectangulaire de coté L nous pouvons écrire le travail élémentaire :

$$dw = \sigma dA = \sigma L dx = F dx \tag{1.19}$$

Ainsi, la tension superficielle est aussi une force par unité de longueur, nommée force capillaire.

1.4.2 Mouillage statique : généralités

Lorsqu'une goutte d'eau est posée sur une surface solide, nous pouvons la voir s'étaler complètement ou partiellement en fonction de la nature de la surface. Il y a donc deux régimes de mouillage 1.6.a.

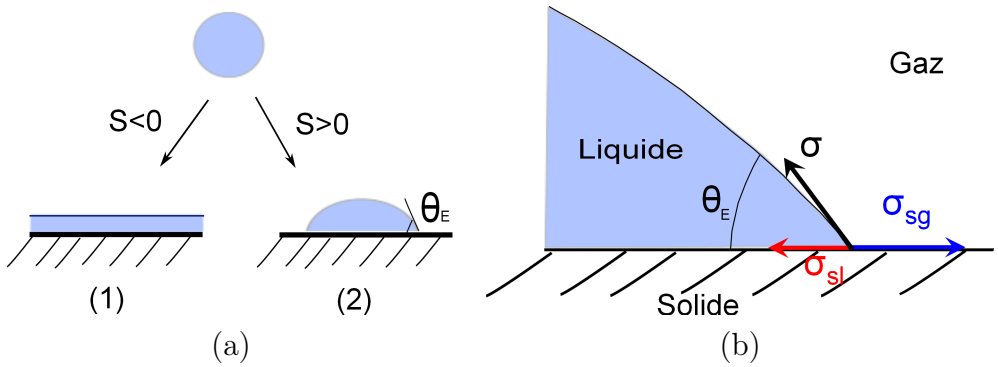


FIGURE 1.6 – (a) : Régimes de mouillage d'une goutte posée sur un surface solide. (b) : Situation de mouillage partiel.

Sur la situation présentée sur la figure 1.6.b, nous observons distinctement la ligne qui sépare la partie mouillée de la surface solide de la partie sèche. Cette ligne, où se rejoignent les trois interfaces (liquide-gaz, solide-liquide, solide-gaz), est appelée ligne de contact.

Le coin de liquide formé au voisinage de la ligne de contact présente un angle non nul. Cet angle θ_E (voir fig.1.6.b) est appelé angle de contact. Dans cette situation, le mouillage est dit partiel (fig.1.6.a.2), en opposition à la situation de mouillage total (fig.1.6.a.1) dans laquelle la surface solide est recouverte d'un film de liquide d'épaisseur macroscopique.

Comme représenté sur la figure 1.6.b, les tensions associées aux trois interfaces en présence exercent des forces sur la ligne de contact. A l'équilibre, la composante parallèle au substrat de la résultante de ces trois forces est nulle. Nous pouvons alors lier la valeur de l'angle de contact aux trois tensions interfaciales. La projection des trois forces perpendiculairement au substrat conduit à la relation de Young-Dupré :

$$\sigma_{sl} + \sigma cos\theta_E = \sigma_{sg} \tag{1.20}$$

où, σ, σ_{sg} et σ_{sl} sont respectivement les tensions interfaciales liquide-gaz, solide-gaz et solide-liquide, et θ_E l'angle de contact à l'équilibre. Ce substrat est supposé homogène, σ_{sg}

et σ_{sl} sont constantes sur toute la surface. Nous pouvons introduire le paramètre d'étalement S :

$$S = \sigma_{sg} - (\sigma_{sl} + \sigma). \tag{1.21}$$

Cette grandeur permet de caractériser le coût énergétique du mouillage d'un substrat. Pour être en situation de mouillage partiel, il faut que S soit négatif. L'angle de contact à l'équilibre est alors lié à S :

$$S = \sigma(cos\theta_E - 1)$$

Si S s'annule, alors θ passe à zéro et le mouillage devient total.

1.4.3 Ménisques et force capillaire

1.4.3.1 Ménisques

Une conséquence essentielle des effets de tension superficielle est la formation d'un ménisque, c'est-à-dire d'une surface incurvée du liquide le long d'une surface solide verticale. C'est ce que nous observons sur les parois d'un verre rempli d'eau ou aussi lorsqu'un objet plonge dans un liquide mouillant (voir par exemple fig.1.7).

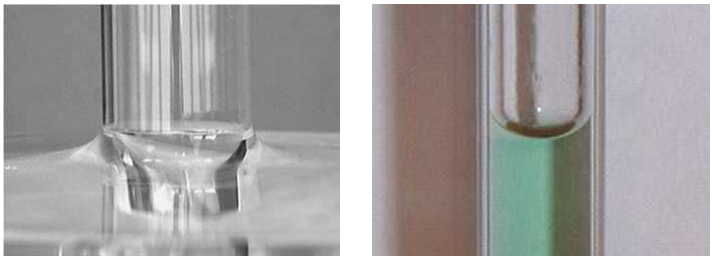


FIGURE 1.7 – Exemples de photos de ménisques.

La forme du ménisque résulte d'un équilibre entre la force capillaire et la gravité. La première est celle responsable de son existence alors que la deuxième s'oppose à sa formation. Prenons le cas d'une lame fine trompée dans un bain de liquide. La condition de raccord de l'interface libre avec la lame impose une déformation de la surface. En tout point de l'interface, les pressions de Laplace et hydrostatique s'équilibrent.

$$p_0 + \frac{\sigma}{R} = p_0 - \rho g y \tag{1.22}$$

ρ est la densité du liquide, P_0 la pression extérieure, g l'accélération de la pesanteur, R le rayon de courbure (négatif ici) et y la hauteur du ménisque au dessus du niveau du bain

(voir fig.1.8).

Il existe une échelle de longueur κ^{-1} au-delà de laquelle la gravité devient importante. Cette longueur s'appelle longueur capillaire. Elle peut être estimée en comparant les pressions de Laplace et hydrostatique :

$$\kappa^{-1} = \sqrt{\frac{\sigma}{\rho g}}.$$

1.4.3.2 Force capillaire et méthode de Wilhelmy

Considérons le cas d'une lame mince qui plonge dans un liquide ; si le liquide mouille bien cette lame, le liquide va donc attirer cette lame vers le bas et un ménisque va se former le long du périmètre de la lame. La tension superficielle du liquide va conduire à une force (F) dirigée vers le bas, nommée force capillaire. Cette force est égale à la composante verticale de la tension de surface, $\sigma cos\theta$, où θ est l'angle de contact avec la lame, multipliée par le périmètre de la lame, P (voir fig.1.8).

Le bilan des forces verticales montre que le poids, w, du ménisque supporté par la lame est égal à la force capillaire. Nous avons donc

$$w = \sigma P cos\theta.$$

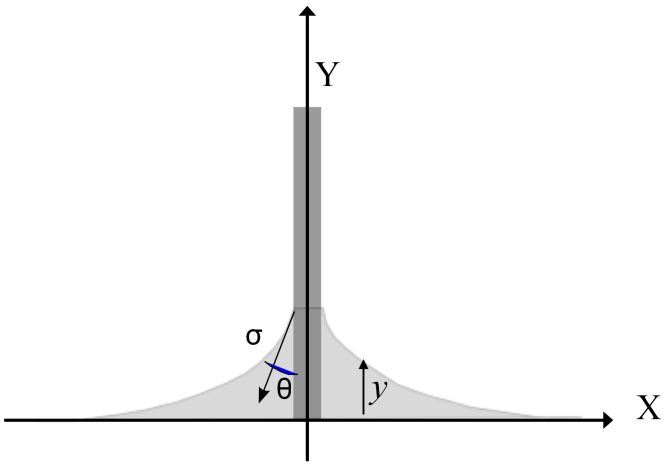


FIGURE 1.8 – Schéma du ménisque statique.

Dans ces conditions, il est possible de mesurer cette force capillaire en mesurant la force exercée sur la lame. Ce principe de mesure est celui de la méthode de Wilhelmy (fig.1.9).

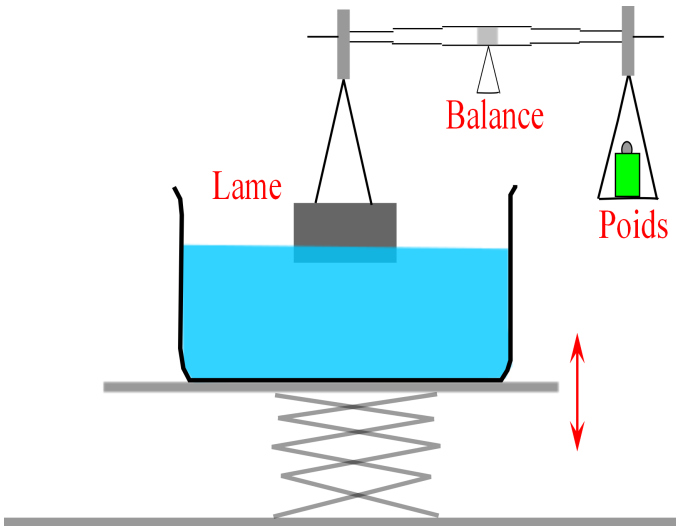


FIGURE 1.9 – Mesure de force capillaire : méthode de Wilhelmy

Cette technique permet d'accéder directement à la tension superficielle du liquide. En effet, il est possible de s'affranchir de l'angle de contact qui représente dans cette situation la seconde inconnue en plus de la tension de surface. Deux procédures qui permettent cela :

La première consiste à utiliser une lame de haute énergie de surface, qui peut être mouillée par le liquide en question. Dans ce cas, l'angle de contact est nul et la force mesurée est égale à $P\sigma$. Il est fréquent d'utiliser des objets (lame, anneau...) en platine pour réaliser cette mesure. En effet, avec ce matériau l'état de surface peut être régénéré facilement par un passage sous la flamme. Au contraire, l'hydrophilie d'autres matériaux comme le verre ne dure pas longtemps, ils se "polluent" très vite ce qui rend leur utilisation peu pratique pour cette mesure.

La seconde procédure est celle la plus couramment utilisée. Elle consiste à retirer lentement la lame à partir du bain et à mesurer la force le long de la lame. Pendant cette mesure, la ligne de contact reste ancrée sur la lame et l'angle de contact diminue au fur et à mesure que la lame s'élève et la force augmente. Quand l'angle de contact s'annule, la force mesurée passe par un maximum, elle est égale à $P\sigma$.

Connaissant le périmètre de la lame (facile à déterminer avec précision à l'avance), la tension de surface peut être déduite à partir de cette mesure de force :

$$\sigma = F/P$$

Comme toutes les autres techniques de mesure de tension de surface (la goutte pendante, l'anneau de Du Noüy, la goutte tournante...), la méthode de mesure que nous venons

de décrire n'a été véritablement validée que sur des liquides simples.

La tension superficielle des fluides complexes et en particulier les fluides à seuil est beaucoup moins connue et aujourd'hui il n'existe pas de méthodes permettant de l'évaluer. Il n'y pas eu de travaux destinés à étudier cette question, néanmoins il a été proposé [34] [35] que la tension superficielle de ces fluides soit celle des liquides interstitielles.

Dans cette thèse, nous cherchons à appliquer la technique de la lame de Wilhelmy et plus précisément la méthode en arrachement pour évaluer la tension superficielle des fluides à seuil simples. Nous nous attendons à ce quoi la mesure soit fortement affectée par les propriétés rhéologiques du fluide puisque même à l'arrêt la contrainte dans ces fluides est non nulle.

1.4.4 Dépôt de fluide

Considérons maintenant une plaque solide immergée dans un bain de liquide mouillant. Si cette plaque est retirée en dehors du bain, il s'y dépose un film de liquide (fig.1.10) dont l'épaisseur varie avec les propriétés du liquide, l'état de la surface solide et la vitesse de tirage. A faible nombre de Reynolds, cette épaisseur et la résultante de l'équilibre entre deux forces : la première d'origine visqueuse, provoque l'entraînement du liquide tandis que la seconde, qui peut être soit la tension superficielle soit la gravité, s y oppose.

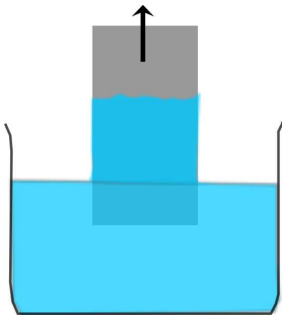


FIGURE 1.10 – Dépôt de fluide sur une plaque sortant d'un bain de liquide

La question qui a fait l'objet de nombreux travaux aussi bien expérimentaux que théoriques et analytiques est la suivante : comment prédire cette épaisseur ?

Une première réponse a été apportée en 1942 par Landau, Levich et Derjaguin (LLD) ([36] et [37]), qui ont calculé théoriquement l'épaisseur d'un tel film, dans la limite des faibles nombres capillaires (éq.(1.27)). La situation considérée par ces auteurs est celle d'une plaque solide extraite d'un bain de liquide simple à vitesse constante. La couche de

liquide formée autour de la plaque peut être séparée en trois zones (fig.1.11).

- Loin du bain, un film d'épaisseur ϵ constante recouvre la plaque.

- Juste au dessus du bain, le liquide est peu sensible au mouvement de la plaque. Cette zone correspond au ménisque statique : les forces de tension de surface équilibrent la gravité.

- Le raccord entre ces deux parties du film est le "ménisque dynamique". Les forces visqueuses y sont importantes, et s'opposent aux forces capillaires. Cette zone du ménisque est caractérisée par une longueur l.

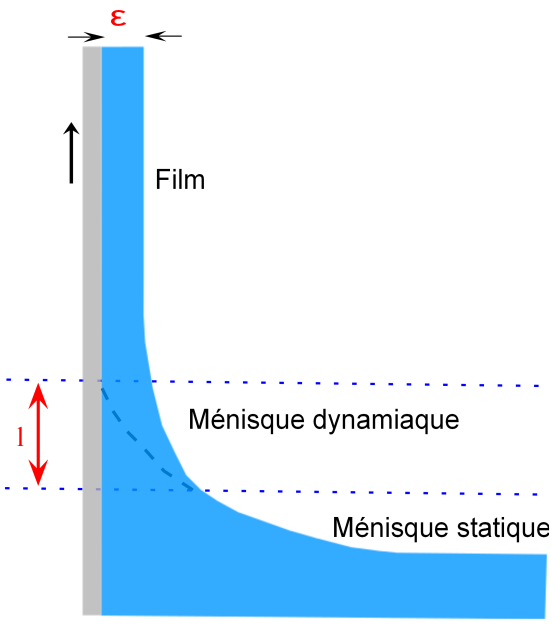


FIGURE 1.11 – La géométrie du problème de Landau : décomposition du film entraîné par une plaque sortant d'un bain de fluide en trois zones : ménisque statique, ménisque dynamique et film d'épaisseur uniforme.

La force visqueuse qui permet d'emporter le liquide s'écrit, par unité de largeur de la plaque :

$$\eta \frac{V}{\epsilon} l \tag{1.23}$$

La surpression capillaire dans le film plan est nulle. La courbure du ménisque dynamique est de l'ordre de ϵ/l^2 . La force capillaire par unité de largeur de la plaque vaut donc $\sigma\epsilon^2/l^2$. Cette force tend à ramener le liquide vers le bain. L'équilibre des forces dans le ménisque

dynamique s'exprime de la manière suivante :

$$\eta \frac{V}{\epsilon} l \sim \sigma \frac{\epsilon^2}{l^2} \tag{1.24}$$

Une deuxième condition est obtenue en égalisant la courbure du ménisque dynamique à celle du ménisque statique qui doivent se raccorder :

$$\frac{\epsilon}{l^2} \sim \kappa \tag{1.25}$$

avec $\kappa^{-1} = \sqrt{\sigma/\rho g}$ est la longueur capillaire.

Ces deux équations permettent d'extraire l'épaisseur ϵ du film entraîné :

$$\epsilon = \kappa^{-1} Ca^{2/3} \tag{1.26}$$

où

$$Ca = \eta . \frac{V}{\sigma} \tag{1.27}$$

est le nombre capillaire, qui compare les effets visqueux et capillaires.

Quand le nombre capillaire dépasse l'unité, Derjaguin a montré que la gravité devient la force dominante devant la tension de surface et limite l'épaisseur du film entraîné. L'équilibre entre cette force et la force visqueuse permet d'obtenir l'épaisseur du film qui s'écrit :

$$\epsilon = \kappa^{-1} Ca^{1/2} \tag{1.28}$$

De nombreuses autres études ont suivi ces travaux ([38], [39], [40], [41], [42]...). Le domaine de validité de la loi de Landau a été étudié. En testant différents types de matériaux (liquides newtoniens, polymères, mousses et émulsions) et en variant la géométrie de l'objet à enduire (plaque, fibre), plusieurs anomalies ont été relevées. Des déviations importantes de l'épaisseur mesurée par rapport aux prédictions ont été observées avec certains types de fluides et dans certaines plages de vitesse de retrait. En effet, l'épaisseur est la résultante de plusieurs phénomènes physico-chimiques qui peuvent intervenir simultanément lors de l'enduction de l'objet : le drainage de la solution, l'évaporation des solvants, la condensation, la migration des particules, l'élasticité du matériau, les forces capillaires et la rugosité de la surface de l'objet. La contribution de ces phénomènes peut varier largement d'un type de matériau à un autre et d'une vitesse à l'autre. Des lois adaptées aux différents types de matériau et aux différents régimes de vitesse sont alors nécessaires pour prédire cette épaisseur. De nombreuses théories ont été développées dans ce but. Aujourd'hui, le cas des liquides simples est bien maîtrisé. En revanche, pour les fluides complexes, peu de

travaux ([41], [39], [42]) ont été consacrés à l'étude du problème. Ces études sont principalement théoriques, basées sur des analyses asymptotiques. Il a par exemple été proposé que l'épaisseur du film entraîné dépend, en plus des propriétés citées pour le fluide newtonien, du gradient de cisaillement et de la contrainte normale. Des divergences ont été notées entre les différents travaux, dues principalement aux différents comportements des fluides non-newtoniens et aussi à leur nature complexe. Bien que ces travaux constituent une avancée intéressante dans l'étude de ce problème, le sujet est encore loin d'être maîtrisé.

Dans cette thèse, nous étudions expérimentalement le dépôt de fluides à seuil sur une surface rugueuse. Pour les fluides de faibles seuils d'écoulement, les contraintes visqueuses sont relativement faibles. Nous nous attendons alors à ce que l'épaisseur entraînée varie avec les paramètres de la mesure (vitesse, taille de l'objet...) d'une manière similaire que dans le cas d'un liquide simple. En revanche, pour les fluides présentant un seuil d'écoulement élevé les contraintes visqueuses le long de la plaque sont très importantes. Nous nous attendons dans ce cas à ce que l'épaisseur déposée soit essentiellement dépendante de la contrainte seuil du matériau.

Chapitre 2

Matériel et Méthodes

Dans cette section, nous allons présenter les nouvelles techniques de mesure mises au point et utilisées durant la thèse. Ces méthodes ont été développées autour d'un montage expérimental principal que nous appellerons ici « dispositif de la plaque ». Elles permettent de sonder les propriétés de l'écoulement au voisinage des surfaces solides et ceci dans plusieurs situations (enfoncement, retrait, en présence ou non des effets de tension superficielle) et en couplant deux échelles : locale et macroscopique.

D'abord, nous présenterons les matériaux testés. Nous décrirons leurs mode de préparation, leurs structures ainsi que leur comportement en rhéométrie « classique » . Nous nous attacherons, ensuite, à décrire le dispositif de la plaque. Nous montrerons que, grâce à ses multiples accessoires, ce montage expérimental s'adapte à des mesures dans des régimes d'écoulement différents qui exigent des critères techniques distincts. Finalement, nous détaillerons les procédures de mesures suivies lors de la la réalisation des différentes expériences ainsi que les difficultés rencontrées.

2.1 Matériaux utilisés

Les matériaux utilisés lors de cette thèse sont nombreux, et de types et structures différents. Pour la compréhension des phénomènes mis en jeu, nous avons utilisé deux types de matériaux modèles, des émulsions et des solutions de carbopol. En effet, leurs caractéristiques sont plus avantageuses que les produits réels. Leurs propriétés optiques, chimiques et physiques facilitent l'observation et la manipulation. Ensuite, afin de valider nos résultats sur des matériaux réels, nous avons testé des mousses et du fromage blanc. Ces matériaux ont été, aussi, choisis pour souligner l'intérêt de notre nouveau dispositif instrumental dans les domaines industriels correspondants.

2.1.1 Matériaux modèles

Solutions de carbopol

Le carbopol (un polymère polyacrylique) se présente sous forme de poudre de diamètre allant de 2 à 7 μm qu'il faut dissoudre dans l'eau. Pour obtenir un gel il suffit de neutraliser la solution avec une base minérale. La structure interne des gels de carbopol ressemble à des amas de polymères de taille allant de quelques micromètres à quelques dizaines de micromètres. En effet, une fois dispersées dans l'eau, les chaînes de polymères s'allongent progressivement et occupent un volume beaucoup plus grand que celui initial. Il se crée alors, entre les chaînes de polymères hydratées, des liaisons covalentes ainsi que des liaisons par enchevêtrement conduisant à la formation d'amas relativement sphériques. Ces derniers, en se gonflant, vont se gêner mutuellement et une énergie minimum devient nécessaire pour les bouger les uns par rapport aux autres. Macroscopiquement, cela se traduit par la formation d'un gel avec un seuil de contrainte dont la valeur dépend du pH et de la concentration massique en polymères. L'article [43] présente une description approfondie de la structure de ce matériau.

Le mode de préparation suivi pour fabriquer nos gels de carbopol est le suivant. Dans un premier temps, le volume approprié d'eau est mélangée, à l'aide d'un agitateur, pendant quelques minutes et la masse de carbopol (U10) correspondant à la concentration massique désirée est dispersée dans ce volume. L'ensemble est agité jusqu'à hydratation complète des grains de carbopol. A ce stade, le pH de la solution est de 3 et l'interaction entre les molécules de polymères ne se fait que par liaison hydrogène facilement rompue sous cisaillement. Nous procédons alors à une phase de neutralisation. Elle consiste en l'incorporation d'un volume de soude (NaOH) permettant d'obtenir une solution de pH neutre. Suite à cet ajout, nous observons un épaississement instantané de la solution. Cela s'explique par les répulsions entre les charges qui provoquent un déroulement des chaînes de polymère et par conséquent une augmentation de leur encombrement spatial menant à des liaisons d'enchevêtrement plus résistantes. Une fois constituée, la solution de carbopol est mélangée pendant environ 24h afin d'obtenir une solution homogène.

Nous avons préparé des solutions à six concentrations massiques [0,1 ; 0,5%] différentes de carbopol. Au début de la thèse nous réalisions ces solutions à l'aide d'un agitateur à tige Heidolph (à 1000 tours par minute). Seulement, comme cet agitateur permet de préparer uniquement des petits volumes de moins de 2 L (accumulés et homogénéisés ensuite) et que souvent nous avons besoin de plusieurs litres pour mettre en œuvre nos expériences *en profondeur*, nous avons changé d'appareil. Nous avons utilisé un mélangeur planétaire permettant de préparer des plus gros volumes ainsi que des solutions hautement visqueuses. Avec chacun des deux appareils, la procédure de préparation est reproductible. Néanmoins, le changement de matériel a conduit à une modification significative des propriétés rhéologiques de solutions de mêmes formulations.

Ces solutions de carbopol forment un milieu relativement mou, de masse volumique très proche de celle de l'eau (987 Kg.m^{-3}) et transparent, ce qui est un grand avantage expérimental. Un autre avantage du carbopol est que c'est un fluide à seuil stable dans le temps, qui ne présente que très peu de thixotropie [44].

Emulsion

L'émulsion est une dispersion de gouttes d'un fluide, appelé phase dispersée, dans un autre fluide, la phase continue. Une émulsion est par nature instable thermodynamiquement, puisqu'elle cherche toujours à retrouver son état d'énergie minimale qui correspond à la séparation complète des deux phases. Afin de la maintenir dispersée, un agent tensio-actif est utilisé. C'est une molécule qui stabilise l'interface entre les deux phases en s'adsorbant à la surface des gouttelettes.

La tension de surface entre l'huile et l'eau est responsable des propriétés de seuil de l'émulsion [45]. Ce dernier varie en fonction du nombre de gouttelettes par unité de volume et il est possible de balayer une plage de seuil allant de 6 à 100 Pa.

Nom	Fraction volumique (%)	Concentration de TTAB ($g.l^{-1}$)	Vitesse maximale ($tr.min^{-1}$)	Taille des gouttelettes (μm)
E 1	70	10	6000	7
E 2	75	10	6000	7
E 3	80	10	6000	7
E 4	82.5	10	6000	7
E 4	82.5	20	3000	30
E 5	82.5	20	6000	4

TABLE 2.1 – Caractéristiques de préparation des différentes émulsions testées et taille moyenne des gouttelettes formées

Ici, nous avons travaillé avec des émulsions directes, c'est-à-dire des suspensions de gouttelettes d'huile dans une phase aqueuse. La préparation commence par la dissolution de l'agent tensio-actif (TTAB : TetradecylTrimethylAmmonium Bromide) dans l'eau, afin d'obtenir une solution homogène sans formation de grumeaux. Ensuite, l'huile (Dodécane) est ajoutée progressivement et dispersée dans l'eau en cisaillant le système avec un émulsificateur (le mixeur L4RT de Silverson) qui consiste en une pale rectangulaire tournant derrière un grillage. Nous réalisons cette première phase, qui a donc pour objectif d'incorporer l'huile ajoutée, à une vitesse de rotation de 600 rpm en plaçant la pale près de la surface (en contact avec la couche d'huile). Procéder à une vitesse plus élevée permet de réduire la durée de cette étape, néanmoins cela amplifie le risque d'aspirer des bulles d'air

qui vont rapidement être cassées par la pale et seront trop petites pour être facilement supprimées.

La deuxième étape consiste à augmenter progressivement la vitesse de rotation (avec des pas de 600 rpm) dans le but de casser les gouttelettes d'huiles formées. Pour chaque vitesse, la pale est déplacée dans le récipient, de haut en bas, au cours du mélange, afin d'assurer l'homogénéité du cisaillement. La vitesse maximale à laquelle le matériau est cisaillée, impose la taille moyenne finale de ces gouttelettes et le seuil du matériau. Toutes les émulsions ont été obtenues avec une vitesse maximale de 6000 rpm à l'exception d'une, où nous nous sommes arrêtés à 3000 rpm afin d'avoir une structure différente.

Nous avons préparé, également, une autre émulsion directe, mais, avec des constituants différents. C'est une émulsion transparente. Elle est fabriquée suivant le même principe décrit ci-dessus, mais en utilisant un mélange eau/glycérol à 50% en masse, comme phase continue, et de l'huile silicone visqueuse, comme phase dispersée. Ce choix des constituants et leurs proportions permet d'imposer l'indice optique du mélange et ainsi obtenir un produit transparent.

Afin d'obtenir des émulsions avec des propriétés rhéologiques et structurales différentes nous avons fait varier la fraction volumique de la phase dispersée, la concentration de tensio-actif et la vitesse de rotation de la pale. La taille moyenne des gouttelettes, a été mesurée à l'aide de la technique de granulométrie laser. Toutes ces données sont répertoriées dans le tableau 2.1.

2.1.2 Matériaux réels

Mousse

L'utilisation des mousses est courante dans de nombreux procédés industriels (agro-alimentaire, cosmétique, décontamination des réacteurs nucléaires). C'est un produit similaire à une émulsion. Un fluide composé d'une phase continue de liquide dans lequel des bulles de gaz sont dispersées. Les bulles, initialement sphériques, interagissent entre elles au-delà d'un certain taux de gaz, et adoptent une forme polyédrique. Dans la plupart des liquides (dans l'eau ou dans l'huile par exemple), les bulles remontent à la surface et éclatent : la mousse est instable et les deux phases se séparent à nouveau. L'ajout d'un surfactant à la solution rallonge sa durée de vie : l'énergie des interfaces liquide/air est alors abaissée et le temps de vie des films liquides qui composent la mousse s'allonge. La mousse reste, néanmoins, dans un état métastable. Elle "vieillit" et se transforme sous les actions croisées de différents processus irréversibles. Trois mécanismes principaux conduisent à sa disparition : le drainage, le mûrissement et la coalescence.

Sous l'action de la gravité, l'eau s'écoule dans la mousse et sa fraction liquide diminue.

Ce phénomène correspond au drainage. Le phénomène de mûrissement est due à la différence de pression entre les petites bulles et les grosses, le gaz présent dans les petites bulles se vide dans les grosses bulles en traversant le milieu continu. En effet, les bulles de la mousse n'ont jamais exactement la même taille. La pression à l'intérieur des petites bulles est plus grande qu'à l'intérieur des grosses à cause de la loi de Laplace. Dans certains cas, les films de liquide qui séparent deux bulles se cassent. Ces deux bulles se recomposent alors pour n'en former plus qu'une. Ce mécanisme est appelé coalescence.

Pour nos essais, nous avons utilisé une mousse commerciale (Gillette). 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. La composition de ce matériau est précisément décrite dans la thèse [46].

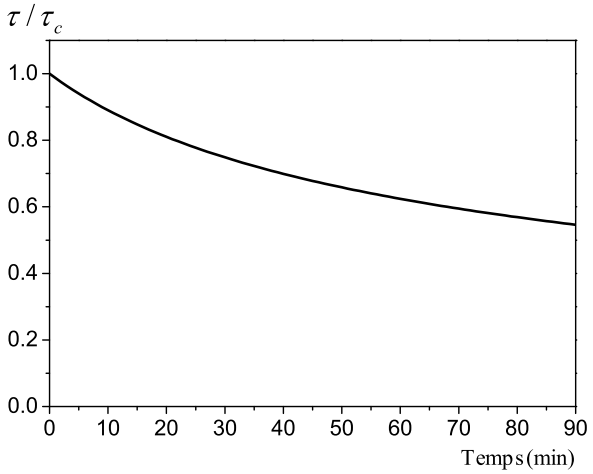


FIGURE 2.1 – Évolution de la contrainte seuil (τ) de la mousse sur les premiers 90 min, déterminée selon l'équation 2.1. Cette contrainte est représentée, adimensionnée par la contrainte seuil initiale (τ_c).

La mousse, comme nous venons de le rappeler est un produit éphémère. Nous avons alors intérêt, lors de son utilisation pour nos mesures, à tenir compte de son évolution au cours du temps. Étant donné que la structure d'une mousse évolue tout en restant statistiquement similaire, suivre son évolution dans le temps équivaut à suivre l'évolution du diamètre moyen des bulles. Il augmente selon une loi parabolique :

$$\overline{d} = (d_0^2 + A.t)^{1/2} \tag{2.1}$$

Les paramètres d_0 et A valent, respectivement, 22 μm et 12.4 $\mu m^2.min^{-1}$, pour la mousse Gilette. La contrainte seuil d'une mousse est de l'ordre de $\sigma/\overline{d}$ où σ est la tension de surface

gaz/liquide. La courbe présentée par la figure 2.1 montre l'évolution de la contrainte seuil de la mousse que nous avons utilisé sur une gamme de temps pertinente pour nos mesures.

Fromage blanc

Nous avons utilisé un fromage blanc disponible dans le commerce (Fromage Bon Blanc). Il se présente sous forme d'un gel. Nous n'avons pas accès à la structure exacte de ce produit laitier. Néanmoins, ses propriétés générales doivent être similaires à celles des autres gels laitier. Ces gels sont constitués par un réseau tridimensionnel de brins de caséines (protéine du lait) agrégés. Ils peuvent être soumis à des réarrangements et/ou des dommages structuraux dus aux vieillissement, ou à des forces externes comme celles subies lors du brassage. Leurs structures peuvent être évaluées directement par des observations microscopiques ou indirectement par la détermination de la capacité de rétention d'eau de la matrice gélifiée [47]. L'analyse de structure peut, aussi, faire appel à la rhéologie, et c'est avec cette méthode que nous avons cherché à caractériser ce produit.

Avant chaque série de mesure, nous mixons le volume nécessaire à la mise en œuvre de l'expérience, pendant 15 min, à l'aide d'un agitateur à tige (Heidolph). L'objectif est de rompre sa structure et donc de la réinitialiser pour partir d'un mélange dans le même état : homogène, crémeux (presque liquide) et sans grumeaux.

2.1.3 Fluides newtoniens

Les propriétés ainsi que le comportement rhéologique d'un liquide newtonien sont très bien connues. Ainsi, vis-à-vis des fluides complexes le modèle newtonien constitue une référence et une façon d'isoler les aspects dus uniquement aux comportements 'réels' des matériaux.
Ici, nous avons utilisé deux fluides visqueux simples : l'huile silicone et le glycerol anhydre (respectivement fabriqués par ....et Sigma-Aldrich). Ils nous ont permis de valider nos montages expérimentaux. Les caractéristiques données par les fabricants de ces liquides et utiles pour nos expériences sont données dans le tableau 2.2.

	Huile silicone (47V20)	Glycérol (49780)
Tension de surface ($mN.m^{-1}$)	20,6	63
Viscosité à 25 °C (Pa.s)	0,02	1.14
masse volumique à 25 °C (kg/m^3)	950	1250

TABLE 2.2 – Propriétés des liquides simples utilisés

2.1.4 Caractérisation rhéologique

Les caractéristiques rhéologiques des matériaux décrits ci-dessus ont été déterminée, à l'aide de deux rhéomètres à contrainte imposée de types Malvern Kinexus2000 et Bohlin C-VOR 200. Nous avons utilisé une géométrie plan-plan (6 cm de diamètre), couverte de papier de verre, lui conférant une rugosité de 70 μm. Le matériau est alors confiné entre deux disques circulaires, écartés d'une distance H (gap ou entrefer) et dont les centres sont alignés sur un même axe. Le disque inférieur étant fixe, l'écoulement est généré dans cette géométrie par la rotation du disque supérieur.

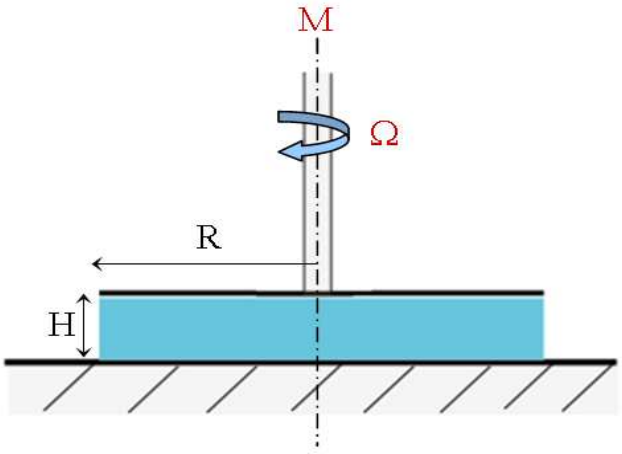


FIGURE 2.2 – Principe de la mesure rhéologique en géométrie plan-plan.

Nos mesures sont réalisées selon le protocole suivant : l'échantillon est déposé sur le plan inférieur. Le plan supérieur est approché de l'échantillon jusqu'à une distance de 2 mm (3 mm dans le cas de la mousse). L'éventuel surplus de matière est, précautionneusement, retiré. Nous faisons légèrement osciller le plan supérieur de façon à relaxer plus rapidement les contraintes créées lors de l'écrasement de l'échantillon. Une fois la mise en place terminée, la mesure (de contrainte, gradient de vitesse, déformation ou modules élastiques, et visqueux) sur le matériau peut commencer. Pour certains essais que nous préciserons ensuite, le matériau est pré-cisaillé et/ou laissé au repos pendant quelques temps avant d'entamer la mesure. Dans le cas des mesures dépassant 20 minutes, l'échantillon est protégé afin d'éviter son évaporation. Le matériau est changé avant chaque mesure. La température est fixée à 23 $\pm 2\,^{\circ}$C , ce qui est la température à laquelle sont réalisés les essais de pénétrométrie.

2.1.4.1 Comportement autour du seuil

Dans le but de comprendre comment chaque matériau utilisé se comporte avant qu'il se mette à couler, nous l'avons sollicité par différents tests (oscillation, fluage et écoulement à faible taux de cisaillement). Ensuite, les résultats de ces mesures ont été comparés afin de déterminer les propriétés élastiques du matériau et estimer la déformation critique séparant les régimes solides et liquides.

Nous avons réalisé des essais avec un balayage en déformation, qui consiste à appliquer une déformation croissante en mode dynamique à une fréquence donnée. Concrètement, après un fort cisaillement, nous appliquons une déformation, γ, comprise entre 10^{-4} et 10%, en oscillation à fréquence constante (1 Hz), et nous mesurons les modules élastique G' et visqueux G''. Les résultats de ce test sont présentés dans la figure 2.3.

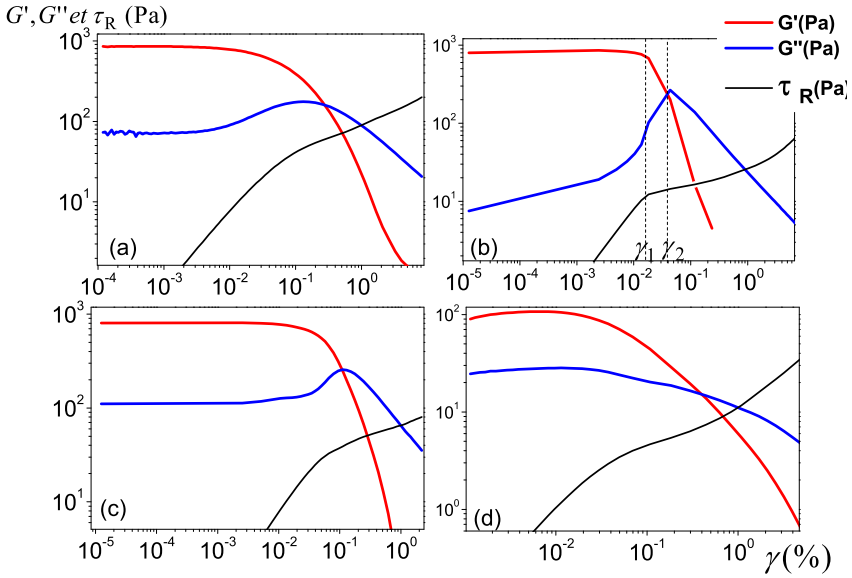


FIGURE 2.3 – Évolution de G' et G'' pour une déformation croissante, obtenue avec (a) le gel C5, (b) l'émulsion 82.5%, (c) la mousse et (d) le fromage blanc. La contrainte (τ_R) est également représentée, le changement de pente nous fournit une information sur la déformation critique et la contrainte seuil

Nous distinguons trois régimes sur ces courbes. Le premier régime, aux très petites déformations, est obtenu quand $\gamma < \gamma_1$ (voir fig.2.3 (b)). Le matériau a un comportement semblable à celui d'un solide élastique. Il stocke l'énergie grâce au module élastique élevé et retrouve sa forme d'origine lorsque l'on cesse d'appliquer cette déformation. Dans ce domaine, le module élastique G' est largement supérieur au modules visqueux. Le rapport G'/G'' est constant : c'est le régime de réponse linéaire, $\tau \propto \gamma$. Ensuite, entre γ_1 et γ_2, G' varie assez peu au début mais G'' augmente ce qui traduit l'existence de phénomènes

dissipatifs dans le matériau. L'énergie apportée au système n'est plus stockée totalement mais dissipée en partie. Le matériau commence à se déformer de façon irréversible. C'est la transition entre le régime linéaire et non-linéaire. Concernant la courbe donnant la contrainte en fonction de la déformation, nous remarquons qu'à partir de $\gamma = \gamma_1$, elle change brutalement de forme et suit une loi de puissance. Le troisième régime, $\gamma > \gamma_2$, est le régime d'écoulement continu, G'' est supérieur à G', le matériau est complètement liquéfié et s'écoule comme un fluide visqueux.

Comparons maintenant les courbes obtenues pour nos quatre matériaux. Nous remarquons que la déformation atteinte à la fin du régime linéaire est, quasiment la même quel que soit le matériau ($\gamma_1 = 10^{-2}$). Cela veut dire que, pour tous nos matériaux, presque la même déformation est nécessaire pour quitter le régime linéaire. Dans le cas des mesures en pénétrométrie, ce résultat implique que le régime linéaire prend fin pour le même déplacement de l'objet, quel que soit le matériau. Après ce régime linéaire, la transition vers le régime continu est quasi-instantanée dans le cas de l'émulsion. Pour les autres matériaux, elle est très progressive et la déformation nécessaire pour que le matériau s'écoule comme un liquide γ_2 est différente d'un matériau à l'autre. Cela est due aux différences de structures internes des matériaux. A chaque matériau il faut fournir la quantité d'énergie appropriée pour pouvoir briser sa structure interne d'équilibre.

Afin de mieux estimer la déformation critique séparant les régimes solides et liquides, nous avons mené des essais d'écoulement à très faibles taux de cisaillement et des essais de fluage avec différentes valeurs de contrainte. Nous verrons que ces deux tests sont complémentaires.

Pour le premier type d'essai, nous imposons à l'échantillon, après un repos d'une minute, un faible taux de cisaillement et nous suivons l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation. Dans la figure 2.5, nous représentons un exemple de courbe obtenue pour chacun des types de matériau utilisés.

Pour les essais de fluage, le matériau est d'abord cisaillé pendant 20 s et laissé 1 min au repos, ensuite une contrainte donnée est imposée au matériau et la déformation est suivie au cours du temps. Pour chaque matériau, plusieurs tests de fluage ont été réalisés pour différentes valeurs de contrainte. Ces valeurs sont choisies dans une large gamme autour de la contrainte seuil. Nous montrons, sur la figure 2.4, les résultats sur le gel C5 et le fromage blanc. Le pré-cisaillement ainsi que le repos de l'échantillon avant la mesure, ont pour objectif de contrôler l'état initial du matériau, pour que les essais, à différentes contraintes, soient comparables entre eux.

Analysons d'abord les résultats des essais d'écoulement à faible taux de cisaillement. Sur chaque courbe, nous observons d'abord une première phase d'élasticité : une augmentation linéaire de la contrainte en fonction de la déformation. Cette phase est observable pour les très faibles déformations (quelques dixièmes). Après ce comportement élastique,

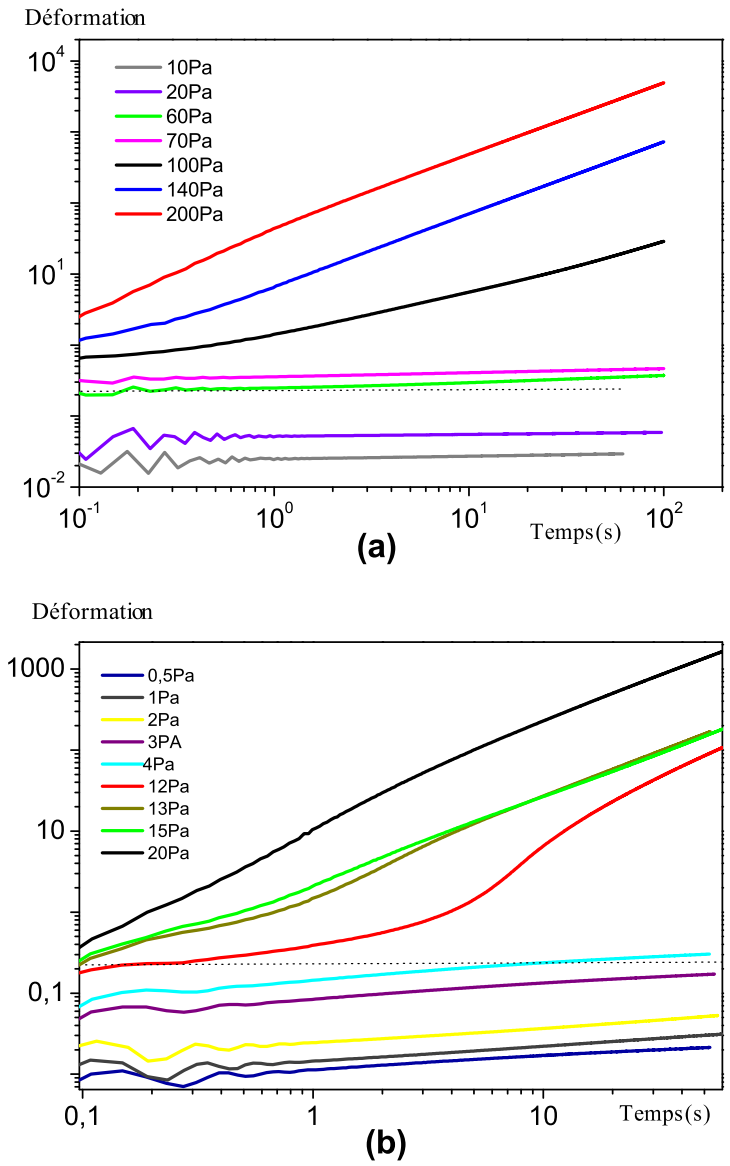


FIGURE 2.4 – Essais de fluage réalisés sur (a) le gel C5 et (b) le fromage blanc, à différents niveaux de contrainte. La ligne pointillée correspond à la déformation critique.

le matériau relaxe vers un plateau de contrainte, correspondant à un écoulement plastique à faible taux de cisaillement. Ce plateau est atteint pour une déformation inférieure à 0,25% pour l'émulsion. Pour les autres matériaux, il est difficile d'estimer cette déformation critique en se basant uniquement sur ces courbes, puisque la transition entre les deux phases élastique et plastique, s'étalent sur quelques dixièmes. Pour le carbopol et le fromage blanc, nous nous sommes référés aux résultats des essais de fluage, où nous pouvons distinguer les deux régimes solides et liquides. Nous remarquons, sur les graphiques présen-

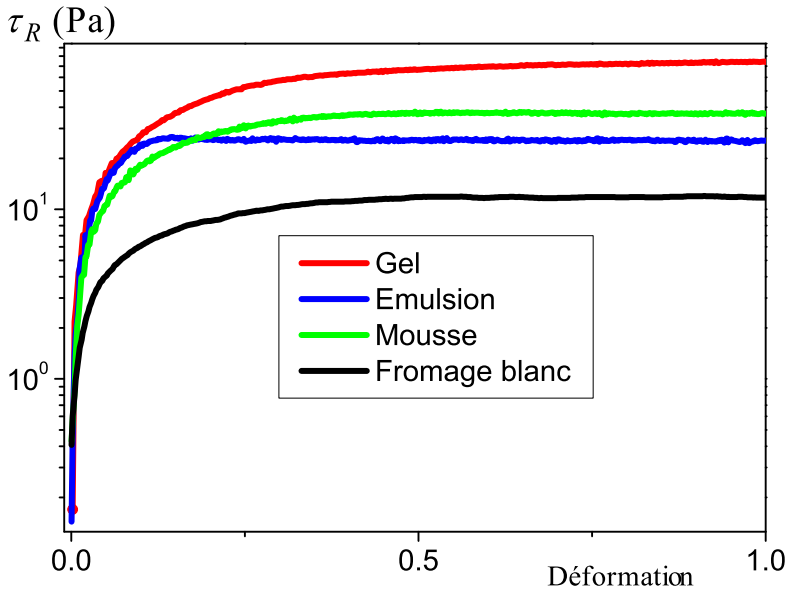


FIGURE 2.5 – Variation de la contrainte de cisaillement en fonction de la déformation à gradient de vitesse constant($0.05\ s^{-1}$)

tés sur la figure 2.4, qu'en dessous d'une contrainte critique, la déformation tend à saturer. Nous avons un plateau de déformation, le matériau est donc dans son état solide. Ensuite, quand la contrainte appliquée augmente et dépasse la contrainte critique, qui correspond au contrainte seuil du matériau, la déformation quitte le plateau et après un certain temps, elle commence à augmenter linéairement avec le temps (avec une pente de 1). Le régime liquide est atteint. Nous associons la déformation critique, au niveau du plateau atteint avec la contrainte la plus élevée, en dessous de la contrainte seuil. Nos données suggèrent une déformation critique de l'ordre de 0.6 pour le gel et de 0.2 pour le fromage blanc. Il est important de noter que ces valeurs, estimées à partir des essais, restent approximatives, du fait du manque de précision de la méthode d'analyse et de l'état initial du matériau, difficilement contrôlable.

Cette étude rhéométrique des matériaux sous le seuil nous a cependant fourni des indications intéressantes sur la mise en écoulement des matériaux, la déformation critique ainsi que sur la limite du régime linéaire et l'étendu du régime de fluidisation.

2.1.4.2 Comportement en régime permanent

Mesures macroscopiques

Les courbes d'écoulement sont établies en réalisant deux rampes logarithmiques de vitesse (ascendante - descendante). La contrainte a été suivie en fonction du taux de cisaillement. Les données correspondant à la plage de taux de cisaillement décroissant sont considérés comme la courbe d'écoulement du matériau. Cette courbe représente l'état stationnaire de manière reproductible.

Dans une géométrie plan-plan (fig.2.2), le taux de cisaillement augmente, dans le gap, de zéro au niveau de l'axe central jusqu'à un maximum à la périphérie : $\dot{\gamma} = \Omega.R/\mathrm{H}$ où R est le rayon du plan supérieur, H est le gap et Ω la vitesse de rotation relative entre les deux plans. Il a été montré [44] que la contrainte de cisaillement à la périphérie est liée au couple (M) appliqué sur le plan supérieur selon la relation suivante :

$$\tau_R = \frac{M}{2.\Pi.R^2}[3 + \frac{\dot{\gamma}_R}{M}\frac{\partial M}{\partial \dot{\gamma}_R}] \tag{2.2}$$

Cette équation montre que la contrainte de cisaillement à la périphérie peut être calculée à partir de l'expression $\frac{3.M}{2.\Pi.R^2}$, plus un terme correctif déterminé à partir de la courbe M en fonction de Ω. Nous avons appliqué cette correction, qui tend vers zéro à faible cisaillement, et est inférieure à 10% pour les plus grands de nos gradients de vitesse. Les données sont ensuite exprimées en terme de τ_R en fonction $\dot{\gamma}$. Quelques exemples de courbe d'écoulement sont présentés dans la figure 2.6. Ces courbes montrent clairement l'existence d'une contrainte en dessous de laquelle le matériau ne s'écoule pas.

Comme pour une grande variété de matériaux, les courbes d'écoulement, c'est-à-dire les courbes donnant la contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement, de nos différents matériaux peuvent être très bien décrites par une loi de HB (Herschel-Bulkley), faisant intervenir trois paramètres que sont le seuil d'écoulement τ_c, la consistance K et l'indice de rhéofluidification n :

$$\begin{cases} \dot{\gamma} = 0 & pour \quad \tau < \tau_c, \\ \tau_R = \tau_c + K.\dot{\gamma}^n & pour \quad \tau > \tau_c \end{cases} \tag{2.3}$$

Pour déterminer les paramètres de la loi de HB, nous avons d'abord fixé l'exposant n pour chaque type de fluide, puis ajusté les données par un fit non linéaire pour trouver τ_c et K. Ces paramètres sont reportés dans le tableau 2.3, pour tous les matériaux à l'exception des solutions de carbopol utilisés pour l'étude des effets de tension de surface. Les incertitudes relevées pour l'ensemble des paramètres sont proches de 10%. Elles proviennent, en plus des mesures avec le rhéomètre, de la nature même des fluides et de leur préparation.

Il est important de noter que, afin d'obtenir des résultats comparables en rhéométrie et en pénètrométrie, nos tests rhéologiques ont été réalisés, en partant du même état initial

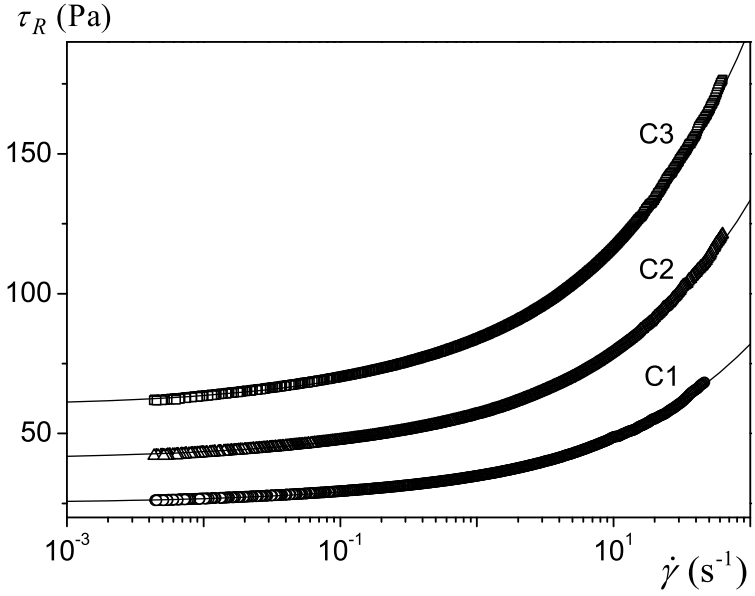


FIGURE 2.6 – Courbes d'écoulement de gels de carbopol à différentes concentrations. Les lignes continues correspondent à la loi HB (eq.2.3) ajustée sur les données suivant les paramètres présentés dans le tableau2.3.

Matériaux	Attribut	$\tau_c(Pa)$	K $(Pa.s^{-n})$	n
Gel	C 1	25	10	0.38
	C 2	40.7	16.1	0.38
	C 3	59	23.6	0.38
	C 4	76	27	0.38
	C 5	81	31	0.38
	C 6	56	20	0.38
Emulsion	82.5%	39.4	6.5	0.43
	80%	25.8	6.4	0.43
	75%	15.7	5.3	0.43
	70%	5.5	3.2	0.43
Fromage blanc	-	4	10.6	0.23
Mousse	(15min.)	19.5	33	0.24
	(30min.)	18.8	29.8	0.24

TABLE 2.3 – Table donnant les paramètres de HB de nos différents matériaux.

(temps de repos, durée et méthode malaxage etc.) du matériau que celui dans le cas des mesures en immersion. Pour les mêmes raisons, le même papier de verre a été collé sur les surfaces solides pour les deux tests.

Correspondance entre comportements local et macroscopique

De nombreux travaux se sont attachés à faire le lien entre les lois d'écoulements macroscopiques de type HB et les phénomènes physiques à l'échelle microscopique.

Le comportement local d'un fluide à seuil peut être bien plus complexe que celui décrit par une loi simple telle HB, et ceci notamment proche de la transition solide/liquide. Des phénomènes tels que le glissement aux parois ou des bandes de cisaillement [48], apparaissent souvent et sont accentués proche du seuil, ce qui rend délicates les interprétations des mesures faites en rhéomètre [1]. Il a été montré que les mécanismes impliqués sont différents, selon que le fluide présente de la thixotropie ou non.

Lors du cisaillement d'un fluide à seuil thixotrope, tels que les argile ou les gels colloïdaux, une compétition entre le vieillissement interne et le rajeunissement fait apparaître un gradient de vitesse critique $\dot{\gamma}_c$. Lorsque le gradient de vitesse imposé au matériau dépasse $\dot{\gamma}_c$, le matériau s'écoule d'une manière homogène et la courbe d'écoulement apparent peut être décrite par une loi de HB. En revanche, à des gradients de vitesse macroscopiques faibles ($\dot{\gamma} < \dot{\gamma}_c$), l'écoulement est hétérogène. Il apparaît des zones solides, dans lesquelles le gradient de vitesse local est nul, et d'autres cisaillées avec ($\dot{\gamma}_{local} = \dot{\gamma}_c$). Ces zones sont appelées des bandes de cisaillement. Suite à la mise en évidence de ce phénomène, le comportement de ces matériaux, qui ne sont plus caractérisés par leur seul seuil d'écoulement mais également par un gradient de vitesse critique, a été révisé. Plusieurs modèles rhéologiques ont été proposés pour décrire ces phénomènes, en terme de variable interne liée à l'évolution d'une microstructure ([48] et [49]).

Dans le cas des fluides à seuils simples, c-a-d dont le comportement ne dépend pas, ou peu, de l'histoire de l'écoulement (mousses, émulsions ou micro-gel), une correspondance entre le comportement macroscopique et celui local, a été montrée. Ils ont une loi d'écoulement stationnaire bien décrite par HB, même aux très faibles gradient de vitesse (voir par exemple, [50] pour les gels, [51] pour l'émulsion et [52] pour la mousse). Des expériences récentes, menées sur des gels de carbopol par Divoux et al. [53] ont, toutefois, montré l'apparition des bandes de cisaillement transitoires, avant la mise en place d'un écoulement stationnaire homogène. A l'approche du seuil, ces phénomènes sont de plus en plus longs. Ce résultat n'a pas encore été expliqué.

2.1.4.3 Relaxation après un fort cisaillement

Nous avons étudié le comportement des matériaux sous sollicitations. A très faibles déformations, le matériau se comporte comme un solide élastique, et donc, si nous arrêtons de le solliciter, il retrouve sa forme initiale. Que se passe-t-il si nous imposons à un matériau

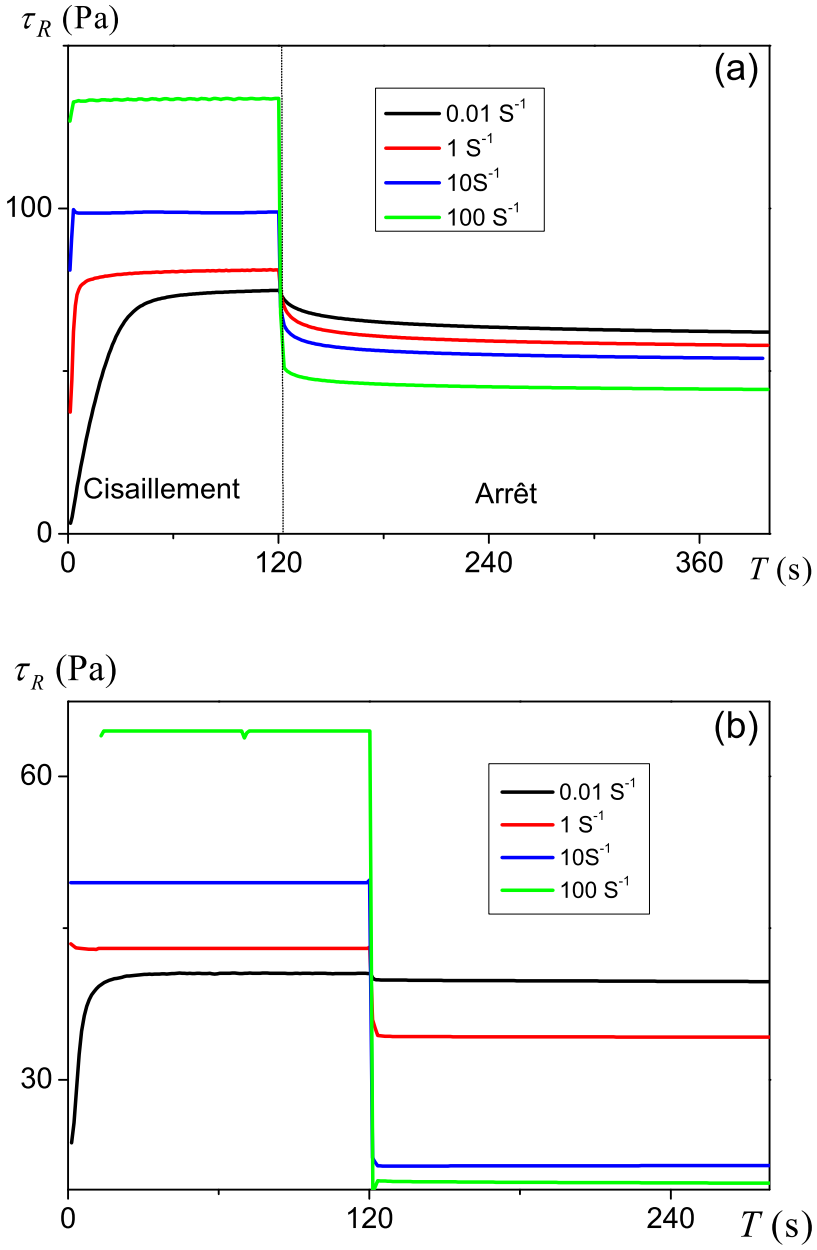


FIGURE 2.7 – Mesures de relaxation de contraintes, sur (a) le gel C1 et (b) l'émulsion 82.5%, à la suite d'un arrêt de l'écoulement ($\Omega = 0$) et après 120 s de cisaillement à différentes vitesses.

un fort cisaillement et que, brutalement nous arrêtons cette action ?

Nous avons étudié cette question sur le gel de carbopol et l'émulsion. Un gradient de vitesse, permettant d'avoir une contrainte supérieure à la contrainte seuil, a été imposé au

matériau pendant 2 min, ensuite la rotation est arrêtée (un cisaillement nul est imposé) et la contrainte est suivie au cours du temps. Plusieurs tests ont été réalisés, en variant le gradient de vitesse imposé lors du cisaillement. La figure 2.7 montre les comportements typiques du gel C5 et de l'émulsion 82.5% en réaction à cette sollicitation. La mise en cisaillement débute par une phase transitoire avec dépassement de contrainte pour atteindre ensuite la contrainte de cisaillement $\tau(\dot{\gamma})$ en régime permanent. Lors de l'arrêt du cisaillement, nous observons une décroissance de la contrainte de cisaillement vers une valeur plateau non nulle.

Contrairement au cas de l'émulsion, la relaxation est lente pour le gel, ce qui laisse apparaître, pour ce matériau, des temps de relaxation, relatifs à la sollicitation appliquée. Nous remarquons, aussi, que la contrainte vers laquelle le matériau relaxe, est inférieure au seuil obtenu en cisaillement permanent, et ce, d'autant plus que le gradient de pré-cisaillement est élevé. Toutefois, cette contrainte tend vers la contrainte seuil aux faibles gradients de vitesse. Ces résultats ne sont pas cohérents avec ceux obtenus par Magnin et al.[54], sur des gels de carbopol. En effet, ces auteurs ont montré que quel que soit le gradient de vitesse avec lequel le matériau est cisaillé, dans leur gamme de mesure, la contrainte à l'arrêt tend vers la contrainte seuil. Cette contrainte a été considérée comme la contrainte seuil réelle du matériau puisque mesurée a taux de cisaillement nul. Ils ont également noté, qu'en présence de glissement aux parois, ce résultat n'est plus valide, le matériau relaxe vers une contrainte inférieure à la contrainte seuil et qui augmente quand le gradient de pré-cisaillement croit. Nous pensons que la différence entre nos résultats et ceux de l'étude [54] est due au choix de la gamme de vitesses.

Ce lien avec l'évolution de la structure du matériau est confirmé par les travaux de Cloitre et al.[55]. Ils ont montré que la relaxation de contrainte après un cisaillement est liée à une réorganisation de la structure du matériau après l'arrêt de la sollicitation. Pour le gel, ce comportement est régi par une compétition entre l'élasticité du matériau et la viscosité du fluide entre les particules. Les contraintes internes dues à l'encombrement et à l'hétérogénéité de la structure conduisent à une lente évolution de l'ensemble de la structure. Le temps de relaxation (t_R) peut être exprimé sous la forme $t_R = \mu_s/G$, avec μ_s, la viscosité du solvant et G, le module élastique. Notons que le même type de relation est obtenu pour les émulsions concentrées, la tension de surface des gouttes remplaçant dans ce cas l'élasticité des particules.

2.2 Dispositif de la plaque

Ce dispositif a été conçu au cours de cette thèse. Notre idée de base était de faire déplacer une plaque solide à travers un fluide à seuil et d'étudier la réponse du fluide à cette sollicitation. Ainsi, il fallait mettre en place un montage qui assure un mouvement contrôlé et précis de la plaque, et trouver des méthodes de caractérisation à la fois pertinentes et accessibles par le laboratoire. La solution à laquelle nous avons abouti consiste à monter cette expérience sur une machine de force, déjà présente au laboratoire et utilisée pour des essais de compression/traction sur des solides. Non seulement cette machine nous offre une mesure précise des efforts exercés par le fluide sur la plaque mais elle assure également un mouvement rectiligne et uniforme de la plaque et permet de contrôler et de mesurer son déplacement avec précision. Nous avons ainsi mis en place un premier montage en remplaçant les plateaux inférieur et supérieur de la machine de force respectivement par un récipient pour le fluide et une pince permettant de fixer la plaque. Cependant, ce premier montage n'a ensuite pas cessé d'évoluer durant la thèse.

Dans un premier temps, il a été optimisé pour être plus adapté à des essais visant à explorer deux zones différentes : des mesures *en profondeur* qui ont pour objectif de décrire l'écoulement généré par le mouvement de la plaque largement loin de la surface du fluide. Mais aussi des mesures à la surface du fluide visant à étudier les propriétés de mouillage du fluide sur la plaque. Pour chacun de ces essais, un travail important de mise au point a été nécessaire afin de trouver les conditions optimales pour que les mesures soient fiables et reproductibles. Ces conditions seront détaillées lors de la description des composants utilisés pour chacun des deux essais.

Ensuite, ce dispositif a été modifié pour qu'il puisse permettre d'autres méthodes de caractérisation en parallèle de celle de la force. Dans le cas des mesures *en profondeur*, un système de mesure par PIV (Vélocimétrie par image de particules) a été ajouté. Il nous renseigne sur les caractéristiques locales de l'écoulement autour de la plaque. Puis, pour les mesures *de mouillage* une caméra et un système d'éclairage ont été installés sur ce même montage à fin de visualiser les fluctuations de la ligne triple.

Afin de décrire ce dispositif final nous allons présenter chacun de ses éléments constitutifs en expliquant les critères en fonction desquels ils ont été choisis. Nous commencerons d'abord par décrire la machine de force. Ensuite, nous présenterons séparément les composants impliqués dans les deux essais : *en profondeur* et *de mouillage*).

2.2.1 Machine de force

La machine de force (voir figure 2.8) constitue le composant principal de notre dispositif. Cet instrument, de marque INSTRON et de référence 3365 est typiquement utilisée en mécanique des solides pour des essais de compression/traction sur divers matériaux, allant du béton jusqu'aux composites. Afin de faciliter la description de notre montage, nous

rappelons ici les principaux composants et les caractéristiques techniques de cet appareil :
- Un bâti de charge comprenant un socle, deux colonnes de guidage et une traverse mobile.

FIGURE 2.8 – Machine de force

Le socle est munie d'un adaptateur sur lequel le plateau inférieur est fixé.
-Un capteur de force fixé sur la traverse et monté en série avec un plateau supérieur (essais de compression) ou une mâchoire (essais de traction). Il mesure la charge appliquée sur ce plateau avec une précision de 10^{-6} N de la capacité de charge du capteur. L'interchangeabilité de ce capteur de force de capacité différente permet de disposer d'une large gamme de mesure.
-Un codeur permettant de mesurer le déplacement du plateau supérieur avec une précision de 118 nm et une reproductibilité de $\pm$ 15 μ m. La vitesse verticale de la traverse peut varier de 1 μm/s à 17 mm/s.
-Un logiciel d'acquisition et de contrôle de la machine. Il permet de fixer les paramètres de l'essai, tels que le profil d'essai, la méthode de travail (vitesse constante ou force constante), les limites à ne pas dépasser pour ne pas dégrader les capteurs, etc. il donne également accès aux valeurs instantanées de la position du plateau supérieur et de la force exercée sur celui-ci.

2.2.2 Installation du montage sur la machine de force

Afin de monter notre expérience sur la machine de force, nous avons procédé comme suit :

- Remplacement du plateau supérieur par une pince, qui a pour fonction de maintenir en place la plaque.
- Remplacement du plateau inférieur par un support mobile (pivotant autour de l'adaptateur du socle). Sur ce support, nous fixons le récipient du fluide (dans le même axe vertical que la pince et le capteur de force). Puis, de part et d'autre de ce récipient, nous installons la caméra et l'éclairage. Les positions horizontales et verticales de la caméra et de l'éclairage sont réglables.
- Utilisation du capteur de force approprié. Nous souhaitons, à travers ce montage, mesurer, avec précision, les efforts exercées sur un objet solide qui se déplace à vitesse constante à travers un fluide. Ceci demande donc des spécifications technique particulières. Le capteur de force doit posséder, une bonne sensibilité et une bonne stabilité, adaptées à la technique. Sa plage doit être suffisamment large pour supporter le poids de la pince et de l'objet solide. C'est pourquoi nous avons choisi d'utiliser un capteur qui donne la valeur de la force appliquée avec une précision de $10^{-5}\,N$ et une valeur maximale de $10\,N$.

2.2.3 Essais *en profondeur*

Le montage utilisé pour réaliser les essais *en profondeur* (voir Fig.2.9), comporte, en plus de la machine décrite ci-dessus et de la pince qui sera décrite dans le partie 1.2.3, l'objet solide (la sonde) et le conteneur du fluide.

2.2.3.1 Propriétés géométriques et surfaciques des objets solides utilisés

L'objet solide constitue la sonde avec laquelle nous sollicitons le matériau. La réponse enregistrée est la conséquence d'une interaction objet/fluide. Elle est alors fonction des propriétés du fluide et des caractéristiques (dimensions, état de surface, géométrie) de l'objet.

Nous avons étudié séparément ces deux contributions. Dans un premier temps, nous avons réalisé des mesures sur un même fluide mais en variant les propriétés géométriques et surfaciques des objets (voir Tab.2.4 et Tab.2.5). L'étude a été menée principalement en utilisant des plaques solides fines. Dans le but d'étudier l'impact de la géométrie de l'objet, quelques tests ont été réalisés avec des cylindres. Nous notons E, L, H respectivement l'épaisseur, la largeur et la hauteur de la plaque (voir fig.3.5) et, r et H respectivement les rayons et les longueurs du cylindre. Cette étude nous a permis de sélectionner les caractéristiques de la plaque les plus appropriées pour étudier la dépendance de l'écoulement aux propriétés du matériau. Ensuite, une seule plaque, la N ° 1), a été utilisée pour tester tous les autres matériaux.

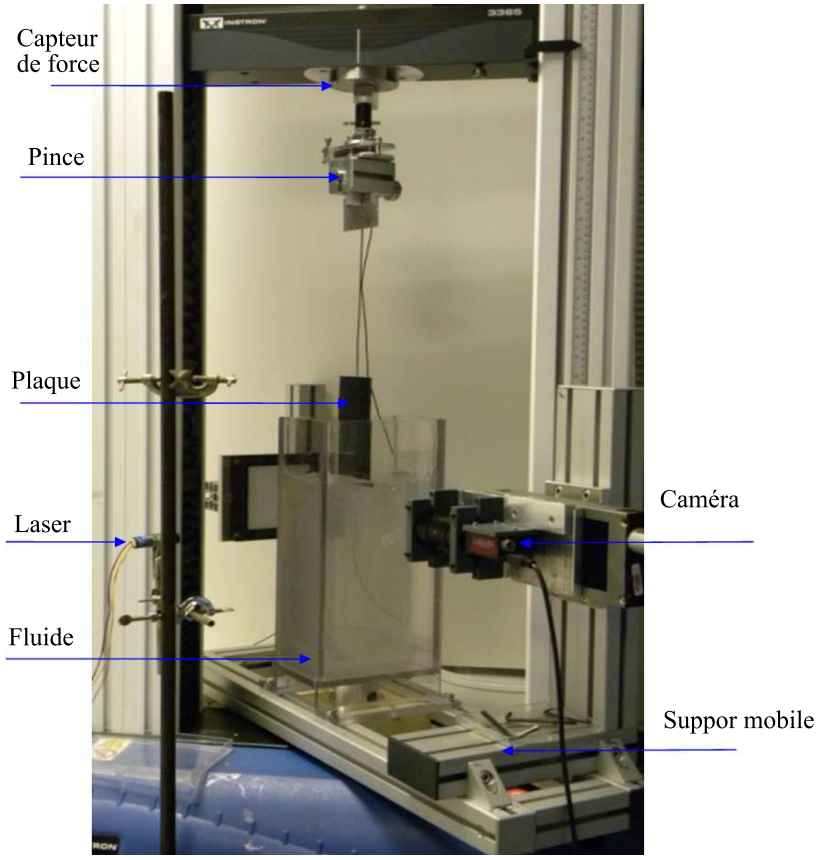


FIGURE 2.9 – Montage expérimental

FIGURE 2.10 – Photographie d'une plaque utilisée

Chacune de ces plaques est munie d'une barre de diamètre 2 mm (fig.2.10). Pour celles

suffisamment épaisses, la barre est plantée au milieu de la section, alors que, pour les autres, elle est collée au niveau supérieur d'une des deux faces latérales.

N ° de la plaque	E(mm)	H(mm)	L(mm)	Rugosité (μm)
1	1,8	100	70	70
2	1,8	142	110	70
3	2,25	150	70	70
4	1,46	100	70	70
5	1,25	152	70	70
6	1,8	146	40	70
7	6	100	70	70
8	1,8	50	70	70
9	1,46	250	71	70
10	1,5	100	70	35
11	1,42	100	70	35
12	1,2	100	70	1

TABLE 2.4 – Caractéristiques des plaques utilisées

N ° du cylindre	r(mm)	H(mm)	Rugosité (μm)
1	4.4	-	70
2	8.6	-	70
3	10.1	190	70

TABLE 2.5 – Caractéristiques des cylindres utilisées. Les '-' sont utilisés dans le cas des cylindres, étudiés, uniquement, en régime partiellement immergé.

Dans le choix de ces plaques, nous avons veillé à ce que les critères suivants soit respectés.

1. Une structure suffisamment rigide afin d'éviter qu'elle ne se déforme durant le déplacement, notamment en cas d'enfoncement. Les plaques utilisées ici sont métalliques à l'exception d'une entre elles, la N °7 est en plexiglas.

2. Une surface rugueuse afin de palier à un éventuel problème de glissement au niveau de la paroi décrit dans le premier chapitre, et fréquemment rencontré avec les fluides

à seuil. Nous avons collé du papier de verre sur les surfaces latérales de chaque plaque, sauf la N°11 que nous avons gardé à l'état lisse.
Le papier de verre utilisé (disponible dans le commerce) est fabriqué en collant une couche de particules abrasives de taille identique sur une feuille imperméable. Pour nos expériences, nous avons utilisé les papiers de verre P180, (taille des grains $70\mu m$), P240 ($57\mu m$) et P400 ($35\mu m$). L'avantage de ces papiers de verre est la possibilité de choisir la taille de la rugosité et ainsi faire varier ce paramètre pour en mesurer l'influence. Par contre, il est important de faire attention au choix du type de papier de verre. En effet, dans notre cas, la plaque est trempée dans le fluide et cela provoque, pour certains types de papier de verre un décollement des grains (cas des gros grains $> 100\mu m$), ou un décollement des feuilles de la plaque (cas des feuilles perméables). Pour coller le papier de verre sur la surface de la plaque, nous avons utilisé un ruban adhésif double-face spécial moquette et matériaux, sinon (avec une colle ordinaire) l'ensemble se décolle au cours de l'essai.

3. Une surface suffisamment grande pour que les effets de tension de surface soient négligeables devant les effets visqueux durant la phase de la pénétration.

2.2.3.2 Caractéristiques des récipients

Nous avons utilisé des récipients transparents en verre ou en plexiglas, avec des tailles et des formes différentes (voir Tab.2.6). Nous avons choisi les dimensions selon les critères suivants : des récipients suffisamment profonds (deux à trois fois la hauteur de la plaque) afin de permettre une course importante, une fois que la plaque est totalement immergée, et des sections assez grandes pour que les effets de bords ne soient pas ressentis par la plaque, tout en optimisant la quantité du fluide à utiliser.

N° du récipient	l(mm)	p(mm)	d(mm)
1	100	350	75
2	100	200	20
3	100	200	40
4	100	200	60
5	100	200	80
6	100	200	100
7	100	200	120

N° du récipient	p(mm)	r(mm)
8	280	60
9	300	90
10	300	10.5

TABLE 2.6 – Formes et dimensions des récipients utilisés. A gauche, formes parallélépipédiques (p : la profondeur, l : la largeur, $2d$: la longueur) et, à droite, formes cylindriques (r : le rayon et p : la profondeur)

Pour étudier l'écoulement du fluide provenant, uniquement, du mouvement de la plaque, l'effet des bords doit être négligeable au niveau de la zone d'écoulement.

Si nous considérons le mouvement d'une plaque dans un récipient (de section carrée) d'arête $2d$, avec d la distance entre la paroi et la plaque, un bon choix de d est celui qui vérifie la condition d'une vitesse très faible voire nulle à la paroi. L'entrée ou la sortie de la plaque du bain induit une variation du niveau du fluide dans la cuve.
Dans le cas d'un fluide newtonien, cette variation est proportionnelle à la profondeur d'enfoncement (h) de la plaque et au rapport des sections de la plaque et de la cuve. En effet, le volume de la plaque immergé est égale au volume du liquide déplacé et dont le niveau varie de Δh.

$$h.L.E = 4d^2.\Delta h \tag{2.4}$$

Si V est la vitesse de déplacement de la plaque et V_p, la vitesse du fluide sur les parois de la cuve, nous avons alors :

$$\frac{V_p}{V} = \frac{\Delta h}{h} = \frac{L.E}{4.d^2} \tag{2.5}$$

Dans le cas d'un fluide à seuil, la situation est plus compliquée. La perturbation générée par le mouvement de la plaque, comme nous avons pu voir dans le chapitre 1, est limitée à une région proche de la surface de la plaque. Plus nous nous éloignons de la plaque, plus les variations de vitesse tendent à être atténuées par la viscosité du fluide. Cela implique qu'au-delà d'une certaine largeur critique de cette région, le fluide dans le reste du bain reste au repos. Dans ce cas, la vitesse à la paroi du récipient est celle de ce fluide restant au repos et qui se déplace en bloc. Il n'est donc pas évident de s'appuyer uniquement sur une variation du volume pour estimer les effets de bords dans le cas de ce type de matériau. Par conséquent, nous avons étudié, via les mesures de force, la dépendance de la force mesurée sur la plaque de la taille du récipient. Puis, nous avons pu apprécier la vitesse à la paroi du récipient, grâce à la méthode de PIV. Nous présenterons les résultats dans le chapitre 3.

Système de mesure par PIV

Nous avons utilisé la PIV (Particle Image Velocimetry) pour mesurer les champs de vitesse instantanée de l'écoulement autour de la plaque. Pour cela, des traceurs ont été dispersés dans le fluide. Ils reflètent la lumière émise par une source laser dans un plan perpendiculaire à la plaque (voir fig.2.12). Les images enregistrées par une caméra sont ensuite traitées à l'aide d'un logiciel commercial pour déterminer les positions successives des particules et en déduire leurs vitesses, les champs reliés, ainsi que leurs évolutions spatiales et temporelles au cours de l'enfoncement. Dans cette partie, nous allons uniquement décrire ce système de mesure et sa mise au point.

Fluide : ce type de mesure n'est possible qu'à travers un matériau transparent. Cette condition a restreint nos choix de fluide aux solutions de carbopol et une émulsion transparente. Ce choix a ensuite été limité aux seules suspensions de carbopol car les bulles d'air

incluses inéluctablement dans l'émulsion lors de sa préparation gênent significativement la mesure (elles diffusent fortement la lumière).

Traceurs : la PIV mesure le déplacement des particules ajoutées à l'écoulement, il est donc essentiel que celles-ci suivent correctement le fluide. Leur taille doit être suffisamment petite afin d'éviter leur sédimentation. Il est aussi nécessaire qu'elles n'interagissent pas entre elles. Toutefois, les traceurs doivent diffuser suffisamment la lumière pour assurer un enregistrement correct et cela interdit donc l'usage de particules de diamètres trop faibles.

Un autre facteur important est la concentration de ces traceurs au sein de l'écoulement. Elle doit être suffisamment faible pour que les images individuelles des particules soient visibles. Néanmoins, si la concentration est trop faible, il n'est plus possible de connaître la distribution de vitesse en tout point du champ étudié.

Ici nous avons choisi des billes de polystyrène comme traceurs, car leur densité, très proche de celle du carbopol, empêche leur sédimentation. Afin de trouver la taille et la concentration les plus appropriées, plusieurs tests ont été réalisés en variant ces paramètres. Finalement, un bon compromis entre la résolution de la caméra et les exigences de précision du logiciel de calcul a été obtenu en utilisant des billes de 80 micromètres de diamètre avec une concentration massique dans le fluide de 0.2%. Nous avons vérifié que l'ajout de ces billes à cette concentration ne modifie pas significativement le comportement du carbopol. Ensuite, toutes les mesures de PIV ont été effectuées avec ces paramètres.

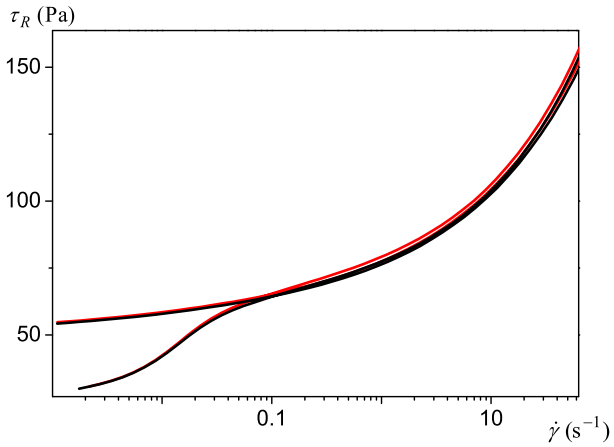


FIGURE 2.11 – Contrainte de cisaillement en fonction du gradient de cisaillement mesurée lors d'une rampe montée-descente sur le carbopol avec (noir) ou sans (rouge) traceurs.

Nous pouvons voir sur le graphe donné par la figure 2.11, obtenue en réalisant des rampes de vitesse croissante puis décroissante en géométrie couette, que le matériau sans et avec billes possède le même comportement et suit bien une loi de type HB sur plusieurs

décades avec les mêmes paramètres rhéologiques.

Récipient& plaque : Toutes les mesures (par PIV) ont été réalisées en chargeant le fluide dans le récipient N °1 et en utilisant la plaque N °1.

Laser : les traceurs sont éclairés par un module laser rouge de longueur d'onde 650 nm et d'une puissance de 20 mW. Ce module à émission continue est équipé d'un dispositif optique intégré avec foyer ajustable qui permet de générer une nappe laser verticale. Nous avons réglé ce dispositif afin de diminuer l'épaisseur de la nappe générée. L'ensemble est positionné de façon à ce que le faisceau laser arrive perpendiculairement à la surface de la plaque en passant par son axe de symétrie.

Caméra : Le mouvement des particules est filmé à l'aide d'une caméra CCD (de fréquence d'acquisition maximale de 15 images par seconde). Un objectif de 45 mm est utilisé afin d'avoir une image suffisamment agrandie. L'axe optique de la caméra est réglé à 90 ° du plan laser. Le champ d'observation est centré sur la plaque. La verticalité d'une ligne de pixel de la caméra est réglée à l'aide des vis sur le support de la caméra en filmant un objet vertical.

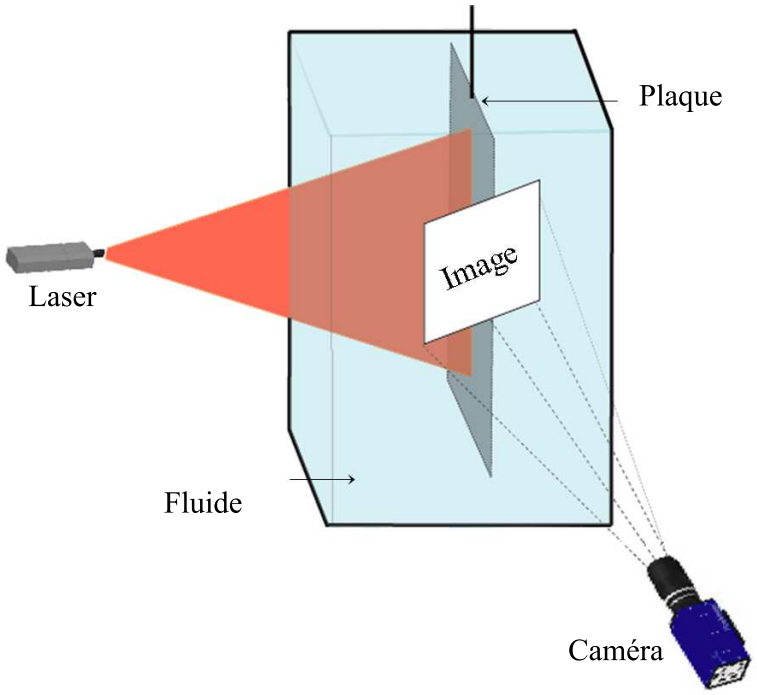


FIGURE 2.12 – PIV : configuration expérimentale.

Logiciel de traitement : Nous avons choisi de traiter les données avec le logiciel commercial DaVis, version 8.0 développé par le groupe LaVision.

2.2.4 Essais *de mouillage*

Cette partie du montage (voir 2.13) est destinée à étudier le cas d'une faible zone de contact entre le fluide et la plaque. Nous nous intéressons aux propriétés de mouillage sur la plaque et nous cherchons à utiliser ce dispositif pour mesurer directement la tension superficielle en procédant à des essais empruntés à la méthode de Wilhelmy. Ces expériences sont particulièrement sensibles. Elles requièrent une grande précision lors des mesures notamment au niveau de l'alignement. Aussi, une attention particulière doit être portée à l'état de surface des plaques utilisées avant chaque essai. Pour ces essais de mouillages, nous remplacerons le mot 'plaque' par 'lame'.

FIGURE 2.13 – Essais de mouillage : Montage de mesure.

Lames : nous avons utilisé des lames en verre et des lames métalliques. Afin d'étudier l'impact des paramètres géométriques du système sur la mesure en retrait, nous avons utilisé des lames métalliques d'épaisseurs $10^{-4}, 3.10^{-4}, 5.10^{-4}, 10^{-3}$ et 0.002 m, et de largeurs 0.07 m. En effet, nous avions besoin d'une large gamme d'épaisseur (surtout des très faibles) et les lames en verre sont vendues uniquement en tailles standards avec trop peu d'épaisseurs différentes.

L'impact des propriétés rhéologiques du fluide a été étudié en utilisant des lames de verres d'épaisseurs 0.13 μm, de largeur 70 mm et de hauteur 50 mm. Avant chaque utilisation, les lames métalliques sont simplement nettoyées sous l'eau du robinet, ensuite rincées avec de l'eau distillée. En revanche, nous traitons la surface des lames de verre afin de retirer les éléments adsorbés dessus, ce qui les rend de nouveau hydrophiles. Nous cherchons aussi par ce traitement à créer une légère rugosité qui pourrait éviter un éventuel glissement du ménisque le long de la lame. Nous réalisons ce traitement par abrasion. Pour ceci, nous utilisons un feutre sur tige (voir fig.2.14) et du cérox, une poudre blanche d'oxyde de cérium raffiné. Nous chargeons d'abord le feutre avec une pâte obtenue en mettant en

suspension, dans l'eau, le cérox (20% en masse). Ensuite, nous polissons manuellement la surface de verre avec le feutre et nous continuons à frotter avec le feutre sous l'eau du robinet pour retirer la poudre qui a collé. Afin d'éviter de casser les lames lors du polissage, nous réalisons cette opération en les gardant à plat sur une surface vitrée que nous nettoyons préalablement. Enfin, nous rinçons à l'eau distillée et nous les séchons en les laissant en position verticale quelques minutes.

FIGURE 2.14 – Photo du feutre de polissage.

Cuve & racleur : pour une lame qui rentre ou qui sort du bain, le fluide doit pouvoir être assimilé à un bain de taille infinie. Les dimensions de la cuve ont été choisies dans ce but. La déformation (due aux effets capillaires et/ou élastiques) de la surface de contact avec la lame joue un rôle primordial dans le mécanisme étudié. Il est alors important que cette déformation provienne uniquement de la présence de la lame. L'influence des bords ne doit pas se faire ressentir, et ceux-ci doivent être suffisamment éloignés de la zone observée. Une cuve de 10 cm et 15 cm de côtés semble être de taille raisonnable. La distance entre les bords et la plaque est de l'ordre de 30 longueurs capillaires, soit 30 fois la distance sur laquelle les effets capillaires se font ressentir. Nous pouvons donc considérer les effets de bord comme négligeables.

Au départ, nous avons utilisé des cuves simples que nous posions sur le plateau inférieur de la machine. Cependant, avec ces cuves, nous étions régulièrement confrontés à des difficultés dues à des défauts d'alignement. En effet, le parallélisme entre l'arête de la lame de verre et la surface du fluide fait partie des conditions essentielles lors de la mise en contact lame/fluide. Or, la mauvaise horizontalité de la cuve et la tendance de l'interface à se courber en raison d'effets élastiques du matériau, ne permettent pas de satisfaire facilement à cette condition.

Cela nous a donc amené à réfléchir à des solutions permettant de pallier à ces problèmes. Nous avons construit une nouvelle cuve de bords parfaitement plans. Elle est portée par un support fixé sur l'adaptateur du socle de la machine, qui a l'avantage d'être muni des vis permettant un réglage précis de l'horizontalité de la cuve.

Ensuite, afin de corriger le défaut de planéité de la surface du fluide, il a fallu trouver une solution pour lisser cette surface et effacer sa courbure. Nous avons procédé par arasement du fluide en s'appuyant sur les bords de la cuve. Plusieurs procédures ont été testées. Le résultat dépend de la vitesse de raclage, de l'angle entre la plaque de raclage et la surface du fluide et de l'état de surface de cette plaque (souvent, des vagues se formaient à la surface). Nous avons abouti à une solution qui consiste à araser la surface à vitesse constante et avec une plaque inclinée de 45 ° et d'arête inférieure lisse. Nous avons, ainsi, monté un système de raclage que nous avons fixé au dessus de la cuve (Fig.2.15). Ce système contient une plaque en métal coulissante sur les bords supérieures de la cuve, reliée, d'un coté à la traverse de la machine de force, et, de l'autre coté, à un ressort. Remonter la traverse, à vitesse constante, permet d'entraîner la plaque, qui avance, à la même vitesse, en raclant la surface du fluide. A l'arrivée en bout de cuve, la plaque est soulevée avant qu'elle soit lâchée pour qu'elle retrouve sa position initiale. Cette solution nous permettait d'avoir une surface plane pendant quelques minutes. La mesure doit se faire rapidement, parce qu'au cours du temps, cette surface tend à se courber de nouveau en raison d'effets élastiques dans le fluide.

FIGURE 2.15 – Photo du système de raclage monté sur la cuve.

Pince : Nous avons utilisé une pince à mâchoires plates (Fig.2.16) . Elle était conçue, non seulement pour fixer l'objet solide à utiliser (lame, plaque ou cylindre) et assurer sa droiture mais aussi pour permettre d'ajuster finement sa position (verticalité et horizontalité) et optimiser ainsi le parallélisme entre sa section inférieure et la surface du fluide, conditions indispensables pour une mesure contrôlée.

FIGURE 2.16 – Photo de la pince.

2.3 Procédures expérimentales

Nous avons réalisé toutes les mesures à une température pratiquement constante (23 $\pm 2\,^{\circ}$C).

2.3.1 Mesures en profondeur

2.3.1.1 Protocole de mise en place

Afin d'assurer la reproductibilité des expériences, nous avons établi un protocole de mise en place.

La première étape de cette mise en place consiste à charger, convenablement, le volume de fluide désiré pour l'expérience dans le récipient. Cette tâche, qui parait simple, peut être très complexe dans le cas de certains fluides. C'est pourquoi nous avons adapté la procédure à chacun des matériaux utilisés :

Carbopol : la difficulté rencontrée avec ce matériau est la formation des bulles d'air. Pour limiter ce problème, nous chargeons d'abord le fluide en le faisant couler sur les bords du récipient. Ensuite, nous éliminons des bulles restantes en les faisant remonter à la surface, à l'aide d'un agitateur à tige. La pale d'agitation, initialement située au fond du récipient, est remontée à chaque fois qu'il n y a plus de bulles à son niveau. Entre cette phase et la première mesure, le matériau doit rester au repos quelques heures. En général, nous effectuons cette étape de mise en place la veille de la réalisation des mesures.

Emulsion : il est possible d'incorporer des bulles d'air en chargeant ce matériau dans le récipient. Pour les chasser, il suffit de vibrer/tapoter légèrement le récipient sur le paillasse.

Fromage blanc : ce matériau a tendance à former des agglomérats quand il reste longtemps au repos. Afin de les briser et d'avoir un matériau homogène, nous mixons le

volume à utiliser pendant 15 min avant chaque série de mesures.

Mousse : la mise en place de ce matériau a été particulièrement difficile. Tout d'abord, lors du remplissage du récipient, de grosses poches d'air se forment inévitablement. Ce problème a pu être évité en tassant le matériau tout au long du remplissage. La difficulté à laquelle nous étions confronté ensuite est la forte dépendance des mesures à la méthode de tassement. Pour que les mesures soient reproductibles, il fallait veiller à ce que le matériau soit tassé de la même façon tout au long du chargement, que cette méthode soit reproductible d'un remplissage à l'autre mais aussi que la phase de chargement ne dure pas longtemps. En effet, un autre problème rencontré avec la mousse est le temps de repos avant la mesure. Une mesure de force réalisée pendant les 10 min qui suivent la fin du remplissage donne une courbe quelconque. Au delà de cette durée, les mesures donnent des résultats représentatifs mais dépendant du temps de repos avant la mesure. Ce temps peut varier de 10 à 30 min. A des temps de repos plus longs, le phénomène de drainage fait que la structure de la mousse n'est plus la même tout au long du récipient.

Une fois le matériau mis en place, la plaque est précautionneusement enduite d'une fine couche du produit testé. Ceci a pour effet d'assurer l'adhérence du fluide et d'éviter la présence d'air dans les aspérités. Ensuite, elle est fixée sur la pince et l'alignement est réglé : la verticalité de la plaque et le parallélisme entre sa section inférieure et la surface du fluide. Le récipient est positionné de sorte que la plaque soit placée dans son plan de symétrie.

2.3.1.2 Mesure de force

Nous commençons par créer la séquence de mesure (enfoncement, retrait, arrêt). Nous fixons la vitesse de la plaque, les distances d'arrêt ou de changement de sens de mouvement et la durée d'arrêt en cas de mesure de relaxation. Ensuite, la deuxième étape consiste à initialiser le déplacement, $h = 0$ au niveau de la surface du fluide. Nous imposons le zéro en approchant, au maximum, la surface du fluide sans la toucher, ensuite lors du traitement des données, nous utilisons le tracé de la force F en fonction de h, pour corriger cette définition en considérant le vrai zéro au point où la force commence à augmenter.

Enfin, nous tarons la force (le poids de la plaque est ainsi retiré) et nous lançons la mesure de la force en fonction du déplacement de la plaque (fig.2.17), toujours en partant de la plaque en dehors du bain.

Enfoncement : la plaque se déplace vers le bas à vitesse constante (V). Au cours de son mouvement, elle occupe différentes positions par rapport au fluide (voir Fig.2.18) et arrivée à une profondeur donnée, le mouvement et l'enregistrement de la force sont arrêtés.

Retrait : nous commençons également la mesure en partant de l'extérieure du bain, la plaque est d'abord enfoncée à vitesse constante (V) dans le fluide jusqu'à une profondeur donnée. Ensuite, sans marquer d'arrêt, elle est retirée à la même vitesse jusqu'à sa sortie

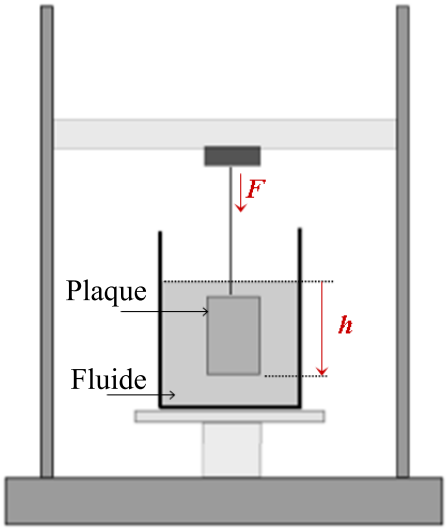


FIGURE 2.17 – Mesure de force.

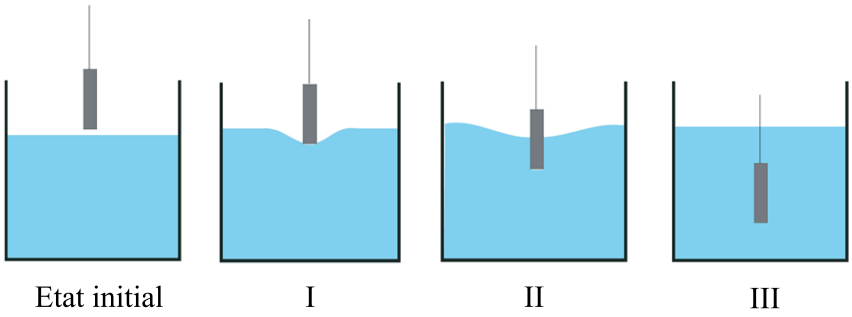


FIGURE 2.18 – Principales positions occupées par la plaque lors de son enfoncement dans le fluide.

totale du bain.

Relaxation : pour une mesure quand la plaque est complètement immergée, la plaque est enfoncée dans le fluide à vitesse constante jusqu'à son immersion totale. Une fois complètement immergée, elle est brutalement arrêtée et la force nécessaire pour la maintenir en position fixe est enregistrée dans le temps. La procédure suivie dans le cas d'une mesure sur la plaque en étant partiellement immergée est légèrement différente. En effet, afin d'améliorer la précision sur la mesure (voir les détails dans le chapitre III), cette même procédure est renouvelée deux ou trois fois en arrêtant la plaque et en mesurant la relaxation de la force à des profondeurs de pénétration différentes, avant qu'elle soit complètement immergée.

Mesure de la poussée d'Archimède : nous immergeons totalement la plaque dans un fluide newtonien (eau) et nous mesurons la force exercée par le fluide sur la plaque à l'arrêt. Ensuite, nous déterminons la poussée d'Archimède en moyennant une correction sur la densité du matériau.

2.3.1.3 Mesure par PIV (Particule Image Velocimetry)

La PIV est une technique non-intrusive de mesure des vitesses dans un fluide. Elle permet de déterminer les composantes bidimensionnelles de la vitesse dans une section plane de l'écoulement. De plus, elle présente la caractéristique de pouvoir évaluer un champ instantané de vitesses dans un plan complet de l'écoulement, plutôt qu'une vitesse en un point au cours du temps. Pour notre étude, cette aptitude à accéder à la répartition spatiale du vecteur vitesse en fait une technique de caractérisation complémentaire aux mesures de force le long de la plaque.

Principe de la PIV : le principe de la PIV consiste à identifier le déplacement de particules placées dans un écoulement, sur deux images successives séparées d'un intervalle de temps très court. En éclairant une tranche de l'écoulement par une nappe laser très mince, ces particules traceurs sont rendues visibles, il est alors possible de suivre leurs mouvements. Les images enregistrées sont traitées par des algorithmes de corrélation utilisant la transformée de Fourier ainsi que par différents filtres pour déterminer les positions successives des particules et en déduire leur vitesse et les champs reliés. Plus précisément pour une analyse 2D, les paires d'images successives sont traitées par corrélation croisée. Un maillage est généré dans chacune des images obtenues (fig.2.19). A chaque maille de chaque image est attribuée une fonction $f(k,l)$, où k et l sont les coordonnées des pixels suivant les axes X et Y. Cette fonction représente le niveau de gris au point de coordonnées k,l. Soient f(k,l) et g(k,l), les deux fonctions associées au même carré d'interrogation (N x M) de deux images successives, la corrélation croisée discrète est obtenue par la relation suivante :

$$C_{fg}(u,v) = \frac{1}{N.M} \sum_{k=0}^{N-1} (\sum_{l=0}^{M-1} f(k,l) g(k-u, l-v)) \tag{2.6}$$

où u et v sont des déplacements en pixels. Le calcul de cette fonction s'effectue par transformée de Fourrier rapide (FFT). La maximisation de cette fonction permet de trouver U et V, qui sont respectivement les déplacements les plus probables des particules présentes dans la maille de calcul suivant les axes X et Y (fig.2.19).
La vitesse au centre de chaque maille est ensuite déduite de ce déplacement en le divisant par le pas de temps séparant deux images :

$$V(x,t) = \frac{\Delta x}{\Delta t} \tag{2.7}$$

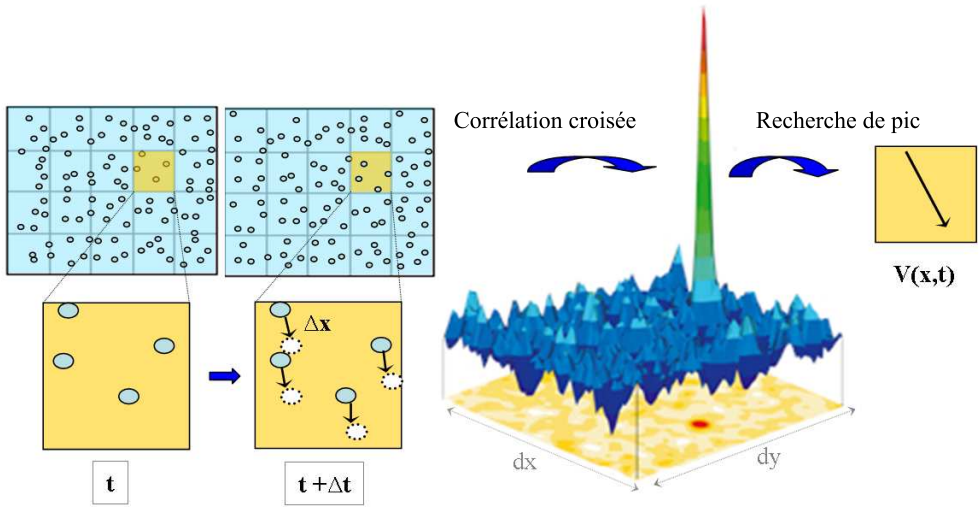


FIGURE 2.19 – Principe de la corrélation croisée.

Les carrés de corrélation peuvent prendre différentes formes et peuvent être choisis à des positions proches mais différentes entre les deux images comparées.

La taille des carrés de corrélation est déterminée par le nombre de particules présentes dans cette surface. Théoriquement, il faut 5 ou 6 particules par carré pour obtenir une bonne qualité d'analyse. En pratique, suivant le logiciel utilisé, des résultats tout à fait corrects sont obtenus dès lors qu'il y a deux particules.

L'intervalle de temps entre deux images successives est un paramètre important. Si sa valeur est trop élevée, les particules sortent de l'image et ne sont donc plus dans le champ d'observation et si sa valeur est trop faible, alors les particules sont trop proches les unes des autres et nous ne pouvons pas étudier leur mouvement.

Protocole de mesure : nous mettons en œuvre cette technique en suivant les étapes suivantes :
- Mise en place du fluide suivant la procédure expliquée ci dessus pour le carbopol.
- Éclairage de la zone d'étude de l'écoulement en veillant à ce que la nappe laser soit perpendiculaire au plan de la plaque.

- Réglages nécessaires pour que les marqueurs apparaissent suffisamment grands pour être détectés et petits pour être assez nombreux pour mettre en oeuvre la PIV.
- Descente verticale de la plaque dans le fluide à vitesse constante.
- Enregistrement des images de l'écoulement.
- Traitement des images par techniques de corrélation pour déterminer les positions successives de particules.

Pour éviter toute variation des mesures due aux conditions expérimentales (réglages de la caméra et du laser, état du fluide...), chaque série de mesures à différentes vitesses a été réalisée en une seule journée.

Les vitesses V étudiées sont 0.03 mm.s^{-1}, 0.1 mm.s^{-1}, 0.3 mm.s^{-1}, 1 mm.s^{-1}, 3 mm.s^{-1}, 5 mm.s^{-1} et 10 mm.s^{-1}. Nous n'avons pas pu étudié des vitesses en dehors de cette gamme, car leur exploitation ne donne pas toujours des résultats concluants. En effet, les vitesses très élevées génèrent un écoulement trop rapide pour une analyse PIV.

Zone d'étude : le champ de vision de la caméra recouvre une surface fixe du récipient, représentant 5 cm de hauteur et 6.5 cm de largeur. Le haut du champ se situe à environ 5 cm en dessous de la surface libre du fluide. La plaque est située au centre du champ. A noter, qu'avec cette configuration, un seul côté de la plaque est éclairé par le laser et donc l'écoulement sera étudié uniquement sur ce coté (voir fig.2.20).

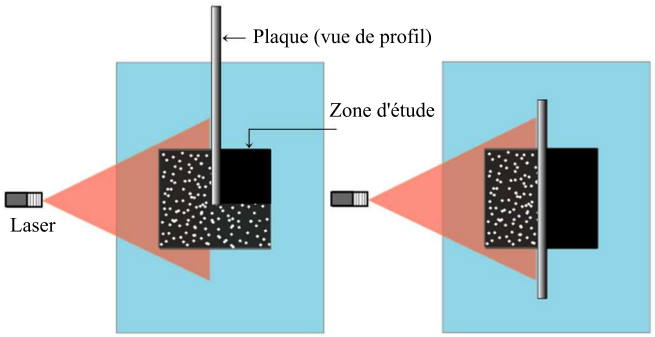


FIGURE 2.20 – Zone d'étude de l'écoulement. Image vue par la caméra superposée à cette zone : (a) type d'images permettant d'étudier ce qui se passe à la l'amant de la plaque (b) image type utilisée pour étudier l'écoulement parallèle à la plaque.

Acquisition des images : nous enregistrons les images dans le noir, à une fréquence de 15 images par seconde à l'exception d'une seule mesure réalisée à une vitesse de 0.03

$mm.s^{-1}$ où nous avons réduit la fréquence d'acquisition à 15/8 images par seconde. L'enregistrement des images commence quand la plaque s'approche de la zone d'étude. La durée du film est celle nécessaire pour que la plaque parcourt de 15 à 20 cm. Elle dépend de la vitesse de la plaque.

Exploitation des données : une fois les images enregistrées dans le logiciel Davis, nous réalisons l'étalonnage spatial, en nous basant sur le déplacement connu de la plaque en une seconde de film. Pour l'échelle de temps, nous renseignons le logiciel sur l'intervalle de temps entre deux images successives. Mais, les images chargées ne seront pas toutes utilisées pour étudier l'écoulement. La séquence à analyser doit être constituée d'images séparées par un intervalle de temps qui répond aux exigences de la PIV. Nous choisissons alors une image sur X avec un incrément déterminé de telle sorte que le déplacement des particules représente 5 à 10 pixels ce qui correspond à 0.3 - 0.6 mm dans nos expériences. La caméra que l'on utilise ne pouvant pas enregistrer plus de 15 images par seconde, cette contrainte empêche l'analyse des films pour lesquels la plaque se déplace à une vitesse supérieure à 10 $mm.s^{-1}$.

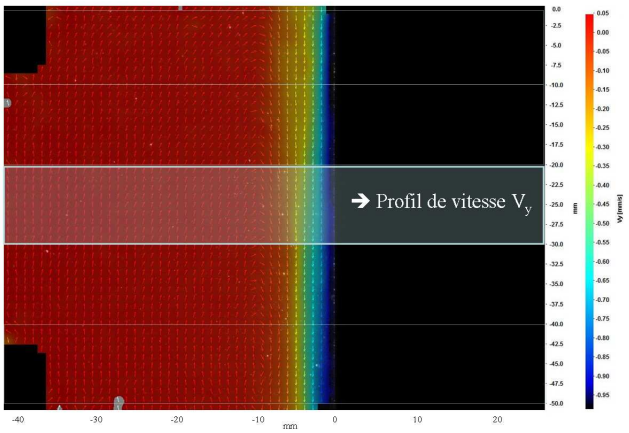


FIGURE 2.21 – Exemple de champs de vitesse moyen obtenu avec une séquence d'image (vitesse de la plaque $1mm.s^{-1}$). La nappe de couleur : valeurs de la vitesse verticale V_y. Les flèches : Orientation des vecteurs vitesses .

Lorsque le calcul est lancé, la pile d'images est soumise à plusieurs opérations de corrélation décrites dans la partie 'principe de la PIV', en commençant par des grands carrés d'interrogation de 128 x 128 pixels pour affiner les résultats et en diminuant progressivement leur taille jusqu'à des carrés de 32 x 32 pixels. Près de la plaque, nous ne pouvons pas choisir des fenêtres plus petites car le déplacement minimum n'est plus respecté. Nous utilisons aussi le paramètre 'overlap' qui permet un recouvrement entre les carrés de corrélation. Une fois le calcul terminé, nous obtenons la valeur du vecteur vitesse pour chaque

carré d'interrogation.
Pour minimiser les erreurs lors du calcul de corrélation, nous avons réduit la zone d'étude à la partie de l'image qui nous intéresse en supprimant, grâce à un masque géométrique, la zone non éclairée (située à droite de la plaque), les coins en haut et en bas à droite et la plaque (voir fig.2.21).

Afin d'obtenir un champ de vitesse limitant les vecteurs aberrants (c'est-à-dire les vecteurs très différents de leurs plus proches voisins) dans cette zone d'étude, il est nécessaire d'évaluer une moyenne des champs sur une séquence d'images. Dans ce but, nous avons utilisé une fonction du logiciel, qui permet de moyenner les corrélations de l'ensemble de la séquence et obtenir un unique champ de vitesses. Quelle que soit la vitesse de la plaque, la moyenne des champs de vitesses calculée sur plusieurs images correspond à un déplacement de la plaque d'un centimètre. Ainsi, chaque film comporte au minimum 15 séquences car le déplacement vertical total de la plaque est d'au moins 15 cm. A chaque séquence nous associons un champ de vitesse moyen (fig.2.21), ce qui correspond en quelque sorte à une moyenne temporelle de l'écoulement.

Ensuite, chaque champ de vitesse moyen est découpé en 5 bandes de 1 cm d'épaisseur sur lesquelles sont extraits des profils de vitesse V_y (fig.2.21). Il s'agit cette fois-ci d'une moyenne spatiale de l'écoulement qui permet d'atténuer les imprécisions de calcul inhérentes à la PIV.

2.3.2 Expériences de mouillage

Les expériences de mouillage visent à mesurer la force capillaire le long d'une lame solide en contact (faible surface) avec un fluide à seuil et de caractériser le dépôt du fluide sur une plaque solide rugueuse lors de sa sortie d'un bain de fluide à vitesse constante.

Mesure de force capillaire

La mise en contact de la plaque avec le fluide est une étape déterminante. La moindre imperfection de l'alignement entre la lame et la surface du fluide remet en cause la suite de la mesure : la lame doit arriver perpendiculairement à la surface du fluide, sa section inférieure doit être parfaitement parallèle à cette surface et son mouvement doit être arrêté au premier contact. En général, l'origine de ces problèmes est la tendance de l'interface à se courber à cause d'effets élastiques du matériau. Ceci a donc rendu fastidieuse cette étape de la mesure. La procédure de mise en contact a été sans cesse optimisée et, au final, nous avons retenue la suivante :

- Réglage de l'horizontalité de la cuve à vide, à l'aide d'un niveau et des vis situés en dessous de la cuve.

- Réglage de la verticalité de la pince et par conséquent celle de la lame.

- Dans un récipient à part, agitation du fluide à étudier dans le but de le liquéfier.

- Remplissage (à ras bord) de la cuve avec ce fluide et élimination des bulles d'air incluses à l'aide d'une pipette plastique.

- Raclage de la surface du fluide à vitesse constante (1 $mm.s^{-1}$), avec une plaque métallique faisant 45 ° avec la surface du fluide.

- Placement de la lame (préalablement nettoyée) en butée dans les mâchoires de la pince et rapprochement de l'ensemble de la surface du fluide.

- Arrêt à quelques millimètres de la surface du fluide et correction (s'il le faut) du parallélisme entre la section inférieure de la lame et la surface du fluide (à l'aide des vis situées sur la pince) en s'appuyant sur le reflet de la lame dans le fluide.

- Tarage de la force.

- Rapprochement de la lame du fluide à très faible vitesse [2-10 μ $m.s^{-1}$] tout en surveillant la mesure de force.

- Détection du premier contact quand un saut de force est observé. Arrêt du mouvement et définition du zéro du déplacement.

La mesure de la force à l'arrêt nous donne la force capillaire. Pour la mesure de la tension de surface, nous procédons à des mesures en arrachement. Pour cela, juste après la définition du zéro, la plaque est retirée lentement en dehors du bain, de façon à éviter toute contribution visqueuse, et la force est suivie au cours du temps.

Afin d'étudier l'impact de l'enfoncement initial de la lame dans le fluide cette procédure à été légèrement modifiée. Une fois le zéro du déplacement est définie, la lame est d'abord enfoncée dans le fluide jusqu'à une profondeur donnée puis sans marquer l'arrêt retireé en dehors du bain.

Notons qu'entre une mesure et la suivante, la surface est lissée, la lame est changée et l'alignement est de nouveau ajusté.

Ces mesures ont été réalisées sur des solutions de carbopol. A titre de comparaison, des mesures similaires ont été réalisées sur des fluides newtoniens (glycérol, eau et huile de silicone).

Expériences de dépôt de fluide

Concernant l'étude du dépôt de fluide sur la plaque lors de sa sortie du bain, nous avons ré-exploité les résultats des mesures en profondeur (retrait) dont la procédure est exposée dans la partie 2.3.1 de ce chapitre. A noter, que ces mesures sont réalisées avec des plaques largement plus épaisses que les lames utilisées lors des essais à faibles zones de contact, et qu'elles présentent des surfaces rugueuses (papier de verre).

Chapitre 3

Interaction Fluide/Solide : Écoulement *en profondeur*

Dans ce chapitre, nous présenterons les résultats des essais réalisés *en profondeur*, c'est-à-dire loin de la surface du fluide. Ces résultats peuvent être classés en quatre parties. Dans les trois premières parties nous décrirons l'écoulement en enfoncement via des mesures macroscopiques, locales et des observations qualitatives. Puis, dans la dernière partie, nous analyserons l'écoulement en retrait.

3.1 Pénétration d'une plaque solide dans un fluide à seuil : Mesures macroscopiques

Les mesures de force, dont nous exposerons les résultats dans ce chapitre, ont été conduites selon la procédure présentée page 70.

La force brute enregistrée pendant les essais *en profondeur*, peut être exprimée comme étant la somme de différentes forces exercées par le matériau sur la plaque au cours de son déplacement. Ces termes sont la force visqueuse le long de la plaque, F_v, la poussée d'Archimède, F_g, la force capillaire, agissant uniquement lorsque la plaque est partiellement immergée, et enfin la force visqueuse le long de la barre, F_{barre}, intervenant dans le régime complètement immergé. Nous exprimons la poussée d'Archimède sous la forme $F_g = \rho.g.S.h_i$, où ρ est la densité du fluide, g la gravité, h_i la profondeur effective de pénétration et S la section transversale de la plaque. A noter que l'aire de la section de la plaque (en tenant compte du papier de verre collé dessus) est déterminée, avec précision, à partir des mesures de F_g, à différentes profondeurs d'immersion de la plaque dans un fluide newtonien au repos. Elle est calculée à partir de la pente de la droite donnant F_g en fonction de h_i. La force, F_{barre} est, également, estimée séparément à partir d'un essai dans les mêmes conditions (avec un fluide à seuil et à la même vitesse de déplacement), mais en enfonçant la barre sans la plaque.

3.1.1 Évolution de la force en fonction de la profondeur de pénétration

3.1.1.1 Identification des différents régimes

Sur la figure 3.1 est représentée une courbe typique de la force (F) enregistrée en fonction de la profondeur d'immersion (h). Nous rappelons que h correspond à la distance entre la pointe de la plaque et le niveau initial (horizontal) de la surface libre du fluide.

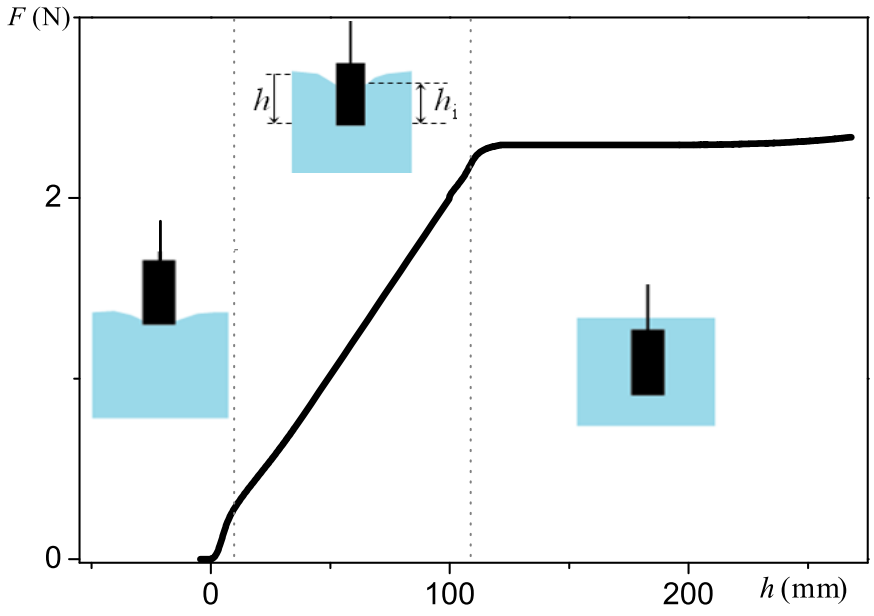


FIGURE 3.1 – Courbe typique de la force en fonction de la profondeur d'immersion obtenue lors d'un test sur la plaque en mouvement (ici V =0.1 mm.s^{-1}) à travers un matériau viscoplastique (ici, carrbopol).

A partir de cette courbe, nous pouvons distinguer trois régimes en fonction de la position de la plaque dans le fluide : (I) dès le premier contact jusqu'à la pénétration effective ; (II) la plaque est partiellement immergée ; (III) la plaque est entièrement immergée. Les caractéristiques d'écoulement dans ces différents régimes sont les suivantes :

(I) Lorsque la plaque entre en contact avec le fluide, elle ne pénètre pas immédiatement : d'abord, des effets de tension superficielle se produisent, entraînant une légère baisse de la force, qui n'est visible que dans le cas de certains matériaux de très faible seuil (voir l'explication dans le chapitre 4). Ensuite, la force augmente rapidement (voir Fig. 3.1), pendant que la surface libre du matériau se déforme sur une distance significative par

rapport à son niveau initial, horizontal. Lors de cette étape, la pénétration effective de la plaque, en dessous de la surface libre, est négligeable, et elle est due aux effets de tension superficielle. En outre, la déformation du matériau est essentiellement élastique. En effet, nous avons remarqué que, si la plaque est retirée vers l'extérieur du bain, la surface libre retrouve sa position initiale. Nous concluons que, dans ce premier régime, la plaque avance tout simplement en déformant le matériau dans son régime élastique sans y pénétrer. Arrivée à une certaine profondeur critique, la plaque commence à pénétrer le fluide, ce qui correspond au début du Régime II.

(II) Dans ce régime la plaque pénètre progressivement le fluide, tout en étant partiellement immergée. Notons qu'une légère déformation supplémentaire de la surface libre est observée au début de ce régime. Tout au long de cette phase, la force semble augmenter à peu près linéairement en fonction de la profondeur d'immersion, et ceci, jusqu'à ce que la plaque soit complètement immergée (voir Fig. 3.1), ce qui est associé au début du Régime III.

(III) Lorsque la plaque est entièrement immergée, la force reste constante, sauf à l'approche du fond du récipient où elle augmente légèrement, sous l'effet de la résistance du fond du récipient (voir Fig. 3.1).

3.1.1.2 Analyse de l'écoulement le long de la plaque

Durant la pénétration de la plaque dans le fluide (Régimes I et II), plusieurs phénomènes coexistent : la tension de surface, la déformation élastique de la surface libre (avant et après la pénétration effective), la déformation du matériau à la pointe de la plaque une fois immergée et la viscosité du fluide, qui joue un rôle d'autant plus important que la plaque rentre davantage dans le fluide. L'écoulement généré le long de la plaque, dans ces deux régimes, est alors assez complexe et nous ne pouvons pas interpréter facilement les courbes de force en fonction du déplacement. La force enregistrée comprend à la fois une composante liée à la déformation élastique de l'échantillon, une force visqueuse associée à l'écoulement du matériau dans son régime liquide autour de la plaque et un terme dû aux effets de tension superficielle. Le fait que cette force tende vers une augmentation linéaire par rapport au déplacement de la plaque, prouve que certains de ses termes constitutifs tendent vers des valeurs constantes au cours de la pénétration et d'autres croissent, toujours, linéairement avec la profondeur d'immersion (h). Nous avons, ainsi, analysé cette courbe à partir de sa dérivée (dF/dh) qui représente l'incrément de force nécessaire pour faire rentrer la plaque d'une longueur dh dans le matériau. L'avantage de cette méthode d'analyse est la mise en évidence des termes qui évoluent au cours de la pénétration et ainsi permettre l'étude de leurs évolutions, sans avoir besoin de connaître les autres termes constants.

L'allure typique de cette courbe dérivée est donnée par la figure 3.2. Sur cette courbe, nous distinguons d'abord un accroissement rapide. Une explication possible de cet accroissement consiste à le relier à l'évolution de l'angle de contact entre le fluide et la plaque sur les premiers millimètres. Dans le Régime I, le matériau se déforme dans son régime élastique

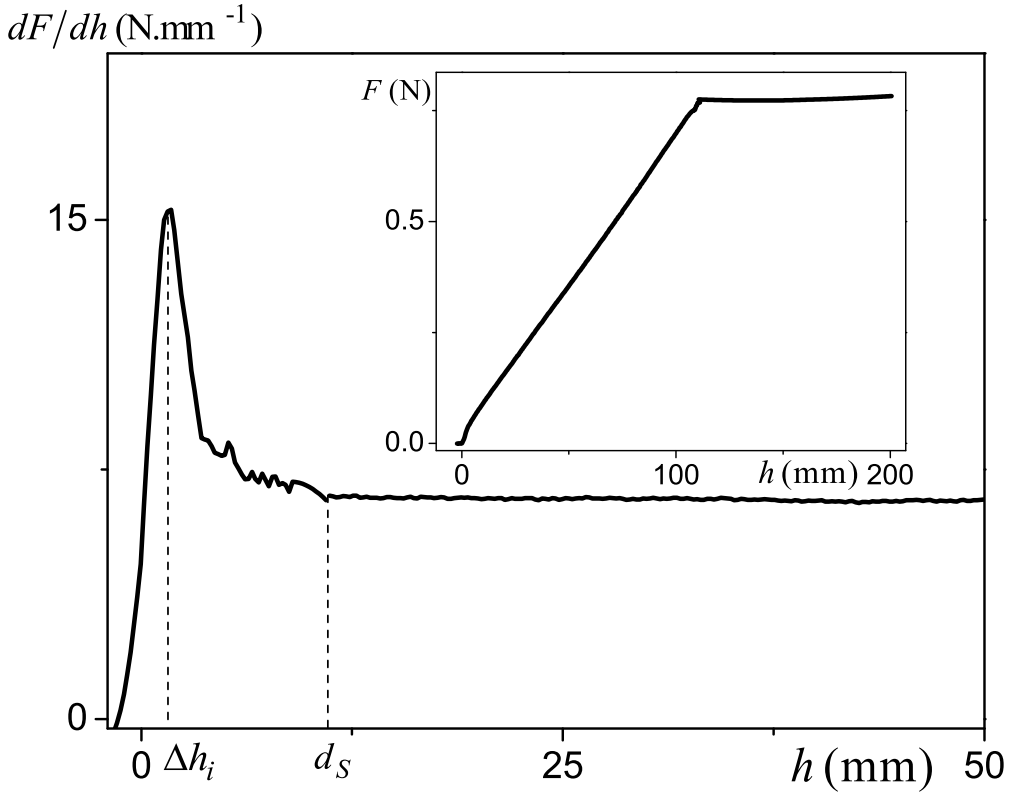


FIGURE 3.2 – Variation de la force par unité de distance en fonction de la profondeur d'immersion. L'insert montre la courbe associée de la force, lors d'un test de déplacement de la plaque à 1 mm.s^{-1} dans l'émulsion à 82,5%.

et la ligne triple (fluide/plaque/air) se déforme tout en restant ancrée sur la pointe de la plaque. Cela entraîne l'augmentation de l'angle de contact, tout au long de ce régime. Et, bien que la force de mouillage associée à cet angle de contact reste négligeable par rapport à la force due à la déformation élastique du matériau, sa dérivée peut être à l'origine de l'accroissement remarqué sur la courbe de la figure 3.2. A noter que, cet accroissement a été, également, enregistré sur un fluide newtonien, dans les mêmes conditions de mesure et qu'un résultat typique de la déformation d'un matériau élastique, dans des conditions différentes est une proportionnalité de la force avec le déplacement (voir par exemple [14]), ce qui conduirait à une valeur constante en dérivée.

Au bout d'une certaine profondeur d'enfoncement critique, la plaque pénètre dans le fluide, ce qui marque la fin du premier régime et le début du deuxième. Durant le premier régime, le système stocke de l'énergie élastique. Par conséquent, nous nous attendons à ce

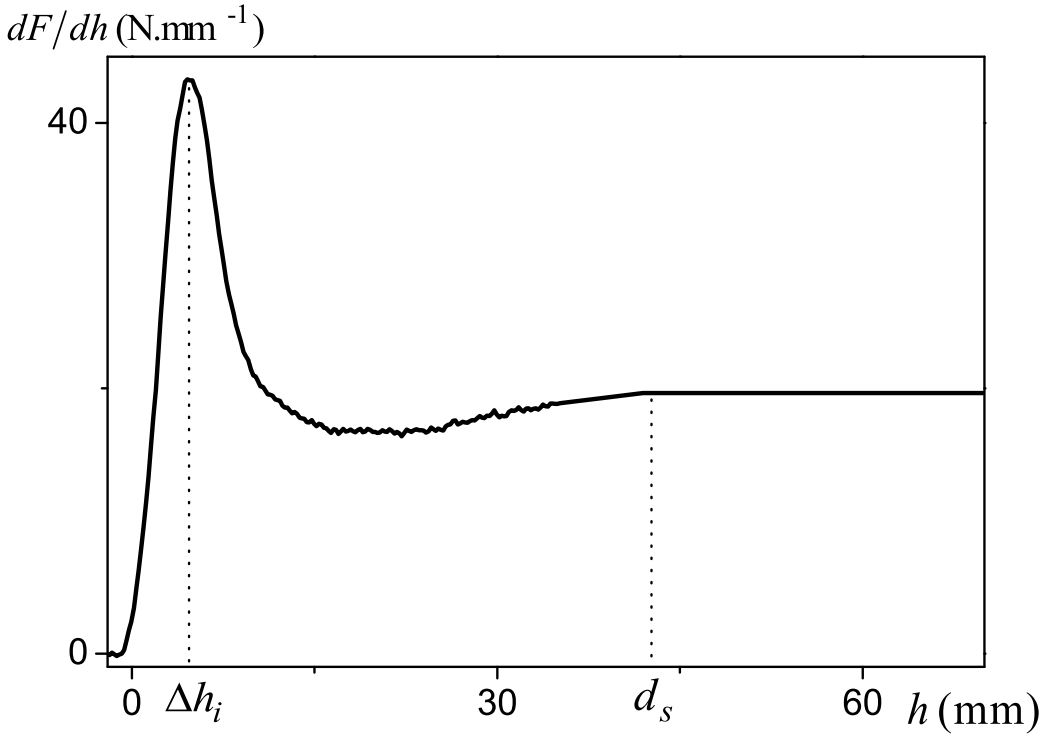


FIGURE 3.3 – Variation de la force par unité de distance en fonction de la profondeur d'immersion obtenue pour le carbopol C5, à partir de la courbe donnée par la figure 3.1.

que, dès que la plaque commence à pénétrer, ce processus de stockage diminue rapidement, voire s'arrête, tandis que les effets visqueux associés à l'écoulement du matériau, dans son régime liquide le long de la plaque, commencent à s'installer. Plus particulièrement, nous nous attendons à un changement de l'évolution de la force à la transition entre les deux régimes. Il semble raisonnable de considérer que cette transition se produit au niveau du pic de la courbe dérivée (fig.3.2), associé à un déplacement Δh_i. Nos observations qualitatives de la surface libre de l'échantillon pendant le mouvement de la plaque tendent à confirmer cette hypothèse. Il s'ensuit que, dans le Régime II, la longueur effective immergée est $h_i \approx h - \Delta h_i$.

Une fois que la plaque a pénétré dans le fluide, dF/dh diminue rapidement avant d'atteindre finalement une valeur constante (fig.3.2). La partie décroissante de cette courbe est probablement due à des déformations élastiques résiduelles dans le régime liquide, qui s'atténuent très rapidement. Nous avons remarqué qu'après la pénétration de la plaque, la surface du fluide continue à se déformer (de façon moins significative par rapport au Regime I) mais uniquement sur les premiers millimètres, et, ensuite elle se stabilise. Le plateau de la courbe dérivée, montre qu'il n'y a pas de stockage supplémentaire ou perte

de l'élasticité dans les zones supérieures du fluide.

La plaque, en avançant, arrive de façon continue sur des zones solides du matériau, qu'elle déforme toujours de la même façon. Ainsi, le terme de force qui résulte de cette déformation du matériau situé en dessous de la pointe de la plaque, ne doit pas varier beaucoup avec la profondeur d'immersion. Nous en déduisons que l'augmentation linéaire de la force avec le déplacement, dans ce deuxième régime, est due uniquement à l'augmentation de la surface de contact plaque/fluide. Ces forces qui augmentent avec h sont la poussée d'Archimède et la force due à l'écoulement du matériau dans son régime liquide, le long de la plaque. Les autres termes de la force, dus au reste de l'écoulement liquide loin de la plaque, à la déformation élastique et à la force de mouillage, restent constants tout au long de l'enfoncement. A partir de la dérivée de la force dans le Régime II, nous pouvons donc calculer la contrainte visqueuse stationnaire associée à l'écoulement dans le régime liquide le long de la plaque.

Cette courbe dérivée nous permet également d'identifier une longueur d'entrée (d_s), qui correspond à la profondeur au-delà de laquelle le régime stationnaire est atteint ($dF/dh =$ Cst.) (voir Fig. 3.2). Étonnamment, cette longueur caractéristique semble ne pas dépendre des dimensions de la plaque et du récipient. Elle est quasiment la même (environ 10 mm) pour l'émulsion, la mousse et le fromage blanc ; néanmoins dans le cas des solutions de carbopol elle prend une valeur plus importante (voir Fig.3.3). Cela est, probablement, dû aux effets élastiques résiduels (après la pénétration effective) qui sont plus significatifs dans le cas des solutions de carbopol et dont l'atténuation se fait plus lentement par rapport aux autres matériaux.

3.1.2 Contrainte de cisaillement le long de la plaque en mouvement

3.1.2.1 Dépendance des paramètres géométriques du système

Régime II : plaque partiellement immergée

Nous avons vu, dans le paragraphe précédent, qu'en considérant la dérivée de F par rapport à h, nous nous affranchissons a priori des termes constants dans le régime stationnaire ($h > d_s$). Dans ce cas, l'incrément de force représente la somme d'un terme de viscosité et de la poussée d'Archimède. Nous en déduisons que dans ce régime (II), pour une vitesse donnée, la contrainte de cisaillement associée au régime liquide le long de la plaque est constante et uniforme. Elle peut être déduite à partir de l'équation suivante :

$$\tau = \frac{1}{P}.[\frac{dF}{dh} - \rho.g.S] \tag{3.1}$$

où $P = 2(L + E)$ est le périmètre de la plaque et $S = LE$ sa section.

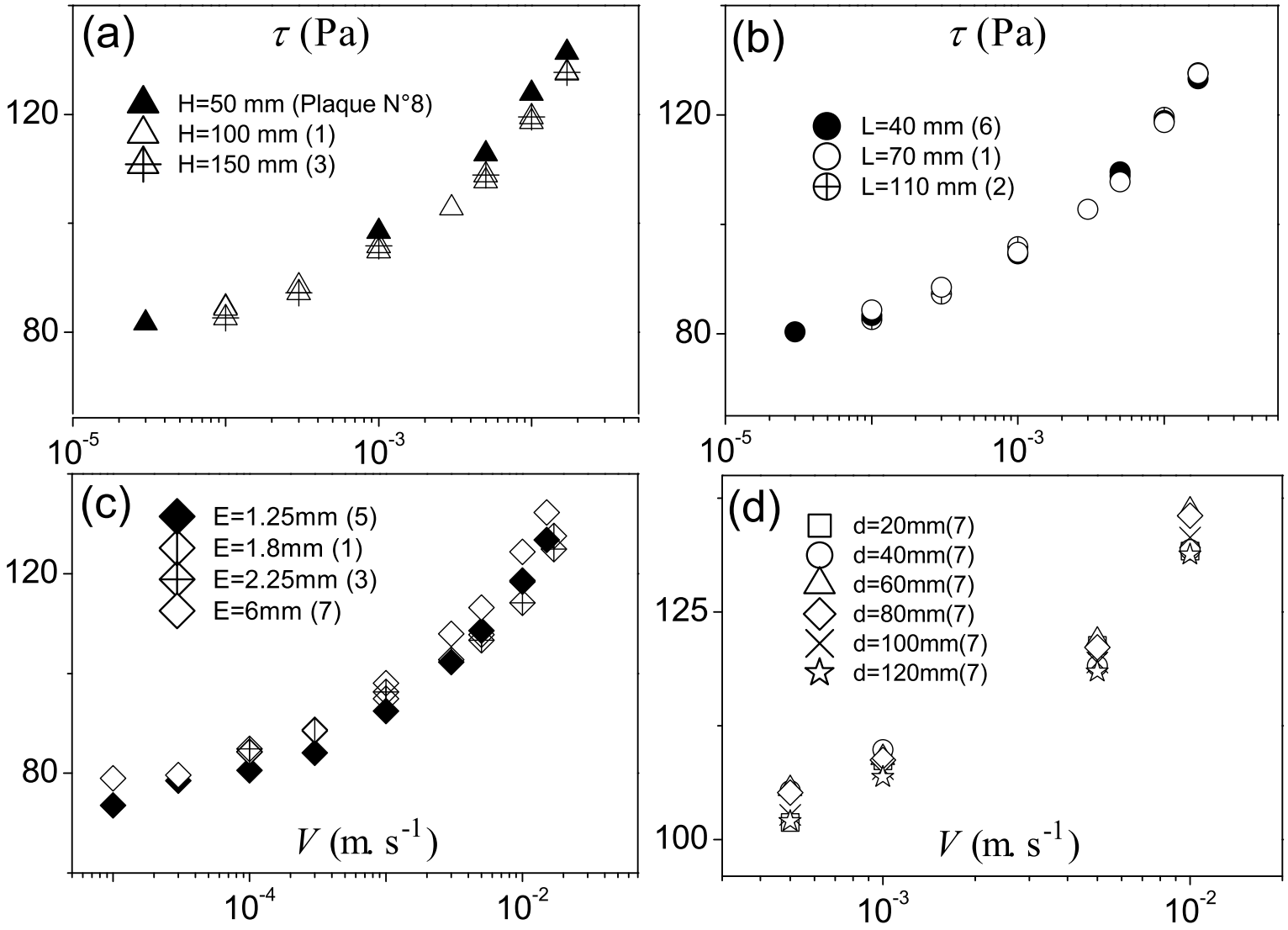


FIGURE 3.4 – La contrainte de cisaillement le long de la plaque, déterminée à partir de l'incrément de force dans le Régime II en fonction de la vitesse de la plaque pour le matériau C5 et différents paramètres géométriques du système.

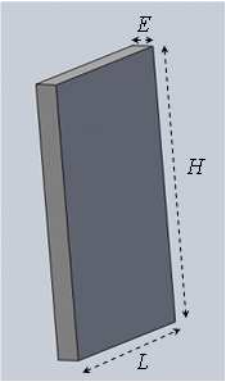


FIGURE 3.5 – Notation : Dimensions de la plaque

Jusqu'ici nous n'avons pas noté de dépendance de l'écoulement par rapport aux paramètres géométriques de la plaque. Les seules longueurs caractéristiques distinguées Δh_i et d_s ne varient pas avec les dimensions de la plaque. De plus, comme cette méthode d'analyse ne tient pas compte de ce qui se passe à la pointe de la plaque, nous nous attendons à ce que à chaque mesure réalisée sur un matériau donné et à une vitesse donnée, soit associée une valeur unique de contrainte de cisaillement le long de la plaque quelles que soient les dimensions de la plaque.

Afin de vérifier la validité de cette approche, nous avons réalisé des tests avec des largeurs et des épaisseurs de plaques différentes et dans une large gamme de vitesses de déplacement.

Nous pouvons voir sur la figure 3.4.a que, pour une géométrie donnée, la reproductibilité des résultats est plutôt bonne. Pour des géométries différentes, l'incertitude sur les données dans nos gammes d'épaisseurs et de largeurs reste inférieur à 12% (voir fig.3.4.b, c). Enfin nous avons fait varier la taille du récipient, par la réduction successive de la distance (d) entre les parois et la plaque (voir fig.3.4, d) et nous observons des variations négligeables des résultats sur toute la gamme [2, 12cm]. Ceci confirme l'existence d'une contrainte de cisaillement unique le long de la plaque, à une certaine distance de la pointe ($h > d_s$), et nous pouvons conclure que nous avons ici une technique intéressante pour la mesure de la contrainte de cisaillement le long d'une plaque partiellement immergée se déplaçant, à vitesse constante, à travers un fluide à seuil.

Revenons maintenant aux termes constants de la force, dus à la déformation et / ou à l'écoulement autour de la pointe de plaque et aux éventuels effets capillaires (fig3.7), que nous avons, dans un premier temps, évités en dérivant la courbe de la force en fonction du déplacement. Nous avons pu les estimer en calculant la différence entre $F(h)$ et $(h_i.dF/dh)$. Nous avons montré, à partir des mesures sur un même matériau et avec une même plaque,

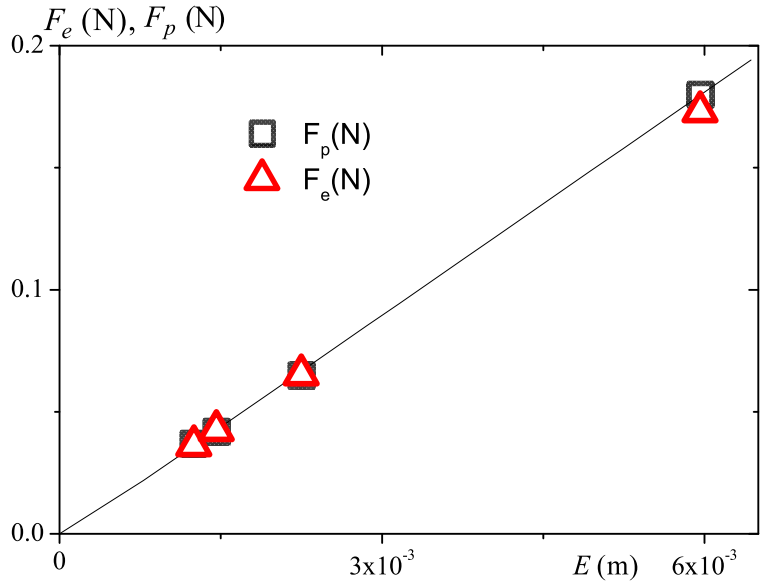


FIGURE 3.6 – Force critique théorique (F_p) avant la pénétration et composante constante (F_e) de la force déterminée expérimentalement, en fonction de l'épaisseur de la plaque ($L = Cte. = 70$ mm) obtenue avec le matériau C5. La droite est un ajustement linéaire de ces résultats.

que cette différence, que nous notons F_e, est indépendante de la vitesse. Elle est, à peu près, égale à $F(\Delta h_i)$, c'est-à-dire la valeur de la force associée au pic de la courbe dF/dh. Cela tend à confirmer que c'est effectivement autour de ce pic que la pénétration commence.

Au cours de sa pénétration, la plaque arrive continuellement sur de nouvelles régions solides du matériau, qu'elle pénètre et donc liquéfie de façon continue. Ainsi, ces régions solides à la pointe de la plaque sont sur le point de devenir liquides. Dans ce contexte, nous pouvons estimer la force à la pointe F_p associée à ce processus à partir de la charge critique d'un matériau plastique (de contrainte seuil τ_c) pendant un essai de poinçonnement réalisé à l'aide d'une plaque de longueur L et d'épaisseur E (donc de section $L.E$)[56].

$$F_p = (\pi + 2).L.E.\tau_c \tag{3.2}$$

Nous pouvons voir, sur la figure 3.6, que la valeur de F_e peut être presque parfaitement prédite par l'équation (3.2) qui donne la valeur théorique de la force à la pointe. Remarquons que ce résultat a été obtenue sur un matériau ayant une contrainte seuil élevée (C5), ainsi la contribution de la force de mouillage au terme F_e est minime. Par conséquent ce terme F_e est presque égal à la force à la pointe de la plaque, ce qui explique l'égalité entre F_e et F_p, dans le cas de ce matériau. A noter donc, que quelle que soit la contrainte seuil du

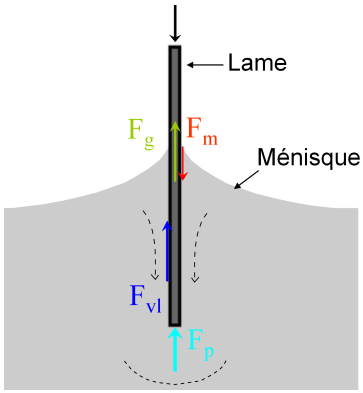


FIGURE 3.7 – Bilan des forces exercées sur une plaque lors de sa pénétration à travers un fluide à seuil (Régime II). Nous désignons par F_{vl} la force visqueuse exercée sur les faces latérales de la plaque.

matériau, la force critique pour liquéfier le matériau, qui est donc la résistance à la pointe, peut être très bien modélisée par l'équation (3.2) ; néanmoins, sa valeur ne peut pas être toujours estimée à partir du terme F_e, à cause de la contribution de la force de mouillage (F_m) qui peut être, pour certains matériaux, non négligeable devant F_p. Dans ce dernier cas, F_e est inférieure à F_p, nous avons pu le vérifier sur certains de nos matériaux tel que C1.

En conclusion sur ce Régime II, nous pouvons confirmer que la force nécessaire pour enfoncer la plaque est exactement égale à la somme de la force critique pour liquéfier le matériau autour de la plaque, la force de mouillage, la poussée d'Archimède et la force visqueuse associée à un écoulement uniforme dans le régime liquide le long de la plaque. Il est important de rappeler que la contrainte le long de la plaque déduite à partir de la dérivée de la force traduit uniquement le frottement latéral sur la plaque et ne prend pas en compte les autres forces.

Régime III : plaque totalement immergée

Dans ce régime, la force enregistrée est constante (voir Fig.3.1), ce qui indique que l'écoulement autour de la plaque est stationnaire. Contrairement au cas partiellement immergé (pour lequel il était possible d'extraire les effets de bords), ici la seule solution pour analyser les données consiste à déduire la force visqueuse en soustrayant la poussée d'Archimède (ici constante) de la force enregistrée (le niveau du plateau). Ici, la longueur immergée est égale à la longueur de la plaque : $h_i = H$. Nous partons de l'hypothèse que la contrainte de cisaillement le long de la plaque est uniforme et nous la calculons comme suit :

$$\tau = \frac{F - F_g - F_{barre}}{H.P} \tag{3.3}$$

Afin d'examiner la pertinence de cette approche, nous avons réalisé le même type de tests que dans le cas du Régime II, c'est-à-dire en variant les paramètres géométriques des plaques. Les résultats, exposés sur la figure 3.8, montrent que la largeur de la plaque n'a aucune incidence sur les données dans l'intervalle testé (E/L : [0,016 à 0.083]) (fig.3.8.a). De même, la taille du récipient, tant qu'elle est supérieure à 2 cm (voir figure 3.8.b), n'a pas d'impact sur les mesures. Cela signifie que, pour cette gamme de paramètres L et d, cette approche nous permet d'obtenir une contrainte de cisaillement moyenne unique. En revanche, le rapport E/H peut changer la contrainte (voir fig.3.8.c.) : les courbes donnant la contrainte en fonction de la vitesse se superposent pour des valeurs de E/H qui sont du mêmes ordres de grandeur (courbes rouges), puis se distinguent nettement quand E/H prend des valeurs différentes (courbes noires). Nous pouvons remarquer aussi que le niveau de contrainte augmente avec l'augmentation du rapport E/H.

Remarque : pour la courbe associée à $E/H = 0.036$, il est possible que l'hypothèse d'une contrainte uniforme le long de la plaque ne soit plus valide, puisque dans ce cas la hauteur H de la plaque n'est pas suffisamment grande devant la longueur d'entrée (d_s).

Si maintenant nous comparons les niveaux de contrainte obtenus dans le Régime II à partir de la dérivée de la force (c'est-à-dire strictement associée au frottement latéral du fluide sur la plaque) et celui dans le Régime III correspondant à la courbe moyenne de celles obtenues avec des rapports E/H du mêmes ordres (courbes rouges), nous observons que ce dernier est plus grand que le premier d'une quantité, $\Delta\tau$, à peu près constante (voir figure 3.8.c).

Notre analyse du Régime II nous a permis de déterminer la contrainte latérale nette exercée par le fluide sur la plaque et d'estimer la valeur de la force supplémentaire (F_p) due à l'écoulement et la déformation du matériau en dessous de la pointe de la plaque. L'immersion complète de la plaque dans le matériau ne devrait pas affecter ces deux efforts puisque la plaque continue à progresser à travers le même matériau et dans les mêmes conditions au moins jusqu'auprès de l'arrière de la plaque. La seule différence entre les deux régimes concerne l'écoulement généré à l'arrière de la plaque, en raison de la présence d'une zone de basse pression derrière la plaque. La différence de pression crée un effet de succion agissant contre le mouvement de la plaque (fig.3.10).

Nous pouvons alors conclure que la différence de contrainte $\Delta\tau$ entre les deux régimes correspond à la somme des efforts normaux exercés par le fluide sur les deux bords extrêmes de la plaque. La force exercée par le fluide sur la section inférieure peut être déterminée à partir de l'équation 3.2. Néanmoins la force exercée sur la section supérieure est inconnue. En général, cette force est connue sous le nom de traînée de forme ou de pression et dépend du profil de l'objet et augmente avec sa section (surface projetée sur un plan perpendiculaire à l'écoulement). A notre connaissance, cela n'a pas été vérifié dans le cas des fluides à seuil.

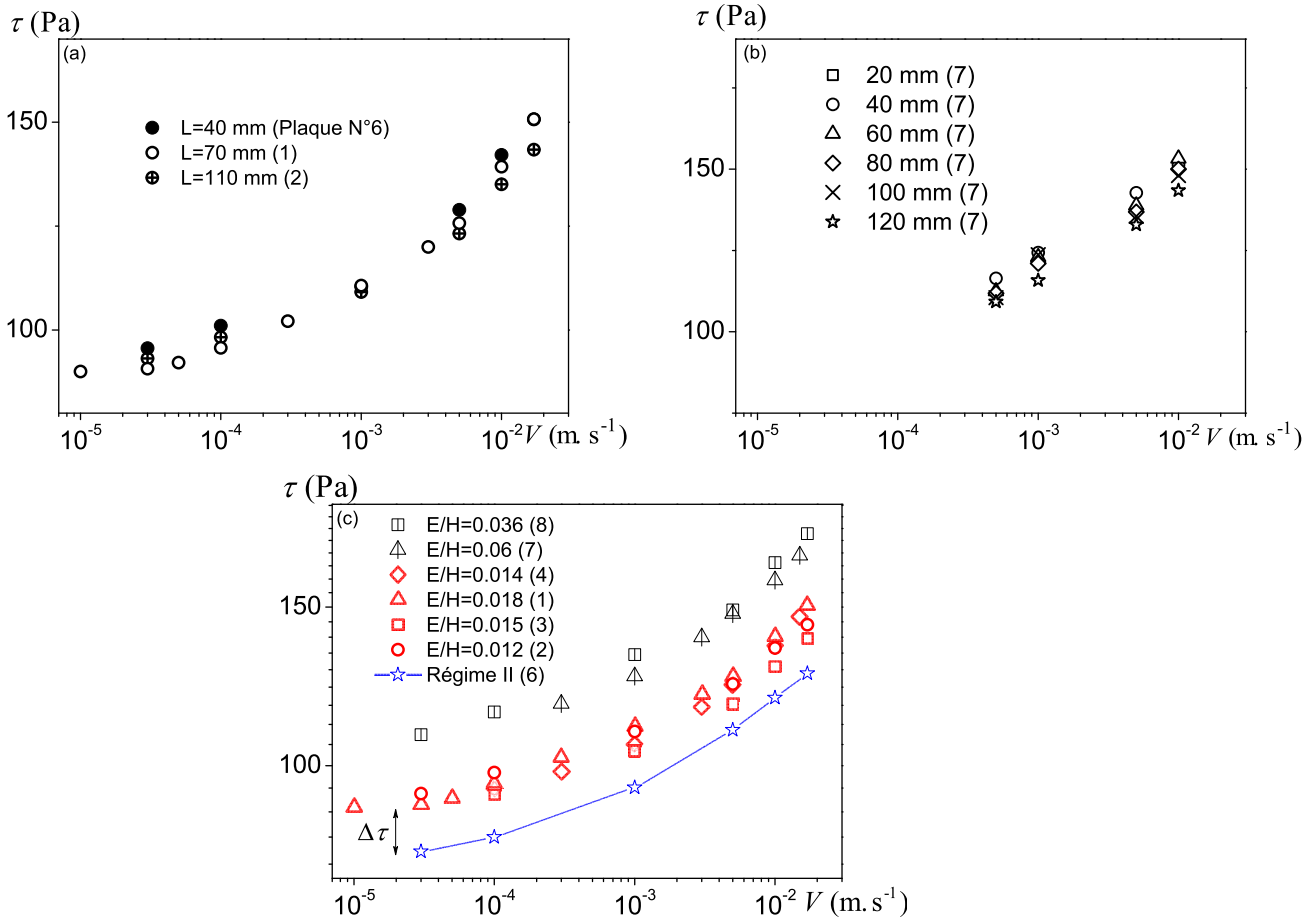


FIGURE 3.8 – Contrainte de cisaillement moyenne en fonction de la vitesse de déplacement obtenue dans le Régime III, avec le matériau C5, pour différents paramètres géométriques. La ligne continue (ligne + étoiles) correspond à la courbe équivalente dans le Régime II.

Nos données semblent compatibles avec cette analyse : $\Delta\tau$ semble toujours plus grande (près de trois fois) que τ_p, cependant en raison de l'incertitude sur ces faibles niveaux de contrainte, il est difficile d'obtenir une description complète des variations de $\Delta\tau$. Nous pouvons remarquer au moins que la variation de $\Delta\tau$ avec la contrainte seuil pour un rapport E/H donné est assez simple : elle est proportionnelle à τ_c d'un facteur égal à 0.16 (voir figure 3.9.a).

En outre, la force de traînée supplémentaire ($PH.\Delta\tau$) adimensionnée par la contrainte seuil semble augmenter avec la section (EL) de la plaque (voir figure 3.9.b), mais la dispersion des données ne permet pas une analyse plus approfondie. Nous obtenons une force supplémentaire qui est apparemment à peu près proportionnelle à $EL.\tau_c$, comme c'est le cas pour F_p. Ceci suggère que nous avons des expressions analogues pour les deux forces

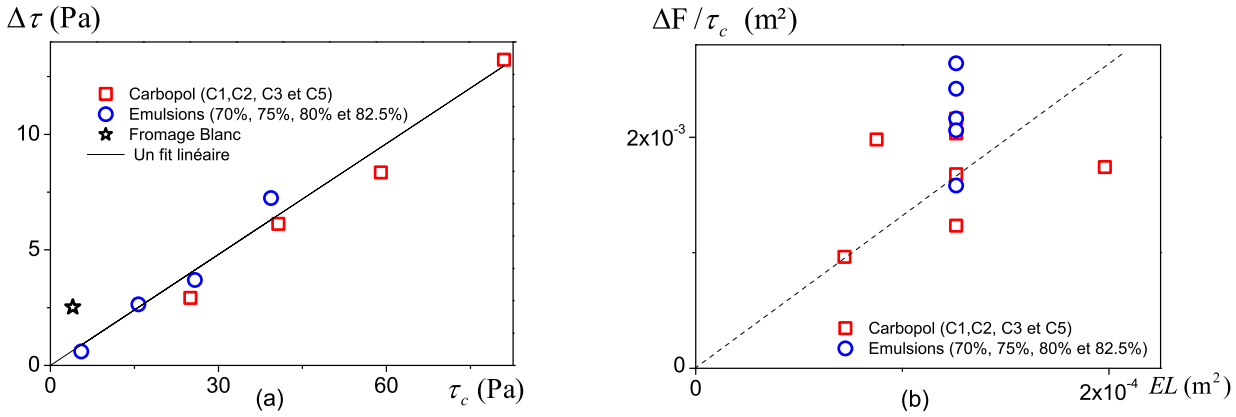


FIGURE 3.9 – (a) La différence ($\Delta\tau$) entre les deux régimes II et III en fonction de la contrainte seuil des matériaux, obtenue avec la même plaque (N°1, $E/H = 0.018$) et (b) la différence de force entre les deux Régimes II et III adimensionnée par la contrainte seuil du matériau.

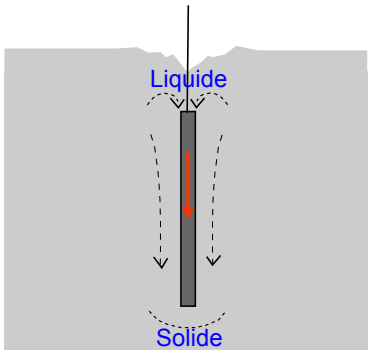


FIGURE 3.10 – Déplacement d'une plaque complètement immergée dans un fluide à seuil. À l'avant, le matériau est déformé dans son état solide, et à l'arrière ainsi que le long de la plaque, il s'écoule comme un liquide.

à l'avant et à l'arrière de la plaque. Remarquons que ces deux forces n'ont pas la même origine puisque à l'avant de la plaque le matériau est dans son état solide alors que celui à l'arrière est dans son état liquide (fig.3.10).

A la lumière de cette analyse, nous pouvons maintenant essayer de comprendre la dépendance de la contrainte dans le Régime III en fonction du rapport E/H (voir figure 3.9.a). Pour cela, nous exprimons la contrainte dans le Régime III comme la somme des forces ($\Delta\tau$) exercées par le fluide sur les deux pointes de la plaque et le frottement latéral sur la plaque donné par τ_{II} :

$$\tau_{III} = \tau_{II} + \beta.\tau_c.\frac{LE}{2(L+E).H} \tag{3.4}$$

avec, β un coefficient qui peut être obtenu à partir de la courbe donnant $\Delta F/\tau_c$ en fonction de EL (la section de la plaque). De cette relation, nous pouvons d'abord remarquer que pour $E << L$, L n'a pas d'impact sur la contrainte dans ce régime, ce qui est en accord avec nos résultats expérimentaux. En outre, plus le rapport E/H augmente plus le deuxième terme de cette relation devient important par rapport au premier et donc plus la courbe donnant la contrainte en fonction de la vitesse est décalée de celle obtenue dans le Régime II. Dans notre cas, nous avons effectué des mesures en utilisant six plaques de différentes tailles, dont quatre qui ont à peu près le même rapport E/H, puis deux autres qui ont des valeurs plus élevées. Les quatre courbes obtenues avec des plaques de rapports E/H comparables sont pratiquement superposées avec un niveau de contrainte inférieur à celui obtenu avec les deux plaques de rapports E/H supérieurs. Enfin, nous pouvons conclure que lorsque E/H tend vers zéro, la contrainte le long de la plaque déterminée dans le Régime III tend vers celle obtenue dans le Régime II.

3.1.2.2 Impact de l'état de surface de la plaque

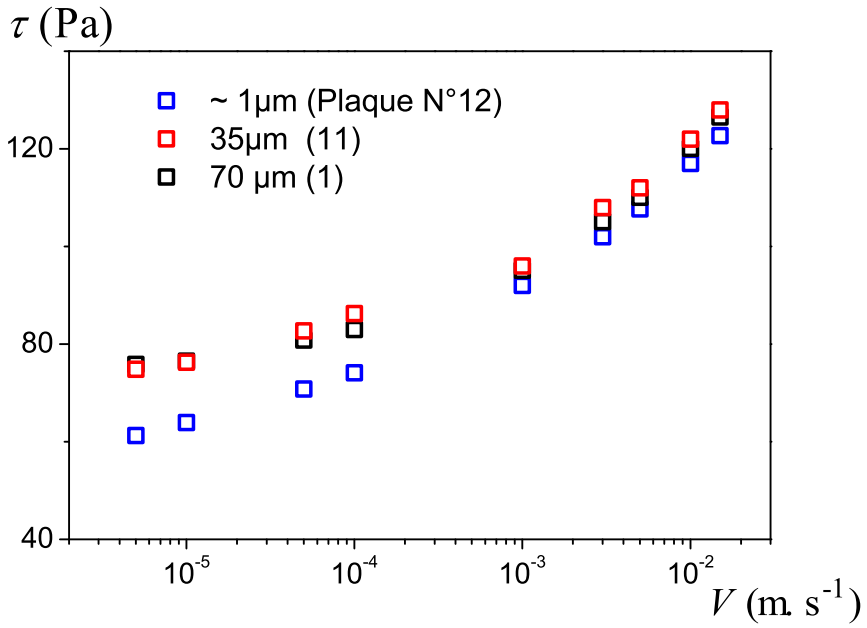


FIGURE 3.11 – Contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse (Régime II) obtenues avec le matériau C4 en utilisant trois plaques de rugosités différentes.

Comme habituellement observé dans les tests conventionnels de rhéométrie, des résultats différents sont obtenus avec la plaque présentant une surface lisse (fig. 3.11). Les courbes donnant la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse obtenues avec les plaques de rugosités 35 et 70 μm sont superposées, tandis que le niveau de contrainte, à faibles vitesses, dans le cas de la plaque lisse ($\sim$ 1 μm) est nettement inférieur à celui des autres. À des vitesses suffisamment élevées les trois courbes ont tendance à se superposer. Une tendance similaire est observée lors des tests rhéométriques (classiques), avec ou sans surfaces rugueuses [57]. Un tel effet résulte probablement d'un glissement à la paroi, car la rugosité est le seul paramètre qui a changé entre les trois tests.

3.1.2.3 Impact de la vitesse de la plaque

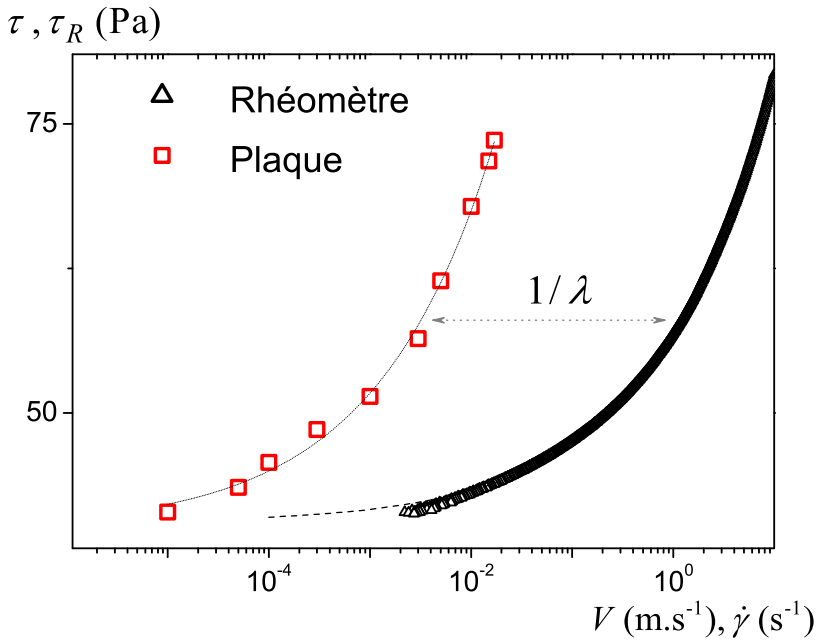


FIGURE 3.12 – Courbe d'écoulement (rhéomètre) et la contrainte de cisaillement le long de la plaque (Régime II) en fonction de la vitesse obtenues avec le matériau C2. Les lignes en pointillé représentent le modèle de HB ajusté aux deux courbes.

La courbe typique donnant la contrainte le long de la plaque en fonction de la vitesse (voir fig. 3.12) peut être très bien représentée par un modèle de Herschel-Bulkley (HB), sous la forme $\tau = \tau_0 + \kappa.V^n$, dans laquelle V est la vitesse de la plaque. En la comparant à la courbe d'écoulement obtenue avec la rhéométrie classique, nous remarquons que les deux courbes présentent des formes similaires (fig. 3.12). Pour un matériau donné, la même valeur du paramètre n est utilisée pour ajuster le modèle de HB, sur les deux courbes issues des deux expériences. En outre, la valeur de la contrainte critique (τ_0) obtenue à partir des données de la plaque, semble similaire à celle obtenue à partir du rhéomètre, pour

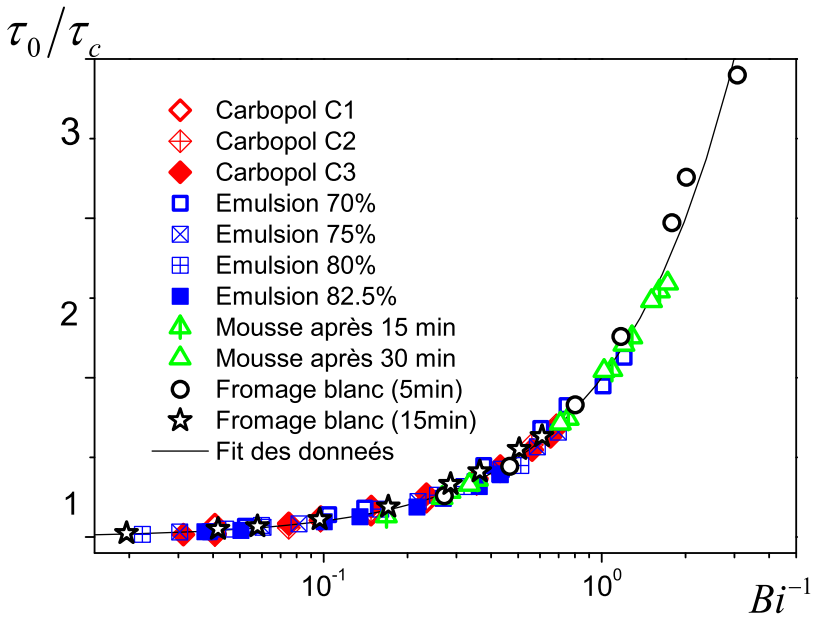


FIGURE 3.13 – Les données de la plaque en déplacement représentées en termes de la contrainte de cisaillement ajustée par la contrainte seuil apparente en fonction du nombre de Bingham.

différents matériaux. Cette similitude implique que les deux courbes d'écoulement peuvent être représentées par un modèle unique de HB avec trois paramètres n, κ et τ_c, en utilisant un taux de cisaillement apparent, dans le cas des mesures sur la plaque, égal à V/λ, avec $\lambda = (k/\kappa)^{1/n}$ (ce résultat sera expliqué dans la deuxième partie de ce chapitre). Nous en déduisons une expression générale sans dimension reliant la contrainte le long d'une plaque se déplaçant dans un fluide à seuil et la vitesse :

$$\frac{\tau}{\tau_c} = 1 + Bi^{-1} \tag{3.5}$$

Avec $Bi^{-1} = \frac{\kappa}{\tau_c}.(\frac{V}{\lambda})^n$

Sur la figure 3.13, nous avons représenté tous nos données en termes de contrainte de cisaillement ajustée par la contrainte seuil apparente en fonction du nombre de Bingham (suivant la relation (3.5)). L'avantage de cette méthode de représentation est qu'elle permet de tracer les données obtenues avec les différents matériaux sur une courbe unique. Les valeurs de λ utilisées ici sont obtenues à partir des ajustements séparés des données de chaque matériau. Un résultat surprenant est que λ prend pratiquement la même valeur ($\lambda \backsimeq 4$ mm $\pm 30\%$) quel que soit le matériau. En utilisant plusieurs types de matériaux nous avons varié leurs propriétés rhéologiques sur une large gamme. Avoir une valeur de λ commune à tous les matériaux suggère que cette longueur dépend peu des propriétés rhéologiques. De plus, son indépendance vis-à-vis des propriétés structurales du matériau,

a été vérifiée en comparant des mesures réalisées sur des émulsions de différentes tailles de gouttes (7-30 μm). Du fait de l'indépendance de la contrainte de cisaillement le long de la plaque dans le Régime II vis-à-vis des paramètres géométriques du système (démontré ci-dessus), λ ne varie non plus pas avec les dimensions de la plaque. Ces résultats contredisent fortement la théorie de Piau (1.18) qui prédit une variation de λ avec la longueur de la plaque et la vitesse de déplacement.

Dans la suite de cette étude, nous appelons courbe d'écoulement apparente, la courbe donnant la contrainte de cisaillement le long de la plaque en fonction du taux de cisaillement (V/λ). Cette appellation sera justifiée grâce aux mesures locales.

3.1.2.4 Mesure du seuil d'écoulement

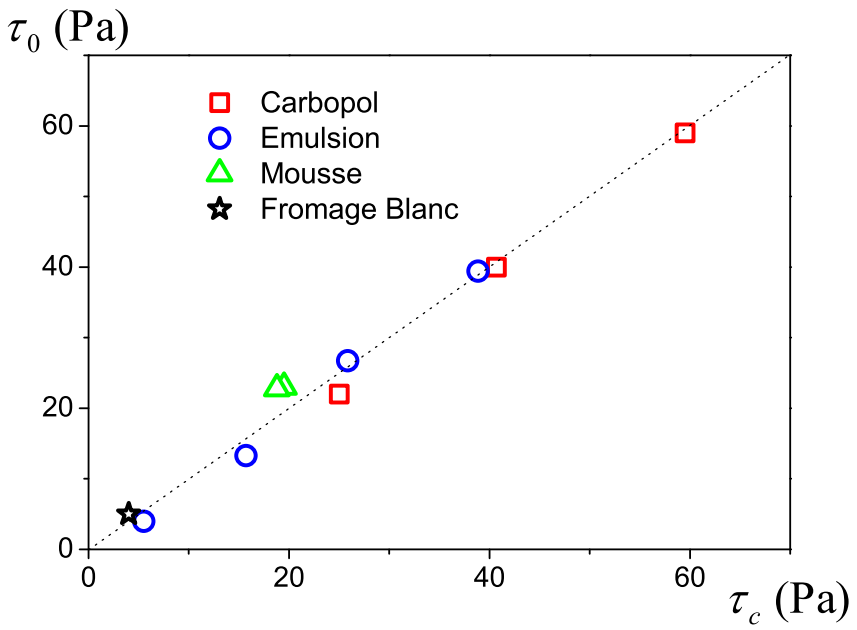


FIGURE 3.14 – Contrainte seuil déterminée à partir du test de déplacement de la plaque (régime II) en fonction de la celle obtenue à partir de la rhéométrie classique pour différents matériaux.

Nous pouvons maintenant exploiter la courbe d'écoulement apparente dans le Régime II pour déterminer la contrainte de cisaillement critique (τ_0), en suivant la méthode, habituelle utilisée en rhéomètrie classique, c'est-à-dire l'extrapolation de la courbe d'écoulement vers les faibles taux de cisaillement. La comparaison des valeurs de τ_0 obtenues pour nos différents matériaux par rapport à celles déterminées par la méthode conventionnelle, montre (voir fig.3.14) qu'elles sont très proches. Le faible écart entre les deux valeurs pour chaque matériau est, très probablement, dû aux incertitudes sur la mesure dans les deux cas. Nous en déduisons qu'il est possible de déterminer la contrainte seuil du matériau à partir des

données obtenues avec la technique de la plaque en déplacement dans le Régime II.

Nous avons montré dans le paragraphe 3.1.2.1 qu'il existe un décalage systématique en contrainte (de 0,16 τ_c) entre les deux courbes donnant la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse, obtenues dans les deux Régimes II et III. Il s'ensuit qu'il est, également, possible d'estimer la contrainte seuil du matériau à partir des données du Régime III, en tenant compte de ce décalage. La procédure consiste alors à déterminer une première valeur de la contrainte critique à partir des données du Régime III, en extrapolant la courbe d'écoulement vers les faibles taux de cisaillement, puis à la corriger en la divisant par un facteur égal à 1,16 (éq.(3.4)).

Notons que ce raisonnement ne nécessite pas la connaissance du taux de cisaillement le long de la plaque (et donc λ), il est aussi applicable à la courbe donnant la contrainte le long de la plaque en fonction de la vitesse.

3.1.3 Tests de relaxation

Dans cette partie, nous nous concentrons sur les mesures de relaxation, à savoir le suivi de la force dans le temps quand la plaque est brusquement arrêtée après un déplacement significatif à une vitesse constante.

Ce test a été étudié dans les deux régimes II et III. Bien que notre analyse de la contrainte de cisaillement le long de la plaque dans le régime II se soit avérée plus précise que celle dans le régime III, la situation est un peu plus complexe pour les essais de relaxation dans ce régime II. En effet, dès que la plaque est à l'arrêt il peut y avoir des déformations résiduelles de la surface libre autour de la plaque conduisant à une variation non contrôlée de la profondeur immergée h_i. Nous allons voir que ce problème peut être contourné.

Étant donné que les mesures dans le régime III ne sont pas affectés par ce problème, nous commençons par l'analyse des résultats obtenus dans ce dernier régime.

3.1.3.1 Régime III

Lors de ce test, la plaque est enfoncée jusqu'à immersion totale. Ensuite le mouvement est arrêté et la force est mesurée au cours du temps. Dans ce cas, nous pouvons utiliser l'équation (3.3) pour estimer la contrainte de cisaillement moyenne. L'évolution de cette contrainte avant et après l'arrêt du mouvement est tracée, figure 3.15. Nous observons qu'à l'arrêt du cisaillement, la contrainte décroît et tend vers un plateau. Les temps caractéristiques de relaxation diffèrent d'un matériau à l'autre. Remarquons, sur la figure 3.15, que la relaxation est quasi instantanée pour l'émulsion, le temps caractéristique étant de l'ordre de $2s$, tandis qu'elle est plus progressive pour le carbopol, avec un temps caractéristique

de l'ordre de $20s$ (Sachant que le temps de réponse de la machine de force a été estimé, en menant la même mesure sur un fluide newtonien, à $0.3s$).

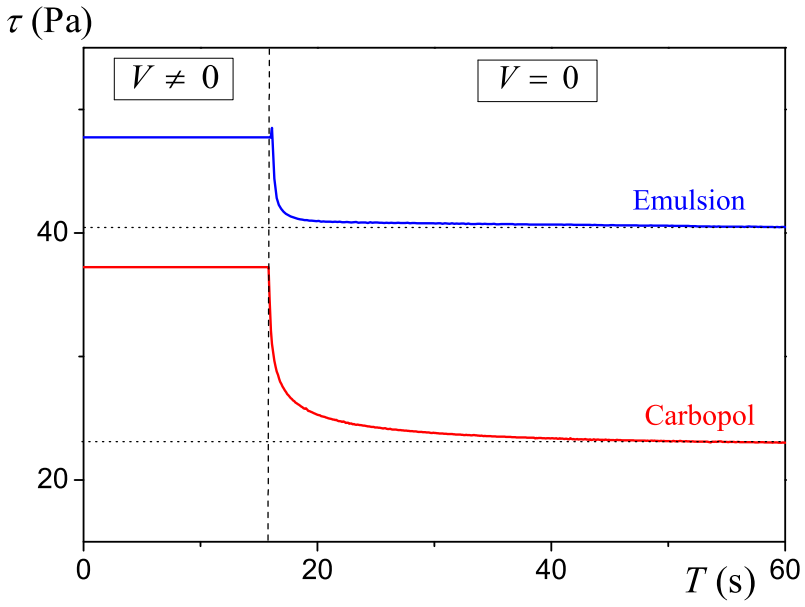


FIGURE 3.15 – Courbe typique de la relaxation de contrainte après un arrêt soudain du mouvement de la plaque.

La décroissance de la contrainte suite à un arrêt de cisaillement a été souvent expliquée par un réarrangement de la structure du matériau afin de retrouver son état d'équilibre. Nos résultats semblent confirmer cette explication. En effet, le temps de relaxation court de l'émulsion résulte d'une configuration structurelle qui ne permet plus au fluide de continuer à se déformer quand le cisaillement est arrêté, le réseau de gouttelettes est immédiatement coincé. Ceci n'est pas le cas pour le gel de carbopol qui présente une dynamique de relaxation lente. Sous l'action de l'agitation thermique, les longues chaînes de polymère qui le constituent continuent à se déformer légèrement pendant les premières minutes qui suivent l'arrêt du cisaillement. Nous avons noté que le temps caractéristique de relaxation varie avec la concentration du gel.

L'impact de la vitesse de précisaillement (vitesse d'enfoncement de la plaque avant l'arrêt) sur la contrainte résiduelle (après relaxation complète) a été étudié. Comme nous pouvons le voir sur les courbes présentées sur la figure 3.16, sur notre gamme de mesure, la contrainte résiduelle ne dépend pas de la phase de pré−cisaillement. Ainsi, contrairement à ce que nous avions constaté lors des essais de relaxation en rhéométrie (fig.2.7), quelle que soit la vitesse de déplacement de la plaque, à l'arrêt nous avons un retour vers le même état d'équilibre de la structure.

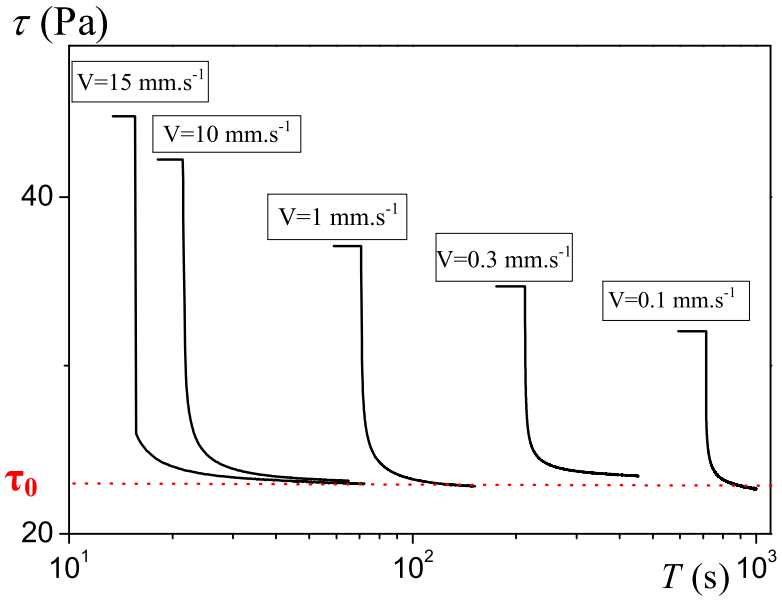


FIGURE 3.16 – Impact de la vitesse de précisaillement sur la valeur de la contrainte résiduelle (mesures réalisés avec la plaque N ° 1 , sur le matériau C1).

Pour différents matériaux, nous avons comparé la valeur moyenne (τ_0) des contraintes résiduelles associées aux différentes vitesses à la contrainte seuil déterminée en rhéométrie (3.17). Étonnamment nous obtenons un excellent accord entre les deux valeurs, sans avoir à appliquer la correction liée aux effets de bord observée dans le régime III (voir 3.1.2.1). Ceci suggère que ces effets observés dans le Régime III agissent essentiellement pendant l'écoulement.

3.1.3.2 Régime II

Dans ce Régime II, si le test de relaxation est réalisée de la même façon que dans le Régime III, c-à-d simplement : enfoncement de la plaque, arrêt du mouvement (plaque partiellement immergée), mesure de la relaxation de la force-nous ne pourrons pas exploiter correctement les données : à l'arrêt, la surface libre du fluide, déformée lors de la pénétration, tend aussi à relaxer et par conséquent il est difficile de connaître, avec précision, la profondeur effective de pénétration. Également, contrairement aux mesures dans le Régime III, la force mesurée au niveau du plateau (après relaxation complète) comprend une partie liée à la force de mouillage qui est, ici, inconnue. Ainsi, dans ces conditions, l'évaluation de la contrainte résiduelle est très approximative.

Afin de contourner ces difficultés et donc de gagner en précision, nous avons changé la procédure de mesure. Étant donné que les effets de relaxation de la surface libre du fluide

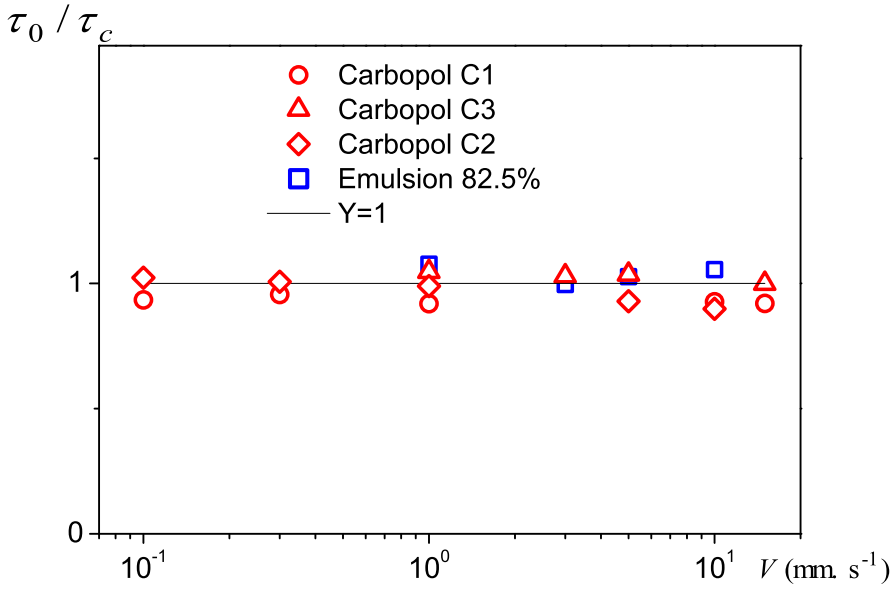


FIGURE 3.17 – Contraintes résiduelles (plateau) déterminées à partir des essais de relaxation ajustées par les contraintes seuil déterminées à partir de la rhéologie en fonction de la vitesse avant l'arrêt, pour différents matériaux.

devraient jouer un rôle similaire sur les mesures de force quelle que soit la profondeur d'immersion à l'arrêt (évidemment pour $h > d_s$), nous pouvons les supprimer en considérant la différence entre les forces résiduelles enregistrées après relaxation à différentes profondeurs. La valeur obtenue doit correspondre rigoureusement à la relaxation de la contrainte associée à l'écoulement du matériau le long d'un incrément de surface de contact plaque/fluide. La figure 3.18 montre les résultats d'une série de tests de relaxation à des profondeurs différentes (voir l'évolution de la force au cours du temps dans l'insert). Ces résultats valident notre hypothèse : la contrainte résiduelle augmente de façon linéaire avec la profondeur de pénétration (voir fig.3.18). En outre, cette droite coupe l'axe des profondeurs h à une valeur finie $h_0 \backsimeq \Delta h_i$. Elle démontre encore mieux la cohérence de notre analyse : la contrainte seuil le long de la plaque est atteinte après relaxation quelle que soit la valeur de la profondeur de pénétration. Dans ces conditions, nous pouvons utiliser l'équation (3.4) dans laquelle dF/dh est remplacée par la pente (α) de la droite passant par les forces résiduelles après l'arrêt et ainsi déterminer la contrainte critique associée à un arrêt. Cette valeur est la même que celle déterminée à partir des mesures réalisées dans le Régime III (fig.3.18). Ce test a été réalisé avec quelques émulsions et solutions de carbopols, à différentes vitesses. Les valeurs de contrainte critiques obtenues sont cohérentes avec les valeurs de contrainte seuil déterminées avec la rhéométrie classique, ce qui prouve qu'il est aussi possible, dans le Régime II, de déterminer la contrainte seuil d'un matériau avec ce test de relaxation.

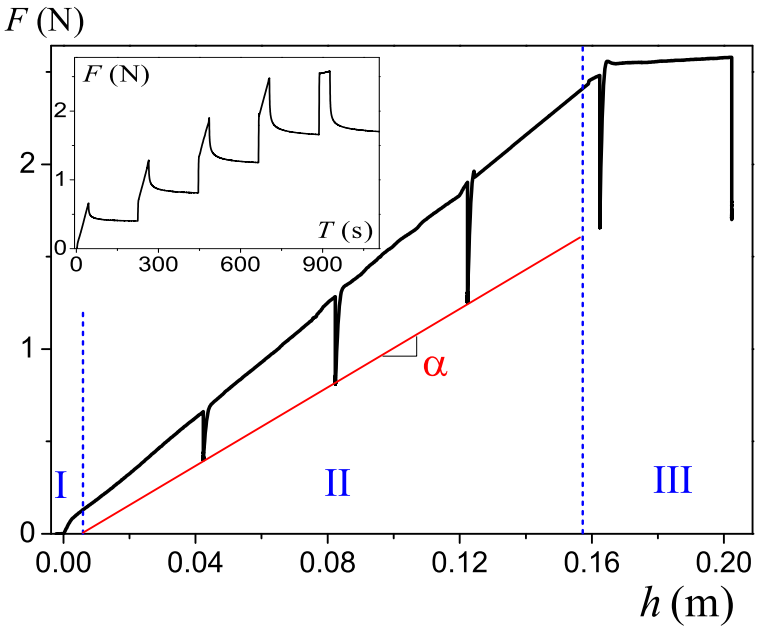


FIGURE 3.18 – Exemple de courbe Force en fonction de la profondeur de pénétration pour un fluide viscoplastique (Matériau C4) au cours d'une série de tests de relaxation à différentes profondeurs (plaque utilisée : E = 1,25 mm, L = 70 mm, H = 152 mm). La ligne pointillés (de pente α) traduit l'évolution de la force résiduelle après relaxation complète en fonction de la profondeur immergée au moment de cette relaxation. L'insert montre l'évolution de la force dans le temps.

3.1.4 Cas d'un objet cylindrique

L'objectif de cette partie est de tester l'applicabilité des méthodes d'analyse présentées ci-dessus sur une autre forme d'objet que la plaque. Étant donné que les objets cylindriques sont fréquemment utilisés lors des essais industriels, nous avons choisi de mener quelques mesures de force en suivant exactement la même procédure expérimentale que dans le cas de la plaque mais en utilisant un cylindre de section droite. Comme dans le cas de la plaque, les cylindres utilisés sont recouverts (même les sections) de papier de verre qui leur confère une rugosité d'environ 70 μm.

3.1.4.1 Déplacement à vitesse constante

Les mesures de pénétration à vitesse constante ont été effectuées sur le matériau C4 et en utilisant deux cylindres de rayons $r_1 = 4.4$ mm et $r_2 = 10.1$ mm. Une courbe typique de la force en fonction de la profondeur est représentée sur la figure 3.19. Grâce à une analyse similaire des données (dérivée de la force), nous retrouvons les trois mêmes régimes

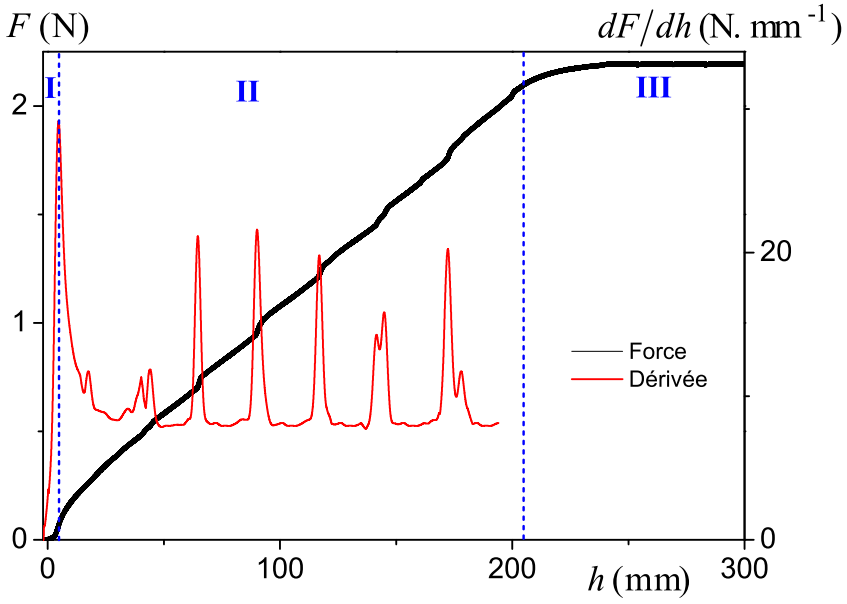


FIGURE 3.19 – Exemples de la courbe de la force en fonction de la profondeur obtenue avec un fluide viscoplastique (Matériau C_4) lors du déplacement d'un cylindre ($r_2 = 10.1$ mm) à une vitesse de 0.05 mm.s^{-1} ainsi que celle donnant la dérivée en fonction de la profondeur.

distingués dans le cas de la plaque :

- Régime I : nous associons le pic de la dérivée à la pénétration effective du cylindre dans le fluide. Notons que la profondeur critique à laquelle le cylindre commence à pénétrer dans le fluide et la longueur d'entrée sont approximativement les mêmes pour les deux cylindres et du même ordre que celles obtenues avec la plaque : $\Delta h_i \backsimeq 5$ mm et $d_s \backsimeq 10$ mm. Cela tend à suggérer que ces valeurs sont indépendantes de la forme et la taille de l'objet.

- Régime II : la force augmente presque linéairement avec la profondeur de pénétration, mais le phénomène nouveau par rapport à la plaque est que cette augmentation a lieu par intermittence : la force semble évoluer périodiquement durant l'enfoncement du cylindre. La courbe donnant la dérivée de cette force illustre plus clairement cet effet qui se manifeste sous forme des pics séparés par des plateaux (voir fig.3.19).

Cette tendance ainsi que les observations directes pendant les mesures nous conduisent à associer cet effet au mouvement saccadé de la ligne de contact (cylindre-fluide-air) : la ligne de contact est d'abord ancrée le long du périmètre du cylindre, l'avancée de ce dernier entraîne alors l'accroissement de l'angle de contact entre le matériau et le cylindre, puis

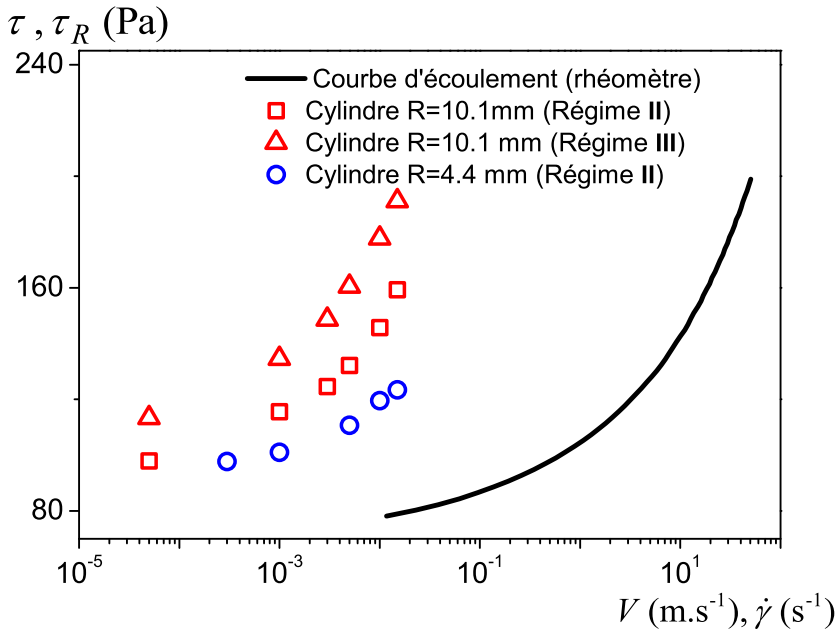


FIGURE 3.20 – Courbe de d'écoulement du Matériau $C4$ et la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse obtenues lors du déplacement des cylindres de rayons $r_1 = 4.4$ mm dans le Régime II et $r_2 = 10.1$ mm dans les deux régimes I et II.

au bout d'une distance critique la ligne de contact se détache soudainement pour aller se fixer un peu plus haut avec maintenant un angle de contact plus faible. Ce processus qui se reproduit périodiquement tout au long de l'enfoncement, nous rappelle le phénomène de 'stick -slip'.

Bien que cet effet modifie d'une manière non négligeable la force tout au long de l'enfoncement, il affecte très peu son taux d'évolution. En effet, la force due à ce phénomène semble varier périodiquement. Par conséquent, nous pouvons estimer la contrainte visqueuse à partir de la pente moyenne de la courbe de la force en fonction de la profondeur de pénétration, dans le Régime II, selon l'équation suivante :

$$\tau = \frac{1}{2.\pi.r}.[\frac{\Delta F}{\Delta h} - \rho.g.S] \tag{3.6}$$

Notons que ce phénomène de stick-slip rend plus difficile l'analyse des données et peut induire une augmentation de l'incertitude sur nos résultats.
- Régime III : le cylindre est totalement immergé. La force enregistrée est constante (voir fig.3.19). Nous avons ainsi utilisé l'équation (3.3) avec $P = 2.\pi.r$, pour calculer la contrainte.

Étant donnée que nous n'avons pas réalisé une étude approfondie concernant l'écoulement autour d'un cylindre, nous nous concentrons sur la technique pour déterminer la contrainte seuil. Sur la figure 3.20, est représenté l'ensemble des données obtenues dans les deux régimes et avec deux cylindres de rayons différents. Bien que nous retrouvions la similitude de forme entre les courbes d'écoulement apparentes et celle obtenue parle rhéomètre, nous notons une différence importante ($0.3.\tau_c$) entre les contraintes seuils apparentes associées aux plateaux des courbes d'écoulement apparentes obtenues dans le Régime II et celle mesurée avec le rhéomètre. Il est difficile de déterminer l'origine de cette incohérence entre le Régime II et la Rhéométrie. Néanmoins, il est très probable qu'il y ait des effets supplémentaires non négligeables dans le cas du cylindre qui n'existent pas ou sont simplement négligeables dans le cas de la plaque. Ces effets jouent un rôle d'autant plus important que le rayon du cylindre est grand.

Rappelons que dans le cas de la plaque, nous avons remarqué une différence entre les deux courbes obtenues dans les deux régimes II et III, que nous retrouvons également ici (fig.3.19).

3.1.4.2 Test de relaxation

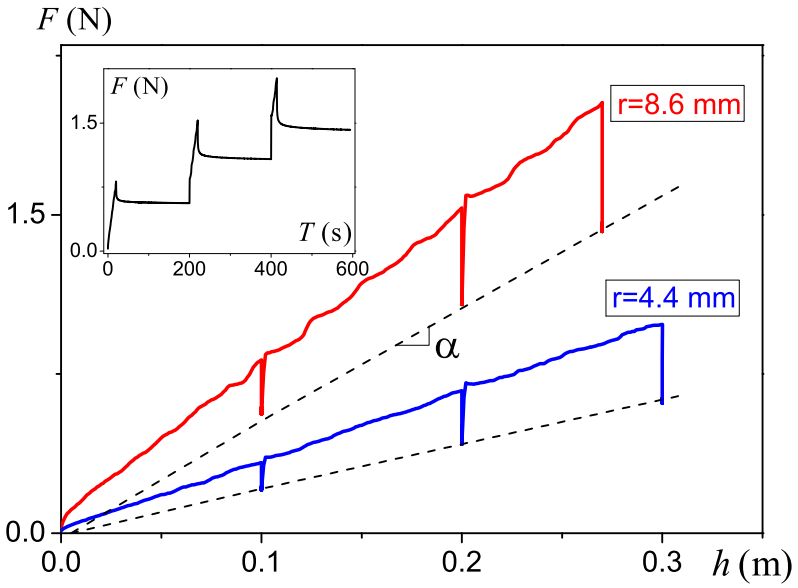


FIGURE 3.21 – Essais de relaxation (Régime II) : Courbe de force en fonction de la profondeur pour un fluide viscoplastique (C_6). La vitesse de pré-cisaillement est de 1 mm.s^{-1}. Les lignes en pointillés donnent l'évolution de la force résiduelle en fonction de la profondeur de pénétration. L'insert montre l'évolution de la force dans le temps ($r = 8.6$ mm).

Des essais de relaxation ont été menés dans le Régime II avec trois cylindres de rayons $r_1 = 4.4$ mm, $r_2 = 8.6$ mm et $r_3 = 10.1$ mm. Les mesures ont été effectuées selon la procédure suivie avec la plaque, c'est-à-dire une succession de relaxations à différentes profondeurs. La courbe de relaxation typique (voir l'insert de la figure 3.21) a une forme semblable à celle obtenue avec la plaque. En outre, dans notre gamme de vitesses, la force résiduelle après relaxation complète ne varie pas avec la vitesse de pré-cisaillement.

Afin d'extraire la contrainte purement visqueuse, résiduelle le long de la plaque, à partir de ces données, nous utilisons l'équation (3.6), en remplaçant $\Delta F/\Delta h$ par α la pente de la droite donnant la force résiduelle en fonction de la profondeur de pénétration (voir 3.21). Vu l'incohérence notée entre les courbes d'écoulement apparentes obtenues avec le cylindre dans le Régime II et celle mesurée avec la rhéométrie, nous nous attendions à ce que les contraintes critiques déduites des essais de relaxation soient également affectées, mais ce n'est pas le cas. En effet, pour nos différentes mesures avec les trois cylindres de différents rayons et avec les deux matériaux (carbopol et émulsion), les valeurs de contraintes critiques obtenues sont en accord avec celles de la contrainte seuil déterminée en rhéométrie. L'écart est inférieur à 10%.

3.1.5 Mesures macroscopiques : Conclusion

L'analyse approfondie des résultats des mesures de force réalisées sur différents types de matériaux et en variant largement la taille des objets, nous a permis de caractériser l'écoulement autour d'un objet pénétrant un fluide à seuil ainsi que de comprendre les principaux processus impliqués. D'abord, en fonction de la position de l'objet par rapport au fluide, trois régimes d'écoulement ont été distingués : (I) l'objet déforme le matériau dans son régime élastique sans y pénétrer, (II) l'objet pénètre le fluide, et (III) l'objet se déplace à travers le fluide.

Nous avons montré qu'il existe principalement trois forces exercées par le fluide sur l'objet : la première est associée à la déformation critique du matériau à l'avant de l'objet. Elle est atteinte à la fin du Régime I, ce qui provoque le début de l'écoulement et la pénétration de l'objet dans le fluide, ensuite tout au long de l'avancement de l'objet dans le fluide (Régimes II et III) cette force demeure constante au cours du mouvement puisque l'objet arrive ensuite continuellement sur de nouvelles zones solides du matériau. La deuxième force est associée à l'écoulement du matériau dans son régime liquide le long de l'objet (le frottement latéral). Dans le Régime II cette force augmente avec la surface de l'objet en contact avec le fluide, alors que dans le Régime III elle ne change pas puisque la surface de contact reste constante. Enfin, la troisième force est présente uniquement dans le Régime III. Elle est liée à l'écoulement à l'arrière de l'objet puisque le volume de l'objet qui continue de progresser doit être remplacé par du fluide.

Les contraintes le long de l'objet, associées à ces forces, ont été déterminées et leurs dé-

pendance vis-à-vis des propriétés rhéologiques du matériau, des paramètres géométriques du système et de la vitesse de déplacement de l'objet ont été étudiées. Il en ressort que :

- Les contraintes normales aux deux sections transversales de l'objet (à l'avant et à l'arrière) augmentent avec la section de l'objet et avec la contrainte seuil du fluide.

- La contrainte de cisaillement nette (déterminée à partir du régime II) le long de l'objet ne dépend pas des paramètres géométriques du système. Elle varie avec la vitesse suivant une loi de HB. La comparaison de la courbe traduisant cette variation avec la courbe d'écoulement obtenue avec le rhéomètre a permis d'identifier une longueur caractéristique de l'écoulement le long de la plaque, permettant d'exprimer le gradient de vitesse à la paroi et de déduire une loi générale représentant la contrainte le long de la paroi en fonction du nombre du Bingham. Il a été montré aussi que la contrainte de cisaillement associées aux très faibles vitesses est de l'ordre de la contrainte seuil du matériau.

De plus, d'autres résultats intéressants ont été obtenus avec le test de relaxation qui consiste à suivre l'évolution de la force une fois que le mouvement de la plaque est arrêté. Notre analyse des résultats montre que, quelles que soient la forme et la taille de l'objet (plaque ou cylindre), la vitesse de pré-cisaillement et le régime (II ou III), après un arrêt brutal qui suit un déplacement significatif de l'objet dans un fluide à seuil, la contrainte moyenne le long de l'objet **relaxe vers la contrainte seuil du matériau**. Tout se passe comme si les forces supplémentaires, exercées sur les deux bords extrêmes de l'objet quand l'objet est en mouvement, disparaissaient à l'arrêt. Logiquement, arrêter la plaque revient à imposer une déformation donnée au matériau, au moins dans la zone située en dessous de la pointe inférieure de l'objet. Or, manifestement cette déformation n'est plus ressentie par l'objet à l'arrêt. Ce constat, croisé à des observations par PIV (voir 3.2), nous laisse penser qu'il existe une fine couche liquide du matériau qui sépare la base de l'objet de la zone solide du matériau et qui assure la transmission de ces efforts, dus à la déformation élastique de la zone solide, vers l'objet quand ce dernier est en mouvement. En effet, si l'objet est directement en contact avec la zone solide déformée, au moment de l'arrêt du mouvement cette zone reste déformée et ne pourra pas relaxer puisque l'objet s'oppose à cela.

Notre analyse des mesures montre l'excellente fiabilité de cette méthode pour déterminer la contrainte seuil d'un fluide à seuil simple. Ainsi, ces essais de relaxation semblent constituer une approche très puissante pour mesurer précisément la contrainte seuil, puisque'il s'agit d'une mesure simple, rapide et indépendante de l'histoire de l'écoulement et de la géométrie de la plaque.

Enfin, ces mesures de force montrent que le déplacement d'un objet à travers un matériau à seuil est un processus complexe qui implique à la fois la déformation continue du matériau et la transition de nouvelles régions solides vers le régime liquide. A l'issue de cette étude macroscopique, plusieurs questions se posent sur l'écoulement autour de l'objet,

l'épaisseur de la zone cisaillée, le processus par lequel le matériau passe de l'état solide à l'état liquide et aussi la signification physique de la longueur caractéristique λ identifiée lors de cette étude. Dans la suite de ce chapitre, nous ré-étudierons le problème avec des mesures locales dans l'objectif d'approfondir et de compléter notre étude des caractéristiques de l'écoulement autour d'un objet solide en déplacement dans un fluide à seuil, et tenter de répondre à ces différentes interrogations.

3.2 Pénétration d'une plaque solide dans un fluide à seuil : Observations qualitatives

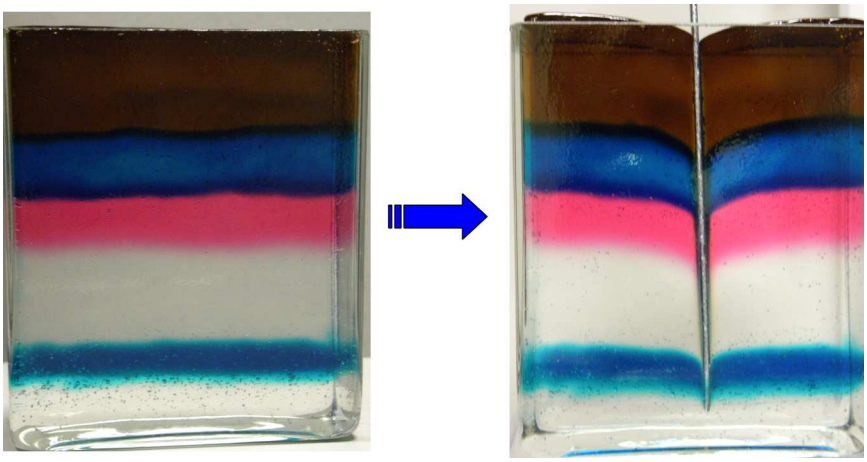


FIGURE 3.22 – Principe du test qualitatif permettant d'avoir une vue de la déformation apparente du matériau lors de la pénétration de la plaque (carbopol).

Quelques tests qualitatifs ont été menés afin d'estimer les tendances globales de l'écoulement lors du déplacement d'une plaque à travers un fluide à seuil. Dans un récipient parallélépipédique en verre, des couches de matériau transparent (solution de carbopol ou émulsion transparente) colorés différemment (mélangé avec différents encres) ont été déposées, successivement, de façon à ce qu'elles soient approximativement horizontales et parallèles (voir fig.3.22). Ensuite, une plaque fine est enfoncée à vitesse constante (1 mm.s^{-1}) à travers ces couches. La configuration ici est spécifique : la plaque utilisée est choisie de telle sorte qu'elle soit presque de même largeur que le récipient, ainsi le champ de déformation est essentiellement à deux dimensions. Lors de l'enfoncement de la plaque nous prenons des photos de la déformation apparente des différentes couches, à partir de la face du récipient perpendiculaire à la plaque (voir fig.3.22).

Un exemple typique des photos obtenues est montré par la figure 3.23. Cette image, réalisée sur une émulsion transparente, nous fournit une vue qualitative du champ déforma-

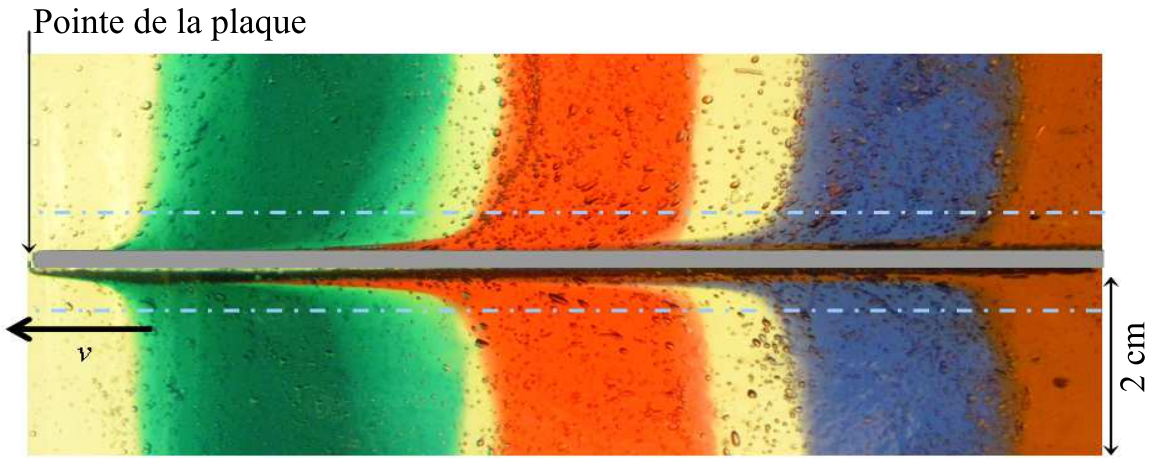


FIGURE 3.23 – Vue latérale (zoomée) montrant la déformation des couches colorées d'une émulsion transparente suite à la pénétration d'une plaque.

tion résultant du déplacement de la plaque à travers des couches de matériau initialement planes. A différentes profondeurs d'enfoncement de la plaque, des images montrant des déformations similaires ont été obtenues ce qui suggère que l'écoulement est stationnaire. De plus, mesurée sur de telles images, l'évolution spatiale du champ de déformation à partir de la pointe de la plaque nous renseigne sur son évolution temporelle.

Si nous examinons maintenant la manière dont les couches sont déformées, nous remarquons qu'au delà d'une faible distance de la plaque, chacune des couches semble rester pratiquement dans son état initial, c-à-d horizontale. Cela laisse penser que le matériau, dans cette zone, est très faiblement déformé. Au contraire, la zone proche de la plaque (située entre les deux lignes pointillées de la figure 3.23) est continuellement déformée durant l'avancement de la plaque. Cette zone est largement déformée puisque chaque couche, repérable à sa couleur, est entraînée par la plaque sur une longue distance. Ceci suggère que dans la région proche de la plaque, le matériau s'écoule dans son régime liquide tandis que le reste du fluide demeure dans son régime solide.

3.3 Pénétration d'une plaque solide dans un fluide à seuil : Mesures locales

Dans cette partie, nous présentons les résultats des mesures de champs de vitesse par PIV. Les procédures suivant lesquelles ces mesures ont été conduites ainsi que les méthodes de traitement des données sont exposées page 72. Nous rappelons que toutes ces mesures ont été menées sur la même solution de carbopol (C6).

3.3.1 Champs de vitesse : Résultat typique

Nous présentons sur la figure 3.24, deux exemples typiques de champs de vitesse moyens obtenus autour de la plaque. Le premier, 3.24.a correspond à l'écoulement près de la pointe de la plaque, puis le second est associé à l'écoulement du fluide le long de la plaque, loin de la pointe. La taille des vecteurs dans les deux figures est proportionnelle à la norme de la vitesse. La plaque est représentée en gris, à droite des champs de vitesse. Sa position est présente pour guider le lecteur mais sans en garantir l'exactitude. En effet, comme expliqué page 75, nos champs de vitesse correspondent à une moyenne de champs sur une séquence d'images associée à un déplacement de la plaque de 1 cm.

Chaque champ de vitesse est découpé en plusieurs bandes d'épaisseur 1 cm sur lesquelles sont extraits des profils de vitesse V_y. Sur l'exemple typique de ces profils donné sur la figure 3.25, nous pouvons distinguer deux zones de fluide : dans la première, située à proximité de la plaque ($y < 13$ mm), la vitesse diminue quand y augmente, elle passe de $v \backsimeq V$ en $y = 0$ à $v = -0.03$ mm.s^{-1} en $y = 13$ mm. Dans la deuxième, située a une certaine distance de la plaque ($y > 13$ mm), nous avons un plateau de vitesse. La vitesse à ce plateau (Δv) est négative et beaucoup plus petite que la vitesse de la plaque :$-\Delta v << V$.

Nous avons noté que le rapport $\Delta v/V$ reste, quelle que soit la vitesse de la plaque, de l'ordre de 3%. Ce léger mouvement du fluide dans la direction opposée à celle du déplacement de la plaque s'explique par la recirculation du fluide, du fait de la conservation de la masse au cours de la pénétration de la plaque. Toutefois, le simple déplacement d'un volume de fluide égal au volume de la plaque ne peut pas expliquer une telle valeur pour Δv. En effet, dans ce cas nous pouvons nous attendre à ce que $\Delta v/V \approx EL/2ld$ (le rapport de section plaque/récipient), c'est-à-dire environ 0,2%. La plus grande valeur que nous avons trouvé, 3%, résulte du déplacement vers le bas d'un volume important de liquide autour de la plaque lors de son mouvement. Si nous supposons que la vitesse moyenne de cette couche est approximativement égale à la moitié de la vitesse de la plaque, nous constatons que son épaisseur totale (y compris l'épaisseur de la plaque) devrait être de l'ordre de $14E \approx 25$ mm, une valeur qui apparaît tout à fait cohérente avec les mesures présentées ci-dessus.

Dans ce qui suit nous allons considérer que le déplacement effectif de la plaque par

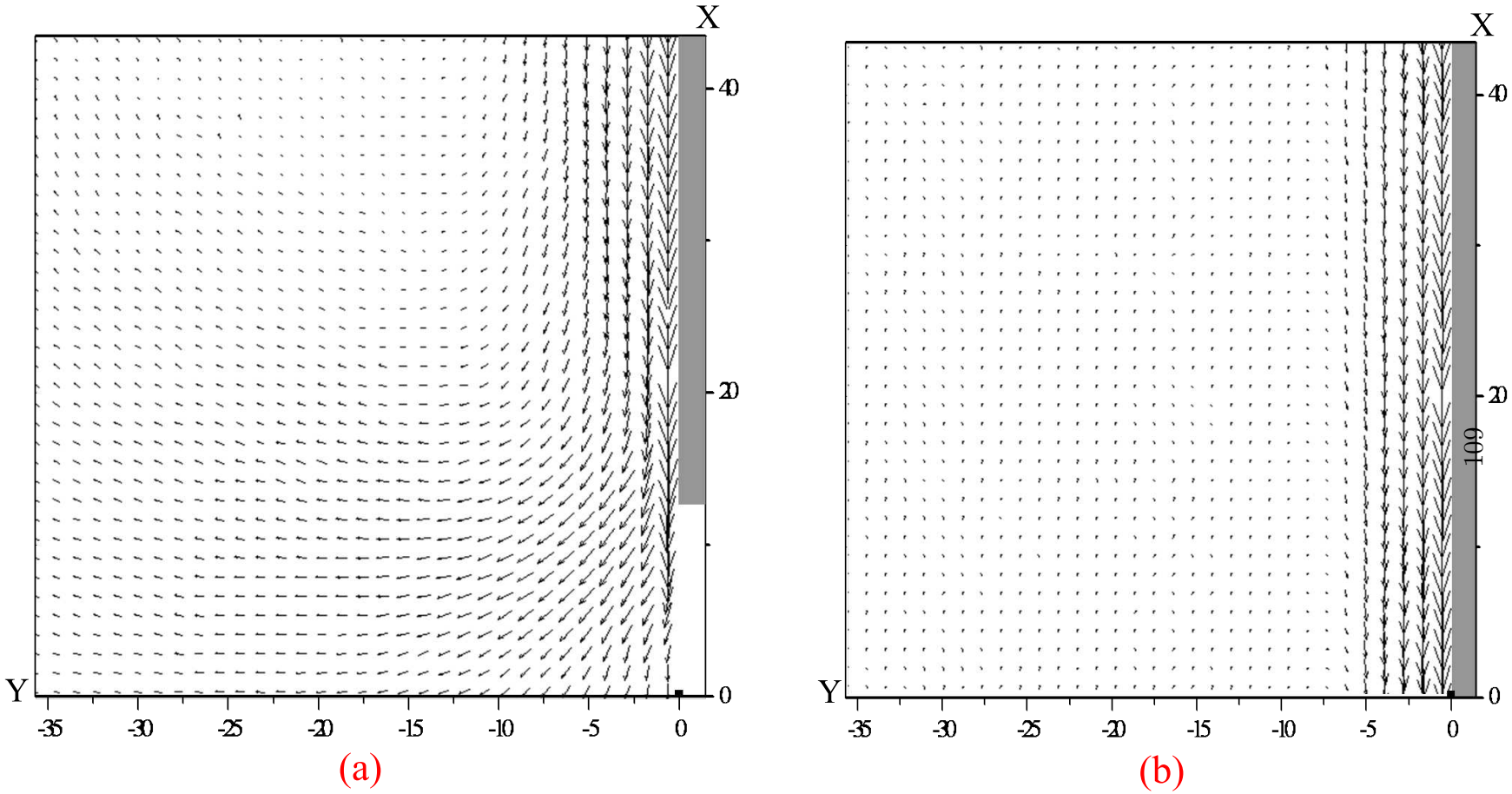


FIGURE 3.24 – Champ de vitesse moyenné sur un déplacement de la plaque de 1 cm, obtenu à partir des mesures de PIV pour deux positions différentes de la plaque dans la fenêtre d'observation : (a) la pointe de la plaque est à 3 cm au-dessus du bas de la fenêtre, (b) la pointe de la plaque est à 10 cm en dessous du bas de la fenêtre. La position moyenne de la plaque est représentée par la zone grise.

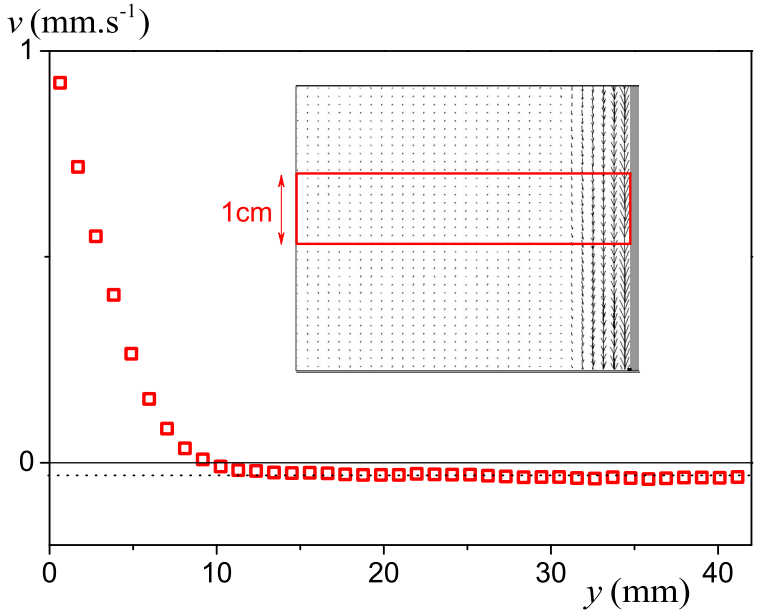


FIGURE 3.25 – Profil de la vitesse effective, V_y, le long de la plaque (à 6 cm de l'extrémité de plaque) au cours de sa pénétration à V=1 mm.s^{-1} à travers une solution de carbopol (C6). La ligne en pointillée est située à v =-0.03 mm.s^{-1}.

rapport au fluide se produit à une vitesse $v^* = V + \Delta v$, légèrement supérieure à V. Pour la cohérence de l'analyse des données présentées ci-dessous nous avons décalé les profils de vitesse afin d'avoir un plateau de vitesse apparente égal à zéro, ce qui signifie que la vitesse effective relative est V^*, et donc pour l'adimensionnement par la vitesse de la plaque, nous avons utilisé V^*. Néanmoins, pour la simplicité de la présentation, nous l'avons notée V dans le texte et les graphiques.

3.3.2 Écoulement permanent

Avec les données obtenues par PIV, nous avons suivi l'évolution du profil de vitesse extrait à une même distance (x) de la pointe de la plaque, au cours du temps lors de la pénétration de la plaque. Nous avons pu apprécier cette évolution au cours d'un déplacement de la plaque de 5 *cm* (ce qui correspond à la hauteur de la fenêtre d'observation). Nous avons constaté qu'après une pénétration d'au moins 5 cm (la distance entre la surface libre du fluide et le haut de la zone d'observation), pour une valeur fixe de x appartenant à l'intervalle [-4 ; 16 *cm*], les profils de vitesse sur 5 *cm* de déplacement de la plaque sont identiques (voir exemple typique de la figure 3.26). Cela signifie que dans notre gamme d'observation, l'écoulement dans la direction de x est stationnaire. Une conséquence importante de cette stationnarité de l'écoulement, est qu'une seule image du champ de vitesse fournit en même temps la distribution spatiale de la vitesse et l'histoire d'écoulement des

éléments du fluide dans l'image.

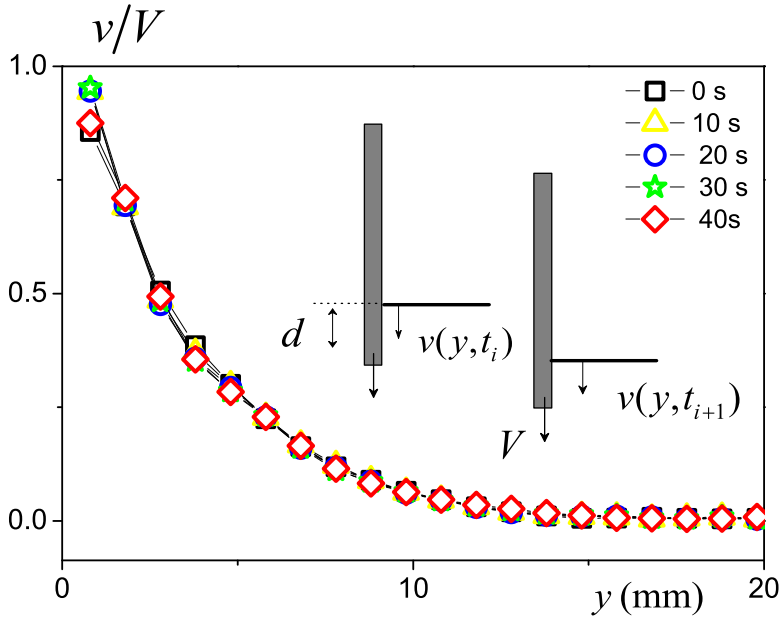


FIGURE 3.26 – Profils de vitesse (V_y) le long de la la plaque, extraits toujours à la même distance par rapport à la pointe (ici 5 cm) mais à des instants successifs au cours de la pénétration de la plaque à travers une solution de carbopol (C6).

3.3.3 Trajectoires

Dans ce paragraphe nous cherchons à déterminer les trajectoires suivies par des éléments de fluide situés initialement sur la même ligne à différentes distances y de la plaque. Nos observations concernant la stationnarité de l'écoulement, nous permettent de déduire ces trajectoires à partir d'une seule image de champs de vitesse. Les éléments du fluide à suivre sont associés chacun à un carré d'interrogation de 1 mm^2 donc à une position (i,j) donnée dans l'image. Pour chacun de ces éléments nous déterminons d'abord sa vitesse dans sa position initiale (i_0, j_0) à partir du champ de vitesse moyen, ensuite à l'aide de cette vitesse ainsi que du temps nécessaire pour que la plaque avance de 1 cm, nous calculons sa nouvelle position (i_1, j_1). Connaissant cette nouvelle position, nous déduisons de nouveau sa vitesse à partir du champ de vitesse moyen et de la même façon, nous calculons le déplacement résultant lors d'un déplacement de la plaque de 1 cm et ainsi de suite.

Les trajectoires déterminées dans le référentiel de la plaque, sont présentées sur la figure 3.27. Les éléments du fluide sont initialement situés à différentes distances de la plaque le long d'une ligne horizontale située en dessous de la pointe de la plaque. Sur cette figure,

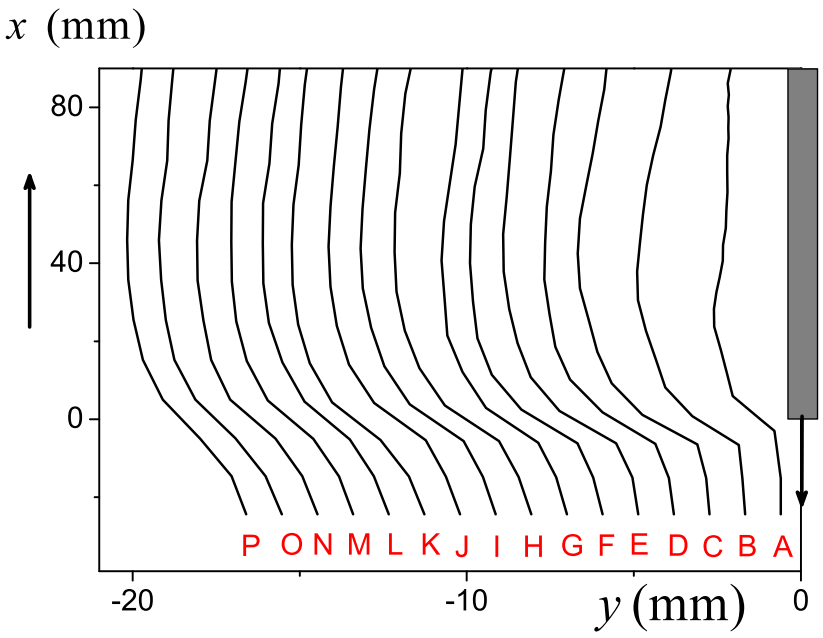


FIGURE 3.27 – Trajectoires d'éléments fluides (nommés par lettres de A à P), initialement situées à différentes distances de la plaque le long d'une ligne horizontale : $x = -25$ mm dans le référentiel de la plaque (zone grise sur la droite) au cours de la pénétration de la plaque dans une solution de (C6) à $V = 1$ mm.s^{-1}

nous remarquons que :

- Au niveau de la pointe de la plaque, il y a un léger déplacement latéral du fluide, sur une distance de l'ordre de 3 mm. Ce décalage est présent, de façon similaire, jusqu'à plusieurs centimètres de la plaque.

- Ce mouvement latéral des éléments du fluide est suivi, dans un premier temps d'une tendance de retour vers la plaque (tout en continuant à remonter), sur environ 1 mm, puis d'un mouvement ascendant presque parallèle à la plaque (les lignes de courant deviennent des droites quasi-verticales).

3.3.4 Déformation

Nous pouvons également estimer les déformations dans le matériau à partir des informations présentées ci-dessus concernant les trajectoires. Un exemple typique est illustré sur la figure 3.28, où nous suivons les formes successives et les positions d'une ligne d'éléments initialement horizontale. Le déplacement latéral des éléments au niveau de la pointe de

la plaque se traduit, ici, par le décalage de toute la ligne vers la gauche. Nous pouvons remarquer sur cette figure que le matériau situé à plus que 4 mm (environ) en dessous du bord d'attaque de la plaque, semble très faiblement déformé. Au contraire, le matériau situé au dessus ($x > -4$ mm) semble subir une déformation importante même à quelques centimètres de la plaque. Cette déformation apparaît de plus en plus significative et étendue latéralement qu'on s'éloigne de la pointe de la plaque.

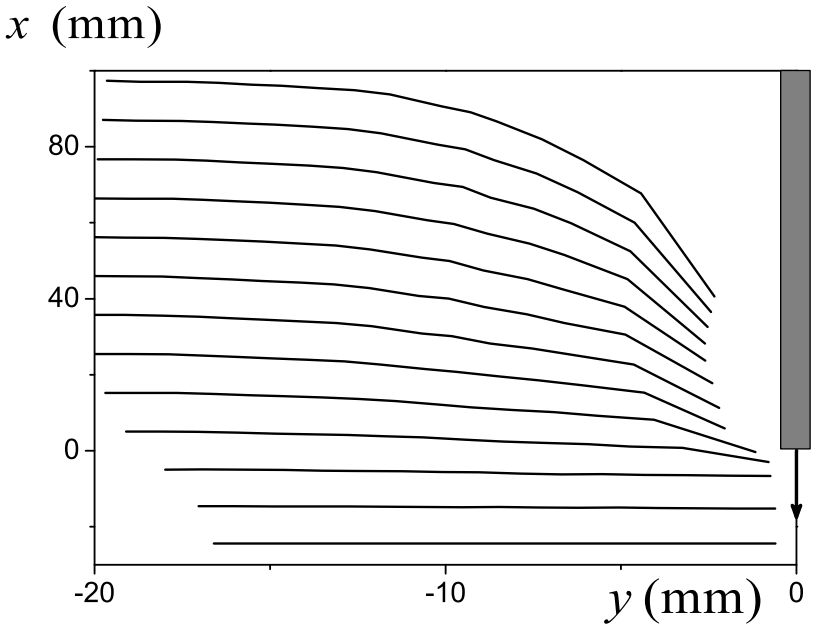


FIGURE 3.28 – Évolution d'une ligne horizontale d'éléments de fluide (déterminée à partir du même test expliqué sur la figure 3.27) à des moments successifs : (de bas en haut) tous les 10 s de 0 à 120 s.

Ces observations fournissent une appréciation globale des caractéristiques de l'écoulement, mais elles ne fournissent aucune vision claire de la répartition des régions liquides et solides dans le temps. Afin de répondre à cette question nous avons besoin de calculer effectivement la déformation des éléments le long de leurs trajectoires. Si les contraintes résiduelles dans le matériau après sa préparation et sa mise en place dans le récipient sont négligeables, nous pouvons nous attendre, selon l'équation (1.4), à ce qu'un élément de fluide initialement solide devienne liquide lorsque la déformation totale qu'il a subie est plus grande que la déformation critique (γ_c).

Dans cet objectif, les composantes du tenseur apparent de déformation 2D de Green-Lagrange (F), pour chaque volume élémentaire de notre maillage, ont été calculées après chaque incrément de déplacement de la plaque. Les expressions suivantes ont été utilisées :

$$\begin{cases} F_{xx}(x_i, y_j) = (\Delta t/2d)[v_x(x_{i+1}, y_j) - v_x(x_{i-1}, y_j)], \\ F_{xy}(x_i, y_j) = (\Delta t/4d)[v_x(x_i, y_{j+1}) - v_x(x_i, y_{j-1}) + v_y(x_{i+1}, y_j) - v_y(x_{i-1}, y_j)] \\ F_{yy}(x_i, y_j) = (\Delta t/2d)[v_y(x_i, y_{j+1}) - v_y(x_i, y_{j-1})] \end{cases} \tag{3.7}$$

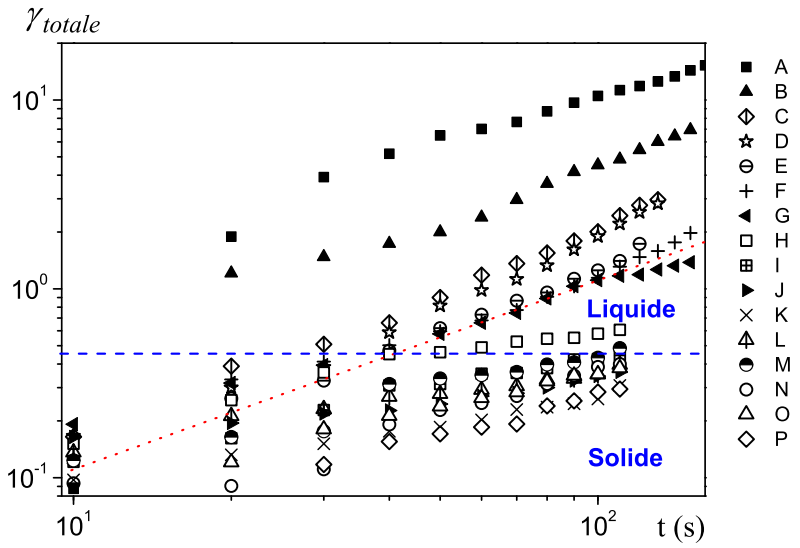


FIGURE 3.29 – Déformation totale en fonction du temps des éléments du fluide (nommés de A à P et définis sur la figure 3.27) initialement situés à différentes distances de l'axe de la plaque le long d'une ligne horizontale. La ligne en tirets est située au niveau de la déformation critique du matériau. La ligne en pointillés a une pente de 1.

Ensuite, la déformation totale subie par des éléments du fluide le long de leur trajectoire ainsi que le deuxième invariant correspondant à cette déformation $-\sqrt{F_{II}}$, ont été déterminés. Notons que, théoriquement, pour un état stationnaire de cisaillement simple, cet invariant est simplement proportionnel à la durée d'écoulement.

Suivons maintenant la déformation totale subie par les éléments de fluide placés initialement sur la ligne horizontale située à -25 mm en dessous de la pointe de la plaque. Pour les éléments initialement proches de la plaque, disons à une distance inférieure à 7 mm, au-delà d'une certaine déformation critique, la déformation totale augmente linéairement avec le temps : les points se situent le long d'une droite de pente 1 dans une échelle logarithmique (voir figure 3.29). Ceci suggère que ces éléments sont dans le régime liquide et sont soumis à un cisaillement simple stationnaire. En revanche, pour les éléments initialement situés à des distances supérieures à 8 mm, la déformation totale n'augmente que faiblement au-delà de la déformation critique, elle tend vers un plateau. Ceci suggère que ces éléments

ne quittent pas leur régime solide. Un comportement similaire est observé pour une série de tests de fluage en cisaillement simple à différentes valeurs de contrainte de cisaillement (voir fig.2.4.a), une procédure qui nous a permis de mesurer la déformation critique du matériau.

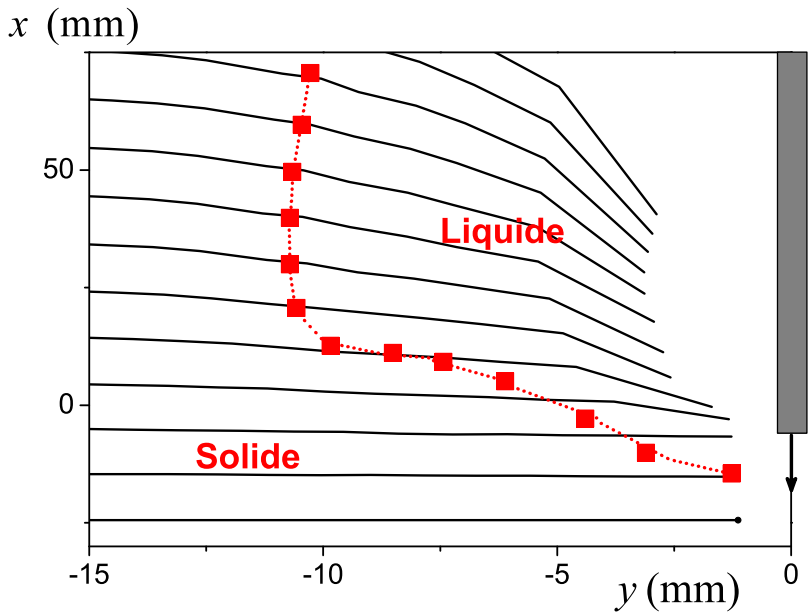


FIGURE 3.30 – Répartition des zones solides et liquides autour de la pointe

Ces observations permettent également de déterminer la forme des régions solides et liquides autour de la pointe de la plaque. Dans ce but, nous estimons à partir de la figure 3.29, pour chaque trajectoire d'un élément initialement proche de la plaque, le temps t_c auquel la déformation critique (estimée à partir des essais de cisaillement simples tels que décrits dans la section 2.1.4.1) a été atteinte. Nous considérons ensuite que le régime liquide apparaît au point de la trajectoire associé à ce même temps t_c (fig.3.27). Ainsi, nous obtenons la forme de la région liquide autour de la pointe de la plaque (voir fig. 3.30).

3.3.5 Profils de vitesse

Étant donnée qu'au-delà de 2 cm de la pointe de la plaque, les trajectoires restent la plupart du temps parallèles à la plaque (voir fig.3.27), nous pouvons suivre en détail l'évolution de la composante de vitesse (v_y) le long de l'axe de la plaque (X) en fonction du temps, de la position et de la vitesse de la plaque pour des conditions géométriques données. Rappelons que les profils de vitesse sont déterminés à partir des images de champ de vitesse moyen selon la méthode expliquée page 109.

3.3.5.1 Évolution le long de la plaque

Afin de déterminer l'évolution du profil de vitesse apparente le long de la plaque, nous comparons les profils de vitesse, déterminés le long des bandes horizontales du matériau situées à différentes distances de la pointe de la plaque. Ces profils, représentés sur la figure 3.31.a, nous permettent de tirer les conclusions suivantes :

- Les deux premiers profils de vitesse, situés en dessous de la pointe de la plaque ($x = -3$ cm et $x = -2$ cm) montrent que le matériau dans cette zone est déformé sur une grande distance latérale. La déformation dans cette zone diminue lentement en s'éloignant de la plaque mais reste globalement faible. Ensuite, les profils de vitesse obtenus sur les deux premiers centimètres de la plaque montrent la présence de deux zones : dans la première, située à proximité de la plaque, le cisaillement est très intense alors que dans la deuxième, située plus loin de la plaque, le matériau est déformé sur une distance importante mais avec un taux beaucoup plus faible comparé à celui dans la première zone.

- Puis, les profils suivants (représentés en vert sur la figure 3.31.a) montrent, qu'en s'éloignant de la pointe de la plaque, l'épaisseur de la zone fortement cisaillée diminue et tend vers une valeur constante.

- Enfin, sur les derniers profils de vitesse (en bleu), un régime permanent semble avoir été atteint : l'épaisseur de la zone cisaillée devient constante et il n'y a pas de deuxième partie du profil étendu à grande distance.

Ces observations sont globalement conformes à celles concernant le champ de déformation. A une certaine distance en dessous de la pointe de la plaque, le matériau est essentiellement déformé élastiquement, ce qui explique que le profil de vitesse diminue lentement en s'éloignant de la plaque. Puis, au voisinage de la pointe de la plaque, le profil de vitesse montre deux régions du matériau : dans la première, située le long de la plaque, le matériau s'écoule comme un liquide alors que dans la deuxième le matériau se déforme tout en restant dans son régime solide.

Afin d'examiner l'évolution temporelle du profil de vitesse strictement dans le régime liquide nous pouvons utiliser les résultats ci-dessus concernant la position, $\delta(x)$ de la frontière solide-liquide. Entre 0 et δ, le matériau doit être liquide, et au-delà ($y > \delta$), il doit être solide. Soustrayons, à partir de chaque profil de vitesse, la valeur de la vitesse atteinte au niveau de la limite solide-liquide ($v(\delta)$). Cette vitesse apparente, qui, comme toutes nos mesures PIV correspond à un déplacement sur une durée précise, résulte de la déformation de toute la région solide durant cette période. La figure 3.31.b montre une légère évolution de la courbure des profils de vitesse vers la forme stable associées aux lignes bleues. Toutefois, il convient de souligner que maintenant, à part les deux premiers, tous les autres profils de vitesse se situent sur la même courbe. Cela signifie que le profil de vitesse dans le régime liquide est rapidement mis en place autour de la pointe de la plaque, et les variations

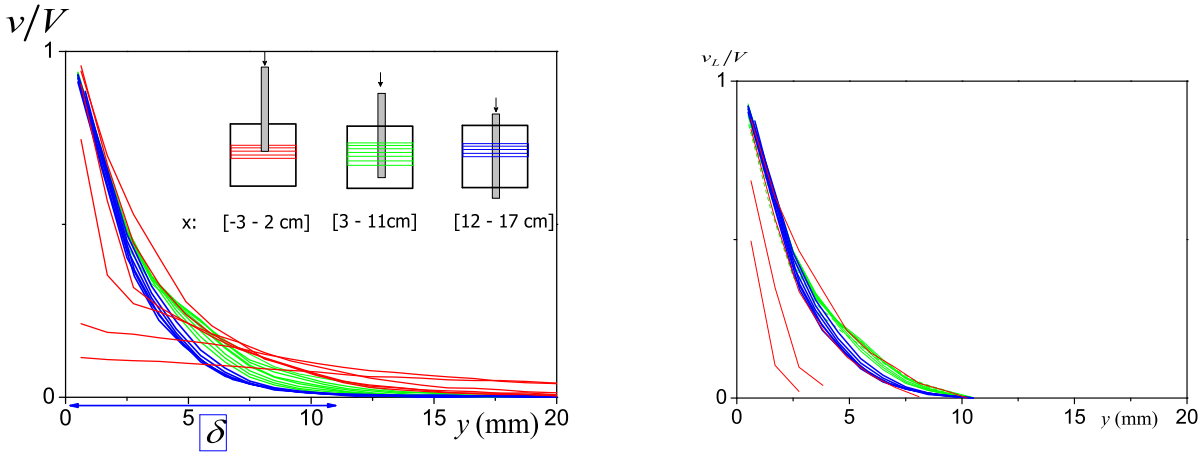


FIGURE 3.31 – (a) : Profils de vitesse (adimensionnée par la vitesse de la plaque) extraits le long des lignes horizontales dans le matériau, situées à différentes distances (séparées par 1 cm) à partir de la pointe de la plaque et (b) : les mêmes données présentés en (a) (sauf pour les lignes à -3 et -2 cm) après la soustraction de la vitesse atteinte le long de la frontière solide-liquide.

apparentes de la vitesse effective sont essentiellement dus à des déformations résiduelles dans le régime solide. Enfin, la figure 3.31.b fournit une mesure directe du profil de vitesse à l'intérieur de la couche liquide le long de la plaque.

Notons que la vitesse maximale n'est pas constante, puisque la vitesse induite par déformation dans le régime solide a été retirée. Nous pouvons remarquer que la superposition des profils de vitesse n'est pas impactée par cette variation, mais nous n'avons pas d'explication à cela. En outre, il convient de souligner que, même pour les deux premiers profils, la pente du profil de vitesse le long de la plaque est constante. Cela signifie que le taux de cisaillement le long de la plaque est presque immédiatement mis en place, ce qui implique que la contrainte de cisaillement le long de la plaque dans le régime liquide, devrait rapidement devenir constante. Ceci est cohérent avec nos résultats de mesures de force.

3.3.5.2 Impact de la vitesse de la plaque

Afin d'étudier l'impact de la vitesse de la plaque sur les profils de vitesse déterminés dans le régime liquide, nous avons comparé des profils de vitesse stables extraits à une grande distance de la pointe de la plaque (région bleue de la Figure 3.31.a) obtenus pour différentes vitesses de la plaque. Un premier résultat surprenant est que l'épaisseur de la région liquide ne varie pas beaucoup avec la vitesse : dans notre gamme de vitesses, δ varie de 7,5 à 10,3 mm (voir l'insert de la figure 3.32). Ce résultat contredit les approches théoriques décrites dans le chapitre 1, qui prédisent que δ doit tendre vers zéro lorsque V tend vers zéro.

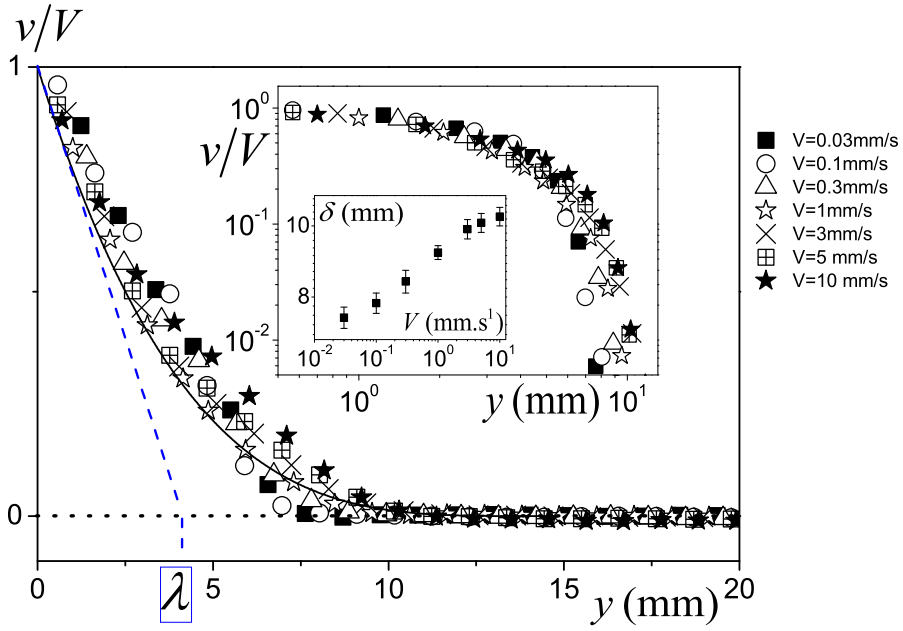


FIGURE 3.32 – Profils de vitesse adimensionnée par la vitesse de la plaque, déterminés à la même distance par rapport à la pointe de la plaque (15 cm) en fonction de la distance (y) de la plaque pour différentes vitesses sur une suspension de carbopol (C6). La ligne continue correspond à l'équation (1.8) avec $\delta = 14.4$ mm. La ligne en pointillées indique la pente du profil de vitesse le long de la plaque pour $\lambda = 4$ mm. En insert : mêmes données dans une échelle logarithmique, avec un insert montrant l'épaisseur de la couche limite estimée en fonction de la vitesse.

Un autre résultat frappant est que, sur presque 3 décades de vitesses de la plaque, les profils adimensionnés par la vitesse de la plaque sont presque similaires (voir figure 3.32). Cette similitude suggère que le processus par lequel la couche limite se développe est essentiellement lié à la déformation du matériau : en effet, nous obtenons la même déformation pour le même déplacement de la plaque quelle que soit sa vitesse.

Étant donné que les profils de vitesse adimensionnées par la vitesse de la plaque se superposent très bien à proximité de la plaque, nous pouvons exprimer le taux de cisaillement le long de la plaque sous la forme V/λ, dans laquelle λ est une longueur caractéristique de l'écoulement associée à la pente des profils de vitesse le long de la plaque (voir figure 3.32). En conséquence, la contrainte de cisaillement le long de la plaque peut être exprimée à partir de l'équation traduisant le cisaillement simple du matériau dans le régime de liquide, suivant la relation (3.5) déjà introduite dans la partie consacrée aux mesures de force.

3.3.6 Correspondance mesures locales - mesures macroscopiques

Les informations sur l'écoulement du fluide autour de la plaque déduites à partir de nos mesures de force sont parfaitement compatibles avec nos observations par PIV :

- Nous avons montré avec les mesures de force que la contrainte de cisaillement le long de la plaque, loin de la pointe, est constante. Ce résultat est en accord avec nos mesures locales qui montrent qu'un écoulement uniforme se développe rapidement derrière le bord d'attaque de la plaque.

- La comparaison de la courbe donnant la contrainte de cisaillement le long de la plaque déterminée grâce aux mesures de force dans le Régime II à la courbe d'écoulement obtenue avec le rhéomètre (3.12) a révélé l'existence d'une longueur caractéristique de l'écoulement autour de la plaque (λ) qui ne dépend pas de la vitesse et qui permet d'exprimer la contrainte de cisaillement et le taux de cisaillement le long de la plaque en fonction de ce paramètre. Nos mesures locales confirment l'existence de cette longueur caractéristique λ ainsi que son indépendance vis-à-vis de la vitesse de la plaque. Elle peut être mesurée à partir de la pente du profil de vitesse loin de la pointe. Cela confirme aussi la relation établie pour exprimer la contrainte de cisaillement le long de la plaque (3.5).

- A partir des mesures de force nous avons montré que λ prend une valeur unique ($\lambda \backsimeq$ 4 mm) quelles que soient les propriétés rhéologiques et structurales du matériau étudié. Pratiquement, la même valeur est obtenue pour λ avec les mesures par PIV sur une solution de carbopol.

3.3.7 Conclusion

A la lumière des différents résultats recueillis ci-dessus, nous proposons ici une description sommaire de l'écoulement généré autour d'un objet solide en déplacement à travers un fluide à seuil, et nous présentons le processus suivant lequel nous pensons que la couche limite prend naissance.

Nous montrons sur la figure 3.33, un schéma résumant les caractéristiques de l'écoulement autour de l'objet et mettant en évidence la répartition des zones solides/liquides : loin devant le bord d'attaque de la plaque, le matériau est déformé dans son régime solide. Au dessus, à une courte distance (de l'ordre de δ) de la pointe de la plaque, la déformation est maximale dans l'axe de la plaque et c'est à cet endroit que la transition solide/liquide se produit. A partir de ce point et en allant vers la pointe, l'épaisseur de la zone liquide (perpendiculairement à l'axe de la plaque) augmente rapidement avant d'atteindre une valeur constante à une faible distance au dessus de la pointe. Cette épaisseur constante de la couche liquide est atteinte à une distance de la plaque égale à δ. Ainsi les caractéristiques transitoires de la couche limite sont essentiellement situées autour de la pointe

de plaque dans un volume de diamètre approximativement égal à 2 δ. Ce résultat semble être cohérent avec les mesures de force qui montrent que la contrainte le long de la plaque atteint une valeur constante au bout d'une profondeur de pénétration de l'ordre de δ. Cela prouve que l'épaisseur de la couche limite se décide très rapidement après le début de la pénétration et donc contrairement aux prédictions théoriques, elle ne dépend pas du tout de la longueur de la plaque.

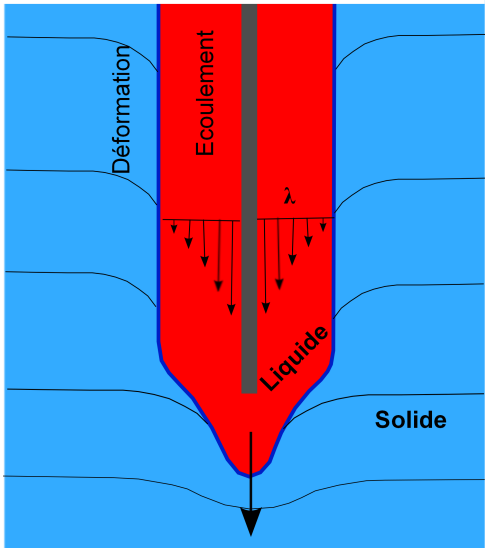


FIGURE 3.33 – Schéma synthétique de la forme de l'écoulement autour d'une plaque (zone grise) en déplacement à travers un fluide à seuil.

Les caractéristiques de l'écoulement au sein de la couche limite uniforme semblent être similaires aux prédictions de la théorie de base : les profils de vitesse peuvent être correctement modélisés par l'équation (1.8). Nous avons aussi une cohérence générale des données avec la théorie, à travers l'expression de la contrainte le long de la paroi en fonction de la vitesse, même en utilisant une seule valeur de δ pour les différentes vitesses, ce qui est une hypothèse raisonnable compte tenu de sa faible variation démontrée par PIV.

Un des résultats les plus importants de cette étude est l'observation que δ, dans notre gamme de données, reste supérieure à une valeur finie (δ_0) et augmente très lentement avec la vitesse. Ce résultat, en contradiction avec les prédictions théoriques de l'équation (1.18), diffère de ce qui est connu sur les écoulements des fluides à seuil dans une géométrie simple, où l'épaisseur cisaillée tend vers une épaisseur nulle quand la vitesse de la surface solide tend vers zéro. Nous avons vu dans cette étude que cette épaisseur ne peut pas être facilement reliée à une échelle de longueur microscopique ou macroscopique. Néanmoins, il serait utile de pouvoir prédire sa valeur à partir des caractéristiques des fluides. En effet, nos données ont montré la similitude de la courbe de la force en fonction de la profondeur

avec la courbe de l'écoulement du matériau. La connaissance de l'épaisseur de la couche limite permettrait de déterminer directement la courbe de l'écoulement d'un fluide à seuil de la simple pénétration d'une plaque, une approche intéressante et pratique pour divers matériaux industriels.

L'existence de cette valeur minimale finie ainsi que la faible dépendance avec la vitesse signifie que la région liquide conserve une taille à peu près constante quelle que soit la vitesse. Cela laisse penser que la couche limite se comporte comme si sa forme était essentiellement régie, non pas par les caractéristiques de l'écoulement au sein de cette région, mais par les conditions qui l'entourent, à savoir les déformations de la région solide et le gradient de pression induit. Remarquons que cette suggestion est conforme à nos observations que les profils de vitesse adimensionnée par la vitesse de la plaque sont à peu près similaires, ce qui nous amène à conclure que la déformation du matériau est à peu près la même pour des déplacements similaires de la plaque à différentes vitesses. Un déplacement sur une distance donnée entraîne la même déformation quelle que soit la vitesse de déplacement.

Enfin, nous pensons que la couche limite se développe selon le processus suivant : au départ, la plaque déforme le matériau dans son régime solide sur une distance donnée. Quand la déformation critique du matériau est atteinte, la transition solide/liquide se produit et la zone liquide commence à se développer. Comme la plaque continue à progresser à travers le fluide, le même processus se renouvelle continuellement et donc la zone liquide continue à se développer toujours sur la même étendue latérale, ce qui se manifeste au final par une épaisseur constante de cette couche liquide. Ainsi, tout se décide dès le début du déplacement : durant cette période le champ de déformation dans le régime solide joue un rôle crucial dans la détermination de la zone liquide.

Plus particulièrement, nous pensons que c'est un couplage entre les propriétés dans le régime solide et le régime liquide qui régi l'épaisseur de la couche limite. Ce couplage du comportement solide et liquide n'a pas été pris en compte dans l'analyse théorique ce qui peut être à l'origine des divergences notées entre nos données et les prédictions théoriques.

3.4 Retrait d'une plaque solide à partir d'un bain de fluide à seuil

Dans cette partie nous présentons les résultats des mesures réalisées en retrait. Nous rappelons que ces mesures sont menées en deux étapes : d'abord la plaque est enfoncée dans le fluide (en partant de l'extérieur du bain) jusqu'à immersion totale, ensuite, sans marquer d'arrêt, elle est retirée en dehors du fluide à la même vitesse (voir fig.3.34). Ici, nous étudions cet écoulement via des mesures de force, de la même façon que pour les mesures en enfoncement.

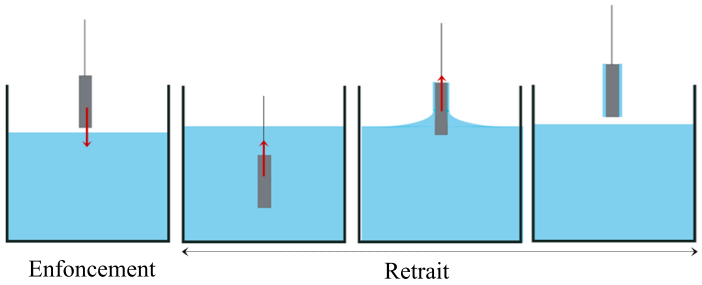


FIGURE 3.34 – Principales positions occupées par la plaque lors de la mesure en retrait.

Les résultats de mesure vont être en partie analysés dans cette section. Ici nous nous intéressons uniquement à l'étude de l'écoulement loin de la surface libre. En particulier, nous déterminons la contrainte de cisaillement le long de la plaque pendant la phase de retrait et nous étudions sa dépendance vis-à-vis de la vitesse et des paramètres géométriques du système. Dans le chapitre suivant nous étudions le dépôt du matériau lors de la sortie de la plaque du bain, à partir de ces mêmes mesures.

3.4.1 Courbe typique

Sur la figure 3.35, nous montrons l'allure typique de la courbe donnant la force en fonction du déplacement, durant un test où la plaque est d'abord immergée puis retirée du fluide. Cette courbe décrit donc à la fois l'enfoncement et le retrait. Ici, nous comparerons systématiquement les résultats obtenus dans ces deux phases.

Concentrons nous d'abord sur la courbe obtenue en retrait (présentée en bleu). Il est possible de distinguer différents régimes : dans le premier régime, la plaque remonte à travers le fluide, sur quelques centimètres, tout en étant totalement immergée. Arrivée à la surface libre du fluide, le second régime commence, la plaque sort progressivement du bain, elle est donc partiellement immergée. Nous notons ces deux régimes de la même façon que

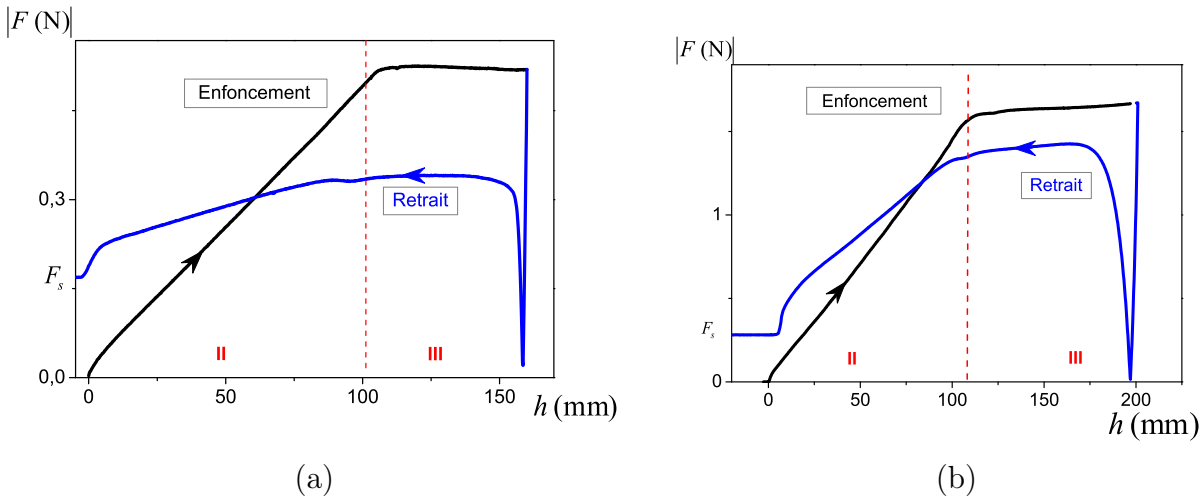


FIGURE 3.35 – Courbe typique de la force en fonction du déplacement obtenue lors d'un test sur la plaque (N °4) en mouvement d'enfoncement, puis de retrait (ici $V = 1$ mm.s^{-1}) à travers un matériau viscoplastique : (a) une émulsion directe (80%) et (b) une solution de carbopol (C4).

dans le cas de l'enfoncement : (II) la plaque est partiellement immergée et (III) la plaque est totalement immergée dans le fluide.

Au début du retrait, nous avons une phase transitoire durant laquelle la force évolue significativement. Au bout de quelque millimètres, la force atteint un plateau qui se maintient presque jusqu'à la fin du Régime III. Dans le Régime II, la plaque sort progressivement du bain en emportant avec elle une couche d'épaisseur non négligeable de fluide. Durant ce régime la force semble évoluer linéairement avec la hauteur de contact plaque/fluide. Une fois la plaque complètement sortie, la force devient constante, elle est égale au poids de matériau entraîné. Nous notons cette force F_s.

Bien que le Régime III puisse être analysé avec la même méthode que dans le cas de l'enfoncement, le Régime II semble plus complexe en raison de la présence d'une force supplémentaire (inconnue) lors du retrait, associée au poids instantané du matériau emporté par la plaque durant ce régime.

3.4.2 Méthode d'analyse

3.4.2.1 Régime III

Juste avant le début de ce régime, le matériau était cisaillée dans le sens opposé. Ce régime III commence donc par l'inversion de l'écoulement, ce qui pourrait expliquer le passage par zéro de la force. Ensuite, une fois l'écoulement du matériau orienté dans le sens du déplacement de la plaque, il faut une certaine distance avant d'atteindre le régime stationnaire qui se traduit par un plateau de force.

Dans ce régime stationnaire nous pouvons exprimer la force au plateau sous la forme suivante : $F = -F_v + F_g - F_{Barre}$ avec F_v la somme des forces d'origine visqueuse appliquées sur la plaque lors du retrait, F_g et F_{Barre} correspondent respectivement à la poussée d'Archimède et la force exercée sur la barre.

Nous calculons la contrainte visqueuse le long de la plaque selon la relation suivante :

$$\tau = \frac{-F + F_g - F_{barre}}{H.P} \tag{3.8}$$

3.4.2.2 Régime II

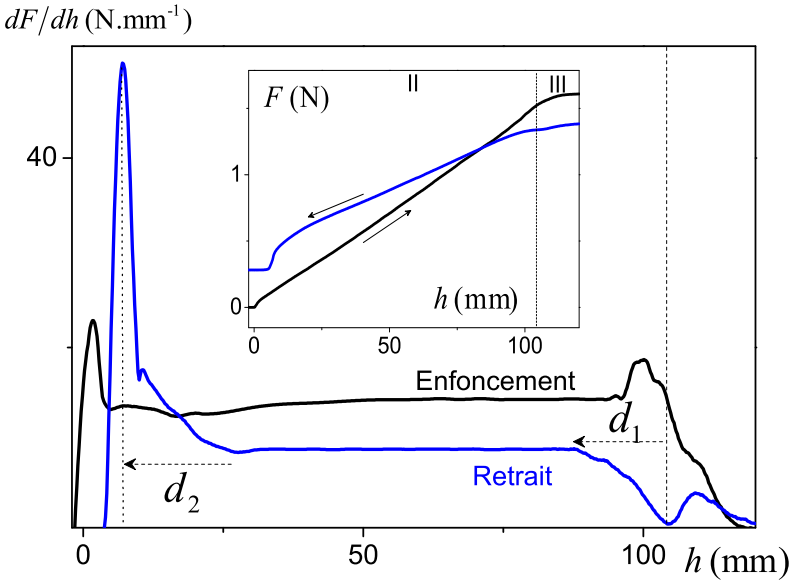


FIGURE 3.36 – Dérivée de la force en fonction du déplacement, obtenue lors d'un test sur la plaque (N ° 4) en mouvement d'enfoncement, puis de retrait (ici $V = 1$ mm.s^{-1}) à travers un matériau viscoplastique (ici une solution de carbopol C4).

Dans le Régime II, comme la force semble évoluer linéairement avec le déplacement, nous pouvons l'analyser à travers sa dérivée, comme dans le cas de l'enfoncement. Sur la figure 3.36, nous montrons un exemple de la dérivée de la force en fonction du déplacement dans le régime II lors du retrait (bleu) et lors de l'enfoncement (noir). Nous pouvons distinguer à partir de cette courbe trois parties (situées entre les lignes pointillées verticales). Dans la première et la dernière partie, la dérivée de la force varie d'une manière significative, tandis que dans la deuxième la dérivée est strictement constante. Les deux parties

extrêmes reflètent des écoulements transitionnels, associés au début de la sortie de la plaque du fluide, puis à sa sortie complète. Nous notons d_1 et d_2 les distances sur lesquelles s'étale chacun de ces écoulements transitionnels (voir fig.3.36). Nos résultats montrent que $d_1 \simeq d_2$ et que $d_1 + d_2 = Cste$ quelle que soit la longueur de la plaque (évidement supérieure à $d_1 + d_2$). Dans la partie intermédiaire, nous avons un écoulement stationnaire.

Afin d'analyser les caractéristiques de l'écoulement établi dans la partie stationnaire nous exploitons la valeur de la dérivée donnée par le plateau. Les forces qui contribuent à cette valeur sont le frottement visqueux (latéral) le long de la plaque, la poussée d'Archimède et le poids du matériau entraîné par la plaque (P_s). Le fait que la dérivée soit constante montre que les incréments des forces impliqués durant le déplacement sont constants ou qu'ils se compensent entre eux.

Nous savons que la dérivée de la poussée d'Archimède est constante. Il nous reste à vérifier la constance des dérivées des forces visqueuses et du poids du matériau emporté.
Afin d'étudier l'évolution de P_s avec le déplacement, nous avons déterminé la force F_s

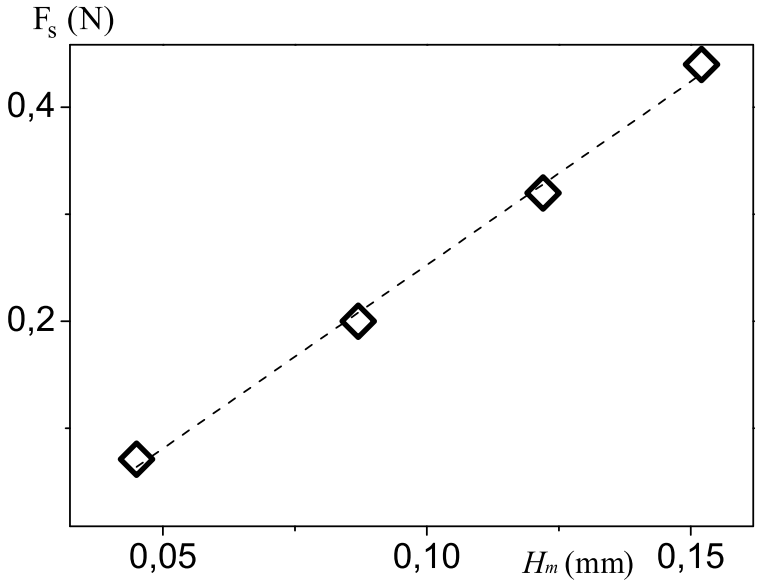


FIGURE 3.37 – Évolution du poids du matériau déposé sur la plaque en fonction de la profondeur d'enfoncement (hauteur du film déposé) (plaque utilisée : (N °5)).

associée à différentes profondeurs d'enfoncement. Ces mesures sont réalisées dans le Régime II (sans immersion totale). La plaque est enfoncée jusqu'à une profondeur donnée, supérieure à $d_1 + d_2$, ensuite retirée, et la force F_s finale après retrait est mesurée. La figure 3.37 montre que cette force varie linéairement avec la profondeur d'immersion. Ce résultat suggère que la dérivée de la force de frottement visqueux est aussi constante. Il est ainsi pos-

sible de calculer la contrainte de cisaillement le long de la plaque selon la relation suivante :

$$\tau = \frac{1}{P}.[\frac{dF}{dh} - \frac{F_g}{H} - \frac{F_s}{H}] \tag{3.9}$$

Dans cette équation, nous avons approximé la dérivée du poids du matériau déposé sur la plaque par le terme F_s/H (H est la longueur de la plaque), cette hypothèse sera justifiée dans le chapitre suivant.

3.4.3 Résultats et discussion

Nous pouvons suivre, sur la figure 3.38.a, l'évolution des contraintes de cisaillement le long de la plaque déterminées dans les deux régimes II et III lors du retrait en fonction de la vitesse. Sur ce même graphique sont représentées les courbes équivalentes obtenues en enfoncement et la courbe d'écoulement du matériau testé.

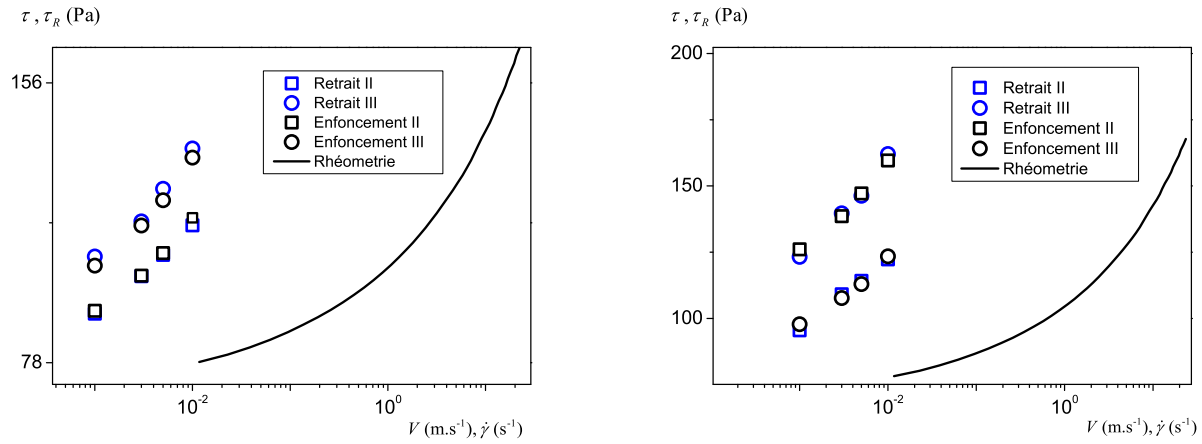


FIGURE 3.38 – Courbe d'écoulement (rhéomètre) et contrainte de cisaillement le long de la plaque en fonction de la vitesse obtenues dans les deux régimes II et III, en retrait et en enfoncement avec le matériau C4 et la plaque (a) N ° 4 ($E = 1,46$ mm) et (b) N ° 7 ($E = 6$ mm).

Ces données montrent que les courbes associées au retrait se superposent parfaitement à celles associées à l'enfoncement. Afin de confirmer ce résultat, nous avons réalisé des mesures sur le même matériau en changeant l'épaisseur de la plaque (voir fig.3.38.b), la taille du récipient et la forme de l'objet (cylindre). En outre, quelques mesures ont été réalisées sur des émulsions de différentes fractions volumiques. Nous avons obtenu la même valeur de contrainte de cisaillement le long de la plaque en retrait et en enfoncement dans

les deux régimes, quels que soient les paramètres de la mesure.

Ce résultat est d'une grande utilité puisqu'il prouve que l'écoulement est réversible et donc ses caractéristiques au moins dans le régime stationnaire, sont similaires en enfoncement et en retrait. Il est ainsi possible d'extrapoler les résultats établis en enfoncement au cas du retrait, notamment concernant la formation d'une couche limite le long de la plaque.

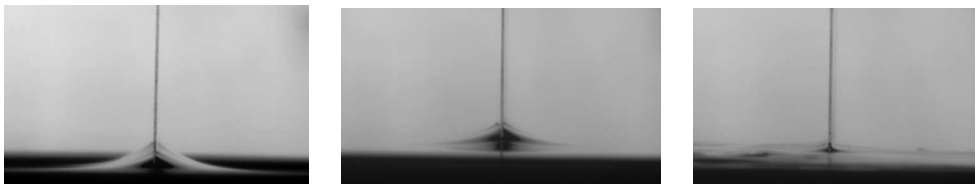
Chapitre 4

Effets de surface : capillarité, mouillage et adhésion

Dans ce chapitre, nous étudions l'impact des effets rhéologiques des fluides à seuil sur les effets de capillarité, de mouillage et d'adhésion sur une plaque solide en mouvement verticale à vitesse constante.

Pour commencer, prenons par exemple le cas des effets capillaires. Lorsque nous mettons en contact une lame de verre propre avec une surface d'eau, loin de la lame l'interface entre l'eau et l'air reste plane, perpendiculaire à la direction de la gravité alors qu'en regardant attentivement sur les bords de la lame, nous observons que le liquide remonte quelque peu le long du solide en dépit de la pesanteur (voir fig.4.1.a).

Les images (b) et (c) de la figure 4.1 illustrent cette même expérience réalisée avec la même lame, sur deux solutions de carbopol de concentrations différentes. Ces photos suggèrent que la taille du ménisque diminue quand la concentration augmente. Le ménisque obtenu avec la plus faible concentration est de taille comparable à celle du ménisque obtenue avec l'eau (4.1.a), tandis que dans le cas de la concentration la plus élevée, ce ménisque est pratiquement invisible.



(a) (b) (c)

FIGURE 4.1 – Formation de ménisque lors de la mise en contact de la lame avec le fluide : (a) eau, (b) solution de carbopol de contrainte seuil $\tau_c = 5$ Pa et (b) solution de carbopol de contrainte seuil $\tau_c = 40$ Pa.

Afin de comprendre l'origine du phénomène observé dans le cas de l'eau, considérons un petit volume de liquide dans l'air. Les molécules de ce liquide s'attirent mutuellement. Ces interactions inter-moléculaires pilotent le comportement du liquide à l'interface avec un autre milieu en lui donnant la forme qui va rendre minimum le nombre de molécules à l'interface. Cette condition de surface minimale, quand il n'y a pas d'autres forces, conduit à la forme sphérique. Couplée à la gravité, elle engendre des formes particulières, comme celles des ménisques ou des flaques sur une surface plane. Pour les liquides simples, en général, les effets capillaires souvent antagonistes de la gravité ne se manifestent pleinement que quand les forces de surface dominent les forces de pesanteur, soit en dessous d'une taille de l'ordre du millimètre, appelée longueur capillaire, notée κ^{-1} :

$$\kappa^{-1} = \sqrt{\frac{\sigma}{\rho.g}} \tag{4.1}$$

Les fluides à seuil ont la particularité de pouvoir supporter une contrainte tout en résistant à l'écoulement. Pour que la capillarité induise des déformations non négligeables, une condition indispensable est que les contraintes correspondantes ne soient pas négligeables devant la contrainte seuil du matériau. Ainsi, à l'ensemble des paramètres qui gouvernent le comportement des liquides simples aux interfaces, s'ajoute la contrainte seuil. Cela rend plus complexe la caractérisation des effets de surfaces associés à ce type de matériau. Nous nous demandons à présent comment et dans quelle limite le seuil contribue à l'écoulement aux interfaces. Et, dans quelle mesure les résultats établis jusqu'ici avec les fluides newtoniens se transposent au cas d'un fluide à seuil.

Dans ce qui suit, dans un premier temps, nous définissons, par une analyse dimensionnelle des contributions qui interviennent dans ce type d'écoulement, les régimes de prédominance capillarité-gravité-seuil d'écoulement. Ensuite, nous présentons une approche expérimentale permettant d'étudier l'impact des propriétés rhéologiques des fluides à seuil sur les effets capillaires et nous en déduisons une technique de mesure de la tension superficielle du matériau. Enfin, nous étudions le dépôt de matériau lors du retrait.

Notons que cette étude a été menée uniquement sur des solutions de carbopol de différentes concentrations.

4.1 Compétition Tension superficielle - Gravité - Seuil d'écoulement

4.1.1 Nombres adimensionnels

Dans les études portants sur les phénomènes d'interface, il est utile de raisonner avec des nombres adimensionnels qui permettent de quantifier l'influence respective des différentes forces mises en jeu. Ceux couramment utilisés dans le cas des liquides simples sont les nombres de Weber, Capillaire, de Reynolds, de Bond et de Froude. Ici, nous avons redéfinis certains de ces nombres dans le cas des fluides à seuil. Ces nombres dépendent des propriétés du fluide (la densité ρ, la tension superficielle σ, la contrainte seuil τ_c, la consistance k et l'indice d'écoulement n), de la vitesse de déplacement de la plaque V et d'une longueur caractéristique qui correspond à l'échelle spatiale du phénomène (a). Dans l'étude des effets de capillarité (lors du premier contact solide/fluide), cette distance caractéristique est donnée par l'épaisseur de la plaque ($a = E$), alors que dans le cas de l'entraînement de fluide lors du retrait elle correspond à l'épaisseur du film déposé ($a = \epsilon$) (voir Tab. 4.1).

Nombres	Re	Bi	SCa	SGr
Rapport d'effets	$\frac{\text{Effets inertiels}}{\text{Effets visqueux}}$	$\frac{\text{Effets visqueux}}{\text{Seuil d'écoulement}}$	$\frac{\text{Seuil d'écoulement}}{\text{Effets Capillaires}}$	$\frac{\text{Seuil d'écoulement}}{\text{Effets gravitaires}}$
Formules	$\frac{\rho.a^n.V^{2-n}}{k}$	$\frac{k.(\frac{V}{a})^n}{\tau_c}$	$\frac{a.\tau_c}{\sigma}$	$\frac{\tau_c}{\rho.g.a}$

TABLE 4.1 – Nombres adimensionnels définis dans le cas d'un fluide à seuil. Nous désignons ici par 'effets visqueux' les effets additionnels au seuil d'écoulement (autrement dit le terme additionnel au seuil dans le modèle de Herschel Bulkley).

Les valeurs de ces nombres ont été calculées pour les fluides utilisés et dans la plage de vitesse étudiée. Pour la tension superficielle, qui est le seul paramètre manquant, nous avons utilisé celle du liquide interstitiel associé au fluide en question. Nous constatons que le nombre de Reynolds (Re) est très faible sur notre gamme de vitesse et quel que soit le fluide testé. Par conséquent, dans cette étude les effets inertiels seront négligés. Le nombre de Bingham (Bi) varie de 0,04 à 1. Ainsi, globalement les effets visqueux additionnels ne sont pas importants. En revanche, les nombres SCa et SGr varient largement sur notre gamme de mesure. L'impact de leurs variations sur nos résultats sera étudié plus loin.

4.1.2 Diagramme de prédominance

Le diagramme donné par la figure 4.2 montre les différents régimes de prédominance capillarité-gravité-seuil d'écoulement dans le cas ou le nombre de Bingham est très faible. Les deux courbes de ce diagramme montrent l'évolution de la contrainte seuil en fonction de la longueur caractéristique a, selon les relations $\tau_c = \sigma/a$ (courbe rouge) et $\tau_c = \rho.g.a$ (courbe bleu) (autrement dit $SCa = 1$ et $SGr = 1$).

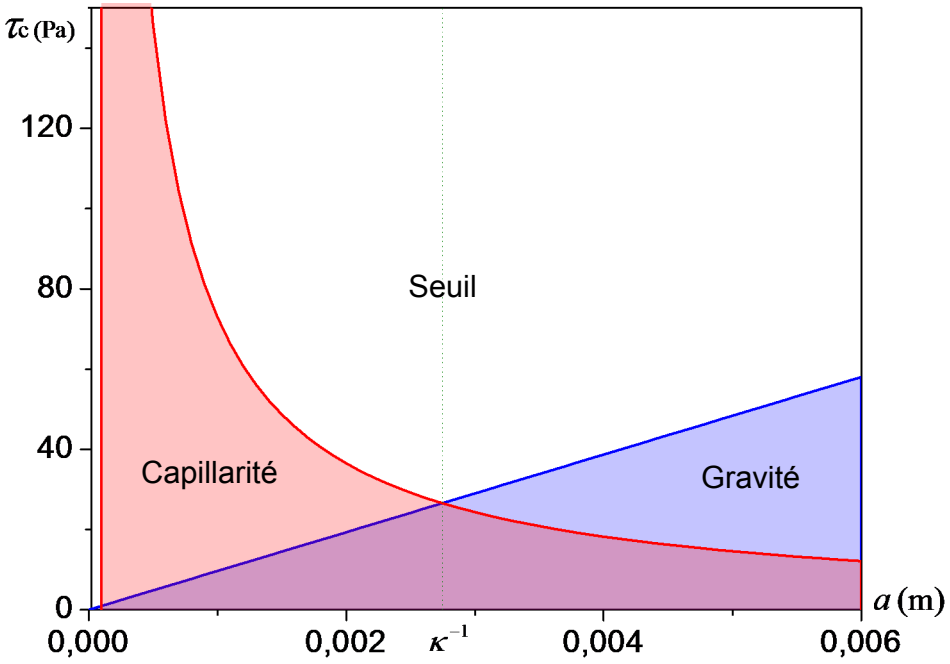


FIGURE 4.2 – Diagramme de prédominance Capillarité-Seuil d'écoulement-Gravité.

Sur ce diagramme, nous pouvons distinguer quatre régimes de prédominance : capillaire (rouge), gravitaire (bleu), seuil d'écoulement (blanc). Dans le dernier domaine (qui correspond à l'intersection des domaines rouge et bleu), le fluide peut être assimilé à un liquide simple puisque l'effet de seuil est négligeable devant la gravité et la capillarité. Nous utilisons pour décrire ce régime l'expression "capillo-gravitaire".

Dans le régime capillaire, l'effet de tension de surface domine l'effet de seuil. C'est donc dans ce régime que nous devons nous placer pour pouvoir détecter les forces capillaires et les mesurer. La zone de ce régime où le seuil d'écoulement est négligeable devant l'effet capillaire est très réduite, ce qui suggère que nos mesures dans le reste de ce régime vont être fortement affectées par le seuil.

Concernant l'entraînement du fluide lors du retrait, nous nous attendons à ce que, dans

le régime capillo-gravitaire les forces qui décident de l'épaisseur du film soient les mêmes que dans le cas d'un fluide newtonien. En effet, le seuil d'écoulement dans ce régime est négligeable devant les autres forces, la compétition devrait se jouer alors entre la capillarité et la gravité.

Dans le régime 'gravitaire' (bleu), nous nous attendons à ce que la gravité soit la force qui s'oppose à l'entraînement du film. Dans le régime capillaire, la tension de surface ne peut jouer un rôle décisif que si son effet domine largement celui du seuil d'écoulement, or cette condition n'est vérifiée que quand SCA est très inférieure à 1 (une zone très réduite du régime capillaire).

En dehors de ces régimes l'effet de seuil devrait dominer. Nous nous attendons alors à ce que l'épaisseur soit fonction des propriétés rhéologiques du fluide.

4.2 Capillarité et interface mobile

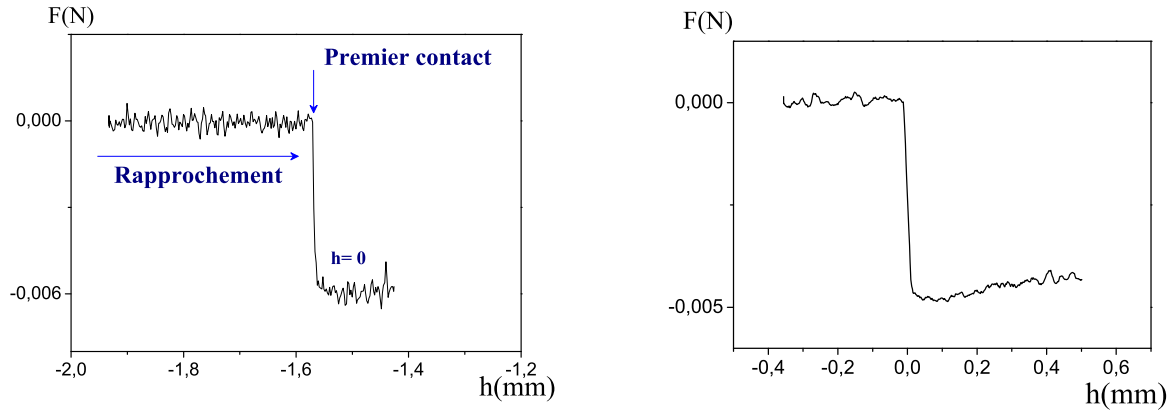
4.2.1 Force capillaire

Le principe que nous avons utilisé pour mesurer cette force est celui de la méthode de la lame de Wilhelmy, qui consiste à amener au contact du fluide une lame solide très mince et à mesurer la force exercée par le fluide sur la lame (voir §1.4.3.2).

Le montage ainsi que la procédure exacte utilisés sont présentés respectivement page 66 et page 76. Nous insistons ici sur quelques précautions particulières à respecter dans le cas des fluides à seuil pour avoir une mesure pertinente. Ces précautions concernent la mise en contact de la lame avec le fluide. Lors de cette phase de la mesure, nous avons rencontré des difficultés dues à la tendance de la surface libre du fluide à se courber en raison d'effets élastiques. En effet, le contact entre la lame et le fluide ne se produit pas simultanément le long de la lame, il faut donc enfoncer davantage la lame dans le fluide pour que le contact se fasse sur toute sa largeur. La profondeur de pénétration n'est donc pas la même le long de la lame. Cela fausse la définition du zéro de déplacement et rend difficile l'exploitation de la force capillaire mesurée. Une autre conséquence critique est que la rupture du ménisque lors du retrait de la lame (voir plus loin mesures en arrachement) en dehors du bain se fera d'un coté de la lame avant l'autre. Dans ces conditions le maximum de la force ne pourra plus être utilisé pour évaluer la tension de surface du fluide.

Pour que la mesure soit correcte, il est primordial de lisser la surface du fluide juste avant la mesure et de veiller à corriger son horizontalité ainsi que celle de la section inférieure de la lame qui doit arriver perpendiculairement à la surface du fluide. Pour un liquide ordinaire, cette question ne se pose pas puisque sa surface libre au repos est naturellement parfaitement plane.

Un critère basé sur le suivi de la force au moment du contact nous permet de juger si la mise en contact est correcte ou pas. À une très faible vitesse de la lame [$<10\ \mu m.s^{-1}$], le saut de force au moment où la lame rentre en contact avec le fluide doit être quasi instantané (exemple fig.4.3). S'il s'étend sur quelques secondes, cela peut traduire la propagation du contact d'un coté de la lame à l'autre, nous avons donc une partie de la lame qui est plus enfoncée que l'autre. Pour toutes nos expériences, une attention particulière a été portée à cette phase de mise en contact.



(a) (b)

FIGURE 4.3 – (a) : Force enregistrée lors de la mise en contact lame/ fluide : définition du zéro du déplacement. (b) : Force en fonction de la profondeur de pénétration durant les premiers dixièmes de millimètre de déplacement (zéro du déplacement corrigé) .

Notons que le zéro est défini juste après la détection du saut de force. Plus particulièrement, avant que la force ne quitte le plateau que nous pouvons distinguer sur la figure 4.3.a. En effet, l'augmentation ultérieure de la force (voir fig.4.3.b) suggère que d'autres forces telle que la poussée d'Archimède commencent à être ressenti par la lame et ainsi la profondeur de pénétration devient non négligeable. Les courbes de force en fonction du déplacement (h) sont ensuite corrigées de telle sorte que le saut de force corresponde à $h = 0$.

4.2.1.1 Cas d'un liquide simple

Lorsque la lame est plongée dans un liquide simple, la tension de surface se manifeste par le ménisque qui se forme le long de son périmètre. Le bilan des forces verticales montre que le poids du ménisque supporté par la lame est égal à la force fournie par la surface. Cette force est égale à la composante verticale de la tension de surface, $\sigma.cos(\theta)$, où θ est

l'angle de contact avec la lame, multipliée par le périmètre de la lame, P (fig.4.4.a). Nous avons donc :

$$F = P.\sigma.cos(\theta) \tag{4.2}$$

(a) (b)

FIGURE 4.4 – (a) : Représentation de l'angle de contact et de la force de tension de surface. (b) : Bilan des forces appliquées sur une lame s'enfonçant dans un fluide. Nous désignons par F_m la force capillaire, F_g la poussée d'Archimède et F_v la force visqueuse.

Sur la figure 4.5 nous présentons des exemples de courbes de force obtenues avec nos liquides de référence : l'eau, l'huile silicone et le glycérol. Le premier contact ($h = 0$) entre la lame et le liquide se traduit par un saut de force (ici négatif). Cette force reste ensuite constante sur quelques dixièmes de millimètres d'enfoncement. Si la lame continuait à progresser à travers le liquide, la poussée d'Archimède et la force visqueuse qui augmentent avec la surface de contact solide/fluide s'opposeraient à cette force capillaire (fig.4.4.b).
Remarquons que ces mesures permettent d'estimer l'angle de contact entre le fluide et la surface de la lame, puisqu'ici elle représente la seule inconnue du problème.

4.2.1.2 Cas d'un fluide à seuil

Pour les fluides à seuil, nous nous attendons à ce que, lorsque l'effet capillaire domine l'effet de seuil, la force capillaire s'exprime de la même façon que pour les liquides simples (eq.(4.2)).

Afin de caractériser cette force, nous devons nous placer dans des conditions de mesure qui vérifient $SCa << 1$. Cela implique une réduction maximale de l'épaisseur de la lame utilisée. Étant donné que l'épaisseur minimale que nous nous sommes procurée est $E = 100$ μ m, à partir d'une certaine valeur de contrainte seuil, il devient très difficile de mettre en évidence la force capillaire avec cette méthode de mesure de force. Nous montrons dans la figure 4.6 des exemples de mesure de cette force capillaire, réalisées avec deux solutions de carbopol de différentes contraintes seuils.

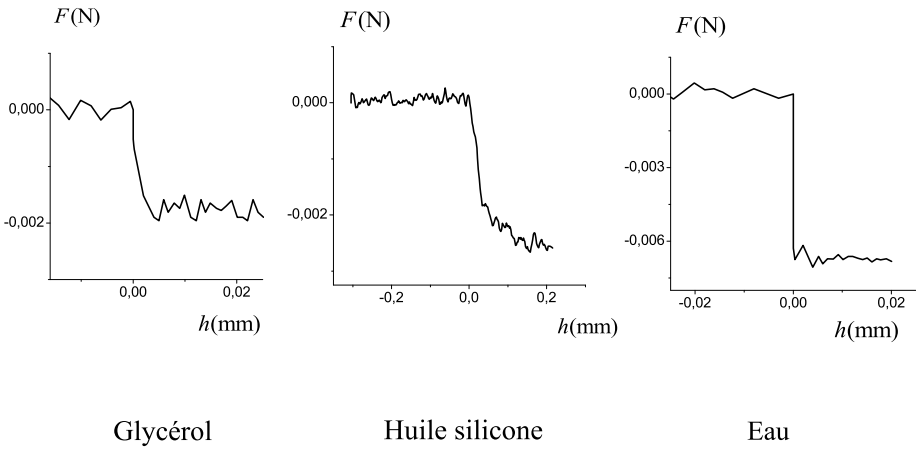


FIGURE 4.5 – Force mesurée lors du premier contact entre la lame et un liquide. Pour le glycérol et l'eau, mesures réalisées à l'aide d'une lame métallique ($E = 0,1$ mm, L= 100 mm) et pour l'huile silicone à l'aide d'une lame de verre ($E = 0,13$ mm, L= 70 mm).

Cette force prend naissance dès le premier contact entre le fluide et la plaque. Elle reste constante sur les premiers dixièmes de millimètres d'enfoncement. Nous pouvons remarquer que l'intensité de cette force diminue quand la contrainte seuil du matériau augmente. Notons que contrairement au cas des liquides simples présentés ci-dessus, ici nous avons deux paramètres inconnus : l'angle de contact solide/fluide et la tension superficielle du fluide. Il n'est donc pas possible de caractériser la force capillaire uniquement à partir de cette mesure de force au premier contact. Une solution consiste à faire déplacer l'interface afin de s'affranchir de l'angle de contact.

Si nous continuons à enfoncer la lame, le fluide résiste à sa pénétration. La surface libre du fluide se déforme sur quelques millimètres par rapport à son niveau initial, horizontal. La lame pénètre ensuite dans le fluide. Elle est donc soumise, en plus de la force de mouillage et de la résistance du fluide exercée sur la pointe de la plaque, à la poussée d'Archimède et au frottement visqueux (latéral) (voir chapitre 3). Ainsi, en présence d'une large surface de contact solide/fluide, la contribution de la force capillaire à la force totale mesurée le long de la lame est négligeable devant les autres forces présentes. Nous comprenons alors que, pour pouvoir mettre en évidence l'effet capillaire et l'étudier, il est nécessaire de limiter l'effet des autres forces. Il faut que le solide plonge le moins possible dans le liquide.

Une solution qui pourrait satisfaire cette condition et en même temps permet de faire

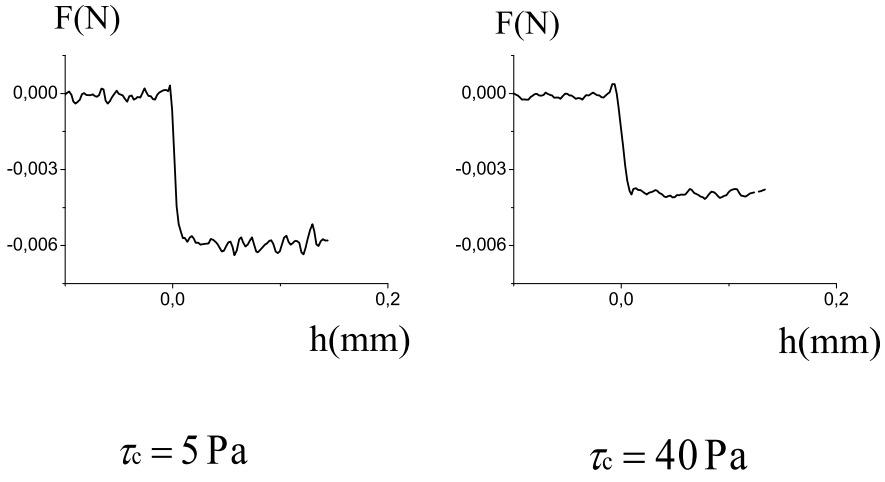


FIGURE 4.6 – Force mesurée lors du premier contact entre la lame ($E = 0,13$ mm, L= 70 mm) et le gel, pour deux solutions de carbopol de contraintes seuils différentes.

déplacer l'interface pour s'affranchir de l'angle de contact consiste à retirer la lame en dehors du bain au lieu de l'enfoncer.

4.2.2 Méthode d'arrachement

Une fois la lame amenée au contact avec le fluide, nous procédons à des mesures suivant une méthode dite d'arrachement. Elle consiste à tirer verticalement, dans le sens opposé, la lame et à mesurer la force exercée par le liquide sur la lame au moment où celle ci se détache de l'interface (voir fig.4.7). Sur la figure 4.8, nous montrons un exemple typique de la force mesurée au cours du temps. Elle met en évidence les trois phases de la mesure d'arrachement : mise en contact de la lame avec le fluide (fig. 4.7 étapes (1) et (2)), retrait de la lame (étapes (3) et (4)) puis rupture du ménisque (étape (5)).

Dans le cas des liquides simples, la force (F_c) exercée à la rupture du ménisque permet de déterminer la tension superficielle du liquide. En effet, le retrait de la lame permet de s'affranchir de l'angle de contact : au moment du détachement (fig.4.7 étapes (4)), le ménisque est aligné avec la lame et donc l'angle de contact est nul. La force s'écrit donc :

$$F_c = P.\sigma$$

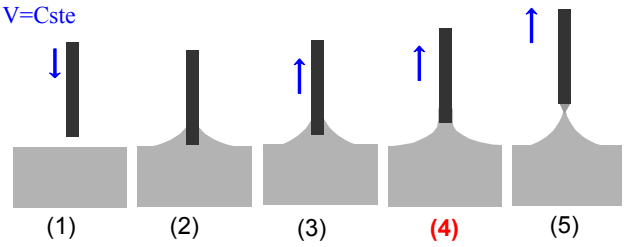


FIGURE 4.7 – Étapes de la mesure en arrachement : (1) : rapprochement de la lame de la surface du fluide, (2) : premier contact lame/fluide et formation du ménisque, (3) : retrait de la lame à partir du bain, (4) ménisque aligné avec la lame et (5) : rupture du ménisque.

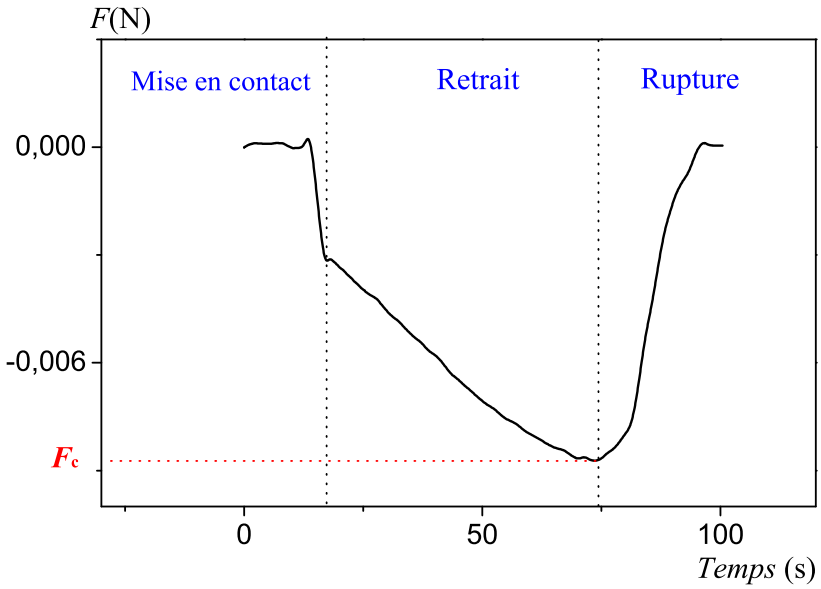
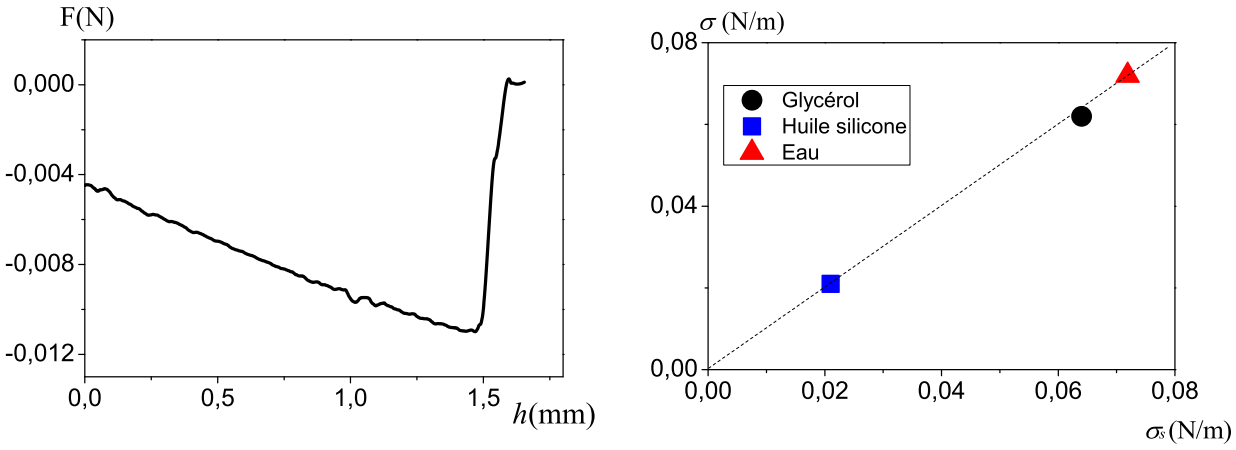


FIGURE 4.8 – Courbe typique de la force au cours du temps montrant les trois phases de la mesure en arrachement : mise en contact de la lame avec le fluide , retrait de la lame puis rupture du ménisque. Ici la courbe est obtenue avec une solution de carbopol.

4.2.2.1 Résultat obtenus avec des liquides simples

Avant d'appliquer cette méthode d'arrachement sur les fluides à seuil, nous avons dans un premier temps vérifié la validité de notre montage et de notre procédure de mesures sur des liquides newtoniens. Une courbe typique de la force en fonction du déplacement lors de l'arrachement d'une lame à partir d'un bain d'eau est donnée par la figure 4.9.a. Des courbes similaires ont été obtenues avec le glycérol et l'huile silicone. La reproductibilité de ces courbes a été vérifiée. Les valeurs de tension de surface (σ) obtenues pour ces liquides à partir des valeurs de F_c ont été comparées aux valeurs standards (σ_s). La courbe donnée



(a) (b)

FIGURE 4.9 – (a) : Exemple de force mesurée en retrait sur l'eau ($E = 0.1$ mm, $L = 70$ mm). (b) : valeurs expérimentales de la tension de surface obtenues sur l'eau, le glycérol et l'huile silicone en fonction des valeurs standards. La ligne pointillée est de pente 1.

par la figure 4.9.b montre une très bonne cohérence de ces valeurs, ce qui valide cette expérience.

4.2.2.2 Application aux fluides à seuil

Une courbe typique de la force lors de l'arrachement d'une lame à partir d'un bain de fluide à seuil est donnée par la figure 4.8. Pour ces fluides, comme nous ne connaissons pas la valeur de la tension superficielle, nous ne pouvons pas vérifier, avec la même méthode que pour les liquides newtoniens, que la valeur critique de la force (F_c) au moment de la rupture résulte uniquement de la force capillaire. Nous allons donc utiliser une autre approche qui consiste à étudier la variation de cette force critique avec certains paramètres de la mesure.

Impact de la vitesse de retrait : nous avons mené des mesures de force en variant la vitesse avec laquelle la lame est retirée. Les résultats (voir fig.4.10.a) montrent que les courbes de la force en fonction du déplacement sont pratiquement superposées pour les vitesses inférieures à 0,3 mm.s^{-1}. En revanche, au delà de cette valeur la force critique associée au maximum de la courbe augmente avec la vitesse. Ceci suggère qu'à très faibles nombres de Bingham ($Bi < 0{,}07$) il n'y a pas de contribution visqueuse à la force critique (fig.4.10.b).

Impact de l'épaisseur de la lame : nous avons réalisé des mesures avec différentes épaisseurs de lame allant de 0.1 mm à 2 mm. Les valeurs de (F_c) qui en résultent sont données dans la figure 4.11.

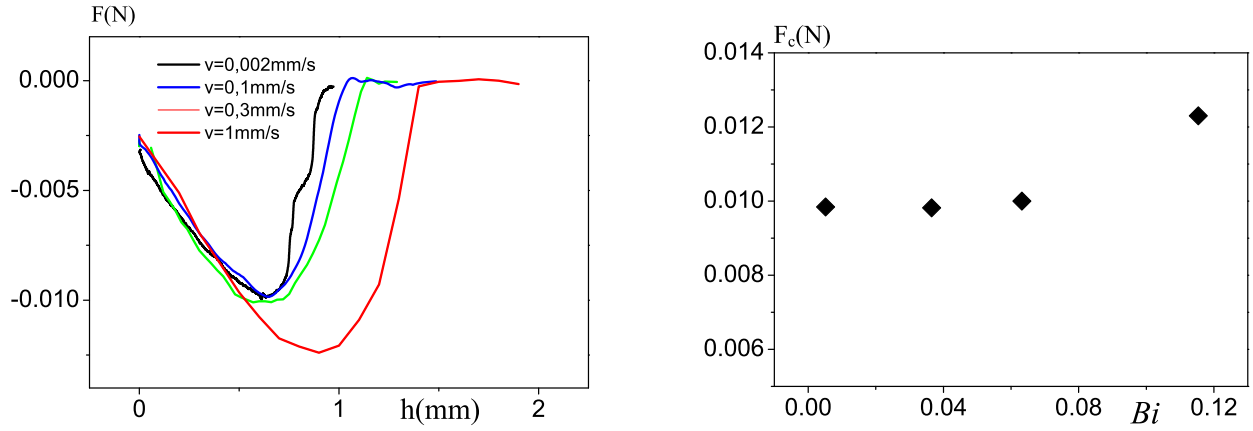


FIGURE 4.10 – (a) : Force en fonction du déplacement obtenue lors du retrait de la lame ($E = 0.2$ mm, $L = 70$ mm) à partir d'un bain de carbopol ($\tau_c = 13Pa$) à différentes vitesses. (b) : Force critique (associée aux maximum des courbes de la figure (a)) en fonction du nombre de Bingham (Bi).

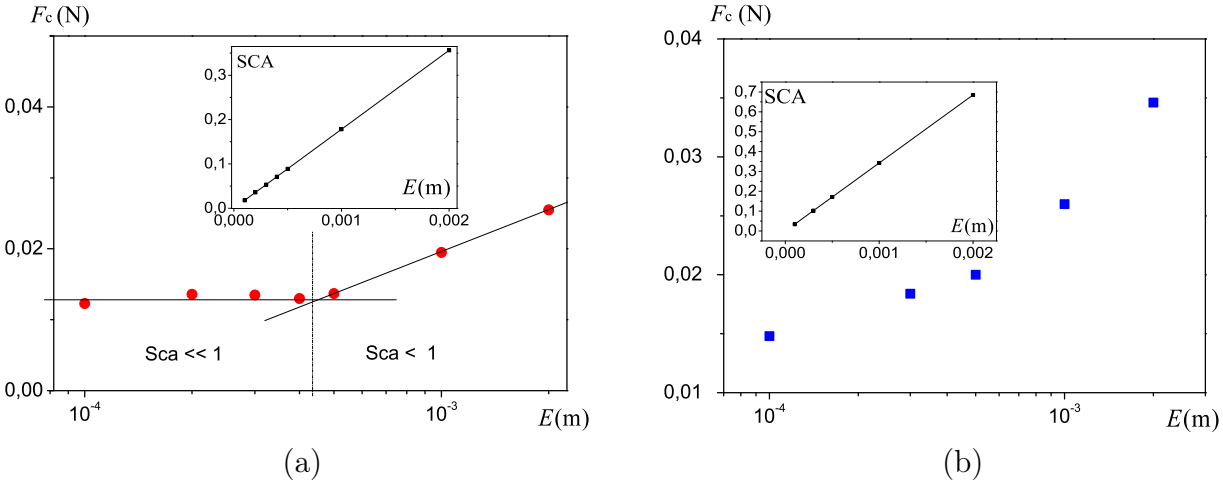


FIGURE 4.11 – Force critique en fonction de l'épaisseur de la lame ($L = 100$ mm) obtenue avec deux solutions de carbopol de contraintes seuil différentes : (a) $\tau_c = 13$ Pa et (b) $\tau_c = 25$ Pa. En insert dans chacune des deux figures, est représenté le nombre adimentionnel SCa en fonction de l'épaisseur.

Nous pouvons voir (fig.4.11.a) qu'a faible épaisseur ($E < 0,5$ mm) la force critique est indépendante de l'épaisseur de la lame, tandis qu'au delà de $E = 0,5$ mm elle semble augmenter linéairement avec l'épaisseur. Dans la première zone, ou la force critique est constante, le nombre adimensionnel comparant l'effet du seuil d'écoulement aux effets capillaires est très faible devant 1 (voir insert fig.4.11.a). Ainsi dans cette zone, les effets capillaires dominent les effets du seuil ce qui pourrait expliquer l'indépendance des mesures

de l'épaisseur de la lame. Avec les lames d'épaisseurs supérieures à 0,5 mm, le nombre SCa est légèrement inférieure à 1, dans ce cas les effets du seuil ne peuvent pas être négligés devant les effets capillaires et ainsi contribuent à la force mesurée au moment de la rupture.

Nous avons mené ces mêmes mesures avec une solution de carbopol possédant un seuil d'écoulement plus élevé. Les résultats (fig.4.11.b) montrent que quand l'épaisseur de la lame diminue, la force critique diminue aussi est tend vers une valeur voisine de celle mesurée donnée par le niveau du plateau de la figure 4.11.a). Toutefois, ces derniers résultats ne permettent pas de distinguer aussi clairement le régime où la force capillaire est dominante. En effet, à ce niveau de contrainte seuil il faut réduire encore l'épaisseur de la lame pour que les effets du seuil deviennent négligeables par rapport aux effets capillaires.

Impact de la contrainte seuil : afin d'étudier la variation de la force critique avec la contrainte seuil du matériau, nous avons réalisé des mesures avec la même lame ($E = 0,13$ mm, $L = 70$ mm), à la même vitesse de retrait ($V = 0,1$ mm.s^{-1}) sur des solutions de carbopol de différentes concentrations. Il convient de dire qu'à partir de 40 Pa, nous n'observons plus de ménisque autour de la lame lors de sa mise en contact avec le fluide.

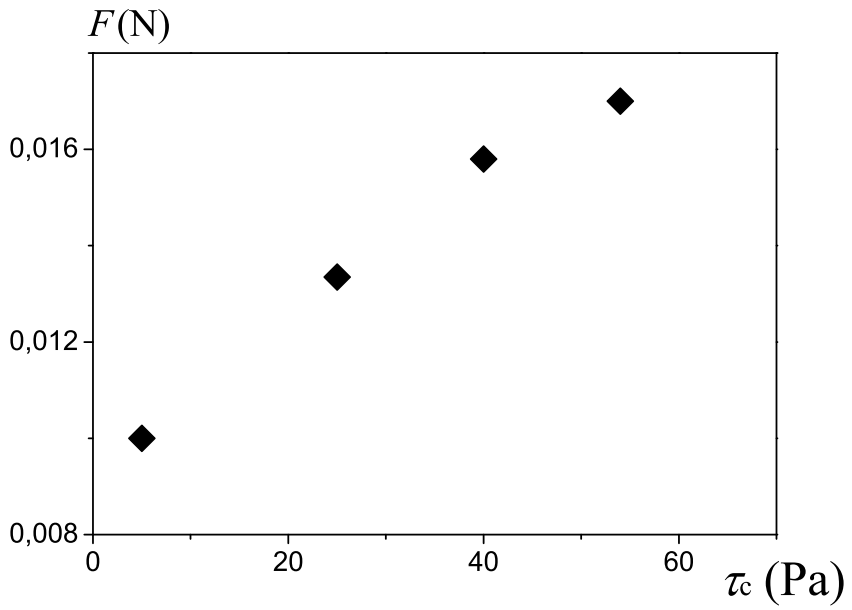


FIGURE 4.12 – Courbe donnant la force critique en fonction de la contrainte seuil du matériau. Mesures réalisées avec une lame de verre d'épaisseur $E = 0,13$ mm et de largeur $L = 70$ mm.

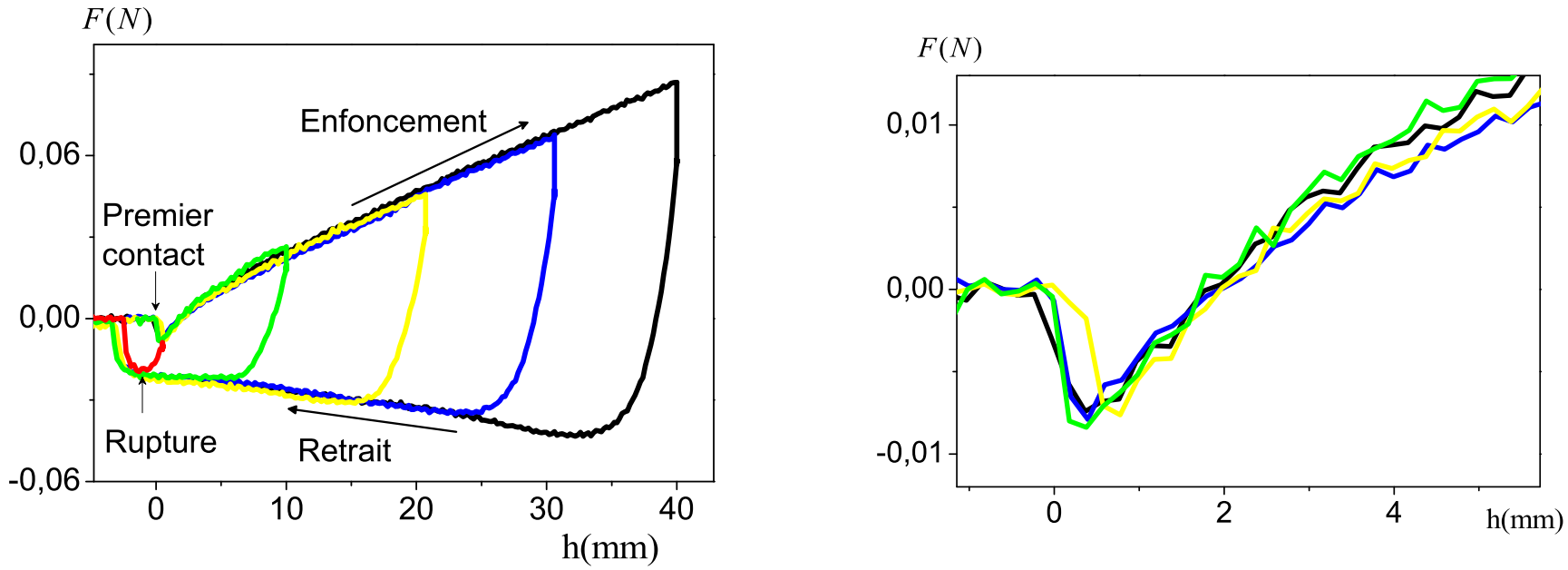
Les résultats (voir fig.4.12) montrent une légère augmentation de la force critique F_c avec la contrainte seuil du matériau.

Impact de l'enfoncement initial : la lame est d'abord enfoncée à vitesse constante dans le fluide jusqu'à une profondeur maximale que nous notons H_m, ensuite elle est retirée du bain à la même vitesse. La force est mesurée du premier contact de la lame avec le fluide jusqu'à sa sortie complète du bain. Cette mesure a été répétée pour différentes profondeurs (0, 10, 20, 30 et 40 mm). Sur la figure 4.13.a nous présentons l'ensemble de ces mesures. Nous pouvons distinguer sur chacune de ces courbes plusieurs phases : d'abord, lors de la mise en contact de la lame avec le fluide, nous avons un saut de force (voir fig. 4.13.b) dû à la force capillaire, ensuite quand la lame est largement enfoncée dans le fluide la force augmente linéairement avec le déplacement. Arrivée à la profondeur maximale, la lame est retirée dans le sens opposé, et l'intensité de la force diminue jusqu'au le moment du détachement.

Nous nous concentrons sur cette dernière phase et nous comparons les courbes relatives aux différentes profondeurs d'enfoncement. La courbe rouge (fig. 4.13.a) correspond à un enfoncement initial presque nul, ainsi la force au niveau du pic correspond à la force critique F_c définie ci-dessus. Nous remarquons que les courbes associées aux différentes profondeurs initiales restent superposées lors de la sortie de la lame du bain et rejoignent la courbe rouge au moment de la rupture. Remarquons que le léger décalage des courbes au moment du détachement est dû au poids du matériau emporté par la lame qui peut être estimé à partir de la force après la rupture totale. Nous avons alors la même force critique quel que soit l'enfoncement initial de la lame dans le fluide. Ce résultat a été vérifié aussi sur des fluides de seuils d'écoulement plus élevés.

Impact du temps de repos : nous avons étudié l'impact du temps qui sépare les deux phases de la mesure, c-à-d la mise en contact de la lame avec le fluide et son arrachement. Pour cela, la lame a été légèrement enfoncée dans le fluide, ensuite le mouvement est arrêté pendant une durée donnée. À la fin de cette durée, la lame est retirée en dehors du bain. La force a été mesurée durant les phases de relaxation et de retrait de la lame. Dans la figure 4.14, nous montrons l'évolution de cette force en fonction du temps associée aux différentes durées de relaxation. Le temps de relaxation ne semble pas avoir d'impact sur la valeur de la force critique.

Impact du temps d'arrêt lors de la phase de retrait : au préalable, nous avons supposé que la ligne de contact reste ancrée sur la lame durant la phase de retrait. Nous avons réalisé quelques tests afin de vérifier cette hypothèse. Pendant que la force augmente (avant d'atteindre le maximum), nous avons arrêté le mouvement pendant des temps donnés à deux hauteurs de retrait différentes. La figure 4.15 montre l'évolution de la force au cours du temps (a) et en fonction du déplacement (b). Ces résultats montrent que l'arrêt n'affecte pas la mesure de la force. Nous pouvons en déduire que lors de l'arrêt il n'y a pas de glissement de ménisque le long de la lame et donc que la ligne de contact reste bien ancrée sur la surface solide.



(a) (b)

FIGURE 4.13 – (a) : Force en fonction de la profondeur d'enfoncement dans les trois phases : mise en contact lame/fluide, enfoncement, retrait jusqu'à la rupture. Mesures réalisées avec une lame métallique $E = 0,5$ mm et de largeur $L = 100$ mm sur une solution de carbopol de contrainte seuil $\tau_c = 3$ Pa. (b) un zoom sur la partie mise en contact de la figure (a).

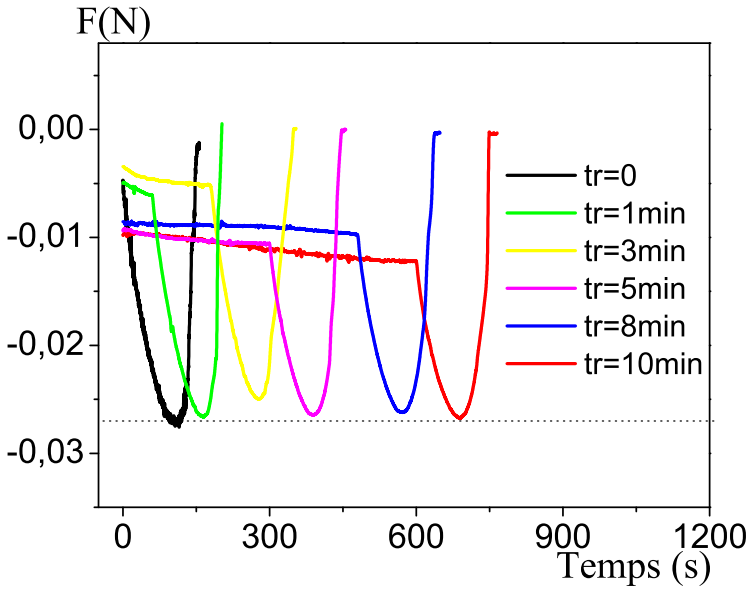
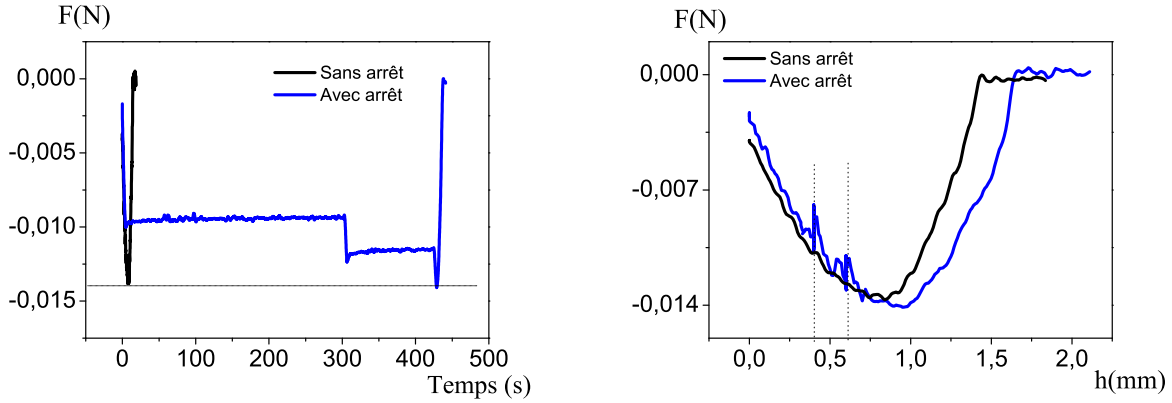


FIGURE 4.14 – Force le long de la lame en fonction du temps : après la mise en contact de la lame avec le fluide, le mouvement est arrêté durant une période donnée (tr) ensuite la lame est retirée en dehors du bain. Ces mesures sont obtenues avec une solution de carbopol (τ_c =25 Pa) et une lame de largeur ($L = 70$ mm) et d'épaisseur $E = 1$ mm.



(a) (b)

FIGURE 4.15 – Impact de l'arrêt du mouvement durant le retrait de la lame à partir d'un fluide à seuil (τ_c =25 Pa) sur la force. (a) : force en fonction du temps avec et sans arrêt. (b) : force en fonction du déplacement associée aux données de la figure (a). Les deux lignes verticales en pointillés correspondent aux hauteurs auxquelles le mouvement est arrêté.

Impact de l'état de surface de la lame : à l'exception de l'impact de la contrainte seuil (fig.4.12) qui a été étudié en utilisant des lames de verre, tous les autres résultats de mesure présentés ci-dessus (en arrachement) ont été obtenus avec des lames métalliques.

Pour la mesure de la force capillaire au moment de la mise en contact, les résultats obtenus avec ces deux types de lame ne peuvent pas être comparés puisque cette force dépend de l'angle de contact qui lui même dépend de l'état de surface de la lame. En revanche, dans le cas des mesures en arrachement la force critique n'est pas censée dépendre du type de la lame. Dans le cas des fluides newtoniens, pour les mêmes largeur et épaisseur de la lame, pratiquement la même force critique a été obtenue avec les deux types de lame. Ceci a été vérifié aussi pour les fluides de faibles contraintes seuil (< 13 Pa).

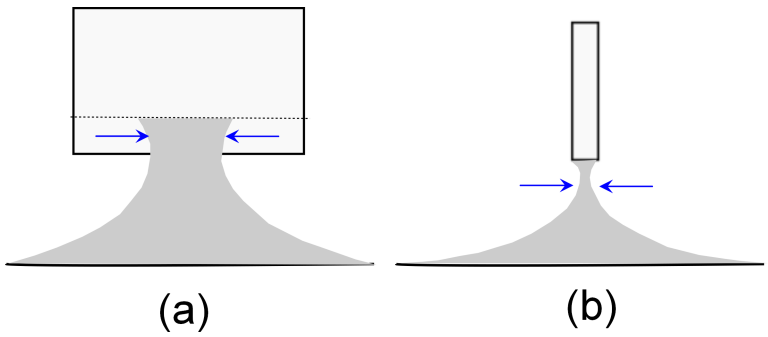


FIGURE 4.16 – Rupture du ménisque dans le cas d'une lame de verre (a) (vue latérale) et avec une lame métallique (b) (vue de profil).

Il convient de noter, néanmoins, qu'une différence à été remarquée au niveau de la rupture du ménisque entre les deux types de lames. Avec les lames métalliques, la rupture se produit par l'épinglement du ménisque en dessous de la lame (sur l'épaisseur) (fig.4.16.b). En revanche, dans le cas des lames de verre, le ménisque se rompt latéralement, sur la largeur de la lame (fig.4.16.a). Cela est visible avec les liquides simples et les fluides à faible contrainte seuil (puisque la taille du ménisque est plus importante que celle des fluides de seuils de contrainte élevés). Pour l'instant, nous ne savons pas quelles répercussions a ce phénomène sur nos mesures menées avec les lames de verre sur les matériaux de contraintes seuil élevées .

4.2.3 Discussion & Conclusion

Nos mesures montrent que la force critique au moment de la rupture du ménisque augmente avec l'épaisseur de la lame et la contrainte seuil du matériau alors qu'elle est indépendante de la profondeur d'enfoncement initial et du temps de repos entre la mise en contact et le retrait. Essayons maintenant d'analyser plus en détails ces résultats et de déterminer dans quelle mesure ils peuvent nous renseigner sur la tension de surface des fluides à seuil.

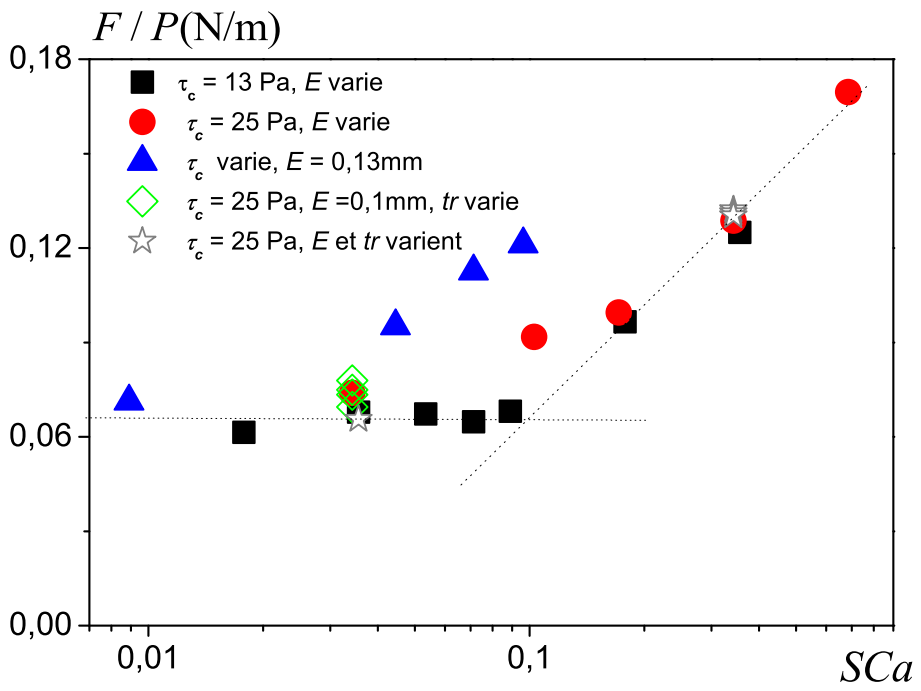


FIGURE 4.17 – Courbe rassemblant toutes les mesures de la tension de surface apparente.

Dans la figure 4.17, nous avons rassemblé toutes les mesures en arrachement. Elles sont représentées en terme de tension superficielle apparente (F/P) en fonction du nombre capillaire SCa. Ces données montrent qu'à l'exception des mesures obtenues avec les lames de verre (points bleus), tous les autres résultats de mesures se placent sur une courbe maîtresse. Cette courbe présente un plateau vers les faibles nombres capillaires, qui est particulièrement intéressant puisqu'il suggère que dans ce domaine aucune propriété rhéologique ou géométrique n'affecte la mesure. La tension de surface apparente donnée par ce plateau peut être à priori considérée comme la tension superficielle effective de ces fluides. Nous remarquons en particulier que la valeur de tension de surface fournie par ce plateau est très comparable à la tension superficielle de l'eau ($\sigma = 72N.m^{-1}$) qui constitue le liquide interstitiel des solutions de carnopol avec les quelles ces données ont été obtenues. Cela tend à confirmer l'hypothèse émise dans quelques autres travaux [34] [35] qui consiste à associer la tension de surface des fluides à seuil à celles des liquides interstitiels.

Intéressons nous maintenant à l'augmentation de la tension de surface apparente quand le nombre capillaire devient important. Pour cela, prenons par exemple le cas du retrait d'une lame relativement épaisse à partir d'un fluide à seuil. Lorsque la hauteur en retrait commence à augmenter, le poids du ménisque croit au fur et à mesure que la lame s'élève. Le poids du ménisque soulevé par la lame au moment où le ménisque s'aligne avec la lame

est plus important que celui soulevé dans le cas d'une lame infiniment mince. La différence entre les deux est due au poids de la colonne de fluide située en dessous de la lame (fig.4.18). Toutefois, ce supplément de poids n'est pas suffisant pour expliquer l'augmentation de la tension de surface apparente quand le nombre capillaire devient grand. En effet, la force critique obtenue sur des solutions de carbopol de différentes contraintes seuil et avec la même lame augmente avec la contrainte seuil. Or, ces fluides présentent pratiquement la même densité et donc logiquement le supplément de poids est le même.

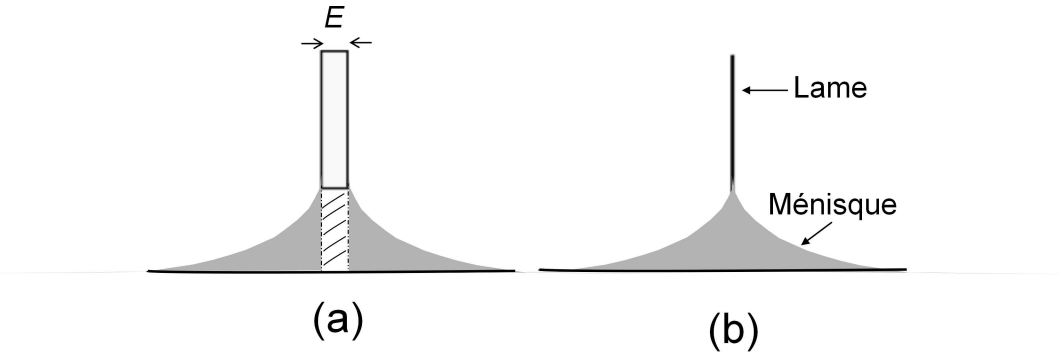


FIGURE 4.18 – Volume du ménisque au moment où la force en retrait est maximale : (a) cas d'une lame épaisse et (b) cas d'une lame infiniment fine

Il existe alors un deuxième phénomène responsable de cette augmentation de la tension de surface apparente. Nous pensons à la dissipation visqueuse. En effet, quand la contrainte seuil du fluide (ou le volume du ménisque) augmente, la résistance du fluide à l'écoulement lors du retrait de la lame est de plus en plus importante. L'énergie dissipée est alors de plus en plus élevée et de même la force mesurée le long de la lame.

Enfin, pour poursuivre ces travaux, nous pensons en premier lieu à compléter la courbe maîtresse en réalisant des mesures supplémentaires de tension de surface apparente qui couvrent une large gamme de contrainte seuil. Cela permettra de confirmer ou infirmer les tendances observées lors de cette étude. En second lieu, il nous faudra tester des fluides de différentes structures dans le but d'étudier la validité de cette technique pour d'autres types de matériaux.

4.3 Dépôt de fluide sur une surface rugueuse

Dans cette partie, nous présentons quelques résultats expérimentaux préliminaires sur le dépôt de fluide à seuil sur une plaque rugueuse lors de sa sortie d'un bain de fluides à seuil. Plus particulièrement, nous déterminons l'épaisseur de fluide entraînée par la plaque et nous étudions sa dépendance des paramètres de mesure. Nous évoquons également quelques perspectives prometteuses dans le chemin de la prédiction de cette épaisseur dans le cas de ce type de fluide.

4.3.1 Entraînement de film : forces impliquées

Dans un cas de trempage classique, les forces susceptibles d'intervenir lors de la sortie de la plaque à partir du bain sont la viscosité, la gravité, la tension de surface et la force d'inertie.

Bien que le processus et l'origine de la formation de ce film restent inconnus dans le cas des fluides à seuil, il est très probable que ce soient les interfaces (plaque/fluide et fluide/air) qui jouent un rôle déterminant lors de la formation de ce film. Nous avons montré lors de l'étude de l'enfoncement que le fluide situé près de la surface solide s'écoule presque à la même vitesse que la plaque et donc part avec elle. Quand la plaque arrive à la surface du fluide, l'interface fluide/air est déformée par l'entraînement visqueux du film, ce à quoi la tension superficielle du fluide s'oppose. La gravité peut aussi intervenir en faisant écouler le film vers le bas et s'oppose ainsi à son entraînement, toutefois son effet peut être limité par le seuil d'écoulement. La difficulté consiste à déterminer le phénomène antagoniste qui équilibre la force visqueuse et limite ainsi l'épaisseur de dépôt.
Cette force antagoniste dépend des propriétés du fluide : sa tension de surface, sa contrainte seuil, sa densité et probablement des paramètres de la mesure (vitesse, dimensions de la plaque). Afin de repérer les paramètres dont dépend cette force, nous avons suivi l'évolution de l'épaisseur extraite lorsque les conditions de mesure changent.

4.3.2 Épaisseur extraite

Le principe de cette mesure consiste à enfoncer une plaque rugueuse (couverte de papier de verre) dans un bain de fluide à seuil jusqu'à une hauteur H_m donnée, ensuite de la retirer en dehors du bain à la même vitesse. La force est mesurée en fonction du déplacement (voir fig.3.34).

4.3.2.1 Profil du film

Au fur et à mesure que la plaque émerge du bain, le poids du matériau collé à la plaque augmente. Une fois que la plaque est complètement sortie du bain (voir fig4.19), la force totale mesurée est égale au poids du matériau emporté (la force a été préalablement tarée).

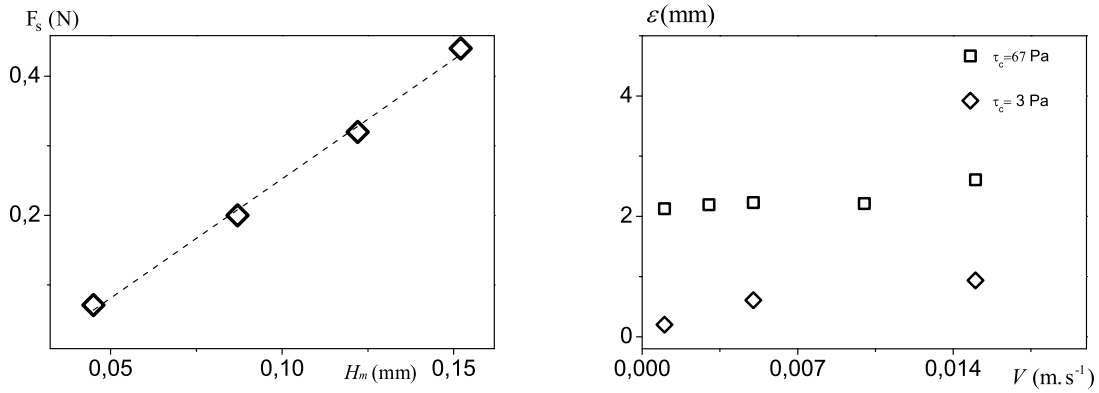
D'après nos observations (à l'oeil nu) de la plaque une fois complètement sortie, le profil du film formé le long de la plaque ressemble à celui dessiné dans la figure (fig.4.21.b). Ce film de fluide est formé de trois zones. Une d'épaisseur uniforme (ϵ) qui constitue la majorité du film, puis deux autres près des extrémités de la plaque dans lesquelles l'épaisseur du film dépend de la distance par rapport à la pointe.
Nous associons la zone d'épaisseur uniforme à l'écoulement stationnaire et les deux autres à l'écoulement transitionnel généré près des extrémités de la plaque.

FIGURE 4.19 – Photos obtenues lors du retrait d'une plaque rugueuse à partir d'un bain d'émulsion colorée.

Rappelons que nous avons déjà distingué ces trois régimes stationnaire et transitionnels lors de notre étude de l'écoulement en retrait (§3.4), où nous avons particulièrement identifié deux distances caractéristiques d_1 et d_2 dans les régimes transitionnels (voir fig.3.36). Nous nous attendons à ce que ces deux distances représentent les hauteurs des deux parties du film d'épaisseur variable (fig.4.21.b).

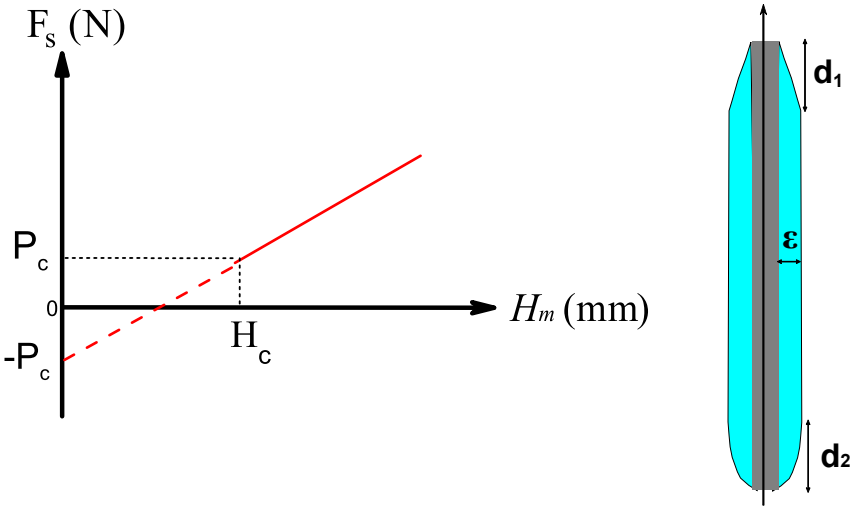
Afin de caractériser l'épaisseur de la zone stationnaire et vérifier la hauteur de la zone transitoire nous avons étudié l'évolution de la force à la sortie (F_s) en fonction de la hauteur de dépôt H_m, quand cette dernière est largement supérieure à la longueur des zones transitoires. La courbe montrant cette évolution est donnée par la figure 4.20.a :

- La longueur sur laquelle l'épaisseur du film est constante est au moins égale à $H_m - (d_1+d_2)$. Nos résultats de la figure 4.20.a, nous permettent de déterminer la hauteur critique (H_c) de dépôt au bout de laquelle le film emportée par la plaque est d'épaisseur constante. La courbe complète donnant F_s en fonction de la hauteur de dépôt est constituée de deux parties, une linéaire qui correspond à $h > H_c$ et l'autre non linéaire située sur la plage $0 < h < H_c$ (non représentée ici). Sur cette courbe, au niveau du point de coordonnées



(a) (b)

FIGURE 4.20 – (a) : Évolution du poids du matériau déposé sur la plaque en fonction de la profondeur d'enfoncement (hauteur du film déposé) (plaque utilisée : (N °5)) et (b) : Évolution de l'épaisseur du film du matériau déposé sur la plaque (N °4) en fonction de la vitesse de retrait .



(a) (b)

FIGURE 4.21 – (a) : Détermination de la hauteur du film uniforme déposé sur le matériau et (b) Plaque une fois sortie du bain de fluide : profil du film de matériau déposé.

$(H_c,\ F_s(H_c))$, nous pouvons écrire que $P_c = H_c.dF_s/dh - P_c$ (voir fig.4.21) avec dF_s/dh et P_c respectivement la pente de la droite $F_s = f(H_m)$ et l'ordonnée à l'origine. Cela nous donne l'expression de H_c : $H_c = 2P_c/(dF_s/dh)$. D'après nos données, cette valeur est de l'ordre de 4.5 cm, pratiquement égale à $d_1 + d_2$ (voir fig.3.36).

- A partir de la pente de la droite présentée par la figure 4.20 a), nous pouvons calculer l'épaisseur effective du film déposé $\varepsilon = (dF_s/dh)/\rho.g.P$. Quand H_m est largement supé-

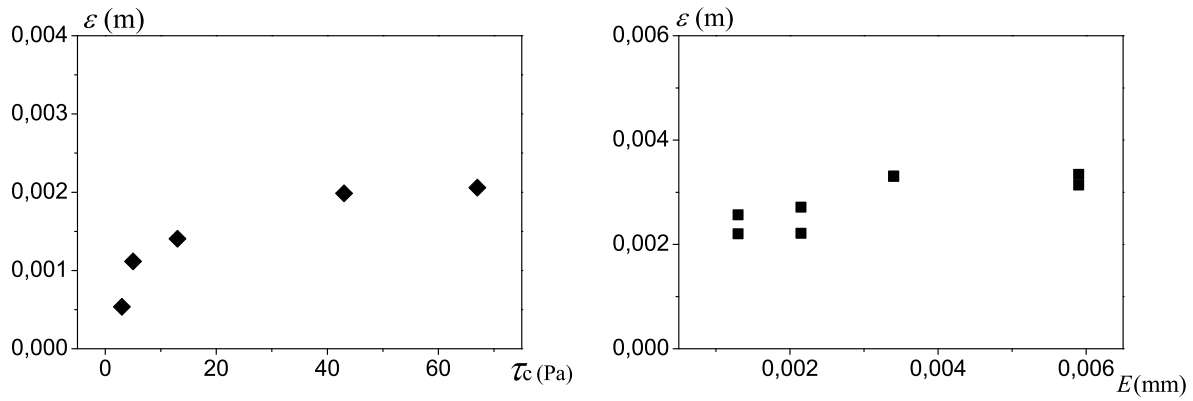
rieure à H_c, cette épaisseur pourrait être approximée par la valeur moyenne : $Fs/\rho.g.P$.

4.3.2.2 Variation de l'épaisseur du film avec les paramètres de mesure

Nous avons déterminé la variation de l'épaisseur moyenne du film déposé en fonction de la vitesse de retrait, de l'épaisseur de la plaque et de la contrainte seuil du matériau.

Impact de la vitesse : dans la plupart des cas, comme nous l'avons déjà évoqué, l'épaisseur est déterminée par un équilibre entre deux forces antagonistes, l'une qui tend à accrocher le fluide à la paroi du solide, et l'autre qui s'y oppose. La vitesse fait partie des principaux paramètres dont dépend la force d'entraînement.

Sur notre gamme de vitesse, l'entraînement est de type visqueux. Nous nous attendons à ce que la vitesse commence à jouer un rôle important quand le terme visqueux de cette force devient non négligeable devant la contrainte seuil du matériau. L'importance relative de ces deux termes peut être estimée à partir du nombre de Bingham (Bi).



(a) (b)

FIGURE 4.22 – Variation de l'épaisseur du film déposé avec : la contrainte seuil (la plaque utilisé est d'épaisseur 1.4 mm, $V = 5$ mm.s^{-1}) (a) et l'épaisseur de la plaque ($\tau_c = 67$ Pa, $V = 5$ mm.s^{-1}) (b).

Nous avons déterminé l'épaisseur en fonction de la vitesse de retrait pour deux fluides de contraintes seuils différentes. Le premier fluide présente un seuil d'écoulement de 67 Pa et le nombre de Bingham qui lui est associé varie sur la plage de vitesse étudiée de 0.2 à 0.6. Les résultats de mesure donnés par la figure 4.20.b montrent que l'épaisseur varie très peu avec la vitesse dans cette gamme de Bi. Avec le deuxième fluide de contrainte seuil 3 Pa, le nombre de Bingham prend des valeurs plus importantes, il varie de 0.35 à 1 et cela se traduit au niveau de l'épaisseur mesurée par une augmentation plus significative,

comparée à celle avec le premier fluide.

Impact de l'épaisseur de la plaque : les épaisseurs des plaques utilisées pour réaliser ces mesures sont non négligeables devant la longueur capillaire κ^{-1} (voir éq. (4.1)). Elles sont aussi du même ordre que l'épaisseur entraînée. Nous pouvons nous attendre, dans le cas où les forces qui s'opposent à l'entraînement du fluide sont la gravité ou la tension de surface, à ce que l'épaisseur de la plaque soit parmi les paramètres qui fixent l'épaisseur d'entraînement.

Nos résultats (voir fig.4.22.b) montrent que globalement l'épaisseur du film varie très peu avec l'épaisseur de la plaque sur notre gamme de mesure. L'épaisseur déposée quand $E < \kappa^{-1}$ semble être légèrement inférieure à celle obtenue quand $E > \kappa^{-1}$. Néanmoins, il est difficile de confirmer cette tendance puisque nous n'avons pas assez de points de mesure.

Impact de la contrainte seuil : la figure 4.22.a, montre l'évolution de l'épaisseur avec la contrainte seuil du matériau. Nous pouvons distinguer deux zones. Dans la première, associée aux faibles seuils d'écoulement, l'épaisseur augmente rapidement. A partir d'environ 40 Pa l'épaisseur reste pratiquement constante.

4.3.3 Conclusion & Perspectives

Nous avons montré ici que lorsqu'une plaque solide de surface rugueuse est tirée en dehors d'un bain de solution de carbopol à une vitesse donnée (< 15 mm.s^{-1}), elle entraîne avec elle une couche de fluide d'épaisseur constante, de l'ordre de quelques millimètres, qui augmente avec la contrainte seuil du matériau. Lorsque la plaque commence à émerger du bain de fluide, plusieurs effets dont le seuil d'écoulement, la capillarité et la gravité entrent en compétition. L'épaisseur du film dans le régime stationnaire est due alors à un compromis entre la force d'entraînement qui est dans notre cas la force visqueuse et une autre force inconnue.

Afin de pouvoir prédire cette épaisseur, il est indispensable de connaître la force visqueuse et d'identifier la nature de la force antagoniste. Dans le cas des fluides newtoniens, la force visqueuse peut être facilement calculée à partir de la vitesse et de la viscosité du fluide, et la force opposée est soit la gravité soit la capillarité. Le problème pour les fluides non-newtoniens est beaucoup plus complexe. En effet, la viscosité du fluide dépend du gradient de vitesse qui est inconnu. De plus, la force antagoniste peut être dans certains cas d'origine autre que la capillarité et la gravité telle que la contrainte normale comme ça été proposée dans quelques travaux.

Ici, nous n'avons malheureusement pas pu pousser cette étude du dépôt plus loin. Nous pensons néanmoins que cette thèse apporte des éléments intéressants qui pourraient rendre plus simple la prédiction de l'épaisseur du film entraînée et la compréhension du processus par lequel ce film se forme.

- D'abord, concernant la force visqueuse : nous avons montré dans le chapitre 3 que cette force peut être déterminée à partir de nos mesures de force le long de la plaque en enfoncement et en retrait. En outre, le gradient de vitesse dans la couche limite autour de la plaque a été décrit grâce aux mesures réalisées par PIV. Avec ces données, il est possible de contourner la difficulté due à la dépendance de la viscosité du gradient de vitesse pour ce type de fluide. Enfin, dans le cas où la tension de surface est négligeable devant le seuil, nous pouvons nous attendre à ce que le profil de vitesse dans la couche limite soit celui de l'interface fluide/air. Il sera donc possible de calculer plus simplement le nombre capillaire et d'exploiter ainsi le raisonnement suivi pour les fluides newtoniens dans les régimes visco-capillaires ou visco-gravitaires.

- En ce qui concerne la force antagoniste, un jeu de mesures similaire à celles présentées lors de cette étude, qui couvre une large plage de paramètres de mesure permettra de distinguer clairement les différents régimes et de repérer les forces impliquées.

Conclusion générale

Au cours de ces travaux, nous avons étudié le déplacement d'un long objet solide à travers un fluide à seuil dans différentes configurations (pénétration, retrait, mise en contact objet/fluide, objet partiellement ou complètement immergé). Lorsqu'une petite surface de l'objet est au contact du fluide, nous nous sommes intéressés à l'étude des effets de mouillage et d'adhésion sur la surface de l'objet et leurs dépendance vis-à-vis des propriétés du fluide. Puis, lorsque l'objet est largement enfoncé dans le fluide, nous avons étudié les caractéristiques de l'écoulement généré autour de l'objet.

Pour étudier l'écoulement généré loin de la surface libre du fluide, c'est-à-dire lorsque la plaque est largement enfoncée dans le fluide, nous avons réalisé des expériences consistant à faire déplacer verticalement une plaque solide mince à vitesse constante dans un bain de fluide à seuil et à suivre l'évolution de l'écoulement généré en mesurant la force le long de la plaque au cours de son mouvement et le champs de vitesse autour de l'objet par Vélocimétrie par Image de Particules (PIV).

Nous avons dans un premier temps cherché à établir le lien entre la force mesurée le long de la plaque et les propriétés du fluide ainsi que celles de l'objet (état de surface, dimensions, géométrie). Pour cela, nous avons procédé à une analyse approfondie des résultats de mesures de force réalisées sur différents types de matériaux et en variant largement la taille des objets. Cette analyse nous a permis de caractériser l'écoulement autour d'un objet pénétrant un fluide à seuil ainsi que de comprendre les principaux processus impliqués. D'abord, en fonction de la position de l'objet par rapport au fluide, trois régimes d'écoulement ont été distingués : (I) l'objet déforme le matériau dans son régime élastique sans y pénétrer, (II) l'objet pénètre le fluide, et (III) l'objet se déplace à travers le fluide.

Nous avons montré qu'il existe principalement trois forces exercées par le fluide sur l'objet : la première est associée à la déformation critique du matériau à l'avant de l'objet, elle est atteinte à la fin du Régime I, ce qui provoque le début de l'écoulement et la pénétration de l'objet dans le fluide, ensuite tout au long de l'avancement de l'objet dans le fluide (Régimes II et III) cette force demeure constante au cours du mouvement puisque l'objet arrive ensuite continuellement sur de nouvelles zones solides du matériau. La deuxième force est associée à l'écoulement du matériau dans son régime liquide le long de l'objet (le frottement latéral), dans le Régime II cette force augmente avec la surface de

l'objet en contact avec le fluide, alors que dans le Régime III elle ne change pas puisque la surface de contact reste constante. Enfin, la troisième force est présente uniquement dans le Régime III, elle est liée à l'écoulement à l'arrière de l'objet puisque le volume de l'objet qui continue de progresser doit être remplacé par le fluide.

Les contraintes le long de l'objet, associées à ces forces, ont été déterminées et leurs dépendances en fonction des propriétés rhéologiques du matériau, des paramètres géométriques du système et de la vitesse de déplacement de l'objet ont été étudiées. Il en ressort que les contraintes normales aux deux sections en travers de l'objet (à l'avant et à l'arrière) semblent augmenter avec la section de l'objet et avec la contrainte seuil du fluide et que la contrainte de cisaillement tangentielle à l'objet ne dépend pas des paramètres géométriques du système. Cette dernière varie avec la vitesse suivant une loi de Herschel Bulkley. La comparaison de la courbe traduisant cette variation avec la courbe d'écoulement obtenue avec le rhéomètre a permis d'identifier une longueur caractéristique de l'écoulement le long de la plaque. Cette longueur permet d'exprimer le gradient de vitesse à la paroi et de déduire une loi générale représentant la contrainte le long de la paroi en fonction du nombre du Bingham. Nous avons aussi montré que la contrainte de cisaillement associée aux très faibles vitesses est de l'ordre de la contrainte seuil du matériau.

De plus, les tests de relaxation (mesure de la force une fois que le mouvement de la plaque est arrêté), ont fourni des résultats intéressants sur le lien entre la force mesurée à l'arrêt et les propriétés rhéologiques du fluide. Nous avons montré que quelles que soient la forme et la taille de l'objet (plaque ou cylindre), la vitesse de pré-cisaillement et le régime (II ou III), après un arrêt brutal qui suit un déplacement significatif de l'objet dans un fluide à seuil, la contrainte moyenne le long de l'objet relaxe vers la contrainte seuil du matériau. Notre analyse des mesures montre l'excellente fiabilité de cette méthode pour déterminer la contrainte seuil d'un fluide à seuil simple. Ainsi, ces essais de relaxation semblent constituer une approche très puissante pour mesurer précisément la contrainte seuil, puisque'il s'agit d'une mesure simple, rapide et indépendante de l'histoire de l'écoulement et de la géométrie de la plaque.

Ensuite, les mesures de champ de vitesse par PIV nous ont permis de compléter cette étude macroscopique de l'écoulement le long de l'objet et d'obtenir des informations sur les caractéristiques locales de l'écoulement. Nous avons montré que lors de la pénétration d'une plaque solide dans un fluide à seuil, une couche limite d'épaisseur constante δ se développe rapidement. Nous avons cherché à comprendre le processus par lequel cette couche se forme ainsi que décrire les caractéristiques de l'écoulement au sein de cette zone liquide.

Nous avons montré que la transition solide/liquide se produit dans la zone située juste en dessous du bord d'attaque de la plaque. Au départ, la plaque déforme le matériau dans son régime solide sur une distance donnée, quand la déformation critique du matériau est atteinte la transition solide/liquide se produit et la zone liquide commence à se développer. Comme la plaque continue à progresser à travers le fluide, le même processus se renouvelle

continuellement et donc la zone liquide continue à se développer toujours sur la même étendue latérale ce qui se manifeste au final par une épaisseur constante de cette couche liquide.

Nos mesures montrent que les caractéristiques transitoires de la couche limite sont essentiellement situées autour de la pointe de la plaque dans un volume de diamètre approximativement égal à 2 δ. Ce résultat semble être cohérent avec les mesures de force qui montrent que la contrainte le long de la plaque atteint une valeur constante au bout d'une profondeur de pénétration de l'ordre de δ. Au sein de la couche limite uniforme, les caractéristiques de l'écoulement semblent être similaires aux prédictions de la théorie de base exposées dans le chapitre 1 : les profils de vitesse peuvent être correctement modélisés par l'équation (1.8). L'un des résultats les plus importants de cette étude est l'observation que δ, dans notre gamme de données, reste supérieur à une valeur finie (δ_0) et augmente très lentement avec la vitesse. Ce résultat, en contradiction avec les prédictions théoriques de l'équation (1.18), diffère de ce qui est connu sur les écoulements des fluides à seuil dans une géométrie simple, où l'épaisseur cisaillée tend vers une épaisseur nulle quand la vitesse de la surface solide tend vers zéro.

Nous avons vu dans cette étude que l'épaisseur de la couche limite ne peut pas être facilement reliée à une échelle de longueur microscopique ou macroscopique. Néanmoins, il est possible de prédire sa valeur à partir des caractéristiques des fluides. En effet, nos données ont montré la similitude de la courbe de la force en fonction de la profondeur avec la courbe d'écoulement du matériau. La connaissance de l'épaisseur de la couche limite permettrait de déterminer directement la courbe de l'écoulement d'un fluide à seuil à partir de la simple pénétration d'une plaque, une approche intéressante et pratique pour divers matériaux industriels.

L'écoulement généré lors du retrait de la plaque en dehors du bain de fluide a été également étudié via des mesures de force. Les courbes de force ont été analysées d'une manière approfondie.La comparaison des résultats à ceux obtenus en enfoncement montre que l'écoulement est réversible. Ce résultat est d'une grande utilité puisqu'il prouve que les caractéristiques de cet écoulement, au moins dans le régime stationnaire, sont similaires en enfoncement et en retrait. Il est ainsi possible d'extrapoler les résultats établies en enfoncement au cas du retrait, notamment concernant la formation d'une couche limite le long de la plaque.

Dans la seconde partie de cette thèse, nous avons dans un premier temps cherché à mesurer la tension superficielle des fluides à seuil. Pour cela, nous avons mesuré la force exercée par le fluide sur une plaque fine (initialement faiblement enfoncée dans le fluide) pendant son retrait en dehors du bain à vitesse constante. Nous avons relié la force critique obtenue au maximum de la courbe de force à la tension de surface apparente. L'ensemble des résultats obtenus en variant la taille des lames, les propriétés du fluide et la vitesse de retrait peuvent être réunis en une courbe maîtresse donnant la tension de surface apparente en fonction du nombre capillaire. Cette courbe présente un plateau vers les faibles

nombres capillaires que nous avons associé à la tension de surface effective du fluide et qui correspond d'après nos données obtenues avec des solutions de carbopol à différentes concentrations à la tension de surface du liquide interstitiel. La confirmation des tendances observées lors de cette thèse par des mesures complémentaires sur des matériaux de structures différentes permettra de valider cette technique de mesure de la tension de surface des fluides à seuil.

Dans cette seconde partie de l'étude, nous avons aussi commencé à étudier le dépôt de fluide sur une plaque sortant d'un bain de fluide à seuil. Nous avons montré que lorsqu'une plaque solide de surface rugueuse est tirée en dehors d'un bain de solution de carbopol à une vitesse donnée (< 15 mm.s^{-1}), elle entraîne avec elle une couche de fluide d'épaisseur constante, de l'ordre de quelques millimètres, qui augmente avec la contrainte seuil du matériau. Cette épaisseur semble indépendante de la vitesse de retrait et de l'épaisseur de la plaque. Bien que les résultats de cette étude soient intéressants dans la mesure où ils font partie des premiers résultats caractérisant le dépôt dans le cas des fluides à seuil, ils ne permettent pas pour l'instant de déterminer les propriétés du fluide qui fixent cette épaisseur, et surtout de prédire cette épaisseur. Dans le chapitre 4 nous avons évoqué quelques perspectives prometteuses pour poursuivre ces travaux sur le dépôt de fluide. Il reste beaucoup à faire pour comprendre ce domaine et rattraper les connaissances concernant les écoulements du même genre pour les liquides simples, mais les résultats obtenus ici semblent d'ores et déjà montrer qu'il faut utiliser de nouveaux concepts.

Bibliographie

[1] P. Coussot, L. Tocquer, C. Lanos, and G. Ovarlez. Macroscopic vs. local rheology of yield stress fluids. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 158(1-3) :85–90, 2009.

[2] M.C. Bourne. *Food texture and viscosity : concept and measurement*. Academic Pr, 2002.

[3] D. Lootens, P. Jousset, L. Martinie, N. Roussel, and RJ Flatt. Yield stress during setting of cement pastes from penetration tests. *Cement and Concrete Research*, 39(5) :401–408, 2009.

[4] N.A. Park, Y.I. Cho, and T.F. Irvine. Steady shear viscosity measurements of viscoelastic fluids with the falling needle viscometer. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 34(3) :351–357, 1990.

[5] J. Lohrenz, GW Swift, and F. Kurata. An experimentally verified theoretical study of the falling cylinder viscometer. *AIChE Journal*, 6(4) :547–550, 1960.

[6] J. Lohrenz and F. Kurata. Design and evaluation of a new body for falling cylinder viscometers. *AIChE Journal*, 8(2) :190–193, 1962.

[7] PHT Uhlherr, J. Guo, TN Fang, and C. Tiu. Static measurement of yield stress using a cylindrical penetrometer. *Korea-Australia Rheology Journal*, 14(1) :17–23, 2002.

[8] L. Zhu, N. Sun, K. Papadopoulos, and D. De Kee. A slotted plate device for measuring static yield stress. *Journal of Rheology*, 45 :1105, 2001.

[9] D. Kee, G. Turcotte, K. Fildey, and B. Harrison. New method for the determination of yield stress1. *Journal of Texture Studies*, 10(3) :281–288, 1980.

[10] D. Picart, R. Manceau, and JP Fauré. a penetroviscosimeter for newtonian and viscoplastic fluids. *Instrumentation Science & Technology*, 29(3) :169–184, 2001.

[11] D. De Kee, Y.D. Kim, and Q.D. Nguyen. Measuring rheological properties using a slotted plate device. *Korea-Australia Rheology Journal*, 19(2) :75–80, 2007.

[12] M.H. Zhang, C.F. Ferraris, H. Zhu, V. Picandet, M.A. Peltz, P. Stutzman, and D. De Kee. Measurement of yield stress for concentrated suspensions using a plate device. *Materials and Structures*, 43(1) :47–62, 2010.

[13] JC Tchamba, S. Amziane, G. Ovarlez, and N. Roussel. Lateral stress exerted by fresh cement paste on formwork : laboratory experiments. *Cement and Concrete Research*, 38(4) :459–466, 2008.

[14] K.L. Johnson and K.L. Johnson. *Contact mechanics*. Cambridge Univ Pr, 1987.

[15] L. Jossic and A. Magnin. Drag and stability of objects in a yield stress fluid. *AIChE journal*, 47(12) :2666–2672, 2001.

[16] R.W. Ansley and T.N. Smith. Motion of spherical particles in a bingham plastic. *AIChE Journal*, 13(6) :1193–1196, 1967.

[17] AN Beris, RC Armstrong, and J. Tsamopoulos. Creeping motion of a sphere through a bingham plastic. *Journal of Fluid Mechanics*, 158 :219–44, 1985.

[18] J. Blackery and E. Mitsoulis. Creeping motion of a sphere in tubes filled with a bingham plastic material. *Journal of non-newtonian fluid mechanics*, 70(1-2) :59–77, 1997.

[19] M. Beaulne and E. Mitsoulis. Creeping motion of a sphere in tubes filled with herschel-bulkley fluids. *Journal of non-newtonian fluid mechanics*, 72(1) :55–71, 1997.

[20] D.L. Tokpavi, A. Magnin, and P. Jay. Very slow flow of bingham viscoplastic fluid around a circular cylinder. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 154(1) :65–76, 2008.

[21] A. Putz and IA Frigaard. Creeping flow around particles in a bingham fluid. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 165(5-6) :263–280, 2010.

[22] DD Atapattu, RP Chhabra, and PHT Uhlherr. Creeping sphere motion in herschel-bulkley fluids : flow field and drag. *Journal of non-newtonian fluid mechanics*, 59(2-3) :245–265, 1995.

[23] O. Merkak, L. Jossic, and A. Magnin. Spheres and interactions between spheres moving at very low velocities in a yield stress fluid. *Journal of non-newtonian fluid mechanics*, 133(2) :99–108, 2006.

[24] H. Tabuteau, P. Coussot, and J.R. de Bruyn. Drag force on a sphere in steady motion through a yield-stress fluid. *Journal of rheology*, 51(1) :125–137, 2007.

[25] B. Gueslin, L. Talini, and Y. Peysson. Sphere settling in an aging yield stress fluid : link between the induced flows and the rheological behavior. *Rheologica acta*, 48(9) :961–970, 2009.

[26] AMV Putz, TI Burghelea, IA Frigaard, and DM Martinez. Settling of an isolated spherical particle in a yield stress shear thinning fluid. *Physics of Fluids*, 20 :033102, 2008.

[27] D.L. Tokpavi, P. Jay, A. Magnin, and L. Jossic. Experimental study of the very slow flow of a yield stress fluid around a circular cylinder. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 164(1) :35–44, 2009.

[28] H. Schlichting. Boundary layer theory, 1968. *New York*, page 612.

[29] F.M. White. *Viscous fluid flow*, volume 2. McGraw-Hill New York, 1991.

[30] J.M. Piau and K. Debiane. The adhesive or slippery flat plate viscoplastic boundary layer for a shear-thinning power-law viscosity. *Journal of non-newtonian fluid mechanics*, 117(2) :97–107, 2004.

[31] JG Oldroyd. Two-dimensional plastic flow of a bingham solid. In *Mathematical Proceedings of the Cambridge Philosophical Society*, volume 43, pages 383–395. Cambridge Univ Press, 1947.

[32] J.M. Piau. Viscoplastic boundary layer. *Journal of non-newtonian fluid mechanics*, 102(2) :193–218, 2002.

[33] P.G. de Gennes, F. Brochard-Wyart, D. Quéré, M. Fermigier, and C. Clanet. *Gouttes, bulles, perles et ondes*. Belin Paris, 2002.

[34] S. Rafaï, D. Bonn, and A. Boudaoud. Spreading of non-newtonian fluids on hydrophilic surfaces. *Journal of Fluid Mechanics*, 513(1) :77–85, 2004.

[35] G. German and V. Bertola. The free-fall of viscoplastic drops. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 165(13) :825–828, 2010.

[36] Levich B Landau L. Dragging of liquid by a plate. *Acta Physiochim*, 17 :42âĂŞ54, 1942.

[37] Levich B Landau L. Thickness of liquid layer adhering to walls of vessels on their emptying and the theory of photo- and motion picture film coating. *Comptes Rendus (Doklady) de l'Academie des Sciences de l'URSS*, XXXIX :13âĂŞ16, 1943.

[38] D.A. White and J.A. Tallmadge. A theory of withdrawal of cylinders from liquid baths. *AIChE Journal*, 12(2) :333–339, 1966.

[39] JS Ro and GM Homsy. Viscoelastic free surface flows : thin film hydrodynamics of hele-shaw and dip coating flows. *Journal of non-newtonian fluid mechanics*, 57(2-3) :203–225, 1995.

[40] D. Quéré, A. Ryck, and O.O. Ramdane. Liquid coating from a surfactant solution. *EPL (Europhysics Letters)*, 37 :305, 1997.

[41] A. de Ryck and D. Quéré. Fluid coating from a polymer solution. *Langmuir*, 14(7) :1911–1914, 1998.

[42] J. Ashmore, AQ Shen, HP Kavehpour, HA Stone, and GH McKinley. Coating flows of non-newtonian fluids : weakly and strongly elastic limits. *Journal of Engineering Mathematics*, 60(1) :17–41, 2008.

[43] JM Piau. Carbopol gels : Elastoviscoplastic and slippery glasses made of individual swollen sponges : : Meso-and macroscopic properties, constitutive equations and scaling laws. *Journal of non-newtonian fluid mechanics*, 144(1) :1–29, 2007.

[44] P. Coussot. *Rheometry of pastes, suspensions, and granular materials*. Wiley Online Library, 2005.

[45] R.G. Larson. The structure and rheology of complex fluids. 1999.

[46] A. Le Goff. Figures d'impact : tunnels, vases, spirales et bambous. 2009.

[47] I. Sodini, F. Remeuf, S. Haddad, and G. Corrieu. The relative effect of milk base, starter, and process on yogurt texture : a review. *Critical reviews in food science and nutrition*, 44(2) :113–137, 2004.

[48] G. Ovarlez, S. Rodts, X. Chateau, and P. Coussot. Phenomenology and physical origin of shear localization and shear banding in complex fluids. *Rheologica acta*, 48(8) :831–844, 2009.

[49] P. Coussot, Q.D. Nguyen, HT Huynh, and D. Bonn. Avalanche behavior in yield stress fluids. *Physical review letters*, 88(17) :175501, 2002.

[50] P. Coussot, H. Tabuteau, X. Chateau, L. Tocquer, and G. Ovarlez. Aging and solid or liquid behavior in pastes. *Journal of Rheology*, 50 :975, 2006.

[51] G. Ovarlez, S. Rodts, A. Ragouilliaux, P. Coussot, J. Goyon, and A. Colin. Wide-gap couette flows of dense emulsions : Local concentration measurements, and comparison between macroscopic and local constitutive law measurements through magnetic resonance imaging. *Physical Review E*, 78(3) :036307, 2008.

[52] R. Hohler and S. Cohen-Addad. Rheology of liquid foam. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 17 :R1041, 2005.

[53] T. Divoux, D. Tamarii, C. Barentin, and S. Manneville. Transient shear banding in a simple yield stress fluid. *Physical review letters*, 104(20) :208301, 2010.

[54] A. Magnin and JM Piau. Cone-and-plate rheometry of yield stress fluids. study of an aqueous gel. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 36 :85–108, 1990.

[55] M. Cloitre, R. Borrega, F. Monti, and L. Leibler. Glassy dynamics and flow properties of soft colloidal pastes. *Physical review letters*, 90(6) :68303, 2003.

[56] J. Salençon. *Calcul à la rupture et analyse limite*. 1983.

[57] V. Bertola, F. Bertrand, H. Tabuteau, D. Bonn, and P. Coussot. Wall slip and yielding in pasty materials. *Journal of Rheology*, 47 :1211, 2003.

Table des figures

1 Plaque en déplacement à travers un fluide à seuil : configutations étudiées. 12

1.1 Exemples de fluides à seuil. 15
1.2 Allure de la force en fonction du temps obtenue durant un test avec la plaque à fentes [8]. 21
1.3 Cas de la sphère : écoulement localisé autour de l'objet (zone rouge). Le reste du fluide est dans son état solide. 23
1.4 Écoulement autour d'une plaque : solution proposée par Piau [30]. Cisaillement localisé autour de la plaque dans une couche en forme de lentille (zone rouge). Le reste du fluide est dans son état solide 24
1.5 Représentation schématique du problème de la couche limite. 29
1.6 (a) : Régimes de mouillage d'une goutte posée sur un surface solide. (b) : Situation de mouillage partiel. 32
1.7 Exemples de photos de ménisques. 33
1.8 Schéma du ménisque statique. 34
1.9 Mesure de force capillaire : méthode de Wilhelmy 35
1.10 Dépôt de fluide sur une plaque sortant d'un bain de liquide 36
1.11 La géométrie du problème de Landau : décomposition du film entraîné par une plaque sortant d'un bain de fluide en trois zones : ménisque statique, ménisque dynamique et film d'épaisseur uniforme. 37

2.1 Évolution de la contrainte seuil (τ) de la mousse sur les premiers 90 min, déterminée selon l'équation 2.1. Cette contrainte est représentée, adimensionnée par la contrainte seuil initiale (τ_c). 45
2.2 Principe de la mesure rhéologique en géométrie plan-plan. 47
2.3 Évolution de G' et G'' pour une déformation croissante, obtenue avec (a) le gel C5, (b) l'émulsion 82.5%, (c) la mousse et (d) le fromage blanc. La contrainte (τ_R) est également représentée, le changement de pente nous fournit une information sur la déformation critique et la contrainte seuil 48
2.4 Essais de fluage réalisés sur (a) le gel C5 et (b) le fromage blanc, à différents niveaux de contrainte. La ligne pointillée correspond à la déformation critique. 50
2.5 Variation de la contrainte de cisaillement en fonction de la déformation à gradient de vitesse constant($0.05\ s^{-1}$) 51

2.6 Courbes d'écoulement de gels de carbopol à différentes concentrations. Les lignes continues correspondent à la loi HB (eq.2.3) ajustée sur les données suivant les paramètres présentés dans le tableau2.3. 53
2.7 Mesures de relaxation de contraintes, sur (a) le gel C1 et (b) l'émulsion 82.5%, à la suite d'un arrêt de l'écoulement ($\Omega = 0$) et après 120 s de cisaillement à différentes vitesses. 55
2.8 Machine de force 58
2.9 Montage expérimental 60
2.10 Photographie d'une plaque utilisée 60
2.11 Contrainte de cisaillement en fonction du gradient de cisaillement mesurée lors d'une rampe montée-descente sur le carbopol avec (noir) ou sans (rouge) traceurs. 64
2.12 PIV : configuration expérimentale. 65
2.13 Essais de mouillage : Montage de mesure. 66
2.14 Photo du feutre de polissage. 67
2.15 Photo du système de raclage monté sur la cuve. 68
2.16 Photo de la pince. 69
2.17 Mesure de force. 71
2.18 Principales positions occupées par la plaque lors de son enfoncement dans le fluide. 71
2.19 Principe de la corrélation croisée. 73
2.20 Zone d'étude de l'écoulement. Image vue par la caméra superposée à cette zone : (a) type d'images permettant d'étudier ce qui se passe à la l'amant de la plaque (b) image type utilisée pour étudier l'écoulement parallèle à la plaque. 74
2.21 Exemple de champs de vitesse moyen obtenu avec une séquence d'image (vitesse de la plaque 1mm.s^{-1}). La nappe de couleur : valeurs de la vitesse verticale V_y. Les flèches : Orientation des vecteurs vitesses 75

3.1 Courbe typique de la force en fonction de la profondeur d'immersion obtenue lors d'un test sur la plaque en mouvement (ici V =0.1 mm.s^{-1}) à travers un matériau viscoplastique (ici, carrbopol). 80
3.2 Variation de la force par unité de distance en fonction de la profondeur d'immersion. L'insert montre la courbe associée de la force, lors d'un test de déplacement de la plaque à 1 mm.s^{-1} dans l'émulsion à 82,5%. 82
3.3 Variation de la force par unité de distance en fonction de la profondeur d'immersion obtenue pour le carbopol C5, à partir de la courbe donnée par la figure 3.1. . . . 83
3.4 Caption 85
3.5 Notation : Dimensions de la plaque 86
3.6 Force critique théorique (F_p) avant la pénétration et composante constante (F_e) de la force déterminée expérimentalement, en fonction de l'épaisseur de la plaque ($L = Cte. = 70$ mm) obtenue avec le matériau C5. La droite est un ajustement linéaire de ces résultats. 87
3.7 Bilan des forces exercées sur une plaque lors de sa pénétration à travers un fluide à seuil (Régime II). Nous désignons par F_{vl} la force visqueuse exercée sur les faces latérales de la plaque. 88

3.8 Contrainte de cisaillement moyenne en fonction de la vitesse de déplacement obtenue dans le Régime III, avec le matériau C5, pour différents paramètres géométriques. La ligne continue (ligne + étoiles) correspond à la courbe équivalente dans le Régime II. 90
3.9 (a) La différence ($\Delta\tau$) entre les deux régimes II et III en fonction de la contrainte seuil des matériaux, obtenue avec la même plaque (N °1, $E/H = 0.018$) et (b) la différence de force entre les deux Régimes II et III adimensionnée par la contrainte seuil du matériau. 91
3.10 Déplacement d'une plaque complètement immergée dans un fluide à seuil. À l'avant, le matériau est déformé dans son état solide, et à l'arrière ainsi que le long de la plaque, il s'écoule comme un liquide. 91
3.11 Contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse (Régime II) obtenues avec le matériau C4 en utilisant trois plaques de rugosités différentes. 92
3.12 Courbe d'écoulement (rhéomètre) et la contrainte de cisaillement le long de la plaque (Régime II) en fonction de la vitesse obtenues avec le matériau C2. Les lignes en pointillé représentent le modèle de HB ajusté aux deux courbes. 93
3.13 Les données de la plaque en déplacement représentées en termes de la contrainte de cisaillement ajustée par la contrainte seuil apparente en fonction du nombre de Bingham. 94
3.14 Contrainte seuil déterminée à partir du test de déplacement de la plaque (régime II) en fonction de la celle obtenue à partir de la rhéométrie classique pour différents matériaux. 95
3.15 Courbe typique de la relaxation de contrainte après un arrêt soudain du mouvement de la plaque. 97
3.16 Impact de la vitesse de précisaillement sur la valeur de la contrainte résiduelle (mesures réalisés avec la plaque N° 1 , sur le matériau C1). 98
3.17 Contraintes résiduelles (plateau) déterminées à partir des essais de relaxation ajustées par les contraintes seuil déterminées à partir de la rhéologie en fonction de la vitesse avant l'arrêt, pour différents matériaux. 99
3.18 Exemple de courbe Force en fonction de la profondeur de pénétration pour un fluide viscoplastique (Matériau C4) au cours d'une série de tests de relaxation à différentes profondeurs (plaque utilisée : E = 1,25 mm, L = 70 mm, H = 152 mm). La ligne pointillés (de pente α) traduit l'évolution de la force résiduelle après relaxation complète en fonction de la profondeur immergée au moment de cette relaxation. L'insert montre l'évolution de la force dans le temps. 100
3.19 Exemples de la courbe de la force en fonction de la profondeur obtenue avec un fluide viscoplastique (Matériau C_4) lors du déplacement d'un cylindre ($r_2 = 10.1$ mm) à une vitesse de 0.05 mm.s^{-1} ainsi que celle donnant la dérivée en fonction de la profondeur. 101
3.20 Courbe de d'écoulement du Matériau $C4$ et la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse obtenues lors du déplacement des cylindres de rayons $r_1 = 4.4$ mm dans le Régime II et $r_2 = 10.1$ mm dans les deux régimes I et II. 102

3.21 Essais de relaxation (Régime II) : Courbe de force en fonction de la profondeur pour un fluide viscoplastique (C_6). La vitesse de pré-cisaillement est de 1 mm.s^{-1}. Les lignes en pointillés donnent l'évolution de la force résiduelle en fonction de la profondeur de pénétration. L'insert montre l'évolution de la force dans le temps ($r = 8.6$ mm). 104
3.22 Principe du test qualitatif permettant d'avoir une vue de la déformation apparente du matériau lors de la pénétration de la plaque (carbopol). . . . 107
3.23 Vue latérale (zoomée) montrant la déformation des couches colorées d'une émulsion transparente suite à la pénétration d'une plaque. 107
3.24 Caption 110
3.25 Profil de la vitesse effective, V_y, le long de la plaque (à 6 cm de l'extrémité de plaque) au cours de sa pénétration à V=1 mm.s^{-1} à travers une solution de carbopol (C6). La ligne en pointillée est située à v =-0.03 mm.s^{-1}. . . . 111
3.26 Profils de vitesse (V_y) le long de la la plaque, extraits toujours à la même distance par rapport à la pointe (ici 5 cm) mais à des instants successifs au cours de la pénétration de la plaque à travers une solution de carbopol (C6). 112
3.27 Trajectoires d'éléments fluides (nommés par lettres de A à P), initialement situées à différentes distances de la plaque le long d'une ligne horizontale : $x = -25$ mm dans le référentiel de la plaque (zone grise sur la droite) au cours de la pénétration de la plaque dans une solution de (C6) à $V = 1$ mm.s^{-1} 113
3.28 Évolution d'une ligne horizontale d'éléments de fluide (déterminée à partir du même test expliqué sur la figure 3.27) à des moments successifs : (de bas en haut) tous les 10 s de 0 à 120 s. 114
3.29 Déformation totale en fonction du temps des éléments du fluide (nommés de A à P et définis sur la figure 3.27) initialement situés à différentes distances de l'axe de la plaque le long d'une ligne horizontale. La ligne en tirets est située au niveau de la déformation critique du matériau. La ligne en pointillés a une pente de 1. 115
3.30 Répartition des zones solides et liquides autour de la pointe 116
3.31 (a) : Profils de vitesse (adimensionnée par la vitesse de la plaque) extraits le long des lignes horizontales dans le matériau, situées à différentes distances (séparées par 1 cm) à partir de la pointe de la plaque et (b) : les mêmes données présentés en (a) (sauf pour les lignes à -3 et -2 cm) après la soustraction de la vitesse atteinte le long de la frontière solide-liquide. 118
3.32 Profils de vitesse adimensionnée par la vitesse de la plaque, déterminés à la même distance par rapport à la pointe de la plaque (15 cm) en fonction de la distance (y) de la plaque pour différentes vitesses sur une suspension de carbopol (C6). La ligne continue correspond à l'équation (1.8) avec $\delta =$ 14.4 mm. La ligne en pointillées indique la pente du profil de vitesse le long de la plaque pour $\lambda = 4$ mm. En insert : mêmes données dans une échelle logarithmique, avec un insert montrant l'épaisseur de la couche limite estimée en fonction de la vitesse. 119

3.33 Schéma synthétique de la forme de l'écoulement autour d'une plaque (zone grise) en déplacement à travers un fluide à seuil. 121

3.34 Principales positions occupées par la plaque lors de la mesure en retrait. . 123

3.35 Courbe typique de la force en fonction du déplacement obtenue lors d'un test sur la plaque (N °4) en mouvement d'enfoncement, puis de retrait (ici $V = 1$ mm.s^{-1}) à travers un matériau viscoplastique : (a) une émulsion directe (80%) et (b) une solution de carbopol (C4). 124

3.36 Dérivée de la force en fonction du déplacement, obtenue lors d'un test sur la plaque (N ° 4) en mouvement d'enfoncement, puis de retrait (ici $V = 1$ mm.s^{-1}) à travers un matériau viscoplastique (ici une solution de carbopol C4). 125

3.37 Évolution du poids du matériau déposé sur la plaque en fonction de la profondeur d'enfoncement (hauteur du film déposé) (plaque utilisée : (N °5)). 126

3.38 Courbe d'écoulement (rhéomètre) et contrainte de cisaillement le long de la plaque en fonction de la vitesse obtenues dans les deux régimes II et III, en retrait et en enfoncement avec le matériau C4 et la plaque (a) N ° 4 ($E = 1,46$ mm) et (b) N ° 7 ($E = 6$ mm). 127

4.1 Formation de ménisque lors de la mise en contact de la lame avec le fluide : (a) eau, (b) solution de carbopol de contrainte seuil $\tau_c = 5$ Pa et (b) solution de carbopol de contrainte seuil $\tau_c = 40$ Pa. 129

4.2 Diagramme de prédominance Capillarité-Seuil d'écoulement-Gravité. 132

4.3 (a) : Force enregistrée lors de la mise en contact lame/ fluide : définition du zéro du déplacement. (b) : Force en fonction de la profondeur de pénétration durant les premiers dixièmes de millimètre de déplacement (zéro du déplacement corrigé) 134

4.4 (a) : Représentation de l'angle de contact et de la force de tension de surface. (b) : Bilan des forces appliquées sur une lame s'enfonçant dans un fluide. Nous désignons par F_m la force capillaire, F_g la poussée d'Archimède et F_v la force visqueuse. 135

4.5 Force mesurée lors du premier contact entre la lame et un liquide. Pour le glycérol et l'eau, mesures réalisées à l'aide d'une lame métallique ($E = 0,1$ mm, L= 100 mm) et pour l'huile silicone à l'aide d'une lame de verre ($E = 0,13$ mm, L= 70 mm). 136

4.6 Force mesurée lors du premier contact entre la lame ($E = 0,13$ mm, L= 70 mm) et le gel, pour deux solutions de carbopol de contraintes seuils différentes. 137

4.7 Étapes de la mesure en arrachement : (1) : rapprochement de la lame de la surface du fluide, (2) : premier contact lame/fluide et formation du ménisque, (3) : retrait de la lame à partir du bain, (4) ménisque aligné avec la lame et (5) : rupture du ménisque. 138

4.8 Courbe typique de la force au cours du temps montrant les trois phases de la mesure en arrachement : mise en contact de la lame avec le fluide , retrait de la lame puis rupture du ménisque. Ici la courbe est obtenue avec une solution de carbopol. 138
4.9 (a) : Exemple de force mesurée en retrait sur l'eau ($E = 0.1$ mm, $L = 70$ mm). (b) : valeurs expérimentales de la tension de surface obtenues sur l'eau, le glycérol et l'huile silicone en fonction des valeurs standards. La ligne pointillée est de pente 1. 139
4.10 (a) : Force en fonction du déplacement obtenue lors du retrait de la lame ($E = 0.2$ mm, $L = 70$ mm) à partir d'un bain de carbopol ($\tau_c = 13Pa$) à différentes vitesses. (b) : Force critique (associée aux maximum des courbes de la figure (a)) en fonction du nombre de Bingham (Bi). 140
4.11 Force critique en fonction de l'épaisseur de la lame ($L = 100$ mm) obtenue avec deux solutions de carbopol de contraintes seuil différentes : (a) $\tau_c = 13$ Pa et (b) $\tau_c = 25$ Pa. En insert dans chacune des deux figures, est représenté le nombre adimentionnel SCa en fonction de l'épaisseur. 140
4.12 Courbe donnant la force critique en fonction de la contrainte seuil du matériau. Mesures réalisées avec une lame de verre d'épaisseur $E = 0,13$ mm et de largeur $L = 70$ mm. 141
4.13 Caption 143
4.14 Force le long de la lame en fonction du temps : après la mise en contact de la lame avec le fluide, le mouvement est arrêté durant une période donnée (tr) ensuite la lame est retirée en dehors du bain. Ces mesures sont obtenues avec une solution de carbopol (τ_c =25 Pa) et une lame de largeur ($L = 70$ mm) et d'épaisseur $E = 1$ mm. 144
4.15 Impact de l'arrêt du mouvement durant le retrait de la lame à partir d'un fluide à seuil (τ_c =25 Pa) sur la force. (a) : force en fonction du temps avec et sans arrêt. (b) : force en fonction du déplacement associée aux données de la figure (a). Les deux lignes verticales en pointillés correspondent aux hauteurs auxquelles le mouvement est arrêté. 144
4.16 Rupture du ménisque dans le cas d'une lame de verre (a) (vue latérale) et avec une lame métallique (b) (vue de profil). 145
4.17 Courbe rassemblant toutes les mesures de la tension de surface apparente. . . . 146
4.18 Volume du ménisque au moment où la force en retrait est maximale : (a) cas d'une lame épaisse et (b) cas d'une lame infiniment fine 147
4.19 Photos obtenues lors du retrait d'une plaque rugueuse à partir d'un bain d'émulsion colorée. 149
4.20 (a) : Évolution du poids du matériau déposé sur la plaque en fonction de la profondeur d'enfoncement (hauteur du film déposé) (plaque utilisée : (N °5)) et (b) : Évolution de l'épaisseur du film du matériau déposé sur la plaque (N °4) en fonction de la vitesse de retrait 150

4.21 (a) : Détermination de la hauteur du film uniforme déposé sur le matériau et (b) Plaque une fois sortie du bain de fluide : profil du film de matériau déposé. 150
4.22 Variation de l'épaisseur du film déposé avec : la contrainte seuil (la plaque utilisé est d'épaisseur 1.4 mm, $V = 5$ mm.s^{-1}) (a) et l'épaisseur de la plaque ($\tau_c = 67$ Pa, $V = 5$ mm.s^{-1}) (b). 151

Liste des tableaux

2.1 Caractéristiques de préparation des différentes émulsions testées et taille moyenne des gouttelettes formées 43
2.2 Propriétés des liquides simples utilisés 46
2.3 Table donnant les paramètres de HB de nos différents matériaux. 53
2.4 Caractéristiques des plaques utilisées 61
2.5 Caractéristiques des cylindres utilisées. Les '-' sont utilisés dans le cas des cylindres, étudiés, uniquement, en régime partiellement immergé. 61
2.6 Formes et dimensions des récipients utilisés. A gauche, formes parallélépipédiques (p : la profondeur, l : la largeur, $2d$: la longueur) et, à droite, formes cylindriques (r : le rayon et p : la profondeur) 62

4.1 Nombres adimensionnels définis dans le cas d'un fluide à seuil. Nous désignons ici par 'effets visqueux' les effets additionnels au seuil d'écoulement (autrement dit le terme additionnel au seuil dans le modèle de Herschel Bulkley). 131