

Écoulement de suspensions granulaires modèles

Claire Bonnoit

▶ **To cite this version:**

Claire Bonnoit. Écoulement de suspensions granulaires modèles. Dynamique des Fluides [physics.flu-dyn]. ESPCI ParisTECH, 2009. Français. NNT : . tel-00463534

HAL Id: tel-00463534
https://pastel.hal.science/tel-00463534

Submitted on 12 Mar 2010

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

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

THÈSE DE DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ PARIS 6

Spécialité : Physique des liquides

présentée par **Claire BONNOIT**
pour obtenir le grade de Docteur de l'Université Paris 6

Écoulement de suspensions granulaires modèles

Soutenue le 29 septembre 2009 devant le jury composé de :

M.	Christophe ANCEY	Rapporteur
M.	Daniel BONN	Examinateur
M.	Éric CLÉMENT	Directeur de thèse
Mme	Anke LINDNER	Co-directrice de thèse
M.	Sébastien MANNEVILLE	Rapporteur
M.	Guillaume OVARLEZ	Examinateur
Mme	Régine PERZYNSKI	Examinatrice
M.	Olivier POULIQUEN	Examinateur
M.	Martin VAN HECKE	Examinateur

Remerciements

Je tiens tout particulièrement à remercier Éric Clément et Anke Lindner qui m'ont encadrée lors de cette thèse. Ils ont su me proposer un sujet de thèse riche et intéressant, à l'interface entre leurs domaines de prédilection : les grains et les fluides complexes. Leur complémentarité, leur créativité, leur dynamisme et leur disponibilité ont permis de rythmer efficacement cette thèse. J'ai beaucoup appris à leurs côtés durant ces trois années, tant de la démarche scientifique d'un expérimentateur, que de la présentation des résultats. Un grand merci à eux de m'avoir donné le goût de la recherche.

Je remercie Régine Perzynski d'avoir présidé mon jury de thèse. Je suis très reconnaissante à Christophe Ancey et à Sébastien Manneville pour leur travail de rapporteur et l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail. Je remercie également les autres membres du jury pour leur participation et les discussions soulevées lors de la soutenance : Daniel Bonn, Guillaume Ovarlez, Olivier Pouliquen et Martin Van Ecke.

Je remercie José-Eduardo Wesfreid de m'avoir accueillie dans son laboratoire, ainsi que l'ensemble des membres du PMMH pour l'ambiance chaleureuse qu'ils ont su y instaurer.

Je remercie l'ENS Cachan de m'avoir attibué une AMN permettant de financer cette thèse.

Je remercie les cuisiniers et/ou préparateurs du traditionnel pot de thèse.

Enfin, je remercie ma famille et mes amis pour leur soutien durant tout ou partie de ces trois années de thèse.

Table des matières

Introduction **9**

I Généralités **15**

1 Motivations de l'étude **19**
1.1 Contexte industriel 19
1.1.1 Filière agroalimentaire 19
1.1.2 Industrie pharmaceutique et cosmétique 20
1.2 Applications géophysiques 20
1.2.1 Les laves volcaniques 20
1.2.2 Les avalanches de neige 21
1.2.3 Les laves torrentielles ou coulées de débris 21
1.3 Conclusion 22

2 Notions de rhéologie **23**
2.1 Notion de viscosité 23
2.1.1 Viscosité de cisaillement 23
2.1.2 Comportements non newtoniens 24
2.2 Contraintes dans les écoulements 25
2.2.1 Déformation dans les écoulements 25
2.2.2 Tenseur de rotation 27
2.2.3 Tenseur des contraintes 28
2.3 Application à quelques cas simples 29
2.3.1 Le cisaillement plan d'un fluide newtonien 29
2.3.2 Viscosité élongationnelle d'un fluide newtonien 30
2.4 Mesure des caractéristiques rhéologiques des fluides 31
2.4.1 Rhéomètre plan-plan 32
2.4.2 Géométrie de Couette 33
2.4.3 Mesure rhéologique locale 33
2.5 Conclusion 36

3 Introduction aux milieux granulaires **37**
3.1 Écoulement de granulaires secs sur plan incliné 38
3.1.1 Phénoménologie 38
3.1.2 Rhéologie des écoulements granulaires 40
3.2 Etudes complémentaires 42
3.2.1 Généralisation au cas des matériaux granulaires immergés . 42
3.2.2 Limites du modèle - Rhéologie non locale 43
3.3 Conclusion 44

4 Etude des suspensions granulaires **45**
4.1 Propriétés des suspensions 45
4.1.1 La fraction volumique 45
4.1.2 Dynamique de la suspension 46
4.1.3 Échelle de la fraction volumique 48
4.1.4 Sédimentation 50
4.1.5 Agrégation 51
4.1.6 Ségrégation 51
4.2 Ecoulement de suspensions de sphères dures non-Browniennes . . . 52
4.2.1 Première approximation de la viscosité des suspensions . . . 52
4.2.2 Modèles théoriques de viscosité 52
4.2.3 Modèles semi-empiriques de viscosité 53
4.3 Diffusivité induite par cisaillement 54
4.3.1 Migration de particules sous cisaillement 54
4.3.2 Structuration des écoulements 56
4.4 Effets non-newtoniens 57
4.4.1 Contraintes normales 57
4.4.2 Rhéofluidification et rhéoépaississement 58
4.4.3 Contrainte seuil 59
4.4.4 Difficultés d'une mesure rhéologique classique dans le cas des suspensions 61
4.5 Conclusion 62

En guise de conclusion **63**

II Lois d'écoulement de suspensions denses sur un plan incliné **67**

5 Dispositif expérimental **71**
5.1 Plan incliné 71
5.1.1 Matériel 71
5.1.2 Acquisition et mesures 71
5.1.3 Traitement des données 72
5.2 Caractérisation des grains et du fluide 74

5.2.1 Grains 74
5.2.2 Fluide 75
5.3 Suspensions utilisées 76
5.3.1 Caractéristique des suspensions 76
5.3.2 Préparation des suspensions 77
5.4 Etude rhéologique des suspensions 78
5.4.1 Mesure rhéologique classique pour des suspensions 78
5.4.2 Validation des résultats 80
5.5 Conclusion 82

6 Rhéologie des suspensions sur un plan incliné 85
6.1 Lois d'écoulement et comportement 86
6.1.1 Écoulement de la suspension 86
6.1.2 Modèle de fluide visqueux effectif 87
6.2 Mesure d'une viscosité effective 88
6.2.1 Comportement des suspensions 88
6.2.2 Mesure d'une viscosité 90
6.2.3 Comparaison avec des modèles semi-empiriques 92
6.3 Discussion et limites d'un modèle visqueux 94
6.3.1 Migration de particules 94
6.3.2 Limites d'un comportement visqueux 98
6.4 Conclusion 99

7 Régime "pseudo-granulaire" des suspensions 101
7.1 Régimes d'écoulement 101
7.1.1 Limite visqueuse 101
7.1.2 Mise en évidence de régimes d'écoulement 103
7.2 Identification d'un nouveau régime 104
7.2.1 Caractérisation du nouveau régime 104
7.2.2 Remise à l'échelle 105
7.3 Règle d'écoulement 106
7.3.1 Construction d'une loi d'écoulement 106
7.3.2 Représentation des deux régimes 107
7.3.3 Expériences complémentaires 108
7.4 Hauteur de "cross-over" λ 109
7.4.1 Dépendance de λ avec les paramètres expérimentaux 109
7.4.2 Argument dimensionnel 109
7.4.3 Proposition d'interprétation de λ 110
7.5 Conclusion 112

III Détachement de gouttes de suspensions 113

8 Dynamique du détachement des liquides simples 117
8.1 Formation de gouttes . . . 117
8.1.1 Introduction . . . 117
8.1.2 Analyse de stabilité linéaire pour la déformation initiale d'un jet . . . 118
8.1.3 Non-linéarité : solutions auto-similaires . . . 120
8.2 Cas d'un fluide peu visqueux : l'eau . . . 122
8.2.1 Loi d'échelles . . . 122
8.2.2 Comparaison avec l'expérience . . . 123
8.3 Cas d'un fluide newtonien visqueux . . . 124
8.4 Conclusion . . . 125

9 Dynamique du détachement de suspensions 127
9.1 Protocole expérimental . . . 127
9.1.1 Dispositif expérimental . . . 127
9.1.2 Préparation des suspensions . . . 129
9.1.3 Traitement des données . . . 129
9.2 Expériences avec l'huile . . . 130
9.2.1 Observations . . . 130
9.2.2 Analyse du détachement de l'huile . . . 131
9.3 Description d'une expérience typique . . . 133
9.3.1 Observations qualitatives . . . 133
9.3.2 Comparaison suspension/huile . . . 134
9.3.3 Reproductibilité . . . 135
9.4 Différents régimes de détachement . . . 135
9.4.1 Test du régime "exponentiel" . . . 136
9.4.2 Régime "suspension" . . . 139
9.4.3 Régime "huile" . . . 140
9.5 Originalités du régime "suspension" . . . 141
9.5.1 Description qualitative . . . 143
9.5.2 Dépendance de la taille des grains . . . 144
9.5.3 Mécanisme . . . 147
9.6 Conclusion . . . 148

Conclusion 151

Bibliographie 155

Introduction

Dans cette thèse, nous traiterons de manière expérimentale des problèmes d'écoulement de suspensions granulaires, c'est à dire de grains totalement immergés dans un fluide. Une suspension s'apparente à un fluide complexe dont la fraction volumique en grains (volume relatif des grains dans la suspension) joue un rôle majeur dans son comportement.

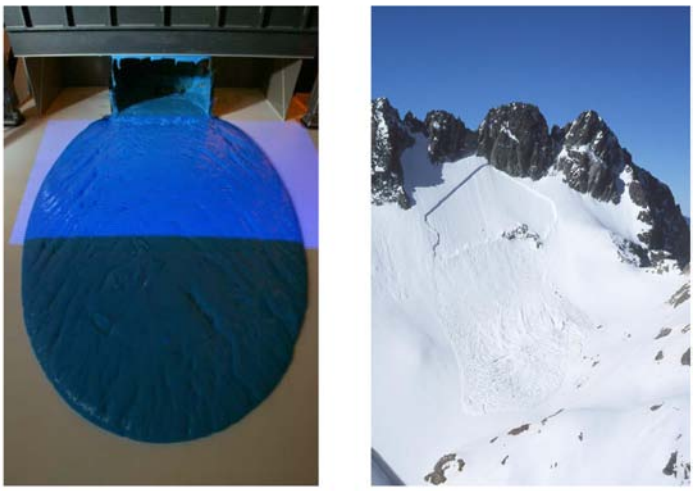


FIGURE 1 – *(a) Écoulement d'un fluide viscoplastique (carbopol) sur un plan incliné. (b) Photographie d'un dépôt d'avalanches. D'après Rentschler, Ancey et Cochard [105].*

L'étude de ces suspensions est particulièrement importante à plusieurs niveaux.

Les suspensions jouent le rôle de milieux modèles permettant de décrire divers écoulements plus complexes. Les pâtes granulaires au sens large sont omniprésentes dans notre quotidien et en particulier dans le monde industriel et les écoulements géophysiques [6]. Dans l'industrie agroalimentaire, pharmaceutique ou cosmétique, elles se présentent sous différentes formes (e.g. crème, yaourt) et exhibent des comportements rhéologiques complexes (existence d'un

seuil par exemple) [90]. Les laves volcaniques, avalanches ou laves torrentielles peuvent être également décrites grossièrement comme des pâtes [69]. Leur compréhension joue un rôle sociétal majeur en raison des dégâts humains et matériels qu'elles causent. Établir les lois d'écoulement des suspensions est donc aussi bien un moyen d'améliorer les conditions d'acheminement et de stockage dans le monde industriel, que de prévoir les zones exposées aux catastrophes naturelles.

Cochard et Ancey [29] ont ainsi étudié l'écoulement d'un milieu modèle, un mélange de Carbopol (fluide viscoplastique de type Herschel-Bulkley) sur un plan incliné dans le but de comprendre et caractériser la forme et la vitesse d'une avalanche. La figure 1 représente le dépôt d'une coulée de Carbopol et d'une avalanche sur le terrain.

Par ailleurs, **les lois d'écoulement des suspensions sont difficiles à établir** et des problèmes de blocage ou de structuration [66, 67, 91] mettent en défaut un modèle de type fluide visqueux simple.

Sur ce sujet, Coussot *et al.* [35] ont mené une étude d'écoulement d'une suspension d'argile sur un plan incliné. Ils ont montré que ce matériau présente une contrainte seuil : au delà d'un certain angle il coule et accélère sur le plan, ce qui est représenté sur la figure 2. En parallèle, des tests rhéométriques ont montré que ce phénomène est associé à une bifurcation de viscosité : en deçà de la contrainte seuil le mélange est bloqué, tandis qu'au-dessus la viscosité diminue avec le temps.



FIGURE 2 – *Écoulement d'une suspension d'argile sur un plan incliné. La suspension s'écoule au delà d'un angle critique et présente donc un seuil. D'après Coussot et al. [35].*

Nous avons utilisé dans cette thèse un mélange constitué de grains parfaitement sphériques formant un mélange isodense, monodisperse et non-Brownien. Nous évitons ainsi les problèmes de sédimentation et de ségrégation inertielles des

particules. Nous nous sommes alors attachés à déterminer les lois d'écoulement de ces suspensions modèles.

Une première approche consiste à se représenter une suspension comme un fluide visqueux effectif. La viscosité est associée à la contrainte qu'il faut exercer pour déplacer le fluide et les particules entre elles. Plus on rajoute de particules au sein du milieu, plus les interactions entre les particules et la dissipation visqueuse croissent. La viscosité augmente donc avec la fraction volumique et diverge pour une fraction maximale notée ϕ_{m}.

Einstein en 1906 [48] a établi le premier modèle théorique de viscosité à partir d'un calcul de déformation du champ des vitesses créé par une particule. Son résultat très général n'est valable que pour des suspensions très diluées (fractions volumiques inférieures à 3%). Il a été étendu par Batchelor et Green [12] pour les fractions jusqu'à 10% en prenant en compte les interactions hydrodynamiques. Par la suite, plusieurs modèles semi-empiriques ont été développés, intégrant la limite d'Einstein pour les faibles fractions volumiques. Nous pouvons citer notamment ceux de Krieger-Dougherty [77] et de Zarraga [121]. Le choix d'un modèle de viscosité de suspension reste cependant toujours l'objet de débats.

Néanmoins ,cette description en terme de fluide effectif présente des limites. Pour les concentrations élevées, on ne peut négliger les interactions de contact entre grains entraînant une friction et donc l'aspect granulaire [6] .

L'autre limite naturelle des suspensions, à l'opposé de celle du fluide visqueux est celle du milieu granulaire. Celui-ci présente des propriétés originales, différentes de celles communément associées aux trois états classiques de la matière [70]. Des expériences en tambour tournant illustrent la difficulté de classifier la nature de leur comportement solide, liquide ou gazeux [30]. De plus, le caractère dissipatif de ce milieu, intimement lié à la notion de friction implique que l'on ne peut séparer une échelle macroscopique d'une échelle microscopique.

Des avancées significatives dans la compréhension de l'écoulement des granulaires secs ont été obtenues par la communauté scientifique, via l'utilisation du plan incliné comme rhéomètre [57, 97]. Fixant dans toute la couche le rapport entre contrainte tangentielle et contrainte normale, i.e. le coefficient de friction, via l'angle θ, ce dispositif a permis d'établir une loi rhéologique locale dépendant d'un nombre sans dimension [57, 72]. Toutefois, au voisinage de l'arrêt, la rhéologie devient non locale [41] et reste mal comprise.

De manière plus générale, soumis à une contrainte, les milieux granulaires secs ne s'écoulent pas de manière homogène : des bandes de cisaillement peuvent apparaître au sein du matériau [43, 52, 70]. Cette localisation s'établit sur des

distances typiques de quelques tailles de grains et est un problème inhérent à la structure hétérogène du milieu.

Dans le cas des suspensions, on ne peut également négliger les effets liés à l'hétérogénéité quand ces milieux sont soumis à des contraintes. Leighton et Acrivos [81] ont montré que dans un écoulement sous cisaillement, les grains migrent des régions de forts taux de cisaillement vers celles de faibles taux de cisaillement. Le profil de vitesse n'est alors plus homogène dans l'écoulement [83]. Dans ce cas, il n'est alors plus possible de décrire la suspension en terme de fluide visqueux simple.

De manière analogue aux matériaux granulaires, on assiste ainsi à de la localisation de l'écoulement et dans certains cas à l'existence d'un seuil [67, 91]. Il est donc nécessaire d'étudier leur écoulement via des expériences adaptées.

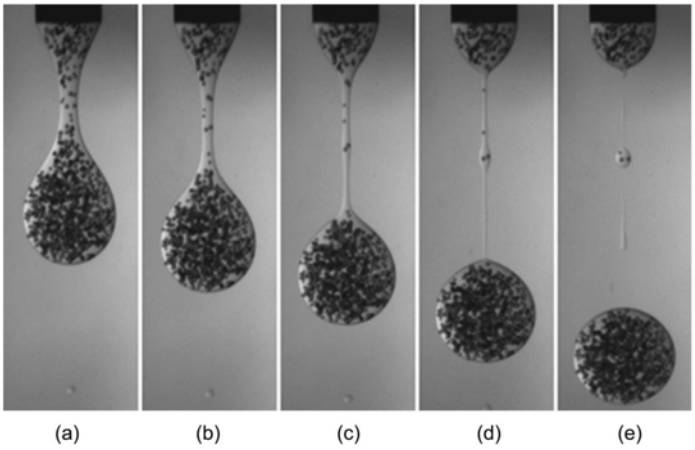


FIGURE 3 – *Evolution du détachement d'une goutte de suspension préparée à la fraction volumique* $\phi = 5\%$. *Elle est formée d'une huile de silicone et de particules de diamètre* $d = 212 - 250$ mm. *D'après Furbank et Morris [54].*

Nous avons choisi deux systèmes simples permettant l'étude rhéologique des suspensions sur une large gamme de fractions volumiques : l'écoulement sur plan incliné et le détachement de gouttes.

Nous avons utilisé le plan incliné car il fixe le coefficient de friction par l'angle d'inclinaison et est donc adapté à l'étude des suspensions denses. De plus, contrairement à un rhéomètre classique où la taille de l'entrefer est fixée, la hauteur de la couche et donc la contrainte sont ajustées par le matériau lui même. Ceci permet d'éviter les effets de blocage lors de l'écoulement.

Sur le plan incliné, la suspension est soumise à un cisaillement, correspondant à la superposition d'un écoulement rotationnel et d'un écoulement élongationnel purs. Parallèlement, nous avons étudié le cas élongationnel via un autre montage

expérimental : le détachement de gouttes. Cette technique a été utilisée dans le cas de fluides visqueux [45, 75, 108, 109], mais aussi de fluides complexes, comme les polymères [5, 13, 60, 118, 119]. Dans le cas des pâtes, les lois de détachement ont été peu étudiées à ce jour [34].

Furbank *et al.* [54, 55] ont décrit le cas du détachement de suspensions pour des grains de taille environ 200 µm et immergés dans des suspensions peu denses ($\phi < 40\%$). La figure 3 illustre cette étude.

Le présent manuscrit s'organise selon le plan suivant :

Dans la première partie, nous introduirons les *généralités*. Nous y présenterons un aperçu des connaissances actuelles et motivations de l'étude des suspensions denses. Ces dernières étant constituées d'un mélange de grains et d'un fluide, nous nous attacherons à décrire les propriétés d'écoulement des fluides et celles des grains secs. Nous traiterons finalement le cas des suspensions en soulignant la richesse et la complexité de ces milieux.

Dans une seconde partie, nous nous intéresserons à l'écoulement de suspensions soumises à un cisaillement dans des *expériences sur plan incliné*. Nous caractériserons notre système par une étude rhéologique classique et montrerons les limites de cette approche. Puis, nous établirons un protocole de mesure de viscosité des suspensions jusqu'à une fraction maximale de 61%. Enfin, nous montrerons que notre montage permet le passage continu d'un comportement visqueux à un comportement que nous qualifierons de "pseudo-granulaire". Nous présenterons alors une règle d'écoulement des suspensions sur plan incliné.

La troisième partie sera consacrée à l'écoulement de suspensions sous élongation dans des *expériences de détachement de gouttes*. En premier lieu, nous traiterons du problème général du détachement de fluides newtoniens et dresserons un panorama des régimes connus. En second lieu, nous étudierons le cas original des suspensions et l'influence des grains sur le détachement de gouttes.

Première partie

Généralités

L'objectif de cette partie est de présenter un aperçu des connaissances actuelles, ainsi que les motivations de l'étude des suspensions denses. Celles-ci sont constituées d'un mélange d'un liquide et de particules solides.

Ces matériaux sont considérés comme un milieu modèle permettant l'étude d'écoulements plus complexes (e.g. coulées de boue ou de débris). Dans un premier chapitre, nous dresserons donc un bref panorama des problématiques qui, dans le contexte industriel ou en milieux naturels nécessitent une étude fondamentale de ces suspensions.

Selon la concentration en grains, le comportement de la suspension aura tendance à évoluer d'un comportement de type fluide visqueux, vers un comportement plus complexe. Pour les concentrations les plus importantes, on peut observer une transition vers le blocage avec possibilité de contacts entre grains, ce qui conduit à une viscosité effective divergente. Proche de la concentration maximale, la suspension s'apparente alors plutôt à une matrice granulaire.

Comprendre les suspensions denses nécessite donc de considérer les deux cas limites : le milieu granulaire et le fluide visqueux. Nous verrons dans cette partie comment la communauté scientifique décrit cette grande diversité de comportements.

Nous présenterons ainsi dans le second chapitre les différents outils de rhéologie classique. Puis, nous décrirons dans le chapitre suivant les différents atouts et limites du plan incliné pour l'étude des granulaires secs. Enfin, dans le dernier chapitre de cette partie, nous dresserons un aperçu de l'état des connaissances sur les suspensions. Nous verrons que l'hétérogénéité de ce milieu induit des difficultés pour en établir une rhéologie complète.

Chapitre 1

Motivations de l'étude

Dans ce chapitre nous présenterons les motivations qui conduisent à l'étude des suspensions comme matériau modèle. Comprendre leurs lois d'écoulement permet d'améliorer les conditions d'acheminement et de stockage en milieu industriel, mais aussi de prévoir des zones exposées à des catastrophes naturelles. Cependant, la rhéologie "classique" des suspensions denses s'avère extrêmement difficile et il n'existe pas de description unifiée de l'écoulement de ces milieux denses. Le but de cette thèse est d'établir des lois de comportement d'une suspension modèle qui pourrait alors rendre compte de la diversité des écoulements en milieu industriel ou en géophysique. Dans ce chapitre, nous dresserons un bref panorama des motivations géophysiques ou industrielles liées à ce travail. On peut se référer aux livres de Coussot et Ancey [31, 33] pour décrire de manière plus exhaustive les problématiques avales relatives à l'étude des suspensions.

1.1 Contexte industriel

1.1.1 Filière agroalimentaire

Afin de prédire les lois d'écoulements des produits agroalimentaires dans les procédés industriels, il est nécessaire d'étudier les lois rhéologiques de ces aliments. Pour la nourriture, on utilise le terme de texture (elle peut être onctueuse, croustillante, crémeuse...) pour décrire leur comportement lors de contraintes typiques appliquées dans la bouche. Une manière de caractériser objectivement ces différentes textures est de déterminer les paramètres rhéologiques de ces aliments. Une grande variété de mélanges est utilisée dans le monde industriel :

- des poudres (sel, sucre...) qui ont un comportement de type granulaire sec
- des émulsions (vinaigrette, beurre...)
- des suspensions (soupes, compotes...)
- d'autres matériaux (yaourt, ketchup, moutarde...)

Globalement, la plupart des matériaux mis en jeu dans l'industrie agroalimentaire présentent un comportement rhéologique complexe. En témoigne, par

exemple, l'existence d'une contrainte seuil leur permettant, à l'image du ketchup, d'avoir à la fois un comportement solide et un comportement liquide.

1.1.2 Industrie pharmaceutique et cosmétique

Les médicaments sont souvent des poudres avec une large gamme de taille de particules. Elles peuvent être soit sèches avec un comportement de type granulaire sec, soit en suspension. Quant aux cosmétiques, ils se présentent souvent sous la forme de crèmes formées d'un matériau pâteux. Ils doivent à la fois rester en place sur la peau, donc avoir une viscosité apparente élevée, mais aussi pouvoir être appliqués et donc s'écouler facilement.

1.2 Applications géophysiques



FIGURE 1.1 – *Exemples d'instabilités gravitaires.*

1.2.1 Les laves volcaniques

Les laves sont formées en majorité de magma, de bulles et de cristaux. Le magma liquide se comporte à peu près comme un fluide newtonien dont la viscosité diminue de manière exponentielle avec l'inverse de la température et augmente avec la concentration en silice. Celle-ci peut atteindre 100 000 fois la viscosité de l'eau. Quand la concentration en cristaux devient supérieure à 45%, les interactions entre cristaux deviennent possibles et l'on passe alors d'un fluide visqueux à un fluide de type "sable humide" [31] : les interactions entre grains prédominent. Il existe deux scénarios pour l'écoulement des laves :

- Lorsque un volcan effusif entre en éruption, il émet des coulées de lave fluide caractéristiques, pauvres en silicates. La température de la lave au sortir du cratère est d'environ 1200 °C. Cette lave basaltique coule typiquement à 20 $\mathrm{km\,h^{-1}}$ et se refroidit lentement au contact de l'air, du sol ou de l'eau, augmentant sa viscosité qui tend alors vers l'infini. Les coulées sont canalisées (la concentration en cristaux dans les couches de surface est telle que le mélange possède une viscosité très supérieure à celle du reste du magma) et relativement lentes, ce qui diminue la dangerosité de ce type d'explosion.

– Quand un volcan explosif entre en éruption, il émet des coulées pyroclastiques, formées de cendres, de lapillis, de monceaux de lave. Ces laves ont une fraction en silice extrêmement importante et s'apparentent aisément à des pâtes granulaires. Les températures caractéristiques sont de l'ordre de 1000 °C et les vitesses de l'ordre de plusieurs dizaines de kilomètres par heure. L'arrêt de la lave s'explique par une augmentation de la fraction volumique en cristaux jusqu'à la fraction volumique maximum. La dangerosité de ces écoulements provient de leur rapidité, taille et distance parcourue (capable d'ensevelir une ville en quelques heures).

1.2.2 Les avalanches de neige

Les avalanches sont formées d'un mélange d'air et de neige. La neige, constituée de cristaux de glace de taille et de forme variées, constitue la phase solide de ce mélange. On peut donc traiter le phénomène d'avalanche comme l'écoulement d'un milieu granulaire. En première approximation, on peut la considérer comme une poudre plus ou moins grossière (du flocon à la boule de neige) en écoulement gravitaire rapide [31, 33]. On distingue deux classes limites d'écoulement d'avalanche :

– L'avalanche en aérosol. Le fluide qui s'écoule peut être assimilé à une suspension de cristaux de glace dans de l'air. La taille des particules est en général de l'ordre du millimètre et la concentration volumique en glace est inférieure à 5%. La trajectoire n'est pas entièrement déterminée par le milieu extérieur, le mouvement des particules s'apparente plus à celui de grandes bouffées turbulentes qui ne suit donc pas forcément le relief. L'échelle de hauteur est la dizaine de mètres.
– L'avalanche coulante. Le fluide est composé de neige avec parfois des débris divers (rochers, blocs de glace...). La dynamique de l'écoulement d'une avalanche coulante rappelle celle des laves torrentielles ou volcaniques. La concentration volumique en glace est généralement comprise entre 20 et 60%. L'écoulement est de type fluide visqueux suit donc le relief et a pour échelle de hauteur le mètre.

1.2.3 Les laves torrentielles ou coulées de débris

Ce type de phénomène se produit à la suite de violents orages dans les régions montagneuses. L'eau qui s'écoule dans le torrent vient éroder le lit, provoquant des glissements de berge. L'écoulement se charge alors progressivement en matériaux granulaires de différentes tailles (graviers, cailloux, rochers) [33]. Cela peut alors donner naissance à des coulées de vitesses de quelques mètres par seconde. Due à une très grande variété de taille de grains, la fraction volumique est très importante, de l'ordre de 85% (un mélange désordonnée de sphères homogènes de même taille a une fraction maximum de 64%, c'est la réorganisation des grains qui permet une fraction volumique si importante). On note deux types

de comportement. Aux faibles vitesses de cisaillement, le frottement entre les grains domine, il y a alors friction entre les grains et l'écoulement s'apparente à celui d'un granulaire sec. Lorsque l'écoulement est plus rapide, les mouvements relatifs des grains peuvent être lubrifiés par le fluide interstitiel (mélange d'eau et d'argile) : le comportement est alors de type fluide newtonien visqueux. En général, on doit donc considérer à la fois les interactions de contact entre grains et les interactions hydrodynamiques au sein de l'écoulement de laves torrentielles [69].

1.3 Conclusion

Malgré les avancées actuelles dans la compréhension des matériaux décrits dans ce chapitre, notamment grâce à leur caractérisation par des mesures rhéologiques, la prédiction des lois d'écoulement reste extrêmement difficile. L'étude de suspensions modèles, i.e. mélange d'un fluide newtonien et de particules sphériques, constitue une étude amont pour unifier la diversité des situations rencontrées.

Chapitre 2

Notions de rhéologie

Dans ce chapitre, nous décrivons les propriétés les plus importantes des fluides newtoniens et non-newtoniens. Alors que dans les conditions standard, l'eau et les huiles se comportent comme des fluides newtoniens, certains fluides complexes comme les suspensions ont un comportement différent : ils sont qualifiés de non-newtoniens. Dans un premier paragraphe, nous présenterons la notion de viscosité. Puis, nous rappellerons les calculs de contraintes au sein de l'écoulement d'un fluide. Ensuite, nous appliquerons ces calculs tensoriels aux deux cas standard étudiés lors de cette thèse : l'écoulement sous cisaillement (cas du plan incliné) et l'écoulement sous élongation (cas du détachement de gouttes).

Ces éléments de rhéologie sont présentés dans de nombreux livres, comme ceux écrits par Barnes [10], Macosko [84] ou bien Guyon *et al.* [62].

2.1 Notion de viscosité

2.1.1 Viscosité de cisaillement

La matière peut se trouver sous différentes formes. Aux deux extrêmes on trouve :

- le solide élastique régit par la loi de Hooke (1678) qui relie la contrainte σ (force appliquée par unité de surface) à la déformation : $\sigma = G\gamma$, avec G le module élastique et γ la déformation appliquée sur le solide. Celle-ci correspond au rapport entre la longueur l parcourue par un élément de solide du plan supérieur et l'épaisseur e entre les plaques.
- le fluide visqueux, dont le comportement suit la loi de Newton (1687). Elle s'écrit :

$$\sigma = \eta\,\dot{\gamma}\ , \tag{2.1}$$

où $\dot{\gamma} = v/e$ est le gradient de vitesse (ou taux de cisaillement) et η la viscosité dynamique de cisaillement (c.f. figure 2.1). Un fluide visqueux qui suit celle loi est dit newtonien. On peut étendre cette définition au cas

non-newtonien par la relation :

$$\sigma = \eta(\dot{\gamma})\,\dot{\gamma}\ , \tag{2.2}$$

la viscosité dépendant alors du cisaillement. La viscosité se mesure en Pa.s (appelé aussi poiseuille en système SI) ou en poise P dans le système CGS (1 Pa.s = $10P$). A température ordinaire, l'eau a une viscosité de 1 mPa.s. En revanche, les huiles de silicone peuvent avoir des viscosités de plusieurs millions de Pa.s, ce qui montre que cette quantité peut varier énormément. Le fluide newtonien a la particularité de répondre instantanément au cisaillement et n'a pas de mémoire, contrairement au solide élastique.

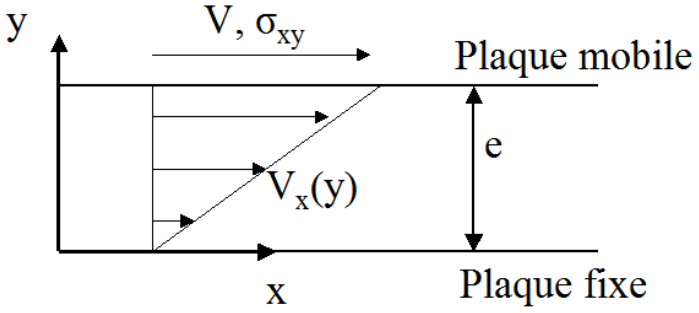


FIGURE 2.1 – *Fluide sous cisaillement continu : V est la vitesse de la partie supérieure par rapport à la partie inférieure et e l'épaisseur de la couche fluide.*

2.1.2 Comportements non newtoniens

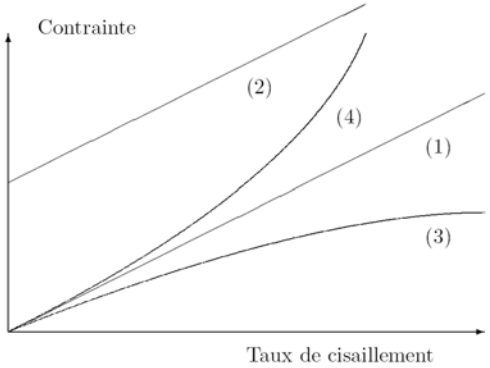


FIGURE 2.2 – *Fluide (1) newtonien, (2) de Bingham, (3) rhéofluidifiant, (4) rhéoépaississant.*

Grâce au développement des rhéomètres au XIX^{eme} siècle, on constate que les fluides ne sont pas toujours newtoniens. Leur viscosité peut dépendre du taux

de cisaillement appliqué. Souvent ces propriétés proviennent de la présence dans le fluide d'objets de grande taille par rapport à l'échelle atomique (mais petits par rapport à la dimension globale de l'écoulement). Cela peut être des chaînes de polymère en solution ou des particules dans des suspensions :

- Une première approche consiste à considérer un matériau comme *rhéofluidifiant* quand la viscosité définie selon la relation (2.2) est une fonction décroissante de $\dot{\gamma}$ et un matériau comme *rhéoépaississant* dans le cas contraire. Une autre approche relie ces observations à une non linéarité de la contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement. Dans le cas d'un cisaillement simple (voir figure 2.1) cette relation s'écrit :

$$\sigma_{xy} = D(\frac{\partial v_x}{\partial y})^{1-\alpha} \ . \tag{2.3}$$

  Quand $\alpha > 0$, la viscosité apparente diminue avec le taux de cisaillement et on appelle ce fluide *rhéofluidifiant* et pour $\alpha < 0$ on appelle ce fluide *rhéoépaississant* (c.f. figure 2.2).
- Pour certains fluides, dits "à seuil", on n'a pas d'écoulement tant que la contrainte appliquée ne dépasse pas une valeur critique σ_c.
- Enfin, il existe des fluides non-newtoniens dépendant du temps. On parle alors de thixotropie quand la viscosité diminue avec le temps alors que le cisaillement appliqué est constant ou de viscoélasticité quand le comportement est intermédiaire entre un solide élastique et un liquide.

2.2 Contraintes dans les écoulements

Dans un fluide au repos, les contraintes sont systématiquement perpendiculaires aux surfaces de la fraction de fluide considérée et s'identifient à la pression. Dans le cas d'un fluide en mouvement, les couches de fluide glissent les unes par rapport aux autres avec du frottement, il apparaît alors des contraintes tangentes à la surface de fluide considérée. La généralisation de l'équation (2.2), qui lie la relation entre contrainte et vitesse de déformation à des écoulements et des fluides arbitraires se fait à l'aide du tenseur des contraintes $[\boldsymbol{\sigma}]$ et des taux de déformation $[\mathbf{D}]$. Il peut inclure des forces de pression, des contraintes de cisaillement, mais aussi des contraintes à l'origine des compressions ou élongations du fluide considéré.

Afin de préciser les forces qui s'exercent sur un élément de surface $\mathbf{dS}$ de fluide parallèle à l'horizontale (c.f. figure 2.3), on définit un vecteur unitaire $\mathbf{n} = \mathbf{e_y}$ normal à la surface et l'on note σ_{xy} et σ_{zy}, les contraintes tangentielles et σ_{yy}, la contrainte normale.

2.2.1 Déformation dans les écoulements

On s'intéressera dans cette partie à la déformation d'une particule de fluide.

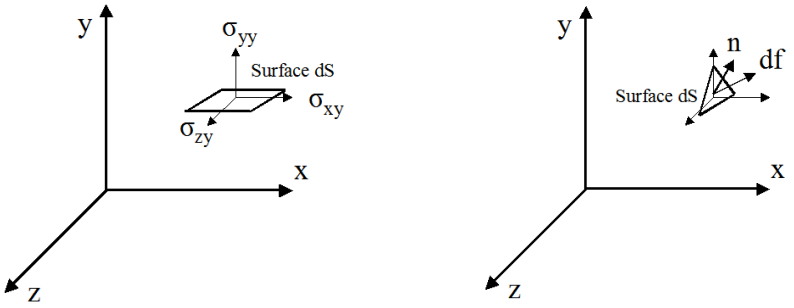


FIGURE 2.3 – *(a) Composantes σ_{xy}, σ_{yy}, σ_{zy} de la contrainte exercée sur une surface dont la normale est orientée suivant (Oy) (b) Détermination de la contrainte sur une surface d'aire dS de normale $\boldsymbol{n}$ d'orientation quelconque.*

Tenseur des taux de déformation D

On considère à l'instant t, une particule de fluide située en $\mathbf{r}$ à la vitesse $\mathbf{v}(\mathbf{r},t)$. L'accroissement de vitesse s'écrit, au premier ordre par rapport aux composantes dx_j ($j = 1$ à 3) du déplacement :

$$dv_i = \sum_{j=1}^{j=3} \left(\frac{\partial v_i}{\partial x_j} \right) dx_j \ . \tag{2.4}$$

Les quantités $D_{ij} = \left(\dfrac{\partial v_i}{\partial x_j} \right)$ sont les éléments d'un tenseur de rang deux, le *tenseur des taux de déformation* du fluide. Il peut être décomposé en une partie symétrique et une partie antisymétrique, sous la forme [62, 79] :

$$D_{ij} = \frac{\partial v_i}{\partial x_j} = \frac{1}{2}\left(\frac{\partial v_i}{\partial x_j} + \frac{\partial v_j}{\partial x_i} \right) + \frac{1}{2}\left(\frac{\partial v_i}{\partial x_j} - \frac{\partial v_j}{\partial x_i} \right) \ , \tag{2.5}$$

où en posant :

$$e_{ij} = \frac{1}{2}\left(\frac{\partial v_i}{\partial x_j} + \frac{\partial v_j}{\partial x_i} \right) \ , \tag{2.6}$$

$$\omega_{ij} = \frac{1}{2}\left(\frac{\partial v_i}{\partial x_j} - \frac{\partial v_j}{\partial x_i} \right) \ , \tag{2.7}$$

$$D_{ij} = e_{ij} + \omega_{ij} \ . \tag{2.8}$$

Partie symétrique du tenseur des taux de déformation

Le tenseur de composantes e_{ij} est symétrique. Il comporte à la fois des termes diagonaux ($i = j$) et des termes non-diagonaux ($i \neq j$) [62, 79].

Les termes diagonaux du tenseur e_{ij} et donc du tenseur D_{ij} représentent la vitesse d'élongation, ou taux d'élongation. La trace de $[\mathbf{D}]$, qui est la somme des éléments diagonaux $\left(\frac{\partial v_i}{\partial x_i}\right)$, s'identifie à la divergence du champ de vitesses et représente le taux d'expansion de l'élément de fluide considéré. Pour un fluide incompressible, le champ de vitesses est de divergence nulle, et nous retrouvons alors le fait que le volume d'un élément matériel de fluide reste constant.

Les termes croisés du tenseur e_{ij} représentent les vitesses de déformation angulaire locale. On décompose alors le tenseur des taux de déformation en une somme d'un terme diagonal et d'un terme de trace nulle (somme des termes diagonaux de la matrice) :

$$e_{ij} = \frac{1}{3}\delta_{ij}e_{ll} + \left[e_{ij} - \frac{1}{3}\delta_{ij}e_{ll}\right] = t_{ij} + d_{ij} \ , \tag{2.9}$$

écrit dans la notation d'Einstein, où le tenseur diagonal t_{ij} est associé à la dilatation volumique des éléments de fluide. Le tenseur d_{ij}, appelé déviateur, est associé aux déformations sans changement de volume des éléments de fluide.

2.2.2 Tenseur de rotation

On peut remplacer le tenseur antisymétrique de terme général ω_{ij} qui traduit la rotation en bloc des éléments de fluide, par le pseudo-vecteur $\boldsymbol{\omega}$ tel que [62, 79] :

$$\omega_k = -\frac{1}{2}\epsilon_{ijk}\omega_{ij} \ , \tag{2.10}$$

où $\epsilon_{ijk} = +1$ dans une permutation directe des indices i, j, k, $\epsilon_{ijk} = -1$ dans une permutation indirecte des indices, et $\epsilon_{ijk} = 0$ si au moins deux indices sont égaux. Ce vecteur $\boldsymbol{\omega}$ appelé vecteur vorticité de l'écoulement peut s'écrire sous la forme :

$$\boldsymbol{\omega} = \mathbf{rot}\,\mathbf{v}. \tag{2.11}$$

Le vecteur $\boldsymbol{\Omega} = (1/2)\mathbf{rot}\,\mathbf{v}$ est appelé vecteur tourbillon et représente la vitesse angulaire de rotation locale d'un élément de fluide.

Pour conclure $D_{ij} = \left(\frac{\partial v_i}{\partial x_j}\right)$ peut toujours être décomposé en trois termes de la forme :

$$D_{ij} = e_{ij} + \omega_{ij} = t_{ij} + d_{ij} + \omega_{ij} \ , \tag{2.12}$$

où t_{ij} est un tenseur diagonal qui représente la variation de volume des éléments de fluide, d_{ij} est un tenseur de trace nulle et symétrique associé aux déformations des éléments de fluide sans variation de volume et ω_{ij} est un tenseur antisymétrique qui traduit la rotation en bloc des éléments de fluide.

2.2.3 Tenseur des contraintes

On considère un élément de fluide de surface **dS** et de normale **n**. La force **df** appliquée sur la surface **dS** se déduit des composantes de la contrainte suivant les 3 axes, pour 3 orientations de surface unité perpendiculaires à ces axes (c.f. figure 2.3). Le tenseur des contraintes $[\boldsymbol{\sigma}]$ est défini selon :

$$\frac{1}{dS}\begin{pmatrix} \mathrm{d}f_x \\ \mathrm{d}f_y \\ \mathrm{d}f_z \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sigma_{x\mathbf{n}} \\ \sigma_{y\mathbf{n}} \\ \sigma_{z\mathbf{n}} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz} \\ \sigma_{yx} & \sigma_{yy} & \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} & \sigma_{zy} & \sigma_{zz} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \mathrm{n}_x \\ \mathrm{n}_y \\ \mathrm{n}_z \end{pmatrix} \tag{2.13}$$

On peut alors décomposer le tenseur des contraintes $[\boldsymbol{\sigma}]$ en une partie liée à la pression isotrope p exercée sur le fluide au repos et une partie liée à la déformation du fluide $\boldsymbol{\sigma'}$ qui apparaît quand le liquide est en mouvement, il est appelé tenseur des contraintes de viscosité :

$$\sigma_{ij} = \sigma'_{ij} - p\delta_{ij} \ , \tag{2.14}$$

où δ_{ij} désigne le tenseur de Kronecker et le terme négatif devant p traduit le fait que le fluide au repos est généralement en compression.

Pour résoudre les problèmes d'écoulement dans un fluide, il faut connaître la relation entre le tenseur des contraintes et les déformations dans le fluide. Ce tenseur $[\boldsymbol{\sigma'}]$ ne dépend ni de la vitesse (translation globale), ni de la rotation locale (cela ne donne pas lieu à des interactions entre éléments voisins et n'est donc pas lié aux contraintes au sein du fluide). Il ne dépend alors du tenseur des déformations D_{ij} qu'à travers le terme e_{ij} (c.f. formules (2.9) et (2.12)).

Dans le cas d'un fluide newtonien incompressible, on peut relier le tenseur des contraintes au tenseur des déformations suivant la relation constitutive [79] :

$$\sigma'_{ij} = 2\eta e_{ij} \ . \tag{2.15}$$

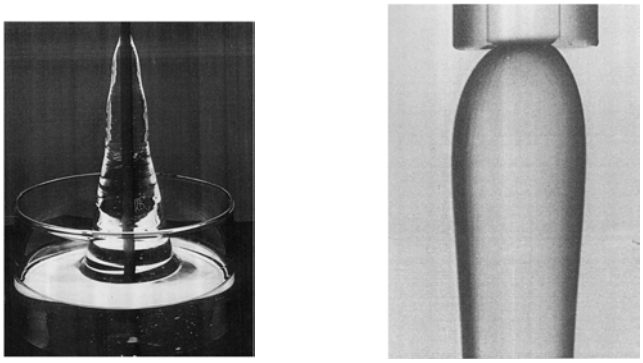
Dans le cas d'un fluide compressible, il faut introduire une viscosité de volume (qui intervient en pratique dans la propagation du son).

A partir de l'équation du mouvement pour un fluide quelconque et de l'équation constitutive, pour un fluide newtonien incompressible soumis à des forces extérieures **f**, on obtient l'équation de Navier-Stokes :

$$\rho \frac{\partial \mathbf{v}}{\partial t} + \rho \left(\mathbf{v}.\nabla\right) \mathbf{v} = -\nabla \ \mathbf{p} + \eta \, \boldsymbol{\Delta}\mathbf{v} + \rho \mathbf{f} \ . \tag{2.16}$$

Expérimentalement, il est extrêmement difficile de différencier les composantes normales exercées sur le fluide, i.e. les termes diagonaux du tenseur des contraintes σ_{ii} des termes de pression isotropes exercés sur le fluide. C'est pourquoi on introduit les termes de différence de contrainte normale :

$$N_1 = \sigma_{xx} - \sigma_{yy} \quad \text{et} \quad N_2 = \sigma_{yy} - \sigma_{zz} \ . \tag{2.17}$$



(a) (b)

FIGURE 2.4 – *(a) Effet Weissenberg (b) Gonflement à l'extrusion pour une solution aqueuse de 2% de polyacrylamide. D'après Boger et Walters [18].*

Pour un écoulement selon la direction (Ox), N_1 est appelée première différence de contraintes normales et N_2, en général beaucoup plus faible que N_1 (moins de 10%), est appelée deuxième différence de contraintes normales. Certains rhéomètres actuels permettent de mesurer N_1 dans la géométrie classique cône-plan. Pour un fluide newtonien, les contraintes normales sont nulles. On observe différents effets macroscopiques spectaculaires dues à l'existence de contraintes normales dans certains fluides. Citons en quelques uns :

- L'effet Weissenberg (Fig. 2.4(a)). Il s'agit d'un fluide viscoélastique dans lequel on met en rotation une tige cylindrique. Alors que l'on s'attend au creusement de la surface libre par effet d'inertie, le fluide remonte le long de celle-ci. Ce phénomène est dû à une contrainte quand on s'approche de l'axe de rotation. Il est à noter que c'est le phénomène qui se produit lorsque l'on bat des oeufs en neige.
- Le gonflement d'un jet de fluide viscoélastique à la sortie d'un tube (Fig. 2.4(b)).

2.3 Application à quelques cas simples

2.3.1 Le cisaillement plan d'un fluide newtonien

Un cas simple d'écoulement sous cisaillement correspond à un fluide confiné entre deux plaques et mis en mouvement par la plaque supérieure (c.f. figure 2.1). Les particules fluides sont soumises à un écoulement élongationnel et à un écoulement rotationnel. Dans le cas du cisaillement simple d'un fluide newtonien incompressible, le champ des vitesses est décrit par :

$$v_x = \dot{\gamma} y \ , \quad v_y = v_z = 0 \tag{2.18}$$

Le tenseur des déformations e_{ij} s'écrit donc pour un cisaillement plan :

$$[\mathbf{e}] = \frac{\mathbf{1}}{\mathbf{2}} \begin{pmatrix} 0 & \dot{\gamma} & 0 \\ \dot{\gamma} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \tag{2.19}$$

Or, d'après la relation constitutive (2.15) :

$$[\boldsymbol{\sigma}] = [\boldsymbol{\sigma}'] - p\,[\boldsymbol{\delta}] = \begin{pmatrix} -p & \eta\dot{\gamma} & 0 \\ \eta\dot{\gamma} & -p & 0 \\ 0 & 0 & -p \end{pmatrix} \tag{2.20}$$

On retrouve bien le fait que pour un liquide newtonien incompressible, les contraintes normales à l'écoulement σ_{zx}, σ_{zy}, σ_{xz}, σ_{yz} sont nulles, ainsi que les différences de contraintes normales.

2.3.2 Viscosité élongationnelle d'un fluide newtonien

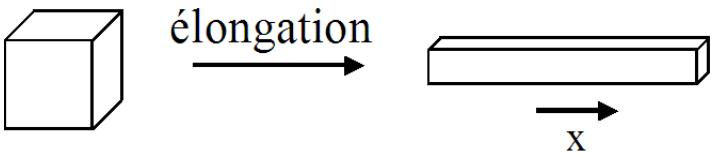


FIGURE 2.5 – *Elongation simple d'un fluide incompressible dans la direction x.*

On retrouve ces effets dans les géométries où la composante élongationnelle est privilégiée comme par exemple l'écoulement à travers un petit orifice ou entre deux cylindres d'axe parallèle tournant en sens inverse. C'est un écoulement dans lequel les éléments de fluide sont étirés sans rotation ni cisaillement. Si l'on considère un matériau qui subit une élongation $\epsilon(t)$ suivant la direction (Ox) (Fig. 2.5), le taux d'élongation à un instant t dans cette direction s'écrit alors :

$$\dot{\epsilon} = \frac{1}{dt}\,\frac{dx}{x(t)}\,, \tag{2.21}$$

d'où en posant la vitesse $v_x = \frac{dx}{dt}$, on obtient $v_x = \dot{\epsilon}x$ et donc un rétrécissement exponentiel du filament correspond à un taux d'élongation constant. Un écoulement élongationnel pur (taux d'élongation constant) est irrotationnel. Il est adapté à l'étude de fluides complexes : il permet par exemple d'aligner des molécules rigides ou bien de débobiner complètement une pelote de polymère.

Dans le cas d'une élongation uniaxiale pour un fluide incompressible, on déduit le champ des vitesses par raison de symétrie :

$$v_x = \dot{\epsilon}x, \quad v_y = -\frac{1}{2}\dot{\epsilon}y, \quad v_z = -\frac{1}{2}\dot{\epsilon}z \tag{2.22}$$

Pour un fluide newtonien on déduit le tenseur des contraintes $[\boldsymbol{\sigma}']$ du tenseur des taux de déformation $[\mathbf{e}]$:

$$\sigma'_{ij} = 2\eta(e_{ij}) = \eta\left(\frac{\partial v_i}{\partial x_j} + \frac{\partial v_j}{\partial x_i}\right) = 2\eta\begin{pmatrix} \dot{\epsilon} & 0 & 0 \\ 0 & -\frac{1}{2}\dot{\epsilon} & 0 \\ 0 & 0 & -\frac{1}{2}\dot{\epsilon} \end{pmatrix} \tag{2.23}$$

On définit alors la viscosité élongationnelle par :

$$\eta_{el} = \frac{\sigma'_{xx} - \sigma'_{yy}/2 - \sigma'_{zz}/2}{\dot{\epsilon}} \ , \tag{2.24}$$

ce qui donne dans le cas d'un fluide newtonien $\eta_{el} = 3\eta$ d'après l'expression du tenseur des contraintes. Dans le cas d'un fluide non-newtonien, la viscosité élongationnelle dépend du taux de cisaillement imposé.

2.4 Mesure des caractéristiques rhéologiques des fluides

Comprendre les caractéristiques d'écoulement nécessite de comprendre leur réponse à une contrainte imposée. Pour mesurer les caractéristiques rhéologiques d'un fluide, il suffit de mesurer la relation entre la contrainte et le taux de déformation du fluide en fonction du temps. Le rhéomètre est l'appareil conçu spécialement pour ces mesures. Il est à noter que pour un fluide newtonien, il ne suffit que d'un point de mesure, alors que pour un fluide non newtonien, il est nécessaire de prendre plusieurs points de mesure (c.f. partie 2.1.2). Certains rhéomètres sont peu sophistiqués et très pratiques sur le terrain ou en milieu industriel. Par exemple, en mesurant le temps de vidange d'un fluide newtonien à travers un conduit, on peut remonter à ses propriétés rhéologiques.

Les rhéomètres que nous présenterons ici sont des rhéomètres de laboratoire. Pour mesurer la viscosité de cisaillement, (voir équation (2.2)), ces appareils utilisent des géométries où soit la contrainte, soit le taux de cisaillement est fixé. En pratique, il fixent le couple (supposé proportionnel à la contrainte) ou bien la vitesse de rotation (supposée proportionnelle au taux de cisaillement). Le rhéomètre utilisé dans nos expériences est un rhéomètre à contrainte imposée. A l'aide d'une boucle de rétroaction, en ajustant correctement la contrainte, il est possible de faire des rampes de cisaillement.

Il est à noter que si le matériau est inhomogène, le profil de vitesse n'est plus celui de l'écoulement sous cisaillement simple car la viscosité varie de point en point. On mesure alors une viscosité effective (ou apparente) que l'on ne peut exploiter que si l'on dispose de modèles théoriques du milieu.

Nous allons présenter les deux types de rhéomètre qui seront évoqués dans cette thèse : plan-plan et couette.

2.4.1 Rhéomètre plan-plan

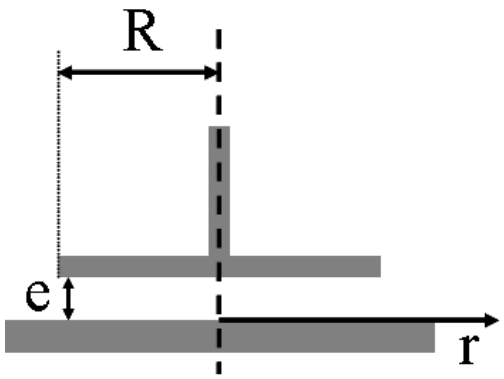


FIGURE 2.6 – *Géométrie plan-plan.*

Dans un rhéomètre plan-plan, le fluide est entre deux disques circulaires de rayon R coaxiaux séparés par un entrefer e comme présenté sur la figure 2.6. Leur surface peut être lisse ou rugueuse (permet d'éviter le glissement aux parois). Le disque inférieur est fixe, l'écoulement dans cette géométrie est généré par la rotation du cylindre supérieur.

Calculer les propriétés d'écoulement d'un fluide avec ce type de géométrie est compliqué car contraintes et taux de cisaillement dépendent de la distance à l'axe de rotation [84]. La géométrie cône-plan s'affranchit de ce problème car le cisaillement est homogène dans l'entrefer. Utiliser une géométrie cône-plan est donc préférable pour un mélange homogène. En revanche, l'utilisation de la géométrie plan-plan se justifie pleinement pour les suspensions granulaires. En effet, il est possible d'adapter la taille de l'entrefer en fonction du type de fluide utilisé et donc en fonction de la taille des particules et on ne rencontre pas de problèmes liés à la pointe. D'autre part, il a été observé que l'éjection de l'échantillon de la périphérie des disques se produit pour des gradients de cisaillement plus élevés qu'en cône-plan [6].

On se place en coordonnées cylindriques par raison de symétrie. Quand l'écoulement est suffisamment lent pour n'avoir qu'un écoulement azimuthal, i.e. lorsque les effets inertiels sont négligeables, le taux de cisaillement et la contrainte de cisaillement dans l'entrefer s'écrivent en $r = R$ pour un fluide newtonien :

$$\dot{\gamma}(R) = \frac{R\Omega}{e} \quad \text{et} \quad \sigma(R) = \frac{2M}{\pi R^3} , \tag{2.25}$$

où M est le moment du couple mesuré par un transducteur sur l'axe et Ω la vitesse de rotation de l'axe. Cette contrainte est une contrainte apparente pour calculer une viscosité apparente. La variation du taux de cisaillement dans l'échantillon peut induire la migration de particules dans l'échantillon (c.f. paragraphe 4.3.1).

De plus, le rhéomètre plan-plan permet de mesurer des contraintes normales, ce qui ne sera pas fait dans le cadre de cette thèse.

2.4.2 Géométrie de Couette

Dans le rhéomètre de Couette, le fluide est placé dans l'entrefer de deux cylindres coaxiaux de rayons R_1 et R_2 avec $R_2 = R_1 + \Delta R$ et de hauteur h. Le cylindre intérieur tourne à la vitesse de rotation Ω (voir figure 2.7). Il est à noter que c'est souvent le cylindre intérieur qui tourne, bien que cela puisse induire la formation d'une instabilité de Taylor-Couette au delà d'une vitesse de rotation critique. On peut soit imposer cette vitesse angulaire et mesurer le moment M du couple appliqué pour la maintenir, soit appliquer un couple donné et mesurer la vitesse angulaire prise par le cylindre mobile.

Les rayons des cylindres varient de un à quelques centimètres et les entrefers de un dixième à quelques millimètres (mais des dispositifs de plus grande taille sont nécessaires pour analyser des suspensions de grosses particules). Dans le cas où les rayons intérieur R_1 et extérieur R_2 sont proches (en pratique cela correspond à $(R_2 - R_1)/R_1 < 0.15$), on a alors $\Delta R << R_2$ et le rayon moyen R s'écrit $R \approx \frac{R_1+R_2}{2}$. Le système équivaut alors à un cisaillement entre deux plaques. Pour des cylindres de hauteur h, le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ et la contrainte σ sont homogènes dans tout le volume de l'entrefer et vérifient pour un fluide newtonien :

$$\dot{\gamma} = \frac{R\Omega}{\Delta R} \quad \text{et} \quad \sigma = \frac{M}{2\pi R^2 h} , \tag{2.26}$$

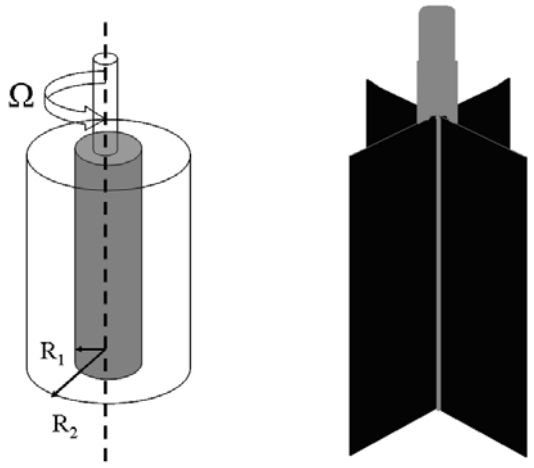
où Ω est la vitesse de rotation du cylindre intérieur, M le moment du couple appliqué au cylindre. Les expressions ci-dessus sont utilisées pour calibrer le rhéomètre. La viscosité mesurée n'est alors valable que dans le cas d'un faible entrefer.

Dans le cas de l'étude des suspensions granulaires, si l'on veut travailler à fortes fractions de grains, il faut rendre les surfaces rugueuses, avec une rugosité de l'ordre de celle de la taille des grains [33]. On peut remplacer le cylindre intérieur par un croisillon, en créant un cylindre intérieur effectif de rugosité adéquate (Fig. 2.7 (b)). Néanmoins, celui-ci induit des perturbations de l'écoulement : il n'est plus parfaitement axisymétrique.

La géométrie double gap est constituée d'un cylindre creux tournant et de deux entrefers. Le schéma est représenté sur la figure 2.9. Son atout est de pouvoir doubler la surface de contact entre les cylindres et le fluide pour mesurer plus facilement des faibles viscosités.

2.4.3 Mesure rhéologique locale

Les rhéomètres classiques mesurent le couple ou la force exercée sur une paroi et la vitesse relative des deux parois. Les données sont alors interprétées d'après l'équation constitutive du matériau (dans le cas d'un liquide visqueux



(a) (b)

FIGURE 2.7 – *(a) Géométrie de couette cylindrique (b) Croisillon servant de cylindre intérieur dans la géométrie de Couette cylindrique : il permet de décrire un cylindre effectif de même rugosité que la suspension granulaire. D'après A. Fall [49].*

non-linéaire équation (2.2)) et on ne mesure qu'une viscosité apparente. Lors de l'écoulement des suspensions granulaires, le matériau exhibe un fort comportement non linéaire (c.f. paragraphe 4.3.1), il est donc de grand intérêt de mesurer directement le profil de vitesse. Si la répartition de contraintes est connue dans le matériau, on peut relier la contrainte locale à une mesure locale de vitesse pour obtenir l'équation constitutive du matériau à une échelle locale. De la courbe d'écoulement, on peut définir une viscosité locale.

Il existe différentes méthodes non intrusives pour mesurer le profil de vitesse d'un écoulement : PIV (Particle imaging velocimetry), anémométrie par effet Doppler, rayons X...Contrairement à toutes ces techniques, l'IRM (Imagerie par Résonance Magnétique) est basée sur une excitation directe et locale des éléments dans l'échantillon.

Le principe de l'IRM est de mesurer le temps de relaxation des moments magnétiques des protons excités par un champ magnétique $\mathbf{B}_0$, à la fréquence de résonance $\omega = \gamma B_0$, où γ désigne le rapport gyromagnétique, c'est-à-dire le rapport entre le moment magnétique et le moment cinétique d'une particule (γB_0 est appelée fréquence de Larmor et correspond à la fréquence de précession des moments magnétiques). Dans le cas des suspensions, on peut négliger le signal émis par les particules solides car le temps de relaxation est trop court pour être mesuré (remarquons que le signal de certaines particules comme les graines de moutarde peut être détecté).

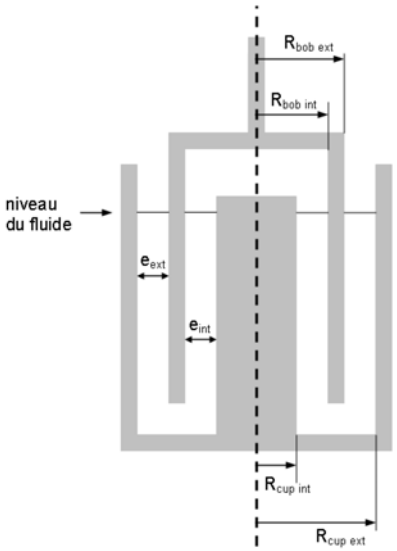


FIGURE 2.8 – *Géométrie double-gap, coupe de profil. D'après Huang [65]*

.

Afin de sonder spatialement un volume de matériau situé en $\mathbf{r}$, on applique un gradient spatial de champ, i.e. $\mathbf{B}_0$ et un champ avec une dépendance radiale $\mathbf{G}.\mathbf{r}$: $\mathbf{B}(\mathbf{r}) = \mathbf{B}_0 + \mathbf{G}.\mathbf{r}$. C'est uniquement la composante de vitesse suivant $\mathbf{G}$ du matériau qui est mesurée, et donc ici seuls les déplacements radiaux sont pris en compte. Obtenir le champ de vitesse dans les 3 directions nécessite l'application de 3 gradients dans 3 directions différentes.

En pratique, on envoie une succession d'impulsions séparées par un temps Δt (l'ordre de grandeur est de quelques µs) sur le matériau. Pour un élément de fluide qui se déplace d'une position $\mathbf{r}_1$ vers une position $\mathbf{r}_2$ pendant Δt, le signal va donc être déphasé de $\gamma \mathbf{G}.(\mathbf{r}_2 - \mathbf{r}_1)\,\Delta t$. On peut donc ainsi avoir accès au déplacement et donc à la vitesse locale à l'intérieur du matériau (selon le vecteur $\mathbf{G}$ uniquement). Il est à noter que la vitesse mesurée n'a de sens que si le champ des vitesses est continu à l'échelle de la fenêtre d'observation par cette technique.

En mesurant l'amplitude A du signal reçu, on a aussi accès à la fraction volumique locale $\phi_{\text{local}}(\mathbf{r})$. En effet, le signal est proportionnel au volume de fluide sondé. En notant A_{fluide} l'amplitude mesurée pour un fluide pur, on en déduit l'expression de $\phi_{\text{local}}(\mathbf{r}) = \frac{A_{\text{fluide}}(\mathbf{r}) - A}{A_{\text{fluide}}(\mathbf{r})}$. L'incertitude sur les profils de densité est de 0.5%.

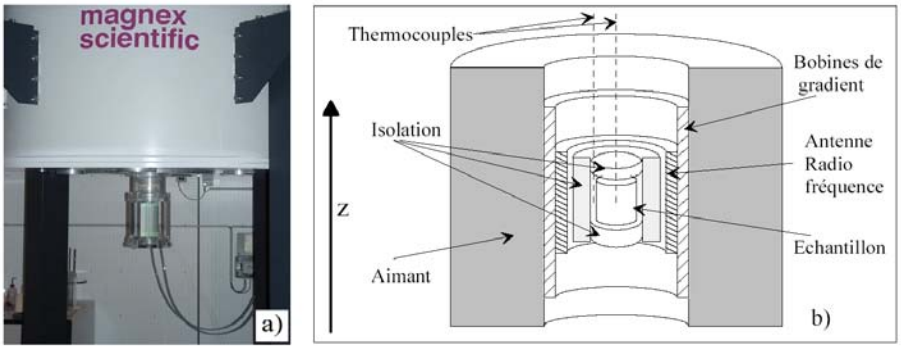


FIGURE 2.9 – *Photo (a) et schéma (b) de l'IRM permettant des mesures rhéologiques locales. D'après S. Rodts.*

2.5 Conclusion

Nous avons décrit dans ce chapitre les différentes méthodes expérimentales classiques permettant de caractériser la viscosité d'un fluide. Toutefois, elles sont toutes basées sur l'équation constitutive (2.2). Dans le cas des suspensions, une description en terme de viscosité s'avère erronée et ne permet pas nécessairement de rendre compte de la richesse des phénomènes observés (seuil, non linéarité de la contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement...). Il n'est donc pas toujours possible d'appliquer un modèle rhéologique de type fluide visqueux. Pour établir les propriétés constitutives des fluides complexes, il est nécessaire d'utiliser d'autres méthodes. Nous allons voir dans le chapitre suivant que les physiciens ont établi une rhéologie locale dans le cas des granulaires secs à l'aide d'un rhéomètre adapté à leur étude : le plan incliné.

Chapitre 3

Introduction aux milieux granulaires

Dans le cadre de l'étude de grains secs de taille $d > 250$ µm, on peut négliger les forces capillaires, de Van der Waals et les interactions visqueuses dues à l'air. Les interactions dominantes dans le milieu sont alors des interactions de contact (frictionnelles ou collisionnelles). On peut séparer le comportement des grains secs en trois différents comportements :

- Un régime "solide" où l'inertie est négligeable (appelé aussi régime quasi-statique).
- Un régime "liquide". Dans ce régime, l'inertie ne peut être négligée. Toutefois, comme dans le régime "solide", il existe un réseau de contact entre les grains [98].
- Un régime "gazeux" où les grains sont fortement agités et dilués (appelé aussi régime collisionnel) et interagissent selon des collisions. Une théorie cinétique a alors été développée par analogie à la théorie cinétique des gaz [21, 59]

Des expériences en tambour tournant [102] illustrent la difficulté de séparer ces trois comportements. Pendant la phase d'avalanche, les grains en surface sont à l'état gazeux, tandis qu'une couche s'écoule comme un liquide. Le fond du tambour est à l'état solide. A ce jour, la transition entre ces différents régimes reste encore incomprise. De plus, il n'existe pas d'équation constitutive en trois dimensions décrivant le comportement d'un matériau granulaire en écoulement dans le régime "liquide" [57]. Malgré les différentes configurations utilisées pour étudier le régime d'écoulement dense (écoulement confiné, à surface libre...), numériquement ou expérimentalement, une rhéologie unique n'a pu être obtenue. Cependant, la communauté scientifique a obtenu des avancées significatives dans la compréhension des granulaires secs par des études sur plan incliné. Nous les décrirons plus particulièrement dans ce chapitre.

3.1 Écoulement de granulaires secs sur plan incliné

3.1.1 Phénoménologie

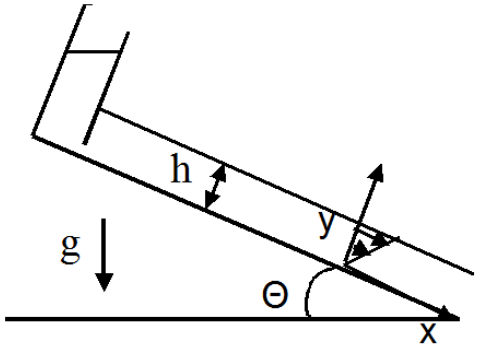


FIGURE 3.1 – *Schéma d'un plan incliné pour l'étude de l'écoulement des granulaires secs.*

Le montage expérimental (Fig. 3.1) consiste en un plan rugueux (pour empêcher un écoulement en bloc) tel qu'il est possible de changer l'angle d'inclinaison θ. Les grains sont placés dans un réservoir d'ouverture variable qui contrôle leur débit. Les paramètres de contrôle sont l'inclinaison du plan et l'épaisseur de la couche. Choisir une inclinaison dans les expériences sur plan incliné (écoulement stationnaire et uniforme) revient à imposer un coefficient de friction effectif dans toute la couche :

$$\mu_{\text{eff}} = \tan\theta \ . \tag{3.1}$$

Seuil d'écoulement

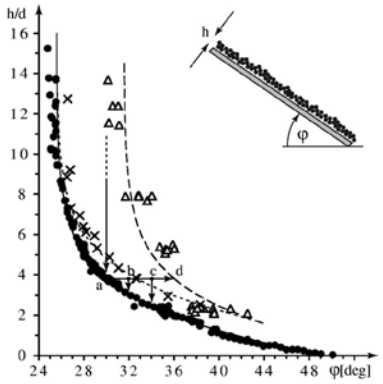


FIGURE 3.2 – *Diagramme de stabilité d'un matériau granulaire. La ligne continue correspond à $h_{\text{stop}}(\theta)$ et la ligne pointillée à $h_{\text{start}}(\theta)$. D'après Daerr [37].*

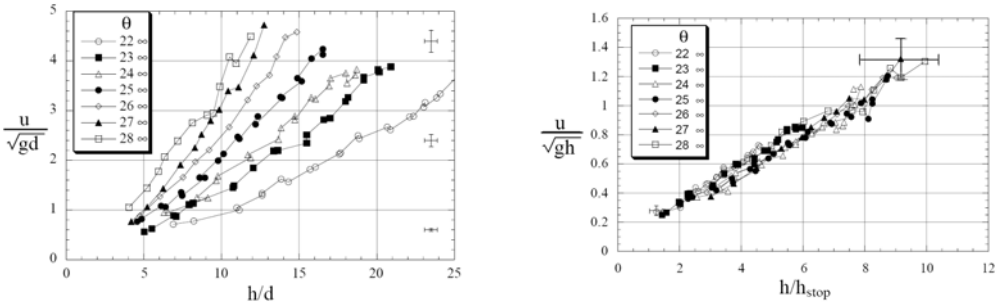
Coulomb a décrit le phénomène d'avalanche d'un tas de sable. Au delà d'un angle d'avalanche θ_a, les grains se mettent en mouvement et pour un angle légèrement plus faible, appelé angle de repos θ_r, l'avalanche s'arrête. On peut alors définir les coefficients de friction macroscopique interne statique μ_s et dynamique μ_d :

$$\mu_s = \tan\theta_a \quad \text{et} \quad \mu_d = \tan\theta_r \ . \tag{3.2}$$

Il est à noter qu'un coefficient de friction constant est incompatible avec les équations régissant la dynamique de l'écoulement. Ceci montre les limites de cette approche.

Sur le plan incliné, l'écoulement commence pour un angle $\theta_{start}(h)$ et s'arrête pour un angle d'inclinaison $\theta_{stop}(h)$. Ces deux angles dépendent de la hauteur de la couche. Plus celle-ci est mince et plus il faut incliner le plan pour faire s'écouler les grains. Une couche fine résiste donc plus aux contraintes qu'une couche épaisse. On peut alors déterminer un diagramme de phase de l'écoulement, valable pour un type de matériau et de fond rugueux, i.e. les courbes $h_{start}(\theta)$ et $h_{stop}(\theta)$ (exemple sur la figure 3.2) [38, 99, 115]. L'écoulement de type "tas de sable" correspond au cas limite des grandes hauteurs. Dans la suite, nous ne considérerons que le cas des écoulements pour lesquels $h > h_{stop}(\theta)$, c'est-à-dire stationnaires uniformes.

Friction effective



(a) (b)

FIGURE 3.3 – *(a) Vitesse moyenne de l'écoulement adimensionnée en fonction de h/d. (b) Nombre de Froude $\frac{\bar{v}}{\sqrt{gh}}$ en fonction de $\frac{h}{h_{stop}(\theta)}$. D'après Pouliquen [97].*

Choisir une inclinaison dans les expériences sur plan incliné revient à imposer un coefficient de friction effectif $\mu_{eff} = \tan\theta$. L'écoulement ajuste lui même sa vitesse pour que la friction soit égale à $\tan\theta$ (la force de friction équilibre la gravité). On peut alors déduire des lois d'écoulement un coefficient de friction

effectif. La figure 3.3(b) représente pour des billes de verre la vitesse adimensionnée $\frac{\bar{v}}{\sqrt{gh}}$ en fonction de $\frac{h}{h_{\text{stop}}(\theta)}$. Toutes les données expérimentales se mettent sur une même droite, indiquant que la dépendance en θ est contenue dans $h_{\text{stop}}(\theta)$. Notons que cette courbe maîtresse n'est pas universelle, elle dépend du matériau et du fond. On obtient alors une loi d'échelle pour l'écoulement de la forme :

$$\frac{\bar{v}}{\sqrt{gh}} = a + b\frac{h}{h_{\text{stop}}(\theta)} \ , \tag{3.3}$$

où a et b sont des paramètres d'ajustement. Notons que $a = 0$ dans le cas des billes de verre.

Puisque h_{stop} ne dépend que de θ, il suffit d'inverser la relation (3.3) pour obtenir une loi de friction empirique effective :

$$\tan\theta = \mu_{\text{eff}}(\bar{v}, h) = \mu_{\text{eff}}(I_{\text{b}}) \ , \tag{3.4}$$

μ_{eff} n'est alors fonction que d'un unique paramètre sans dimension $I_{\text{b}} = \frac{\bar{v}}{h}\sqrt{\frac{d^2}{gh}} - \frac{ad}{h}$ [53].

3.1.2 Rhéologie des écoulements granulaires

Si les mesures expérimentales décrites précédemment fournissent une loi de friction effective empirique, elles ne fournissent pas les lois d'écoulement d'un matériau granulaire sur plan incliné.

Dynamique de l'écoulement

Un écoulement granulaire dense et stationnaire (la vitesse a atteint une vitesse limite) d'épaisseur h se forme alors en sortie de la trappe. Dans cette géométrie, le rapport entre contrainte tangentielle et contrainte normale est fixé par $\tan\theta$. Les contraintes dans la couche s'écrivent :

$$\sigma_{xy}(y) = \rho g \sin\theta(h - y) \quad \text{et} \quad \sigma_{yy}(y) = \rho g \cos\theta(h - y) \ . \tag{3.5}$$

On traite donc les contraintes exercées sur la masse granulaire par une loi de friction de type Coulomb. Savage et Hutter [111] ont proposé d'approcher de manière hydrodynamique ce type d'écoulement. Inspirées des équations de Saint Venant pour les couches minces, elles supposent le fluide incompressible. Cette approximation est compatible avec le régime dense où la fraction de grains ϕ varie peu et les grains restent en contact.

En inversant la relation $\bar{v}(h, \theta)$, on détermine $\theta(\bar{v}, h)$ et donc un coefficient de friction dépendant de la vitesse moyenne locale et de l'épaisseur $\mu(\bar{v}, h)$ [97, 98]. On connaît alors la dynamique de l'écoulement sans en connaître la structure interne. Tout le comportement du matériau est alors décrit par $\mu(\bar{v}, h)$. Ces équations permettent de décrire de nombreuses configurations expérimentales mais ne fournissent pas une loi rhéologique granulaire.

Rhéologie locale

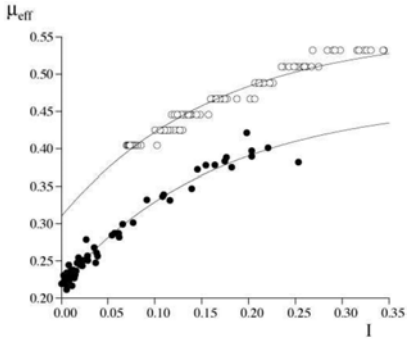


FIGURE 3.4 – *Friction effective μ_{eff} en fonction du nombre nombre adimensionné I pour des résultats numériques d'un cisaillement plan en 2D (•) et pour des résultats expérimentaux de billes de verre sur fond rugueux (○). D'après GDR Midi [57].*

Pour comprendre pourquoi μ_{eff} (équation (3.4)), déterminé de manière empirique, ne dépend que d'un seul paramètre, il faut s'intéresser à la physique à l'échelle du grain. On définit trois temps. Un temps macroscopique ou temps typique de déformation :

$$T_{\dot{\gamma}} = \frac{1}{\dot{\gamma}} , \tag{3.6}$$

où $\dot{\gamma}$ est le taux de cisaillement du matériau.

Un temps de confinement. Une particule de diamètre d dans un trou entre deux grains est soumise à une pression de confinement P. Elle met donc un temps T_{P} pour tomber dans le creux entre deux billes consécutives :

$$T_{\text{P}} = d\sqrt{\frac{\rho}{P}} , \tag{3.7}$$

où ρ est la masse volumique des grains.

On néglige le temps de déformation élastique, car la vitesse de propagation des ondes élastiques est beaucoup plus grande que celle de déformation. La dynamique du système n'est donc gérée que par le paramètre sans dimension I qui correspond au rapport des deux temps caractéristiques du système :

$$I = \frac{T_{\text{P}}}{T_{\dot{\gamma}}} . \tag{3.8}$$

Par analyse dimensionnelle, les paramètres sans dimension du problème sont h/d, I et τ/P (la contrainte tangentielle doit être proportionnelle à P car c'est la seule contrainte qui intervient dans le système). Dans le cadre des grandes hauteurs de couche, τ/P ne dépend alors que de I. Celle loi rhéologique est une généralisation

de la loi empirique (3.4) obtenue expérimentalement. Les données expérimentales et numériques se regroupent alors sur des courbes similaires (Fig. 3.4).

3.2 Etudes complémentaires

Les écoulements expérimentaux de grains sur plan incliné ont été réalisés avec différents matériaux modèles (billes, sables...) ou fluides complexes (neige, fluides viscoplastiques...) et différents fonds rugueux (grains collés, feutrine...) [16, 29, 38, 85, 97, 107]. Une rhéologie locale permet de décrire à la fois des écoulements de type granulaire sec, ainsi que des écoulements de type granulaire immergé [22].

3.2.1 Généralisation au cas des matériaux granulaires immergés

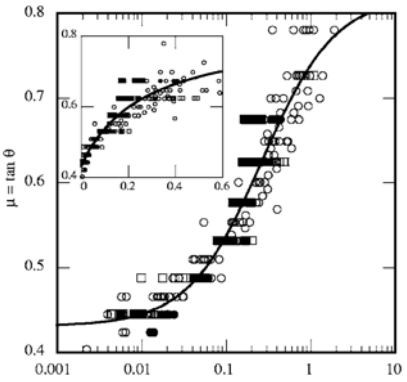


FIGURE 3.5 – *Graphique regroupant les données pour deux tailles de billes et deux fluides interstitiels (air et eau). Les nombres I sans dimension sont adaptés au fluide. L'insert correspond à la même courbe en échelle linéaire. D'après Cassar et al. [22].*

Dans le cas des écoulements denses immergés, on généralise le nombre sans dimension I défini pour les granulaires secs par l'équation (3.8). Le temps macroscopique ou temps de déformation reste inchangé par la présence du fluide de viscosité η_f. En revanche, le temps de réarrangement microscopique pour un grain immergé est celui d'une chute visqueuse, noté T_v. Si l'on effectue le bilan des forces exercées sur une bille, il faut ajouter à la force due à la pression de confinement P, une force correspondant aux effets du fluide et des autres grains : la bille est freinée par une force de traînée. De plus, un contre courant est induit par la chute de la bille. Le liquide déplacé évolue à travers un milieu poreux de perméabilité $k = \alpha d^2$:

$$T_v = \frac{\eta_f}{\alpha P} \ . \tag{3.9}$$

Le nombre sans dimension I_{visq}, adapté au cas des granulaires immergés est défini par :

$$I_{\text{visq}} = \frac{T_{\text{v}}}{T\dot{\gamma}} = \frac{\dot{\gamma}\eta_{\text{f}}}{\alpha P} \ . \tag{3.10}$$

En comparant les résultats pour deux tailles de grain, ainsi que le cas sec ou immergé, les points se rassemblent sur une courbe $\mu(I)$ (en adaptant I au cas sec ou mouillé). Le coefficient de friction permet donc de décrire les écoulements granulaires denses quelque soit le fluide interstitiel [22].

3.2.2 Limites du modèle - Rhéologie non locale

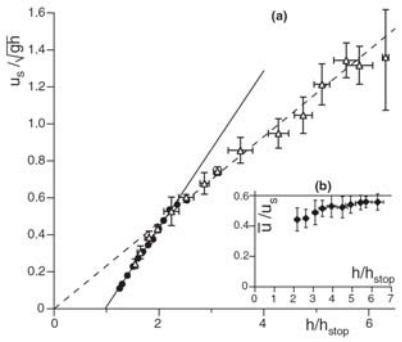


FIGURE 3.6 – *Relation hauteur/vitesse, en régime stationnaire, au centre du canal formé par l'écoulement de billes de verre sur plan incliné (géométrie non confinée). L'insert correspond au rapport vitesse moyenne sur vitesse de surface en fonction de la hauteur. D'après Deboeuf et al. [41].*

Toutefois, ce modèle a ses limites. Dans le cas du sable ou de disques 2D, le terme a dans l'équation (3.3) n'est pas nul et le nombre I défini par (3.8) dépend alors de h/d [41, 85]. Il ne permet donc pas décrire un écoulement se propageant sur une couche statique.

D'autre part, l'équation (3.3) ne permet pas d'avoir $\bar{v}(h_{\text{stop}}) = 0$. Vérifier cette condition aux limites nécessite la relation $a = -b$, Felix *et al.* [51] ont trouvé cette relation dans le cas d'un écoulement non confiné (plan plus grand que la largeur de l'écoulement). Le modèle de rhéologie locale décrit précédemment n'est donc pas en mesure de décrire la dynamique de l'arrêt, où des effets non locaux peuvent devenir importants [103].

Deboeuf *et al.* [41] ont étudié le cas de la géométrie non confinée pour des temps longs (jusqu'à 5 heures). Le profil de vitesse est non-stationnaire : largeur du canal, hauteur et vitesse varient avec le temps pour tendre asymptotiquement vers un régime indépendant du temps. Dans cette configuration, les grains s'autochenalisent et l'écoulement est compris entre deux murs de grains statiques (environ 10% de la largeur du canal).

Au centre du canal, tous les grains sont mis en mouvement. De plus, pour les grandes hauteurs, la loi d'écoulement vérifie $a = 0$ dans (3.3) et la rhéologie ne dépend alors que de I. En revanche, pour les faibles hauteurs, près de l'arrêt, la figure 3.6 montre que $a \neq 0$, la rhéologie locale n'est pas vérifiée. En utilisant cette loi d'écoulement, à partir des mesures de vitesse de surface, il est possible de déterminer la hauteur statique de grains.

3.3 Conclusion

Nous avons vu dans ce chapitre que le plan incliné permet sous certaines conditions de déterminer les propriétés rhéologiques d'un matériau granulaire sec ou immergé car il fixe dans toute la couche le coefficient de friction μ. Ces expériences ont permis d'établir une loi rhéologique locale dépendant d'un nombre sans dimension I. Toutefois, au voisinage de l'arrêt, la rhéologie devient non locale. Si l'on connecte ce modèle rhéologique à un modèle visqueux, la viscosité s'écrit sous la forme :

$$\eta = P\mu\,\dot{\gamma}^{-1}\ , \tag{3.11}$$

où P est une pression de confinement ou une contrainte adhésive (qui peut être très grande devant la pression de confinement). Cette relation implique que pour une pression donnée et un angle donné (donc une friction identique en tout point de la couche dans le cas d'un écoulement stationnaire et uniforme), la viscosité devient proportionnelle à l'inverse du taux de cisaillement, décrivant ainsi un effet "rhéofluidifiant" à l'échelle macroscopique. On ne peut donc utiliser un modèle rhéologique de type fluide visqueux au cas des écoulements de granulaires secs.

Considérer les milieux granulaires comme un fluide visqueux effectif ne permet également pas de rendre compte de l'hétérogénéité, ni des propriétés de cohésion. En effet, le caractère dissipatif de ces milieux (friction) implique qu'on ne peut pas séparer l'échelle microscopique et macroscopique. Les grains ne s'écoulent pas de manière homogène comme un fluide newtonien lorsqu'ils sont soumis à une contrainte : il y a formation de bandes de cisaillement au sein du milieu granulaire. La localisation s'établit sur des distances de l'ordre de quelques tailles de grains [43, 52, 70].

Au chapitre suivant, nous traiterons des problèmes des suspensions, milieux formés de grains immergés dans un fluide. Des approches macroscopiques de type fluide visqueux effectif ont été développées. Toutefois, nous verrons que celles-ci ne permettent pas de rendre compte des propriétés originales liées à l'hétérogénéité du milieu.

Chapitre 4

Etude des suspensions granulaires

Une suspension est un mélange de grains totalement immergés dans un liquide appelé fluide interstitiel. Lorsque la concentration en grains croit, le comportement de la suspension aura tendance à évoluer d'un fluide "visqueux" vers une "matrice granulaire" pour les suspensions les plus denses. Dans le cas des suspensions les plus concentrées, les grains peuvent rentrer en contact et la suspension se bloquer (on parle de "jamming"). Plus la proportion de grains est importante, plus le comportement devient extrêmement riche et complexe.

Pour rendre compte de la diversité des situations d'écoulement de suspensions possibles (cellule de Couette, cellule de Hele-Shaw, tube capillaire, plan incliné...), les motivations de la communauté scientifique sont d'accéder aux équations constitutives et aux propriétés des suspensions pour toutes les gammes de concentration en grains, de pression et de taux de cisaillement. Nous présenterons dans ce chapitre une brève revue de l'état de connaissance sur les suspensions.

4.1 Propriétés des suspensions

4.1.1 La fraction volumique

Quand la concentration en grains croît, le comportement de la suspension évolue d'un comportement de type fluide visqueux vers des situations de blocage. Pour caractériser les suspensions, ainsi que comprendre leurs propriétés, il est donc nécessaire d'introduire une quantité qui définisse la proportion de grains dans le fluide. C'est la fraction volumique ϕ qui correspond au rapport entre le volume des grains et le volume total de la suspension :

$$\phi = \frac{\text{volume grains}}{\text{volume total}} \, . \tag{4.1}$$

On définit deux valeurs importantes pour un empilement de grains :

- La fraction correspondant à un empilement désordonné de sphères (Random Loose Packing) de l'ordre de 55% [15, 112]. On dit que le milieu est dense en grains au delà de cette concentration.
- La concentration d'entassement maximal ϕ_m, qui est la fraction volumique solide correspondant au volume maximum de particules solides que l'on peut placer dans un volume de fluide donné. Sa valeur dépend de la forme et de la taille des particules dans la suspension. Dans le cas d'un empilement aléatoire compact de sphères(RCP), elle est égale au maximum à 64% [14, 15, 112].

La fraction volumique ϕ est essentielle pour caractériser les suspensions car, elle commande les différentes interactions au sein du mélange (c.f. paragraphe 4.1.3).

4.1.2 Dynamique de la suspension

Granulaire en absence de fluide

Le terme "granulaire" peut regrouper plusieurs ordres de grandeur : farines ($\leq$ 100 µm), sable ($\sim$ 1 mm) , granulats ($\sim$ 1 cm), éboulis de roches ($\sim$ 1m). On utilise le terme de *poudres* pour des grains de taille comprise entre 1 µm et 100 µm, et de *granulaires* seulement pour des tailles plus grandes [43]. Les interactions dominantes entre grains ne sont pas les même selon la taille des particules (pour les poudres, il existe des forces interparticulaires de type Van der Waals et électrostatiques dans le cas de particules chargées).

Le dynamique d'une suspension quelconque est le résultat d'une compétition entre différents phénomènes physiques : diffusion Brownienne, dissipation visqueuse, inertie du fluide et des grains. Pour évaluer le rôle respectif de chacun de ces termes, on utilise communément plusieurs nombres sans dimension :

Le nombre de Reynolds

Le nombre de Reynolds Re compare les effet inertiels par rapport aux effets visqueux du fluide. On rappelle que le nombre de Reynolds Re est défini par :

$$Re = \frac{\rho L v}{\eta} \quad , \tag{4.2}$$

où ρ est la masse volumique du fluide, L une distance typique pour l'écoulement, v la vitesse du fluide et η sa viscosité. A l'échelle des grains, le nombre de Reynolds est très faible : l'inertie du fluide est négligeable.

Le nombre de Stokes

Le nombre de Stokes St compare l'inertie des particules par rapport au temps de relaxation visqueuse. Il est donc défini par le rapport entre le poids et la force de traînée (de Stokes) appliquée sur une unique particule se déplaçant à une

vitesse V dans ce fluide (on se place dans un régime où les effets inertiels sont négligeables devant les effets visqueux). Il permet alors d'estimer l'influence du fluide interstitiel sur la dynamique :

$$\mathrm{St} = \frac{4/3\pi R^3 \rho_{\mathrm{grain}} g}{6\pi r \eta_{\mathrm{fluide}} V} = \frac{d^2 \rho_{\mathrm{grain}} g}{18 \eta_{\mathrm{fluide}} V} \ , \tag{4.3}$$

où R est le rayon de la particule.

Dans notre étude sur les suspensions, l'effet du fluide est très important devant l'inertie des particules $St \approx 10^{-3}$ (en prenant, les données typiques correspondant aux situations expérimentales décrites dans cette thèse $d = 40\,\mu\mathrm{m}$, $\rho_{\mathrm{grain}} = 1050\,\mathrm{kg\,m^{-3}}$ et $V = 1\,\mathrm{cm\,s^{-1}}$).

Le nombre de Péclet

Le nombre de Péclet compare le mouvement Brownien des particules à la convection. Il permet de comparer l'importance de l'agitation thermique devant les effets hydrodynamiques dans les suspensions. On le détermine à partir du rapport du temps de diffusion des particules sur une distance de l'ordre de leur rayon R, sur un temps de convection des particules par l'écoulement de vitesse caractéristique $U = \dot{\gamma} R$ ($\dot{\gamma}$ est le taux de cisaillement typique de l'écoulement) [62].

Le temps de diffusion Brownienne τ_D des particules sur la distance R s'écrit $\tau_D \approx R^2/D$ avec D, coefficient de diffusion Brownienne des particules. La relation d'Einstein (1905) définit D selon :

$$D = \frac{k_{\mathrm{B}} T}{6\pi\eta R} \ , \tag{4.4}$$

où η est la viscosité du fluide, k_{B} la constante de Boltzmann, et T la température. Le temps de convection typique des particules à la vitesse U est $\tau_C \approx R/U \approx 1/\dot{\gamma}$. Le nombre de Péclet Pe s'écrit alors :

$$Pe = \frac{\tau_D}{\tau_C} = \frac{6\pi\eta\dot{\gamma}R^3}{k_{\mathrm{B}}T} \ . \tag{4.5}$$

En raison de la dépendance d'ordre 3 du rayon dans l'expression du nombre de Péclet Pe, c'est surtout la taille des particules et non le taux de cisaillement qui contrôle la transition entre les deux types de comportement possible :

- un comportement de type Brownien pour $Pe << 1$, on parle alors de suspension colloïdale.
- un comportement de type non-Brownien pour $Pe >> 1$, on parle alors de suspension macroscopique ou non-Brownienne.

L'ordre de grandeur typique, déterminant la frontière entre les deux comportements, est de l'ordre du µm dans les conditions standard (température ambiante et $\dot{\gamma} \approx 1\,\mathrm{s^{-1}}$).

Dans le cadre de cette étude expérimentale, nous travaillons dans des conditions telles que $Re << 1$, $St << 1$ et $Pe >> 1$.

4.1.3 Échelle de la fraction volumique

Influence de la configuration

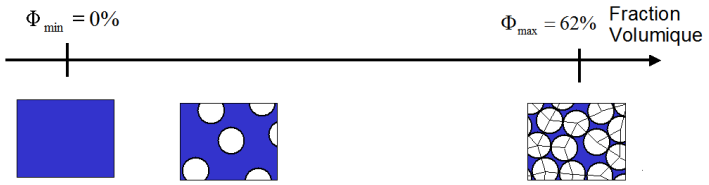


FIGURE 4.1 – *Evolution des interactions (symbolisées par des traits pleins) en fonction de la fraction volumique en grains. Lorsque la distance inter-particule est faible, et en absence de réseau de contact, des forces de lubrification peuvent apparaître. Pour des fractions de grains plus élevées (autour de 55% typiquement), un réseau continu de contacts apparaît, responsable de phénomène de blocage et de seuil d'écoulement.*

Suivant la répartition des sphères dans le fluide et en particulier suivant la distance (S) entre les grains, les interactions entre particules sont différentes au sein de la suspension. On détermine par un argument de champ moyen la distance caractéristique (S) entre les particules voisines comme [33] :

$$\frac{S}{R} = 2\left(\left(\frac{\phi_{\mathrm{m}}}{\phi}\right)^{1/3} - 1\right) , \tag{4.6}$$

où R est le rayon des particules, ϕ la fraction volumique des particules et ϕ_{m} la fraction volumique d'empilement maximum des grains.

Donc lorsque la fraction volumique ϕ varie, la distance entre les particules et la nature des interactions varient (c.f. figure 4.1). On parle de suspension molle dans le cas de fractions volumiques faibles et de suspension dure (ou granulaire) dans le cas contraire. Lorsque la concentration en particules augmente, les particules se gênent et leurs mouvements relatifs deviennent alors de plus en plus difficiles. Ceci est observé en général au delà de la concentration associée à la fraction minimum d'un arrangement aléatoire de sphères ("Random Loose Packing"), estimée autour de 55% [89]. Au delà d'un certain seuil de concentration, il devient impossible de déplacer une particule sans en déplacer une autre.

C'est une propriété typique des granulaires secs : chaque grain est au repos dans un creux formé par d'autres grains et ne dispose pas de l'énergie nécessaire pour sortir. En cisaillement simple, une déformation de l'empilement nécessite

une augmentation de volume. Cette augmentation est la conséquence de l'imbrication des grains, comme l'a fait remarquer Reynolds (1885) qui a suggéré d'appeler ce phénomène *dilatance*. La viscosité dépend alors beaucoup de l'arrangement initial des particules et des efforts spécifiques appliqués sur le réseau de grains.

Dans le cas du blocage, l'écoulement du fluide est alors celui à travers un milieu poreux. Dans le cas d'un milieu poreux saturé dans lequel les pores sont entièrement remplis par un fluide newtonien incompressible, Darcy (1856) a mis en évidence une relation linéaire entre la vitesse du fluide et la pression appliquée [39] :

$$V = \frac{K}{\eta}\frac{\triangle P}{L} \ , \tag{4.7}$$

où V est la vitesse moyenne à travers une section d'échantillon, K la perméabilité, L la longueur de la section et $\triangle P$ la différence de pression appliquée.

Nature des interactions

Dans le cas de suspensions non Browniennes isodenses de sphères dures monodisperses (celles étudiées expérimentalement lors de cette thèse), différents types de force sont en jeu :

- Des interactions hydrodynamiques. Le mouvement relatif de deux particules au sein du fluide nécessite le mouvement du fluide interstitiel et requière donc une force, qui s'appelle l'interaction hydrodynamique. Ce type d'interaction résulte de la simple présence de particules au sein de la suspension. Une unique particule dans le fluide induit une perturbation du champ des vitesses car le fluide doit contourner cette particule. Cela entraîne donc plus de dissipation d'énergie dans le mélange et la viscosité apparente du mélange est donc supérieure à celle du fluide simple et augmente donc avec la fraction volumique ϕ.
- Des contacts lubrifiés. Lorsque la concentration solide est grande, des contacts lubrifiés prennent place tant que les particules en mouvement relatif les une par rapport aux autres restent séparées par de fines couches de fluide interstitiel. Ils interviennent quand les particules sont à une distance typique S de l'ordre de grandeur de leur rayon R (mais supérieure à leur rugosité). Dans ce cas, le fluide compris entre les particules peut alors être traité dans le cadre de l'approximation de lubrification et les dissipations d'énergie liées au mouvement du fluide dans ces couches sont beaucoup plus grandes que celles résultant des mouvements du reste du fluide. Lors de l'écoulement d'une suspension, des contacts directs ne peuvent pas se produire en général puisque la force de répulsion hydrodynamique à vaincre (au minimum de l'ordre de $\frac{\eta\,\dot{\gamma}R^3}{S}$) est très grande devant la force due au cisaillement sur chaque particule (de l'ordre de $\eta\dot{\gamma}R^2$) lorsque $S << R$.
  Si l'on applique aux particules un effort supplémentaire (la pesanteur ou une force de pression par exemple) tendant à les rapprocher, elles peuvent

alors rentrer en contact direct [32]. Dans le cas contraire, les deux particules restent séparées par une fine couche de fluide. On est alors dans le cadre d'un mouvement lubrifié. Dans ce régime lubrifié ou visqueux, Bagnold (1954) [7] a montré que la contrainte dépend toujours linéairement du taux de cisaillement.

– Des contacts directs. On suppose en première approximation qu'un contact direct a lieu entre les particules lorsque la distance S qui les sépare est de l'ordre de grandeur de leur rugosité. Lorsque deux particules se rapprochent, la force hydrodynamique tend théoriquement vers l'infini. En raison de l'importance de cette force de répulsion, il est nécessaire qu'une force tendant à les rapprocher leur soit appliquée pour que les contacts directs puissent se produire. Si des efforts prolongés sont exercés sur les particules, il peut alors y avoir du frottement, c'est le cas notamment d'une suspension granulaire qui s'écoule lentement sous l'effet de la gravité. Les contacts frictionnels peuvent alors être modélisés par la loi d'Amontons-Coulomb. Lors d'un glissement entre les billes, la contrainte tangentielle σ qui s'exerce sur une bille est proportionnelle à la contrainte normale N :

$$\sigma = \mu N \ , \tag{4.8}$$

où μ est le coefficient de frottement statique. Si les particules au sein de la suspension sont suffisamment agitées, il peut y avoir des collisions entre particules. La transmission de la quantité de mouvement entre les particules induit une force normale additionnelle permettant le rapprochement des particules. Tout se passe alors comme si une pression supplémentaire (granulaire), s'exerçait au sein de la suspension. [33]

4.1.4 Sédimentation

Une sphère de rayon R, de densité ρ_s tombant dans un fluide s'étendant à l'infini de densité ρ_f acquière une vitesse terminale v_{sed} qui correspond à un équilibre entre le poids, diminué de la poussée d'Archimède, et la force de friction exercée par le fluide (force de Stokes), elle s'écrit :

$$v_{sed} = \frac{2}{9}\frac{(\rho_s - \rho_f)gR^2}{\eta} \ , \tag{4.9}$$

où η est la viscosité du fluide. Il est à noter que la force de Stokes est très sensible aux obstacles, tels que les parois et qu'elle est valable dans le cas où les effets inertiels sont négligeables devant les effets visqueux, i.e. à bas nombre de Reynolds (c.f. équation 4.2).

Dans le cas de deux sphères identiques suffisamment proches sédimentant dans un fluide s'étendant à l'infini, leur interaction mutuelle conduit à une augmentation de la vitesse de sédimentation des sphères. En pratique, la vitesse de sédimentation dépend fortement de la forme du récipient : il y a un écoulement

de recirculation avec une vitesse dirigée vers le bas sur l'axe vertical de la sphère, et vers le haut près des parois. Dans le cas des fortes concentrations, il n'y a pas de mouvement relatif des particules. Le problème peut être approché par l'écoulement dans un milieu poreux, où l'ensemble des particules reste fixe et le fluide s'écoule entre celles-ci (c.f. équation (4.7)). Richardson et Zaki [106] ont établi une formule empirique pour des suspensions de particules non-Browniennes sphériques dont les fractions de grain vont jusqu'à 50% :

$$v_{\mathrm{RZ}} = v_{\mathrm{sed}}(1-\phi)^n \ , \tag{4.10}$$

avec n un coefficient de l'ordre de 4 à 5 dépendant faiblement du rapport d'échelle entre le diamètre des particules et la taille du récipient .

4.1.5 Agrégation

Dans la plupart des suspensions colloïdales, il existe des interactions de type Van der Waals, électrostatiques ou autre. Ces interactions peuvent être répulsives ou attractives. Elles apparaissent lorsque les particules se rapprochent suffisamment les unes des autres, à une distance de l'ordre de 1000 Å. Dans ces conditions, les trajectoires des particules sont modifiées par rapport aux trajectoires sous l'influence unique des interactions hydrodynamiques. Ce mécanisme induit une dissipation supplémentaire, et donc une augmentation de la viscosité apparente de la suspension. Lorsqu'elles s'approchent suffisamment les unes des autres, les particules peuvent alors s'agréger. Ces agrégats peuvent être transitoires ou permanents. Dans ce cas, comparés aux particules libres, ils ne sont plus sphériques et sont de taille variable [90], ce qui peut mener à des effets de ségrégation.

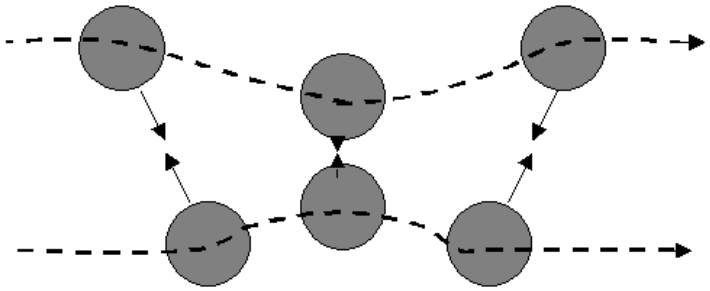


FIGURE 4.2 – *Lorsque les particules s'attirent leurs trajectoires se déforment lorsqu'elles passent à proximité l'une de l'autre. Cela conduit à une augmentation de la viscosité. D'après Oswald [90].*

4.1.6 Ségrégation

La ségrégation est un phénomène de migration particulaire observé au cours d'un écoulement (cisaillement ou vibration). C'est en général un critère de taille

qui gouverne la ségrégation, même si d'autres facteurs (forme, état de surface des particules, densité...) peuvent jouer parfois un rôle non négligeable. En présence de grains de taille différente, les petits ont tendance à se glisser sous l'espace formé par l'amas de larges grains.

4.2 Ecoulement de suspensions de sphères dures non-Browniennes

4.2.1 Première approximation de la viscosité des suspensions

On peut se représenter une suspension en écoulement comme une assemblée de particules qui se meuvent les unes par rapport aux autres. La viscosité est associée à la contrainte qu'il faut exercer pour déplacer le fluide et les particules entre elles. Plus on ajoute des particules au milieu, plus il y a d'interaction entre les particules et de dissipation visqueuse et donc plus la viscosité augmente jusqu'à diverger pour la fraction maximum ϕ_{m}. Plusieurs modèles décrits dans ce paragraphe rendent compte de cette augmentation.

4.2.2 Modèles théoriques de viscosité

Le premier modèle théorique est celui d'Einstein en 1906 [48], paru dans un article sur la théorie du mouvement Brownien. Pour obtenir une expression de la viscosité, il calcule la déformation du champ des vitesses créée par une particule. Il néglige les interactions hydrodynamiques au sein de la suspension et somme donc la déformation trouvée sur toutes les particules. C'est pourquoi la dissipation visqueuse augmente avec la fraction volumique ϕ dans le mélange. Pour des raisons de dimensionnement, la viscosité de la suspension est nécessairement proportionnelle à la viscosité du fluide interstitiel η_0. On définit donc une grandeur adimensionnée pour caractériser cette viscosité $\eta^{\mathrm{r}}(\phi) = \eta(\phi)/\eta_0$:

$$\eta^{\mathrm{r}}(\phi) = 1 + 2.5\phi \quad , \tag{4.11}$$

où η est la viscosité de la suspension, η_0 celle du fluide interstitiel et ϕ la fraction volumique de grains.

Le résultat est très général, il ne dépend pas du caractère Brownien ou non de la suspension, ni du type d'écoulement du fluide [62]. Toutefois il n'est valable que pour des suspensions extrêmement diluées, typiquement $\phi < 3\%$. La distance entre les particules est alors 5 à 10 fois le rayon des particules : on comprend qu'il soit raisonnable de négliger l'effet de la présence des particules sur leur mouvement.

Batchelor et Green [11, 12] ont étendu cette formule théorique. Ils ont utilisé des outils de mécanique statistique pour tenir compte des interactions hydrodynamiques, des forces Browniennes et du type d'écoulement au sein de la suspension. La viscosité d'une suspension soumise à un écoulement élongationnel ne sera pas

la même que celle d'une suspension soumise à un écoulement de cisaillement. La formule trouvée est valable uniquement dans le cas où $\phi \leq 10\%$:

$$\eta^{\mathrm{r}}(\phi) = 1 + 2.5\phi + 6.2\phi^2 \ . \tag{4.12}$$

En extrapolant ces résultats, on s'attend à ce que la viscosité croisse de plus en plus rapidement quand la fraction volumique ϕ augmente. L'ajout de termes d'ordre supérieur à 2 pour la fraction volumique ϕ ne permet pas de rendre compte de cette dépendance et le domaine de validité ne peut être étendu à des fractions volumiques supérieures à 10%.

4.2.3 Modèles semi-empiriques de viscosité

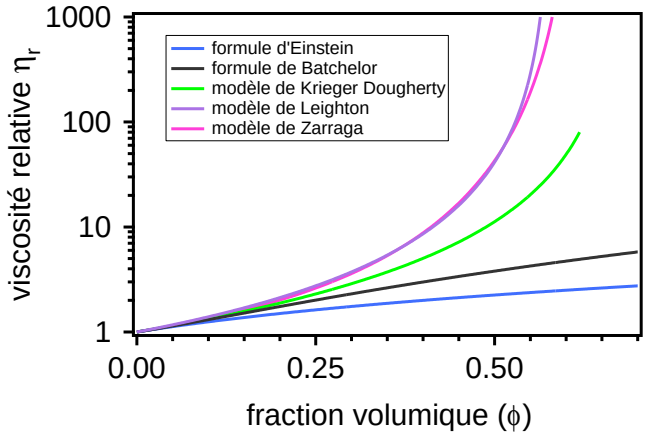


FIGURE 4.3 – *Viscosité relative en fonction de la fraction volumique en grains pour différents modèles théoriques (Einstein [48], Batchelor [11, 12]) ou empiriques (Krieger-Dougherty [76, 77], Leighton [82], Zarraga et al. [120]).*

Tous ces modèles sont en accord avec le modèle théorique d'Einstein aux faibles concentrations. Lorsque la fraction maximale d'empilement approche la fraction maximale ϕ_{m}, i.e. autour de 64%, la viscosité diverge. Cette caractéristique rend compte de la répulsion hydrodynamique s'opposant au rapprochement de particules très proches et aux forces de contact qui conduisent au blocage de la suspension pour des fortes fractions volumiques (Fig. 4.2). Nous pouvons ainsi citer le modèle d'Eilers (1941) [47] :

$$\eta^{\mathrm{r}}(\phi) = \left(1 + \frac{\frac{5}{4}\phi}{1 - \phi/\phi_{\mathrm{m}}}\right)^2 \ . \tag{4.13}$$

Le modèle de Krieger-Dougherty est celui usuellement utilisé par la communauté des rhéologues [76, 77] :

$$\eta^{\mathrm{r}}(\phi) = \left(1 - \frac{\phi}{\phi_{\mathrm{m}}}\right)^{-n} , \tag{4.14}$$

avec ϕ_{m} la fraction maximale en grains et $n = 2.5\ \phi_{\mathrm{m}}$ pour retrouver la limite d'Einstein aux faibles concentrations. Cependant, en considérant n comme une variable d'ajustement, on rend mieux compte des données expérimentales. En 1972, Krieger [76] a publié des valeurs $\phi_{\mathrm{m}} = 0.68$ et $n = 1.82$ ($n/\phi_{\mathrm{m}} = 2.67$ environ égal à 2.5) permettant un bon ajustement de ses données expérimentales jusqu'à 50% de grains. Les valeurs de n et de ϕ_{m} restent toujours l'objet de débats car les résultats expérimentaux diffèrent à l'approche de la fraction volumique maximale en grains [10]. Ces paramètres dépendent de la forme des grains [10], de la polydispersité du mélange [27].

Afin de rendre mieux compte des données expérimentales, plus récemment, Leighton (1985) [82] a repris le modèle d'Eilers et a ajusté les paramètres :

$$\eta^{\mathrm{r}}(\phi) = \left(1 + \frac{1.5\phi}{1 - \phi/\phi_{\mathrm{m}}}\right)^{2} , \quad \text{avec} \quad \phi_{\mathrm{m}} = 0.58 , \tag{4.15}$$

Le modèle récent de Zarraga *et al.*, 2000 [120] a l'avantage d'être sans paramètre ajustable :

$$\eta^{\mathrm{r}}(\phi) = \frac{\exp(-2.34\phi)}{(1 - \phi/\phi_{\mathrm{m}})^{3}} , \quad \text{avec} \quad \phi_{\mathrm{m}} \approx 0.62 . \tag{4.16}$$

Les expressions des viscosités relatives issues des différents modèles cités précédemment (4.11), (4.14), (4.12), (4.15) et (4.16) sont représentées sur la figure 4.3. On peut constater sur ce graphique qu'aux faibles fractions de grains tous les modèles respectent la limite théorique d'Einstein. On constate aussi que le modèle de Leighton et de Zarraga sont comparables jusqu'à une fraction d'environ 50%.

4.3 Diffusivité induite par cisaillement

Au paragraphe précédent, la suspension a été décrite en terme de fluide effectif, permettant de définir une viscosité à une échelle macroscopique. Nous allons maintenant décrire quels sont les effets liés à l'hétérogénéité de la suspension à l'échelle du grain et qui apparaissent quand la suspension est soumise à des contraintes.

4.3.1 Migration de particules sous cisaillement

Dans un rhéomètre, les phénomènes de migration possibles au sein d'une suspension en dehors de la sédimentation ont deux causes principales : l'inertie [113, 114] et l'hétérogénéité du gradient de vitesse. Dans la suite de ce paragraphe, nous nous intéresserons uniquement à la migration sous cisaillement.

Cette migration de particules a été pour la première fois observée par Gadala-Maria et Acrivos (1980) [56] dans une cellule de Couette : la viscosité apparente de la suspension décroît continûment après de longues périodes de cisaillement, alors que, dans des conditions identiques de cisaillement, la viscosité du fluide interstitiel reste constante . Par la suite, de nombreuses situations expérimentales ont permis de mettre en évidence ce phénomène : dans un rhéomètre de Couette [1, 28, 94], dans un rhéomètre plan-plan [28], dans un conduit circulaire [3, 63, 64], dans une cellule de Hele-Shaw [26, 83]. Elles s'appuient toutes sur des techniques de visualisation non intrusive des champs de vitesse et de concentration : vélocimétrie Laser ou Doppler, Imagerie par Résonance Magnétique...

En 1987, Leighton et Acrivos [81] prouvent que la décroissance de la viscosité est due à la migration de particules sous cisaillement. Les particules migrent des régions de fort cisaillement, i.e. de l'entrefer, vers le réservoir situé en dessous et donc à un taux de cisaillement plus faible. La concentration en particules dans l'entrefer décroît donc avec le temps, ce qui conduit à une diminution de la viscosité. Les particules proches du cylindre interne tournant sont soumises à plus d'interaction ont alors tendance à migrer vers les zones de moindre interaction. On peut écrire le coefficient de diffusion de la forme $D_{\dot{\gamma}} = R^2\dot{\gamma}\hat{D}(\phi)$, où $\hat{D}(\phi)$ est le coefficient de diffusion adimensionné, $\dot{\gamma}$ le taux de cisaillement et R le rayon des particules. Nott et Brady [88] estiment la valeur de $\hat{D}(\phi)$ dans le cas des suspensions denses ($\phi > 30\%$) :

$$12\hat{D}(\phi) = 1 \ (\phi > 30\%) \ . \tag{4.17}$$

Dans le cas des suspensions diluées, Lyon et Leal [83] rapportent l'ajustement de $\hat{D}(\phi)$ selon leurs mesures expérimentales :

$$\hat{D}(\phi) = \frac{1}{3}\phi^2\left(1 + \frac{1}{2}\exp(8.8\phi)\right) \ (\phi < 30\%) \ , \tag{4.18}$$

obtenu en utilisant les coefficients de diffusion établies par Leighton et Acrivos [81].

Au niveau des particules, du fait de leur rugosité, celles-ci se rapprochent sous l'effet de l'écoulement pour former des interactions irréversibles qui détruisent alors la réversibilité macroscopique observée lors de l'écoulement d'un fluide visqueux à bas nombre de Reynolds [95].

Phillips *et al.* ajoutent une interaction supplémentaire due à la non uniformité de la viscosité : un doublet de particules aura tendance à se déplacer vers une zone de faible viscosité [94]. Enfin, il est à noter que la migration de particules engendre un gradient de concentration et donc un flux de particules pour compenser en partie cette migration [81, 94].

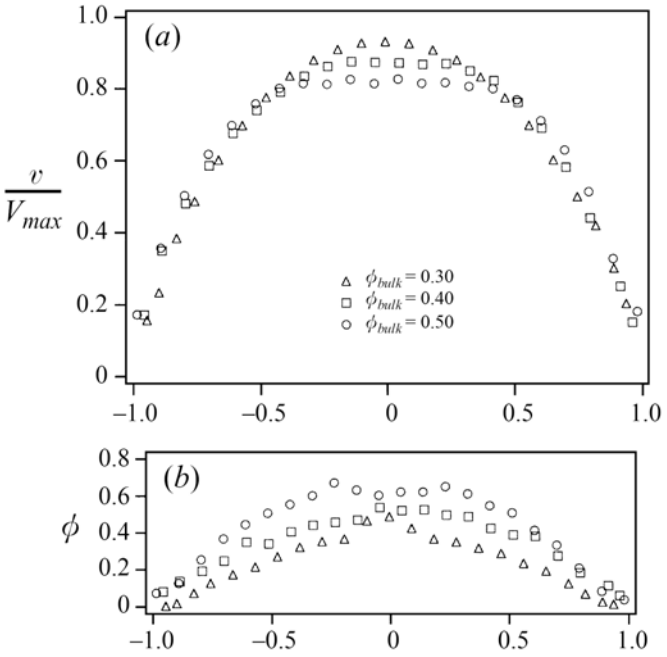


FIGURE 4.4 – *Influence de la fraction volumique initiale sur (a) le profil de vitesse et (b) la fraction volumique locale en fonction de l'épaisseur. L'état d'équilibre des flux de particules est atteint. D'après Lyon et Leal [83].*

4.3.2 Structuration des écoulements

Modification du profil de vitesse

Du fait de la migration de particules, le profil de fraction volumique ϕ n'est plus homogène dans l'écoulement. Lyon and Leal rapportent [83] des mesures de profil de vitesse et de concentration dans le cas d'une cellule de Hele-Shaw pour des suspensions dont la fraction volumique initiale varie de ϕ = 30% à ϕ = 50% (Fig. 4.4). Pour un fluide visqueux newtonien, on attend un profil parabolique de type Poiseuille. Les particules ont tendance à migrer des zones de fort cisaillement (bords du canal) vers les zones de faible cisaillement (centre du canal), sous l'effet de la diffusion. Le profil de concentration est alors plus important au centre, donc la viscosité locale est plus importante. Le cisaillement y est moindre, ce qui conduit à un aplatissement du profil de vitesse (Fig. 4.4(a)).

Localisation de l'écoulement

Dans une cellule de Couette, par mesure locale (IRM), on constate que seule une partie de la suspension est cisaillée en dessous d'une vitesse de rotation critique V_c. Il existe donc une zone cisaillée et une zone immobile (Fig. 4.5), on parle de localisation de l'écoulement. C'est une conséquence directe de la

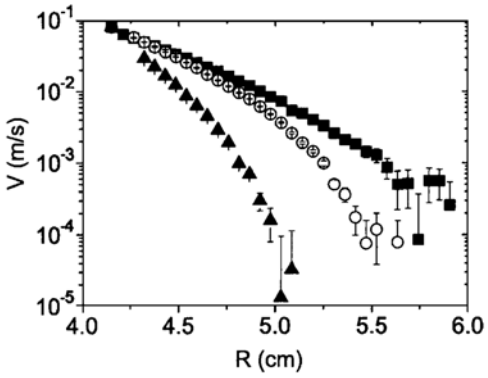


FIGURE 4.5 – *Profil de vitesse dans une cellule de Couette pour une vitesse de rotation du cylindre intérieur fixée à 20 tours par minute. (■) ϕ = 58%, (•) ϕ = 59% et (▲) ϕ = 60%. D'après Ovarlez et al. [91].*

migration de particules sous cisaillement : les particules ont tendance à migrer vers l'extérieur de la cellule. Huang *et al.* ont montré que la fraction volumique croit linéairement avec r à partir du cylindre intérieur : de 56% à 60% pour une suspension préparée à la fraction volumique ϕ = 58%. La mobilisation du milieu s'accroît lorsque la vitesse de rotation augmente et donc quand le taux de cisaillement croît. Il y a donc apparition d'un seuil [67].

4.4 Effets non-newtoniens

Nous avons vu que la diffusion de particules induit des effets de type fluide non-newtonien. Ceux ci sont liés au caractère granulaire de la suspension.

4.4.1 Contraintes normales

L'apparition de contraintes normales sous cisaillement a été caractérisée par Zarraga *et al.* [120]. Différents articles [6, 7, 67, 100] montrent expérimentalement que la contrainte normale est proportionnelle au taux de cisaillement pour des fractions volumiques $\phi \geq 30\%$, ce qui n'est pas le cas pour des solutions polymériques (elles sont typiquement en $\dot{\gamma}^2$). Brady et Morris [19] montrent que la dépendance des contraintes normales au taux de cisaillement résulte des interactions hydrodynamiques, tandis que l'apparition d'une différence de contraintes normales peut être liée à une anisotropie dans la microstructure. Ainsi, comme on peut le voir sur la figure 4.6, dans le régime lubrifié, le rapport entre contrainte tangentielle et contrainte normale reste constant [67], puisqu'ils sont tous les deux proportionnels au taux de cisaillement (il ne faut pas alors confondre cet effet avec de la friction équation (4.8)). Notons que ce effet intervient pour des suspensions telles que $\phi > 30\%$ et donc pas nécessairement très denses [19].

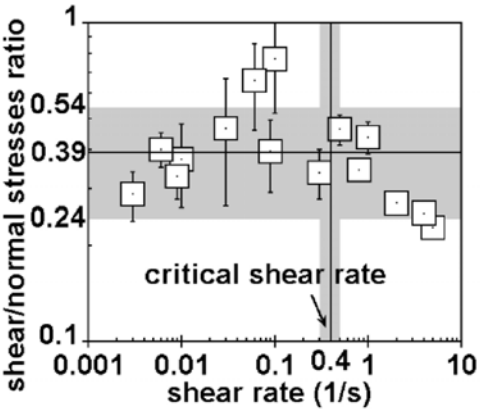


FIGURE 4.6 – *Rapport entre contrainte tangentielle et contrainte normale en fonction du taux de cisaillement pour des billes de polystyrène immergées dans une huile à* 20 mPa.s *à la fraction volumique* $\phi = 58\%$ *La zone ombrée est la barre d'erreur statistique. D'après Huang et al. [67].*

4.4.2 Rhéofluidification et rhéoépaississement

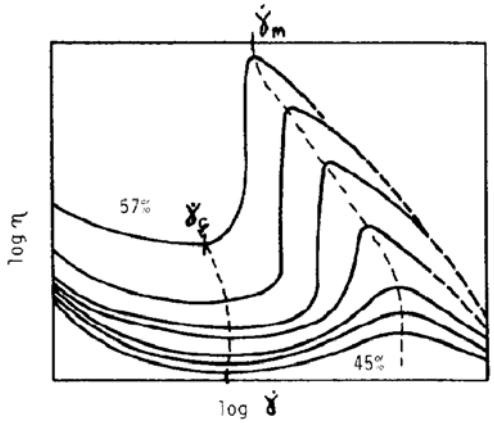


FIGURE 4.7 – *Représentation schématique de la viscosité en fonction du taux de cisaillement pour une suspension, avec la fraction volumique comme paramètre.* $\dot{\gamma}_c$ *et* $\dot{\gamma}_m$ *sont les taux de cisaillement respectivement au début et à la fin de la zone de rhéoépaississement. D'après Barnes [9].*

Ces termes sont définis au paragraphe 2.1.1. La plupart des suspensions sont rhéofluidifiantes. A l'échelle microscopique, les particules dans un écoulement rapide possèdent une énergie supérieure à celle au repos et n'ont pas le temps de retourner dans cet état minimum d'énergie [33]. Barnes [9] précise que toutes les suspensions ont un comportement rhéoépaississant (réversible) dans une gamme de taux de cisaillement adéquate, qui dépend de la fraction volumique, de l'aspect

des particules, de la granulométrie, ainsi que du fluide. Le comportement typique d'une suspension est représenté schématiquement sur la figure 4.7. On constate sur cette figure qu'au delà d'un taux de cisaillement critique $\dot{\gamma}_c$ et jusqu'à $\dot{\gamma}_m$, sur environ une décade, la suspension a un comportement rhéoépaississant. Historiquement le rhéoépaississement a été expliqué par le phénomène de dilatance (c.f. 4.1.3). Actuellement, on associe ce phénomène à la formation d'amas de particules sous cisaillement. Les conditions de formation de ces amas dépendent fortement de la nature des potentiels d'interaction entre les particules et donc de la nature de la suspension [79]. Fall *et al.* [50] décrivent de effets rhéoépaississants prononcés dans le cas d'une suspension de maïzena. Ces effets ne sont pas décrits pour des suspensions modèles.

Notons toutefois que les effets présentés dans ce paragraphe sont obtenus par des mesures rhéologiques classiques. La viscosité est définie à partir de l'équation constitutive (2.2) $\sigma_{xy} = \eta\,\dot{\gamma}$. Or, nous avons vu au paragraphe précédent que des contraintes normales apparaissent sous cisaillement. Pour comprendre l'écoulement des suspensions, il est donc nécessaire de prendre en compte la structure hétérogène des grains. Si l'on est dans le cas de la formation de contacts entre les grains, on peut définir une friction dans le matériau. Par définition du coefficient de friction $\mu = \sigma_{xy}/P$ et en utilisant la relation de Newton, on obtient la relation :

$$\eta = \mu P / \dot{\gamma} \ , \tag{4.19}$$

qui implique que la viscosité effective est inversement proportionnelle au taux de cisaillement pour une pression donnée et une friction uniforme (cas de l'écoulement stationnaire et uniforme sur plan incliné). C'est donc un fluide "rhéofluidifiant" au sens rhéologique du terme. De plus, appliquer un modèle de viscosité effective aux suspensions denses implique donc l'existence d'un seuil d'écoulement.

4.4.3 Contrainte seuil

Prasad *et al.* et Coussot *et al.* [32, 100] observent la transition d'un régime, à bas taux de cisaillement, où la contrainte est indépendante du taux de cisaillement vers un régime où la contrainte devient proportionnelle à $\dot{\gamma}$. Huang *et al.* (2005) [67] ont étudié la transition entre les écoulements frictionnel et lubrifié d'une suspension dense (voir paragraphe 4.1.3). Ils ont montré que la bifurcation de viscosité est caractérisée, à contrainte imposée, par une transition entre un état coincé et un état d'écoulement, ce qui est analogue à l'écoulement au delà d'une contrainte seuil [35, 36] pour un fluide à seuil. Une courbe typique d'écoulement est représentée sur la figure 4.8. Pour un fluide interstitiel donné de viscosité η_0, le nombre de Leighton critique $\mathrm{Le}_c = \frac{\eta_0 \dot{\gamma}_c}{\sigma_c}$ fixe le taux de cisaillement critique $\dot{\gamma}_c$ auquel la transition entre les deux régimes survient. Huang *et al.* (2005) [67] ont montré que cette contrainte seuil est associée à une bifurcation de la viscosité : au delà d'une contrainte seuil, le taux de cisaillement est supérieur à un taux de cisaillement critique $\dot{\gamma}_c$. En dessous de $\dot{\gamma}_c$, dans le régime frictionnel, il n'y a

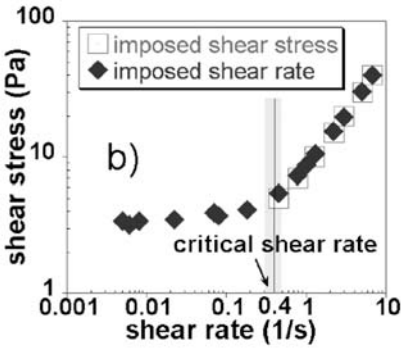


FIGURE 4.8 – *Courbe d'écoulement pour une suspension de billes de polystyrène de* 290 µm *à* $\phi = 58\%$ *dans une huile de silicone à* 20 mPa.s *: contrainte en fonction du taux de cisaillement dans une géométrie de Couette annulaire (diamètre interne* 16 mm *diamètre externe* 26 mm*) munie d'un croisillon. D'après Huang et al. [67].*

pas d'écoulement stationnaire sans localisation. A taux de cisaillement imposé, cette bifurcation est caractérisée par une transition entre un écoulement localisé et un écoulement homogène sans localisation. Dans les deux cas, à contrainte et taux de cisaillement imposés, la transition entre les deux régimes s'effectue à $\dot{\gamma}_c$. Dans le régime frictionnel, à bas taux de cisaillement et faible viscosité du fluide, les grains forment un réseau continu de contacts solides qui résiste à la déformation et aboutit à un blocage. La conséquence est qu'en dessous d'un taux de cisaillement critique $\dot{\gamma}_c$ apparent, la contrainte mesurée (contrainte critique σ_c) apparaît comme quasi-indépendante du taux de cisaillement. De plus le régime lubrifié n'est pas simplement visqueux : le rapport entre contraintes normales et de cisaillement est constant.

Nous avons aperçu dans cette partie qu'il n'est pas possible d'appliquer un modèle de type fluide visqueux effectif : la viscosité n'est pas un bon paramètre constitutif. En particulier, l'existence d'un seuil et une localisation de l'écoulement rappelle les problèmes rencontrés dans les milieux granulaires secs (chapitre 3). Le lien entre l'existence d'un seuil et la pression de confinement reste une question ouverte.

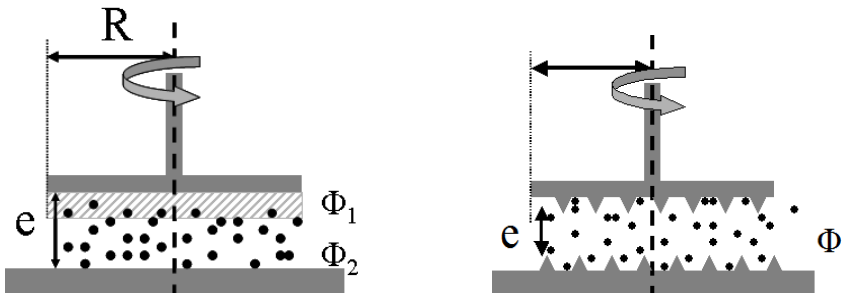


FIGURE 4.9 – *Schéma d'une suspension de fraction volumique ϕ dans un rhéomètre plan-plan. (a) Muni d'une surface lisse. On note une fraction volumique $\phi_1 < \phi_2$ près des parois. (b) Muni d'une surface rugueuse, la fraction volumique ϕ est constante dans tout l'échantillon. D'après Coussot et Ancey [33].*

4.4.4 Difficultés d'une mesure rhéologique classique dans le cas des suspensions

Le glissement aux parois

Le glissement aux parois résulte principalement de la chute de concentration en grains près d'une paroi lisse (s'il n'y a pas d'interaction grains/paroi). On trouve donc une viscosité apparente mesurée plus faible qu'elle ne devrait l'être [33, 71]. La forme de la surface joue donc un rôle sur la concentration en particules (Fig. 6.2). On définit la rugosité comme la distance entre les creux et les sommets de la surface. La rugosité adaptée à une mesure fiable résulte d'un compromis entre une distance grande devant la taille des particules et petite devant la taille de l'entrefer.

La fracturation/Le creusement en géométrie plan-plan

Lors d'expériences à des fractions volumiques ϕ supérieures à 50%, on observe dans le matériau de la fracturation et du creusement. Ces deux phénomènes sont totalement dissociés. La fracturation résulte d'une hétérogénéité du profil de vitesse dans l'échantillon et conduit à sous-estimer la viscosité. Le creusement se caractérise par l'apparition, à la périphérie, d'amas de suspension sur la partie supérieure et inférieure du rhéomètre. En raison de ces phénomènes, on peut finalement n'avoir plus que deux couches en regard qui frottent l'une sur l'autre durant l'expérience et une mesure de viscosité apparente plus faible.

La migration de particules

Les particules migrent des régions de fort cisaillement vers les régions de faible cisaillement, comme il est vu au paragraphe 4.3.1. Or, dans un rhéomètre plan-plan (voir paragraphe 2.4.1), le cisaillement n'est pas homogène, on doit donc s'attendre à une migration de particules vers le centre. Krishnan *et al.* [78] ont prouvé que la migration sous cisaillement est compensée par la migration des régions où la courbure des lignes de courant est la plus forte vers là où elle est la plus faible, i.e. vers la périphérie.

Localisation de l'écoulement

Au delà d'une fraction volumique $\phi = 50\%$, l'observation visuelle de l'échantillon (Fig. 4.10) révèle la localisation et la fracturation de l'échantillon. La suspension n'est donc plus homogène dans l'entrefer et il n'est alors plus possible de mesurer une viscosité globale.

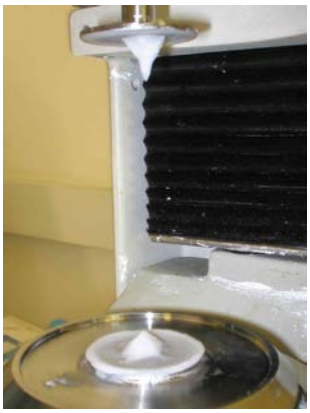


FIGURE 4.10 – *Photographie de la partie supérieure et inférieure de la géométrie du rhéomètre après une expérience sur une suspension dense en grains $\phi > 50\%$. On peut observer une structuration de l'échantillon.*

4.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons décrit et caractérisé les suspensions granulaires. Nous avons montré que leur comportement macroscopique ou microscopique dépend très fortement de la fraction en grains.

A l'échelle du grain, nous avons souligné l'existence d'une diffusion de particules sous cisaillement au sein du milieu induisant une modification du profil de vitesse et une localisation de l'écoulement à l'échelle globale. Au niveau macroscopique, dans le cadre d'un modèle de type fluide visqueux, la viscosité diverge au voisinage de la fraction volumique maximale. Dans le cas des suspensions les

plus denses, celles-ci peuvent présenter des effets non newtoniens comme l'apparition d'une contrainte seuil par exemple. Les techniques "classiques" de rhéologie deviennent alors difficiles à mettre en oeuvre.

En guise de conclusion

Dans un premier temps, nous avons décrit les méthodes "classiques" de rhéologie, basées essentiellement sur un modèle de type fluide visqueux. Nous avons montré leurs limites et en particulier le fait qu'elles ne permettent pas de comprendre la richesse de comportement des fluides complexes : problème de localisation, dépendance non linéaire entre contrainte et taux de cisaillement... Afin de déterminer les propriétés constitutives des fluides complexes, il est nécessaire de les étudier dans une géométrie adaptée.

Dans un second temps, nous avons présenté l'étude sur plan incliné comme une étude rhéométrique alternative adaptée au cas des granulaires secs. En effet, celle-ci a permis de construire une rhéologie locale rendant compte de leur écoulement. Elle est toutefois mise en défaut au voisinage de l'arrêt. Un modèle rhéologique ne permet pas de rendre compte des problèmes de localisation et de seuil rencontrés [43, 70].

Enfin, nous avons décrit les propriétés des suspensions. Leur comportement macroscopique est très fortement influencé par la fraction en grains. Pour les faibles fractions ($\phi < 50\%$), nous pouvons la décrire en terme de fluide effectif et utiliser des méthodes de rhéologie classique pour connaître les lois d'écoulement. Au contraire, pour les plus fortes fractions en grains, la viscosité diverge. Il peut y avoir du blocage et le comportement est alors plutôt celui d'un milieu granulaire. Au sein de l'écoulement, on observe sous certaines conditions de la migration de particules et des phénomènes de localisation de l'écoulement [67, 83, 91], comportements typiques d'un matériau granulaire.

Pour comprendre la richesse des suspensions, nous étudierons leur écoulement à travers deux montages expérimentaux originaux : l'écoulement sur plan incliné (partie II) et le détachement de gouttes (partie III). Ceux-ci permettent d'étudier l'écoulement en cisaillement ou en élongation.

Deuxième partie

Lois d'écoulement de suspensions denses sur un plan incliné

Afin de comprendre et de décrire les propriétés d'écoulement d'une suspension dense, nous allons nous intéresser dans cette partie à l'utilisation d'un rhéomètre original : le plan incliné.

Nous avons vu au chapitre 2 que les rhéomètres "classiques" ont des limitations dans le cas de fluides complexes. En effet, ces méthodes de rhéologie sont fondées sur la notion de viscosité. En réalité, les fluides complexes peuvent exhiber des comportements non décrits par un modèle rhéologique de fluide visqueux simple (e.g. blocage, effet de seuil...). Construire une autre rhéologie pour ces matériaux est donc une question actuelle.

Dans le cas des granulaires secs, le plan incliné s'est révélé particulièrement adapté à l'établissement de lois rhéologiques [22, 57, 72]. En effet, ce dispositif fixe l'angle et donc le coefficient de friction, soit le rapport entre contrainte tangentielle et contrainte normale. L'écoulement ajuste lui même sa vitesse et sa hauteur pour que la friction soit égale à $\tan\theta$ dans toute la couche (pour des écoulements stationnaires et uniformes). Des lois d'écoulement, il est possible de déduire un coefficient de friction effectif ne dépendant que d'un seul paramètre sans dimension. A partir de ces travaux, une loi rhéologique locale a été déterminée pour les matériaux granulaires [57], sans qu'elle puisse toutefois décrire les propriétés d'arrêt.

Les suspensions, mélanges d'un fluide visqueux et de grains, peuvent présenter deux comportements extrêmes. Dans le cas des faibles concentrations, on peut les modéliser en terme de fluide visqueux effectif [48]. Toutefois, dans la limite dense, on ne peut négliger l'hétérogénéité de ce milieu. Des phénomènes de localisation ou de seuil apparaissent [67, 83, 91], ce qui est couramment observé dans le cas des granulaires secs [43, 70]. Nous allons donc étudier les suspensions sur un plan incliné, utilisé alors comme un rhéomètre. Pour ce faire, nous utilisons une suspension modèle. Celle-ci est non-Brownienne, monodisperse et isodense. Nous pouvons donc négliger les effets de ségrégation et de sédimentation.

Même si nous n'observons pas de blocage lors de l'écoulement sur le plan incliné, nous montrerons que la présence de grains ne se réduit pas à une simple augmentation de la viscosité.

Dans un premier temps (chapitre 5), nous décrirons les suspensions utilisées, ainsi que les limites d'une mesure rhéologique "classique". Puis, nous décrirons le protocole d'étude sur plan incliné (chapitre 6). Nous montrerons que l'écoulement d'une suspension peut être vu sous certaines conditions comme un fluide effectif purement visqueux. Enfin, le dernier chapitre (chapitre 7) sera consacré à la

déviation du régime visqueux. Nous établirons également les lois d'écoulement et une rhéologie des suspensions valables dans les deux régimes.

Chapitre 5

Dispositif expérimental

Dans ce chapitre, nous décrirons le dispositif expérimental, ainsi que les matériaux utilisés (grains et fluides). Par une étude dans un rhéomètre plan-plan, nous montrerons que les méthodes rhéologiques "classiques" ne sont pas adaptées à l'étude des suspensions de fractions volumiques supérieures à 50%.

5.1 Plan incliné

5.1.1 Matériel

Nous avons travaillé avec un plan incliné (voir figure 5.1(a)) de longueur $L = 1$ m et de largeur $l = 38$ cm, à fond lisse (plaque de type altuglass) à l'échelle des grains. Celui-ci est posé sur le fond d'un aquarium en verre [1], muni d'un réservoir de section A. Le réservoir et le plan sont séparés par deux trappes :

- La première assure l'étanchéité du système. Un joint épais et mou de diamètre $d = 5$ mm est collé sur le contour de la trappe. La trappe et donc le joint sont plaqués sur le fond. Sur les bords, afin d'éviter les fuites, un moule de silicone adaptée à la morphologie de la plaque est collé.
- La seconde permet de régler l'ouverture e et donc le débit.

Le problème crucial de ce dispositif est d'en assurer l'étanchéité. Dans les interstices entre la plaque, qui joue le rôle de fond, et les bords de l'aquarium, nous avons disposé un joint résistant aux huiles de silicone (commercialisé sous le nom de Silicomet par la société Loctite). A l'extrémité aval de l'aquarium, la suspension est canalisée vers un bac de récupération, via une gouttière.

5.1.2 Acquisition et mesures

Le dispositif est muni de deux caméras synchronisées temporellement. L'acquisition simultanée se fait grâce au logiciel LabView :

1. Conçu sur mesure selon les plans de José Lanuza par *La baleine bleue*, Boulogne

- La première est placée au dessus de l'écoulement. Une trace laser, inclinée d'un angle α par rapport au plan, est réfléchie à la surface du fond. Nous pouvons donc mesurer à chaque instant la déviation de la trace Δ par rapport à la situation initiale, et donc la hauteur de la couche $h = \Delta \tan \alpha$. Il est à noter que le laser est calibré par un système de cales avant chaque utilisation, ce qui permet de mesurer l'angle α (valeur approximative de 1 °). Notre protocole expérimental induit une incertitude de 0.1 mm sur la valeur de la hauteur de la couche dans nos expériences. A la surface de l'écoulement, nous déposons des traceurs. Ceux ci sont formés de grains teintés de même taille que ceux de la suspension (l'encre ne modifie pas l'aspect des grains). Par une technique de corrélation d'image (Correlation Image Velocimetry), il est possible d'obtenir la vitesse de surface à chaque instant v_s.
- La seconde est placée à l'arrière du dispositif. Elle permet de mesurer la hauteur instantanée dans le réservoir H. Sachant que le débit est proportionnel à la dérivée de la hauteur H dans le réservoir $Q \propto \frac{dH}{dt}$, nous connaissons le débit instantané Q.

5.1.3 Traitement des données

Afin de traiter la grande masse de données (environ 5000 images par expérience), nous avons écrit un programme Java fonctionnant sous Image J [2]. Celui ci est découpé en plusieurs parties :

- Une première partie repère la trace laser comme étant le maximum d'intensité lumineuse.
- Une seconde partie choisit une zone de l'image où il n'y a pas le laser et adapte le contraste pour faire ressortir les traceurs en noir sur fond blanc (voir figure 5.1(d)). Les images sont alors prêtes pour être traitées par C.I.V. (Correlation Imaging Velocimetry) avec le logiciel commercial DaVis.

On peut donc à chaque instant mesurer la hauteur h, la vitesse de surface v_s en fonction du temps, ainsi que le flux Q défini par la relation :

$$Q = A \left| \frac{dH}{dt} \right| , \tag{5.1}$$

où A désigne la surface du réservoir (variant en fonction de l'angle θ) et H la hauteur de suspension dans le réservoir. Il est à noter que l'évolution de H dans le réservoir peut être ajustée par une loi de type exponentiel (c.f. figure 5.2). Le comportement de vidange de la suspension est donc de type visqueux (la hauteur, donc la pression diminue avec le temps). Dans le cas des matériaux granulaires, ils frottent aux parois et une partie de leur poids est portée par les parois du réservoir. La pression au fond du réservoir sature alors au delà d'une certaine quantité de grains versés et on attend donc une loi de vidange linéaire.

2. Logiciel libre téléchargeable sur la page web http ://rsbweb.nih.gov/ij/

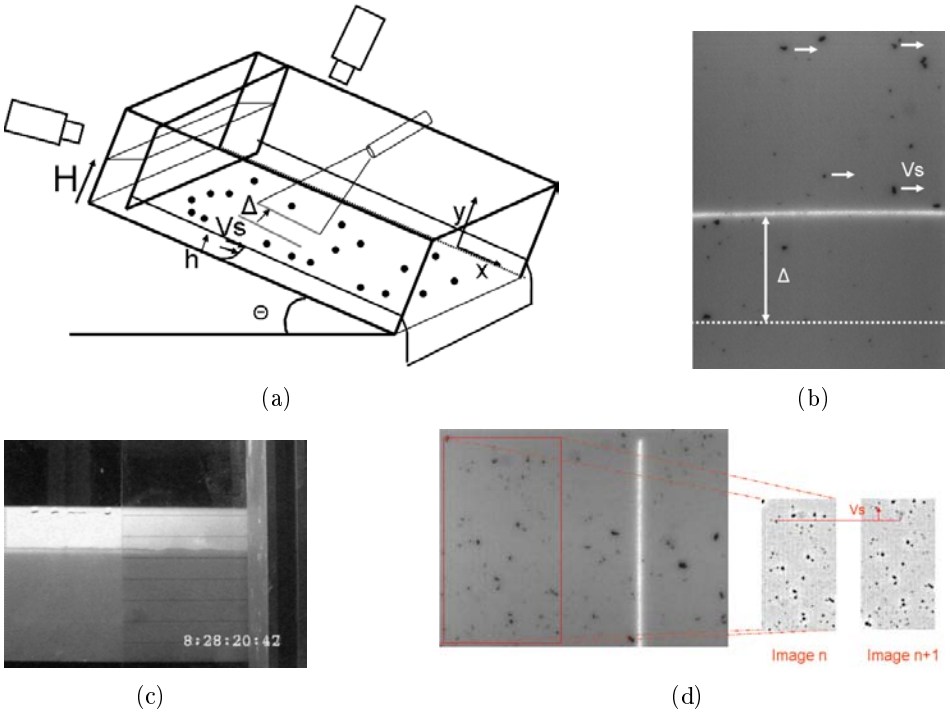
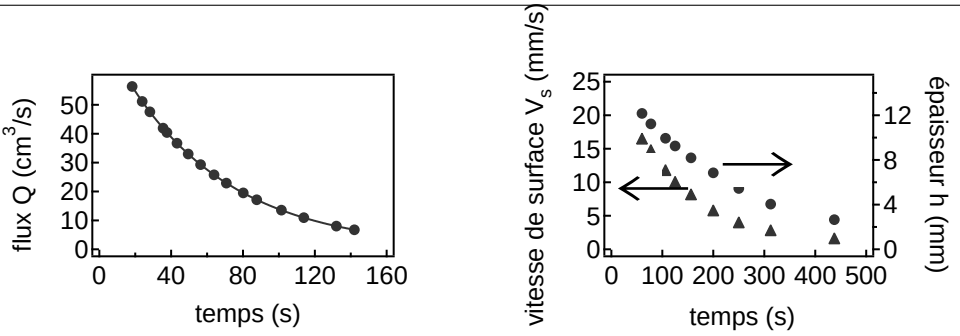


FIGURE 5.1 – *(a) Représentation schématique de l'écoulement de suspension sur le plan incliné. (b) Vue de dessus de l'écoulement. La déviation du laser* Δ *sert à mesurer la hauteur de la couche. Les particules sont des traceurs qui permettent de mesurer la vitesse de surface* v_s *à l'aide d'une technique de corrélation d'image (C.I.V.). (c) Photographie prise par la caméra arrière. (d) Traitement des images par technique de C.I.V.*

Puisque le flux Q ne cesse de diminuer en fonction du temps, la hauteur h, la vitesse v_s ainsi que le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ diminuent aussi en fonction du temps. Cependant, même si le flux est variable, la quantité $\frac{\partial(hv_s)}{\partial t}/(gh\sin\theta)$ reste petite devant 1 pendant toute la durée de l'expérience. Cela signifie que le temps caractéristique de parcours de la suspension sur le plan incliné est petit par rapport aux variations typiques du flux. Expérimentalement nous avons confirmation que nous sommes en régime quasi-stationnaire et uniforme :

- Nous avons mené des expériences à flux constant en adaptant le niveau de suspension dans le réservoir à chaque instant. Aucune différence dans le comportement n'est observée.
- Visuellement, la variation de la hauteur de la couche est négligeable sur la distance de mesure.



(a) (b)

FIGURE 5.2 – *Mesures obtenues pour une suspension de fraction en grains* ϕ = 53.6% *à un angle* $\theta = 15\,°$ *(a) Flux Q en fonction du temps. (b) Vitesse de surface* v_s (▲) *et hauteur h* (●) *en fonction du temps.*

Nous pouvons donc considérer qu'en tout point de la couche le coefficient de friction est identique et est défini selon la relation $\mu = \tan\theta$, où θ est l'angle d'inclinaison du plan.

5.2 Caractérisation des grains et du fluide

5.2.1 Grains

Les billes utilisées lors de cette thèse sont des billes de polystyrène de la marque Dynoseeds (fabriqué par Microbeads). Pour l'étude sur le plan incliné, la très grande majorité des expériences ont été conduites avec des billes de diamètre $d = 40$ µm (référence TS40). Il existe d'autres tailles de grains utilisées lors d'expériences de la dynamique du détachement de gouttes et de quelques expériences sur le plan incliné : $d = 20$ µm, $d = 80$ µm, $d = 140$ µm, $d = 250$ µm. Leur atout majeur est leur quasi parfaite sphéricité (voir figure 5.3), ce qui permet de négliger les effets de rugosité dans notre étude.

Leur densité est de $1050\,\mathrm{kg\,m^{-3}}$. La monodispersité de ces billes a été testée précédemment par tamisage et par une technique de granulométrie laser [25, 65]. Pour les billes de diamètre $d = 40$ µm, le fournisseur garantit une répartition des billes entre 38 et 42 µm telle que $\frac{\sigma}{\mu} < 5\%$, où σ désigne l'écart type et μ la moyenne du diamètre de grains. Deboeuf *et al.* [40] ont déterminé une rugosité par microscopie à force atomique de 100 nm. Il est à noter que les billes de diamètre $d = 80$ µm doivent être soumises à un tamisage car il existe des résidus de polystyrène liés au processus de fabrication. La monodispersité de nos grains est donc assurée, impliquant que l'on peut négliger les effets de ségrégation (voir paragraphe 4.1.6).

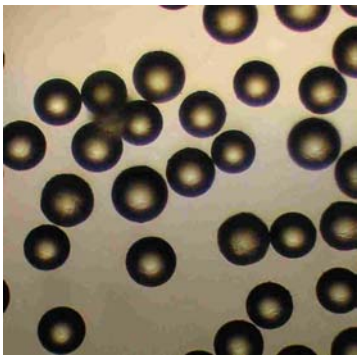


FIGURE 5.3 – *Photographie des billes de polystyrène au microscope. Diamètre* $d = 40\ \mu m$.

5.2.2 Fluide

Eau

Des tests préliminaires ont été effectués avec de l'eau, de densité $1000\ kg\,m^{-3}$. Il est possible d'ajuster précisément la densité de ce fluide en ajoutant du sel et donc de s'affranchir des effets de sédimentation (c.f. paragraphe 4.1.4). Pour cela, on prépare différents échantillons avec des concentrations en sel différentes. On peut alors déterminer le ratio adéquat permettant de négliger les effets de sédimentation. Un crémage important de ces suspensions est observé après préparation, dû principalement aux bulles d'air qui se fixent sur les billes et les entraînent alors à la surface. Il est à noter que plus la fraction volumique est grande, plus cet effet de crémage peut être négligé.

L'usage de ce fluide a été rendu impossible par des problèmes d'évaporation de l'eau. La fraction volumique ne peut alors être contrôlée (définition au paragraphe 4.1.1). Sur la photographie 5.4, on note la formation d'une croûte sèche. De manière générale, l'évaporation est d'autant plus importante que le rapport des surfaces libres et du volume de matériau est grand et n'est donc pas adaptée au cas du plan incliné. Pour éviter ce phénomène perturbateur, on peut réaliser des expériences : en atmosphère saturée par le fluide interstitiel sous forme gazeuse ou en plaçant un film liquide d'un fluide non miscible avec le fluide interstitiel le long des surfaces libres. Nous avons plutôt préféré nous affranchir de ces problèmes expérimentaux en utilisant un fluide interstitiel qui ne s'évapore pas.

Huile de silicone

L'huile utilisée est fabriquée au Japon, commercialisée sous la référence ShinEtsu SE KF-6011. Les données fournies par le constructeur sont la densité $\rho = 1070\ kg\,m^{-3}$ à $T = 25\ °C$ et une viscosité $\eta = 139\ mPa.s$ à $T = 25\ °C$. La tension superficielle a été mesurée par Christophe Chevalier [25] à l'aide d'un



FIGURE 5.4 – *Photographie d'une suspension eau/grains après une expérience dans un rhéomètre plan-plan.*

tensiomètre en utilisant la méthode de la plaque ou de l'anneau : $\gamma = 21\ \mathrm{mN\,m^{-1}}$ à $T = 20\ ^\circ\mathrm{C}$.

5.3 Suspensions utilisées

5.3.1 Caractéristique des suspensions

Pour l'étude sur le plan incliné, nous avons principalement utilisé des billes de taille $d = 40\ \mu\mathrm{m}$. Leur taille nous assure que la suspension préparée est non-Brownienne (voir paragraphe 4.1.2), car $d \gg 1\ \mu\mathrm{m}$. De plus, la très bonne homogénéité en taille de grains nous assure que la suspension est monodisperse (voir paragraphe 5.2.1).

Tandis que l'huile de silicone a pour masse volumique $\rho = 1070\ \mathrm{kg\,m^{-3}}$, les grains ont pour masse volumique $\rho = 1050\ \mathrm{kg\,m^{-3}}$. Cette légère différence se traduit par une vitesse de sédimentation donnée par l'équation (4.9). Ici, nous prenons $\eta = 120\ \mathrm{mPa.s}$ et $d = 40\ \mu\mathrm{m}$, on peut alors estimer la vitesse de sédimentation $v_{\mathrm{sed}} = 0.52\ \mathrm{mm\,h^{-1}}$ d'une sphère.

Nous vérifions a posteriori que nous sommes dans les conditions d'application de la formule de Stokes, i.e. en régime visqueux. Dans notre cas, le nombre de Reynolds Re s'écrit (voir équation 4.2) :

$$Re = \frac{\rho\, d\, v_{\mathrm{sed}}}{\eta}\ , \tag{5.2}$$

où η est la viscosité du fluide, v_{sed} la vitesse de sédimentation, d le diamètre des grains et ρ la masse volumique du fluide. On obtient donc un ordre de grandeur pour le nombre de Reynolds $Re \simeq 2\ 10^{-3}$, ce qui nous assure qu'il est bien légitime d'utiliser la formule de Stokes.

Dans le cas d'une suspension, jusqu'à une fraction $\phi = 50\%$, Richardson et Zaki fournissent une estimation de la vitesse de sédimentation v_{RZ} (voir équation (4.10) en faisant le choix $n = 5$).

Fraction de grains ϕ (%)	Vitesse de sédimentation v_{RZ} calculée ($\mu m\,h^{-1}$)
30	88
40	54
50	41

TABLE 5.1 – *Vitesses de sédimentation calculées avec l'estimation de Richardon et Zaki pour les suspensions (équation 4.10)*

Le tableau 5.2 récapitule les vitesses de sédimentation estimées par Richardson et Zaki. Nous pouvons conclure que la sédimentation est négligeable dans des expériences d'une dizaine de minutes. En revanche, pour des expériences qui durent plusieurs heures, même pour des suspensions denses, i.e. $\phi > 50\%$, il convient de prendre en compte la sédimentation.

5.3.2 Préparation des suspensions

Étant donné les coûts de préparation d'une suspension et les volumes mis en jeu (environ 8 L par expérience), nous recyclons la suspension entre chaque expérience. Il faut donc suivre un protocole expérimental rigoureux pour s'assurer de la validité de la concentration en grains mesurée :

- Après une expérience, nous homogénéisons la suspension en la mélangeant.
- Nous prélevons un échantillon de suspension que nous diluons avec de l'huile dans des proportions connues. Nous sommes alors à une fraction volumique telle qu'une mesure rhéologique classique est possible (voir paragraphe 5.4). Nous nous plaçons systématiquement aux alentours de $\phi = 40\%$, de manière à être dans une portion de la courbe où la sensibilité de la viscosité à la fraction volumique ϕ est importante.
- Nous connaissons donc la fraction volumique ϕ de la suspension avec une incertitude $\Delta\phi = 1\%$.
- Pour obtenir la fraction volumique souhaitée pour l'expérience suivante, nous ajoutons des grains ou de l'huile dans des proportions connues.

Avant chaque expérience la suspension est mélangée à l'aide d'une spatule pour assurer sa bonne homogénéité et négliger les effets de la sédimentation. Au delà d'une fraction volumique $\phi = 58\%$, nous dégazons la suspension dans une cuve à vide. Lors d'une expérience sur plan incliné, il est toutefois extrêmement difficile d'éliminer les bulles d'air, car elles se forment de nouveau lors de l'introduction de la suspension dans le réservoir.

5.4 Etude rhéologique des suspensions

5.4.1 Mesure rhéologique classique pour des suspensions

Rhéomètre utilisé

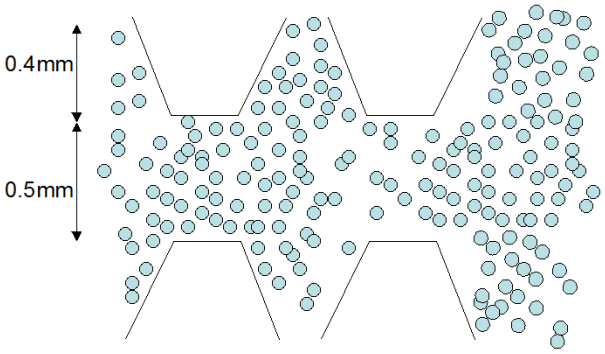


FIGURE 5.5 – *Représentation schématique de la géométrie plan-plan striée.*

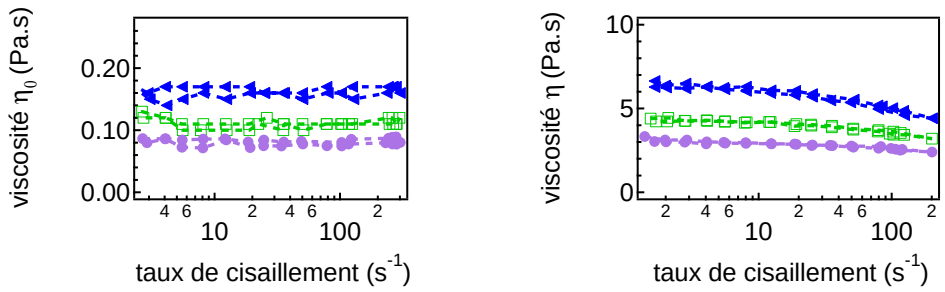
Le rhéomètre utilisé lors de cette thèse est un rhéomètre plan-plan (schéma sur la figure 2.6) de type Haake RS100. La taille de l'entrefer a été fixée à $e = 0.5$ mm pour la caractérisation rhéologique des suspensions. La géométrie est striée, de rugosité 0.4 mm pour éviter le glissement aux parois et de rayon $R = 35$ mm [3]. Sur la figure 5.5, nous représentons un schéma de la surface de la géométrie plan-plan. Si l'on compare la valeur de la rugosité par rapport à la taille des grains, nous constatons que la suspension peut s'écouler entre les interstices. La rugosité effective est donc donnée par le diamètre des grains, empêchant ainsi tout glissement aux parois. L'écoulement dans les rainures est négligeable, ce qui permet de toujours considérer comme un cisaillement simple l'écoulement dans l'entrefer. La taille de l'entrefer choisie est environ une dizaine de fois la valeur du diamètre des grains, valeur préconisée dans la littérature [6]. Cette distance permet de respecter l'hypothèse de milieu continu au sein de l'entrefer.

Mesures rhéologiques

Afin d'assurer une reproductibilité des mesures, nous imposons pour chaque expérience le même protocole. En premier lieu, nous appliquons un pré-cisaillement à $\dot{\gamma} = 200\ \mathrm{s}^{-1}$ pendant $\Delta t = 60$ s. Ensuite nous effectuons un aller-retour entre les valeurs $\dot{\gamma} = 1\ \mathrm{s}^{-1}$ et $\dot{\gamma} = 300\ \mathrm{s}^{-1}$ (voir figure 5.6).

Des mesures rhéologiques pour l'huile et une suspension ($\phi = 0.48$) sont présentées sur la figure 5.6 pour différentes températures. Dans les deux cas, l'aller-retour conduit à des résultats identiques. On constate que pour l'huile, la

3. Avec l'aimable aide de Guylaine Ducouret, laboratoire de Physico-chimie des Polymères et des Milieux Dispersés, ESPCI



(a) (b)

FIGURE 5.6 – $T = 12$ °C (◂), $T = 21$ °C (□), $T = 29$ °C (•)*(a) Viscosité de l'huile pure* η_0 *en fonction du taux de cisaillement (b) Viscosité* η *d'une suspension de fraction volumique* $\phi = 0.48$ *en fonction du taux de cisaillement.*

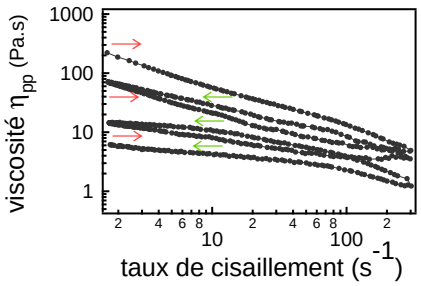
viscosité η_0 est indépendante du taux de cisaillement appliqué à l'échantillon. En revanche, pour la suspension de fraction volumique $\phi = 0.48$, la viscosité η décroît légèrement pour les forts taux de cisaillement, on est en présence d'un comportement légèrement rhéofluidifiant (voir paragraphe 4.4.2) réversible. Les valeurs prises pour estimer la viscosité sont celles qui correspondent au plateau, i.e. pour les bas taux de cisaillement. Au delà de la fraction $\phi = 0.48$, le comportement devient sensiblement différent pour un aller-retour (voir figure 5.7). On ne peut donc plus mesurer aisément une viscosité de cisaillement par une méthode rhéologique classique au-delà de cette fraction de grains.

La viscosité est une fonction décroissante de la température (voir figure 5.8). Lorsque la température augmente, la barrière énergétique pour déplacer une molécule est plus facile et donc au niveau macroscopique, la viscosité décroît (aboutissant à une loi de température de type Arrhénius). Qualitativement, on retrouve cette tendance dans nos expériences. On mesure donc la température au cours de chaque expérience.

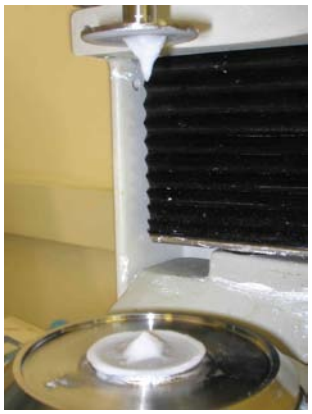
Nous avons vérifié que cette dépendance en température est identique, comme attendu intuitivement, pour l'huile et pour les suspensions. Nous avons testé deux modèles (voir figure 5.8) :

- un modèle empirique de type exponentielle décroissante, de la forme $y = y_0 + Ae^{-\frac{T}{\tau}}$ où τ caractérise la décroissance.
- un modèle de viscosité basé sur un processus d'activation de barrière. Cela correspond à un modèle d'ajustement de type loi d'Arrhénius qui décrit le processus d'activation du saut à travers une barrière et est de la forme $y = y_0 + Ae^{\frac{E}{T}}$.

Les résultats des ajustements sont présentés sur le tableau 5.2. On peut sensiblement considérer que les dépendances en température sont identiques pour la viscosité de l'huile et de la suspension. Dans la suite, nous corrigeons les viscosités



(a)



(b)

FIGURE 5.7 – *(a) Viscosité de cisaillement obtenue avec un rhéomètre plan-plan strié η_{pp} en fonction du taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ pour une fraction de grains $\phi = 0.56$. (b) Photographie de la partie supérieure et inférieure de la géométrie du rhéomètre après une expérience sur une suspension dense en grains $\phi > 50\%$. On peut observer la formation d'un bourrelet intérieur et d'un autre périphérique impliquant une structuration de l'échantillon.*

Fraction de grains ϕ (%)	viscosité mesurée ($T = 21$ °C)	τ (°C)	E (°C)
0	0.101	23.34	14.3
48	4.04	23.66	14.9

TABLE 5.2 – *Paramètres des lois d'ajustement de la viscosité en fonction de la température.*

mesurées selon la température de la pièce en suivant la loi $\eta_2/\eta_1 = e^{-0.043(T_2-T_1)}$.

Sur la figure 5.9, nous représentons la viscosité de cisaillement pour différentes fractions volumiques. Entre $\phi = 0\%$ et $\phi = 40\%$ et dans la gamme de cisaillement testé, le comportement des suspensions est newtonien. Entre $\phi = 40\%$ et $\phi = 48\%$, il y a un léger comportement rhéofluidifiant pour les taux de cisaillement les plus élevés, mais les mesures sont toujours reproductibles. En dessous de $\phi = 48\%$, il est donc légitime de définir une viscosité indépendante de $\dot{\gamma}$ pour une large gamme de taux de cisaillement.

5.4.2 Validation des résultats

Comparaison avec des mesures en géométrie double gap

Christophe Chevalier [25] a testé les mêmes suspensions, avec deux tailles différentes de grains $d = 40$ µm et $d = 80$ µm, dans une géométrie Couette double

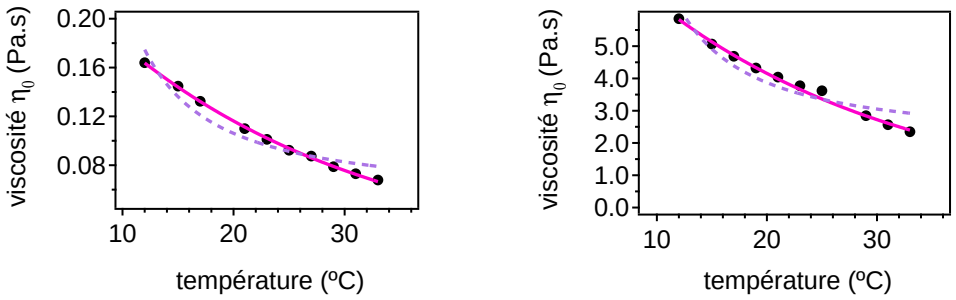


FIGURE 5.8 – *(a) Viscosité de l'huile pure η_0 en fonction de la température (b) Viscosité η d'une suspension de fraction volumique $\phi = 0.48$ en fonction de la température. La ligne en trait plein correspond à un ajustement des données par une loi exponentielle $y = y_0 + Ae^{-\frac{T}{\tau}}$ et celle en pointillé à un ajustement de type loi d'Arrhénius.*

gap (voir paragraphe 2.4.2). Le rhéomètre est commercial (Haake-RS600), d'entrefer $e = 2 \times 0.25$ mm et de rayon moyen $R = 20$ mm. Le rayon est grand devant la taille de l'entrefer, on peut donc considérer que le profil de vitesse est linéaire dans l'entrefer (sauf s'il existe par exemple des phénomènes de localisation de l'écoulement). Le taux de cisaillement y est donc constant. Nous comparons entre $\phi = 0\%$ et $\phi = 40\%$, les mesures obtenues avec un rhéomètre plan-plan η_{pp} et celles obtenues avec un rhéomètre de Couette η_{c}. Sur la figure 5.10 (a), nous constatons que les différentes valeurs de viscosité trouvées sont en bon accord entre elles. Sur cette même figure sont représentés les différents modèles introduits au paragraphe 4.2.3. Nous comparons au paragraphe suivant nos mesures à ces modèles.

Comparaison avec le modèle de Zarraga

Nous utiliserons très souvent le modèle de Zarraga. Nous avons choisi celui-ci parmi les autres modèles empiriques, car il est sans paramètre ajustable. Le modèle de Krieger-Dougherty (voir équation (4.14)) est celui fréquemment utilisé par la communauté scientifique. Toutefois, il nécessite de connaître la fraction volumique maximale ϕ_{m}, accessible uniquement par des techniques locales. Ne connaissant pas ϕ_{m}, il nous imposerait deux paramètres libres. De plus, il ne recouvre pas la limite d'Einstein et n'est donc utilisable que pour des gammes faibles de fraction volumique.

Pour une comparaison plus fine, nous comparons les mesures expérimentales avec celles issues du modèle de Zarraga η_{Z} (c.f. paragraphe 4.2.3) en normalisant les données expérimentales $\eta(\phi)/\eta_{\mathrm{Z}}(\phi)$. La figure 5.10(b) compare les valeurs normalisées pour différentes géométries et tailles de grain. On constate sur ce

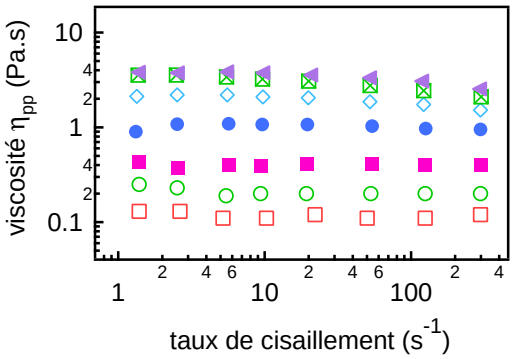


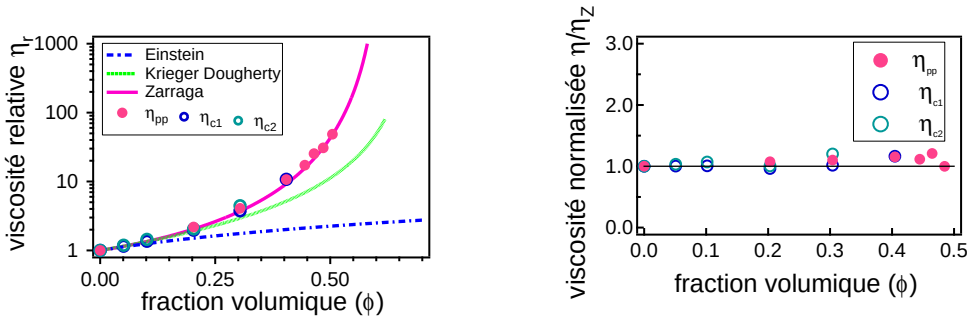
FIGURE 5.9 – *Viscosité de cisaillement obtenue avec un rhéomètre plan-plan strié η_{pp} en fonction du taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ pour différentes fractions de grain ϕ à T = 20 °C [ϕ = 48% (◂), ϕ = 46% (⊠), ϕ = 44% (◇), ϕ = 40% (●), ϕ = 30% (▪), ϕ = 20% (○), ϕ = 0% (□)].*

graphique, que pour les trois expériences présentées, il y a un très bon accord avec une précision de l'ordre de 10%. Tracé en échelle linéaire, cela constitue un test fort de la cohérence de nos données avec le modèle de Zarraga. On peut donc en déduire que le modèle de Zarraga décrit correctement les données jusqu'à une fraction volumique ϕ = 48% pour la géométrie plan-plan et jusqu'à la fraction volumique ϕ = 40% pour la géométrie de Couette. De plus, notre protocole expérimental est validé pour la mesure de la viscosité des suspensions dans cette gamme de fraction volumique ϕ.

Le très bon accord entre les différents résultats expérimentaux, obtenus avec différentes géométries, et le modèle de Zarraga prouve qu'en dessous d'une fraction volumique ϕ = 50%, on peut négliger la migration (c.f. paragraphe 4.3.1) et l'agrégation de particules (c.f. paragraphe 4.1.5).

5.5 Conclusion

On peut donc déduire de ce chapitre qu'au delà d'une fraction volumique ϕ = 50%, la rhéologie "classique" ne permet pas de mesurer aisément une viscosité. De plus, les effets de glissement aux parois, localisation et migration de particules induisent d'énormes difficultés pour mesurer la viscosité des suspensions. Il a été montré qu'il est plus approprié de travailler à contrainte fixée [67] pour l'étude des suspensions denses, mais aussi qu'il est nécessaire de tenir compte de la migration de particules [66, 116]. Huang *et al.* [66] décrivent une mesure dans un rhéomètre de Couette. Toutefois, leur méthode ne permet pas de s'affranchir totalement des problèmes de migration de particules. Nous verrons dans la partie suivante que le plan incliné peut être vu comme un bon rhéomètre pour les suspensions denses



(a) (b)

FIGURE 5.10 – *(a) Viscosité de la suspension en fonction de la fraction volumique ϕ pour différentes géométries : η_{pp} (plan-plan), η_{c1} (géométrie de Couette, $d = 40$ µm) et η_{c2} (géométrie de Couette, $d = 80$ µm). η_c sont obtenues par Christophe Chevalier [25].(b) Viscosité normalisée de la suspension $\eta(\phi)/\eta_Z(\phi)$, avec η_Z la viscosité extrapolée du modèle de Zarraga pour la fraction volumique de l'expérience.*

en grains car il permet de mesurer aisément une viscosité jusqu'à des fractions volumiques $\phi = 60\%$ en s'affranchissant des problèmes de migration.

Chapitre 6

Rhéologie des suspensions sur un plan incliné

Puisque la rhéologie classique est mise en échec dans le cas des suspensions denses, nous allons utiliser un rhéomètre original dans le cadre de cette thèse : le plan incliné. Pendant l'écoulement, celui-ci a la particularité de fixer dans toute la couche le rapport entre contrainte tangentielle et contrainte normale par l'angle selon la relation (figure 6.1) :

$$\tan\theta = \left|\frac{\sigma_{xy}}{\sigma_{yy}}\right| \ , \tag{6.1}$$

où (Ox) est la direction parallèle au plan et (Oy) la direction perpendiculaire au plan. Celles-ci s'écrivent dans la couche :

$$\sigma_{xy}(y) = \rho g \sin\theta(h-y) \quad \text{et} \quad \sigma_{yy}(y) = \rho g \cos\theta(h-y) \ . \tag{6.2}$$

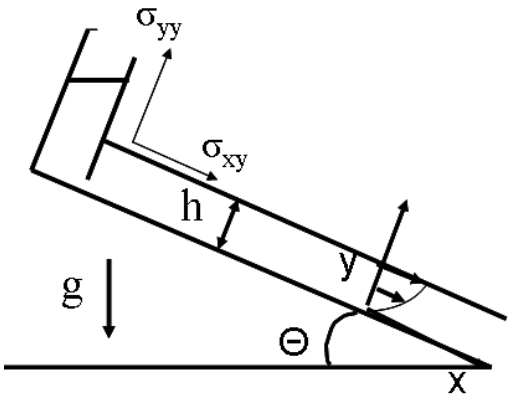


FIGURE 6.1 – *Schéma en coupe du plan incliné et des contraintes s'exerçant sur la couche.*

L'étude sur plan incliné présente deux avantages par rapport à un rhéomètre classique :

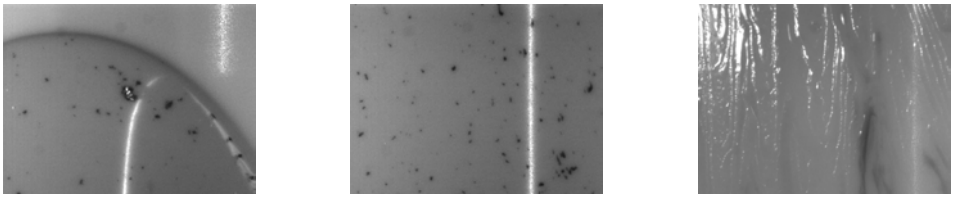
- La hauteur de la couche et donc la contrainte de cisaillement sont adaptées par le matériau lui-même.
- La contrainte normale est connue et donnée par la hauteur h.
- Il limite les déformations. La visualisation de l'écoulement a lieu 10 cm après le réservoir et la hauteur de la couche varie typiquement entre 2 et 10 mm. Les déformations typiques sont donc de l'ordre de 10 à 50. Nous limitons alors énormément les effets de la migration par rapport à un rhéomètre classique où la déformation est plutôt d'un ordre de grandeur supérieure.

De nombreuses études le décrivent comme un excellent rhéomètre pour une large gamme de fluides complexes : matériaux granulaires secs [97] ou immergés [22], neige [107], fluides viscoplastiques [23, 29]. L'idée générale de ce chapitre est de mesurer la viscosité des suspensions dans une gamme de fractions volumiques telle que, jusqu'à maintenant, ce n'était possible que par des techniques lourdes et coûteuses (e.g IRM [91]).

Les expériences présentées dans ce chapitre durent une dizaine de minutes et ont été effectuées pour des angles $\theta = 5\,^\circ$ et $\theta = 15\,^\circ$ uniquement. Dans ces conditions, nous allons voir que la rhéologie des suspensions est bien décrite par un fluide effectif.

6.1 Lois d'écoulement et comportement

6.1.1 Écoulement de la suspension



(a) (b) (c)

FIGURE 6.2 – *Photographies de l'écoulement pour une suspension de fraction volumique $\phi = 52.3\%$ à $\theta = 15\,^\circ$ (a) Passage du front (b) Au milieu de l'écoulement (c) A l'arrêt, on note une structuration de l'écoulement.*

L'écoulement de la suspension se déroule toujours selon le même schéma :

- Passage du front. C'est le seul instant où l'on a accès à la vitesse moyenne de l'écoulement, via la mesure de la vitesse du front v_f. En effet, même si nous connaissons le flux instantané au niveau du réservoir, comme celui

ci varie avec le temps, nous ne pouvons déterminer simplement la vitesse moyenne au niveau du champ d'observation (décalage en temps).
- Écoulement établi. C'est dans cette période de l'écoulement que nous mesurons la hauteur h et la vitesse de surface v_s.
- Arrêt de l'écoulement. On observe des zones fixes et d'autres en mouvement, ce qui conduit à une structuration de l'écoulement, puis à l'arrêt complet pour des hauteurs très fines.

Pour les fractions volumiques supérieures à 58%, l'écoulement a tendance à se déformer sur ses bords (voir photographie 6.3), ainsi qu'à s'autochenaliser, c'est-à-dire qu'il n'occupe pas toute la largeur du canal. En deçà de cette fraction, l'écoulement occupe toute la largeur du canal et est donc confiné.

Dans ce chapitre, nous nous concentrerons sur le début de l'écoulement. La dynamique avant l'arrêt sera traitée dans le chapitre 7.

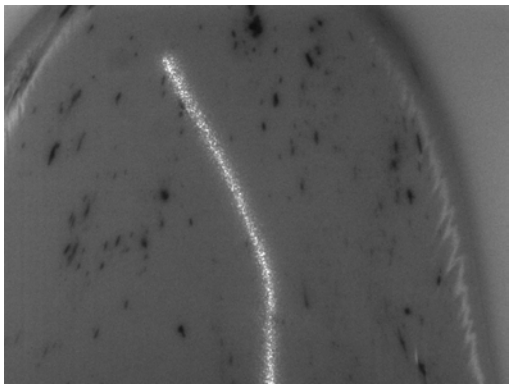


FIGURE 6.3 – *Photographie du passage du front d'une suspension de fraction volumique $\phi = 59\%$ pour un angle $\theta = 15$ °. Pour ces suspensions très denses, on note une déformation sur les côtés du front.*

6.1.2 Modèle de fluide visqueux effectif

Coussot *et al.* [35] montrent que la bentonite (suspension argileuse), ne s'écoule pas en dessous d'un certain angle. Sur un plan incliné, la relation entre contrainte et hauteur est donnée par l'équation (3.5) : $\sigma_{xy}(y) = \rho g \sin\theta(h - y)$, avec (Oy) la direction perpendiculaire au plan. Ainsi, pour un fluide à seuil idéal, l'écoulement s'arrête quand la contrainte de cisaillement devient égale à la contrainte seuil σ_c (voir paragraphe 2.1.2) pour une hauteur $h_c = \sigma_c/\rho g \sin\theta$. Dans notre cas, les suspensions s'écoulent quels que soient les angles ou les fractions volumiques. A la fin de l'écoulement, lorsque la suspension se fige, les hauteurs sont de l'ordre d'une dizaine de taille de grains. Avec notre résolution, nous pouvons considérer notre suspension comme un fluide newtonien sans effet de seuil.

Il peut paraître contre intuitif de ne pas "ressentir" l'effet des grains pour ces suspensions denses, pouvant conduire à des effets de blocage. On peut imaginer

que l'isodensité étant quasiment parfaite $\Delta\rho = 20\,\mathrm{kg\,m^{-3}}$, il n'y a pas de pression granulaire. Toute la pression est absorbée par le fluide. Le comportement s'apparente alors à celui d'un fluide sans seuil.

Dans le cas de l'écoulement d'un fluide visqueux newtonien, l'équation constitutive (2.2) est : $\sigma_{xy} = \eta\dot{\gamma} = \eta\frac{dv_x}{dy}$. Sur le plan incliné, un élément de particule fluide n'est soumis qu'à la gravité et au cisaillement. Par symétrie du problème, la vitesse est portée par l'axe (Ox) et ne dépend que de y. L'équation de Navier-Stokes (2.16), en régime stationnaire, s'écrit alors $\rho g \sin\theta + \frac{d\sigma_{xy}}{dy} = 0$. Cela conduit à une expression de la vitesse dans l'écoulement de la forme :

$$v(y) = \frac{\rho g \sin\theta}{2\eta} y(2h - y) \ , \tag{6.3}$$

où ρ est la masse volumique du fluide, η sa viscosité et h la hauteur de la couche. La vitesse à la surface $y = h$ et la vitesse moyenne $< v >$ pour l'écoulement d'un fluide newtonien sont alors données par :

$$v_s = v(h) = \frac{\rho g h^2 \sin\theta}{2\eta} \quad \text{et} \quad < v >= \frac{1}{h}\int_0^h v(y)dy = \frac{\rho g h^2 \sin\theta}{3\eta} = \frac{2}{3}v_s \ . \tag{6.4}$$

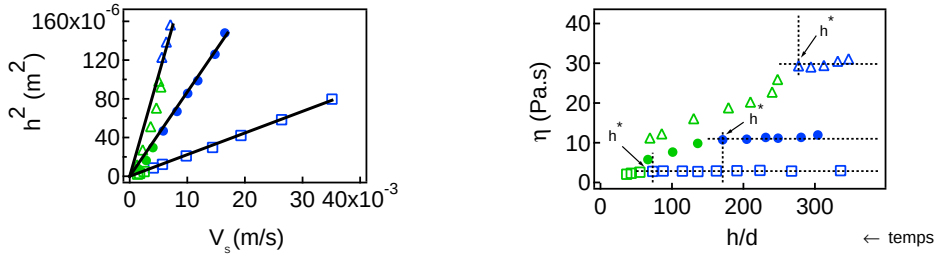
Cette formulation de la vitesse implique que le fluide est newtonien (il doit donc s'écouler quel que soit l'angle, ce qui est en accord avec nos observations expérimentales). A chaque instant, nous connaissons la hauteur h et la vitesse de surface v_s (voir paragraphe 5.1.3). Dans le cadre de ce modèle visqueux, la viscosité lors d'un écoulement sur plan incliné est définie par :

$$\eta = \frac{\rho g h^2 \sin\theta}{2v_s} \ . \tag{6.5}$$

6.2 Mesure d'une viscosité effective

6.2.1 Comportement des suspensions

Pour un fluide newtonien, l'équation (6.4) implique que la vitesse de surface v_s et la hauteur h^2 sont proportionnelles. Sur la figure 6.4(a) nous représentons des données expérimentales pour trois expériences typiques : au début de l'expérience, pour les grandes hauteurs, la relation entre h^2 et v_s est linéaire. Cela signifie que l'écoulement peut être décrit par un modèle de type fluide visqueux. La pente est alors directement proportionnelle à la mesure d'une viscosité macroscopique définie selon la relation (6.5). Systématiquement, pour les couches les plus minces (donc à la fin de l'expérience) il y a une déviation du comportement visqueux. h^2 n'est alors plus proportionnel à v_s. On observe très nettement cette tendance sur la figure 6.4(b) où la viscosité mesurée η est représentée en fonction de h/d. Au début de l'expérience (pour les grandes hauteurs), les valeurs de η



(a) (b)

FIGURE 6.4 – *(a) Comportement visqueux sur le plan incliné : Représentation de l'épaisseur élevée au carré h^2 en fonction de la vitesse de surface v_s pour l'angle $\theta = 15°$ et trois fractions volumiques différentes : $\phi_3 = 57.8\%$ (△), $\phi_2 = 53.6\%$ (•), $\phi_1 = 48.8\%$ (□). (b) Viscosité η en fonction de la hauteur adimensionnée h/d. La ligne en pointillé représente la valeur moyenne du plateau et donc la valeur de la viscosité mesurée $\eta_{ip}(\phi)$. $h^\star$ est la hauteur à laquelle il y a un changement de régime.*

se situent sur un plateau. Cela prouve que dans ce régime, la viscosité est indépendante à la fois du taux de cisaillement et de la pression de confinement (voir expression de σ_{yy} dans l'équation (3.5)).

Nous établissons à partir des courbes représentées sur la figure 6.4(b) un protocole de de mesure de viscosité $\eta_{\rm ip}$ à l'aide du plan incliné. Nous définissons une viscosité de la suspension $\eta_{\rm ip}$ mesurée sur le plan par :

$$\eta_{\rm ip}(\phi) = \frac{\rho g h^2 \sin\theta}{2V_{\rm s}} \ , \tag{6.6}$$

mesurée dans le domaine où η en fonction de la hauteur h est représentée par un plateau.

La gamme de taux de cisaillement et de pression de confinement explorée varie en fonction de la fraction volumique ϕ. Pour les faibles fractions volumiques, la gamme typique de pression est de 10 à 150 Pa et de taux de cisaillement de 1 à 10 s^{-1}. Pour les fortes fractions volumiques, la gamme de pression est de 100 à 150 Pa et le taux de cisaillement de 0.1 à 1 s^{-1} (nous rappelons que nous explorons une gamme de 1 à 200 s^{-1} par des méthodes de rhéologie classique).

Pour chaque expérience, pour les faibles valeurs de hauteur, nous observons une déviation de ce modèle visqueux et une chute de la valeur de la viscosité. Il est à noter que la déviation se produit pour les faibles taux de cisaillement. On ne peut donc associer le comportement observé à un comportement rhéofluidifiant. Nous discuterons plus en détail, dans la partie 6.3, la déviation d'un modèle visqueux classique.

Nous définissons $h^\star$ comme la hauteur de changement de régime pour nos expériences telle qu'en dessous il n'est plus possible de mesurer la viscosité de la suspension. Nous mesurons $h^\star$ comme la plus faible valeur de la hauteur dans le régime "visqueux", i.e. η est constant (Fig. 6.4) et dévie de 5% par rapport à sa valeur moyenne.

6.2.2 Mesure d'une viscosité

Nous définissons la viscosité globale mesurée $\eta_{\rm ip}$ sur le plan incliné, comme la valeur moyenne du plateau mesurée pour chaque expérience (Fig. 6.4(b)). Nous employons dans la suite de cette thèse le terme de viscosité globale par opposition à une mesure locale de viscosité.

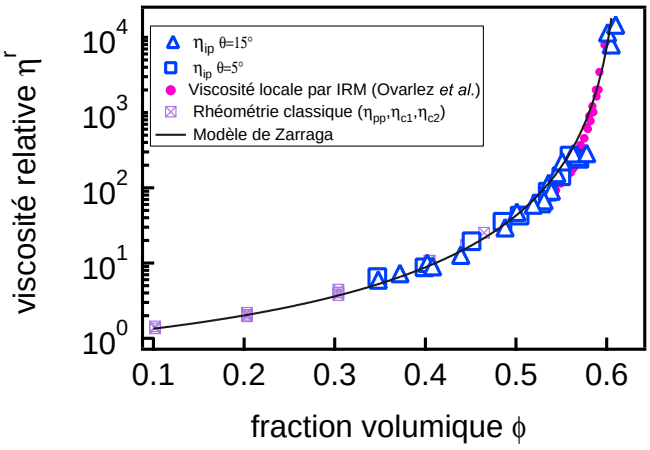


FIGURE 6.5 – *Viscosité relative de cisaillement $\eta^{\rm r}(\phi) = \eta(\phi)/\eta_0$ en fonction de la fraction volumique ϕ : rhéométrie sur plan incliné (□, △), rhéométrie classique (⊠) ou mesures locales [91] (•). La ligne représente la prédiction du modèle de Zarraga [120].*

Les résultats pour $\eta^{\rm r}(\phi) = \eta_{\rm ip}(\phi)/\eta_0$, déduites des mesures sur plan incliné, sont représentés sur la figure 6.5 pour différents angles $\theta = 5\,^\circ$ ou $\theta = 15\,^\circ$. La viscosité mesurée est indépendante de l'angle d'inclinaison du plan incliné avec l'horizontale. C'est encore une preuve que dans la gamme de fraction volumique testée (de 35% à 61%), la viscosité est indépendante du taux de cisaillement et de la pression de confinement.

Sur cette figure 6.5, nous comparons aussi les résultats sur plan incliné avec les expériences de rhéologie classique décrites au paragraphe 5.4.2. Dans le domaine de fraction volumique accessible par la rhéologie classique, i.e. $\phi < 48\%$, on note un très bon accord avec les mesures sur plan incliné. Pour les fractions volumiques $\phi > 48\%$, nous ne pouvons comparer qu'à des mesures locales obte-

nues par Ovarlez *et al.* [91] utilisant un IRM (technique de mesure décrite au paragraphe 2.4.3). Nos données sont en très bon accord avec des mesures locales qui s'affranchissent des problèmes de structuration. Le plan incliné permet donc, au niveau macroscopique, une mesure globale de la viscosité. Dans le futur, on pourrait donc généraliser cette technique simple à l'étude de suspensions plus complexes : rugosité des grains, polydispersité...Cette méthode pourrait aussi être développée lors d'expériences sur le terrain avec un plan incliné miniaturisé.

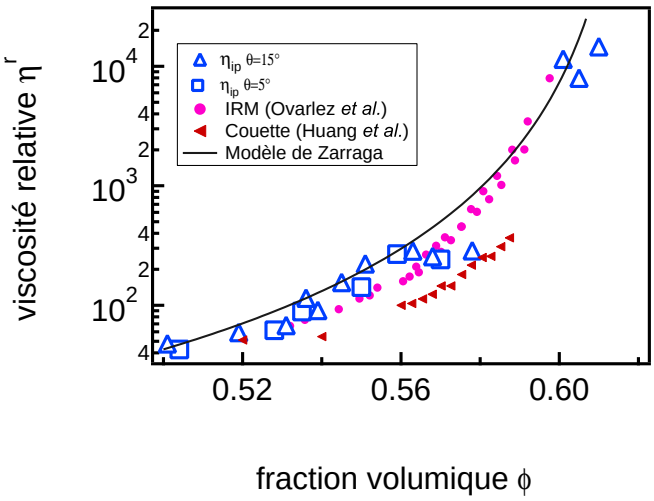


FIGURE 6.6 – *Viscosité relative de cisaillement $\eta^r(\phi) = \eta(\phi)/\eta_0$ en fonction de la fraction volumique ϕ : rhéométrie sur plan incliné (□, △), rhéométrie de Couette [66] (◂) ou mesures locales [91] (•).*

Nous comparons aussi nos résultats à ceux de Huang *et al.* dans une cellule de Couette [66]. Sur la figure 6.6 (c'est un zoom de la figure 6.5 pour les fractions $\phi > 52\%$), nous présentons nos propres mesures, des mesures locales [91], ainsi que celles de Huang *et al.* . Nous constatons que les mesures globales en cellule de Couette sont du bon ordre de grandeur, mais systématiquement plus faibles que les mesures locales. Une viscosité mesurée plus faible est la signature d'une migration de particules (glissement aux parois négligeable) des régions de fort taux de cisaillement vers celles de faible cisaillement [81] (c.f paragraphe 4.3.1). Pour que les mesures de viscosité soient pertinentes dans une cellule de Couette, il est nécessaire que l'entrefer soit plus grand que quelques tailles de grain, mais suffisamment petit pour minimiser les effets de la migration de particules et donc que la fraction volumique soit homogène. Cette condition est difficile à atteindre expérimentalement. Une mesure classique n'est donc pas interprétable sans information supplémentaire. Cela nécessite alors l'utilisation d'une technique locale non-intrusive (e.g. IRM) ou d'une suspension iso-indice (donc transparente pour mesurer les vitesses des particules).

6.2.3 Comparaison avec des modèles semi-empiriques

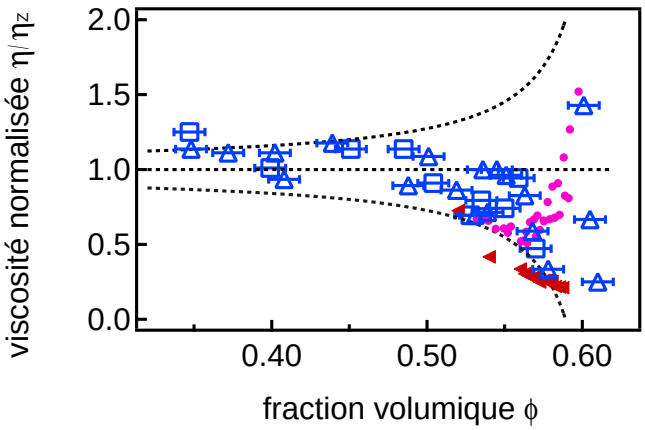


FIGURE 6.7 – *Viscosité de cisaillement adimensionnée par la viscosité de Zarraga $\eta(\phi)/\eta_Z$ en fonction de la fraction volumique ϕ : rhéométrie sur plan incliné ($\square, \triangle$), rhéométrie de Couette [66] ($\blacktriangleleft$) ou mesures locales [91] ($\bullet$). La ligne en pointillé représente l'erreur sur l'estimation du modèle de Zarraga η_Z due à l'erreur $\Delta\phi = 0.01$ sur la mesure de la fraction volumique [120].*

Pour une comparaison plus fine des données avec le modèle de Zarraga, nous représentons les données adimensionnées par la valeur prédite par le modèle η_Z sur une échelle linéaire. Nous représentons aussi sur la figure 6.7 les barres erreurs prenant en compte l'incertitude $\Delta\phi = 1\%$ sur la fraction volumique. En dessous d'une fraction volumique $\phi = 55\%$, il y a un accord expérimental excellent entre nos valeurs et celles du modèle. Au delà de $\phi = 55\%$, nous observons une déviation systématique de nos mesures avec celles du modèle, mais comprise dans la barre d'erreur. Sur cette figure, nous constatons que les données locales d'Ovarlez *et al.* [91] vérifient une tendance tout à fait similaire. En revanche, les données globales en cellule de Couette d'Huang *et al.* [66] se situent hors de la barre d'erreur, confirmant qu'il est difficile de prendre correctement en compte l'effet de la migration de particules. Nous avons ainsi testé le modèle semi-empirique de Zarraga, auquel on ne peut accorder une confiance absolue.

Le modèle de Krieger-Dougherty (4.14) est le plus utilisé pour présenter les mesures rhéologiques des suspensions. Pour les données locales présentées ici, Ovarlez *et al.* [91] obtiennent $n = 2$ et $\phi_m = 0.605$, où ϕ_m est déterminé à partir de mesures locales de fraction volumique. Nous n'avons pas accès dans notre cas à une valeur expérimentale de ϕ_m. Nous ne pouvons alors utiliser le modèle de Krieger-Dougherty uniquement comme un modèle à deux paramètres ajustables. Sur la figure 6.8, nous comparons nos données au modèle de Krieger-Dougherty dont les paramètres sont ajustés pour les mesures locales. Remarquons qu'ils utilisent une fraction maximale de $\phi_m = 60.5\%$ comme paramètre d'ajustement,

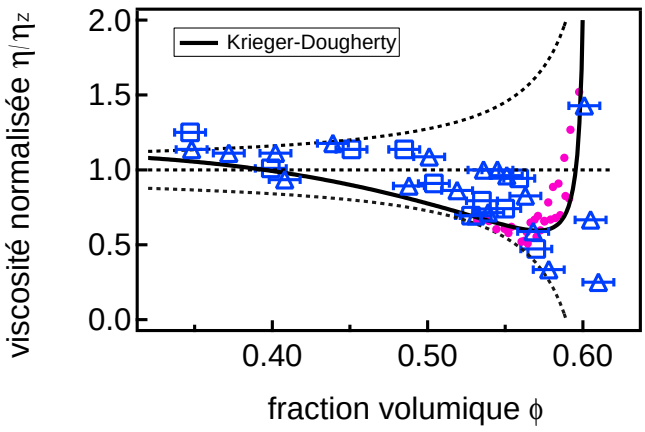


FIGURE 6.8 – *Viscosité de cisaillement adimensionnée par la viscosité de Zarraga $\eta(\phi)/\eta_Z$ en fonction de la fraction volumique ϕ : rhéométrie sur plan incliné ($\square, \triangle$) ou mesures locales [91] ($\bullet$). La ligne en trait plein correspond au modèle de Krieger-Dougherty ajusté pour les mesures locales. La ligne en pointillé représente l'erreur sur l'estimation du modèle de Zarraga η_Z due à l'erreur $\Delta\phi = 0.01$ sur la mesure de la fraction volumique [120].*

alors que nos expériences sont pour des fractions volumiques allant jusqu'à $\phi = 61\%$. Toutefois, nos mesures de fraction volumique étant entachées d'une erreur de 1%, ce n'est pas contradictoire. Nous pouvons constater sur la figure 6.8 que pour les fractions volumiques supérieures à 55%, le modèle de Krieger-Dougherty reproduit plus fidèlement la tendance de nos données. Cela conduit alors à un ajustement de nos données selon la relation :

$$\eta^r(\phi) = \frac{\eta}{\eta_0}\left(1 - \frac{\phi}{0.605}\right)^{-2} , \tag{6.7}$$

près de la fraction volumique maximale ϕ_m.

Mills et Snabre [86] ont développé très récemment un modèle rendant compte de cette dépendance en $(\phi_m - \phi)^{-2}$. An niveau mésoscopique, proche de la fraction volumique maximale ϕ_m, ils considèrent que la suspension est formée de N_c grains piégés dans des amas (clusters) au milieu de N_f particules libres. Cette approche conduit à considérer la contrainte de cisaillement comme la somme d'une contribution visqueuse et d'une contribution frictionnelle. Proche de la transition de blocage (jamming), le terme frictionnel devient dominant : les particules bloquées dans les clusters entrent en contact, la pression granulaire augmente alors. Ce modèle prédit une viscosité sous la forme :

$$\eta \propto \eta_0(\phi_m - \phi)^{-2} , \tag{6.8}$$

où η_0 est la viscosité interstitielle du fluide. Cela décrit donc une singularité en $(\phi_m - \phi)^{-2}$ au voisinage de la fraction volumique maximale ϕ_m. Nos données sur plan incliné correspondent donc aux prédictions de Mills et Snabre.

Le très bon accord entre nos mesures de viscosité sur plan incliné et des mesures locales nous permet de valider notre protocole expérimental. Nous pouvons alors définir une équation constitutive pour l'écoulement des suspensions sur plan incliné, quand $h < h^\star$: l'écoulement est gouverné par $\sigma = \eta(\phi)\dot{\gamma}$. Nous pouvons déterminer $\eta(\phi)$ qui peut être comparé au modèle de Zarraga (4.16). De plus, nos estimations pourraient être utiles à l'élaboration d'un modèle plus approprié couvrant toute la gamme de fractions volumiques.

6.3 Discussion et limites d'un modèle visqueux

6.3.1 Migration de particules

Distance typique de migration

Un très bon accord entre nos mesures globales et des mesures locales indique que la fraction volumique en grains reste homogène dans la couche et donc la migration de particules peut être négligée dans notre montage. Un très grand nombre de données expérimentales et théoriques [2, 19, 56, 81, 87] décrivent une migration des régions de fort taux de cisaillement vers celles de faible taux de cisaillement, liée à la distribution de contraintes normales. Nous souhaitons a posteriori vérifier que la distance typique de migration est négligeable. La conséquence de la migration est une non-homogénéité de la fraction volumique ϕ dans l'échantillon. Nott et Brady [88] montrent que la migration est un phénomène diffusif. Les particules migrent pendant un temps t sur une distance a définie par :

$$a = 2(D_{\dot{\gamma}} t)^{1/2} , \tag{6.9}$$

où $D_{\dot{\gamma}}$ est le coefficient de diffusion. On peut l'écrire sous la forme :

$$D_{\dot{\gamma}} = \frac{d^2 \dot{\gamma} \bar{D}(\phi)}{4} , \tag{6.10}$$

avec $\bar{D}(\phi)$, coefficient de diffusion adimensionné avec, pour $\phi > 30\%$, ce qui correspond aux valeurs utilisées dans nos expériences, $12\bar{D}(\phi) \approx 1$ [88] (paragraphe 4.3.1). d est le diamètre des particules et $\dot{\gamma}$ le taux de cisaillement moyen. Dans nos expériences, on peut définir un temps caractéristique t à partir de la vitesse moyenne $< v >$ et de la distance entre le point de mesure et la sortie du réservoir $L = 10$ cm :

$$t = \frac{L}{< v >} . \tag{6.11}$$

Le taux de cisaillement moyen dans la couche de hauteur h est donné par :

$$\dot{\gamma} = \frac{3 < v >}{2h} \ . \tag{6.12}$$

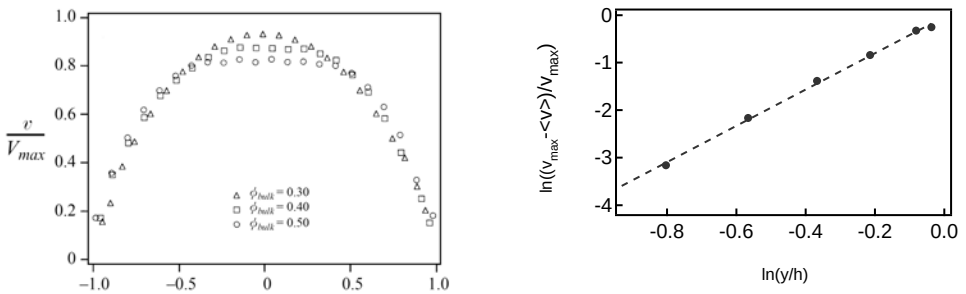
On trouve alors une distance de migration :

$$a = \frac{1}{2\sqrt{2}} \left(\frac{d^2 L}{h} \right)^{1/2} \ . \tag{6.13}$$

L'effet de la migration de particules est plus important pour les couches de faible hauteur h. Une hauteur typique minimale pour le régime visqueux est $h = 2$ mm, ce qui conduit à $a = 0.1$ mm. Les particules migrent donc sur des distances correspondant à environ 1/20 de la hauteur de la couche. Pour que le profil de concentration soit totalement établi, une migration sur la moitié de la couche est nécessaire [88]. Cette estimation indique que l'influence de la migration est faible dans l'échantillon.

Timberlake et Morris [117] décrivent des expériences très similaires aux nôtres : écoulement de suspensions sur plan incliné pour des hauteurs de couche de l'ordre de 50 fois le diamètre des grains et des distances d'observation allant jusqu'à $L = 137$ cm. Dans leur cas les profils de vitesse ont tendance à évoluer vers des profils de type "bouchon". Les effets de migration de particules sont donc bien plus importants dans leurs expériences. Nous pensons que cette différence est due au fait que, dans leur système, les hauteurs et les déformations sont plus importantes.

Profil de vitesse



(a) (b)

FIGURE 6.9 – *Données de profil de vitesse (l'état d'équilibre des flux de particule est atteint) obtenues dans une cellule de Hele-Shaw par Lyon et Leal [83] d'épaisseur h : (a) Influence de la fraction volumique initiale sur le profil d'écoulement. (b) Loi d'ajustement d'un profil.*

S'il y avait migration sous cisaillement, les grains auraient tendance à migrer du bas de la couche vers le haut de la couche (région moins cisaillée). Expérimentalement, si les temps sont grands devant ceux de migration, la fraction volumique doit être plus importante en $y = h$, donc la viscosité locale doit être plus importante. Le profil de vitesse parabolique (6.4) doit donc s'aplatir. Nous allons faire l'hypothèse d'une migration de particules et modéliser le profil de vitesse par une loi de puissance d'exposant $n > 2$:

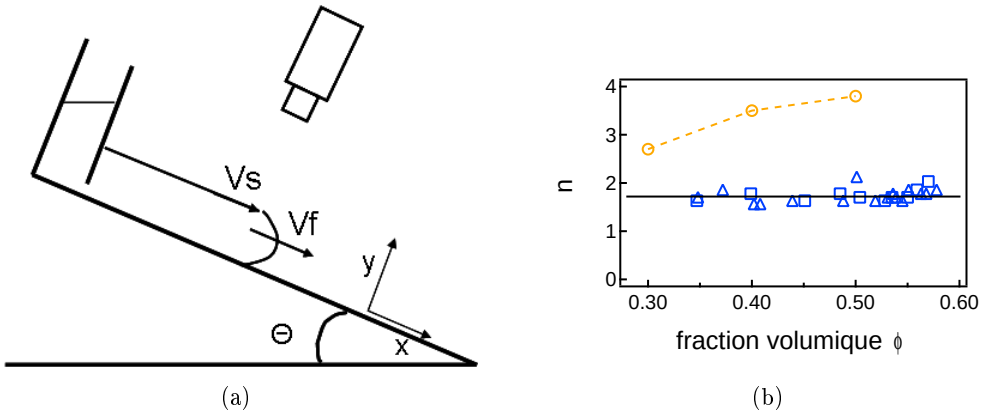
$$v(y) = v_s \left(1 - \left(\frac{y-h}{h}\right)^n\right) , \tag{6.14}$$

où $v(y)$ est la vitesse à l'altitude y et v_s la vitesse de surface en $y = h$.

La vitesse moyenne est alors reliée à la vitesse de surface par les relations :

$$< v >= \frac{n}{n+1} v_s , \quad \text{soit} \quad n = \frac{1}{\frac{v_s}{<v>} - 1} . \tag{6.15}$$

La sensibilité de la fraction volumique sur la viscosité est une fonction croissante de la fraction volumique. Ainsi, même si le coefficient de diffusion $D(\phi)$ est indépendant de ϕ pour $\phi > 30\%$, le profil de vitesse sera plus aplati pour les fractions les plus importantes et donc la valeur de n plus importante.



(a) (b)

FIGURE 6.10 – *Profil d'écoulement : (a) Représentation schématique de la vitesse de surface v_s et de la vitesse moyenne $< v >$ quand le front passe sous la caméra. (b) Loi de puissance définie selon l'équation (6.15) en fonction de la fraction volumique ϕ : $\theta = 15°$ ($\triangle$), $\theta = 5°$ ($\square$), obtenue sur le plan incliné et ($\circ$) déduit du profil de vitesse dans une cellule de Hele-Shaw par Lyon et Leal [83]. Le trait pointillé est un guide pour les yeux. La ligne $n = 2$ représente la valeur attendue pour un profil de vitesse parabolique.*

Lyon et Leal [83] ont mesuré le profil de vitesse dans une cellule de hauteur h pour 3 fractions volumiques ϕ différentes. Leurs profils de vitesse sont déviés d'un

profil parabolique et nous les avons ajustés selon un profil en loi de puissance de la forme :

$$v(y) = v_{\max}\left(1 - (\frac{y}{h})^n\right) \ , \quad \text{soit} \quad \ln\left(1 - \frac{v(y)}{v_{\max}}\right) = n \ln\left(\frac{y}{h}\right) \ . \tag{6.16}$$

En représentant $\ln(1 - v(y)/v_{\max})$ en fonction de $\ln(\frac{y}{h})$, nous avons alors directement accès à la valeur de l'exposant n

Expérimentalement, nous connaissons la vitesse de surface v_s et la vitesse du front que nous assimilons à la vitesse moyenne $< v >$. Lors du passage du front, nous pouvons donc déterminer n selon la relation (6.15) au début de chaque expérience et pour différentes fractions volumiques. Les résultats obtenus pour différents angles sont représentés sur la figure 6.10(b). Nous trouvons systématiquement une valeur de n légèrement inférieure à la valeur $n = 2$ attendue pour un profil de Poiseuille. Nous comparons ensuite nos données à celles de Lyon et Leal dans une cellule de Hele-Shaw. Dans leur cas, comme attendu, la valeur de n est une fonction croissante de la fraction volumique. En revanche, dans nos expériences, nous ne constatons aucune dépendance avec la fraction volumique ϕ et les valeurs de n mesurées sont systématiquement inférieures à celles mesurées par Lyon et Leal. Nous avons donc une preuve expérimentale qu'il est légitime de négliger la migration de particules dans nos expériences.

Notons que la migration de particules est fortement liée dans la littérature [2, 19, 56, 80, 87] à la distribution de contraintes normales. Celle-ci dépend très fortement de la géométrie étudiée. En parallèle aux observation de Lyon et Leal [83], Isa *et al.* [68] décrivent dans le cas d'un tube capillaire la formation d'un profil de vitesse "bouchon", pour des suspensions colloïdales. La distribution de contraintes normales sur plan incliné, ainsi que l'amplitude des déformations (comme nous l'avons souligné dans le préambule) sont différentes de celles dans un capillaire ou une cellule de Hele-Shaw, ce qui peut expliquer que nous puissions négliger la migration de particules.

Expériences complémentaires

Nous avons conduit 3 expériences complémentaires : deux pour une taille de grains de diamètre $d = 80$ µm, et l'autre pour une position d'observation différente sur le plan ($L = 20$ cm). Nous n'observons pas de différence de comportement. Ces points de mesure sont reportés sur la figure 6.11. Nous constatons que la taille des grains ou la déformation ne modifient pas la valeur de la viscosité mesurée. De ces points de mesure nous pouvons tirer plusieurs conclusions :

- Il est tout à fait légitime de considérer la suspension comme isodense, car la vitesse de sédimentation varie comme d^2 (c.f. force de Stokes définie au paragraphe 4.1.4). Nous vérifions donc a posteriori que les effets de sédimentation sont négligeables au sein de la suspension.

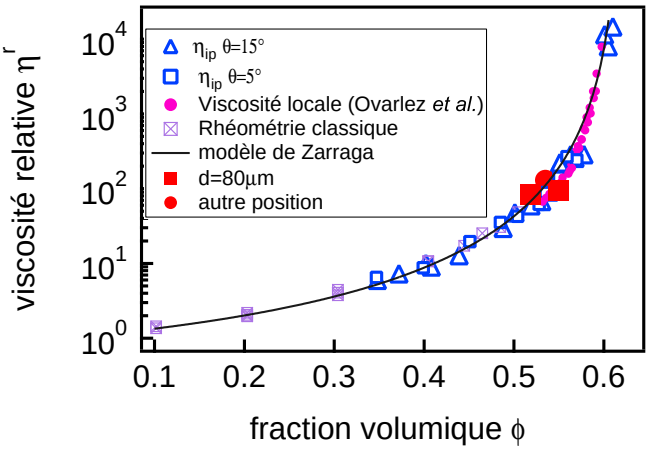


FIGURE 6.11 – *Expériences complémentaires pour une taille de grains* $d = 80$ µm *et une position de mesure* $L = 20$ cm.

– La migration de particules dépend elle aussi de la taille des grains en d^2 (c.f. paragraphe 4.3.1). Si la migration jouait un rôle prépondérant dans notre système, nous devrions donc avoir une dépendance avec la taille des grains et la déformation (c'est-à-dire une autre position de mesure sur le plan), ce qui n'est pas le cas. Nous pouvons donc négliger l'influence de la migration de particules dans notre mesure de viscosité.

6.3.2 Limites d'un comportement visqueux

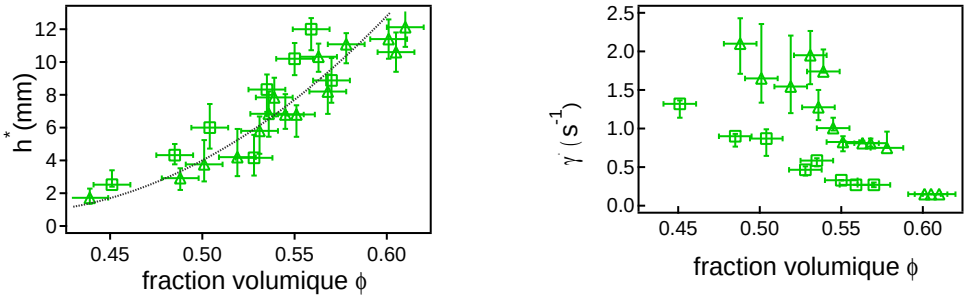


FIGURE 6.12 – *Limites du modèle visqueux : (a) Hauteur de changement de régime* $h^\star$. *(b) Taux de cisaillement moyen* $\dot{\gamma}$ *délimitant la fin du régime visqueux :* $\theta = 15°$ *(△),* $\theta = 5°$ *(□), la ligne pointillée est un guide pour les yeux.*

Sur la figure 6.4, nous avons déjà constaté une déviation systématique du comportement visqueux pour les épaisseurs de couche les plus faibles, ce qui correspond temporellement à la fin de l'expérience. Au delà d'une valeur notée $h^\star$, la viscosité définie selon (6.5) n'est plus constante et décroît.

La valeur de $h^\star$ dépend très fortement de la valeur de la fraction volumique de la suspension ϕ, mais est indépendante de l'angle θ, comme nous pouvons le constater sur la figure 6.12(a). Plus la fraction volumique est élevée, plus la déviation se produit tôt lors de l'expérience et donc plus $h^\star$ est élevée. Nous ne pouvons associer ce changement de régime à la migration de particules sous cisaillement car celle-ci ne dépend que de la hauteur de la couche h.

Nous avons aussi représenté sur la figure 6.12(b) le taux de cisaillement moyen $\dot{\gamma} = v_s/h$ dans la couche lors du changement de régime en fonction de la fraction volumique. Sa dépendance avec la fraction volumique ϕ est forte, et celle avec l'angle θ est moindre. Huang *et al.* [67] définissent le taux de cisaillement qui gère la transition entre le régime frictionnel et visqueux et donc la localisation, celui-ci est de l'ordre de $0.02\,\mathrm{s}^{-1}$. Celle valeur est donc au moins un ordre de grandeur en dessous de celle que nous trouvons. Cela indique que le changement de régime ("cross-over") que nous observons n'est pas régi par le même mécanisme physique que celui décrit par Huang *et al.* .

6.4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons montré comment le plan incliné permet une mesure rhéologique simple de la viscosité des suspensions jusqu'à des fractions $\phi = 61\%$.

En traitant les données à l'aide d'un modèle purement visqueux, nous sommes en mesure d'obtenir une viscosité globale pour tout l'échantillon, sans avoir recours à des mesures locales complexes et coûteuses (e.g. par des techniques d'IRM). Les conditions expérimentales dans lesquelles nous avons travaillé nous permettent de négliger la migration de particules. La fraction volumique reste donc homogène dans l'échantillon. De plus, la hauteur variant lors de l'écoulement, nous pouvons affirmer que notre mesure est indépendante du taux de cisaillement et de la pression de confinement.

Le protocole expérimental établi dans ce chapitre permet donc de mesurer une viscosité pour des suspensions très denses et peut être adapté à des mesures sur le terrain, ou à des matériaux plus complexes (grains rugueux, polydispersité...).

Néanmoins, pour les couches les plus fines, le comportement de la suspension dévie continûment d'un modèle visqueux. Au delà de la hauteur de changement de régime notée $h^\star$, les hétérogénéités se font donc ressentir. Nous qualifierons alors ce régime de "pseudo-granulaire". Nous le traiterons dans le chapitre suivant (chapitre 7).

Chapitre 7

Régime "pseudo-granulaire" des suspensions

Nous avons montré au chapitre précédent que le plan incliné est un rhéomètre adapté à l'étude des suspensions denses. En deçà d'une hauteur notée $h^\star$, l'écoulement de la suspension n'est plus celui d'un fluide visqueux newtonien. Ce chapitre se consacre à l'étude de la dynamique de l'écoulement au-delà du comportement visqueux.

Qualitativement, pour les plus faibles hauteurs de couche, l'influence des grains s'accroît et le comportement aura donc tendance à évoluer vers celui d'un granulaire. Dans le cas de l'écoulement de suspensions sur plan incliné, on s'attend ainsi à observer deux situations extrêmes : une première que nous avons décrite au chapitre précédent pour les grandes hauteurs de couche, correspondant à un comportement de type fluide visqueux et une deuxième, pour les faibles hauteurs de couche se rapprochant d'un comportement "pseudo-granulaire". Nous tâcherons donc dans ce chapitre d'identifier le rôle des grains, puis de comprendre comment s'effectue la déviation d'un comportement visqueux par une étude des lois d'écoulement sur un plan incliné.

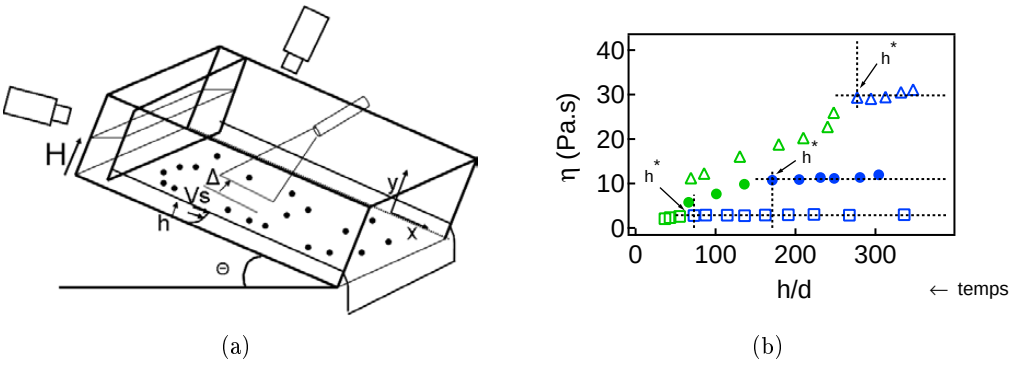
Nous présenterons des expériences effectuées majoritairement avec des tailles de grains de $d = 40$ µm pour différents angles et différentes fractions volumiques. En premier lieu, nous identifierons un régime "pseudo-granulaire". Puis, nous proposerons une règle d'écoulement. Enfin, nous tenterons de donner une interprétation physique à la hauteur de cross-over entre le régime visqueux et "pseudo-granulaire".

7.1 Régimes d'écoulement

7.1.1 Limite visqueuse

Nous rappelons que nous avons établi au chapitre précédent les lois d'écoulement de la suspension sur le plan incliné (c.f. figure 7.1 (a)). Alors que les expé-

riences correspondant au régime visqueux durent une dizaine de minutes, celles correspondant à l'arrêt complet de l'écoulement ont lieu sur des temps de l'ordre de la journée. Nous sommes donc limités à une seule expérience par jour. Notons que les temps typiques de migration sont très grands devant les temps d'observation (temps que met la suspension à rentrer dans le champ de la caméra). Le dispositif expérimental est le même que précédemment, nous permettant de mesurer la hauteur et la vitesse de l'écoulement à la fréquence d'acquisition de la caméra. Alors que dans le régime visqueux nous choisissons une fréquence de l'ordre de 10 images par seconde, nous pouvons utiliser pour ces expériences à temps longs des fréquences plus faibles, de l'ordre de 1 image toutes les 20 secondes.



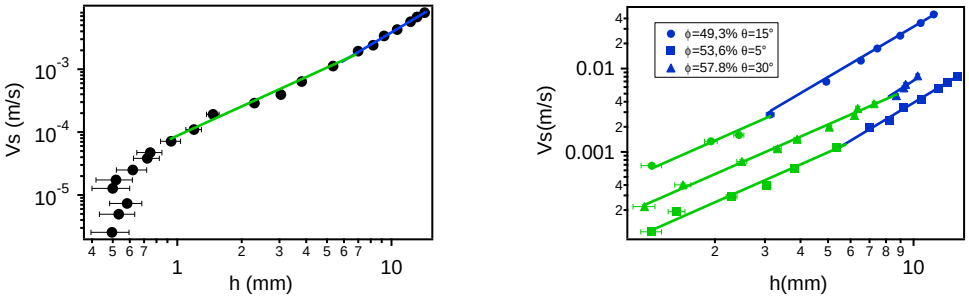
(a) (b)

FIGURE 7.1 – *(a) Représentation schématique de l'écoulement de suspension sur le plan incliné. (b) Mise en évidence de la déviation du régime visqueux pour une hauteur $h^\star$. Viscosité η en fonction de la hauteur adimensionnée h/d. La ligne en pointillé représente la valeur moyenne du plateau et donc la valeur de la viscosité mesurée $\eta_{ip}(\phi)$. $h^\star$ est la hauteur à laquelle il y a un changement de régime.*

Au chapitre précédent, nous avons identifié au début de l'expérience un régime d'écoulement de type fluide visqueux newtonien. La dépendance de la vitesse en fonction de la hauteur est en h^2 dans le cadre de ce modèle :

$$v_s = v(h) = \frac{\rho g h^2 \sin\theta}{2\eta} \ . \tag{7.1}$$

Pour les hauteurs de couche inférieures à $h^\star$, l'écoulement de la suspension change de régime. Nous rappelons sur la figure 7.1 (b) l'évolution de la viscosité mesurée en fonction de la hauteur de la couche (et donc du temps car la hauteur de la couche diminue avec le temps). Nous allons maintenant nous attacher à décrire les lois d'écoulement au delà de la hauteur $h^\star$ associée à la fin du régime visqueux.



(a) (b)

FIGURE 7.2 – *(a) Représentation de la vitesse en fonction de la hauteur pour une expérience typique. La suspension est préparée à la fraction ϕ = 52.2% et l'angle d'inclinaison du plan est égal à θ = 10 °. (b) Représentation de la vitesse en fonction de la hauteur en échelle log-log pour trois expériences conduites pour des fractions de grains et des angles différents.*

7.1.2 Mise en évidence de régimes d'écoulement

Nous présentons sur la figure 7.2(a), l'évolution de la vitesse en fonction de la hauteur lors d'une expérience typique en échelle log-log. La suspension est préparée à une fraction de grains ϕ = 52.2% et s'écoule suivant un angle θ = 10 °. Dans cette représentation, nous pouvons identifier 3 régimes d'écoulement :

- Nous retrouvons au début de l'écoulement, c'est-à-dire pour les hauteurs de couche les plus importantes, le régime identifié comme visqueux (voir paragraphe précédent 7.1.1). Il correspond à une droite de pente deux (en bleu) dans cette représentation.
- Puis, pour une hauteur $h^\star$, nous observons une déviation vers un nouveau régime. La représentation de v_s en fonction de la hauteur h étant linéaire en représentation log-log, nous sommes amenés à considérer une dépendance en loi de puissance (représenté par une droite verte). Nous analyserons plus précisément dans les paragraphes suivants ce nouveau régime.
- Enfin, en deçà d'une hauteur d'environ 1 mm, l'écoulement se fige. Visuellement, nous observons une structuration de l'écoulement, puis un arrêt. Ces structures érosives ont été préalablement observées par Timberlake *et al.* [117]. Néanmoins, l'incertitude sur notre mesure de la hauteur étant de 0.1 mm (c.f. paragraphe 5.1.2), nous ne pouvons faire de description quantitative de ce dernier régime. En effet, le caractériser nécessite de placer le laser suivant un angle d'inclinaison plus faible et il n'est alors plus possible de visualiser la tranche laser dans le champ de la caméra lors du régime visqueux.

On ne peut donc faire de mesures quantitatives au cours d'une même expérience lors des trois différents régimes identifiés sur la figure 7.2(a). Nous allons dans la suite de ce chapitre nous focaliser sur les deux premiers régimes.

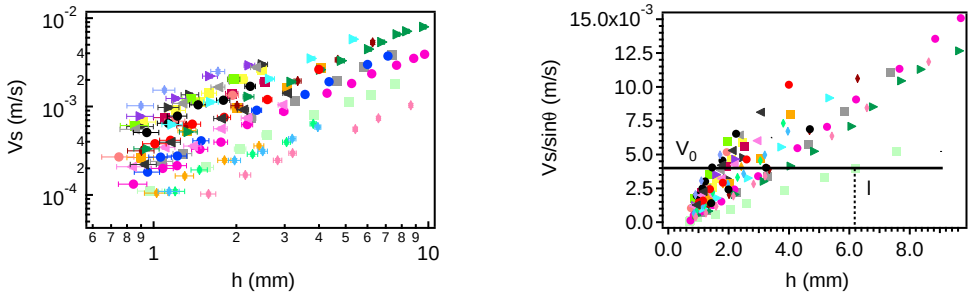
7.2 Identification d'un nouveau régime

Sur la figure 7.2(b), nous représentons v_s en fonction de h pour trois expériences différentes (fraction et angle différents). Systématiquement, pour chacune de ces expériences, nous constatons une déviation du régime visqueux pour un régime qui semble être en loi de puissance (droite verte).

De plus, nous retrouvons le fait que plus la fraction volumique est importante, plus la déviation a lieu tôt lors de l'écoulement et donc pour une hauteur de couche importante.

Il est à noter que les expériences présentées sur cette figure ont été effectuées avec des angles différents, et donc des vitesses qui varient significativement. Nous allons dans le paragraphe suivant nous concentrer sur ce nouveau régime, c'est-à-dire pour les hauteurs de couches $h < h^\star$.

7.2.1 Caractérisation du nouveau régime



(a) (b)

FIGURE 7.3 – *Pour l'ensemble des expériences, avec $h < h^\star$: (a) Représentation de la vitesse en fonction de la hauteur en échelle log-log (b) Vitesse adimensionnée par le sinus de l'angle en fonction de la hauteur.*

Si nous représentons pour l'ensemble des expériences la vitesse en fonction de la hauteur pour les hauteurs de couche $h < h^\star$ dans une représentation log-log (figure 7.3(a)), nous constatons que la loi d'écoulement semble être du type loi de puissance. Néanmoins, pour affirmer que l'exposant est identique pour chaque expérience, nous devons remettre à l'échelle l'ensemble de ces données.

7.2.2 Remise à l'échelle

En traçant $v_s/\sin\theta$ en fonction de la hauteur h, nous déterminons un couple $(l_{(\phi,\theta)}, V_0)$ qui permet de remettre à l'échelle toutes les données. Pour ce faire, nous traçons la droite horizontale passant par V_0 et déterminons son intersection avec la courbe $v_s/\sin\theta$ en fonction de h (figure 7.3(b)). Par cette méthode, nous obtenons donc une grandeur homogène à une hauteur notée $l_{(\phi,\theta)}$ pour chaque expérience. Celle-ci est déterminée avec une incertitude de 10%. Sa valeur est liée au choix de V_0. En traçant $v_s/\sin\theta$ en fonction de $h/l_{(\phi,\theta)}$, nous pouvons déterminer si l'exposant de la loi de puissance est identique pour chaque expérience (correspond à des courbes se plaçant sur une même courbe maîtresse).

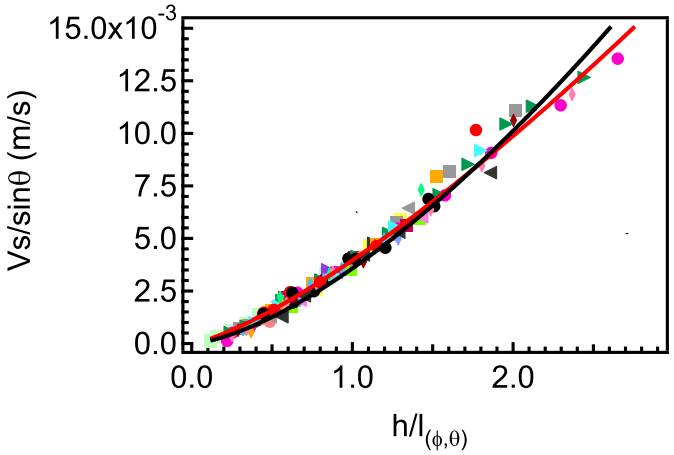


FIGURE 7.4 – *Représentation de $v_s/sin\theta$ en fonction de $h/l_{(\phi,\theta)}$ pour toutes les expériences : $5\,^\circ < \theta < 39\,^\circ$ et $47.4\% < \phi < 57.8\%$. En rouge, la courbe correspond au meilleur ajustement des données avec un exposant 1.32 ± 0.01 et en noir un exposant de $3/2$.*

Nous représentons sur la figure 7.4 $v_s/sin\theta$ en fonction de $h/l_{(\phi,\theta)}$. Nous constatons que l'ensemble des données expérimentales (i.e. paramètres expérimentaux tels que $5\,^\circ < \theta < 39\,^\circ$ et $47.4\% < \phi < 57.8\%$) se place suivant une seule et même courbe passant par l'origine. Cela signifie donc que le comportement de la suspension pour $h > h^\star$ correspond à une loi de puissance sous la forme :

$$\frac{v_s}{\sin\theta} = \left(\frac{h}{l_{(\phi,\theta)}}\right)^{\beta} V_0 \ . \tag{7.2}$$

Le meilleur ajustement des données correspond à un exposant $\beta = 1.32 \pm 0.01$ (courbe rouge). Notons que le comportement attendu pour un granulaire sec en écoulement sur un plan incliné correspond à un exposant $3/2$ (voir chapitre 3). Si nous représentons la courbe (en noir sur la figure 7.4) correspondant à cette valeur, nous constatons un léger désaccord avec ce comportement. Nous qualifierons

donc le comportement de la suspension dans ce régime de "pseudo-granulaire". Dans la suite de ce chapitre, nous conserverons la valeur de l'exposant permettant le meilleur ajustement des données $\beta = 1.32 \pm 0.01$.

7.3 Règle d'écoulement

7.3.1 Construction d'une loi d'écoulement

Comme nous l'avons vu au paragraphe 6.1.2, nous pouvons définir une viscosité apparente η_{eff} sur plan incliné en considérant un modèle de type fluide visqueux effectif :

$$\eta_{\text{eff}} = \frac{\rho g h^2 \sin\theta}{2 v_s} \ . \tag{7.3}$$

A partir de la loi d'écoulement dans le régime "pseudo-granulaire" décrite selon l'équation (7.2), nous définissons une viscosité effective η_{eff}. D'après les équations (7.2) et (7.3), nous obtenons :

$$\frac{v_s}{h^2 \sin\theta} = \frac{h^{\beta-2}}{l^{\beta}_{(\phi,\theta)}} V_0 = \frac{h^{-\alpha}}{l^{2-\alpha}_{(\phi,\theta)}} V_0 = \frac{\rho g}{2\eta_{\text{eff}}} \ , \tag{7.4}$$

avec $\beta = 2 - \alpha$. Nous pouvons ainsi écrire une viscosité effective sur plan incliné dans le régime "pseudo-granulaire" sous la forme :

$$\eta_{\text{eff}} = \frac{\rho g}{2 V_0} \frac{h^{\alpha}}{l^{\alpha-2}_{(\phi,\theta)}} \ . \tag{7.5}$$

Nous rappelons que nous sommes capables de mesurer une viscosité sur plan incliné notée $\eta(\phi)$, qui correspond à la valeur de η_{eff} pour les hauteurs de couche importantes (figure 7.1(b)). Afin de représenter les données sur une règle d'écoulement rendant compte des deux régimes, nous construisons la fonction $\frac{\eta_{\text{eff}}}{\eta(\phi)}$:

$$\frac{\eta_{\text{eff}}}{\eta(\phi)} = \frac{\rho g}{2 V_0 \eta(\phi)} \frac{h^{\alpha}}{l^{\alpha-2}_{(\phi,\theta)}} \ . \tag{7.6}$$

Nous définissons alors une longueur λ selon la relation suivante :

$$\frac{\eta_{\text{eff}}}{\eta(\phi)} = \left(\frac{h}{\lambda}\right)^{\alpha} \ . \tag{7.7}$$

Par identification des équations (7.6) et (7.7), nous écrivons λ sous la forme :

$$\lambda^{\alpha} = \frac{2\eta(\phi) V_0 l^{\alpha-2}_{(\phi,\theta)}}{\rho g} \ . \tag{7.8}$$

En présentant donc $\frac{\eta_{\text{eff}}}{\eta(\phi)}$ en fonction de $(h/\lambda)^{\alpha}$, nous sommes alors en mesure de distinguer les régimes visqueux et "pseudo-granulaire" :

- Pour $h > \lambda$, par construction $\frac{\eta_{\text{eff}}}{\eta(\phi)} \approx 1$. On attend donc une droite horizontale de valeur unité.
- Pour $h < \lambda$, c'est une droite de pente unité par construction de la grandeur λ.

Notons que la définition de la grandeur λ implique que celle-ci est une longueur de changement de régime correspondant au croisement du régime visqueux et "pseudo-granulaire".

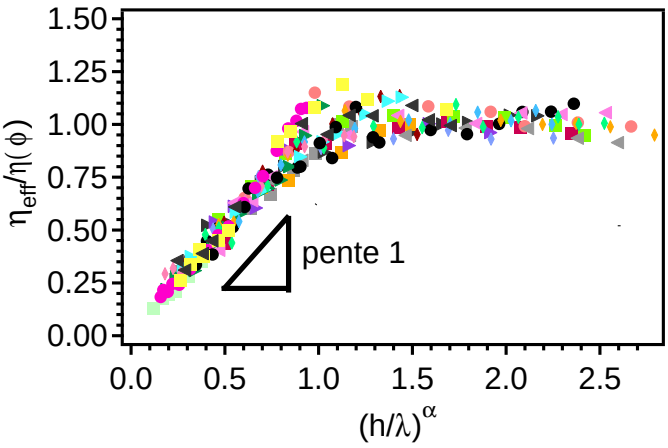


FIGURE 7.5 – *Représentation de* $\frac{\eta_{\text{eff}}}{\eta(\phi)}$ *en fonction de* $(h/\lambda)^{\alpha}$ *pour l'ensemble des expériences :* $5\,^{\circ} < \theta < 39\,^{\circ}$ *et* $47.4\% < \phi < 57.8\%$.

7.3.2 Représentation des deux régimes

Nous représentons alors l'ensemble des données expérimentales sur la figure 7.5 (i.e. paramètres expérimentaux tels que $5\,^{\circ} < \theta < 39\,^{\circ}$ et $47.4\% < \phi < 57.8\%$) sous la forme $\frac{\eta_{\text{eff}}}{\eta(\phi)}$ en fonction de $(h/\lambda)^{\alpha}$ dans le régime visqueux et "pseudo-granulaire". Nous constatons que toutes ces données expérimentales se placent sur une courbe maîtresse. La suspension obéit quelle que soit la hauteur de la couche à cette règle d'écoulement : au début de l'écoulement, le comportement de la suspension est celui d'un fluide visqueux effectif, puis en-dessous de la hauteur de "cross-over" λ, nous qualifions le régime de "pseudo-granulaire".

Au delà de $h = \lambda$, nous constatons que la viscosité diminue avec la hauteur. C'est donc le contraire d'une situation de blocage. On peut imaginer un mécanisme où le fluide est chassé lors du régime "pseudo-granulaire", ce qui amène à envisager une interprétation en terme de pression de confinement P. Dans ce cadre, la diminution de la viscosité de la suspension est due à une diminution de la pression de confinement, permettant ainsi au fluide de s'écouler plus facilement.

Toutefois, l'interprétation en terme de pression reste délicate. Définir une pression dans une suspension isodense reste une question ouverte. Puisque la

suspension est isodense, la pression au sein de la suspension est elle toujours donnée par la pression hydrostatique ? Y a t-il transmission de la pression par la formation de "quasi-contacts" entre les grains ?

7.3.3 Expériences complémentaires

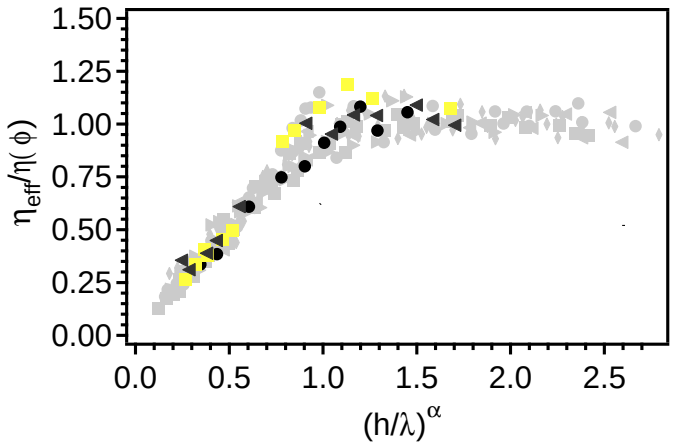
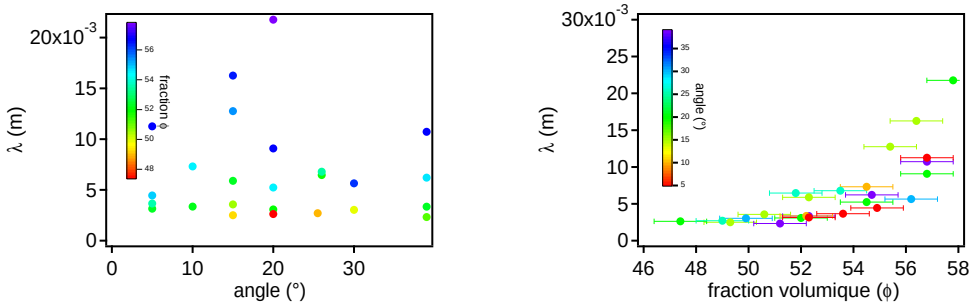


FIGURE 7.6 – *Représentation de* $\frac{\eta_{\text{eff}}}{\eta(\phi)}$ *en fonction de* $(h/\lambda)^{\alpha}$ *pour l'ensemble des expériences :* $5\,^{\circ} < \theta < 39\,^{\circ}$ *et* $47.4\% < \phi < 57.8\%$. *On place en surbrillance les points expérimentaux correspond à une taille de grains différente* $d = 80\,\mu\text{m}$ *et une déformation différente.*

A l'aide des expériences complémentaires menées pour une taille de grains $d = 80\,\mu\text{m}$ et une déformation différente, nous constatons que l'on n'observe pas de différence de comportement. En effet, sur le graphique 7.6, nous avons représenté ces expériences particulières en surbrillance. Nous constatons que ces points s'insèrent tout à fait dans la règle d'écoulement construite aux paragraphes précédents. Comme nous l'avons précédemment souligné, la migration dépendant à la fois de la taille des grains au carré et de la déformation, nous pouvons donc affirmer que la migration n'est pas responsable du changement de régime observé.

Nous avons donc vu que nous sommes capables de décrire le comportement de la suspension selon une règle d'écoulement décrivant le passage d'un régime visqueux à un régime "pseudo-granulaire" pour une hauteur de changement de régime λ. Nous allons présenter dans le paragraphe suivant la dépendance de cette longueur avec les paramètres expérimentaux.



(a) (b)

FIGURE 7.7 – *Représentation de la longueur lambda λ en fonction de : (a) l'angle θ (b) la fraction volumique ϕ.*

7.4 Hauteur de "cross-over" λ

7.4.1 Dépendance de λ avec les paramètres expérimentaux

En premier lieu, nous constatons que les ordres de grandeur de cette hauteur sont mésoscopiques. En effet, la valeur de λ s'étale de 20 à 250 tailles de grains. Nous avons donc déterminé une longueur caractéristique mésoscopique qui gère la transition entre un régime de type fluide visqueux et un régime "pseudo-granulaire".

La dépendance de λ en fonction de l'angle θ et de ϕ constitue un test fort. En effet, notre modèle définit cette longueur comme une longueur de "cross-over" permettant de gérer la transition entre un régime "pseudo-granulaire" et un régime "visqueux", elle doit donc être indépendante de l'angle. C'est un moyen pour nous de vérifier que la seule dépendance de v_s avec l'angle est contenue dans le terme $\sin\theta$ (cf. équation (7.6)).

Nous représentons sur les figures 7.7 (a) et (b) λ en fonction respectivement de l'angle θ et de la fraction volumique ϕ. Nous constatons que cette longueur est indépendante de l'angle et dépend très fortement de la fraction volumique de l'échantillon ϕ. Celle-ci diverge avec la fraction volumique ϕ, ce qui est aussi le cas de la viscosité $\eta(\phi)$. Nous allons déterminer dans le paragraphe suivant la dépendance de λ par un argument dimensionnel avec la viscosité $\eta(\phi)$.

7.4.2 Argument dimensionnel

La seule grandeur homogène à une longueur que nous pouvons créer en fonction de η, ρ et g est de la forme :

$$\lambda \propto \left(\frac{\eta}{\rho}\right)^{2/3} g^{-1/3} \ . \tag{7.9}$$

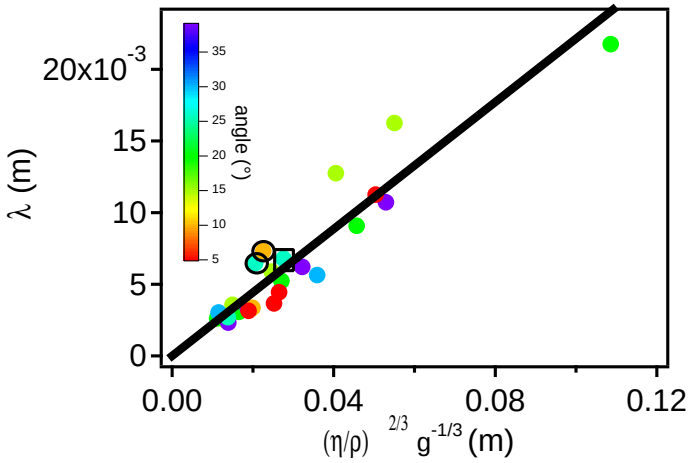


FIGURE 7.8 – *Mise à l'échelle de la hauteur de changement de régime λ en fonction des grandeurs mésoscopiques du système. Les points encadrés par (∘) correspondent à une autre taille de grains $d = 80$ µm et celui encadré par (□) à une autre déformation. La droite représentée est celle de pente 0.217.*

Si nous représentons la hauteur de "cross-over" λ en fonction de $(\frac{\eta}{\rho})^{2/3} g^{-1/3}$, nous constatons que c'est une droite passant par zéro et de pente $A = 0.217 \pm 0.001$ (figure 7.8). Cet ajustement linéaire est valable pour toutes les expériences : taille de grains différente, ainsi que déformation différente. Par un simple argument de dimensionnement, on est donc en mesure de déterminer une longueur mésoscopique, s'affranchissant ainsi de la taille des grains et permettant de déterminer le croisement entre le régime visqueux et "pseudo-granulaire".

7.4.3 Proposition d'interprétation de λ

Nous proposons dans ce paragraphe une interprétation physique de la longueur mésoscopique λ, et donc des écoulements à cette échelle typique.

Nous supposons qu'il y a création de structures de taille caractéristique λ lors de l'écoulement. Celles-ci sont dues à la présence de grains dans le milieu. Nous émettons l'hypothèse qu'elles se font et se défont lors de l'écoulement (voir figure 7.9).

La mise en évidence d'une longueur typique de structuration de l'écoulement est au centre de l'attention de la communauté scientifique dans le domaine de la rhéologie des fluides complexes au voisinage de la transition vers le jamming [8, 17, 74, 122]. Pour une large gamme de fluides comme des suspensions colloïdales, des émulsions concentrées, des matériaux granulaires, des pâtes, ou bien des verres, l'écoulement présente à la fois les caractéristiques d'un liquide et d'un solide. La rhéologie de ces matériaux devenant non locale pour les fractions les plus importantes, cette non-localité peut être interprétée par l'existence d'une

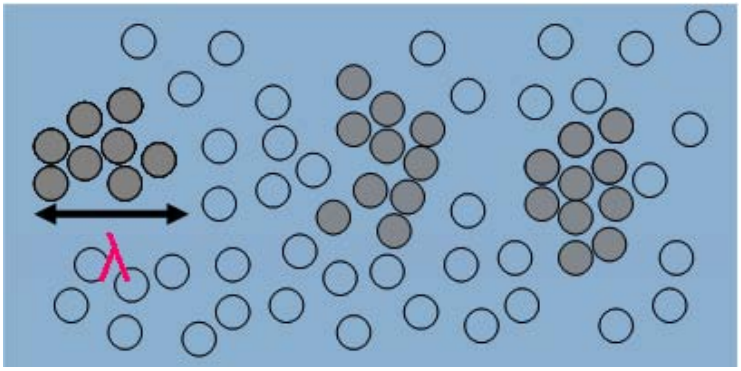


FIGURE 7.9 – *Schéma représentant la formation de structures de taille mésoscopique caractéristique λ au sein de la suspension.*

échelle de structuration de l'écoulement divergeant au voisinage de la fraction maximale [61].

Dans notre cas, la règle d'écoulement que nous avons établi illustre un comportement original et jamais identifié à ce jour dans le cas des suspensions isodenses. Quand la hauteur de la couche atteint une taille mésoscopique, la rhéologie devient non locale (viscosité dépendant de la hauteur). L'épaisseur joue alors un rôle dans le transfert de quantité de mouvement au sein de la suspension.

Nous rappelons que dans le cas des granulaires secs sur un plan incliné, suffisamment loin du blocage, le coefficient de friction dépend de la pression locale de confinement (en accord aussi avec des simulations numériques). La viscosité apparente peut alors s'écrire de la forme : $\eta = \mu P / \dot{\gamma}$. Dans la limite isostatique, la viscosité de cette assemblé de grains est alors proportionnelle à $P^{1/2}$. La règle d'écoulement que nous avons établi (équation (7.7)) induit une rhéologie tout à fait similaire dans le cas des suspensions isodenses si l'on considère que la pression est hydrostatique, c'est à dire donnée par la hauteur : $\eta \propto P^{\alpha}$.

Néanmoins, une interprétation de la hauteur en terme de pression est délicate. A la différence des matériaux granulaires, dans le cas d'une suspension isodense, la pression dans le fluide et au niveau des grains devrait s'équilibrer (hypothèse d'incompressibilité). Dans cette approche, la pression ne devrait alors jouer aucun rôle dans la rhéologie.

Nous proposons des mécanismes rendant compte de la dépendance de la viscosité avec la hauteur et donc avec la pression (rhéologie locale) dans le cas où il y formation de structures au sein de l'écoulement :

- Il peut y avoir formation de quasi-contacts au niveau de la couche de lubrification, permettant la transmission d'une pression. Dans ce cas, la pression intervient dans la limite des fortes fractions volumiques, quand les forces au sein de la suspension ont lieu par des contacts directs ou par des interactions de lubrification divergentes avec la distance entre les grains (en accord avec la valeur de λ qui diverge avec la viscosité).

– Le temps d'équilibre des contraintes au sein de la suspension est peut être différent au niveau des structures mésoscopiques (clusters de grains) et du reste de la suspension.

7.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons étudié la totalité de l'écoulement sur le plan incliné, y compris au delà de la déviation du régime visqueux pour une hauteur $h^\star$.

Dans le cas des faibles hauteurs de couche, nous mettons en évidence une dépendance de la vitesse en h^β, avec un exposant proche de celui rencontré pour les études de granulaires secs sur plan incliné. Nous qualifions alors ce régime de "pseudo-granulaire".

Nous proposons une règle d'écoulement des suspensions qui rende compte des deux cas extrêmes : toutes les expériences se placent alors sur une courbe maîtresse. Ce montage expérimental permet donc de passer continûment de la limite visqueuse à la limite "pseudo-granulaire". Dans ce régime, nous mettons en évidence une viscosité de la suspension dépendant de la hauteur de la couche.

Nous définissons une hauteur de croisement λ entre ces deux régimes, dont l'ordre de grandeur est mésoscopique. Nous montrons que cette longueur diverge avec la fraction volumique au voisinage de la fraction maximale. Nous proposons une loi d'échelle pour cette grandeur par un argument de dimensionnement, ainsi qu'une interprétation des mécanismes d'écoulement au sein de la suspension

Troisième partie

Détachement de gouttes de suspensions

Afin de décrire et comprendre les caractéristiques d'un système grain-fluide soumis à une élongation, nous nous intéresserons dans cette partie à la dynamique du détachement de gouttes de suspension. La fraction volumique dans cette étude varie entre $\phi = 18\%$ et $\phi = 53\%$.

Cette étude est complémentaire de celle sur le plan incliné. En effet, sur le plan incliné, les suspensions étaient soumises à un écoulement sous cisaillement, qui correspond à la superposition d'un écoulement rotationnel et d'un écoulement élongationnel pur (c'est-à-dire à taux d'élongation constant).

Les lois de détachement de gouttes de suspension ont été extrêmement peu étudiées [54, 55] et restent une question ouverte à ce jour. Dans le cas de solution de polymères, la dynamique du détachement s'est avérée extrêmement riche. En effet, contrairement aux fluides newtoniens, des solutions polymériques peuvent présenter la formation de filaments cylindriques s'amincissant de manière exponentielle. Dans ce cas, la déformation est à taux d'élongation constant et est irrotationnelle, permettant alors de débobiner complètement un polymère flexible ou bien d'aligner des molécules rigides [5, 13, 60, 118, 119].

Puisque nous avons montré avec le plan incliné, que sous certaines conditions, la suspension peut être considérée comme un fluide visqueux effectif (c.f. chapitre 6), notre démarche consiste alors à comparer le cas d'une suspension à celui d'une huile pure de même viscosité. Des travaux antérieurs ont déjà été publiés dans le cas de fluides peu visqueux comme l'eau [45], des fluides newtoniens plus visqueux [45, 75, 108, 109] ou bien des fluides complexes [5, 13, 60, 118, 119]. Nous limiterons notre étude à la dynamique d'amincissement du filament liquide quand il se pince et ne nous intéresserons pas à la formation de structures secondaires (appelées satellites, ils proviennent d'une instabilité secondaire du manchon de liquide qui relie deux gouttes en train de se former). Nous verrons alors que la présence de grains ne se réduit pas à une modification de la viscosité près de la rupture (ou "pinch-off"), mais qu'il existe des régimes originaux sans analogie à ceux observés dans le cas d'un fluide visqueux pur.

Un premier chapitre (chapitre 8) décrira la dynamique de la rupture dans les cas connus de l'eau et de l'huile. Un deuxième chapitre (chapitre 9) décrira les différents régimes originaux observés dans le cas de suspensions.

Chapitre 8

Dynamique du détachement des liquides simples

La formation de gouttes est un phénomène physique omniprésent dans la vie courante (e.g. chapelets de gouttelettes sur les toiles d'araignée) mais aussi dans le monde industriel (e.g. technologie de l'impression). Dans cette thèse, nous nous intéresserons tout particulièrement à la dynamique du détachement de gouttes dans le cas particulier des suspensions. Dans ce chapitre, nous présenterons les régimes "connus" de détachement des fluides newtoniens, afin de comparer au cas original des suspensions dans le chapitre suivant.

Des résumés peuvent être trouvés dans la review d'Eggers [45] ou dans la thèse de Yacine Amarouchène [4].

8.1 Formation de gouttes

8.1.1 Introduction

Mariotte en 1686 fait la première description scientifique de la formation de gouttes. Il suppose à tort que la gravité est responsable de la formation de gouttes. Or, une force volumique uniforme telle que la gravité ne peut gérer la rupture du filament. En effet, par un argument de conservation de la masse, le taux de décroissance de la section minimale d'un écoulement axisymétrique est directement proportionnel à la section elle-même multipliée par un gradient de vitesse axial. Une force volumique conduit à un gradient de vitesse constant par raison de symétrie. La décroissance du filament liquide se fera alors au plus exponentiellement, induisant un temps de rupture infini. C'est donc évidemment la tension de surface γ qu'il faut prendre en compte pour comprendre la formation de gouttes. Elle est définie comme l'énergie à fournir pour augmenter la surface d'une unité :

$$E = \gamma S \ , \tag{8.1}$$

où E est l'énergie de surface, S l'aire de cette surface.

En raison de la tension de surface, un liquide évolue spontanément pour diminuer sa surface. Plateau (1849) [96] et Rayleigh (1879) [104] ont décrit la brisure d'un jet d'eau en gouttelettes, la surface des gouttes devenant inférieure à celle du cylindre. En considérant de petites perturbations sinusoïdales, Rayleigh a montré que pour un jet de rayon R, la longueur d'onde $\lambda_R = 9R$, correspond au mode de déformation le plus rapide, et donc impose la taille des gouttes [101]. La rupture du filament d'un liquide peu visqueux correspond donc à la compétition entre des effets inertiels et des effets capillaires. On peut donc définir un temps caractéristique de rupture du filament :

$$t_R = \left(\frac{R^3\rho}{\gamma}\right)^{1/2} , \tag{8.2}$$

où R est le rayon du filament, γ la tension de surface du fluide et ρ la masse volumique du fluide.

Le temps caractéristique d'un cylindre d'eau de rayon $R = 1$ mm est donc de $t_p = 4$ ms. On en déduit qu'une caméra rapide de fréquence d'acquisition de l'ordre de 1000 images par seconde est nécessaire à l'observation de la rupture.

L'équation (8.2) permet d'entrevoir la richesse de la physique qui se cache derrière cette rupture. Au voisinage de la rupture, quand R devient petit, le temps t_p devient extrêmement faible en raison de la dépendance en R^3 et l'amincissement se précipite pour former une goutte en un "temps fini". De plus, le rayon de courbure tend vers 0, ce qui implique que la très faible quantité de fluide au voisinage du point de rupture est soumise à des forces extrêmement importantes (tension de surface), la vitesse de l'écoulement diverge donc. Spatialement, seul le fluide au voisinage de ce point est capable de suivre le mouvement. Le détachement de la goutte correspond donc à une singularité en un temps fini (finite-time singularity) : il y a localisation spatiale et temporelle avec divergence de la vitesse et de la pression. L'étude du détachement devient donc indépendante des conditions initiales et du type d'expérience (jet, détachement de goutte, filament liquide...).

8.1.2 Analyse de stabilité linéaire pour la déformation initiale d'un jet

Ce paragraphe décrit le début du détachement d'une goutte, induit par une instabilité. La décroissance du rayon du jet est alors exponentielle avec le temps.

Pour un cylindre de rayon initial $r = R_0$ à l'équilibre. On décrit la déformation spatiale de la forme :

$$r = R + \epsilon\cos(kz) , \tag{8.3}$$

avec ϵ une constante, (Oz) la direction du cylindre et r la distance à l'axe. La déformation devient instable pour $kR < 1$. L'échelle de temps caractéristique de l'instabilité est donnée par l'équation (8.2) pour les liquides de faible viscosité,

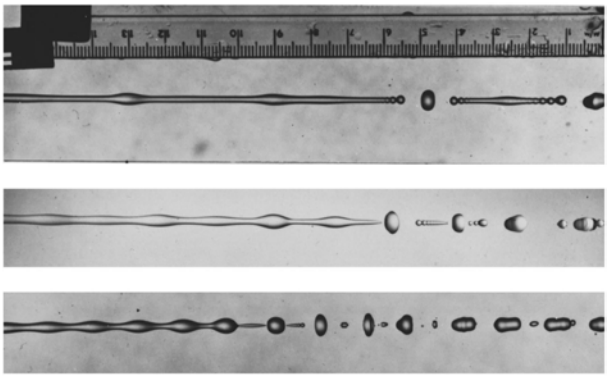


FIGURE 8.1 – *Cliché photographique d'un jet se séparant en gouttes pour trois fréquences de perturbation différentes (excitation par un haut parleur). D'après Rutland et Jameson [110].*

i.e. $t_0 = \left(\frac{R_0^3\rho}{\gamma}\right)^{1/2}$. Le nombre de Reynolds Re permet de déterminer l'influence de la viscosité. Il est défini par :

$$Re = \frac{u_0 R_0}{\nu} = \left(\frac{R_0}{l_\nu}\right)^{1/2} \quad \text{avec} \quad l_\nu = \left(\frac{\nu^2\rho}{\gamma}\right) , \tag{8.4}$$

où ν est la viscosité dynamique du fluide, $u_0 = (\frac{\gamma}{\rho R_0})^{1/2}$ la vitesse capillaire et R_0 le rayon initial du jet. Ce nombre adimensionné caractérise le ralentissement opéré par les effets visqueux, par opposition aux effets de tension de surface.

La perturbation peut être décomposée en une superposition de modes de Fourier indépendants de vecteur d'onde k_1, $k_2 ... k_n$, avec une amplitude pour chaque mode $e^{\omega_1 t}$,$e^{\omega_2 t}$...$e^{\omega_n t}$ (les ω_i ont tous une partie réelle positive pour les modes instables). Le mode d'instabilité maximale est telle que le ω associé est le plus important.

Alors que Rayleigh [104] traite le cas du fluide parfait, la généralisation à un fluide de viscosité η est due à Chandrasekhar [24] :

$$\omega = \omega_0 \left[\left(\frac{x^2(1-x^2)}{2} + \frac{9x^4}{4Re^2} \right)^{1/2} - \frac{3x^2}{2Re} \right] , \tag{8.5}$$

où $\omega_0 = 1/t_0$ et $x = kR_0$. Le mode instable le plus rapide s'écrit :

$$x_{\mathrm{R}}^2 = (kR_0)^2 = \frac{1}{2 + \sqrt{18}/Re} , \tag{8.6}$$

qui devient plus petit quand la viscosité augmente.

Alors que pour les bas nombres de Reynolds, l'instabilité résulte d'une compétition entre effets inertiels et capillaires, pour les nombre Re plus élevés, il y

a compétition entre effets visqueux et capillaires. La relation de dispersion (8.5) devient pour les faibles nombre de Reynolds :

$$\omega = \omega_V \frac{1-x^2}{6} \ , \tag{8.7}$$

où $\omega_V = \frac{\gamma}{R_0 \rho \nu}$ est un taux de croissance visqueux de l'instabilité.

Cette analyse de stabilité linéaire a été vérifiée expérimentalement à plusieurs reprises [42, 58]. Toutefois elle ne permet pas de rendre compte de la dynamique de la rupture. Comme on peut le voir sur la figure 8.1, la structure d'un jet d'eau au voisinage du détachement implique la formation de gouttes satellites et une asymétrie des perturbations de la surface. Il faut donc traiter le problème par une analyse non-linéaire.

8.1.3 Non-linéarité : solutions auto-similaires

Proche de la singularité le système physique perd toute référence à des échelles caractéristiques de temps et de longueur. Le comportement de la goutte est alors régi par des lois d'échelle, indépendantes des conditions aux limites et des conditions initiales. En effet, les échelles spatiales et temporelles de la singularité sont des infiniment petits et les équations d'écoulement évoluent alors à des échelles très différentes de celles imposées par les conditions initiales. Il y a donc universalité au voisinage du détachement induisant des solutions auto-similaires pour l'équation de Navier-Stokes (2.16) établies par Eggers [44].

Les échelles caractéristiques de temps et d'espace du problème peuvent être prédites indépendamment de l'expérience considérée (expérience de jet ou de goutte pendante, taille d'embout différente...) et ne dépendent que des propriétés intrinsèques du fluide : la viscosité ν, la masse volumique ρ et la tension de surface γ. Les seules échelles pertinentes et uniques de longueur et de temps dans le cas d'une compétition entre effets inertiel, visqueux et capillaire sont :

$$l_\nu = \frac{\nu^2 \rho}{\gamma} \quad \text{et} \quad t_\nu = \frac{\nu^3 \rho^2}{\gamma^2} \ . \tag{8.8}$$

Ainsi en multipliant par deux la viscosité, les autres grandeurs étant fixées, l'échelle spatiale est quadruplée, tandis que l'échelle temporelle est multipliée par 8.

Le tableau 8.1 rassemble des valeurs typiques, correspondant aux fluides utilisés lors de nos expériences. On constate que les échelles sont très différentes selon le fluide choisi. Pour l'eau les échelles sont microscopiques, tandis que pour les huiles de silicone suffisamment visqueuses, les échelles sont macroscopiques. Ceci est en complet accord avec les observations expérimentales où l'écoulement d'un fluide visqueux devient un long filament.

On note h et v respectivement le rayon et la vitesse du fluide en écoulement. Proche du point de singularité, Eggers [44] a montré que, seuls les termes les plus

	eau	fluide interstitiel	huile silicone 1	huile silicone 2	huile silicone 3
η (Pa.s) à ($T = 23$ °C)	0.001	0.102	0.185	0.960	4.8
ρ ($\mathrm{kg\,m^{-3}}$)	1000	1070	950	950	950
γ ($\mathrm{mN\,m^{-1}}$)	70	21	20	20	20
l_ν (mm)	1.4×10^{-5}	4.6×10^{-1}	1.8	48	1200
t_ν(ms)	2.0×10^{-5}	2.2×10^{-3}	1.7×10^{-2}	2.3	290

TABLE 8.1 – *Échelles caractéristiques spatiales et temporelles (équation 8.8) du détachement de goutte des fluides utilisés lors de cette thèse.*

bas d'un développement en série de la pression p et de la vitesse v importent dans l'équation de Navier Stokes. Celle-ci se met alors sous la forme suivante :

$$\rho(\partial_t v + v\,\partial_z v) = -\gamma\,\partial_z\left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2}\right) + 3\eta\frac{\partial_z(h^2\,\partial_z v)}{h^2} - \rho g$$
$$\text{et} \quad \partial_t h + v\,\partial_z h = -h/2\,\partial_z v\ , \quad (8.9)$$

où R_1 et R_2 sont les rayons de courbure de l'interface.

On définit le point de rupture par les coordonnées spatiales et temporelles z_p et t_p. Le rayon du profil et la vitesse du fluide sont alors représentés par les fonctions :

$$h(z,t) = l_\nu h_\mathrm{S}(z',t') \quad \text{et} \quad v(z,t) = \frac{l_\nu}{t_\nu} v_\mathrm{S}(z',t')\ . \quad (8.10)$$

avec $z' = \frac{(z-z_\mathrm{p})}{l_\nu}$ et $t' = \frac{(t_\mathrm{p}-t)}{t_\nu}$ mesurant la distance à la singularité. h_S et v_S sont des fonctions universelles. Leur caractère universel a été vérifié expérimentalement par Eggers *et al.* [46].

En utilisant la variable réduite $\xi = \frac{z'}{|t'|^{1/2}}$, on écrit alors h_S et v_S quand $|z'| << 1$ et $t' << 1$ (cas proche de la rupture) :

$$h_\mathrm{S}(z',t') = t'^{\alpha_1}\Phi(\xi^\beta) \quad \text{et} \quad v_\mathrm{S}(z',t') = t'^{\alpha_2}\Psi(\xi^\beta)\ , \quad (8.11)$$

avec $\alpha_1 = 1$, $\alpha_2 = -1/2$ et $\beta = 1/2$.

Les fonctions Φ et Ψ permettent de transformer les équations en un système d'équations différentielles couplées :

$$\Psi/2 + \xi\Psi'/2 + \Psi\Psi' = \Phi'/\Phi^2 + 3\Psi'' + 6\Psi'\Phi'/\Phi \quad \text{et} \quad \Phi' = \Phi\frac{1-\Psi'/2}{\Psi + \xi/2}\ . \quad (8.12)$$

Selon l'équation (8.9), la dynamique résulte d'une compétition entre le gradient axial dû aux forces capillaires en $\gamma\partial_z(h^{-1})$, les effets d'inertie en $\rho\partial_t v$ et les forces visqueuses freinant l'élongation en $\rho\nu\partial_{zz}v$. Eggers [44] pour des nombres de Reynolds $Re = \frac{v(z-z_\mathrm{p})}{\nu} \approx 1$ obtient alors les lois d'échelle suivantes :

$$h \sim l_\nu t', \quad v \sim \frac{\gamma}{\rho\nu} t'^{-1/2} \quad \text{et} \quad z \sim \frac{hv\rho\nu}{\gamma} \sim l_\nu t'^{1/2} , \tag{8.13}$$

ce qui conduit à une évolution du profil au niveau de l'amincissement dans le cas où $l << l_\nu$, selon la loi qui suit [44] :

$$h_{\min} = \frac{D}{2} = 0.0304 \frac{\gamma}{\eta}(t_p - t) , \tag{8.14}$$

où D correspond au diamètre de la goutte au niveau du pincement.

Le tableau 8.1 fournit les échelles typiques des fluides utilisés. On peut déjà constater que pour l'eau, la condition $|z'| << 1$ et $t' << 1$ ne permet pas d'observer le régime d'Eggers avec les fréquences d'acquisition des caméras actuelles. En revanche, il est possible de l'observer dans le cas de fluides plus visqueux comme des huiles silicones. Ce régime a été mis en évidence expérimentalement par Rothert *et al.* [108, 109] qui l'ont appelé régime de Navier-Stokes.

8.2 Cas d'un fluide peu visqueux : l'eau

8.2.1 Loi d'échelles

Même s'il n'est pas possible d'observer le régime prédit par Eggers [44] dans le cas de l'eau, la dynamique de la rupture n'en reste pas moins non-linéaire. Le détachement résulte alors de la compétition entre forces capillaires et inertielles. Keller et Miksis [73] déterminent par des arguments dimensionnels la dépendance en temps pour la rétraction capillaire d'un fluide non visqueux. Leur raisonnement est suffisamment général pour s'appliquer à la dynamique de la rupture, comme l'a souligné Peregrine [93]. Quand la viscosité devient faible, les paramètres dimensionnés importants au voisinage de la singularité sont la tension de surface γ et la masse volumique du fluide ρ (on suppose toujours que les forces extérieures et les conditions initiales sont négligeables). La seule échelle spatiale qu'il est possible de créer est donc :

$$h \sim z \sim \left(\frac{\gamma}{\rho}\right)^{1/3} (t_p - t)^{2/3} . \tag{8.15}$$

Brenner *et al.* [20] ont vérifié cette loi et ont prouvé la robustesse de cet exposant établi uniquement à partir d'un argument dimensionnel (e.g. préfacteurs dépendants de grandeurs externes comme le diamètre de l'embout). Notons que le cas de l'eau correspond au cas d'un fluide peu visqueux, c'est-à-dire à un nombre de Reynolds Re défini par $Re = (\frac{h}{l_\nu})^{1/2}$ très grand devant 1.

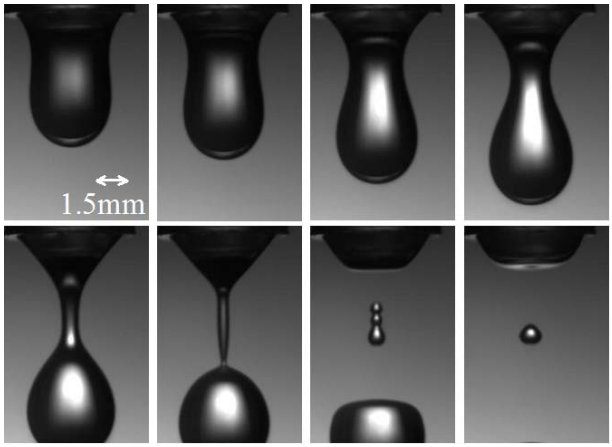


FIGURE 8.2 – *Clichés photographiques de la chute d'une goutte d'eau pris aux temps mesurés par rapport au point de singularité* $t_p - t = 20$ ms, $t_p - t = 14$ ms, $t_p - t = 8$ ms, $t_p - t = 5$ ms, $t_p - t = 2$ ms, $t_p - t = 1$ ms, $t_p - t = 0$ ms, $t_p - t = -2$ ms.

8.2.2 Comparaison avec l'expérience

Observations typiques

Les clichés photographiques 8.2 représentent les différentes étapes de la chute d'une goutte d'eau à la fréquence d'acquisition de 1000 images par seconde. La goutte se détache quand le poids excède la force capillaire qui la retient, et qui vaut au maximum $D_S \pi \gamma$. Les temps sont calculés par rapport au point de singularité t_p.

- Dans un premier temps, on observe l'apparition d'un minimum dans le profil de largeur de la goutte. On note D la valeur de la largeur du profil au niveau de l'amincissement.
- Il y a ensuite apparition d'une colonne de liquide qui devient de plus en plus fine au niveau de l'étranglement en raison des effets de tension de surface
- Puis on note la formation d'un pincement là où le détachement va se produire. La structure est alors typique, formée d'un cône pointu sur une surface de goutte quasiment plane. Après le détachement à $t = t_p$, des structures secondaires (satellites) se forment, dépendant principalement des effets visqueux.

Analyse

Les données expérimentales sont ensuite analysées pour connaître l'évolution du diamètre de l'amincissement D. La figure 8.3 représente l'évolution du profil en fonction du temps $t_p - t$. Pour observer le régime de loi de puissance décrit par l'équation (8.15) il est nécessaire de travailler avec une fréquence d'acquisition su-

périeure à 1000 images par seconde. Nous avons représenté les données en échelle log-log (Figure 8.3) pour déterminer la partie de la courbe qui obéirait à la loi de puissance. En faisant une régression linéaire sur les points de la partie linéaire de la courbe, on trouve un coefficient directeur de 2/3 avec une erreur inférieure à 5%. Expérimentalement, nous vérifions donc la loi de puissance (8.15).

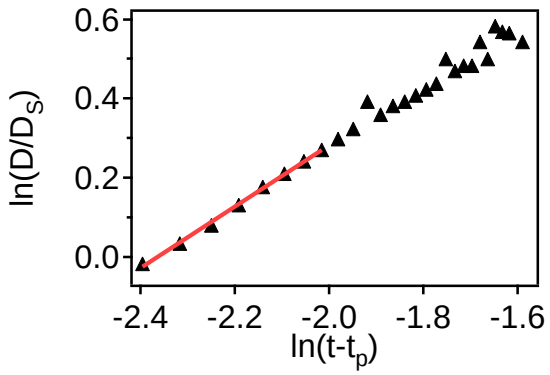


FIGURE 8.3 – *Détachement d'une goutte d'eau en échelle logarithmique (1243 images par s).*

8.3 Cas d'un fluide newtonien visqueux

Ce régime correspond au cas limite où le nombre de Reynolds vérifie $Re = \left(\frac{R}{l_\nu}\right)^{1/2} << 1$. La particularité des fluides visqueux est de produire de longs filaments (c.f. photographies 9.3) dont la taille peut être centimétrique, tandis que le diamètre est micrométrique. Papageorgiou [92] a établi des solutions similaires pour l'amincissement d'un fluide visqueux. Alors que l'analyse d'Eggers se plaçait dans le cadre plus général des équations de Navier-Stokes, ce problème peut être traité à partir des équations de Stokes. La dynamique de l'écoulement résulte d'une compétition entre effets visqueux et capillaires. En choisissant une échelle arbitraire R_0 correspondant au diamètre initial du jet. Les lois d'échelle sont alors de la forme :

$$h \sim R_0 \left(\frac{t'}{t_0}\right), \quad v \sim \frac{\gamma}{\rho\nu}\left(\frac{t'}{t_0}\right)^{\beta-1} \quad \text{et} \quad z \sim R_0 \left(\frac{t'}{t_0}\right)^{\beta}, \tag{8.16}$$

où $t' = t_\mathrm{p} - t$, $t_0 = \frac{\rho\nu R_0}{\gamma}$ et $\beta \approx 0.175$. Si l'on compare la valeur de β aux exposants définis dans la limite asymptotique de Navier-Stokes $z << l_\nu$ (voir équation (8.13)), on retrouve bien une dynamique d'amincissement plus lente. On appellera régime de Stokes ce régime de rétrécissement.

Papageorgiou fournit alors une expression du rayon minimal du cylindre dans ce régime :

$$h_{\min} = \frac{D}{2} = 0.0708 \frac{\gamma}{\eta} (t_p - t) \ , \tag{8.17}$$

où $D = 2h$ est le diamètre minimum du cylindre.

Pour t' tendant vers 0 les solutions ne peuvent plus être valides et tendent asymptotiquement vers le régime décrit par Eggers où toutes les forces sont en compétition. Kowalewski [75] décrit la transition vers ce régime avec la formation d'un filament extrêmement mince, de rayon inférieur à celui décrit par le régime de Stokes. Pour le détachement d'un fluide visqueux, on pourra donc observer les deux régimes : d'abord le régime de Stokes $z >> l_\nu$, puis le régime de Navier-Stokes $z << l_\nu$ [108, 109]. D'après les valeurs inscrites dans le tableau 8.1, nous constatons que le régime d'Eggers n'est observable que pour des fluides extrêmement visqueux. Les difficultés expérimentales sont alors nombreuses car le filament devient extrêmement long rendant la mesure complexe : nécessité d'une atmosphère protégée pour que la colonne ne soit pas soumise au courant d'air rendant la mise au point impossible, expériences de formation de pont capillaire en contraignant une goutte entre deux disques en regard (on peut rencontrer des problèmes de mouillage et d'accélération pour se placer dans une situation d'équilibre instable).

8.4 Conclusion

	$Re << 1$	$Re = O(1)$	$Re >> 1$
$(t_p - t) >> t_\nu$	$2 \times 0.0708 \frac{\gamma}{\eta}(t_p - t)$		$\sim (\frac{\gamma}{\rho})^{1/3}(t_p - t)^{2/3}$
$(t_p - t) << t_\nu$		$2 \times 0.0304 \frac{\gamma}{\eta}(t_p - t)$	

TABLE 8.2 – *Récapitulatif des différents régimes décrits dans ce chapitre. Les expressions inscrites sont celles du diamètre minimum de détachement $D = 2h$.*

Nous avons posé dans ce chapitre les bases théoriques pour comprendre la dynamique de détachement des gouttes. Nous retiendrons les expressions utiles dans notre étude sur les suspensions. Dans le cas où $z << l_\nu$, quand il y a compétition entre viscosité, capillarité et inertie, le régime est celui de Navier-Stokes décrit par l'équation (8.14). Dans le cas où $z >> l_\nu$, plus accessible expérimentalement, on distingue selon la valeur du nombre de Reynolds, un régime visco-capillaire ou régime de Stokes décrit par l'équation (8.17) ou un régime capillaro-inertiel décrit par l'équation (8.15). Nous rassemblons dans le tableau 8.2 les lois d'échelles décrites dans ce chapitre.

Chapitre 9

Dynamique du détachement de suspensions

Ce chapitre est consacré à l'étude du détachement de gouttes de suspensions dont la fraction volumique évolue entre 18% et 60%. Nous avons posé les bases théoriques nécessaires à la compréhension de ces phénomènes au chapitre précédent.

Dans la partie II de ce manuscrit, nous avons identifié lors d'expériences sur plan incliné une transition continue entre un régime de type fluide visqueux effectif et un régime dit "pseudo-granulaire" dans le cas d'un écoulement sous cisaillement. Au sein de ce chapitre, nous allons décrire et comprendre le rôle joué par les grains dans le détachement de gouttes : la suspension est cette fois ci soumise à une élongation.

Notre protocole expérimental consiste à comparer systématiquement le cas de la suspension et d'une huile en choisissant la viscosité de l'huile de sorte qu'elle ajuste celle (effective) de la suspension. Nous partons ainsi d'un terrain connu, le détachement de gouttes d'huile et analysons les écarts observés par rapport à leurs comportements.

Après avoir présenté le protocole expérimental, nous décrirons le cas des huiles étudiées spécifiquement ici. Nous nous intéresserons ensuite au déroulement typique d'une expérience et isolerons les différentes phases du processus de détachement. Nous nous attacherons enfin à caractériser l'influence des grains sur notre système.

9.1 Protocole expérimental

9.1.1 Dispositif expérimental

Le schéma du dispositif expérimental est représenté sur la figure 9.1. C'est un montage relativement simple. L'organe central dans une expérience de détachement de goutte est une caméra rapide. Il existe des caméras allant jusqu'à

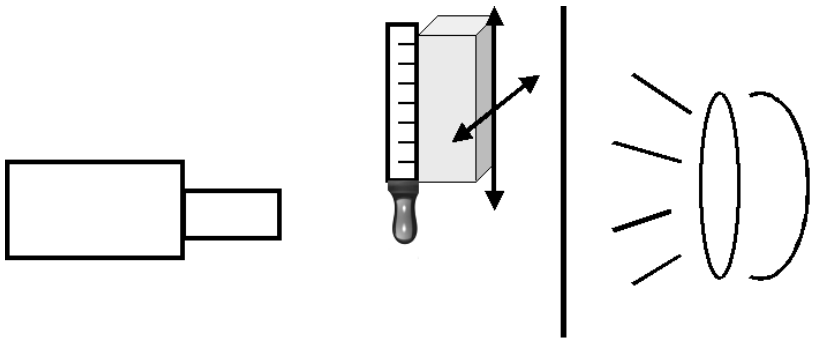


FIGURE 9.1 – *Schéma du dispositif expérimental.*

100 000 images par seconde. En raison des capacités de stockage, il faut trouver un compromis entre la résolution temporelle et la résolution spatiale. Celle que nous avons utilisée est une caméra CCD (Charged Coupled Device) de la marque Phantom, permettant d'accéder à des fréquences d'acquisition de l'ordre de 3000 images par seconde pour une fenêtre de 1632×400 pixels. Nous avons monté sur la caméra un objectif Macro de la marque SIGMA (Objectif Macro 105mm F2,8 EX DG). Nous avons fait des expériences avec ou sans bague allonge. La bague allonge utilisée est de type soufflet et se place entre l'objectif et la caméra. Celle-ci permet de diminuer la distance de mise au point minimum de l'objectif mais affecte la luminosité. Nos expériences ont donc été effectuées avec zoom (bague allonge et objectif) ou sans zoom (objectif seul). Dans un cas, on obtient une très bonne résolution et dans l'autre un plus grand champ (nécessaire dans le cas où le filament est très long et bouge). [1]

L'autre aspect important du montage est l'éclairage étant donné la fréquence d'acquisition de l'image. Il est nécessaire d'éclairer le montage avec une source lumineuse extrêmement puissante. Nous avons utilisé un spot halogène de puissance $800W$ (marque mandarine orange) avec des volets noirs pour canaliser la lumière. Pour que le rendu soit homogène sur une grande étendue, nous plaçons un écran diffuseur entre la caméra et la goutte. Le temps d'exposition est choisi autour de 300 µs.

Une seringue est montée sur une platine de translation. Afin que le détachement se produise dans le champ de la caméra, il suffit de déplacer la seringue (voir photographie 9.2). Nous avons utilisé deux seringues avec des embouts différents : l'un de diamètre extérieur $D_1 = 3.5$ mm et l'autre de diamètre $D_2 = 5.5$ mm (de diamètre intérieur identique $D = 1.5$ mm). La taille initiale de la goutte est donnée par le diamètre extérieur car le liquide vient mouiller la surface extérieure de la seringue. Un thermomètre est placé au-dessus du montage pour mesurer pour chaque expérience la température. Celle-ci est soumise à de grandes variations du fait de la présence du spot halogène.

1. Nous remercions vivement José Bico et Benoît Roman de nous avoir prêté l'optique nécessaire au montage.

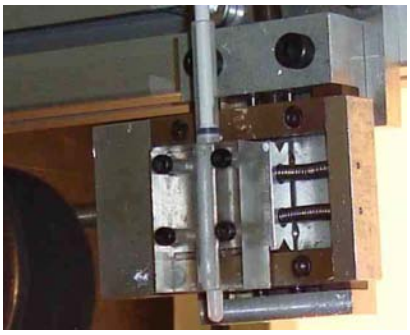


FIGURE 9.2 – *Photographie de la seringue montée sur une platine de translation.*

9.1.2 Préparation des suspensions

Nous avons travaillé avec le système grains/fluide dont les caractéristiques ont été rapportées au chapitre 5. Pour l'étude sur plan incliné, la majorité des expériences ont été faites avec une taille de $d = 40\,\mu m$. Ici, nous avons utilisé un large panel de tailles de grains. Nous rappelons qu'il s'agit de billes de polystyrène de densité $1050\,kg\,m^{-3}$ parfaitement sphériques et monodisperses. Le fluide interstitiel est une huile silicone de marque ShinEtsu SE KF-6011 utilisée aussi sur le plan incliné. Les données fournies par le constructeur sont la densité $\rho = 1070\,kg\,m^{-3}$ à $T = 25\,°C$, une viscosité $\eta = 139$ mPa.s à $T = 25\,°C$. Les caractéristiques du fluide sont donc une suspension non-Brownienne, monodisperse et iso-dense (différence de masse volumique $< 5\%$).

Nous avons utilisé trois huiles de silicone de viscosité différente pour comparer à des suspensions de même viscosité effective dont la fraction volumique a été préalablement ajustée. Nous appelons huile silicone (1) celle de viscosité $\eta_1(T = 23\,°C) = 0.185$ Pa.s, huile silicone (2) celle de viscosité $\eta_2(T = 23\,°C) = 0.960$ Pa.s et huile silicone (3) celle de viscosité $\eta_3(T = 23\,°C) = 4.8$ Pa.s.

Les différentes configurations des expériences sont rassemblées dans le tableau 9.1. Quand la configuration "1 type" est mentionnée, cela précise que la bague allonge n'a pas été utilisée. Notons que les expériences exploitées dans ce chapitre sont uniquement aux fractions 18%, 20%, 40,7% et 50.5%. Notons qu'au delà d'une fraction de 52%, les expériences ne sont pas exploitables. La suspension se bloque car le diamètre intérieur de la seringue (1.5 mm) est trop faible par rapport à la taille des grains.

9.1.3 Traitement des données

Pour exploiter les nombreuses expériences menées et donc le grand nombre d'images qui en résulte, nous avons écrit un programme pour automatiser le dépouillement des images. Écrit en langage JAVA, il fonctionne avec le logiciel Image J. Il permet essentiellement de déterminer le contour de la goutte qu'il écrit dans un fichier texte.

huile	diam. grains d	Zoom	D_S (mm)	ϕ (%)
SE KF-6011	20 µm	2 types	3.5 5.5	18 40.7 50.5
SE KF-6011	20 µm	1 type	3.5 5.5	20 40 45
SE KF-6011	40 µm	2 types	3.5 5.5	18 40.7 50.5
SE KF-6011	40 µm	1 type	3.5 5.5	20 40 45
SE KF-6011	40 µm	1 type	3.5	30 48 50 51 52 53 54 55 57 60
SE KF-6011	80 µm	2 types	3.5 5.5	18 40.7 50.5
SE KF-6011	80 µm	1 type	3.5 5.5	20 40 45
SE KF-6011	140 µm	2 types	3.5 5.5	18 40.7 50.5
SE KF-6011	140 µm	1 type	3.5 5.5	20 40 45
SE KF-6011	250 µm	2 types	3.5 5.5	18 40.7 50.5
SE KF-6011	250 µm	1 type	3.5 5.5	20 40 45
h. silicone(1)		2 types	3.5 5.5	0
h. silicone(2)		2 types	3.5 5.5	0
h. silicone(3)		2 types	3.5 5.5	0

TABLE 9.1 – *Configurations utilisées.*

Souhaitant connaître l'évolution du diamètre minimum, nous avons écrit un programme dans le tableur IGOR qui détermine à partir du contour le diamètre minimum. Nous connaissons donc à chaque instant le diamètre D de l'étranglement quand une goutte se détache.

9.2 Expériences avec l'huile

9.2.1 Observations

Les expériences avec 3 huiles de silicone de viscosité différente (η_1 = 0.185 Pa.s, η_2 = 0.960 Pa.s, η_3 = 4.8 Pa.s à T = 23 °C) sont présentées dans ce paragraphe. Si l'on compare l'évolution pour l'huile de plus faible et de plus forte viscosité, on constate que le filament devient extrêmement long et la dynamique de rupture très lente (c.f. clichés 9.3 et 9.4). Le filament qui se forme peut atteindre une taille centimétrique, tandis que le diamètre est plutôt micrométrique. L'évolution est sensiblement toujours la même. Au début, la goutte est déstabilisée sous l'effet de son poids. Ensuite, il y a compétition entre viscosité et capillarité : la tension de surface tend à accélérer la dynamique de rupture, phénomène auquel s'oppose la viscosité. L'inertie joue un rôle mineur dans la dynamique et le filament formé peut devenir alors très long. Proche de la rupture, quand le fluide bouge de plus en plus vite, l'approximation de Stokes n'est plus valide. Il y a alors compétition entre inertie, capillarité et viscosité.

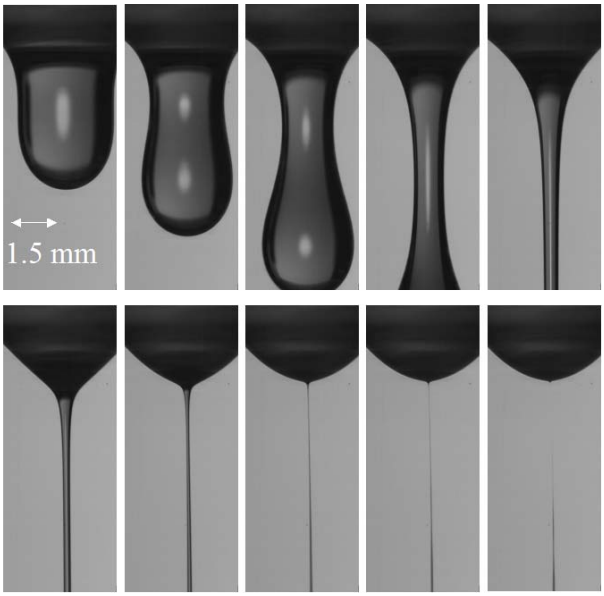


FIGURE 9.3 – *Clichés photographiques pris avec une fréquence de 2000 images par seconde de la chute d'une huile, à travers un orifice* D_S = 5.5 mm*, de viscosité* η = 185 mPa.s *à* T = 23 °C *aux temps respectifs* $t_p - t$ = 168 ms, $t_p - t$ = 118 ms, $t_p - t$ = 95.5 ms, $t_p - t$ = 76.5 ms, $t_p - t$ = 54.5 ms, $t_p - t$ = 25.5 ms, $t_p - t$ = 10 ms, $t_p - t$ = 1.5 ms, $t_p - t$ = 0.5 ms, $t_p - t$ = 0 ms *avant le détachement.*

Comme on peut le voir sur les photographie 9.4, il est difficile d'observer le détachement dans le champ de la caméra. Nous ne pouvons donc déterminer avec précision le temps t_p où le "pinch" a lieu. Les expériences avec l'huile sont menées afin de comparer avec une suspension dont on a ajusté correctement la fraction volumique. Pour une étude expérimentale détaillée des huiles, on peut se reporter aux travaux de Rothert *et al.* [108]. Nous présentons ci-après les différents régimes identifiés.

9.2.2 Analyse du détachement de l'huile

Pour les huiles de viscosité dynamique $\eta_1(T = 23\,°C) = 185$ mPa.s et $\eta_2(T = 23\,°C) = 960$ mPa.s, nous observons les deux régimes décrits au chapitre 8 :

- Le plus proche du détachement correspond à celui décrit par Eggers, appelé aussi régime de Navier-Stokes. L'évolution du profil est décrite par l'équation (8.14) et correspond à une compétition entre capillarité, viscosité et inertie. Ce régime linéaire est représenté par des traits pointillés sur le graphique 9.5. Toutefois, nous ne visualisons probablement que la transition vers ce régime. En effet, les temps caractéristiques de son observation décrits dans le tableau 8.1 sont très petits devant nos temps de mesure (huile (1) : 0.02 ms et huile (2) : 2 ms).



FIGURE 9.4 – *Clichés photographiques pris avec une fréquence de 2000 images par seconde de la chute d'une huile, à travers un orifice* D_S = 5.5 mm*, de viscosité* η = 4.5 Pa.s *à* T = 23 °C*, numéro de clichés respectifs 1, 32, 106, 236, 477.*

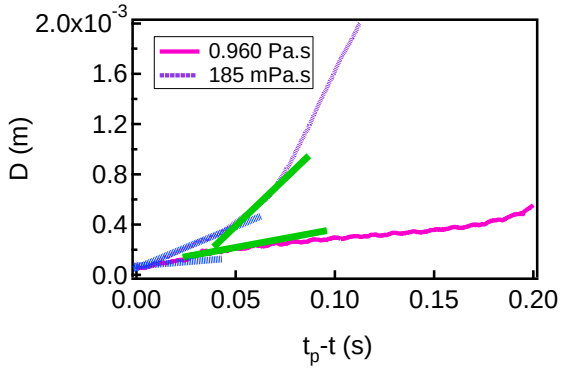


FIGURE 9.5 – *Evolution du diamètre minimum pour deux huiles de viscosité différente.*

– Un peu plus loin du "pinch", l'amincissement est décrit par la loi 8.17. Ce régime, lui aussi linéaire, est représenté par les droites en trait plein sur le graphique 9.5. Il correspond à un équilibre entre forces visqueuses et capillaires, c'est le régime dit de Stokes.

Plus l'huile est visqueuse, plus le détachement est ralenti (il dure plus de 100 ms pour l'huile de viscosité 960 mPa.s). En amont, la littérature propose un ajustement de type exponentiel des données, ce qui correspond à une instabilité de type Rayleigh (voir paragraphe 8.1.2). Toutefois, il est nécessaire de travailler dans des conditions extrêmement contrôlées de débit pour assurer une reproductibilité des expériences dans ce régime, car on se situe loin du point de singularité. Ayant manipulé avec deux embouts différents, nous comparons les évolutions de l'huile de silicone de viscosité η_1 = 185 mPa.s dans ces deux configurations. Nous constatons, sur la figure 9.6 que, près de la singularité, il y a bien reproductibilité de l'évolution du diamètre minimum en fonction du temps. En revanche, le

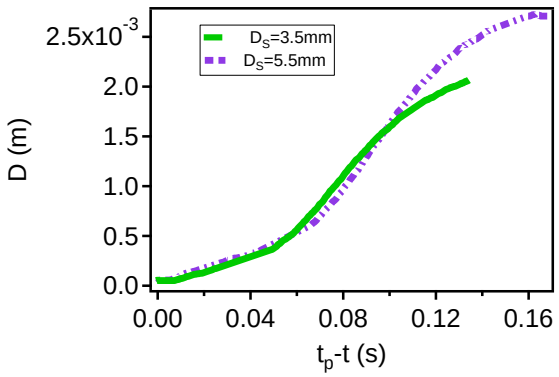


FIGURE 9.6 – *Evolution du diamètre minimum en fonction du temps pour deux embouts différents* D_S = 3.5 mm *et* D_S = 5.5 mm *pour une huile de viscosité* η = 0.185 Pa.s.

comportement diffère nettement pour des conditions initiales différentes au delà de $t_p - t \simeq 100$ ms.

Toutefois, même avec des expériences très contrôlées, Rothert *et al.* [109] observent un régime de type "exponentiel" en très mauvais accord avec le modèle d'instabilité de Rayleigh. Pour conclure, dans nos conditions expérimentales, l'étude dans le cas où $t_p - t \geq 100$ ms est extrêmement délicate, elle nécessite de contrôler le débit, ce qui n'est pas le cas dans nos propres expériences.

Pour notre étude, l'huile est avant tout un outil de comparaison avec une suspension de même viscosité effective. Nous tâcherons donc de déterminer dans les paragraphes suivants quelle est l'influence des grains dans la dynamique de l'écoulement.

9.3 Description d'une expérience typique

9.3.1 Observations qualitatives

Nous comparons la dynamique du détachement pour chaque suspension à une huile de même viscosité effective. Nous prenons comme exemple le comportement d'une suspension de fraction ϕ = 40.7%, de taille de grains d = 40 µm (figure 9.7), que nous comparons à une huile de viscosité η_2 = 960 mPa.s (figure 9.8). Qualitativement, nous observons des analogies, ainsi que des différences :

- La goutte a tendance à se détacher sous l'effet de la gravité dans le cas de la suspension et de l'huile.
- Pour l'huile, on observe un long filament visqueux qui résulte de la compétition entre viscosité et capillarité. Dans le cas de la suspension, la présence de grains accélère la dynamique de détachement. Il y a déplacement des grains hors de la zone spatiale proche du détachement : bourrelets en amont et en aval du détachement.

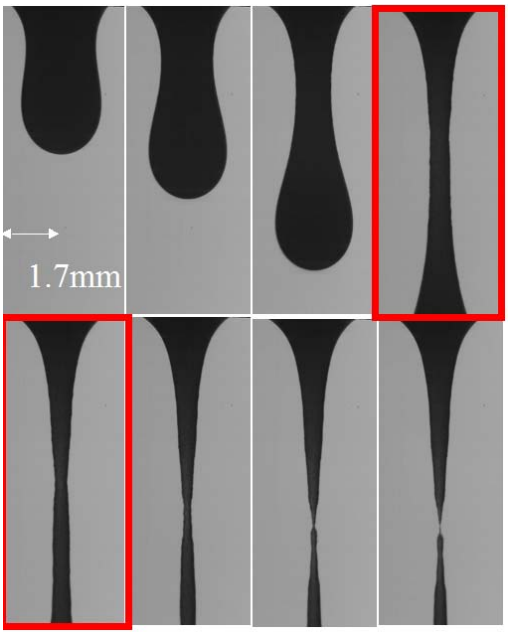


FIGURE 9.7 – *Clichés photographiques pris avec une fréquence de 1520 images par seconde du détachement d'une goutte de suspension de fraction* $\phi = 40.7\%$*, de taille de grains* $d = 40$ µm *(*$D_S = 3.5$ mm*) aux temps respectifs* $t_p - t = 256.0$ ms, $t_p - t = 119.1$ ms, $t_p - t = 62.5$ ms, $t_p - t = 25.0$ ms, $t_p - t = 12.5$ ms, $t_p - t = 4.6$ ms, $t_p - t = 0.7$ ms, $t_p - t = 0$ ms. *Les clichés encadrés correspondent à ceux du régime "suspension" décrit au paragraphe 9.4.2.*

– Le long filament d'huile tend à se casser. Dans le cas de la suspension, près de la singularité, il ne reste plus que le fluide interstitiel, sans aucun grain. On doit donc retrouver un comportement de détachement du fluide interstitiel seul.

9.3.2 Comparaison suspension/huile

De manière plus quantitative, nous comparons pour chaque expérience (e.g. sur la figure 9.9 (a)) l'évolution du détachement pour la suspension et une huile de même viscosité. La dynamique de détachement d'un fluide visqueux est extrêmement lente dans le régime visco-capillaire. On ne peut donc espérer trouver un régime où le comportement des deux fluides se superpose si l'on choisit comme référence temporelle le point de singularité. Les échelles de temps doivent donc être décalées pour trouver un régime d'évolution similaire. Nous translatons donc la courbe de l'huile sur l'échelle du temps pour trouver une zone de superposition. Sur la figure 9.9 (a), nous présentons la comparaison d'une huile de viscosité 0.960 Pa.s et d'une suspension de fraction $\phi = 40.7\%$ avec des grains de taille $d = 40$ µm (expériences pour le même embout de seringue $D_S = 3.5$ mm et donc

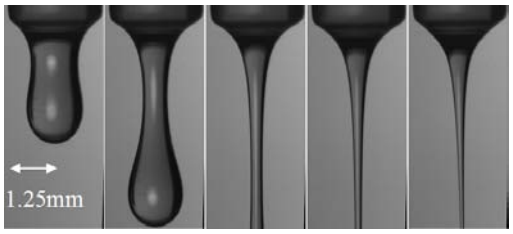


FIGURE 9.8 – *Clichés photographiques pris avec une fréquence de 1520 images par seconde du détachement d'une huile de viscosité* 0.960 Pa.s *(D_S = 3.5 mm) numéro de clichés respectifs 1, 192, 256, 296, 389.*

le plus similaire possible). Nous constatons qu'il existe un régime que l'on peut qualifier de "visqueux", dans lequel il y a superposition des deux courbes. Dans cette zone, le comportement de la suspension est donné alors par une viscosité effective identique à celle obtenue dans les expériences de cisaillement.

9.3.3 Reproductibilité

Nous comparons des expériences pour des suspensions de fraction $\phi = 40.7\%$, de taille de grains $d = 40$ µm pour les embouts $D_S = 3.5$ mm ou $D_S = 5.5$ mm sur la figure 9.9 (b). Nous constatons alors que pour $D_S = 3.5$ mm, les expériences sont reproductibles. Néanmoins, le comportement est très différent pour $t_p - t > 80$ ms entre les deux différents embouts. En raison d'une surface de mouillage très différente dans le cas d'un diamètre $D_S = 5.5$ mm, on ne peut comparer la dynamique de détachement loin du "pinch". De manière générale, comme on peut le voir sur la figure 9.9(c), l'embout de taille $D_S = 5.5$ mm induit un angle de mouillage beaucoup plus important que pour $D_S = 3.5$ mm. Cela rend les expériences plus difficiles à interpréter. Près de la singularité, le comportement redevient identique pour toutes les expériences avec des seringues différentes.

Loin du détachement, étant sensible aux conditions initiales, nous nous limiterons alors à une étude pour le diamètre extérieur de seringue $D_S = 3.5$ mm.

9.4 Différents régimes de détachement

Sur la figure 9.10, nous représentons l'évolution du diamètre minimum en fonction du temps pour des suspensions de taille de grains $d = 40$ µm et de fractions respectives $\phi = 18\%$, $\phi = 40.7\%$, $\phi = 50.5\%$ pour $D_S = 3.5$ mm. Nous pouvons identifier 3 régimes que nous décrirons plus en détail ci-après :

- Un régime de type "exponentiel", loin de la singularité. C'est celui présenté sur la figure 9.9 (a), qui correspond à un comportement similaire de l'huile et de la suspension. Bien que décrit dans la littérature [109], l'ajustement par une exponentielle n'est pas très robuste, même dans le cas de l'huile. Comme nous l'avons discuté avant, on peut justifier l'évo-

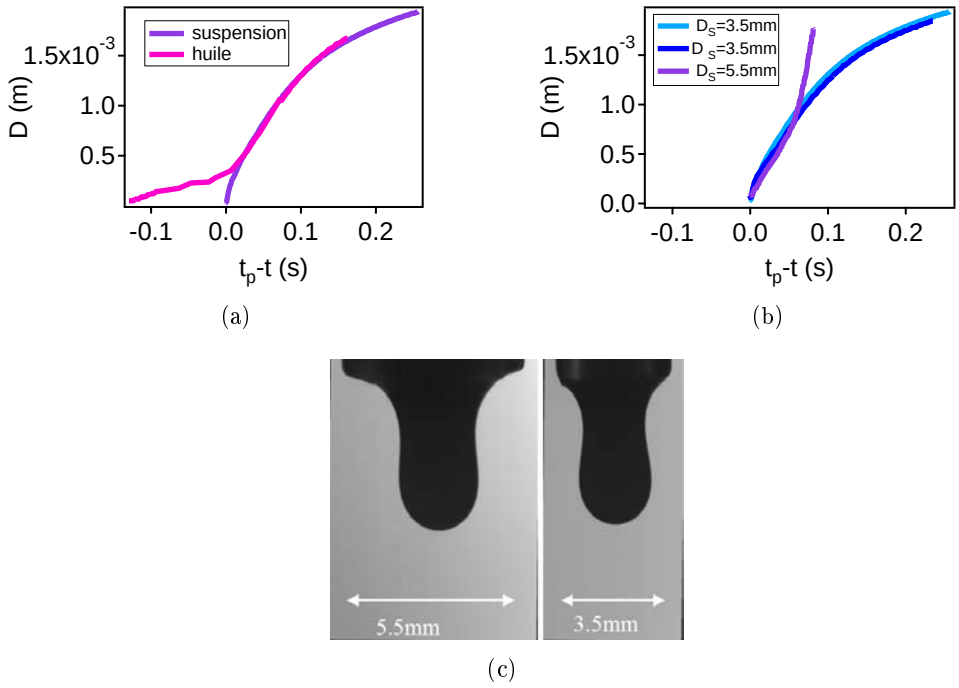


FIGURE 9.9 – *(a) Comparaison de l'évolution du diamètre minimum de détachement d'une goutte d'huile de viscosité* $\eta_2 = 960$ mPa.s *(décalée temporellement par rapport au point de détachement) et d'une suspension de fraction* $\phi = 40.7\%$*, de taille de grains* $d = 40$ µm *(*$D_S = 3.5$ mm*). (b) Comparaison de l'évolution du diamètre minimum de détachement de gouttes de suspension de fraction* $\phi = 40.7\%$*, de taille de grains* $d = 40$ µm *pour* $D_S = 3.5$ mm *(et* $D_S = 5.5$ mm*). (c) Clichés photographiques montrant le mouillage de l'embout de la seringue pour* $D_S = 3.5$ mm *et* $D_S = 5.5$ mm *d'une suspension identique.*

lution exponentielle du détachement d'un fluide visqueux par un modèle d'instabilité linéaire de déformation de jet (c.f. paragraphe 8.1.2). Toutefois, le taux de croissance fournit par l'équation (8.7) est en très mauvais accord avec les résultats expérimentaux [109].

- Un régime accéléré par rapport à l'huile de même viscosité, en raison de la présence des grains (figure 9.9 (a)).
- Un régime du fluide interstitiel seul, qui nous ramène au cas connu de l'huile près du point de la singularité (c.f. paragraphe 9.2).

9.4.1 Test du régime "exponentiel"

Ce régime correspond à celui où une portion de courbe est commune pour la suspension et l'huile de même viscosité (décrit au paragraphe 9.3.2). Si nous

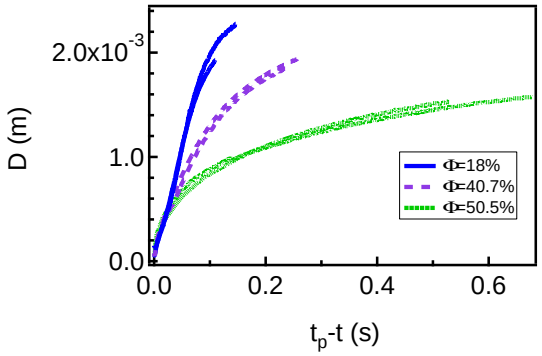
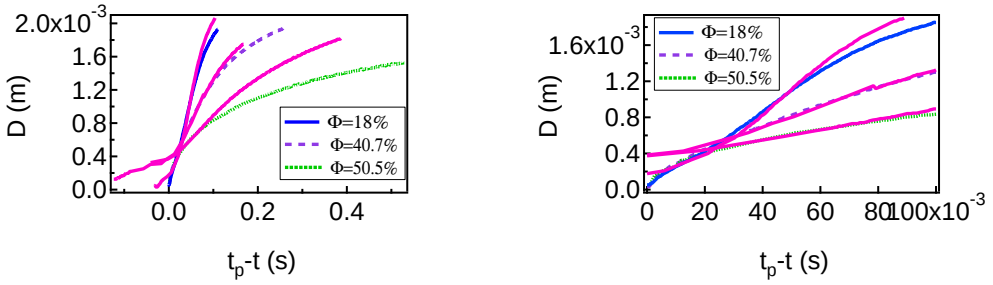


FIGURE 9.10 – *Evolution du pincement lors du détachement de gouttes de suspension de fraction* ϕ = 18%, ϕ = 40.7%, ϕ = 50.5% *pour des taille de grains* d = 40 µm *et* D_S = 3.5 mm.

comparons pour différentes fractions volumiques l'ajustement avec une huile de même viscosité, nous constatons sur la figure 9.11 (a) que plus la suspension est concentrée et plus le domaine où l'on peut la considérer comme un fluide visqueux effectif est restreint. Toutefois, si l'on se limite au domaine temporel (figure 9.11 (b)) où nous pouvons affirmer l'indépendance des conditions initiales et donc la reproductibilité ($t_p - t < 100$ ms), nous constatons que le détachement de la suspension et de l'huile de même viscosité sont plutôt en bon accord. L'écoulement en élongation de la suspension est donc régi par une viscosité effective. Nous ne mesurons donc pas, avec notre dispositif expérimental, de différence de viscosité élongationnelle des suspensions par rapport à un fluide sans grains.



(a) (b)

FIGURE 9.11 – *Evolution du pincement lors du détachement de gouttes de suspensions de fraction* ϕ = 18%, ϕ = 40.7%, ϕ = 50.5% *pour des taille de grains* d = 40 µm *et une huile de même viscosité effective (en rouge) (*D_S = 3.5 mm*) : (a) illustre le décalage temporel pour les huiles (b) limitation à la zone temporelle de reproductibilité (*$t_p - t < 100$ ms*).*

Furbank et Morris décrivent des expériences avec des suspensions de particules $d \sim 100$ µm, de fraction volumique comprise entre 30 et 40% et des diamètres d'embout D_S de 12 ou 25 fois la taille des grains [55]. Pour toutes leurs expériences, il font un ajustement exponentiel de la loi d'évolution du rayon en fonction du temps. Plus la fraction volumique est importante, plus le domaine d'ajustement est restreint. De plus, en mesurant le taux de décroissance de l'exponentielle B, ils obtiennent une loi de puissance du type :

$$BD_S \propto \eta^{-1/3} \ , \tag{9.1}$$

où η est la viscosité dynamique de la suspension.

Quand la viscosité effective de la suspension est élevée, le recoupement avec le comportement d'une huile de même viscosité est moindre, le domaine "exponentiel" est alors restreint. Cette observation est donc en accord avec les travaux de Furbank et Morris.

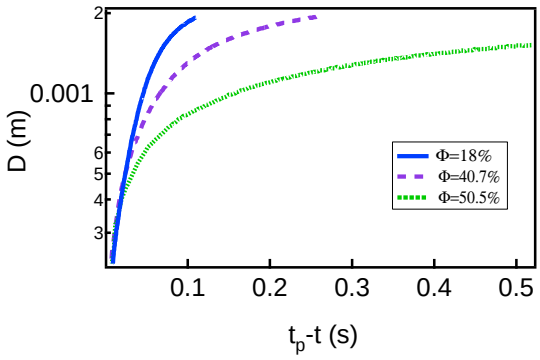


FIGURE 9.12 – *Evolution du pincement lors du détachement de gouttes de suspension de fraction ϕ = 18%, ϕ = 40.7%, ϕ = 50.5% pour des taille de grains d = 40 µm (D_S = 3.5 mm) en échelle semi-logarithmique.*

Dans le cas de nos expériences et de notre résolution, il est possible de faire grossièrement un ajustement par une exponentielle au début de nos courbes. Toutefois, si l'on regarde la figure 9.12 tracée en échelle semi-logarithmique, il est très net qu'un ajustement de type exponentiel n'est pas correct au début du détachement. Nous ne pouvons donc considérer qu'une tendance fournie par le taux de décroissance d'un tel ajustement.

Visuellement, le "régime exponentiel" correspond aux trois premiers clichés (1, 209, 295) de la figure 9.7.

9.4.2 Régime "suspension"

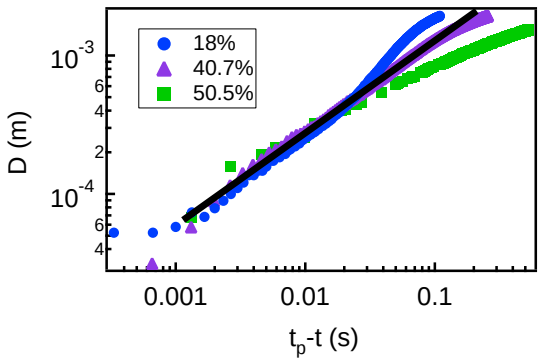


FIGURE 9.13 – *Evolution du pincement lors du détachement de gouttes de suspension de fraction* ϕ = 18%, ϕ = 40.7%, ϕ = 50.5% *pour des taille de grains* d = 40 µm *(*D_S = 3.5 mm*). La courbe noire correspond à une droite de pente* 2/3.

En deçà d'un temps de l'ordre de 50 ms, comme on peut le voir sur la figure 9.10, quelles que soient la fraction volumique ou les conditions de préparation, la dynamique du détachement est identique. Ce régime est original et propre aux suspensions. Si nous représentons en échelle log-log le diamètre de pincement en fonction du temps, pour les fractions ϕ = 18%, ϕ = 40.7%, ϕ = 50.5% et une taille de grains de d = 40 µm, nous constatons que ce régime est du type loi de puissance.

Dans ce régime, la loi de comportement est indépendante des conditions initiales. Des expériences supplémentaires à D_S = 5.5 mm l'ont confirmé. Étant proche du point de singularité, le comportement de la goutte est indépendant des conditions aux limites, des conditions initiales et des forces extérieures. Or, les paramètres dimensionnés importants au voisinage du détachement ne peuvent être que la tension superficielle γ, la masse volumique ρ et la viscosité η. Toutefois, pour des suspensions de fraction volumique différente et donc de viscosité effective différente, les courbes se superposent. La loi de détachement est donc indépendante de la viscosité. La seule échelle spatiale que l'on peut créer, par des raisons de dimensionnement, est donc celle correspondant à un régime capillaro-inertiel :

$$D \sim (\frac{\gamma}{\rho})^{1/3}(t_p - t)^{2/3} \ , \tag{9.2}$$

analogue à celle de l'eau décrite par (8.15). On doit donc trouver une loi de puissance avec un exposant 2/3. Sur la courbe 9.13, nous avons représenté une droite de pente 2/3. Nous constatons un très bon accord du comportement des suspensions avec une loi de puissance en 2/3. Nous étudierons plus en détail ce régime dans la partie 9.5.

Notons qu'il est très étonnant de trouver un régime correspondant à une compétition entre capillarité et inertie. En effet, le nombre de Reynolds associé à cet écoulement (défini selon l'équation (8.4) est très inférieur à 1, ce qui implique que les effets inertiels sont négligeables devant les effets visqueux durant le détachement.

Ce changement de régime se fait à un diamètre identique pour toutes les fractions ϕ, contrairement à ce qui a été observé sur le plan incliné (chapitre 6). Nous rappelons que la suspension quitte le régime "visqueux" en deçà d'une hauteur notée h^*, dépendant de la fraction volumique ϕ.

Visuellement, ce régime correspond aux clichés encadrés (352 et 371) de la figure 9.7.

9.4.3 Régime "huile"

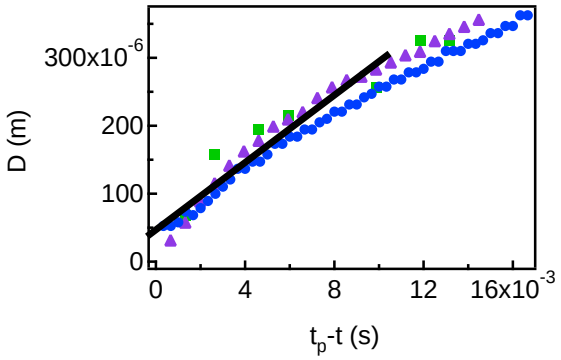


FIGURE 9.14 – *Evolution du pincement lors du détachement de gouttes de suspension de fraction ϕ = 18%, ϕ = 40.7%, ϕ = 50.5% pour des taille de grains d = 40 µm (D_S = 3.5 mm) : ϕ = 18% (•), ϕ = 40.5% (▲), ϕ = 50.5% (■). La droite noire correspond au régime de Stokes décrit par (8.17)*

Quelques images avant le détachement (typiquement une dizaine, avec des fréquence de l'ordre de 1000 images par seconde), on observe un dernier régime. Ceci est en accord avec l'observation expérimentale : un fil d'huile pure est observé à la fin du détachement. Proche du "pinch", nous devons donc retrouver la dynamique d'une huile décrite dans le paragraphe 8.3. Si nous représentons sur la figure 9.14 le cas de trois suspensions (pour les fractions ϕ = 18%, ϕ = 40.7% et ϕ = 50.5% avec d = 40 µm), nous constatons que nous sommes en relativement bon accord avec une droite de pente $2 \times 0.0708\,\gamma/\eta$ (c.f. équation (8.17)), représentée en noir. Sur la figure 9.14, ce changement de régime a lieu dans les 4 ms avant le point de singularité.

On peut noter que le filament d'huile n'apparaît pas encore sur le cliché 383 de la figure 9.7, bien que ce point de mesure nous semble en accord avec la dynamique décrite par l'équation (8.17). Il nous est difficile de conclure si nous

observons une transition vers ce régime ou si nous sommes effectivement dans ce régime.

Visuellement, ce régime correspond aux trois derniers clichés (383, 389, 390) de la figure 9.7.

9.5 Originalités du régime "suspension"

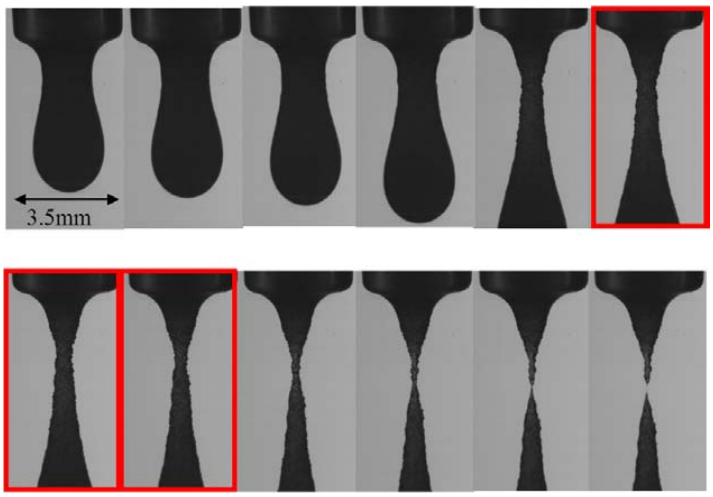
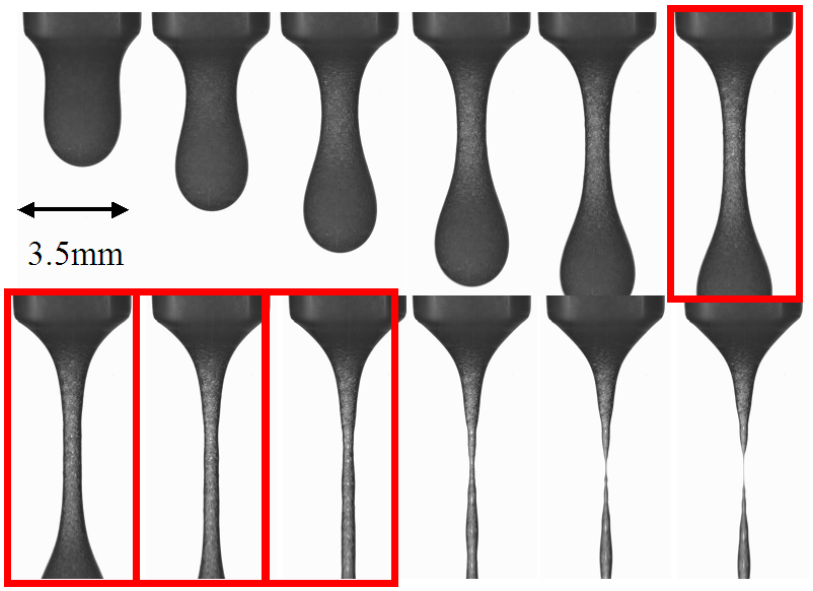
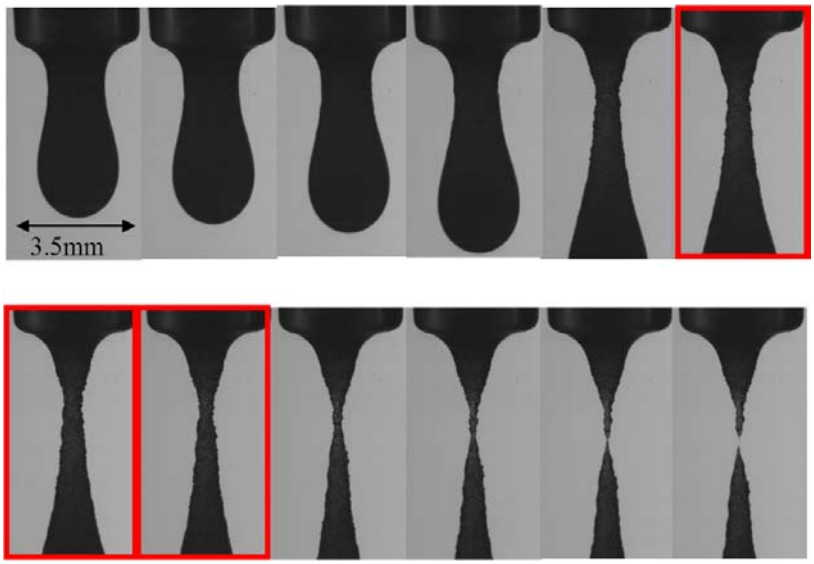


FIGURE 9.15 – *Clichés photographiques pris avec une fréquence de 1520 images par seconde du détachement d'une goutte de suspension de fraction* $\phi = 50.5\%$*, de taille de grains* $d = 80$ µm *(*$D_S = 3.5$ mm*) aux temps respectifs* $t_p - t = 825.0$ ms, $t_p - t = 627.6$ ms, $t_p - t = 430.3$ ms, $t_p - t = 232.8$ ms, $t_p - t = 35.5$ ms, $t_p - t = 29.6$ ms, $t_p - t = 19.7$ ms, $t_p - t = 13.1$ ms, $t_p - t = 6.6$ ms, $t_p - t = 3.9$ ms, $t_p - t = 2.0$ ms, $t_p - t = 1.3$ ms. *Les clichés encadrés correspondent à ceux du régime "suspension" décrit au paragraphe 9.4.2.*



(a)



(b)

FIGURE 9.16 – *Clichés photographiques pris avec une fréquence de 1520 images par seconde du détachement d'une goutte de suspension composée de grains de taille* $d = 80$ µm *(*$D_S = 3.5$ mm*) à : (a) la fraction* $\phi = 18\%$*, aux temps respectifs* $t_p - t = 54.5$ ms, $t_p - t = 162.5$ ms, $t_p - t = 68.4$ ms, $t_p - t = 48.0$ ms, $t_p - t = 31.6$ ms, $t_p - t = 28.3$ ms, $t_p - t = 22.4$ ms, $t_p - t = 16.4$ ms, $t_p - t = 11.2$ ms, $t_p - t = 4.6$ ms, $t_p - t = 2.0$ ms, $t_p - t = 1.3$ ms. *(b) à* $\phi = 40.7\%$*, aux temps respectifs* $t_p - t = 255.3$ ms, $t_p - t = 157.2$ ms, $t_p - t = 91.4$ ms, $t_p - t = 58.6$ ms, $t_p - t = 38.9$ ms, $t_p - t = 28.9$ ms, $t_p - t = 23.4$ ms, $t_p - t = 15.8$ ms, $t_p - t = 9.2$ ms. *Les clichés encadrés correspondent à ceux du régime "suspension" décrit au paragraphe 9.4.2.*

Nous étudions dans cette partie le régime original des suspensions décrit au paragraphe 9.4.2. Notamment, nous déterminerons l'influence de la fraction volumique et de la taille des grains sur ce régime. Nous décrirons des expériences avec des grains de taille d = 20 µm, d = 40 µm, d = 80 µm, d = 140 µm et d = 250 µm pour différentes fractions volumiques.

9.5.1 Description qualitative

Prenons les expériences pour une taille de grains d = 80 µm. Les clichés photographiques pour les fractions ϕ = 18%, ϕ = 40.7% et ϕ = 50.5% sont représentés respectivement sur les figures 9.16 (a), 9.16 (b) et 9.15. Nous rapportons dans le tableau 9.2, les numéros des images pour ces films, correspondant au régime "suspension".

Fraction volumique (%)	Images
18	204-232
40.7	345-374
50.5	2329-2360

TABLE 9.2 – *Images correspondant au régime "suspension" pour des grains de taille* d = 80 µm.

Visuellement, nous constatons que nous n'avons pas d'indice précis pour déterminer si nous entrons dans ce régime "original". Néanmoins, nous pouvons formuler quelques remarques :

- Systématiquement, pour chaque fraction de grains, le contour est lisse au début des expériences. Puis, au cours du détachement, l'influence des grains se fait ressentir. On note l'apparition d'irrégularités dans le contour de la goutte formée.
- Pour les derniers clichés, on observe la formation de bourrelets ou d'amas de grains, indiquant des zones d'hétérogénéité. La concentration dans la zone de détachement n'est alors plus homogène. On peut donc émettre l'hypothèse que le fluide s'auto-organise en chassant les grains, ce qui permet finalement le détachement du fluide interstitiel.
- Pour les fractions ϕ = 40.7% et ϕ = 50.5%, nous observons aisément dans le régime "suspension" ces hétérogénéités. Pour la fraction ϕ = 18%, l'aspect reste lisse jusqu'au cliché 223, les changements visuels sont beaucoup moins significatifs.

Notons que l'aspect de la goutte n'est évidemment pas le même pour des grains de taille d = 40 µm (figure 9.7), ou ceux de taille d = 250 µm (figure 9.18 (b)). La taille des grains doit donc jouer un rôle prépondérant dans la dynamique du détachement de gouttes de suspension. Nous allons étudier dans le prochain paragraphe leur influence.

9.5.2 Dépendance de la taille des grains

Nous comparons sur la figure 9.17 les comportements pour toutes les fractions volumiques et les tailles d = 20 µm, d = 80 µm, d = 140 µm, d = 250 µm. Cette figure est analogue à la 9.13 pour les billes de diamètre d = 40 µm.

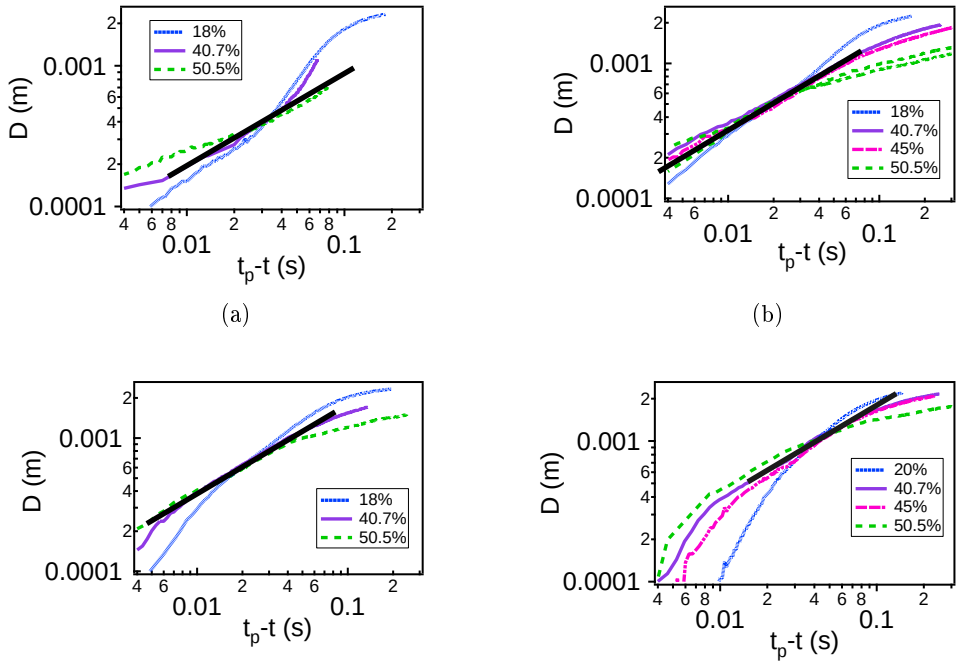
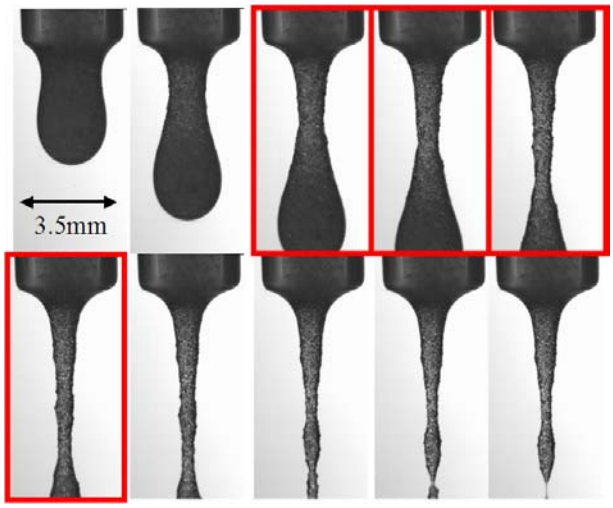


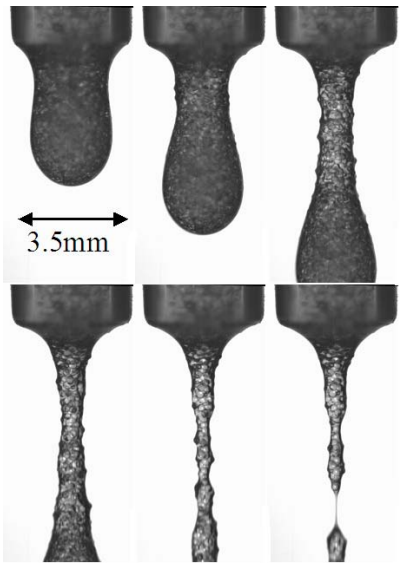
FIGURE 9.17 – *Evolution du diamètre minimum de gouttes de suspension en échelle log-log pour différentes fractions volumiques (D_S = 3.5 mm) (a) d = 20 µm (b) d = 80 µm (c) d = 140 µm (d) d = 250 µm. La droite correspond à une loi de puissance, exposant* 2/3.

Description

Pour la taille de grains d = 80 µm, nous observons un comportement tout à fait similaire à celui décrit dans la partie 9.4.2 pour les billes de taille d = 40 µm : le détachement est identique pour les 3 fractions volumiques et correspond à une loi de puissance d'exposant 2/3. En revanche, pour la taille d = 140 µm (clichés sur la figure 9.18 (a)), on note une petite différence de comportement : à la fraction volumique ϕ = 18%, le détachement de la suspension a lieu légèrement plus rapidement que le régime en loi de puissance aux fractions ϕ = 40.7% et ϕ = 50.5%.



(a)



(b)

FIGURE 9.18 – *Clichés photographiques pris avec une fréquence de 1520 images par seconde du détachement d'une goutte de suspension à la fraction* $\phi = 40.7\%$ *(*$D_S = 3.5$ mm*) : (a) de taille de grains* $d = 140$ µm *aux temps respectifs* $t_p - t = 278.3$ ms, $t_p - t = 69.1$ ms, $t_p - t = 40.1$ ms, $t_p - t = 30.9$ ms, $t_p - t = 19.7$ ms, $t_p - t = 13.8$ ms, $t_p - t = 11.2$ ms, $t_p - t = 4.6$ ms, $t_p - t = 2.6$ ms, $t_p - t = 1.3$ ms. *(b) de taille de grains* $d = 250$ µm *aux temps respectifs* $t_p - t = 250.0$ ms, $t_p - t = 79.6$ ms, $t_p - t = 34.9$ ms, $t_p - t = 19.7$ ms, $t_p - t = 7.9$ ms, $t_p - t = 2.6$ ms . *Les clichés encadrés correspondent à ceux du régime "suspension" décrit au paragraphe 9.4.2.*

Pour $d = 250$ µm, l'intérêt de ces expériences est de voir les mouvements des grains. Toutefois, le diamètre intérieur de la seringue est de $D = 1.5$ mm, ce qui ne représente que 6 fois la taille des grains. On ne peut donc pas garantir dans ces expériences la concentration de la suspension à la sortie de la seringue. Il n'est donc pas étonnant de trouver un comportement atypique pour ces expériences, comme on peut le constater sur la figure 9.17 (d).

Pour $d = 20$ µm, nous ne trouvons pas de superposition des courbes.

Analyse

Afin de mieux comprendre ce régime, nous traçons sur la figure 9.19 les coordonnées spatiales et temporelles correspondant au début de ce régime pour les 3 tailles de grains $d = 40$ µm, $d = 80$ µm, $d = 140$ µm. Nous reportons ces valeurs dans la table 9.3. Nous constatons sur cette figure que plus la taille des grains est importante, plus la distance au détachement est importante. Autrement dit, plus les grains sont gros, plus le système doit se préparer suffisamment tôt pour s'organiser. Ce régime constitue donc probablement une transition entre un régime "fluide visqueux effectif" et la formation d'un filament d'huile seule. La suspension se prépare au pincement en organisant ses grains plus ou moins longtemps à l'avance selon leur taille. On peut voir une image simpliste : plus la taille des grains est grande, plus il est difficile de les déplacer.

d(µm)	$t_p - t$(ms)	$D(10^{-4}m)$
40	25	5.3
80	31	7.6
140	44	10.5

TABLE 9.3 – *Coordonnées spatiales et temporelles de l'entrée dans le régime "suspension" pour différentes tailles de grains pour une fraction de grains* $\phi = 40.7\%$.

Nous pouvons donc expliquer la non-observation du régime "suspension" pour les grains de taille $d = 20$ µm. Pour ceux-ci, en extrapolant les tenances reproduites sur les figures 9.19 (a) et (b), nous constatons que ce régime a lieu beaucoup trop près du détachement. Si nous ne le visualisons pas, ce n'est peut-être pas qu'il n'existe pas, mais plutôt que notre résolution ne nous le permet pas.

Nous observons pour une même taille de grains une superposition des courbes de détachement de gouttes de fraction volumique différentes. Nous pouvons donc regarder la différence de comportement entre différentes tailles de grains dans ce régime.

Sur la figure 9.20, nous comparons l'évolution du détachement dans ce régime pour des grains de tailles différentes mais utilisés dans des suspensions préparées à la même fraction volumique. Nous constatons qu'il n'y a pas superposition des courbes, bien que le comportement soit similaire quel que soit le diamètre des billes : c'est une loi de puissance à l'exposant 2/3. Néanmoins, nous notons des

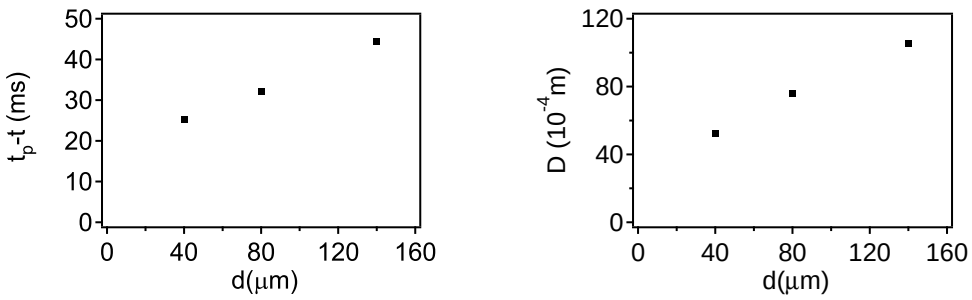


FIGURE 9.19 – *Coordonnées temporelles (a) et spatiales (b) de l'entrée dans le régime "suspension" pour différentes tailles de grains.*

différences : le point d'entrée, comme nous l'avons souligné précédemment, mais aussi le préfacteur de la loi de puissance diffèrent selon la taille des grains. Ce régime original, indépendant de la fraction volumique, ne dépend donc que de la taille des grains. Ceci renforce notre hypothèse de réorganisation de la matrice granulaire.

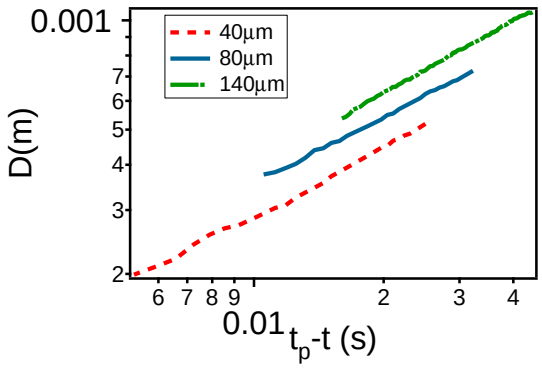


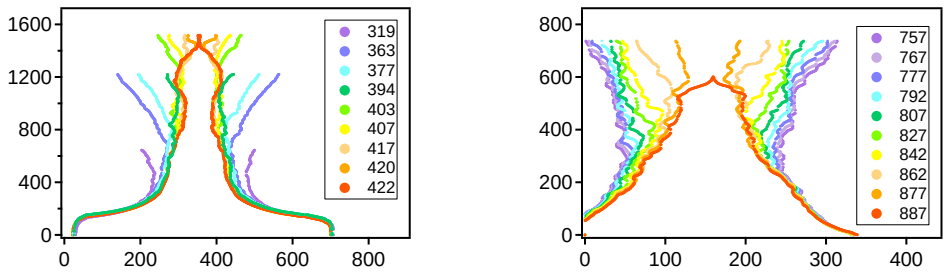
FIGURE 9.20 – *Régime "suspension" pour différentes tailles de grains pour la fraction volumique* $\phi = 40.7\%$.

9.5.3 Mécanisme

Observation

L'hypothèse la plus probable pour comprendre ce régime est donc celle d'une organisation des grains au sein du milieu. Nous nous sommes donc intéressés au profil de détachement de la goutte.

Si l'on regarde la figure 9.21, nous comparons l'évolution de ce profil en fonction du temps pour deux fractions volumiques (a) $\phi = 40.7\%$ et (b) $\phi = 50.5\%$. Nous constatons qu'il a un aspect plus rugueux pour les fractions volumiques plus élevées.



(a) (b)

FIGURE 9.21 – *Profil du détachement en pixels de gouttes formées de grains tels que* $d = 140\,\mu m$ *pour les fractions volumiques (a)* $\phi = 40.7\%$ *à 1520 images/s, correspondant aux clichés de la figure 9.18(a) (b)* $\phi = 50.5\%$ *à 3000 images/s. Les numéros se réfèrent aux images.*

9.6 Conclusion

Nous avons étudié dans ce chapitre le détachement de gouttes de suspension granulaires.

Nous avons observé que ce détachement se déroule en trois étapes :

- Il existe d'abord un régime dans lequel le comportement est celui d'un fluide visqueux effectif. Nous ne mesurons donc pas de viscosité élongationnelle plus importante que dans le cas d'un fluide visqueux newtonien (la viscosité élongationnelle étant égale à trois fois la viscosité de cisaillement $\eta_{el} = 3\eta$). Néanmoins, la rugosité de l'interface augmente. Cette observation indique que, même si la dynamique est identique à celle d'une huile de même viscosité, les grains s'organisent dans le système.
- Nous avons identifié un régime original indépendant de la fraction volumique initiale, mais l'entrée dans ce régime est conditionnée par la taille des grains. Par un argument dimensionnel, nous avons déterminé une loi de détachement D variant comme une puissance $2/3$ de $t_p - t$. Celle-ci est en accord avec nos expériences. Tout se passe alors comme si la fraction volumique était fixée dans notre système avant le détachement.
- Près du pincement, la dynamique est celle du fluide interstitiel pur.

Le mécanisme d'organisation des grains lors du détachement reste incompris. Une étude de l'évolution de la rugosité en fonction du temps serait très utile à la compréhension de ces phénomènes.

Conclusion

Dans le cadre de cette thèse, nous avons étudié les écoulements de suspensions. Ayant utilisé une suspension monodisperse, isodense et non-Brownienne, nous avons négligé les problèmes de sédimentation et de ségrégation inertielles. La fraction volumique de grains (volume relatif de grains dans la suspension) a été explorée dans une large gamme de valeurs : entre 18% et 61% et deux systèmes rhéologiques modèles ont été utilisés : le plan incliné et le détachement de gouttes.

Nous avons d'abord caractérisé les suspensions à l'aide de méthodes rhéologiques classiques dans un rhéomètre plan-plan à géométrie striée. Les techniques rhéométriques classiques sont fondées sur le postulat que le matériau est du type fluide visqueux effectif homogène régi sous cisaillement par l'équation constitutive $\sigma_{xy} = \eta\,\dot{\gamma}$. Nous montrons que l'on peut mesurer une viscosité dans le cas des suspensions peu denses ($\phi < 48\%$). Toutefois, au delà de cette concentration, le milieu se fracture ou se structure, interdisant alors de pouvoir considérer la suspension comme un fluide homogène dans le rhéomètre.

Nous avons alors construit et utilisé un rhéomètre original et adapté au cas des suspensions, le plan incliné. La majorité des expériences ont été conduites avec des grains de taille 40 µm, quelques unes à 80 µm, les angles, quant à eux, varient entre 5 ° et 39 °. En mesurant à chaque instant la hauteur et la vitesse de surface, nous observons au début de l'écoulement une dépendance de la vitesse en h^2. Nous avons montré comment ce rhéomètre permet de déterminer une viscosité pour des suspensions, même très denses (fractions jusqu'à 61%). En considérant la suspension comme un fluide homogène purement visqueux, nous mesurons une viscosité globale en excellent accord avec des mesures locales [91].

Les résultats que nous obtenons sont entre autre indépendants de la déformation et de la taille des grains, ce qui nous permet d'affirmer que cette étude se place dans un cadre tel qu'il est possible de négliger la migration et la sédimentation. La fraction en grains peut donc être considérée comme homogène lors de l'écoulement. De plus, dans les gammes de cisaillement et de pression

explorées (0.1 à 1 s^{-1} et 10 à 150 Pa respectivement), nous pouvons affirmer que nos mesures sont indépendantes de ces grandeurs.

Deux applications de cette étude sont envisageables. D'une part nos résultats peuvent servir au développement de modèles de viscosité des suspensions toujours discutés actuellement. D'autre part, ayant établi un protocole expérimental permettant une mesure de viscosité des suspensions denses quelle que soit leur fraction volumique, il peut être étendu au cas de l'étude de matériaux plus complexes (e.g. rugosité des grains, polydispersité de la suspension...). Ce montage expérimental simple peut éventuellement servir à des mesures sur le terrain.

Toutefois, une description de l'écoulement par un modèle de fluide visqueux n'est correcte qu'aux grandes hauteurs de couche, i.e. au début de l'écoulement. En dessous d'une certaine hauteur, le comportement de la suspension dévie du régime visqueux.

Intuitivement, on s'attend pour les faibles hauteurs de couche à ce que l'influence de l'hétérogénéité du milieu intervienne, et donc à une déviation vers un comportement que nous qualifions de "pseudo-granulaire". Nous avons mis en évidence pour les suspensions un régime original pour les faibles hauteurs de couche où la vitesse dépend de la hauteur selon une loi de puissance. La valeur de l'exposant est très proche de celle déterminée dans le cas des écoulements de matériaux granulaires secs sur plan incliné, justifiant ainsi le qualificatif de "pseudo-granulaire".

Nous avons déterminé une règle d'écoulement ("flow-rule") pour la globalité de l'écoulement, rendant compte à la fois du comportement visqueux associé aux grandes hauteurs de couche et du comportement "pseudo-granulaire" en-dessous de la valeur $h = \lambda$. Cette longueur λ mésoscopique détermine le "cross-over" entre les régimes visqueux et "pseudo-granulaire". Ce système permet donc de passer continûment d'une limite à l'autre. Les lois d'écoulement de la suspension se replacent sur une même courbe maîtresse quels que soient l'angle, la fraction volumique ou la taille des grains.

De plus, nous avons mis en évidence une rhéologie non-locale des suspensions. Au delà de la hauteur $h = \lambda$, nous montrons que la viscosité dépend de la hauteur de la couche. Contrairement à une situation de blocage, la viscosité diminue au cours de l'écoulement dans le régime "pseudo-granulaire".

Enfin, nous montrons que la valeur de λ diverge avec la fraction volumique ϕ, dépendance que nous retrouvons par un simple argument dimensionnel. Nous proposons des pistes pour interpréter cette longueur mésoscopique en considérant la formation de structures au sein de l'écoulement, comme il est proposé dans de

nombreuses études rhéologiques de fluides complexes au voisinage de la transition de blocage [8, 17, 61, 74, 122].

La dernier volet de cette thèse a été consacré à l'étude du détachement de gouttes de suspension, soumises à un écoulement élongationnel. Les tailles de grains ont été variées de 20 à 250 µm. Nous avons mesuré le diamètre de détachement de la goutte en fonction de la distance temporelle au détachement à l'aide d'une caméra rapide. Notre étude s'est placée dans une gamme de temps située à environ 100 ms du point de singularité, nous permettant ainsi de nous affranchir des conditions initiales.

Dans le but de comparer une suspension à une huile de même viscosité apparente, un travail préliminaire nous a amené à considérer les différents régimes de détachement de gouttes de fluides newtoniens décrits dans la littérature. Cette comparaison nous a permis d'identifier trois régimes dans le cas des suspensions.

Le premier est identique en tous points au détachement d'une huile de même viscosité effective, nous ne mesurons donc pas une viscosité élongationnelle augmentée dans le cas des suspensions.

Le second est un régime original : dépendant de la taille des grains, il est en revanche indépendant de la fraction volumique initiale de la suspension et donc de sa viscosité apparente. De manière très étonnante, nous trouvons un régime dont la loi d'échelle correspond à une compétition entre capillarité et inertie, alors que l'estimation du nombre de Reynolds montre que le régime n'est pas inertiel. Un argument dimensionnel impose nécessairement que le diamètre dépende du temps selon une loi de puissance avec un exposant 2/3, ce qui est en excellent accord avec nos expériences.

Le dernier régime est celui du détachement du fluide interstitiel seul. Nous l'identifions à l'aide de prédictions décrites dans la littérature.

Par ailleurs, en observant des profils de détachement, nous constatons que la rugosité de l'interface suspension/air évolue au cours du détachement, ce qui indique que les grains s'organisent au sein de la suspension, ce qui pourrait éventuellement expliquer le régime original observé. Cette étude est à poursuivre.

L'ensemble des expériences présentées dans cette thèse nous ont permis de sonder les propriétés intrinsèques des suspensions et leurs lois d'écoulement en cisaillement (plan incliné) ou en élongation (détachement de gouttes). Néanmoins, un certain nombre de questions restent ouvertes.

Nous avons proposé une loi d'écoulement faisant intervenir une longueur de "cross-over" λ, pouvant être interprétée comme une longueur de corrélation .

Plusieurs points peuvent être vérifiés expérimentalement. D'une part, il serait pertinent d'essayer de mesurer cette grandeur, associée aux fluctuations de vitesse et de la comparer à nos estimations (taille de l'ordre du mm). D'autre part, l'expression de λ prédit une divergence dans le cas où la gravité tend vers zéro. Des expériences en microgravité s'avéreraient alors un test fort de cette loi d'écoulement.

Enfin, il serait intéressant de faire le lien entre une rhéologie établie sur plan incliné, assimilant la suspension à un fluide "quasi-newtonien" dont la viscosité varie avec la hauteur (interprétable en terme de pression de confinement) et les expériences de détachement de gouttes où la pression capillaire joue un rôle dominant.

Bibliographie

[1] J. R. Abbott, N. Tetlow, A. L. Graham, S. A. Altobelli, E. Fukushima, L. A. Mondy, and T. S. Stephens. Experimental-observations of particle migration in concentrated suspensions - Couette-flow. *Journal of Rheology*, 35 :773–795, 1991.

[2] A. Acrivos. Shear-induced particle diffusion in concentrated suspensions of a noncolloidal particles. *Journal of Rheology*, 39(5) :813–826, 1995.

[3] S. A. Altobelli, R. C. Givler, and E. Fukushima. Velocity and concentration measurements of suspensions by Nuclear-Magnetic-Resonance imaging. *Journal of Rheology*, 35 :721–734, 1991.

[4] Y. Amarouchene. *Etude de l'interaction polymère-écoulement.* PhD thesis, Université Bordeaux I, 2002.

[5] Y. Amarouchene, D. Bonn, J. Meunier, and H. Kellay. Inhibition of the finite-time singularity during droplet fission of a polymeric fluid. *Physical Review Letters*, 86(16) :3558–3561, 2001.

[6] C. Ancey and P. Coussot. Transition frictionnelle visqueuse pour une suspension granulaire. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, Série IIb : Mécanique, Physique, Chimie, Astronaumie*, 327 :515–522, 1999.

[7] R. A. Bagnold. Experiments on a gravity-free dispersion of large solid spheres in a newtonian fluid under shear. *Proceedings of the Royal Society of London, Series A*, 225 :49–63, 1954.

[8] P. Ballesta, A. Duri, and L. Cipelletti. Unexpected drop of dynamical heterogeneities in colloidal suspensions approaching the jamming transition. *Nature Physics*, 4(7) :550–554, 2008.

[9] H. A. Barnes. Shear-thickening (dilatancy) in suspensions of nonaggregating solid particles dispersed in newtonian liquids. *Journal of Rheology*, 33(2) :329–366, 1989.

[10] H. A. Barnes, J. F. Hutton, and K. Walters. *An Introduction to Rheology.* Elsevier, Amsterdam, 1989.

[11] G. K. Batchelor. Effect of Brownian motion on bulk stress in a suspension of spherical particles. *Journal of Fluid Mechanics*, 83 :97–117, 1977.

[12] G. K. Batchelor and T. Green, J. The determination of the bulk stress in a suspension of spherical particles to order c^2. *Journal of Fluid Mechanics*, 56 :401–427, 1972.

[13] A. V. Bazilevskii, V. M. Entov, and A. N. Rozhkov. Breakup of an oldroyd liquid bridge as a method for testing the rheological properties of polymer solutions. *Polymer Science Series A*, 43(7) :716–726, 2001.

[14] J. D. Bernal and J. Mason. Co-ordination of randomly packed spheres. *Nature*, 188(4754) :910–911, 1960.

[15] J. G. Berryman. Random close packing of hard-spheres and disks. *Physical Review A*, 27(2) :1053–1061, 1983.

[16] G. Berton, R. Delannay, P. Richard, N. Taberlet, and A. Valance. Two-dimensional inclined chute flows : Transverse motion and segregation. *Physical Review E*, 68(5), 2003.

[17] L. Bocquet, A. Colin, and A. Ajdari. Kinetic theory of plastic flow in soft glassy materials. *Physical Review Letters*, 103(3), 2009.

[18] D.V. Boger and Walters K. *Rheological phenomena in focus.* Elsevier, Amsterdam, 1993.

[19] J. F. Brady and J. F. Morris. Microstructure of strongly sheared suspensions and its impact on rheology and diffusion. *Journal of Fluid Mechanics*, 348 :103–139, 1997.

[20] M. P. Brenner, J. Eggers, K. Joseph, S. R. Nagel, and X. D. Shi. Breakdown of scaling in droplet fission at high reynolds number. *Physics of Fluids*, 9(6) :1573–1590, 1997.

[21] C. S. Campbell. Rapid granular flows. *Annual Review of Fluid Mechanics*, 22 :57–92, 1990.

[22] C. Cassar, M. Nicolas, and O. Pouliquen. Submarine granular flows down inclined planes. *Physics of Fluids*, 17(10), 2005.

[23] G. Chambon, A. Ghemmour, and D. Laigle. Gravity-driven surges of a viscoplastic fluid : An experimental study. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 158(1-3) :54–62, 2009.

[24] S. Chandrasekhar. *Hydrodynamic and Hydromagnetic Stability.* Dover, New-York, 1981.

[25] C. Chevalier. *Dynamique et instabilité des interfaces grains/fluide dans les suspensions non-Browniennes.* PhD thesis, Université Paris VI, 2006.

[26] C. Chevalier, A. Lindner, and E. Clement. Destabilization of a saffman-taylor fingerlike pattern in a granular suspension. *Physical Review Letters*, 99(17), 2007.

[27] J. S. Chong, E.B. Christia, and A. D. Baer. Rheology of concentrated suspensions. *Journal of Applied Polymer Science*, 15(8) :2007, 1971.

[28] A. W. Chow, S. W. Sinton, J. H. Iwamiya, and T. S. Stephens. Shear-induced particle migration in couette and parallel-plate viscometers - nmr imaging and stress measurements. *Physics of Fluids*, 6(8) :2561–2576, 1994.

[29] S. Cochard and C. Ancey. Experimental investigation of the spreading of viscoplastic fluids on inclined planes. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 158(1-3) :73–84, 2009.

[30] S. Courrech Du Pont, P. Gondret, B. Perrin, and M. Rabaud. Granular avalanches in fluids. *Phys Rev Lett*, 90(4) :044301, 2003.

[31] P. Coussot. *Rheometry of Pastes Suspensions and Granular Materials.* Wiley, New-York, 2005.

[32] P. Coussot and C. Ancey. Rheophysical classification of concentrated suspensions and granular pastes. *Physical Review E*, 59(4) :4445–4457, 1999.

[33] P. Coussot and C. Ancey. *Rhéophysique des pâtes et des suspensions.* EDP Sciences, Paris, 1999.

[34] P. Coussot and F. Gaulard. Gravity flow instability of viscoplastic materials : The ketchup drip. *Physical Review E*, 72(3), 2005.

[35] P. Coussot, Q. D. Nguyen, H. T. Huynh, and D. Bonn. Avalanche behavior in yield stress fluids. *Physical Review Letters*, 88(17), 2002.

[36] F. Da Cruz, F. Chevoir, D. Bonn, and P. Coussot. Viscosity bifurcation in granular materials, foams, and emulsions. *Physical Review E*, 66(5), 2002.

[37] A. Daerr. Dynamical equilibrium of avalanches on a rough plane. *Physics of Fluids*, 13(7) :2115–2124, 2001.

[38] A. Daerr and S. Douady. Two types of avalanche behaviour in granular media. *Nature*, 399(6733) :241–243, 1999.

[39] H. Darcy. *Les fontaines publiques de la ville de Dijon.* V. Dalmont, Paris, 1856.

[40] A. Deboeuf, G. Gauthier, J. Martin, Y. Yurkovetsky, and J. F. Morris. Particle pressure in a sheared suspension : A bridge from osmosis to granular dilatancy. *Physical Review Letters*, 102(10), 2009.

[41] S. Deboeuf, E. Lajeunesse, O. Dauchot, and B. Andreotti. Flow rule, self-channelization, and levees in unconfined granular flows. *Physical Review Letters*, 97(15), 2006.

[42] R. J. Donnelly and Glaberso.W. Experiments on capillary instability of a liquid jet. *Proceedings of the Royal Society of London Series a-Mathematical and Physical Sciences*, 290(1423) :547, 1966.

[43] J. Duran. *Sands, powders and grains : an introduction to the physics of granular materials.* Springer-Verlag, New York, 2000.

[44] J. Eggers. Universal pinching of 3d axisymmetrical free-surface flow. *Physical Review Letters*, 71(21) :3458–3460, 1993.

[45] J. Eggers. Nonlinear dynamics and breakup of free-surface flows. *Reviews of Modern Physics*, 69(3) :865–929, 1997.

[46] J. Eggers and T. F. Dupont. Drop formation in a one-dimensional approximation of the navier-stokes equation. *Journal of Fluid Mechanics*, 262 :205–221, 1994.

[47] H. Eilers. The viscosity of the emulsion of highly viscous substances as function of concentration. *Kolloid-Zeitschrift*, 97 :313–321, 1941.

[48] A. Einstein. Zur Theorie der Brownschen Bewegung. *Annalen der Physik*, 19 :371–381, 1906.

[49] A. Fall. *Rhéophysique des fluides complexes : écoulement et blocage de suspensions.* PhD thesis, Université Paris VI, 2008.

[50] A. Fall, N. Huang, F. Bertrand, G. Ovarlez, and D. Bonn. Shear thickening of cornstarch suspensions as a reentrant jamming transition. *Physical Review Letters*, 100(1), 2008.

[51] G. Felix and N. Thomas. Relation between dry granular flow regimes and morphology of deposits : formation of levees in pyroclastic deposits. *Earth and Planetary Science Letters*, 221(1-4) :197–213, 2004.

[52] D. Fenistein and M. van Hecke. Kinematics - wide shear zones in granular bulk flow. *Nature*, 425(6955) :256–256, 2003.

[53] Y. Forterre and O. Pouliquen. Long-surface-wave instability in dense granular flows. *Journal of Fluid Mechanics*, 486 :21–50, 2003.

[54] R. J. Furbank and J. F. Morris. An experimental study of particle effects on drop formation. *Physics of Fluids*, 16(5) :1777–1790, 2004.

[55] R. J. Furbank and J. F. Morris. Pendant drop thread dynamics of particle-laden liquids. *International Journal of Multiphase Flow*, 33(4) :448–468, 2007.

[56] F. Gadalamaria and A. Acrivos. Shear-induced structure in a concentrated suspension of solid spheres. *Journal of Rheology*, 24 :799–814, 1980.

[57] MiDi GDR. On dense granular flows. *Eur Phys J E Soft Matter*, 14(4) :341–65, 2004.

[58] E. F. Goedde and M. C. Yuen. Experiments on liquid jet instability. *Journal of Fluid Mechanics*, 40 :495, 1970.

[59] I. Goldhirsch. Scales and kinetics of granular flows. *Chaos*, 9(3) :659–672, 1999.

[60] M. Goldin, Yerushal. J, R. Pfeffer, and R. Shinnar. Breakup of a laminar capillary jet of a viscoelastic fluid. *Journal of Fluid Mechanics*, 38 :689, 1969.

[61] J. Goyon, A. Colin, G. Ovarlez, A. Ajdari, and L. Bocquet. Spatial cooperativity in soft glassy flows. *Nature*, 454(7200) :84–87, 2008.

[62] E. Guyon, J. P. Hulin, and L. Petit. *Hydrodynamique physique*. EDP sciences/CNRS, Paris, 2001.

[63] R. E. Hampton, A. A. Mammoli, A. L. Graham, N. Tetlow, and S. A. Altobelli. Migration of particles undergoing pressure-driven flow in a circular conduit. *Journal of Rheology*, 41 :621–640, 1997.

[64] M. Han, C. Kim, M. Kim, and S. Lee. Particle migration in tube flow of suspensions. *Journal of Rheology*, 43 :1157–1174, 1999.

[65] N. Huang. *Rhéologie des pâtes granulaires*. PhD thesis, Université Paris VI, 2006.

[66] N. Huang and D. Bonn. Viscosity of a dense suspension in couette flow. *Journal of Fluid Mechanics*, 590 :497–507, 2007.

[67] N. Huang, G. Ovarlez, F. Bertrand, S. Rodts, P. Coussot, and D. Bonn. Flow of wet granular materials. *Physical Review Letters*, 94(2), 2005.

[68] L. Isa, R. Besseling, and W. C. K. Poon. Shear zones and wall slip in the capillary flow of concentrated colloidal suspensions. *Physical Review Letters*, 98(19), 2007.

[69] R. M. Iverson. The physics of debris flows. *Reviews of Geophysics*, 35(3) :245–296, 1997.

[70] H. M. Jaeger, S. R. Nagel, and R. P. Behringer. Granular solids, liquids, and gases. *Reviews of Modern Physics*, 68(4) :1259–1273, 1996.

[71] S. C. Jana, B. Kapoor, and A. Acrivos. Apparent wall slip velocity coefficients in concentrated suspensions of noncolloidal particles. *Journal of Rheology*, 39(6) :1123–1132, 1995.

[72] P. Jop, Y. Forterre, and O. Pouliquen. A constitutive law for dense granular flows. *Nature*, 441(7094) :727–730, 2006.

[73] J. B. Keller and M. J. Miksis. Surface-tension driven flows. *Siam Journal on Applied Mathematics*, 43(2) :268–277, 1983.

[74] A. S. Keys, A. R. Abate, S. C. Glotzer, and D. J. Durian. Measurement of growing dynamical length scales and prediction of the jamming transition in a granular material. *Nature Physics*, 3(4) :260–264, 2007.

[75] T. A. Kowalewski. On the separation of droplets from a liquid jet. *Fluid Dynamics Research*, 17(3) :121–145, 1996.

[76] I. M. Krieger. Rheology of monodisperse latices. *Advances in Colloid and Interface Science*, 3 :111–136, 1972.

[77] I. M. Krieger and T. J. Dougherty. A mechanism for non-Newtonian flow in suspensions of rigid spheres. *Transactions of the Society of Rheology*, 3 :137–152, 1959.

[78] G. P. Krishnan, S. Beimfohr, and D. T. Leighton. Shear-induced radial segregation in bidisperse suspensions. *Journal of Fluid Mechanics*, 321 :371–393, 1996.

[79] R. G. Larson. *The structure and rheology of complex fluids*. Oxford University Press, New-York, 1999.

[80] D. Leighton and A. Acrivos. Measurement of shear-induced self-diffusion in concentrated suspensions of spheres. *Journal of Fluid Mechanics*, 177 :109–131, 1987.

[81] D. Leighton and A. Acrivos. The shear-induced migration of particles in concentrated suspensions. *Journal of Fluid Mechanics*, 181 :415–439, 1987.

[82] D. T. Leighton. *The shear induced migration of particulates in concentrated suspensions*. PhD thesis, Standford University, 1985.

[83] M. K. Lyon and L. G. Leal. An experimental study of the motion of concentrated suspensions in two-dimensional channel flow. part 1. monodisperse systems. *Journal of Fluid Mechanics*, 363 :25–56, 1998.

[84] C. H. Macosko. *Rheology : Principles, Measurements, and Aplications*. Wiley, New-York, 1994.

[85] F. Malloggi, J. Lanuza, B. Andreotti, and E. Clement. Erosion waves : Transverse instabilities and fingering. *Europhysics Letters*, 75 :825–831, 2006.

[86] P. Mills and P. Snabre. Apparent viscosity of a concentrated suspension of non brownian hard spheres near the jamming transition. *to be published*, 2009.

[87] J. F. Morris and J. F. Brady. Pressure-driven flow of a suspension : Buoyancy effects. *International Journal of Multiphase Flow*, 24(1) :105–130, 1998.

[88] P. R. Nott and J. F. Brady. Pressure-driven flow of suspensions - Simulation and theory. *Journal of Fluid Mechanics*, 275 :157–199, 1994.

[89] G. Y. Onoda and E. G. Liniger. Random loose packings of uniform spheres and the dilatancy onset. *Physical Review Letters*, 64(22) :2727–2730, 1990.

[90] P. Oswald. *Rhéophysique Ou comment coule la matière*. Belin, Paris, 2005.

[91] G. Ovarlez, F. Bertrand, and S. Rodts. Local determination of the constitutive law of a dense suspension of noncolloidal particles through magnetic resonance imaging. *Journal of Rheology*, 50(3) :259–292, 2006.

[92] D. T. Papageorgiou. Analytical description of the breakup of liquid jets. *Journal of Fluid Mechanics*, 301 :109–132, 1995.

[93] D. H. Peregrine, G. Shoker, and A. Symon. The bifurcation of liquid bridges. *Journal of Fluid Mechanics*, 212 :25–39, 1990.

[94] R. J. Phillips, R. C. Armstrong, R. A. Brown, A. L. Graham, and J. R. Abbott. A constitutive equation for concentrated suspensions that accounts for shear-induced particle migration. *Physics of Fluids A-Fluid Dynamics*, 4(1) :30–40, 1992.

[95] D. J. Pine, J. P. Gollub, J. F. Brady, and A. M. Leshansky. Chaos and threshold for irreversibility in sheared suspensions. *Nature*, 438(7070) :997–1000, 2005.

[96] J. Plateau. *Statique expérimentale et théorique des liquides soumis aux seules forces moléculaires*. Gauthier-Villars, Paris, 1873.

[97] O. Pouliquen. Scaling laws in granular flows down rough inclined planes. *Physics of Fluids*, 11(3) :542–548, 1999.

[98] O. Pouliquen and F. Chevoir. Dense flows of dry granular material. *Comptes Rendus Physique*, 3(2) :163–175, 2002.

[99] O. Pouliquen and N. Renaut. Onset of granular flows on an inclined rough surface : Dilatancy effects. *Journal de Physique Ii*, 6(6) :923–935, 1996.

[100] D. Prasad and H. K. Kytomaa. Particle stress and viscous compaction during shear of dense suspensions. *International Journal of Multiphase Flow*, 21(5) :775–785, 1995.

[101] D. Quere. *Gouttes, bulles, perles et ondes*. Belin, Paris, 2005.

[102] J. Rajchenbach. Flow in powders - from discrete avalanches to continuous regime. *Physical Review Letters*, 65(18) :2221–2224, 1990.

[103] J. Rajchenbach. Dense, rapid flows of inelastic grains under gravity. *Physical Review Letters*, 90(14), 2003.

[104] Lord Rayleigh. On the capillary phenomena of jets. *Proceedings of the Royal Society of London*, 29 :71, 1879.

[105] M. Rentschler, C. Ancey, and S. Cochard. *http : // lhe.epfl.ch / Simulations / poster_ swissrheo.pdf*. page internet, 2006.

[106] J. F. Richardson and W. N. Zaki. The sedimentation of a suspension of uniform spheres under conditions of viscous flow. *Chemical Engineering Science*, 3(2) :65–73, 1954.

[107] P. G. Rognon, F. Chevoir, H. Bellot, F. Ousset, M. Naaim, and P. Coussot. Rheology of dense snow flows : Inferences from steady state chute-flow experiments. *Journal of Rheology*, 52(3) :729–748, 2008.

[108] A. Rothert, R. Richter, and I. Rehberg. Transition from symmetric to asymmetric scaling function before drop pinch-off. *Physical Review Letters*, 87(8), 2001.

[109] A. Rothert, R. Richter, and I. Rehberg. Formation of a drop : viscosity dependence of three flow regimes. *New Journal of Physics*, 5, 2003.

[110] D. F. Rutland and G. J. Jameson. Non-linear effect in capillary instability of liquid jets. *Journal of Fluid Mechanics*, 46(29) :267, 1971.

[111] S. B. Savage and K. Hutter. The motion of a finite mass of granular material down a rough incline. *Journal of Fluid Mechanics*, 199 :177–215, 1989.

[112] G. D. Scott and D. M. Kilgour. Density of random close packing of spheres. *Journal of Physics D-Applied Physics*, 2(6) :863, 1969.

[113] G. Segre and A. Silberberg. Behaviour of macroscopic rigid spheres in Poiseuille flow .1. Determination of local concentration by statistical analysis of particle passages through crossed light beams. *Journal of Fluid Mechanics*, 14 :115–135, 1962.

[114] G. Segre and A. Silberberg. Behaviour of macroscopic rigid spheres in Poiseuille flow .2. Experimental results and interpretation. *Journal of Fluid Mechanics*, 14 :136–157, 1962.

[115] L. E. Silbert, J. W. Landry, and G. S. Grest. Granular flow down a rough inclined plane : Transition between thin and thick piles. *Physics of Fluids*, 15(1) :1–10, 2003.

[116] J. J. Stickel and R. L. Powell. Fluid mechanics and rheology of dense suspensions. *Annual Review of Fluid Mechanics*, 37 :129–149, 2005.

[117] B. D. Timberlake and J. F. Morris. Particle migration and free-surface topography in inclined plane flow of a suspension. *Journal of Fluid Mechanics*, 538 :309–341, 2005.

[118] V. Tirtaatmadja, G. H. McKinley, and J. J. Cooper-White. Drop formation and breakup of low viscosity elastic fluids : Effects of molecular weight and concentration. *Physics of Fluids*, 18(4), 2006.

[119] C. Wagner, Y. Amarouchene, D. Bonn, and J. Eggers. Droplet detachment and satellite bead formation in viscoelastic fluids. *Physical Review Letters*, 95(16), 2005.

[120] I. E. Zarraga, D. A. Hill, and D. T. Leighton. The characterization of the total stress of concentrated suspensions of noncolloidal spheres in newtonian fluids. *Journal of Rheology*, 44(2) :185–220, 2000.

[121] I. E. Zarraga and D. T. Leighton. Normal stress and diffusion in a dilute suspension of hard spheres undergoing simple shear. *Physics of Fluids*, 13(3) :565–577, 2001.

[122] Z. X. Zhang, N. Xu, D. T. N. Chen, P. Yunker, A. M. Alsayed, K. B. Aptowicz, P. Habdas, A. J. Liu, S. R. Nagel, and A. G. Yodh. Thermal vestige of the zero-temperature jamming transition. *Nature*, 459(7244) :230–233, 2009.

Écoulement de suspensions granulaires modèles

Nous étudions dans ce travail expérimental les lois d'écoulement de suspensions granulaires. Pour cela, nous utilisons une suspension modèle isodense, non-Brownienne et monodisperse, constituée de sphères dans une huile de silicone et dont la fraction de grains ϕ est variée entre 30 et 61%.

Le comportement de cette suspension est caractérisé via deux expériences originales : l'écoulement sous cisaillement sur plan incliné et l'écoulement en élongation lors du détachement de gouttes.

Nous montrons que le plan incliné permet d'explorer le passage continu des lois d'écoulement d'un régime de type fluide visqueux (couches épaisses) à un régime "pseudo-granulaire" (couche fine). Nous mettons en évidence une longueur mésoscopique qui sépare les deux régimes et diverge quand la fraction s'approche de la transition de blocage. De plus, nous montrons que la rhéologie des suspensions isodenses est quasi-newtonienne, c'est-à-dire sans seuil, mais que la viscosité peut dépendre de la hauteur de la couche. La migration de particules pouvant être négligée, ce dispositif permet, contrairement à un rhéomètre "classique", de mesurer directement la viscosité de la suspension jusqu'à des fractions de 61%.

Dans le cas du détachement de gouttes, nous ne mesurons pas de viscosité élongationnelle plus importante que dans le cas d'un fluide newtonien. En revanche, le détachement final est accéléré par la présence des grains et est indépendant de la concentration de la suspension, mais dépendant de la taille des grains.

Mots-clefs : fluides complexes, milieux granulaires, suspension, rhéologie, plan incliné, détachement de gouttes.

Flow of model dense granular suspensions

We experimentally study the flow of dense granular suspensions. The suspensions are made of mono-disperse, spherical, non-Brownian polystyrene beads immersed in a density matched silicon oil. The volume fraction ϕ varies from 30 to 61%.

We investigate the flow behaviour of these dense granular suspensions by the use of two complementary model experiments : shear flow on an inclined plane and elongational flow during the detachment of a droplet.

We prove that the inclined plane is a useful apparatus to explore the continuous transition from an effective viscous flow (high thickness) to dense "pseudo-granular" flow (low thickness). A mesoscopic length scale is evidenced that separates the two flowing regimes and diverges when ϕ approaches the jamming limit. We show that our experimental results are consistent with a fully Newtonian rheology -i.e. without stress threshold- but with an effective viscosity depending on the thickness of the layer. Moreover, we show that particle migration can be neglected. This set-up allows for directly measuring the viscosity up to volume fractions of 61%, which is impossible in a classical rheometer.

During "pinch-off" experiments, we prove that the elongational viscosity is identical to the one we measure on a pure viscous fluid. Nevertheless, the final detachment is accelerated by the presence of grains and is independent of the grain concentration, but highly dependent on the grain size.

Keywords : complex fluids, granular materials, suspensions, rheology, inclined plane, "pinch-off".